

超声波辅助碱提沁洲黄小米多糖工艺条件优化

王玺,雷海英,靳志强,白变霞

(长治学院,山西 长治 046000)

摘要:以沁州黄小米为材料,采用超声波辅助碱提法提取其中的多糖。用单因素试验来考察碱液浓度、超声功率、超声时间和液固比在提取过程中对沁州黄小米多糖得率的影响。正交试验结果表明这4个因子对沁州黄小米多糖得率影响作用大小顺序为:液固比>超声波处理时间>超声功率>碱液浓度;得到的多糖提取最佳工艺条件组合:碱浓度0.8 mol/L,超声波处理时间15 min,超声功率97.5 W,液固比30:1(mL/g),此优化工艺条件下多糖的得率达到70.29%。该研究为沁州黄小米中多糖物质的最优化提取和利用提供参考。

关键词:多糖;超声波辅助;碱提;沁州黄小米

Process Optimization for Ultrasound-assisted Alkali Extraction of Polysaccharides from Qinzhouhuang Millet

WANG Xi, LEI Hai-ying, JIN Zhi-qiang, BAI Bian-xia

(Changzhi Univeisity, Changzhi 046000, Shanxi, China)

Abstract: Extraction process of Qinzhouhuang millet polysaccharides was investigated using the method of ultrasound-assisted alkali extraction method. The effects of alkali concentration, ultrasonic power, liquid-solid ratio and ultrasonic time on the yield of polysaccharides from Qinzhouhuang millet were surveyed by single factor experiment. The results showed that extracting rate of the polysaccharides was effected by solid ratio, ultrasonic time, ultrasonic power and alkali concentration successively. The optimum technological condition combination was alkali concentration with 0.8 mol/L, ultrasonic power with 97.5 W, ultrasonic time with 15 min, and liquid-solid ratio with 30:1 (mL/g). Under this optimized condition, the extracting rate of the polysaccharides from Qinzhouhuang millet was 70.29 %.

Key words: polysaccharides; ultrasound-assisted; alkali extraction; Qinzhouhuang millet

多糖具有独特的理化性质,在生物体生长发育过程中具有重要作用。从天然产物中提取的多糖可作为一种免疫调节剂去激活免疫细胞,刺激机体产生免疫应答^[1-2]。多糖还具有抗病毒和抗癌的作用,研究发现从海藻分离出来的硫酸酯化多糖可以抑制肿瘤的转移^[3]。因此植物多糖作为一种低毒性的药用成分,在新药研发领域的地位值得期待。薛月圆等^[4]报道小米中的碳水化合物大约占到总重量的63%~70%,还原糖所占不到1%,淀粉含量则超过50%。多糖提取工艺的优化是实现多糖高效利用的重要前提。目前多糖提

取方法有很多种,主要报道的有水提法、溶剂浸提法、酶辅助^[5]、微波辅助^[6]和超声辅助等^[7-8]。

沁州黄小米产于山西省长治市沁县,长期以来以其籽粒圆润饱满,色泽金黄明亮,营养高口感佳而著名,被当地百姓称之为“黄金汤”。研究表明,小米中含有丰富的功能性多糖,对人体健康具有重要作用。随着近年来对多糖研究的深入和人们生活水平的提高,作为我国四大名米之一的沁州黄小米的研究价值也在提高^[9]。基于此,本试验拟采用超声波辅助碱提的方法进行小米多糖的提取,对多糖含量进行测定,利用单因素试验研究碱液浓度、超声时间、超声功率和液固比4个因素对小米多糖得率的影响,而后通过正交试验确定最优化工艺条件,以期对沁州黄小米多糖提取提供参考^[10]。

基金项目:长治学院校级课题《“沁州黄”小米与其余小米品系粗纤维和脂肪含量的对比分析》(2013205)

作者简介:王玺(1986—),男(汉),助教,硕士研究生,主要从事生物技术和植物功能基因组学的研究。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

沁州黄小米:购于山西沁州黄小米集团有限公司;NaOH:分析纯,天津市风船化学试剂科技有限公司;95%乙醇:AR分析纯,天津市凯通化学试剂有限公司;浓硫酸:分析纯,天津市振兴化工试剂酸厂;5%苯酚:分析纯,天津市大茂化学试剂厂。

1.1.2 仪器

HJ-4A 多头磁力搅拌器:金坛市科析仪器有限公司;D 系列(LCD)超声波细胞粉碎机:宁波新芝生物科技股份有限公司;DK-10D 四温四控水槽:上海百典仪器设备有限公司。

1.2 方法

1.2.1 多糖得率的测定

通过苯酚-硫酸法^[11]测得的葡萄糖标准曲线方程:

$$Y = 0.0078 \times X + 0.0347, (R^2 = 0.9922) \quad (1)$$

$$w/\% = X \times V \div M \times 100 \quad (2)$$

式(1)中:Y 表示 490 nm 处的吸光度;X 表示标准样品中葡萄糖浓度,g/mL。

式(2)中:V 表示粗多糖被稀释后的溶液总体积,mL;M 表示所取小米粉末的质量,g;w 表示小米多糖的得率,%。

1.2.2 试验方法与单因素研究

称取 3 g 研磨过的小米,加入不同浓度的 NaOH 水溶液,搅拌均匀;后转移到超声波细胞粉碎机内进行,设置所需超声时间和功率;后取出混合料液在 4 000 r/min 下离心 15 min,取上清液,加 3 倍体积 95%乙醇进行醇析^[3],待不再有絮状固体析出后,将醇析的料液在 4 000 r/min 下离心 15 min,然后迅速将料液抽滤,取滤饼即得小米粗多糖。将在此条件下得到的粗多糖溶解并定容,用苯酚-硫酸法测定容后的多糖含量,计算出小米多糖得率^[12]。

利用单因素试验分析不同碱液浓度、液固比、超声功率和超声时间 4 个因素对多糖得率的影响。

1.2.3 正交设计试验

根据单因素试验的结果,对碱浓度、液固比、超声时间和超声功率这 4 个因素进行 3 水平 $L_9(3^4)$ 的正交试验,并通过极差分析筛选出最佳的提取工艺条件组合。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验

2.1.1 碱液浓度对得率的影响

NaOH 浓度分别设定为 0.0、0.4、0.6、0.8 mol/L,其

他的影响条件设定为:液固比 20:1(mL/g),超声功率 97.5 W,超声时间 15 min,1 次提取。

碱浓度对沁州黄小米多糖得率的影响见表 1。

表 1 碱浓度对沁州黄小米多糖得率的影响

Table 1 The effect of alkali concentration on the yield of polysaccharides from Qinzhouhuang millet

碱浓度/(mol/L)	多糖得率/%
0.0	4.52
0.4	37.50
0.6	69.12
0.8	65.71

NaOH 浓度为 0.0 mol/L 时即为超声波辅助水提,当 NaOH 浓度为 0.4、0.6、0.8 mol/L 时多糖得率明显提高,NaOH 浓度为 0.6 mol/L 多糖得率最高,说明超声波辅助高浓度的碱把更多可溶性淀粉提取出来,造成得率显著升高。这可能与碱能够使细胞壁聚合物分子间的物化作用解除,使得多糖从细胞中快速溶出有关,但当碱浓度过高时可能存在碱作为催化剂来水解多糖,使多糖得率减少。

2.1.2 超声处理时间对得率的影响

超声时间分别设定为 5、10、15、20 min,其他的影响条件设定为:液固比 20:1(mL/g),超声功率 97.5 W,碱液浓度 0.6 mol/L,1 次提取。

超声时间对沁州黄小米多糖得率的影响见表 2。

表 2 超声时间对沁州黄小米多糖得率的影响

Table 2 The effect of ultrasonic time on the yield of polysaccharides from Qinzhouhuang millet

超声时间/min	多糖得率/%
5	42.87
10	62.71
15	68.06
20	62.10

结果从表 2 可以看出,超声处理时间从 5 min 到 20 min,多糖得率有较明显的变化,在 15 min 有最高得率。这可能与 NaOH 渗入到小米粉末,多糖再从小米中释放的消耗时间有关,而且多糖得率并不会随着最佳时间而保持稳定不变,在高温高碱下的碱催化降解,从而得率减小。所以,超声波处理时间为 15 min 时较合适。

2.1.3 超声功率对得率的影响

超声功率为设定为 65、97.5、130 W,超声波细胞粉碎机在此变幅杆下工作的总功率为 650 W。其他的影响条件设定为:液固比 20:1(mL/g),超声时间 15 min,碱浓度 0.6 mol/L,1 次提取。超声功率对沁州黄小米多糖

得率的影响见表3。

表3 超声功率对沁州黄小米多糖得率的影响
Table 3 The effect of ultrasonic power on the yield of polysaccharides from Qinzhouhuang millet

超声功率/W	多糖得率/%
65	54.22
97.5	68.06
130	56.89

结果从表3可以看出,多糖得率随着超声波功率的变大而逐渐增加,在功率为97.5 W时达到峰值,而后逐渐降低。这可能是由于超声处理产生的强大的空化作用增加了物质的渗出率,当超声波功率达到97.5 W时多糖得率相比较也达到最大。然后得率开始减少,可能是较强的超声波产生的强大的机械剪切作用破坏了多糖的糖苷键^[13],过高的功率造成的高温破坏多糖的结构使得多糖得率降低。试验结果确定较合适的超声波功率为97.5 W。

2.1.4 液固比对得率的影响

液固比分别设定为20:1、25:1、30:1 (mL/g),其他的影响条件设定为:超声时间15 min,超声功率97.5 W,碱浓度0.6 mol/L,1次提取。液固比对沁州黄小米多糖得率的影响见表4。

表4 液固比对沁州黄小米多糖得率的影响
Table 4 The effect of liquid-solid ratio on the yield of polysaccharides from Qinzhouhuang millet

液固比/(mL/g)	多糖得率/%
20:1	59.65
25:1	68.60
30:1	60.93

结果从表4可以看出,多糖得率随液固比的增加先增大,液固比小时,液相溶液中多糖的浓度较高,固态物质与溶液间浓度差别不大,小米颗粒中的多糖难以有效地进入到液相的溶液中;适当提高液固比就是提高固液两相间的多糖质量浓度差,可以降低溶液中物质浓度,加快传质过程。相同的NaOH浓度,增大液固比则意味着碱含量的变大,提取液体积增大,由于进行醇析时加入的95%乙醇是提取液的固定倍数,使在醇析过程多糖被稀释,造成得率的损失。因而确定25:1(mL/g)是合适的液固比。

2.2 正交试验结果

在单因素试验结果的基础上,对碱液浓度、超声功率、超声时间和液固比这4个因素进行3水平的正交试验。表5是正交试验的因素和水平,表6是正交试验结果。

表5 提取试验因素和水平

Table 5 Levels and factors for extraction experiment

水平	A 碱浓度/(mol/L)	B 超声功率/W	C 超声时间/min	D 液固比/(mL/g)
1	0.4	65	10	20:1
2	0.6	97.5	15	25:1
3	0.8	130	20	30:1

表6 正交试验结果

Table 6 Results of orthogonal test

试验号	A	B	C	D	多糖得率/%
1	1	1	1	1	43.58
2	1	2	2	2	63.70
3	1	3	3	3	68.06
4	2	1	2	3	69.66
5	2	2	3	1	54.22
6	2	3	1	2	54.97
7	3	1	3	2	59.12
8	3	2	1	3	63.27
9	3	3	2	1	57.42
K ₁	1.753 4	1.723 6	1.618 2	1.552 2	
K ₂	1.788 5	1.811 9	1.907 8	1.777 9	
K ₃	1.798 1	1.804 5	1.814 0	2.009 9	
k ₁	0.584 5	0.574 5	0.539 4	0.517 4	
k ₂	0.596 2	0.604 0	0.635 9	0.592 6	
k ₃	0.599 4	0.601 5	0.604 7	0.670 0	
R	0.044 7	0.088 3	0.289 6	0.457 7	

经过比较表6中4个因素极差R值的大小得出,对小米多糖提取得率的影响作用强弱顺序为:液固比>超声波处理时间>超声功率>碱液浓度。沁州黄小米多糖工艺优化条件组合为A₃B₂C₂D₃,即NaOH浓度为0.8 mol/L,超声功率97.5 W,超声时间为15 min,液固比30:1(mL/g)。尽管正交试验结果的NaOH浓度和液固比最优值与单因素试验存在差别,考虑到单因素试验所得数据确定的最佳条件为局部最优,而正交试验确定的最佳条件是综合各因素下的最优。因此我们在正交试验所确定的最优化条件下对沁州黄小米多糖进行3次提取试验,平均得率达70.29%。

3 结论

试验结果表明,采用超声波辅助碱提的方法使得提取效率有较大提高,最佳提取工艺条件为:NaOH浓度为0.8 mol/L,超声波功率为97.5 W,超声处理时间为15 min,液固比为30:1(mL/g)。在此条件下多糖得率达70.29%。

超声波辅助法提取南瓜中番茄红素的工艺研究

方瑞娜¹, 崔鹏¹, 姚新鼎¹, 刘国际^{1,2,*}

(1. 黄河水利职业技术学院环化系, 河南 开封 475004; 2. 郑州大学 化工与能源学院, 河南 郑州 450001)

摘要: 采用超声波辅助法研究了南瓜中番茄红素的提取工艺, 探讨了超声温度、超声时间、超声功率、提取剂用量对南瓜中番茄红素提取率的影响。进一步通过响应面分析试验, 得出了各因素对番茄红素提取率的影响顺序为: 超声功率>超声温度>提取剂用量>超声时间, 确定了超声波辅助法提取南瓜中番茄红素的较佳工艺条件为超声功率 140 W、超声温度 37 ℃、提取剂用量为 275 mL/g、超声时间 9 min, 在此条件下, 南瓜粉中番茄红素的提取率达到 0.489 2 mg/g。

关键词: 南瓜; 番茄红素; 超声波辅助提取; 响应面分析

Study on the Extraction of Lycopene with Ultrasonic-assisted Extraction from Pumpkin

FANG Rui-na¹, CUI Peng¹, YAO Xing-ding¹, LIU Guo-ji^{1,2,*}

(1. Environment and Chemistry Engineering Department of Yellow River Conservancy Technical Institute, Kaifeng 475004, Henan, China; 2. School of Chemical Engineering and Energy, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, Henan, China)

Abstract: The extraction conditions of lycopene from pumpkin were studied by ultrasonic-assisted extraction method in this contribution. The influence factors including ultrasonic temperature, ultrasonic time, ultrasonic power, and solvent volume were studied. The results based on response surface analysis demonstrated that the factors influence the lycopene yield in the following order ultrasonic power> ultrasonic temperature> solvent volume> ultrasonic time. The best extraction condition of lycopene from pumpkin was obtained: the ultrasonic power was 140 W, ultrasonic temperature was 37 ℃, solvent volume was 275 mL/g, and ultrasonic time was 9 min. In this optimized condition, the extraction rate of lycopene from pumpkin powder could be 0.4892 mg/g.

Key words: pumpkin; lycopene; ultrasonic-assisted extraction; response surface analysis

作者简介: 方瑞娜(1986—), 女, 助教, 硕士, 研究方向: 绿色化工与技术。

* 通信作者: 刘国际(1964—), 男, 教授, 博士生导师。

参考文献:

- [1] 诸爱士, 叶金娜, 严飞娜. 均匀设计优化小米多糖提取工艺[J]. 浙江科技学院学报, 2013, 25(1): 27-32
- [2] 潘海龙, 诸爱士, 叶金娜, 等. 小米多糖提取工艺研究[J]. 浙江化工, 2013, 44(2): 31-34
- [3] 程仕伟, 陈超男, 冯志彬, 等. 海带岩藻多糖的水提制备及其抗氧化活性研究[J]. 食品科学, 2010, 31(6): 101-104
- [4] 薛月圆, 李鹏, 林勤保. 小米的化学成分及物理性质的研究进展[J]. 中国粮油学报, 2008, 23(3): 199-203
- [5] 葛立军, 朱振洪, 沙跃, 等. 正交实验优化复合酶法提取山药多糖工艺研究[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(12): 3187-3188
- [6] Zhang XZ, Yin FP, Lin CH, et al. Effect of process parameters of microwave assisted extraction (MAE) on polysaccharides yield from pumpkin[J]. Journal of Northeast Agricultural University, 2011, 18(2): 79-86
- [7] Ying Z, Han XX, Li JR. Ultrasound-assisted extraction of polysaccharides from mulberry leaves[J]. Food chemistry, 2011, 127(3): 1273-1279
- [8] 尹艳, 高文宏, 于淑娟. 多糖提取技术的研究进展[J]. 食品工业科技, 2007(2): 248-250
- [9] 梁亦龙, 阎光凡, 舒坤贤, 等. 山药水溶性多糖的提取及抗氧化性研究[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(11): 1-3
- [10] 诸爱士, 沈晓强. 正交设计碱提小米多糖[J]. 浙江科技学院学报, 2013, 25(3): 205-209
- [11] 徐晓飞, 陈健. 多糖含量测定的研究进展[J]. 食品科学, 2009, 30(21): 443-448
- [12] 黄婧, 张名位, 辛修锋, 等. 苦瓜粗多糖提取工艺的优化[J]. 农业机械学报, 2007, 38(6): 112-116
- [13] 黄永春, 马月飞, 谢清若, 等. 超声波辅助茶多糖及其分子量变化的研究[J]. 食品科学, 2007, 28(7): 170-173

收稿日期: 2015-12-07