

水解法提取木聚糖工艺条件的正交实验

张红丽,何寿林*

(武汉工程大学湖北省新型反应器与绿色化学工艺重点实验室,湖北 武汉 430074)

摘要:玉米芯先经酸预处理,用碱液(NaOH溶液)水解法提取木聚糖.为了提高玉米芯水解法获得木聚糖的提取率,通过单因素实验考察了浸提时间、固液比、碱浓度、浸提温度对木聚糖提取率的影响.通过正交实验对工艺条件进行了优化,最佳工艺条件为:NaOH溶液质量分数6%,固液比1:21,浸提温度91℃,浸提时间94 min.各因素对提取木聚糖影响程度依次为碱质量分数>浸提温度>浸提时间>固液比.木聚糖最佳提取率为玉米芯原料的20.3%.

关键词:玉米芯;水解法;木聚糖;提取工艺

中图分类号:TS245.8

文献标识码:A

doi:10.3969/j.issn.1674-2869.2010.09.007

0 引言

我国是一个农业大国,而玉米是我国三大粮食作物之一.据统计,我国年产玉米1.1~1.3亿吨,副产约2 000万吨玉米芯.玉米芯中纤维素占32%~36%,半纤维素占35%~40%,木质素占25%,其次还含有少量灰分等^[1],其中半纤维素的主要成分是木聚糖^[2].

木聚糖是一种五碳醛糖,为无色至白色结晶或针状粉末,不易被人体消化吸收、低热值,不易被腐败菌发酵,具有明显的双歧杆菌活性^[3],能够起到调节人体生理功能,增加机体免疫力,预防疾病发生等作用.木聚糖与其它种类低聚糖相比,具有用量少、耐热、耐酸、耐储存等特性.因此,它广泛应用于酸性、需高温处理的食品中,且少量添加即可具有特定的保健功效^[4-5].它还广泛应用于农业和饲料工业等方面.此外,木聚糖通过酶解可制备低聚木糖^[6],低聚木糖有促进肠道内有益菌群的增值,抑制病原菌生长,防止腹泻、便秘,增强肌体免疫力,抵抗肿瘤、分解致癌物和促进人体对钙的吸收等功能,以及耐热、耐酸和难发酵等特点,是目前最好的一种功能性低聚糖^[7-8].

因此,以玉米芯为原料,对木聚糖的提取工艺进行优化,为低聚木糖的制备奠定了基础,也为玉米芯资源的开发、利用提供参考.

1 材料与方法

1.1 材料

外购普通玉米芯,标准分析纯木糖(武汉三仁科技有限公司),DF-101S集热式恒温加热磁力搅拌器(上海东玺制冷仪器设备有限公司),752型紫外可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司),离心机.

1.2 方法

1.2.1 木聚糖的提取 将玉米芯洗净、烘干、粉碎至粒径大约4.75 mm,经酸预处理后,将玉米芯水洗至pH为6待用.用NaOH溶液浸提预处理后的玉米芯,达到一定时间后取出离心分离得到上清液.将上清液调pH值到4.2,置于冰箱低温静置结晶过夜后,离心得沉淀木聚糖A.再将离心后上清液用3倍工业酒精(95%)沉淀,离心得沉淀木聚糖B.合并沉淀AB后用蒸馏水洗涤呈乳白色于37℃烘干为木聚糖.各实验重复3次,试验结果取平均值.

1.2.2 木聚糖的测定 取干燥后的木聚糖粉末,加入一定量的质量分数8%的H₂SO₄,于100℃水解2 h,用NaOH中和后定容至100 mL.采用紫外可见分光光度计测定在500 nm吸光度.由所测吸光度大小在木糖标准曲线上查找相应质量浓度,计算木糖质量后将其乘以木聚糖聚合系数0.9作为木聚糖质量.木聚糖提取率由(1)式计算.

$$\text{提取率}(\%) = m/M \quad (1)$$

式中: M ——玉米芯质量,g; m ——木聚糖质量,g.

1.2.3 木糖标准曲线绘制^[5] 准确称取0.10 g标准木糖,加水溶解后,定容至100 mL,摇匀,备

收稿日期:2010-06-08

作者简介:张红丽(1985-),女,湖北襄樊人,硕士研究生.研究方向:化学工程与技术.

指导教师:何寿林,副教授.研究方向:化学工程与技术.*通信联系人

用.分别取标准木糖液 0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1.0 mL,置于 25 mL 比色管中,加水至 1.0 mL,再加入 3 mL DNS 溶液.在沸水浴中蒸煮 5 min,立即冷却,定容后摇匀.采用紫外可见分光光度计测定在 500 nm 吸光度(图 1).

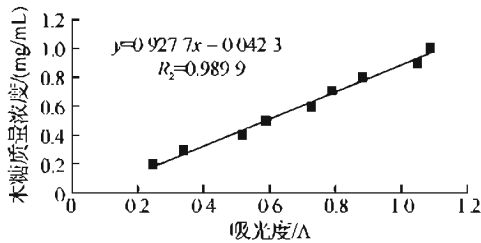


图 1 木糖标准曲线

Fig. 1 The standard curve of xylan

由图 1 可得木糖质量浓度 y 与吸光度 x 的回归方程 $y = 0.9277x - 0.0423$, 相关系数 $R^2 = 0.9899$, 木糖质量浓度为 0.2 ~ 1.0 mg/mL 时,与吸光度有着良好的线性关系.

2 结果与分析

2.1 浸提单因素试验

2.1.1 浸提时间对木聚糖提取率的影响 用质量分数 10% 的 NaOH 溶液于 100 °C 下(固液质量比为 1:20)分别浸提玉米芯 80 min、90 min、100 min,测木聚糖的含量,结果如图 2 所示.由图 2 可见木聚糖的提取率 90 min 为好,高于 100 min 后木聚糖部分水解损失,致使木聚糖提取率较低.但低于 90 min 木聚糖溶出不充分使提取率过低.综合考虑碱处理时间 90 min 较合适.

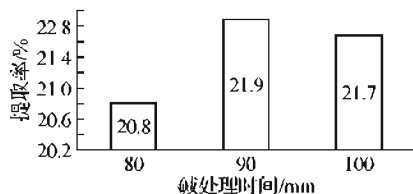


图 2 碱处理时间对木聚糖提取率的影响

Fig. 2 Effect of alkali treatment time on yield of xylan

2.1.2 固液比对木聚糖提取率的影响 用质量分数 10% 的 NaOH 溶液,将固液质量比分别调整为 1:10、1:20、1:30 于 100 °C 下浸提玉米芯 90 min,测木聚糖的含量,结果如图 3 所示.由图 3 可知木聚糖的提取率随着固液比的增加有所增加,固液比为 1:10 时,没有足够量的 NaOH 进入玉米芯中使其充分溶胀,因而木聚糖不能充分溶出,造成木聚糖提取率偏低.但高于 1:20 时,会导致提取液较多,提取成本加大,综合考虑固液比以 1:20 较合适.

2.1.3 碱浓度对木聚糖提取率的影响 分别用质量分数 5%、10%、15% 的 NaOH 溶液(固液质量比为 1:20)于 100 °C 提取 90 min,测木聚糖的含量,结果如图 4 所示.由图 4 木聚糖的提取率随着 NaOH 质量分数的增加而加大,但浓度过高易造成木聚糖的水解,使还原糖的量随着增加,且提取液的颜色比较深,会造成脱色成本加大,这对木聚糖的提取不利.而采用质量分数 5% 的 NaOH 提取,木聚糖提取率较低.综合考虑质量分数为 10% 较合适.

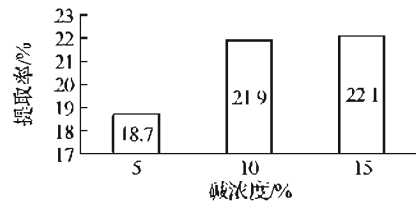


图 4 碱浓度对木聚糖提取率的影响

Fig. 4 Effect of concentration of NaOH on yield of xylan

2.1.4 浸提温度对木聚糖提取率的影响 用质量分数 10% 的 NaOH 溶液(固液质量比为 1:20)分别在 80 °C、90 °C、100 °C 提取 90 min,测木聚糖的含量,结果如图 5 所示.木聚糖的提取率随着提取温度的增加而加大,碱处理温度为 100 °C 时木聚糖提取率最高,故适当的提高温度对木聚糖的提取会有利,但高于 100 °C 后木聚糖提取液颜色较深,且过高温度会致使木聚糖过度降解并产生对人体有害的糠醛,对木聚糖的提取不利,但温度过低时,玉米芯中木聚糖溶出不充分.综合考虑取 100 °C 较合适.

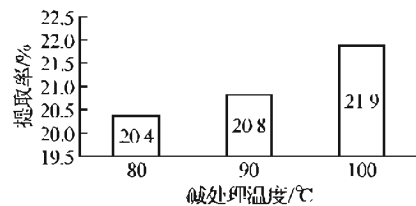


图 5 浸提温度对木聚糖提取率的影响

Fig. 5 Effect of extraction temperature on yield of xylan

2.2 正交试验确定最佳提取工艺

正交实验采用 4 因素 3 水平确定最佳提取工艺.考察因素为浸提时间 A、固液比 B、碱液浓度 C 和浸提温度 D.采用玉米芯中木聚糖提取率来对实验结果分析.具体方案和结果见表 1.

表 1 正交试验结果

Table 1 Results of orthogonal test

实验号	因素				木聚糖提取率/%
	A/min	B	C/%	D/°C	
1	80	1:10	5	80	19.5
2	80	1:20	10	90	20.3

3	80	1:30	15	100	18.7
4	90	1:10	10	100	21.3
5	90	1:20	15	80	20.1
6	90	1:30	5	90	18.9
7	100	1:10	15	90	19.2
8	100	1:20	5	100	20.1
9	100	1:30	10	80	21.4
k_1	19.5	20.0	19.5	20.3	
k_2	20.1	20.2	21.0	19.5	
k_3	20.2	19.7	19.3	20.0	
R	0.7	0.5	1.7	0.9	

由表1中计算结果可知,各因素影响程度依次为:碱质量分数C>浸提温度D>浸提时间A>固液比B,最佳组合为:浸提时间100 min、固液比1:20、碱液浓度10%、浸提温度80℃。试验采用固液比较大,对试验结果影响较小,为减少提取费用可取1:10。

设 x_A 为碱处理时间、 x_B 为液固比、 x_C 为碱液浓度、 x_D 为碱处理温度,用最小二乘法对表1中的实验数据进行回归拟合,可得到回归方程(2)。方程(2)在浸提时间94 min、固液比1:21、碱液浓度6%、浸提温度91℃获得最大木聚糖提取率20.35%,其结果与正交试验结果分析一致。

$$\text{木聚糖提取率} = 29.95 - 0.35x_A + 0.738x_B - 3.14x_C + 0.22x_D + 0.014x_Ax_B + 0.009x_Ax_C + 0.0005x_Ax_D + 0.0049x_Bx_C - 0.016x_Bx_D + 0.020x_Cx_D - 0.00029x_A^2 - 0.015x_B^2 + 0.03x_C^2 - 0.00027x_D^2$$

3 结 语

水解法提取玉米芯中木聚糖工艺简单可行。

在单因素试验基础上,采用正交试验对玉米芯中木聚糖提取条件进行了优化。用最小二乘法对正交实验数据进行回归拟合,对拟合方程进行分析,其结果与正交试验结果吻合。水解法提取木聚糖最佳工艺条件为:浸提时间94 min、固液比1:21、碱液质量分数6%、浸提温度91℃,在该条件下获得最大木聚糖提取率20.35%。

参考文献:

- [1] 王关斌,赵光辉,李俊平.玉米芯资源的综合利用[J].食品与药品,2006,8(01A):55-57.
- [2] 张培刚,张静文,张凤清,等.玉米心中低聚木糖的定性定量研究[J].食品科学,2009,30(19):125-127.
- [3] 姜竹茂,尹吉增,陈英乡.低聚木糖与人体肠道有益菌[J].中国乳品工业,2009,37(2):42-44.
- [4] 李慧静,林杨,杨雪芹,等.玉米芯蒸煮法提取木聚糖的优化工艺研究[J].食品研究与开发,2007,28(5):80-83.
- [5] 邵佩兰,朱小红,徐明,等.用蒸煮法从玉米芯提取木聚糖的研究[J].宁夏农学院报,2002,23(1):37-38.
- [6] 丁长河,侯丽芬,李里特,等.低聚木糖的生产和应用[J].现代食品科技,2005,21(1):167-169.
- [7] 杨书燕,徐春梅,邹敏辰.用玉米芯酸梅法制备低聚木糖的研究[J].安徽农业科学,2007,35(12):3651-3653.
- [8] 舒国伟,张璐,刘谕,等.玉米芯中提取木聚糖的研究[J].甘肃农业大学学报,2008,43(2):131-135.

Study on extraction of xylanase by hydrolyzing

ZHANG Hong-lü, HE Shou-lin

(Hubei Key Lab of Novel Reactor & Green Chemical Technology, Wuhan Institute of technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: Corn cob was pretreated first by acid and xylan was extracted by hydrolysis of alkali (NaOH solution). In order to improve the hydrolysis extraction rate of xylan from corn cob, experiment was done by single factor: the concentration of NaOH, the solid-liquid ratio, the extraction temperature and the extraction time. Through orthogonal experiments designation, the optimal technology of extraction was showed as a concentration of NaOH 6%, solid-liquid ratio 1:21, 91℃ for 94 min utes. Various factors on the extraction of xylanase followed in the order of the alkali concentration > the extraction temperature > the extraction time > the solid-liquid ratio. The best extraction rate of xylan was 20.3% of raw material of corn cob.

Key words: corn cob; hydrolysis; xylanase; extraction process

本文编辑:张瑞