

研究简报

超声波法提取玉米芯木聚糖的研究

杨 健 王艳辉 马润宇*

(北京化工大学可控化学反应科学与工程教育部重点实验室, 北京 100029)

摘 要: 考察了用超声波法提取玉米芯木聚糖时各因素对提取率的影响。并通过正交实验确定了提取过程的最优条件: 时间 30 min, 原料质量分数 3.23%, 功率 280 W, 温度 60℃。在此条件下, 用 7% (质量分数) 的 NaOH 提取, 木聚糖的提取率可达 29.34%。玉米芯经过水煮后, 木聚糖提取率为 33.01%。与常规提取法相比, 超声波法具有耗时少的优点。

关键词: 超声波; 玉米芯; 木聚糖; 提取

中图分类号: TS245.9

木聚糖是广泛存在于自然界的植物纤维中半纤维素的主要成分, 它由木糖经 β -1,4 糖苷键连接而成, 经酶水解可生产国际市场上急需的低聚木糖、木糖等疗效食品^[1-3]。

超声波提取法作为一种优良新型的提取技术已比较广泛地运用于天然植物有效成分的提取, 其中就包括诸多植物多糖^[4]。由于超声提取法具有速度快、效率高、不损坏提取物结构等优点, 本文以木聚糖的提取过程为对象, 研究了超声条件下不同因素变化对木聚糖提取率的影响, 为优化木聚糖的超声提取工艺做了一定的探索。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

玉米芯, 来自河北农村; 3,5-二硝基水杨酸; 酒石酸钾钠; 苯酚; 亚硫酸钠; 木糖; 氢氧化钠; 硫酸等。

722 可见光栅分光光度计; 微型高速万能试样粉碎机; G&G JJ 型精密电子天平; 超声设备 JY92-2D 超声波细胞粉碎机, 宁波新芝生物科技股份有限公司。变幅杆 $\phi 6$ mm。

1.2 实验方法

1.2.1 木聚糖超声提取液的制备 选择无虫蛀、霉变的玉米芯, 水洗晾干, 粉碎, 在一定量玉米芯中加

入 NaOH 溶液, 将变幅杆插入液面下, 超声提取, 过滤, 所得滤液即为木聚糖提取液。

1.2.2 木聚糖质量的测定 取一定量的木聚糖提取液, 调节 pH 值至 5, 加入四倍体积 95% (体积分数) 乙醇, 醇沉过夜, 然后 3000 r/min 离心 10 min, 取沉淀, 加入一定量的 7% H_2SO_4 于 100℃ 水解 2 h, 中和、定容、过滤, 测定滤液的还原糖质量, 将其乘以木聚糖聚合因数 0.9 作为木聚糖质量。还原糖的测定采用 DNS 法^[5]。

1.2.3 木聚糖提取率的计算 $\text{提取率} = m / m_1 \times 100\%$ m 为木聚糖质量, mg; m_1 为原料质量, mg。

1.2.4 玉米芯预处理方法 在一定的玉米芯中分别加入 95% (体积分数) 乙醇、0.1% (质量分数) H_2SO_4 、25% (质量分数) 氨水, 60℃ 浸泡 2 h, 过滤, 用水洗玉米芯至洗液 pH 值为 7 左右。在一定的玉米芯中加入水, 煮沸 10 min, 过滤, 用水洗玉米芯至洗液澄清无色。

2 结果与讨论

2.1 超声时间对木聚糖提取率的影响

称取 2.5 g 玉米芯六份, 加入 50 mL 5% NaOH 溶液, 室温, 120 W 功率分别作用 5, 10, 15, 20, 25, 30 min, 过滤出提取液, 测木聚糖质量, 计算提取率, 见图 1。

由图 1 可知, 在提取初期 (5 ~ 15 min), 提取液中木聚糖含量很低, 原料内木聚糖含量较高, 此时传质推动力 (木聚糖含量差) 较大, 因而在图 1 中表现

收稿日期: 2004-09-22

第一作者: 男, 1977 年生, 硕士生

*通讯联系人

E-mail: r.ma@mail.buct.edu.cn

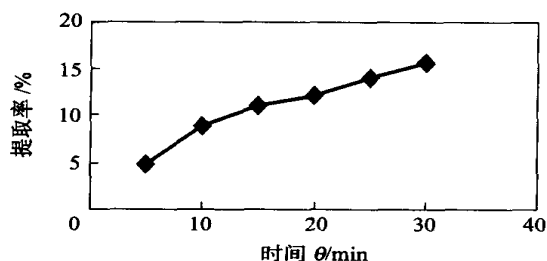


图1 时间对提取率的影响

Fig. 1 Effects of time on extraction rate

为斜率较大的直线;随着提取过程进行,提取液中木聚糖含量增大,原料内木聚糖含量降低,传质推动力减少,因而斜率减少(15~20 min)。由于超声会产生热效应,时间久了提取液温度升高,提取速率加快。故20 min后曲线斜率又增大。

2.2 温度对木聚糖提取率的影响

称取2.5 g玉米芯五份,量取五份50 mL 5% NaOH溶液,分别放入水浴锅内加热至40, 50, 60, 70, 80。120 W功率作用10 min,过滤出提取液,测木聚糖质量,计算提取率,见图2。

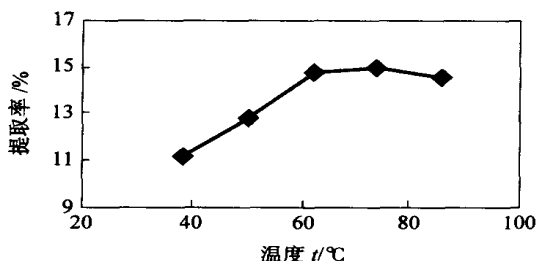


图2 温度对提取率的影响

Fig. 2 Effects of temperature on extraction rate

由图2可知,温度升高后,分子运动加快,传质速率也随之变快。木聚糖提取率逐渐增加,60℃时达到最大。提取温度超过60℃后部分木聚糖被氧化,提取率就不再增加,呈下降的趋势。实验中还发现,由于美拉德效应,温度越高,提取液颜色越深,透光率越低。提取液中色素等杂质增多。

2.3 超声功率对木聚糖提取率的影响

称取2.5 g的玉米芯五份,加入50 mL 5% NaOH溶液,室温,分别在40, 80, 120, 200, 280 W功率下分别作用10 min,过滤出提取液,测木聚糖质量,计算提取率,见图3。

由图3可知,功率加大后,超声波能量增加,对媒介的空化作用和机械振动作用愈发强烈,使提取速率加快。在实验范围内,木聚糖提取率一直呈上升趋势。选200, 240, 280 W作为正交实验的功率水

平。

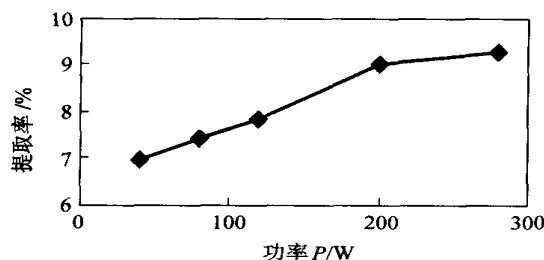


图3 功率对提取率的影响

Fig. 3 Effects of power on extraction rate

2.4 NaOH体积对木聚糖提取率的影响

称取2.5 g的玉米芯六份,分别加入25, 37.5, 50, 62.5, 75, 82.5 mL 5% NaOH溶液,室温,120 W功率作用10 min,过滤出提取液,测木聚糖质量,计算提取率,见图4。

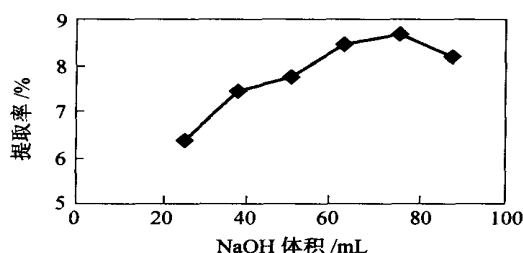


图4 NaOH体积对提取率的影响

Fig. 4 Effects of NaOH volume on extraction rate

由图4可知,随着NaOH体积增大,木聚糖提取率增加,但超过一定值后,再增加碱液用量,提取率增加的幅度不大。碱液消耗较多,反而增加成本,故实验条件下,NaOH体积最佳范围为62.5~82.5 mL。

2.5 正交实验

为了综合考虑多因素对提取过程的影响,采用三水平四因素正交实验对提取过程进行研究。根据单因素实验结果确定各因素的合理水平。按照 $L_9(3^4)$ 正交表设计的实验方案及结果如表1。

从正交实验分析结果可知,各因素对木聚糖提取率的影响程度为时间(A) > 功率(C) > 温度(D) > 原料质量分数(B)。超声提取的最优条件为:时间30 min,原料质量分数3.23%,功率280 W,温度60℃。用7% NaOH在此条件下提取,木聚糖提取率为29.34%。

2.6 预处理对提取率的影响

作为半纤维素的主要存在形式,玉米芯木聚糖与纤维素、木质素通过化学键紧密连结而形成致密

表 1 正交实验及结果

Table 1 Results of orthogonol experiments

序号	时间/ min	NaOH 体积/ mL	功率/ W	温度/	提取率/ %
	A	B	C	D	
1	20	50	200	55	22.02
2	20	60	240	60	26.79
3	20	70	280	65	24.57
4	25	50	240	65	24.28
5	25	60	280	55	27.52
6	25	70	200	50	25.46
7	30	50	280	60	28.82
8	30	60	200	65	26.26
9	30	70	240	55	26.20
K_1	73.27	75.11	73.74	75.74	
K_2	77.25	80.57	77.27	81.07	
K_3	81.29	76.23	80.91	75.11	
k_1	24.42	25.04	24.58	25.24	
k_2	25.75	26.86	25.76	27.02	
k_3	27.10	25.41	26.97	25.04	
极差	2.68	1.82	2.39	1.98	

网状结构,不利于木聚糖的提取。采用合适的预处理方法可破坏它们之间的化学键,使致密结构变得松散,起到“润胀”的作用,从而有利于木聚糖的溶解,提高提取率。通过预处理,玉米芯中果胶、色素等杂质也会被除掉,提高后期提取液纯度。分别取玉米芯采用不同的预处理方法,再在最优条件下超声提取,计算提取率,见表 2。

表 2 不同预处理方法的提取率

Table 2 Extraction rate for different kinds of pre-treatment

预处理方式	提取率/ %
未预处理	29.34
95 %乙醇	29.27
0.1 % H_2SO_4	31.65
25 %氨水	31.26
水煮	33.01

从表 2 中可看出,玉米芯经过预处理后,提取率略有增加,但效果并不是很明显。无论哪种预处理方式,都可使后期的提取液颜色变浅,说明一些色素被除去。在考察的预处理方式中,水煮法提取率最高。

2.7 超声提取与常规提取的比较

称取 2.5 g 玉米芯,加入 50 mL 7 %NaOH 溶液,室温下 60 °C 浸泡 2 h,过滤出提取液,测木聚糖质量,计算提取率为 28.54 %。

通过比较超声提取与常规法可看出,两者的木聚糖提取率相差不大。尽管超声提取没有显著提高木聚糖提取率,但它能大大缩短提取时间。超声波对提取有强化作用,体现为其对媒介产生空化作用和机械振动作用^[4]。空化作用产生相当大的破坏应力可破坏细胞壁结构,使木聚糖充分暴露。机械振动作用加快木聚糖在媒介中的传递扩散。两种作用相互促进,使木聚糖提取过程更容易。

3 结论与讨论

(1) 改进了以前的木聚糖质量测定方法,采用醇沉后酸解沉淀,实验证明它具有精度高,干扰小,重复性好的优点,是可行的。

(2) 实验以提高木聚糖提取率为目的,在前人的基础上引入了超声波作为提取强化手段。考察了超声提取玉米芯木聚糖过程中各因素的影响,采用正交实验方法对提取过程的工艺条件进行了优化,确定最佳工艺参数:时间 30 min,原料质量分数 3.23 %,功率 280 W,温度 60 °C。

(3) 玉米芯经预处理后,提取液颜色变浅,木聚糖提取率略有增加。比较了几种不同的预处理方法,其中以水煮法效果最好。

(4) 由于超声设备比常规设备的价格高很多,将超声用于大规模生产还有一定难度。超声提取耗时短的特点可减少碱液对设备的腐蚀,延长使用寿命,提高利用率。在一定程度上可弥补成本高的缺陷。

参 考 文 献

- [1] 陈国符. 植物纤维化学[M]. 北京: 轻工业出版社, 1980, 204 - 209
- [2] 邵佩兰, 徐明, 李海峰, 等. 碱法提取玉米芯木聚糖的研究[J]. 宁夏农学院学报, 2000, 21(4): 47 - 49
- [3] 杨瑞金, 许时婴, 王璋. 用于低聚木糖生产的玉米芯木聚糖的蒸煮法提取[J]. 无锡轻工大学学报, 1998, 17(4): 50 - 53
- [4] 王铮敏. 超声波在植物有效成分提取中的应用[J]. 三明高等专科学校学报, 2002, 19(4): 45 - 53
- [5] 张龙翔, 张庭芳, 李令媛. 生化实验方法和技术[M]. 北京: 人民教育出版社, 1981, 9 - 11

Extraction of corn cob xylan by ultrasonic wave

YANG Jian WANG Yan-hui MA Run-yu

(The Key Laboratory of Science and Technology of Controllable Chemical Reactions, Ministry of Education,
Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract: The effect of ultrasonic wave on the extraction rate of corn cob xylan was studied. Through orthoganol experiments of $L_9(3^4)$, the optimum process for extracting xylan by ultrasonic wave was decided. The optimum process was as follow: the extraction time 30 min, corn cob concentration 3.23%, power of ultrasonic wave 280 W, and the temperature 60 °C. The extraction rate was 29.34% with 7% NaOH under the optimum process conditions. After pretreating corn cob with boiled water, the extraction rate could rise to 33.01%. Compared to the general method, the method using ultrasonic wave reduces the extraction time.

Key words: ultrasonic wave; corn cob; xylan; extraction

(责任编辑 云志学)

挤出板(片)机头优化设计与异常现象诊断技术

技术简介: 本技术是利用国际上首次提出的用二次优化的计算方法,把线性等锥角歧管和可调间隙衣架机头以及非等温幂律流体作为研究对象,结合国内实践对大型宽幅挤片机头进行优化设计计算和异常现象诊断。已通过轻工总会组织的技术鉴定。

应用挤出板(片)机头优化设计软件可为塑机厂或模具厂设计各种幅宽和厚度的挤片(板、膜)机头。

技术指标: 利用本软件曾为某厂设计过幅宽为 1.4 m 的挤出机头,配三付模唇,可挤出 0.5 ~ 10 mm 的塑料片材和板材,线速度为 0.5 ~ 1 m/min。

应用范围: 应用异常现象诊断技术软件可为塑料厂解决片材生产中经常出现的厚度不均、水波纹、色泽不一致、漏料等问题,提高国产塑料片材、板材和薄膜的质量。本软件 1997 年 9 月曾用于国内某厂的技术诊断,解决了幅宽 1.35 米 ABS 挤板机组挤出中频频出现的“浪涌”现象,使闲置八年的进口设备死而复生,得以正常运行。

效益分析: 进口一套 1.4 米挤板机头,美国 EDI 公司报价 15 万美元,调试费 0.5 万美元。而国内造价约 10 万元,售价 20 万元,可盈利 10 万元。

联系人: 江波

所在单位: 北京化工大学机电工程学院

单位电话: 010 - 64434733