

超声波辅助碱法制备玉米芯木聚糖

孙军涛

(河南省博士后研发基地, 许昌学院食品与生物工程学院, 河南 许昌 461001)

摘要:以玉米芯为原料,经高温预处理后,采用超声波辅助碱法提取玉米芯木聚糖,在单因素实验的基础上,通过正交试验对玉米芯木聚糖提取工艺进行优化。结果表明:木聚糖的最佳制备工艺为氢氧化钠浓度7%,料液比1:25,超声功率250 W,超声时间40 min,超声温度60 ℃。在此条件下,提取液中以玉米芯计还原糖的含量为64.10 mg/g,可溶性总糖含量为100.14 mg/g,木聚糖得率为9.01%。

关键词:玉米芯;木聚糖;超声波;碱法

中图分类号:TS 209 **文献标识码:**A **文章编号:**1007-7561(2015)05-0024-03

Production of xylan from corncobs by ultrasound – assisted alkali method

SUN Jun – tao

(Postdoctoral Research and Development Base in Henan Province,

College of Food and Biological Engineering, Xuchang University, Xuchang Henan 461001)

Abstract:Xylan from corncobs was obtained by the method of high temperature pretreatment and ultrasound – assisted alkaline hydrolysis. The extraction process of xylan was optimized by orthogonal experiment on the basis of single factor. The result indicated that the optimal parameters were as follows: the concentration of sodium hydroxide 7%, ratio of solid to liquid 1:25, ultrasonic power 250 W, ultrasonic time 40 min, ultrasonic temperature 60 ℃. Under the optimized conditions, the yield of reducing sugar and total sugar in hydrolysate was 64.10 mg/g and 100.14 mg/g of raw corncobs, respectively. The yield of xylan was 9.01%.

Key words:corncob; xylan; ultrasound; alkali method

木聚糖是由木糖经 β -1,4糖苷键连接而成,是广泛存在于自然界的植物纤维中半纤维素的主要成分。木聚糖具有很高的利用价值,水解后可制备高附加值的功能性低聚木糖^[1],也可以进一步加工成木糖、木糖醇、马来酸和糠醛等一些列重要的化工产品^[2]。

玉米芯是制备木聚糖的理想原材料之一^[3],据统计,2014年我国玉米产量约为2.16亿t,大约有0.72亿t的玉米芯副产物,为木聚糖的生产提供了丰富的原料资源。目前制备木聚糖主要有酸水解、碱水解和热水解等方法^[4],其中碱法是最常用的方法,但碱法提取木聚糖在实际应用中存在对设备的腐蚀性严重,同时产生大量的碱性废液等问题^[5-6],因此,本实验将碱法制备与超声波结合,优化碱法提

取的工艺条件,为玉米芯木聚糖的制备提供一定的技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

玉米芯:河南省许昌县产;D-木糖:上海迈坤化工有限公司;3,5-二硝基水杨酸:上海科丰化学试剂有限公司;其余试剂均为国产分析纯。

BLUESTAR紫外分光光度计:北京莱伯泰科学仪器有限公司;TDZ5-WS离心机:湖南湘仪实验仪器开发有限公司;FW-100万能粉碎机:北京科伟永兴仪器有限公司;LDZX-75KBS灭菌器:上海申安医疗器械厂;SB25-12DT超声波:东莞市科桥超声波设备有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 测定方法

1.2.1.1 还原糖的测定 还原糖的测定采用DNS法^[7]。

1.2.1.2 可溶性总糖测定 向待测液中加入浓度

收稿日期:2015-06-10

基金项目:河南省高等学校科技创新团队支持计划(15IRTSTHN016),许昌学院重点科研基金项目(2015106),许昌市科技经费资助项目重点科技计划项目(20141213)

作者简介:孙军涛,1982年出生,男,博士,讲师。

为 72 g/L 的浓硫酸,沸水浴加热 2 h,然后用 6 mol/L 的氢氧化钠溶液中和至中性,按还原糖的测定方法测定待测液中可溶性总糖的含量。

1.2.1.3 木聚糖提取率的计算 测得的木聚糖提取液的可溶性总糖含量,乘以木聚糖聚合因数 0.9,作为木聚糖质量^[8]。木聚糖提取率按下计算:

$$\text{木聚糖提取率} = M/M_1 \times 100\%$$

M 为木聚糖质量, g; M_1 为原料质量, g。

1.2.2 玉米芯的预处理

称取一定量的粉碎后的玉米芯,按照料液比为 1:10 添加水,置于高压灭菌锅中,在 100 °C 下加热 20 min,取出冷却后备用。

1.2.3 超声波辅助碱法制备玉米芯木聚糖单因素试验

分别选择 NaOH 浓度、料液比、超声波功率、超声波时间和超声波温度作为影响因素,以玉米芯木聚糖的提取率为指标,研究各因素对制备木聚糖的影响^[9]。

1.2.4 超声波辅助碱法制备玉米芯木聚糖正交试验

在单因素实验的基础上,选取 NaOH 浓度、料液比、超声波功率和超声波时间四个因素中的三水平进行 $L_9(3^4)$ 的正交实验,以玉米芯木聚糖的提取率为评价指标,确定木聚糖的最佳制备工艺。

2 结果与分析

2.1 木糖标准曲线

在 540 nm 下测定吸光度值,以木糖浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,得到木糖标准曲线的回归标准方程为 $y = 0.5421x + 0.0201 (R^2 = 0.9992)$,木糖在 0 ~ 1.2 mg/mL 的范围内,木糖浓度与吸光值呈现良好的线性关系。

2.2 超声波辅助碱法制备玉米芯木聚糖单因素试验

2.2.1 NaOH 对木聚糖提取率的影响

NaOH 对木聚糖提取率的影响如图 1 所示,NaOH 浓度在 3% ~ 7% 范围内,随着 NaOH 浓度的增加,破坏了玉米芯中半纤维素与纤维素、木质素及其他成分间的结合键,从而使半纤维素游离出来,木聚糖的提取率逐渐升高,当 NaOH 浓度为 7% 时,木聚糖的提取率达到最高,约为 8.24%。之后,随着 NaOH 浓度增加,木聚糖提取逐渐降低。

2.2.2 料液比对木聚糖提取率的影响

如图 2 所示,当料液比为 1:10 时,木聚糖的提取率较低,仅为 6.6%,当料液比较小时,由于碱液量少,玉米芯颗粒无法充分溶胀,造成木聚糖不能充分溶出,因此木聚糖的提取率偏低^[10];当料液比升至 1:20 时,木聚糖的提取率达到最高为 8.14%,之

后随着料液比的增加,木聚糖的提取率逐渐降低。

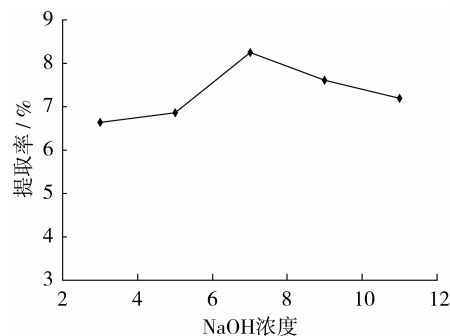


图1 NaOH 对木聚糖提取率的影响

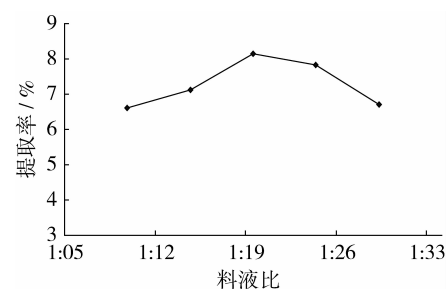


图2 料液比对木聚糖提取率的影响

2.2.3 超声波功率对木聚糖提取率的影响

从图 3 所示可以看出,随着超声波功率的提高,木聚糖的提取率呈现先上升后下降,随着功率的增大,细胞壁碎裂,溶出的糖含量增加,但随着功率的逐渐升高,糖的结构被破坏程度可能性也随之增加,导致糖含量下降,因此,木聚糖的提取率随之降低。当超声波功率为 300 W 时,木聚糖的提取率达到最高为 8.85%。

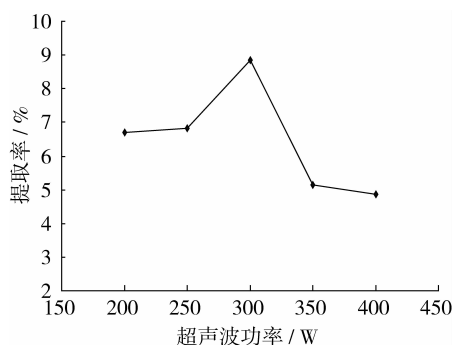


图3 超声波功率对木聚糖提取率的影响

2.2.4 超声浸提时间对木聚糖提取率的影响

如图 4 所示,超声时间过短,原料与氢氧化钠溶液之间的接触不够充分,木聚糖溶解的不彻底;超声时间过长,对已经溶出的木聚糖的结构可能存在破坏作用,进而降低木聚糖的提取率。当超声时间达为 30 min 时,木聚糖的提取率达到最高为 8.83%。

2.2.5 超声波温度对木聚糖提取率的影响

如图 5 所示,随着超声温度的升高,木聚糖的提取率逐渐增加,当超声温度达到 60 °C 时,木聚糖提

取率达到最高为 8.71% ;当超声温度超过 60 ℃ ,随着温度的升高,导致提取液中部分糖发生焦糖化反应,使木聚糖提取液的颜色逐渐变深,影响木聚糖的感官品质,同时木聚糖的提取率液逐渐降低。因此,超声温度为 60 ℃ 较宜。

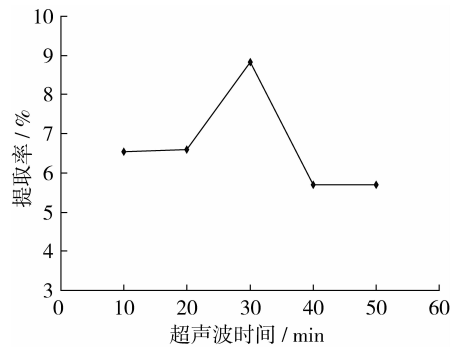


图 4 超声浸提时间对木聚糖提取率的影响

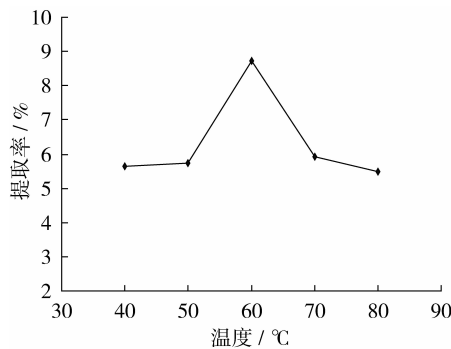


图 5 超声波温度对木聚糖提取率的影响

2.3 超声波辅助碱法制备玉米芯木聚糖正交试验

选取 NaOH 浓度、料液比、超声波功率和超声时间四因素中的三水平,进行 $L_9(3^4)$ 正交实验,确定最佳制备工艺,因素水平表和正交试验结果见表 1 和表 2。

表 1 正交试验因素水平

水平	A NaOH 浓度 / %	B 料液比	C 超声功率/W	D 超声时间/min
1	5	1:15	250	20
2	7	1:20	300	30
3	9	1:25	350	40

由表 2 可以看出,极差结果表明影响木聚糖提取率的因素排列顺序依次为: $A > B > C > D$,即氢氧化钠的浓度、料液比、超声功率、超声时间;超声波辅助碱法制备玉米芯木聚糖的最优组合为 $A_2B_3C_1D_3$,即氢氧化钠浓度为 7%,料液比为 1:25,超声功率为 250 W,超声时间为 40 min。

为了考察所得最佳工艺条件的准确性,选择上述最佳制备工艺组合 $A_2B_3C_1D_3$ 进行三组平行验证试验。结果表明,在最佳优化条件下,提取液中还原糖含量为 64.10 mg/g,可溶性总糖含量为 100.14 mg/g,木聚糖提取率为 9.01%,高于其它工艺条件

下木聚糖的提取率。

表 2 正交试验结果

试验号	A NaO 浓度/%	B 料液比	C 超声功率/W	D 超声时间/min	得率/%
1	1(5%)	1(1:15)	1(250)	1(20)	6.85
2	1	2(1:20)	2(300)	2(30)	5.92
3	1	3(1:25)	3(350)	3(40)	7.85
4	2(7%)	1	2	3	7.37
5	2	2	3	1	8.24
6	2	3	1	2	9.00
7	3(9%)	1	3	2	6.06
8	3	2	1	3	6.94
9	3	3	2	1	6.72
K_1	20.62	20.28	22.79	21.81	
K_2	24.61	21.1	20.01	20.98	
K_3	19.72	23.57	22.15	22.16	
k_1	6.87	6.76	7.60	7.27	
k_2	8.20	7.03	6.67	7.00	
k_3	6.57	7.86	7.38	7.39	
R	1.63	1.1	0.93	0.39	

主次因素 $A > B > C > D$

最优组合 $A_2B_3C_1D_3$

3 结论

通过单因素和正交试验确定了超声波辅助碱法制备玉米芯木聚糖的最佳工艺:氢氧化钠浓度为 7%,物料比为 1:25,超声功率为 250 W,超声时间为 40 min。在最优条件下,制备的提取液中还原糖含量为 64.10 mg/g,可溶性总糖含量为 100.14 mg/g,木聚糖提取率为 9.01%。

参考文献:

[1] Samanta A K, Natasha Jayapal, Jayaram, Sohini Roy C, et al. Xylooligosaccharides as prebiotics from agricultural by-products: Production and applications [J]. Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre, 2015, 5(1): 62-71.

[2] 王萍, 吕珊珊. 碱液提取小麦麸皮木聚糖的研究[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(9): 7-10.

[3] Ana Flávia Azevedo Carvalho, Pedro de Oliva Neto, Douglas Fernandes da Silva, et al. Xylo-oligosaccharides from lignocellulosic materials: Chemical structure, health benefits and production by chemical and enzymatic hydrolysis [J]. Food Research International, 2013, 51: 75-85.

[4] 汤卫华, 龙尾, 吕春晖. 玉米芯中木聚糖的碱法提取研究[J]. 食品工程, 2014(4): 42-45.

[5] 武秋颖, 陈复生, 时冬梅, 等. 响应面优化超声辅助碱法提取花生壳木聚糖的工艺研究[J]. 食品工业科技, 2012, 33(2): 307-310.

[6] 王俊丽, 聂国兴, 臧明夏, 等. 玉米芯木聚糖的碱法提取及其酶解产物研究[J]. 河南农业科学, 2012, 41(3): 157-160.

[7] Miller G L. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar [J]. Analytical Chemistry, 1959, 31(3): 426-428.

[8] 杨健, 王艳辉, 马润宇. 超声波提取玉米芯木聚糖的研究[J]. 北京化工大学学报, 2005, 32(3): 106-109.

[9] 滕超, 范园园, 张鹏, 等. 棉杆木聚糖碱法提取及酶解制备低聚木糖研究[J]. 中国食品添加剂, 2013(3): 59-66.

[10] 李秀婷, 孙宝国, 宋焕禄, 等. 玉米芯水不溶性木聚糖的碱法提取及酶解分析[J]. 中国食品学报, 2010, 10(5): 171-176.