

减压内部沸腾法提取青稞非淀粉多糖工艺优化

杜亚飞^{1,2}, 刘 绪^{1,2}, 李秋颖¹, 曹红梅¹, 赵 波³

(1.成都师范学院化学与生命科学学院,四川 成都 611130;2.特色园艺生物资源开发与利用四川省高等学校重点实验室,四川 成都 611130;3.甘孜州贡嘎雪域生物科技有限公司,四川 泸定 626100)

摘要:研究减压内部沸腾法提取青稞中非淀粉多糖的最佳工艺,为青稞多糖产品的开发和利用提供参考。先用乙醇解吸物料,再用蒸馏水提取,考察乙醇体积分数、料液比、真空度、提取时间和提取温度对青稞非淀粉多糖提取率的影响,在单因素试验的基础上进行正交优化。结果表明,减压内部沸腾法提取青稞中非淀粉多糖的最优工艺条件为:乙醇体积分数50%,料液比1:25(g/mL),真空度0.04 MPa,提取时间8 min,提取温度80℃,在此条件下青稞非淀粉多糖的平均提取率为6.45%。由试验结果可知,减压内部沸腾法提取青稞中非淀粉多糖耗时短、能耗低,可应用于谷物多糖成分的提取,具有较好的生产前景。

关键词:减压内部沸腾法;青稞;非淀粉多糖;提取

中图分类号:TS210.4;S512.3

文献标识码:A

Optimization on Extraction Process of Non-starch Polysaccharide from Highland Barleys by Decompressing Inner Ebullition Method

DU Yafei^{1,2}, LIU Xu^{1,2}, LI Qiuying¹, CAO Hongmei¹, ZHAO Bo³

(1.College of Chemistry and Life Sciences, Chengdu Normal University, Sichuan Chengdu 611130, China; 2. Sichuan Provincial Key Laboratory of Characteristic Horticultural Biological Resources Development and Utilization, Sichuan Chengdu 611130, China; 3. Ganzi Gongga Xueyu Biotechnology Co., Ltd, Sichuan Luding 626100, China)

Abstract: The optimum extraction process of non-starch polysaccharide from highland barley by decompressing inner ebullition method was studied, so as to provide reference for the development and utilization of highland barley polysaccharide products. In this study, Ethanol was used as desorption agent and distilled water was used as extraction agent. The effects of ethanol volume fraction, material /water ratio, vacuum degree, extraction time and temperature on non-starch polysaccharide extraction rate were investigated. Through single factor and orthogonal experiment optimization, the optimum technological conditions were obtained as follows: ethanol volume fraction 50%, material /water ratio 1:25(g/mL), vacuum degree 0.05 MPa, extraction time 8 min and temperature 80℃. Under these conditions, the extraction rate of non-starch polysaccharide was 6.45%. The conclusion is that the extraction of non-starch polysaccharides from highland barley by decompressing inner ebullition method has the advantages of short time-consuming and low energy consumption, which can be applied to the extraction of cereal polysaccharides and has a good production prospect.

Key Words: decompressing inner ebullition method; highland barley; non-starch polysaccharide; extraction

青稞(*Hordeum vulgare*. *L.var.nudum*Hook.f.),又称裸大麦,是一种极具特色的高原粮食作物,主要分布在西藏、青海和四川等高原地区,具有高蛋白、高维生素、高纤维和低糖、低脂的营养特点,还含有非淀粉多糖、多酚、黄酮及活性多肽等多种功能性成分^[1-4]。大量研究表明,青稞中非淀粉多糖以 β -葡聚糖和阿拉伯木聚糖为主,具有调节血糖、抗肿

瘤、降胆固醇、提升免疫力等作用^[5-8],是当前研究的热点。

目前,对于青稞多糖提取主要采用的方法有热水浸提法^[9]、微波辅助提取法^[10]、超声波辅助提取法^[11]等,而这些方法往往存在着提取时间较长、所需温度较高、仪器能耗较大以及对提取物存在干扰等问题。减压内部沸腾法作为一种能在短时间内高效地实现活性成分提取的方法,其原理是先利用低沸点的解析剂润湿物料,再加入一定温度的提取液后,置于一定真空度下,使解析剂的沸点低于常压沸点,通过沸腾破坏物料细胞结构而让有效成分

收稿日期:2022-12-14

基金项目:四川省大学生创新创业训练项目(2020143890151)。

作者简介:杜亚飞(1990-),男,硕士,讲师,主要从事高原特色食品资源的开发与利用,E-mail: 465262519@qq.com。

在提取剂和解析剂之间进行充分扩散,进而缩短提取时间^[12-16]。该方法可避免青稞多糖类物质发生高温分解以及其他不利变化,具有效率高、耗时短、能耗低和安全环保等突出优点^[17-19]。

本研究以青稞为原料,采用减压内部沸腾法对青稞非淀粉多糖进行提取,研究最佳因素水平,优化青稞非淀粉多糖的提取工艺及条件,为青稞中 β -葡聚糖等非淀粉多糖的提取研究提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料与试剂

青稞,产自四川省甘孜州;苯酚、浓硫酸、无水乙醇、无水葡萄糖,均为分析纯,成都市科龙化工试剂厂生产; α -淀粉酶、糖化酶,无锡酶制剂厂生产。

1.2 主要仪器设备

UV-754型紫外分光光度计,济南飞赛电子科技有限公司生产;A550型粉碎机,九阳股份有限公司生产;RE-52AA型旋转蒸发器,西安禾普生物科技有限公司生产;SHB-III型循环水式真空泵,陕西西安仪创仪器设备有限公司生产;DZF-6050型减压真空干燥箱,上海三发科学仪器有限公司生产;FA-2204B型电子分析天平,上海向帆仪器有限公司生产;HH-S1型恒温水浴锅,江苏正基仪器有限公司生产。

1.3 试验方法

1.3.1 绘制葡萄糖标准曲线

取10 mg/mL的葡萄糖标准溶液1.0 mL,定容至100 mL,配置成0.1 mg/mL的葡萄糖标准溶液;从上述标准溶液中取0.0,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0,1.2 mL,分别置于比色管中,添加蒸馏水至2.0 mL,迅速摇匀,再分别加入5%苯酚溶液1.0 mL,混匀后快速加入5.0 mL浓硫酸,轻轻摇匀后于室温下静置10 min,再置于80℃水浴加热15 min后取出,待试管中溶液恢复至室温,以空白为对照,测定490 nm处吸光值,平行试验3次;根据吸光值与浓度的关系,绘制葡萄糖标准曲线,得回归方程 $Y=16.146A+0.0449$, $R^2=0.999$ 。

1.3.2 青稞非淀粉多糖的提取

将青稞样品粉碎过40目筛,置于85℃下干燥灭酶,备用。称取5.00 g灭酶青稞粉置圆底烧瓶中,加入25 mL乙醇溶液,室温下解吸30 min,再按料液比加入一定温度的蒸馏水,迅速置于同温真空干燥箱中一定时间后取出,进行减压抽滤;滤渣按

相同方法再次提取,合并滤液后加入 α -淀粉酶和糖化酶处理,并利用碘试剂检验淀粉是否完全除去;离心后的上清液置于旋转蒸发仪中浓缩,再加入4倍体积的95%乙醇后于4℃下放置沉淀12 h,过滤,沉淀洗涤后用蒸馏水溶解,定容至250 mL,取样分析^[20-21],并按照公式(1)计算青稞非淀粉多糖得率。

$$\text{多糖得率}(\%) = \frac{B \times D \times V}{1000 \times M} \times 100\% \quad (1)$$

其中:

B ——为根据回归方程计算得到的非淀粉多糖质量浓度(mg/mL);

D ——稀释倍数;

V ——青稞非淀粉多糖提取液体积(mL);

M ——青稞粉质量(g)。

1.3.3 单因素试验

1) 乙醇体积分数对多糖提取率的影响

准确称取青稞粉5.00 g,分别加入25 mL 30%, 40%, 50%, 60%, 70%的乙醇解吸30 min后,在提取温度80℃下按料液比1:20(g/mL)加入同温蒸馏水,置于真空度为0.03 MPa的条件下进行减压提取6 min,按1.3.2操作并取样分析。

2) 料液比对多糖提取率的影响

准确称取青稞粉5.00 g,加入25 mL 50%的乙醇解吸30 min后,将料液比分别设置为1:10, 1:15, 1:20, 1:25, 1:30(g/mL),在提取温度80℃、真空度为0.03 MPa的条件下,减压提取6 min,按1.3.2的方法进行操作并取样分析。

3) 真空度对多糖提取率的影响

准确称取青稞粉5.00 g,加入25 mL 50%的乙醇解吸30 min后,在料液比1:20(g/mL)、提取温度80℃的条件下,将真空度分别设置为0.01, 0.03, 0.05, 0.07和0.09 MPa,提取6 min,按1.3.2操作并取样分析。

4) 提取时间对多糖提取率的影响

准确称取青稞粉5.00 g,加入25 mL 50%的乙醇解吸30 min后,在料液比1:20(g/mL)、提取温度80℃、真空度0.03 MPa的条件下,分别提取2, 4, 6, 8, 10 min,按1.3.2操作并取样分析。

5) 提取温度对多糖提取率的影响

准确称取青稞粉5.00 g,加入25 mL 50%的乙醇解吸30 min后,设置料液比为1:20(g/mL),提取温度分别设置为50, 60, 70, 80, 90℃,在真空度0.03 MPa的条件下减压提取6 min,按1.3.2操作并取样分析。

1.3.4 正交试验

根据单因素试验所得结果,选取料液比(g/mL)、真空度(MPa)、提取时间(min)以及提取温度(℃)设计4因素3水平正交试验,以多糖提取率(%)为指标,确定减压内部沸腾法提取青稞非淀粉多糖的最佳工艺。正交实验因素水平见表1。

表1 正交实验因素水平

处理	料液比	真空度/MPa	提取时间/min	提取温度/℃
1	1:20	0.04	4	70
2	1:25	0.05	6	80
3	1:30	0.06	8	90

2 结果与讨论

2.1 单因素试验

2.1.1 乙醇体积分数对多糖提取率的影响

试验结果看出,随着乙醇体积分数的增大,多糖提取率呈现上升趋势,当乙醇体积分数为50%时多糖得率达到峰值,继续提高乙醇体积分数,多糖提取率下降。这可能是由于当乙醇体积分数低,在相同条件下物料解吸程度和反应体系的减压沸腾强度较低,导致多糖提取率较低;当乙醇体积分数过高,多糖的溶解度逐渐降低,使多糖提取率降低,因此解析剂乙醇的最佳体积分数为50%左右(图1)。

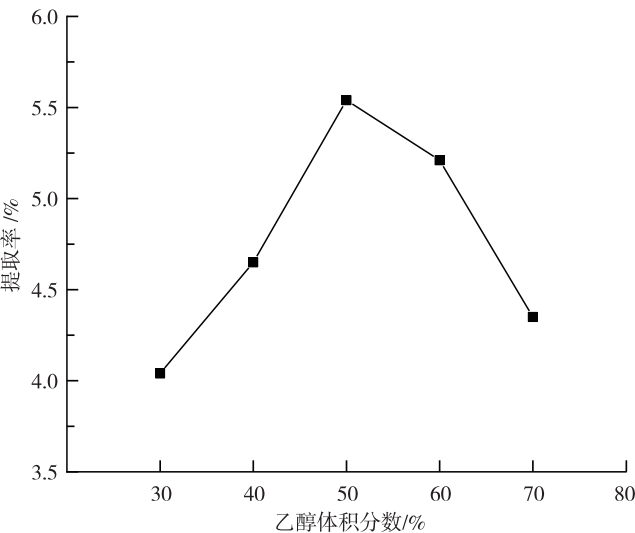


图1 乙醇体积分数对多糖提取率的影响

2.1.2 料液比对多糖提取率的影响

试验结果看出,随着料液比加大,多糖提取率上升,在料液比为1:25时,多糖提取率达到最高值,当料液比继续增加时,多糖提取率趋于平稳。这可能是由于在较低料液比的条件下,多糖溶出量较小,因而提取率也较低;当多糖提取率达到最高值后继续增加料液比,多糖提取率变化小,说明物料的多糖提取已基本完全,同时继续增加料液比会使多糖过度稀释,对后续分离浓缩不利,因此最佳料液比为1:25左右(图2)。

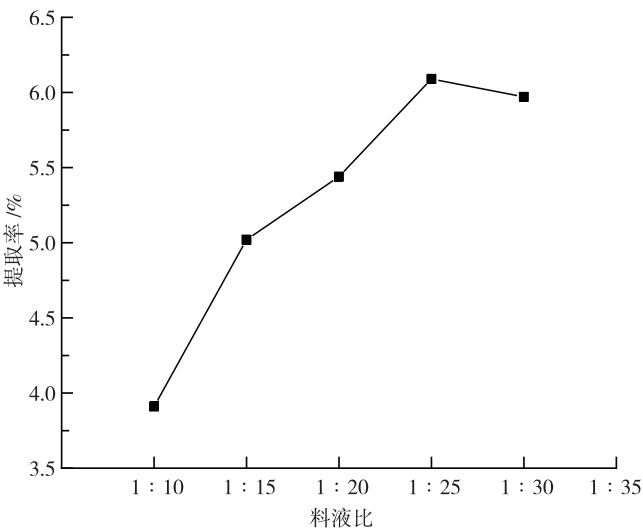


图2 料液比对多糖提取率的影响

2.1.3 真空度对多糖提取率的影响

试验结果看出,随真空箱内压力的降低,多糖得率在0.05 MPa时达最大值,此后继续提高真空度,多糖提取率反而降低。这可能是由于在温度一定的条件下,提高真空度使得溶液开始沸腾,破坏了颗粒间的细胞结构,有利于多糖的释出溶解;随着真空度的继续升高,提取液剧烈翻滚,溶出较多杂质,导致多糖提取率下降,根据试验结果初步确定最佳真空度为0.05 MPa左右(图3)。

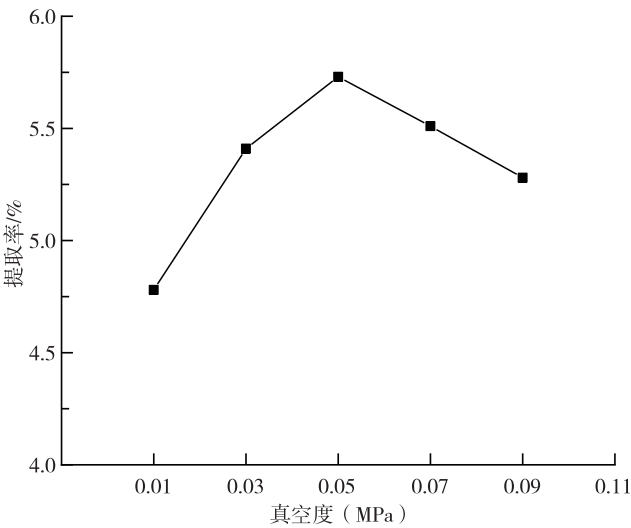


图3 真空度对多糖提取率的影响

2.1.4 提取时间对多糖提取率的影响

试验结果看出,青稞多糖提取率随提取时间的增加有明显升高趋势,尤其是在2~4 min之间增加迅速,并在6 min时达到峰值,之后趋于平稳,说明青稞多糖提取6 min时已经溶出比较完全。这可能是由于短时间的减压沸腾无法实现多糖的有效溶出,而提取时间太长,不仅会导致杂质的溶出,也会加大仪器能耗,因而最佳提取时间为6 min左右(图4)。

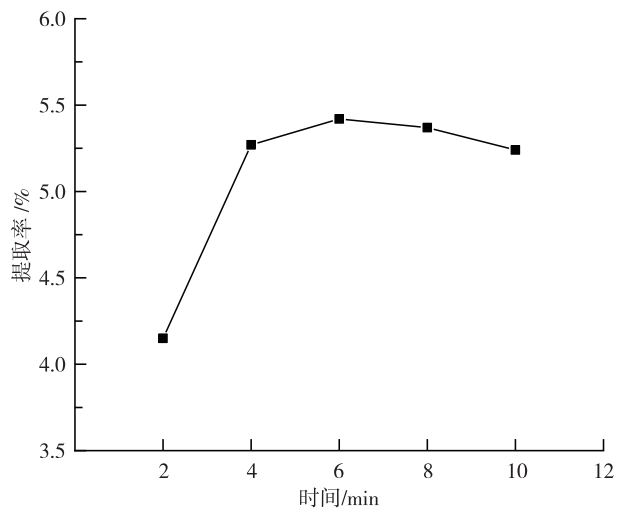


图4 提取时间对多糖提取率的影响

2.1.5 提取温度对多糖提取率的影响

试验结果看出,多糖提取率随着提取温度的升高先增加后降低,当提取温度为80 ℃时,多糖提取率达到峰值。这可能是由于真空度固定,提取温度较低时无法实现物料内部的沸腾,随着温度升高,体系内部的溶剂充分沸腾,有利于多糖充分溶出,使提

取率升高;若继续升高温度,不仅会导致多糖结构改变,还会因剧烈沸腾而溶解较多杂质,不利于后期洗涤过滤。因此,最佳提取温度为80 ℃左右(图5)。

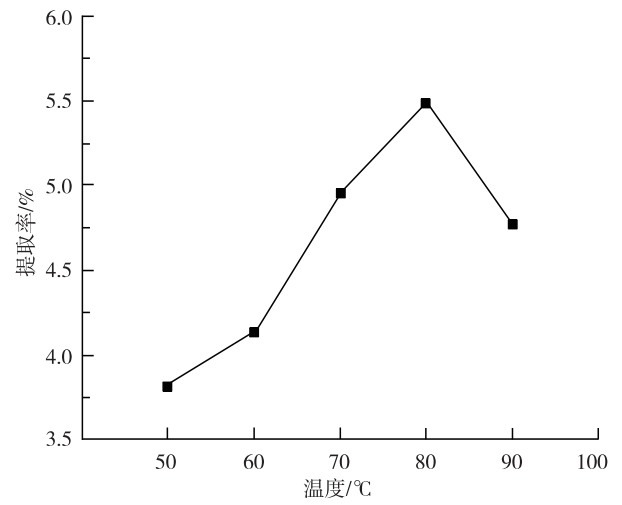


图5 提取温度对多糖提取率的影响

2.2 正交试验

试验结果看出,4个因素对青稞非淀粉多糖提取率的影响从大到小依次为料液比(A)、提取温度(D)、提取时间(C)、真空度(B)。减压内部沸腾法提取青稞非淀粉多糖的最优工艺方案为:A₂B₂C₃D₂,即料液比为1:25,真空度为0.05 MPa,提取时间为8 min,提取温度为80 ℃。根据正交试验中最优提取工艺条件进行试验,平行操作3次,结果分别为6.38%,6.51%,6.47%,平均值为6.45%,优于正交试验设计组合,且重现性好,说明正交优化结果是合理的(表2)。

表2 正交实验结果

编号	料液比(A)/(g·mL ⁻¹)	真空度(B)/MPa	提取时(C)/min	提取温度(D)/℃	提取率/%
1	1(1:20)	1(0.04)	1(4)	1(70)	4.72
2	1	2(0.05)	2(6)	2(80)	5.68
3	1	3(0.06)	3(8)	3(90)	5.31
4	2(1:25)	1	2	3	5.94
5	2	2	3	1	6.21
6	2	3	1	2	6.33
7	3(1:30)	1	3	2	6.05
8	3	2	1	3	5.61
9	3	3	2	1	5.43
k1	5.24	5.57	5.55	5.45	
k2	6.16	5.83	5.68	6.02	
k3	5.70	5.69	5.86	5.62	
R	0.92	0.26	0.31	0.57	

3 结论

本研究以四川甘孜州青稞籽粒为原料,用50%的乙醇对其解吸处理,采用减压内部沸腾法对青稞非淀粉多糖成分进行提取,利用单因素实验以及正交优化,确定减压内部沸腾法提取青稞非淀粉多糖的最优工艺参数为:料液比1:25,真空度0.05 MPa,提取时间8 min,提取温度80℃。在此条件下青稞非淀粉多糖的提取率可达6.45%。试验结果表明,利用减压内部沸腾法提取青稞非淀粉多糖是可行的,并且减压内部沸腾法具有环保节能、操作简便的优点,该方法也可推广用于提取其他谷物类有效成分。

参考文献:

- [1] 罗 静,李玉锋,胥 霞.青稞中的活性物质及功能研究进展[J].食品与发酵工业,2018,44(9):300-304.
- [2] 侯殿志,沈 群.我国29种青稞的营养及功能组分分析[J].中国食品学报,2020,20(2):289-298.
- [3] 王恒良.西藏青稞资源利用评价及其青稞提取物 β -葡聚糖的生理功效研究[D].拉萨:西藏大学,2008.
- [4] 刘小娇,王姗姗,白 婷,等.青稞营养及其制品研究进展[J].粮食与食品工业,2019,26(1):43-47.
- [5] 姚豪颖叶.青稞中 β -葡聚糖与阿拉伯木聚糖的分离纯化与结构表征[D].南昌:南昌大学,2016.
- [6] 谢昊宇,何思宇,贾冬英,等.青稞 β -葡聚糖的分离纯化及理化特性研究[J].食品科技,2016,41(1):142-146.
- [7] 曲良冉,郑学玲,李利民.青稞中非淀粉多糖— β -葡聚糖研究进展[J].粮油加工,2009(2):77-81.
- [8] 张文会.青稞 β -葡聚糖提取工艺优化[J].农产品加工,2017(12):23-25.
- [9] 马 栋,邹 妍,龚倩云,等.响应面法优化青稞 β -葡聚糖提取条件的研究[J].食品工业科技,2012,33(1):204-206,210.
- [10] 罗燕平,李家林,张雪飞.微波辅助提取青稞 β -葡聚糖工艺优化[J].农产品加工,2016(14):35-38.
- [11] 徐 菲,党 斌,迟德钊.超声波辅助提取青稞 β -葡聚糖工艺优化[J].食品科技,2014,39(12):217-221.
- [12] 蔡锦源,廖登未,唐 念,等.减压内部沸腾提取技术及其在有效成分提取中的应用[J].轻工科技,2016,32(11):5-6.
- [13] 翁艳英,张贞发,曾振芳,等.减压内部沸腾法提取人面子树皮总黄酮的研究[J].河南农业科学,2016,45(7):148-151,156.
- [14] 郑韵英,黄琼慧,严业雄,等.内部沸腾法提取火龙果果皮多糖工艺优化[J].食品工业科技,2018,39(9):217-221.
- [15] 张艳丽,符华林,卢朝成,等.内部沸腾法提取槐米中的芦丁及其动力学和热力学研究[J].中成药,2015,37(4):895-898.
- [16] 翁艳英,谭业怀.减压内部沸腾法提取绞股蓝总黄酮的效果[J].湖北农业科学,2014,53(14):3367-3370.
- [17] 李建凤,李 陈,廖立敏.内部沸腾法提取金银花多糖[J].食品与机械,2016,32(11):166-168,228.
- [18] 黄 茜,李建凤,廖立敏.内部沸腾法提取葡萄皮花色苷研究[J].食品研究与开发,2017,38(22):48-51.
- [19] 李建凤,廖立敏.桂花树叶多糖提取及抗氧化活性研究[J].食品研究与开发,2020,41(20):156-161.
- [20] 章 慧,彭彩嫩,史茹茹,等.几种常见谷物可溶性非淀粉多糖含量比较[J].安徽农业科学,2019,47(6):200-201.
- [21] 申瑞玲,董吉林,马 婧,等.燕麦麸非淀粉多糖提取工艺的研究[J].粮油加工,2008(1):108-110.