

叶文峰,周秀玲. 超声波-酸解法制备脚板薯抗性淀粉的工艺条件[J]. 江苏农业科学,2015,43(7):281-283.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.07.096

超声波-酸解法制备脚板薯抗性淀粉的工艺条件

叶文峰,周秀玲

(宜春学院化学与生物工程学院,江西宜春 336000)

摘要:以新鲜脚板薯为主要原料,采用超声波及酸处理粗淀粉制备抗性淀粉,以抗性淀粉得率为评价指标,对影响得率的淀粉乳浓度、盐酸用量、超声温度、超声时间 4 个主要因素进行正交试验,得出制备抗性淀粉的最佳工艺条件:配制浓度为 15% 的淀粉乳,加入 2 mol/L 盐酸,用量为 1.5%,在超声温度为 80 ℃、超声时间为 40 min 条件下进行酸水解,然后用 40 g/L NaOH 溶液调节溶液 pH 值至中性,停止酸解,再在 120 ℃ 下糊化 20 min,冷却至 3~4 ℃ 冷藏 20 h,离心,干燥,粉碎过筛。在此工艺条件下,制备的抗性淀粉得率为 25.3%。

关键词:脚板薯;超声波;酸解法;工艺条件

中图分类号: TS235.2

文献标志码: A

文章编号: 1002-1302(2015)07-0281-03

脚板薯(*Dioscorea alata* Lirm. sp)别称参薯,属薯蓣属^[1]。薯蓣属植物大多具有根状茎或地下块茎,脚板薯鲜红发亮,根茎发达,形如脚掌,故而得名。脚板薯营养丰富且具有药膳功能,不仅含有丰富的淀粉,还含有大量的蛋白质、维生素、黏性多糖、微量元素、皂苷等活性物质^[2]。研究发现,脚板薯淀粉含量为 73%,其中直链淀粉含量为 27.18%,支链淀粉含量为 72.82%^[3],具有极大的开发价值。抗性淀粉(RS)是不能被

健康人体小肠消化吸收的淀粉及降解物的总称^[4]。近几年,学者们对玉米淀粉、马铃薯淀粉、淮山药淀粉、苦荞米淀粉、甘薯淀粉、蚕豆淀粉、银杏淀粉、大米淀粉等进行了研究^[5-12],但关于应用脚板薯淀粉制备抗性淀粉研究在国内尚未见报道。因此,本研究采用超声波-酸解法制备脚板薯抗性淀粉,以抗性淀粉得率作为评价指标,优化脚板薯抗性淀粉工艺条件,旨在为开发利用脚板薯资源提供依据。

1 材料与设备

1.1 材料

脚板薯、氢氧化钠(分析纯)、氢氧化钾(分析纯)、乙酸钠(分析纯)、磷酸氢二钠(分析纯)、柠檬酸(分析纯)、萘酮(分析纯)、浓硫酸(分析纯)、冰醋酸(分析纯)。10 000 U/g 胃蛋

收稿日期:2014-07-20

基金项目:江西省科技支撑计划(编号:20121BBF60042);江西省教育厅科技项目(编号:GJJ11599)。

作者简介:叶文峰(1966—),女,江西萍乡人,硕士,教授,从事天然产物研究与开发工作。E-mail:wenfengy123@163.com。

- [8] Yang B, Zhao M M, Shi J, et al. Effect of ultrasonic treatment on the recovery and DPPH radical scavenging activity of polysaccharides from longan fruit pericarp[J]. Food Chemistry, 2008, 106(2): 685-690.
- [9] Song J F, Li D J, Liu C Q, et al. Optimized microwave-assisted extraction of total phenolics(TP) from Ipomoea batatas leaves and its antioxidant activity[J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2011, 12(3): 282-287.
- [10] 陆国权, 赵文静. 甘薯多酚最佳提取工艺及多酚含量的基因型差异研究[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(3): 49-52.
- [11] Fan G J, Han Y, Gu Z X, et al. Optimizing conditions for anthocyanins extraction from purple sweet potato using response surface methodology(RSM)[J]. LWT - Food Science and Technology, 2008, 41(1): 155-160.
- [12] 韦学丰, 罗静. 甘薯叶黄酮微波提取工艺的响应面法优化[J]. 湖北农业科学, 2013, 52(6): 1391-1394, 1400.
- [13] Gan C Y, Latiff A A. Optimisation of the solvent extraction of bioactive compounds from Parkia speciosa pod using response surface methodology[J]. Food Chemistry, 2011, 124(3): 1277-1283.
- [14] Thoo Y Y, Ho S K, Liang J Y, et al. Effects of binary solvent extraction system, extraction time and extraction temperature on phenolic antioxidants and antioxidant capacity from mengkudu (*Morinda citrifolia*)[J]. Food Chemistry, 2010, 120(1): 290-295.
- [15] Li J W, Zhang L F, Liu Y F. Optimization of extraction of natural pigment from purple sweet potato by response surface methodology and its stability[J]. Journal of Chemistry, 2013: 1-5.
- [16] Ribeiro T, Fernandes C, Nunes F M, et al. Influence of the structural features of commercial mannoproteins in white wine protein stabilization and chemical and sensory properties[J]. Food Chemistry, 2014, 159: 47-54.
- [17] Fava J, Hodara K, Nieto A, et al. Structure (micro, ultra, nano), color and mechanical properties of *Vitis labrusca* L. (grape berry) fruits treated by Hydrogen peroxide, UV - C irradiation and ultrasound[J]. Food Research International, 2011, 44(9): 2938-2948.
- [18] Wang J, Sun B G, Cao Y P, et al. Optimisation of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from wheat bran[J]. Food Chemistry, 2008, 106(2): 804-810.
- [19] 师超, 卞科. 黄心甘薯多酚类物质的提取工艺研究[J]. 河南工业大学学报: 自然科学版, 2011, 32(2): 19-22.
- [20] Oki M, Masuda S, Furuta S, et al. Involvement of anthocyanins and other phenolic compounds in radical-scavenging activity of purple-fleshed sweet potato cultivars[J]. Journal of Food Science, 2002, 67(5): 1752-1756.

白酶、4 000 U/g 淀粉酶、100 000 U/g 葡萄糖淀粉酶均购自上海源叶生物科技有限公司、1.000 g/L 葡萄糖标准溶液、柠檬酸(食用级)。

1.2 设备

中草药粉碎机 FY177(天津市泰斯特仪器有限公司)、TED-双列六孔型恒温水浴锅、L-500 低速自动平衡离心机、BS-223S 电子天平(北京赛多利仪器系统有限公司)、DHG-9140A 型电热恒温鼓风干燥箱、UV-2000 紫外分光光度计、SK-1 快速匀浆机(江苏中大仪器)。

1.3 方法

1.3.1 脚板薯抗性淀粉制备工艺流程 新鲜脚板薯→削皮切片→烘干→粉碎→95%乙醇浸提→蒸馏水沉降→离心除杂质→烘干→粉碎→脚板薯淀粉→配制一定浓度的淀粉糊→加入一定量的 2 mol/L HCl→一定温度下,超声波作用酸水解一定时间→用 40 g/L NaOH 溶液调节 pH 值至中性,停止酸解→120 ℃糊化 20 min→冷却至 3~4 ℃冷藏 20 h→离心→干燥→粉碎过筛→成品。

1.3.2 脚板薯中抗性淀粉和总淀粉含量的测定^[13-14]

1.3.2.1 脚板薯中总淀粉含量的测定 称取 50 mg 脚板薯淀粉放入 50 mL 离心管中,加入适量 4 mol/L KOH,室温下用快速匀浆机匀浆 10 min 以分散淀粉,加入 pH 值为 4.8 的 0.4 mol/L 乙酸钠缓冲液,再用 2 mol/L HCl 调节 pH 值至 4.5,不断振荡,加入过量 100 000 U/g 葡萄糖淀粉酶,60 ℃水解 45 min;4 000 r/min 离心 12 min,用蒸馏水清洗残渣;过滤并收集上层清液,定容至 100 mL,用蒽酮比色法测定葡萄糖的量。脚板薯总淀粉含量计算公式如下:

脚板薯总淀粉含量 = 葡萄糖质量 × 0.9 / 样品质量 × 100%。

(1)

1.3.2.2 抗性淀粉含量测定^[6] 称取 2 g 粗脚板薯抗性淀粉放入三角瓶中,加入 20 mL pH 值为 2.2 的缓冲液(柠檬酸-磷酸氢二钠),均质;38 ℃水浴,加入 3 mL 胃蛋白酶并加热振荡 60 min;冷却至室温,用磷酸氢二钠缓冲液调节 pH 值至 5.7,加入 3 mL 高温 α-淀粉酶,75 ℃恒温水浴中振荡加热 60 min;冷却至室温,用酸调节 pH 值至 4.6,加入过量的葡萄糖淀粉酶,58 ℃恒温水浴中消化 20 h,冷却至室温,3 500 r/min 离心 15 min,至少水洗 4 次,最后用无水乙醇洗涤,80 ℃烘干 48 h,称质量,得到纯抗性淀粉。脚板薯抗性淀粉得率计算公式如下:

脚板薯抗性淀粉得率 = 纯抗性淀粉样品质量 / (样品质量 × 总淀粉含量) × 100%。

(2)

1.3.2.3 脚板薯抗性淀粉制备单因素试验 在脚板薯抗性淀粉制备工艺的酸水解中,选择影响抗性淀粉得率的 4 个主要因素:超声时间、超声温度、淀粉乳浓度、淀粉乳用酸量。

1.3.2.4 脚板薯抗性淀粉制备工艺条件正交试验 在单因素试验结果的基础上,每个因素筛选 3 个水平,进行正交试验,以确定最佳的工艺条件。

2 结果与分析

2.1 脚板薯抗性淀粉制备单因素试验

2.1.1 淀粉乳浓度对抗性淀粉得率的影响 为了探索淀粉乳浓度对抗性淀粉得率的影响,将淀粉与水按不同比例混合

得到不同浓度的淀粉乳,在超声时间为 40 min、超声波温度为 70 ℃、2 mol/L 盐酸用量为 1.5% 条件下进行抗性淀粉制备试验(图 1)。

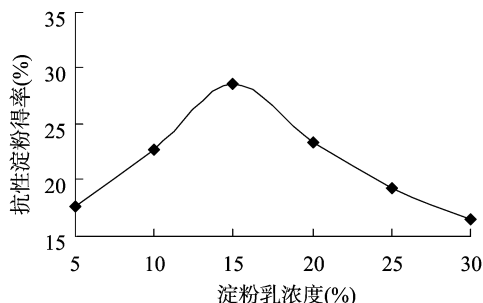


图1 淀粉乳浓度对抗性淀粉得率的影响

从图 1 可知,当淀粉乳浓度小于 15% 时,增大淀粉乳浓度可使抗性淀粉得率增大,超过这个比例时抗性淀粉得率下降,主要是因为淀粉能充分糊化,淀粉乳浓度小于 15% 时淀粉颗粒破裂,溶出较多的支链淀粉、直链淀粉。淀粉乳浓度超过 15% 时,淀粉乳溶液随浓度的增加得率反而减少,主要是因为淀粉不能充分糊化,淀粉颗粒破裂率降低,直链淀粉与支链淀粉溶出减少。

2.1.2 盐酸用量对抗性淀粉得率的影响 淀粉糊浓度为 15% 时,在超声时间为 40 min、温度为 70 ℃条件下,采用不同盐酸用量进行抗性淀粉制备试验(图 2)。

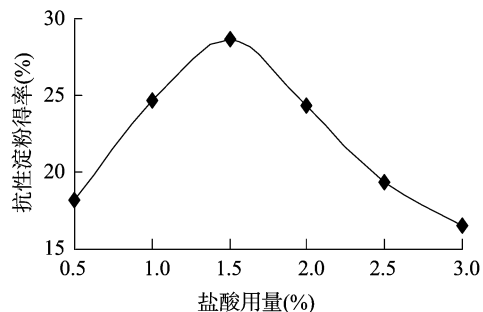


图2 淀粉乳 pH 值对抗性淀粉得率的影响

从图 2 可知,当盐酸用量小于 1.5% 时,随着盐酸用量的增加,抗性淀粉得率逐渐增加。当盐酸用量大于 2% 时,随着盐酸用量的增加,抗性淀粉得率随之降低,说明随着盐酸用量的增加,水解作用加强,分散的淀粉链难以形成有序排列,导致抗性淀粉得率下降。

2.1.3 超声温度对抗性淀粉得率的影响 在超声波时间为 40 min、淀粉乳浓度为 15%、2 mol/L 盐酸用量为 1.5% 的条件下,采用不同超声温度进行抗性淀粉制备试验。

从图 3 可知,随着超声温度升高,抗性淀粉得率也随之升高,这是因为超声波的空化效应所产生的高温高压环境导致淀粉链断裂,当超声波温度达到 70 ℃时,抗性淀粉得率达到最大,温度继续升高,抗性淀粉得率增加不明显。

2.1.4 超声时间对抗性淀粉得率的影响 设置不同超声时间,在超声温度为 70 ℃、淀粉乳浓度为 15%、盐酸用量为 1.5% 条件下进行抗性淀粉制备试验。

图 4 表明,随着超声波时间增加,抗性淀粉得率也随之升高,因为超声波加剧了淀粉分子与溶剂分子间的摩擦,溶出的直链淀粉、支链淀粉越多,抗性淀粉得率也越高;但时间超过

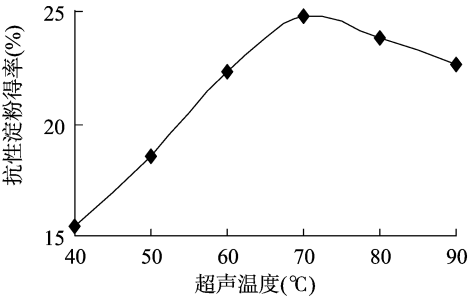


图3 超声温度对抗性淀粉得率的影响

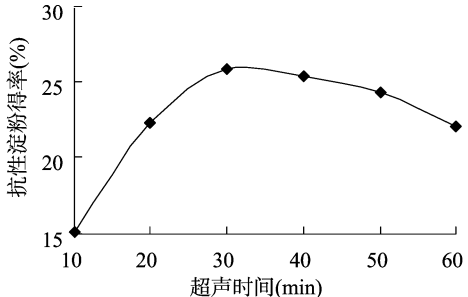


图4 超声时间对抗性淀粉得率的影响

40 min 时,随着时间的进一步延长,粉分子结构被严重破坏,分子量彻底降解,大部分淀粉分子降解成糊精,不利于抗性淀粉的形成,抗性淀粉产率逐渐降低^[12]。

2.2 脚板薯抗性淀制备的最佳工艺确定

为了探索脚板薯抗性淀制备的最佳工艺,在单因素试验基础上,选择淀粉乳浓度、盐酸用量、超声时间及超声温度等 4 个因素并各设计 3 个水平(表 1),通过正交试验确定最优工艺条件。

表 1 制备脚板薯抗性淀粉工艺条件正交试验因素水平

| 水平 | A:淀粉乳浓度 (%) | B:盐酸用量 (%) | C:超声温度 (℃) | D:超声时间 (min) |
|----|----------------|---------------|---------------|-----------------|
| 1 | 10 | 1.0 | 60 | 20 |
| 2 | 15 | 1.5 | 70 | 30 |
| 3 | 20 | 2.0 | 80 | 40 |

由表 2 可知,脚板薯抗性淀粉得率的影响因素从大到小依次为 B>A>D>C。从表 3 可知,盐酸用量对脚板薯抗性淀粉得率的影响最大,具有显著性,淀粉乳浓度影响次之,超声温度对淀粉得率的影响最小。最优工艺组合为 A₂B₂C₃D₃,即淀粉乳浓度为 15%,盐酸用量为 1.5%,超声温度为 80℃,超声时间为 40 min。在此最佳酸水解条件下,抗性淀粉得率为 25.3%。

表 2 制备脚板薯抗性淀粉工艺条件正交试验结果方差分析

| 因素 | 偏差平方和 | 自由度 | F 值 | F _{临界值} |
|-------|--------|-----|----------|------------------|
| 淀粉乳浓度 | 14.179 | 2 | 18.109 | 19.000 |
| 盐酸用量 | 21.639 | 2 | 27.636 * | 19.000 |
| 超声温度 | 0.783 | 2 | 1.000 | 19.000 |
| 超声时间 | 5.634 | 2 | 7.195 | 19.000 |
| 误差 | 0.780 | 2 | | |

3 结论

本研究结果表明,盐酸用量对抗性淀粉的形成影响很大,

表 3 制备脚板薯抗性淀粉工艺条件正交试验结果

| 处理 | A | B | C | D | 抗性淀粉得率 (%) |
|----------------|-------|-------|-------|-------|---------------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 19.72 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 22.89 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | 20.90 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | 25.06 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | 25.91 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | 21.74 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 3 | 22.06 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 2 | 25.28 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | 20.20 |
| k ₁ | 21.17 | 22.28 | 22.25 | 21.94 | |
| k ₂ | 24.24 | 24.69 | 22.72 | 22.23 | |
| k ₃ | 22.51 | 20.95 | 22.96 | 23.75 | |
| R | 3.07 | 3.74 | 0.71 | 1.81 | |

脚板薯抗性淀粉最佳制备工艺条件为:配制浓度为 15% 的淀粉乳,加入 2 mol/L 盐酸,用量为 1.5%,在超声温度为 80℃、超声时间为 40 min 条件下进行酸水解,然后用 40 g/L NaOH 溶液调节 pH 值至中性,停止酸解,再在 120℃ 糊化 20 min,冷却至 3~4℃ 冷藏 20 h,离心,干燥,粉碎过筛。在此工艺条件下,制备的抗性淀粉得率为 25.3%。

参考文献:

[1]徐成基. 中国薯蓣资源[M]. 成都:四川科学技术出版社,2000.
[2]詹太华. 紫脚板薯色素的提取、理化性质及体外抗氧化活性的研究[D]. 南昌:南昌大学,2008.
[3]沈钟苏,陈全斌,湛志华,等. 脚板薯淀粉的理化性质研究[J]. 广西师范大学学报:自然科学版,2005,23(2):77-80.
[4]Baghurstr A. Dietary fiber, nonstarch polysaccharide and resistant starch[J]. Food Australia,1996,48(3):1-35.
[5]李 昕,于国萍,张 旭. 酸解压热法制备玉米抗性淀粉[J]. 粮油食品科技,2007,15(6):46-48.
[6]刘亚伟,张 杰. 酸解-水热处理对甘薯抗性淀粉形成的影响研究[J]. 食品科学,2003,24(6):41-45.
[7]聂凌鸿. 淮山药抗性淀粉的制备及其性质[J]. 食品工业科技,2008(11):163-166.
[8]左光明,谭 斌,罗 彬,等. 全营养苦荞米抗性淀粉形成的工艺参数优化[J]. 食品科学,2008,29(9):130-134.
[9]韦秋玉. 木薯抗性淀粉的酶法制备和机理研究[D]. 南宁:广西大学,2007.
[10]潘元凤,唐书泽,戴远威,等. 微波辐射制备蚕豆抗性淀粉研究[J]. 食品研究与开发,2008,29(5):15-18.
[11]余海洋. 银杏抗性淀粉的制备、性质及其应用研究[D]. 南京:南京林业大学,2013.
[12]余世锋,张 莹,孙天颖,等. 超声处理对大米 RS3 型抗性淀粉产率的影响[J]. 食品科技,2013,3(3):134-138.
[13]秦 阳,金 毅,秦礼康. 响应面优化老化回生型马铃薯抗性淀粉压热制备工艺[J]. 贵州农业科学,2009,37(10):184-188.
[14]Sievert D,Pomerane Y. Enzyme-resistant starch: characterization and evaluation by enzymatic, thermoanalytical and microscopic methods[J]. Cereal Chemistry,1989,66(4):342-347.