常桂英,于加平. 玉米酒糟中绿原酸提取工艺研究[J]. 江苏农业科学,2015,43(12):298-300. doi:10.15889/j. issn. 1002-1302.2015.12.095

玉米酒糟中绿原酸提取工艺研究

常桂英,于加平

(吉林农业科技学院生物工程学院,吉林吉林 132101)

摘要:运用单因素试验和正交试验,优化提取玉米酒糟中绿原酸的工艺。结果表明,提取玉米酒糟中绿原酸的最佳工艺为提取温度 75 ℃、提取时间 60 min、乙醇浓度 80%、料液比为 1:12(g:mL)、pH 值 7;经验证,该提取工艺简单、合理、可行,可作为提取玉米酒糟中绿原酸的工艺。

关键词:玉米酒糟;绿原酸;提取工艺

中图分类号:R284.2 文献标志码: A 文章编号:1002-1302(2015)12-0298-02

玉米酒糟是酿酒工业的主要副产品之一。随着燃料乙醇工业的迅速发展,玉米酒糟产量大幅增加^[1]。目前我国玉米酒糟大多被用于加工饲料、肥料等方面,极少被用于食用菌栽培和其他方面^[2-3],目前对于玉米酒糟深层次的开发应用很少。现代药理研究表明,绿原酸除具有抗菌作用外,还有抗肿瘤、抗氧化、抗过敏、抗艾滋病毒、保肝利胆、止血等功能,因此有"植物黄金"之美誉^[4]。目前药物制造所用的绿原酸主要来源于忍冬类提取物,由于绿原酸含量低、价格昂贵等特点,因此寻找绿原酸的新来源势在必行。本研究对提取玉米酒糟中绿原酸的工艺进行研究,以期为玉米酒糟的综合开发提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料、仪器与试剂

- 1.1.1 材料 供试玉米酒糟购于吉林燃料乙醇有限公司,经 阴干、低温烘干、粉碎处理备用。
- 1.1.2 仪器 岛津 LC 20A 型高效液相色谱仪(配有紫外检测器、岛津色谱工作站)、岛津色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm, C₁₈)、ESJ205 4 型电子天平(沈阳龙腾电子有限公司)、冰箱、恒温水浴锅(江苏省金坛市医疗仪器厂)、PHS 25 型 pH 计、SXT 02 型索氏提取器。
- 1.1.3 试剂 乙腈(色谱纯,苏州正鑫信化工有限公司)、超纯水(自制)、磷酸(优级纯,沈阳鑫科华化工有限公司)、绿原酸标准品(上海金穗生物科技有限公司)、95% 乙醇、磷酸二氢钾(分析纯)、磷酸氢二钠(分析纯)。

1.2 方法

1.2.1 玉米酒糟中绿原酸的提取 在其他提取条件不变时,对提取温度、提取时间、乙醇浓度、料液比、pH 值进行单因素试验。根据单因素试验结果,采用 L₁₆(4⁵)正交试验设计,对提取温度、提取时间、乙醇浓度、料液比、pH 值进行 5 因素 4

水平筛选,方案见表 1。将提取液过滤,减压浓缩至 20 mL,超 声溶解,滤过,定容,得待测液,置于冰箱中备用。

表 1 玉米酒糟中绿原酸提取工艺正交试验因素与水平

水平	A:提取温度 (℃)	B:提取时间 (min)	C:乙醇浓度 (%)	D:料液比 (g:mL)	E:pH 值
1	65	40	60	1:8	5
2	70	60	70	1:10	6
3	75	80	80	1:12	7
4	80	100	90	1:14	8

- 1.2.2 色谱条件 岛津色谱柱: $4.6 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$,填料粒度 5μ , C_{18} ;流动相:乙腈 -0.5%磷酸溶液(体积比 10:90);检测波长 327 nm;流速 1 mL/min;柱温 25 %。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000,分离度大于 1.8。
- 1.2.3 标准品溶液配制 称取绿原酸标准品 8 mg, 置于烧杯中, 用无水乙醇超声溶解, 定容于 25 mL 容量瓶中, 即得浓度为 0.32 mg/mL 的绿原酸标准溶液。
- 1.2.4 标准曲线绘制 用 0.25 μ m 滤膜过滤上述绿原酸标准溶液,按上述色谱条件,用微量进样器分别吸取绿原酸标准溶液 1、2、4、6、8、10 μ L,进样,记录色谱图,以进样量为横坐标、积分峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得回归方程 $y=1.89\times10^6x-2.53\times10^4$,相关系数 r=0.999 8 (n=6),绿原酸在 0.32 ~ 3.20 μ g 时与峰面积呈良好的线性关系。
- 1.2.5 玉米酒糟中绿原酸含量测定 按上述方法对提取液中绿原酸进行分析,根据回归方程计算绿原酸含量。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

- 2.1.1 提取温度的选择 在提取时间 40 min、乙醇浓度 80%、料液比 1 g: 10 mL、pH 值 7 条件下,考察提取温度对提取玉米酒糟中绿原酸的影响。由图 1 可知,在一定范围内,随着提取温度的提高,绿原酸提取量逐渐增加;但当温度达75 $^{\circ}$ 以上时,绿原酸提取量降低,原因可能是在提取温度较高时绿原酸不稳定,导致其发生化学变化。因此提取玉米酒糟中绿原酸时温度不要高于75 $^{\circ}$ $^{\circ}$ 。
- 2.1.2 提取时间的选择 在提取温度70℃、乙醇浓度

收稿日期:2015-06-01

基金项目:吉林省科技项目(编号:201215186);吉林农业科技学院大 学生创新科研项目(编号:吉农院合字[2012]第47号)。

作者简介:常桂英(1965—),女,吉林吉林人,硕士,教授,从事生物化 学与天然产物研究与教学工作。E = mail:542646746@qq.com。

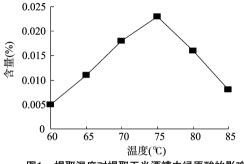


图1 提取温度对提取玉米酒糟中绿原酸的影响

80%、料液比1g:10 mL、pH值7条件下,考察提取时间对提取玉米酒糟中绿原酸的影响。由图2可知,在一定范围内,随着提取时间的延长,绿原酸提取量逐渐增加;但当提取时间达到80 min以上时,绿原酸提取量降低,原因可能是在较高温度下长时间提取时绿原酸发生了化学变化。因此在较高温度下提取玉米酒糟中绿原酸,提取时间不要超过80 min。

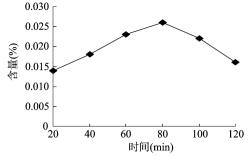


图2 提取时间对提取玉米酒糟中绿原酸的影响

2.1.3 乙醇浓度的选择 在提取温度 70 ℃、提取时间 40 min、料液比 1 g: 10 mL、pH 值 7 条件下,考察乙醇浓度对提取玉米酒糟中绿原酸的影响。由图 3 可知,选择乙醇作为提取玉米酒糟中绿原酸的提取剂时,乙醇浓度不能高于80%,原因是绿原酸是一种极性较强的化合物。

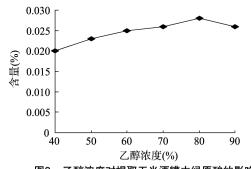


图3 乙醇浓度对提取玉米酒糟中绿原酸的影响

2.1.4 料液比的选择 在提取温度 70 ℃、提取时间 40 min、乙醇浓度 70%、pH 值 7 条件下,考察料液比对提取玉米酒糟中绿原酸的影响。由图 4 可知,随着料液比的增大,绿原酸提取量逐渐增加;当料液比达到 1 g:12 mL 以上时,料液比再增大对提取量的影响很小。从节约提取剂能源方面考虑,提取玉米酒糟中绿原酸时,料液比不要高于 1 g:12 mL。

2.1.5 pH 值的选择 在提取温度 70 ℃、提取时间 40 min、乙醇浓度 70%、料液比 1 g: 10 mL 条件下,考察 pH 值对提取 玉米酒糟中绿原酸的影响。由图5可知,提取玉米酒糟中绿

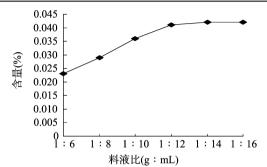


图4 料液比对提取玉米酒糟中绿原酸的影响

原酸的最佳 pH 值为 6~7, pH 值 > 7 时提取量逐渐降低,原因可能是在碱性条件下绿原酸不稳定。

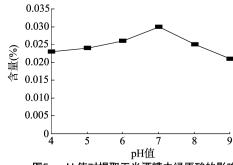


图5 pH 值对提取玉米酒糟中绿原酸的影响

2.2 正交试验

0.013

0.010

由表 2 可见, $R_D > R_A > R_B > R_E > R_C$,因此提取玉米酒糟中绿原酸的影响因素主次顺序是料液比、提取温度、提取时间、pH 值、乙醇浓度;最佳提取条件组合是 $A_3B_2C_3D_3E_3$,即提取温度 75 °C,提取时间 60 min,乙醇浓度 80%,料液比1 g:12 mL,pH 值为 7。

表 2 玉米酒糟中绿原酸提取工艺正交试验结果

	表 2	圡米 酒糟中	绿原酸提取	上 艺止交	试验结果	ŧ
因素水平 母岛						
序号	A: 提取温度	B _: 提取时间	C _: 乙醇浓度	D: 料液比	E: pH 值	绿原酸 含量(%)
1	1	1	1	1	1	0.012
2	1	2	2	2	2	0.023
3	1	3	3	3	3	0.033
4	1	4	4	4	4	0.027
5	2	1	2	3	4	0.048
6	2	2	1	4	3	0.040
7	2	3	4	1	2	0.017
8	2	4	3	2	1	0.025
9	3	1	3	4	2	0.035
10	3	2	4	3	1	0.054
11	3	3	1	2	4	0.036
12	3	4	2	1	3	0.023
13	4	1	4	2	3	0.028
14	4	2	3	1	4	0.039
15	4	3	2	4	1	0.037
16	4	4	1	3	2	0.040
k_1	0.024	0.031	0.032	0.023	0.032	
k_2	0.033	0.039	0.033	0.028	0.029	
k_3	0.037	0.031	0.033	0.044	0.031	
k_4	0.036	0.029	0.032	0.035	0.038	

0.001

0.021

0.009

官 杰,付云飞,黄 晖,等. 蒸煮工艺对腰果外形尺寸及力学性能的影响[J]. 江苏农业科学,2015,43(12):300-302. doi:10.15889/i, issn.1002-1302.2015.12.096

蒸煮工艺对腰果外形尺寸及力学性能的影响

宫 杰, 付云飞, 黄 晖, 刘义军, 朱德明

(中国热带农业科学院农产品加工研究所/农业部热带作物产品加工重点实验室,广东湛江 524001)

摘要:采用低场核磁共振成像技术及电子万能试验机进行压力试验,研究蒸煮工艺对腰果外形尺寸及力学性能的影响,以更加科学地解释蒸煮工艺利于腰果破壳的原因。结果表明,经蒸煮,腰果果仁与果壳之间的间隙增大,利于果壳与果仁的分离:腰果所需破壳力降低,果壳的脆性得到提高,有利于破壳和提高整仁率。

关键词:腰果:蒸煮:低场核磁共振:力学性能

中图分类号: TS255.3 文献标志码: A 文章编号:1002-1302(2015)12-0300-03

腰果(Anacardiurrt occidentale L.) 属漆树科, 原产巴西北部, 是世界著名的四大坚果之一, 被公认为用途广、经济效益高、社会效益和生态效益明显的优良经济林树种[1]。目前, 越南的腰果出口量占世界出口量的绝大部分, 在我国南方热带地区有种植, 海南、广西、云南等地种植面积较大。腰果果仁是腰果的主要产品, 果仁中蛋白质含量高达 21%, 不饱和脂肪酸达 40%, 且富含钙、铁、锌等微量元素, 对抗氧化、防衰老、抗肿瘤和抗心血管疾病具有积极的作用[2-5]。 腰果破壳是获取果仁必须采取的一个步骤。由于腰果壳液具有一定的腐蚀性, 经常会导致剥壳工人出现过敏性皮炎[6], 且人工剥壳的效率较低。因此, 国内外学者一直专注于对腰果机械化

收稿日期:2015-03-31

基金项目:国家公益性行业(农业)科研专项(编号:201303077-2)。 作者简介:宫 杰(1990—),女,辽宁朝阳人,硕士,研究实习员,主要 从事农产品加工工艺及装备研究。Tel:(0759)2202507;E-mail: 18813611566@163.com。

通信作者:黄 晖,副研究员,主要从事热带农产品加工工艺及装备研究。Tel:(0759)2221031;E-mail:huihuangli@21cn.com。

脱壳方法的研究。但由于腰果颗粒间外形特征不规则,这加大了机械脱壳的难度^[7]。为提高机械脱壳的效率,近2年来,笔者所在的课题组对腰果生产设备和工艺做了大量研究工作,如腰果分级方法的理论研究,腰果脱皮机的研制、腰果蒸煮工艺的优化、腰果脱壳过程中刀具的可靠性研究等^[8-12],但并没有从理论上更直观地解释蒸煮对腰果脱壳的影响。因此,本研究采用低场核磁共振成像技术,更准确、直观地对腰果蒸煮前后的尺寸变化进行分析,并采用电子万能试验机对蒸煮前后的腰果进行破壳试验,对腰果破壳过程中所需的破壳力进行力学测试和分析,为腰果脱壳的相关技术提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

腰果 B 级果,由宁波余姚凯圣特腰果有限公司提供。

1.2 仪器与设备

LDS 型电子万能试验机,上海伦捷机电仪表有限公司生产;MesoMR 60 型低场核磁共振成像仪,上海纽迈电子科技有限公司生产;腰果脱壳机,自制;LDZX - 50FB 型立式高压灭

2.3 验证试验结果

称取玉米酒糟 10 g,在提取温度 75 ℃、提取时间 60 min、乙醇浓度 80%、料液比 1 g: 12 mL、pH 值 7 条件下,重复提取 5 次,结果表明玉米酒糟中绿原酸含量为 0.059% (表 3)。本工艺稳定、合理、可行,可作为提取玉米酒糟中绿原酸的工艺。

表 3 最佳提取工艺验证结果

重复	绿原酸含量(%)		
1	0.063		
2	0.059		
3	0.061		
4	0.053		
5	0.060		
平均值	0.059		

3 结论

通过单因素试验和正交试验,确定提取玉米酒糟中绿原酸

的最佳工艺为提取温度 75 ℃、提取时间 60 min、乙醇浓度 80%、料液比 1 g: 12 mL、pH 值 7,该工艺下提取玉米酒糟中绿原酸的含量为 0.059%。该提取工艺具有简单、高效、提取剂回收再利用、无毒等特点,可作为提取玉米酒糟中绿原酸的工艺。我国玉米酒糟产量巨大,价格低廉,应用范围较狭窄,本研究可为玉米酒糟的合理开发及深层次研究提供理论基础。

参考文献:

- [1]欧阳增理,刘弟书. 玉米酒糟饲用价值的研究进展[J]. 畜禽业, 2010(8):6-8.
- [2] 贾连平, 吕中旺, 祁腾飞. 干玉米酒糟在国内外的生产和应用现状[J]. 中国畜牧兽医, 2012, 39(3):113-118.
- [3]张 铭. DDGS 的生产工艺、研究利用现状及在畜禽生产中的应用[J]. 饲料工业,2008(21):52-55.
- [4]于加平,李一卓. 稻壳中绿原酸的提取及含量测定[J]. 湖北农业科学,2009,48(2):445-447.