文章编号:1673-1689(2008)06-0029-05

水提花生粕多糖工艺

任初杰, 王承明*, 吴谋成

(华中农业大学 食品科学技术学院, 农业部食品安全评价重点开放实验室, 湖北 武汉 430070)

摘要: 通过三元二次旋转正交设计, 研究了料液质量比、温度和时间 3 个因素对酸提花生粕中多糖得率的影响, 用 SAS8.1 中响应面分析程序 RSREG 分析得到了 3 个因素的回归方程。结果表明, 所得方程达显著水平, 拟合情况良好。通过对回归方程进行局部寻优分析, 得到水提花生粕多糖的最佳工艺条件为: 料液质量比为 1:32, 浸提温度为 100℃, 浸提时间为 6.2 h, 对应预测得率为 3.26%, 验证值为 3.23%。

关键词: 花生粕多糖; 水提; 正交旋转设计

中图分类号: TS 209

文献标识码: A

Studies on Water Extraction Technology of Polysaccharide from Peanut Meal

REN Chu-jie, WANG Cheng-ming*, WU Mou-cheng

(MOA Key Laboratory of Food Safety Evaluation, College of Food Science and Technology, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China)

Abstract: The quadratic orthogonal rotation design with three factors was used to evaluate the effect of the material fluid ratio, temperature and time by water extraction from peanut meal in this research. The regression equation to three factors were established by RSREG software in SAS8.1. Results show that the regression equation was significant, and the mathematical model for the simulation was suggested. Through partial in research of optimization analysis to the regression equation, it was found that the optimum technical conditions were as follows: peanut meal was marinated with 32 times at 100℃ for 6.2h. The yield of soluble polysaccharides by water extraction from peanut meal was 3.26% under these conditions and the verified value was 3.23%.

Key words: peanut meal polysaccharides; water extraction; orthogonal rotation design

花生, 学名 *Arachis hypogaea*, 又名落花生, 长生果, 千岁子^[1]。花生是全球最重要的四大油料作物之一, 我国的花生在世界上有 4 个“最”, 即油料

作物中总产量最高, 平均亩产量最高, 销售价格最低和出口量最大^[2]。我国对花生的主要利用是用来榨油, 而对榨油后的花生粕一般直接作为鱼和禽

收稿日期: 2007-09-07.

基金项目: 国家“十五”重大科技专项资助项目(2001BA501A20); 湖北省重大科技攻关项目(2006AA201B32).

作者简介: 任初杰(1982-), 男, 湖北浠水人, 农业资源综合利用硕士研究生.

* 通讯作者: 王承明(1964-), 男, 湖北荆州人, 工学博士, 副教授, 主要从事农产品加工与贮藏, 食品化学与食品安全的研究. Email: cmwang@mail.hzau.edu.cn

畜的饲料,没有进一步对其进行开发利用^[3]。花生粕中含有丰富的蛋白质和碳水化合物,目前已有有人对花生粕提取蛋白质工艺进行研究^[4],但对花生粕中多糖的研究还属空白。

多糖作为药物进行研究始于 20 世纪 40 年代,20 世纪 50 年代末对真菌多糖的抗癌效果的发现使人们开始了多糖的系列化研究^[5]。日本从 20 世纪 60 年代起开始研究担子菌多糖的药物活性,并开发出一些有名的药物,如香菇多糖(Lentinan)、裂褶多糖(Schizophyllan)、云芝多糖(CPSK)等。中国对多糖的研究始于 20 世纪 70 年代,由于我国有丰富的中草药资源和雄厚的传统中医理论,近年来对植物多糖的研究发展很快,研究水平日益提高,层次日益深入,其中对免疫机理、抗肿瘤活性的研究已深入到分子水平^[6-7]。提取多糖常用的溶剂有水、稀酸、稀碱和二甲亚砜,其中二甲亚砜昂贵且对人体有害,稀酸和稀碱易造成多糖的降解^[8],作者通过较简便的水溶剂提取法得到水提花生粕多糖的最佳工艺条件,为后续对花生粕多糖的深入研究打下了基础。

1 材料与方 法

1.1 材料

花生粕:山东龙大集团公司提供,粉碎,过 20 目筛,石油醚回流,体积分数 95%乙醇回流,晾干备用。

1.2 试剂及仪器

石油醚、乙醇、硫酸、苯酚等均为国产分析纯试剂。试验中用水均为双蒸水。

722 可见分光光度计,上海欣茂仪器有限公司制造;水浴锅,金坛市杰瑞尔电器有限公司制造;日立 SCR20BC 型离心机,日本进口。

1.3 方法

1.3.1 多糖含量测定 硫酸-苯酚法^[9]。

1.3.2 单因素试验

技术路线^[10-12]:上述花生粕 1 g→水溶液浸提→10 000 r/min 离心 15 min→取上清液+3 倍体积分数 95%乙醇沉淀→12 000 r/min 离心 15 min→沉淀水溶并定容→多糖含量测定。

$$\text{多糖得率} = \frac{\text{花生粕多糖质量}}{\text{花生粕干重}} \times 100\%$$

因素选择:分别测定不同料液质量比、温度、时间和提取次数对多糖浸提得率的影响。

1.3.3 正交试验 根据单因素试验结果,设计二次通用旋转正交试验。

1.3.4 统计及分析方法

统计方法:三元二次通用旋转正交组合设计。

分析方法:SAS8.1 中响应面分析程序 RSREG。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 不同料液质量比对多糖浸提得率的影响

称取 1 g 样品,固定温度 80 ℃,提取 5 h,提取 1 次,不同料液质量比的得率变化如图 1 所示。提取过程中增加提取液的质量,一方面根据传质规律可以增加多糖的溶出量,另一方面也一定程度稀释了多糖的浓度,在加一定体积倍数醇沉淀的过程中不利于多糖沉淀出来。从图中可以看出,刚开始随着提取液质量的增大,多糖得率明显增加,但到大于 30 g 以后呈下降趋势,这可能是两个方面的作用分别占据主导地位的缘故。可以确定料液质量比 1:30 为较佳。

图 1 料液质量比的影响

Fig. 1 Influence of material fluid ratio on the yield

2.1.2 不同浸提时间对多糖浸提得率的影响

称取 1 g 样品,固定料液质量比 1:30,温度 80 ℃,提取 1 次,不同时间的得率变化如图 2 所示。由图中可以看出,浸提时间超过 5 h 多糖得率的增加趋势变得平缓,可以确定浸提时间为 5 h 较佳。

图 2 时间的影响

Fig. 2 Influence of time on the yield

2.1.3 不同温度对多糖浸提得率的影响

称取 1 g 样品,料液质量比 1:30,浸提 5 h,提取 1 次,不同温度的多糖得率变化如图 3 所示。开始随着温度的升高,多糖得率增加明显,95 ℃到 100 ℃之间

增加趋势变得平缓,所以选择温度 100 ℃ 较佳。

2.1.4 不同提取次数对多糖浸提得率的影响 称取 1 g 样品,料液质量比 1 : 30,100 ℃ 浸提 5 h,同一样品重复提取 3 次,不同次数的多糖得率变化如图 4 所示。从图中可以看出,提取 1 次之后只能浸提得到很少量的糖,所以以提取 1 次为宜。

图 3 温度的影响

Fig. 3 Influence of temperature on the yield

图 4 提取次数的影响

Fig. 4 Influence of extracting time on the yield

2.2 正交试验结果

根据单因素试验结果,以料液质量比(X_1)、温度(X_2)和时间(X_3)为决策变量,以多糖得率为目标函数,设计三元二次通用旋转正交试验^[13],各因子编码水平见表 1。

表 1 因素水平编码表

Tab. 1 Factors and levels experiment

编码	(料液质量比) X_1 / (g/g)	(温度) X_2 / °C	(时间) X_3 / h
+1.682	1 : 35	100	7
+1	1 : 31	92	6
0	1 : 25	80	4.5
-1	1 : 19	68	3
-1.682	1 : 15	60	2

三元二次旋转正交设计结构矩阵及得率结果见表 2。对表 2 的数据进行整理运算,得到多糖得率的三元二次方程为:

$$Y = 1.835849 + 0.142109X_1 + 0.402211X_2 + 0.172559X_3 + 0.108750X_1X_2 + 0.071250X_1X_3 - 0.054250X_2X_3 - 0.195668X_1^2 + 0.106545X_2^2 - 0.052515X_3^2$$

表 2 试验结构矩阵与得率

Tab. 2 Structured matrices and experiment results

编号	X_1	X_2	X_3	Y / %
1	1	1	1	2.86
2	1	1	-1	1.74
3	1	-1	1	1.52
4	1	-1	-1	1.37
5	-1	1	1	1.98
6	-1	1	-1	1.45
7	-1	-1	1	1.38
8	-1	-1	-1	1.21
9	1.682	0	0	1.43
10	-1.682	0	0	1.15
11	0	1.682	0	3.02
12	0	-1.682	0	1.27
13	0	0	1.682	1.81
14	0	0	-1.682	1.58
15	0	0	0	1.86
16	0	0	0	1.84
17	0	0	0	1.88
18	0	0	0	1.85
19	0	0	0	1.85
20	0	0	0	1.80
21	0	0	0	1.79
22	0	0	0	1.83
23	0	0	0	1.82

通过对回归方程的方差分析,可得相关系数 $R^2 = 0.9260$,变异系数 $CV = 9.0482$,回归方程达显著水平,拟合情况良好。对回归系数进行显著性分析的结果见表 3。

表 3 表明,在一次项中,料液质量比、浸提温度和浸提时间对水提花生多糖的影响呈极显著水平 ($P < 0.01$);在交互项中,浸提温度和浸提时间对水提花生多糖的影响接近极显著水平 ($P < 0.01$);而在二次项中,料液质量比对水提花生多糖的影响呈极显著水平 ($P < 0.01$),浸提温度对水提花生多糖的影响呈显著水平 ($P < 0.05$)。从中可以看出,料

液质量比、浸提温度和浸提时间3个因素均对多糖得率起重要作用,其中温度和时间的交互作用对多糖的得率有重要影响。

表3 回归系数方差分析结果

Tab.3 Analyze of regression coefficient

变量	自由度	参数估计值	标准误差	t值	$P_r > t $
截距	1	1.835 849	0.052 800	34.77	<.000 1
X_1	1	0.142 109	0.042 888	3.31	0.005 6
X_2	1	0.402 211	0.042 888	9.38	<.000 1
X_3	1	0.172 559	0.042 888	4.02	0.001 4
$X_1 X_1$	1	-0.195 668	0.039 755	-4.92	0.000 3
$X_1 X_2$	1	0.108 750	0.056 039	1.94	0.074 3
$X_2 X_2$	1	0.106 545	0.039 755	2.68	0.018 9
$X_1 X_3$	1	0.071 250	0.056 039	1.27	0.225 8
$X_2 X_3$	1	0.166 250	0.056 039	2.97	0.010 9
$X_3 X_3$	1	-0.052 515	0.039 755	-1.32	0.209 3

表4 回归方程的方差分析

Tab.4 Variance analysis of regression equation

方差来源	自由度	平方和	F值	P值	显著性
总回归	9	4.084 935	18.07	<.000 1	**
一次项	3	2.892 073	38.37	<.000 1	**
二次项	3	0.836 524	11.10	0.000 7	**
交互项	3	0.356 337	4.73	0.019 2	*
失拟项	5	0.319 974	77.31	<.000 1	**
误差项	8	0.006 622			
总误差	13	0.326 596			

注: **表示极显著水平($P < 0.01$); *表示显著水平($P < 0.05$)

从表4可以看出,回归方程的失拟项和总回归项均达到极显著水平,说明还存在未知干扰因子,但是方程拟合很好^[14]。因此可用该回归方程代替

试验真实点对试验结果进行分析预测。回归方程各项的方差分析结果还表明,方程一次项和二次项影响均是极显著的,交互项显著,说明各因素对多糖得率的影响很大,而各因素交互影响较强。

去掉上述三元二次方程中的对花生多糖浸提得率影响不显著项(见表3中 $P_r > |t|$ 的显著性数据),可得下面新的回归方程:

$$Y = 1.835 849 + 0.142 109 X_1 + 0.402 211 X_2 + 0.172 559 X_3 + 0.108 750 X_1 X_2 - 0.054 250 X_2 X_3 - 0.195 668 X_1^2 + 0.106 545 X_2^2$$

将得到的回归方程进行局部寻优分析,利用数学极值的方法^[15],寻找所得到的三元二次回归方程的最优解。水提花生多糖的最佳工艺条件为:料液质量比为1:32,浸提温度为100℃,浸提时间为6.2h,预测得率3.26%。按此最佳工艺条件,通过验证实验,测得多糖得率为3.18%、3.22%、3.30%,取平均值为3.23%,较好地吻合了预期得率。

3 结 语

1)本试验3个因素料液质量比、温度和时间均对水提花生粕多糖得率起重要作用,它们的交互作用也对花生粕多糖得率有重要影响。通过对回归方程进行局部寻优分析,得到水提花生粕多糖最佳工艺条件为:料液质量比1:32,温度100℃,时间6.2h,预测得率3.26%,验证值3.23%。

2)本文报道的水提花生粕多糖的最佳工艺条件,其多糖得率远低于笔者所尝试的酸法和碱法,原因是酸和碱对分子组织的破坏力要远大于水,但是因为水法提取多糖能更好地应用于工业生产,降低生产成本,并可以有效避免酸法和碱法提取多糖带来的降解和破坏原有结构等弊端,因而对水法提取花生粕多糖的研究有很重要的理论和实际意义,作者对其工艺的研究为进一步研究水法提取的花生粕多糖打下了基础。

参考文献(References):

- [1] 曹凯光.花生资源的综合开发利用[J].食品科技,2002(1):15-17.
CAO Kai-guang. The comprehensive exploitation of resource makes use of peanut[J]. Food Science & Technology, 2002 (1): 15-17. (in Chinese)
- [2] 周雪松,赵谋明.我国花生食品产业现状与发展趋势[J].食品与发酵工业,2004,30(6):84-89.
ZHOU Xue-song, ZHAO Mou-ming. Present situation and developing trend of peanut food industry in China[J]. Food

- and Fermentation Industries, 2004, 30(6): 84-89. (in Chinese)
- [3] 李明姝,姚开,贾冬英,等.花生功能成分及其综合利用[J].中国油脂,2004,29(9):13-15.
LI Ming-shu, YAO Kai, JIA Dong-ying, et al. Functional components in peanut and their comprehensive utilization[J].
China Fat, 2004, 29(9): 13-15. (in Chinese)
- [4] 张伟,徐志宏,孙智达,等.花生粕提取蛋白质工艺的优化研究[J].食品工业科技,2006,27(12):125-131.
ZHANG Wei, XU Zhi-hong, SUN Zhi-da, et al. Optimization of the technology for extracting protein from rapeseed meal
[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2006, 27(12):125-131. (in Chinese)
- [5] 周建华.国外对多糖的抗肿瘤作用研究简况[J].国外医学中医中药分册,1991(6):1-4.
ZHOU Jian-hua. The effect to polysaccharides resist tumour studies a situation outline abroad[J]. *Foreign Medical Sci-
ences*, 1991(6): 1-4. (in Chinese)
- [6] 王一飞,吕玉民.中药与肿瘤免疫研究[M].北京:中国医药科学出版社,1996:278-290.
- [7] 田庚元,冯宇澄.植物多糖的研究进展[J].中国中药杂志,1995,20(7):441-444.
TIAN Geng-yuan, FENG Yu-cheng. Get along with research of plant polysaccharides[J]. *China Journal of Chinese Mate-
ria Medica*, 1995, 20(7): 441-444. (in Chinese)
- [8] 孙锋,谷文英,丁霄霖.山药粗多糖的提取工艺[J].食品与生物技术学报,2006,25(3):79-83.
SUN Feng, GU Wen-ying, DING Xiao-lin. Study on the extraction technology of polysaccharide from dioscorea opposite
thumb[J]. *Journal of Food Science and Biotechnology*, 2006, 25(3):79-83. (in Chinese)
- [9] 张惟杰.糖复合物生化研究技术[M].杭州:浙江大学出版社,1999:11.
- [10] 高丽君,王汉忠,崔建华,等.白首乌可溶性多糖提取工艺研究[J].食品科学,2004,25(10):178-180.
GAO Li-jun, WANG Han-zhong, CUI Jian-hua, et al. Studies on the extraction technology of soluble polysaccharides
from radix cynanchum bungei[J]. *Food Science*, 2004, 25(10): 178-180. (in Chinese)
- [11] Oosterveld A, Harmsen J S, Voragen A G J, et al. Extraction and characterization of polysaccharides from green and
roasted Coffea Arabica beans[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2003, 52: 285-296.
- [12] Ruan Zheng, Su Jie, Dai H C, et al. Characterization and immunomodulating activities of polysaccharide from Lentinus
deodes[J]. *International Immunopharmacology*, 2005(5): 811-820.
- [13] 刘贝贝,李小定,谭正林,等.菜籽饼粕中多糖的酸提取工艺优化[J].农业工程学报,2006,12(11):213-216.
LIU Bei-bei, LI Xiao-ding, TAN Zheng-lin, et al. Optimization of acid extraction of polysaccharides from rapeseed meal
[J]. *Transactions of the CSAE*, 2006, 12(11): 213-216. (in Chinese)
- [14] 朱建飞,吴谋成,冯睿,等.菜籽粕中水溶性多糖提取工艺优化[J].农业工程学报,2006,22(12):251-254.
ZHU Jian-fei, WU Mou-cheng, FENG Rui, et al. Optimization of the technology for extracting water-soluble polysac-
charides from rapeseed meal[J]. *Transactions of the CSAE*, 2006, 22(12): 251-254. (in Chinese)
- [15] 王钦德,杨坚.食品试验设计与统计分析[M].北京:中国农业大学出版社,2003:85-120.

(责任编辑:秦和平,朱明)