

文章编号:1673-1689(2009)01-0072-04

微波辅助提取玉米须多糖及其组成的研究

王磊¹, 刘秀凤², 邱芳萍^{*1} 蔡金星², 解耸林¹

(1. 长春工业大学 生物工程学院, 吉林 长春 130012; 2. 河北科技师范学院 食品工程系, 河北 秦皇岛 066004)

摘要: 采用料液质量比、微波功率、微波时间、水浴浸提温度、水浴浸提时间的单因素试验和正交试验来优化微波提取玉米须中水溶性多糖(CSPS)的条件。试验表明,前4种因素对多糖提取率的影响较大。微波辅助提取玉米须水溶性多糖的最佳工艺参数为:料液质量比为1 g:50 g,在微波功率为560 W(最大700 W)的条件下提取3 min,再经100℃水浴浸提30 min。与未经微波辐照的提取方法相比较,微波辅助提取的方法时间短、产率高(最高可达2.43倍),是玉米须水溶性多糖提取的一种优选方法。然后,玉米须多糖用硫酸水解得到单糖,衍生后经GC检测,初步鉴定玉米须多糖是由葡萄糖、木糖及鼠李糖3种单糖组成。

关键词: 微波; 玉米须; 多糖; 提取; 组成

中图分类号: S 513

文献标识码: A

Extraction of Corn-Silk Polysaccharides by Microwave-Assisted Technology

WANG Lei¹, LIU Xiu-feng², QIU Fang-ping^{*1}, CAI Jin-xing², XIE Song-lin¹

(1. College of Bioengineering, Changchun University of Technology, Changchun 130012, China; 2. Department of Food Engineering, Hebei Normal University of Science & Technology, Qinhuangdao 066004, China)

Abstract: The condition of polysaccharides extraction from corn silk including solvent-to-sample ration, microwave power and time, temperature and time of water bath were studied by single factor experiment and orthogonal design. The results indicated that the former 4 factors would significantly affect the polysaccharides extraction rate. The optimum extraction conditions were as follow: solvent-to-sample of 50:1, 80% microwave power (700W at full) for 3 min, and then water bath at 100℃ for 30 min. The extraction rate was bigger and the period was shorter than the process without microwave-assisted extraction technology. Finally, the corn silk soluble polysaccharides (CSPS) was preliminarily analyzed to be composed by rhamnose, arabinose and mannose, three monosaccharide, through the method of the gas chromatographic (GC) analysis.

Key words: microwave, corn silk, polysaccharide, extraction, constitution

收稿日期:2008-01-25

* 通讯作者: 邱芳萍(1955-),女,吉林长春人,理学博士,教授,主要从事分子生物学技术在功能食品领域中的应用研究。Email: qfp2004@126.com。

玉米须源自禾本科植物玉蜀黍的花柱,含维生素 K、 β -谷甾醇、糖类、有机酸等成分。药理研究证明,玉米须有利尿、降压、促进胆汁分泌,增加血液中凝血酶,有加速血液凝固等作用^[1]。

传统的植物组织水溶性多糖提取方法包括煎煮、有机溶剂沉出等,但提取温度高、时间长、提取率低、成本高,生物活性也可能降低。而微波辅助技术是近几年来用于天然植物有效成分提取的一项新技术,其机理是由于大多数生物体内含有极性水分子,在微波场的作用下引起强烈的极性震荡,从而导致细胞分子间氢键松弛,细胞膜结构电击穿破裂,加速了溶剂分子对基体的渗透和待提取成分向溶剂扩散。刘依等采用微波辅助技术用于板蓝根多糖的提取,结果表明,多糖得率明显高于传统的单独使用水煎煮法^[2-3]。将微波技术应用于玉米须水溶性多糖的提取,目前在国内外尚未见到报道。

1 材料与方 法

1.1 材 料

玉米须 采自河北科技师范学院农学系实习基地(河北昌黎)。

1.2 试 验 方 法

1.2.1 玉米须水溶性多糖含量测定方法 采用苯酚-硫酸法^[4]。

1.2.2 玉米须水溶性多糖提取率计算 玉米须水溶性多糖提取率 $=(\alpha \cdot C \cdot V/W) \times 100(\%)$
式中: α ,稀释倍数; C ,由回归方程计算得到的浸提液中多糖质量浓度(mg/mL); V ,体积(mL); W ,干燥玉米须样品的质量(g)。

1.2.3 微波辅助浸提玉米须水溶性多糖的工艺流程 玉米须→烘干→粉碎→称重→加蒸馏水→微波辐照→水浴浸提→过滤→脱色^[5]→过滤→稀释→显色→测定吸光度。

1.2.4 单因素试验 考察料液质量比、微波功率、微波时间、水浴浸提时间、水浴浸提温度 5 种因素对提取玉米须水溶性多糖的影响。

1.2.5 正交试验设计 在单因素试验的研究基础上,发现水浴浸提时间的影响不太明显,故只选择料液质量比、微波功率、微波时间、水浴浸提温度 4 种为考察因素,并选取了合适的水平,以玉米须水溶性多糖提取率为考察指标,进行了正交试验。正交试验因素与水平见表 1。

1.2.6 气相色谱法^[6]测定玉米须多糖的单糖组成 色谱条件:GC-2010 气相色谱仪,RTX-5(30 m $\times$ 0.25 m $\times$ 0.25 μ m);气化室温度 250 $^{\circ}$ C,压力 100.0

kPa,总体积流量 50.0 mL/min,吹扫体积流量 3.0 mL/min;柱温 180 $^{\circ}$ C;FID 检测器温度 300 $^{\circ}$ C,尾吹体积流量 30.0 mL/min,氢气体积流量 40.0 mL/min,空气体积流量 400.0 mL/min。

表 1 正交设计因子水平表
Tab. 1 Actors and levers of orthogonal design

水平	料液 质量比/(g : g)	微波功率/ W	微波 时间/min	水浴浸提 温度/ $^{\circ}$ C
1	1 : 50	420	3	80
2	1 : 60	560	4	90
3	1 : 70	700	5	100

2 结果与分 析

2.1 玉米须水溶性多糖含量测定

以吸光度为横坐标,葡萄糖标准质量浓度(mg/mL)为纵坐标,得标准曲线,计算回归方程为:
 $C=0.199 A + 0.0541 \quad (r=0.999 8)$

2.2 料液质量比对玉米须水溶性多糖提取率的影响

在微波功率为 420 W,微波时间 3 min,100 $^{\circ}$ C 水浴浸提 30 min 的条件下,改变料液质量比对水溶性多糖提取率的影响如图 1 所示。

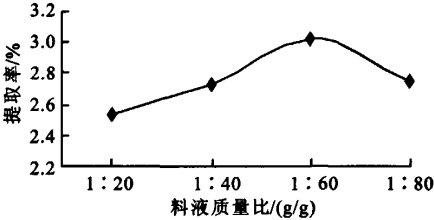


图 1 料液质量比对提取率的影响
Fig. 1 Effect of Sample-to-Solvent

结果表明:随着料液质量比变化,玉米须水溶性多糖的提取率先是增加,后有所减少,在 1 g : 60 g 处得到最大提取率。

料液质量比影响固相和液相之间的浓度差,即传质推动力。在传统萃取过程中,一般随着料液质量比的增加,提取率也是增加的,但在微波辅助萃取过程中,到一定程度提取率会随着料液质量比的增加反而降低。因为料液质量比的增加,必然会在较大程度上提高传质推动力,但萃取液增加温度上升就会缓慢,能耗效率降低,所以提取率也会降低^[2,7]。

2.3 水浴浸提时间对玉米须水溶性多糖提取率的影响

在料液质量比 1 g : 60 g,微波功率为 420 W,

微波时间 3 min,水浴浸提温度 100 ℃ 的条件下,改变水浴浸提时间对玉米须水溶性多糖提取率的影响如图 2 所示。

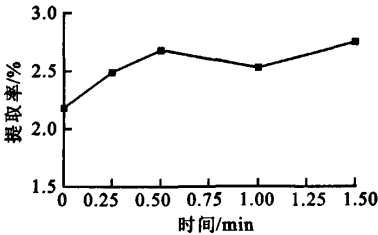


图 2 水浴浸提时间对提取率的影响
Fig. 2 Effect of time of water bath

结果表明:随着水浴浸提时间的增加,玉米须水溶性多糖的提取率增势不大趋于稳定,在 0.5 h 处得到相对较大的提取率。

2.4 水浴浸提温度对玉米须水溶性多糖提取率的影响

在料液质量比 1 g : 60 g,微波功率为 420 W,微波时间 3 min,水浴浸提 30 min 的条件下,改变水浴浸提温度对玉米须水溶性多糖提取率的影响如图 3 所示。

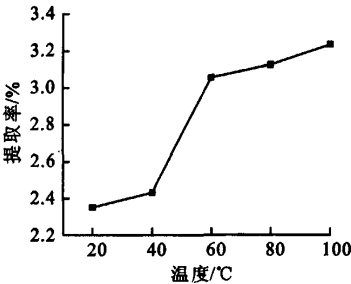


图 3 水浴浸提温度对提取率的影响
Fig. 3 Effect of temperature of water bath

结果表明:随着水浴浸提温度的增加,玉米须水溶性多糖的提取率是呈增加的,在 100 ℃ 处得到最大提取率。

2.5 微波时间对玉米须水溶性多糖提取率的影响

在料液质量比 1 g : 60 g,微波功率为 420 W,100 ℃ 水浴浸提 30 min 的条件下,改变微波时间对玉米须水溶性多糖提取率的影响如图 4 所示。

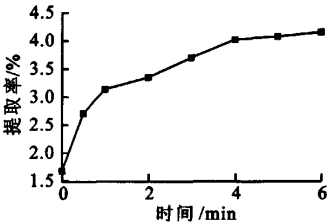


图 4 微波时间对提取率的影响
Fig. 4 Effect of time of microwave radiation

结果表明:随着微波时间的增加,玉米须水溶性多糖的提取率增势趋缓,在 4 min 后得到的提取率增势减小并渐趋于平稳。特别要指出的是,样品未经微波辅助浸提(即微波时间为 0 min)而直接采用水浴浸提,其提取率远远低于先经微波辅助浸提的情况。

2.6 微波功率对玉米须水溶性多糖提取率的影响

在料液质量比 1 g : 60 g,微波时间 4 min,100 ℃ 水浴浸提 30 min 的条件下,微波功率对玉米须水溶性多糖提取率的影响见图 5。

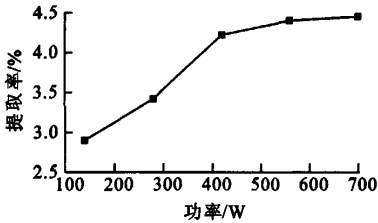


图 5 微波功率对提取率的影响
Fig. 5 Effect of power of microwave radiation

结果表明:随着微波功率增加,玉米须水溶性多糖的提取率呈稳步增加,在 700 W 处得到最大提取率。

2.7 微波辅助最佳提取条件研究

根据单因素试验,微波提取后水浴浸提时间对多糖提取率的影响不明显,故只选择料液质量比、微波功率、微波时间、水浴浸提温度 4 种为考察因素,以玉米须水溶性多糖提取率为考察指标,根据微波提取单因素试验结果,确定各正交设计因子的水平,见表 1。

按 $L_9(3^4)$ 正交表对微波提取工艺进行研究,确定玉米须水溶性多糖微波提取的最佳工艺参数。微波提取条件的正交试验结果及极差分析见表 2。

表 2 正交实验方案及结果表

Tab. 2 Results of orthogonal design with microwave extraction

方案	料液质量比/(g : g)	微波功率/W	微波时间/min	浸提温度/℃	提取率/%
1	1 : 50	60	3	80	4.45
2	1 : 50	80	4	90	4.30
3	1 : 50	100	5	100	4.40
4	1 : 60	60	4	100	4.34
5	1 : 60	80	5	80	4.32
6	1 : 60	100	3	90	4.03
7	1 : 70	60	5	90	3.91
8	1 : 70	80	3	100	4.34
9	1 : 70	100	4	80	3.89
K_1	13.15	12.7	12.82	12.66	
K_2	12.69	12.96	12.53	12.24	
K_3	12.14	12.32	12.63	13.08	

续表 2

方案	料液质量 比/ (g : g)	微波 功率/ W	微波 时间/ min	浸提 温度/ ℃
优水平	1 : 50	80	3	100
k_1	4.38	4.23	4.27	4.23
k_2	4.23	4.32	4.18	4.08
k_3	4.05	4.11	4.21	4.36
极差	0.69	0.21	0.09	0.28

由极差分析可知,影响玉米须水溶性多糖提取率各因素的主次关系为:料液质量比>水浴浸提温度>微波功率>微波时间。综合考虑,选择微波提取玉米须水溶性多糖的最佳工艺条件为:料液质量比 1 g : 50 g,水浴浸提温度 100 ℃,微波功率 80 W,微波时间 3 min。

实验表明:在最佳工艺条件下,玉米须水溶性多糖的提取率为 4.52%。

2.8 玉米须水溶性多糖的单糖组成分析

经分析在玉米须水溶性多糖糖腭衍生物的气相色谱中(对照表 3 和图 6),8.034 min 对应 7.94 min 的鼠李糖,8.234 min 对应 8.23 min 的阿拉伯糖,18.927 min 对应 18.43 min 的甘露糖。根据面积归一法,峰面积之比等于所含物质质量比,可以推算出 3 种单糖的摩尔比为, $n(\text{鼠李糖}) : n(\text{阿拉伯糖}) : n(\text{甘露糖}) = 1.505 : 1.000 : 1.120$ 。

表 3 标准单糖的保留时间

Tab. 3 The retention time of standard monosaccharide

单糖	R_f/min	单糖	R_f/min
核糖	7.85	木糖	8.64
鼠李糖	7.94	葡萄糖	17.30
果糖	8.22	半乳糖	17.34
阿拉伯糖	8.23	甘露糖	18.43

参考文献(References):

- [1] 侯士良. 中药八百种详解[M]. 郑州:河南科学技术出版社, 1999.
- [2] 谢明勇, 陈 奕. 微波辅助萃取技术研究进展[J]. 食品与生物技术学报, 2006, 25(1) : 105—114.
XIE Ming-yong, CHEN Yi. The research progress of microwave-assisted extracting technology[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2006, 25(1) : 105—114. (in Chinese)
- [3] 刘依, 韩鲁佳. 微波辅助技术在板蓝根多糖提取中的应用[J]. 中国农业大学学报, 2002, 7(2) : 27—30
LIU Yi, HAN Lu-jia. Study on extracting polysaccharide of indigowoad root with microwave-assisted technology[J]. Journal of China Agricultural University, 2002, 7(2) : 27—30.
- [4] 宁正祥. 食品成分分析手册[M]. 北京:中国轻工业出版社, 1998. 9—10.
- [5] 陈国梁, 张金文, 陈宗礼, 等. 红枣多糖提取分离工艺的优化[J]. 食品科学, 2006, 27(3) : 149—151.
CHEN Guo-liang, ZHANG Jin-wen, CHEN Zong-li, et al. Procedure optimization on extraction and separation of red dates polysaccharide[J]. Food Science, 2006, 27(3) : 149—151. (in Chinese)
- [6] 王伟. 竹叶多糖提取、分离及检测技术研究[D]. 长沙:湖南农业大学, 2006, 38—42.
- [7] 金钦汉. 微波化学[M]. 北京:科学出版社, 2001.

(责任编辑:朱明)

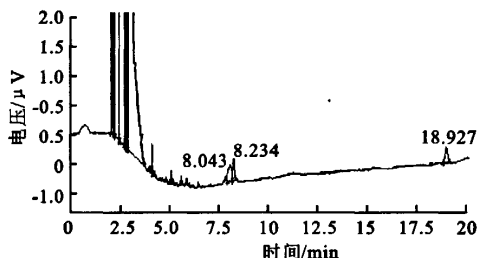


图 6 玉米须水溶性多糖糖腭衍生物的气相色谱图

Fig. 6 GC graph of CSPPS

3 结 语

结果表明,在微波辅助提取玉米须水溶性多糖的过程中,料液质量比、微波功率、微波时间、水浴浸提时间 4 种因素对玉米须水溶性多糖提取率的影响都是极显著的。玉米须水溶性多糖提取的最佳工艺条件为:料液质量比 1 g : 50 g、微波功率 80 W、微波时间 3 min、水浴浸提时间 30 min、水浴浸提温度 100 ℃,此时,玉米须水溶性多糖提取率为 4.52%,是未经微波辐照提取的 2.43 倍。因此,微波辅助提取的方法是玉米须中水溶性多糖提取的一种较好的方法。

经气相色谱分析,玉米须水溶性多糖可能含有鼠李糖,阿拉伯糖,甘露糖 3 种单糖组分,单糖摩尔比为: $n(\text{鼠李糖}) : n(\text{阿拉伯糖}) : n(\text{甘露糖}) = 1.505 : 1.000 : 1.120$ 。

微波辅助提取技术具有快速、高效、安全、有效成分得率高、节能、生物活性保持率也较高等特点,将这种技术应用于玉米须水溶性多糖的提取,既节省了时间又提高了提取率,为玉米须保健产品的进一步开发提供了一定的依据。