

高州粉葛淀粉提取及性质测定

张 钟, 陈 媛, 张 玲, 姜翠翠, 林志荣

(广东石油化工学院化学与生命科学学院, 广东茂名 525000)

摘 要:以高州粉葛为原料,采用碱法提取淀粉。在单因素实验的基础上,通过对粉葛淀粉提取的条件进行三因素(料液比、浸泡时间、pH)三水平的响应面实验设计,以淀粉提取率作为响应面值,通过 Design Expert 软件对粉葛淀粉提取率进行响应面优化。并对提取的淀粉进行了淀粉透明度、凝沉性、冻融稳定性、粘度等物化性质测定。实验结果表明:淀粉提取的工艺参数为:料液比 1:4.5,浸泡时间 2.0h,浸泡 pH10.2。在最佳工艺条件下,粉葛淀粉提取率达 83.66%。在所提取粉葛淀粉中,直链淀粉含量为 23.8%,糊透明度、冻融稳定性较高,易凝沉,属于高膨胀型淀粉,6% 淀粉糊在 95℃ 时的粘度为 1500mpa·s。

关键词:粉葛, 淀粉, 提取, 性质

Extraction of starch from Gaozhou kudzu and properties Mensuration

ZHANG Zhong, CHEN Yuan, ZHANG Ling, JIANG Cui-cui, LIN Zhi-rong

(College of Chemistry and Life Science, Guangdong University of Petrochemical Technology, Maoming 525000, China)

Abstract:Gaozhou kudzu was as raw materials. Alkaline method was used to extract starch from Gaozhou kudzu. On the basis of the single factor experiments, conditions of kudzu starch extraction was analyzed through three factor (liquid ratio, soaking time, pH value) three levels of the response surface methodology. The result of the starch extraction rate was as the date of response surface methodology. Design Expert software was used to optimize with the response surface for the rate of starch extraction from Gaozhou kudzu. And starch transparency, retrogradation, freeze-thaw stability, viscosity and other properties were studied with the extraction of starch. The optimized conditions were liquid ratio of 1:4.5, soaking time of 2.0h, pH value of 10.2 soaking agent. Under the optimum conditions, kudzu starch extraction rate was 83.66%, the amylose content of 23.8%. The starch paste clarity and freeze-thaw stability was high, easy to coagulation. It belongs to the high swelling starch. 6% starch paste viscosity at 95℃ for 15000mpa·s.

Key words: kudzu; starch; extraction; property

中图分类号: TS232

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2014)17-0193-05

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2014.17.033

粉葛为豆科植物甘葛藤的干燥根,主产于广西、广东等地,是一种药食两用植物。具有解肌退热,生津,透疹,升阳止泻等作用。用于外感发热头痛、项背强痛,口渴,麻疹不透,热痢,泄泻,高血压颈项强痛。不仅对冠心病、心绞痛、肠癌等具有明显的疗效,还可促进人脑的血液循环、增强记忆、降低血脂、减肥健美等功效。淀粉是粉葛的主要成分,新鲜的粉葛中含淀粉约 20%~35%。从粉葛中提取的粉葛淀粉,其营养丰富,含大量维生素、多糖和 Ca、Zn 等元素,是营养独特、药食兼优的绿色保健食品^[1]。

粉葛与葛根不仅植物来源不同,在形态、成分组成和含量上也有差异。由于粉葛资源丰富、价格低廉、无毒副作用,可以为药品也可以为食品,粉葛的开发前景将会更加广阔。粉葛淀粉的研究方面,陈

欣^[2]研究了粉葛中葛根素、淀粉、纤维素和微量元素含量;宋志刚等^[3]研究了粉葛淀粉的理化特性;周红英^[4]对淀粉的组分,淀粉粒的形态,结晶特性,糊化特征,热特性以及老化特性等进行了研究。对粉葛淀粉的提取及性质的系统研究相对较少,高州粉葛是广东粉葛的一种,产量高,品质好,淀粉含量高,因此,本文以高州粉葛为原料,用碱浸泡法提取其中的淀粉,通过单因素实验和响应面分析法相结合的方法对其工艺参数进行优化,并对粉葛淀粉的理化性质作分析,为粉葛淀粉的工业化生产利用提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

新鲜的高州粉葛、氢氧化钠、石油醚(沸程 60~90℃)、盐酸、乙醇、正己烷、直链淀粉、碘、碘化钾,均为分析纯。

722S 可见分光光度计 上海精密科学仪器有限公司; RE-52AA 旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器设备有限公司; TD5B 台式离心机 长沙英泰仪器有限公司; NDJ-5S 数显粘度计 苏州江东精密仪器有限

收稿日期: 2014-01-13

作者简介: 张钟(1962-),男,本科,教授,研究方向:农产品贮藏与加工。

基金项目: 广东省高等学校人才引进项目(2011192); 广东石油化工学院人才引进项目(2010r2)。

公司。

1.2 实验方法

1.2.1 高州粉葛淀粉提取 先把新鲜高州粉葛刨碎,然后加入到粉碎机中粉碎 2min,过 20 目,称取 20g 经预处理的粉葛,在一定 pH 的 NaOH 溶液中浸泡一定的时间后,浆液经抽滤去渣,滤液再在离心机中以 3000r/min 的速度离心 15min,用清水洗涤,重复三次后,倒掉上层清水,将下层沉淀物置于 55℃ 的恒温干燥箱中干燥至恒重(变化小于 2mg),得粉葛淀粉^[5]。

$$\text{淀粉提取率}(\%) = \frac{\text{提取纯淀粉量}(\text{g})}{\text{粉葛淀粉重量}(\text{g})} \times 100$$

1.2.2 粉葛淀粉提取工艺优化

1.2.2.1 浸泡料液比的选择 称取 20g 经预处理的粉葛淀粉,浆液在 pH 为 8.0 的 NaOH 溶液中浸泡 2h,此时,使料液比分别为 1:2、1:3、1:4、1:5、1:6,然后抽滤、水洗、离心、干燥,最后根据淀粉的提取率得出最佳的料液比。

1.2.2.2 浸泡时间的选择 称取 20g 经预处理的粉葛淀粉,浆液在 pH 为 8.0 的 NaOH 溶液中分别浸泡 1、2、3、4、5h,料液比由上实验确定,然后抽滤、水洗、离心、干燥,最后根据淀粉的提取率得出最佳的料液比。

1.2.2.3 浸泡 pH 的选择 称取 20g 经预处理的粉葛淀粉,浆液在 pH 分别为 6.0、7.0、8.0、9.0、10.0、11.0 的 NaOH 溶液中浸泡,时间和料液比由上实验确定,然后抽滤、水洗、离心、干燥,最后根据淀粉的提取率得出最佳的 pH。

1.2.2.4 响应面实验设计 根据单因素实验分析,确定提取条件的范围,通过响应面实验得出最佳的提取条件。

表 1 响应面实验因素水平表

Table 1 Factors and levels of response surface design

水平	因素		
	X ₁ 料液比	X ₂ 浸泡时间 (h)	X ₃ pH
-1	1:3	1	9
0	1:4	2	10
+1	1:5	3	11

1.2.3 淀粉含量测定 采用蒽酮比色法。

$$\text{淀粉含量}(\%) = \frac{\text{干淀粉量}(\text{g})}{\text{粉葛湿茎重量}(\text{g})} \times 100$$

1.2.4 高州粉葛淀粉性质测定

1.2.4.1 淀粉透明度测定 分别准确称取 2.00g 粉葛淀粉,加入 200mL 蒸馏水,配成 1% (w/w) 的淀粉乳,将试管置沸水浴中加热 20min(其间每隔 5min 充分振荡试管一次),使之充分糊化。在糊化过程中要加入蒸馏水保持到原有体积,再冷至室温。以蒸馏水为空白,用 722S 型可见分光光度计在 620nm 波长下测定淀粉糊的透光率,以透光率的值表示淀粉糊的透明度。平行测定 3 次,取平均值^[6]。

1.2.4.2 凝沉性测定 准确称取 1.00g 粉葛淀粉,加入 100mL 蒸馏水,配成质量分数为 1% (w/w) 的淀粉乳,于沸水浴中加热糊化 20min,然后冷却至室温。

取 50mL 淀粉糊移入 50mL 量筒中,静置 24h,每隔一定时间记录上层清液体积,计算每隔一定时间上层清液所占管内淀粉悬液总体积的百分比,以此评价淀粉糊的凝沉特性^[7]。

1.2.4.3 膨胀能力测定 精确称取 2.00g 粉葛淀粉,加入 100mL 蒸馏水配成质量分数为 2.0% (w/w) 的淀粉悬浮液,在不同温度 (65、70、75、80、85、90、95℃) 下加热搅拌 30min,在 3000r/min 下离心 20min,取上清液在旋转蒸发器上浓缩,再于恒温干燥箱烘至恒重,称重,称重得被溶解淀粉量 A,计算其溶解度。取离心后沉淀物,于恒温干燥箱烘至恒重,称重。膨胀能力按下式计算^[8]:

$$\text{溶解度} S(\%) = \frac{A}{W} \times 100$$

$$\text{膨胀度} B(\%) = \frac{P}{W(1-S)} \times 100$$

式中:A 为上清液蒸干恒重后的重量/g;W 为绝干粉葛淀粉的重量/g;P 为离心后沉淀物重量/g,干基计。

1.2.4.4 淀粉粘度测定 取 4.00g 淀粉加入 100mL 蒸馏水,充分搅拌防止凝沉,在 95℃ 搅拌条件下水浴 10min,使其充分糊化,室温下自然冷却,制成淀粉糊。用粘度计测定其粘度,转速 12r/min,转子选用 2 号^[9]。

1.2.4.5 直链淀粉含量测定 直链淀粉含量测定参考 GB/T15683-2008 的方法^[10]。

1.2.4.6 冻融稳定性测定 准确称取 6.00g 粉葛淀粉,加入 100mL 蒸馏水,配成 6% (w/w) 的淀粉乳,在 90℃ 水浴中搅拌糊化 20min,冷却至室温后取 10mL 倒入塑料离心管中,加盖置于 -16~-20℃ 冰箱贮藏 24h,取出室温下自然解冻。重复上述步骤 5 次后,在 3000r/min 条件下离心 15min,弃去上清液,称取沉淀物质量,计算析水率。析水率越小,样品的冻融稳定性越好^[11]。计算式如下:

$$\text{析水率}(\%) = \frac{(\text{糊重}-\text{沉淀物重})}{\text{糊重}} \times 100$$

2 结果与分析

2.1 料液比对粉葛淀粉提取率的影响

由图 1 可知,当料液比在 1:4 时最适宜。加水太少,不利于淀粉分子的释放,淀粉提取率偏低,加水过多,对提取率影响不大,因此,较适宜的料液比为 1:4。

2.2 浸泡时间对粉葛淀粉提取率的影响

由图 2 可以看出,浸泡时间是 2h 时,粉葛淀粉提取率达到最高,2h 后淀粉得率保持平稳,延长浸泡时间对提取率影响不大,因此,浸泡时间确定为 2h。

2.3 浸泡液 pH 对粉葛淀粉提取率的影响

由图 3 可以看出,在 pH6~10,随着 pH 的升高,淀粉的提取率越来越高,pH 为 10 时达到最高,随后迅速降低。pH 较低,蛋白质与淀粉分离不完全,降低淀粉的提取率。随着溶液 pH 的增加,淀粉提取率也呈上升趋势。当 pH 大于 10 时淀粉提取率下降,因为较高的 pH 环境有可能使淀粉颗粒发生糊化作用,不利于淀粉和蛋白质的分离^[12]。因此,较适宜的 pH 为 10。

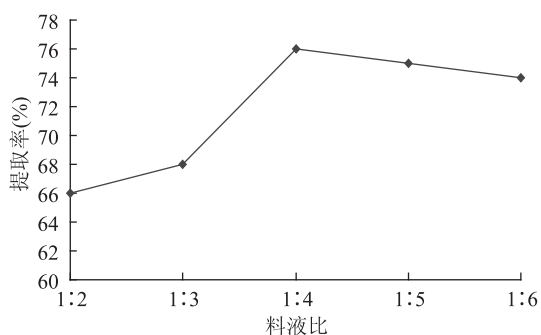


图1 料液比对粉葛淀粉提取率的影响

Fig.1 Effect of liquid-solid ratio on extraction yield of kudzu starch

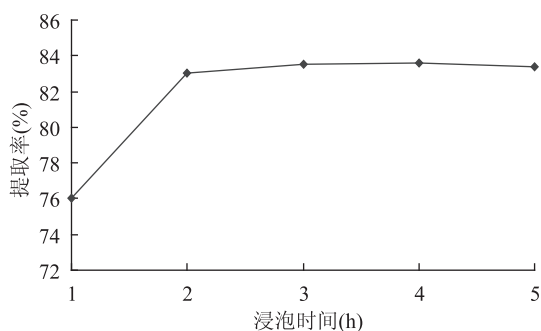


图2 浸泡时间对提取率的影响

Fig.2 Effect of soaking time on extraction yield of kudzu starch

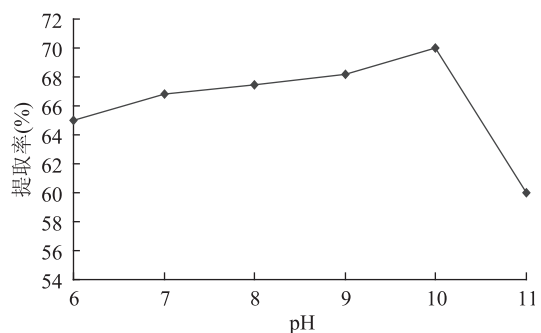


图3 浸泡液 pH 对粉葛淀粉提取率的影响

Fig.3 Effect of pH on extraction yield of kudzu starch

2.4 响应面实验结果分析

2.4.1 响应面实验设计与结果 结果见表2。

2.4.2 回归方程的方差分析 RSM 实验采用二次旋转设计得到 15 个组合实验点,测定每次实验中的结果获得相应的响应面值见表3。将表3 响应面值输入计算机,经 RSM 回归拟合后,得到对 X_1 、 X_2 、 X_3 的回归方程:

$$Y = 83.88 + 2.49X_1 - 1.25X_2 + 0.26X_3 + 2.34X_1X_2 + 0.75X_1X_3 + 1.43X_2X_3 - 2.58X_1^2 - 3.06X_2^2 - 1.83X_3^2$$

用 Design Expert 软件对该多元回归方程进行方差分析,分析结果见表3、表4。

从表3 和表4 可看出,二次回归模型的 F 值为 5.16, p 值 $0.0427 < 0.05$, 而失拟项的 F 值为 3.32, p 值 $0.2403 > 0.05$, 相关系数为 0.9028, 说明该模型具有高度的显著性,能够很好地描述各因素与响应值之间的真实关系,拟和结果好。一次项、二次项、交互项 p

值均大于 0.1000, 因此交互作用对提取率影响不显著。

表2 响应面实验设计与结果

Table 2 Design and result of response surface experiment

序号	X_1	X_2	X_3	淀粉提取率(%)
1	-1	-1	0	79.06
2	-1	0	-1	76.48
3	-1	0	+1	79.18
4	-1	+1	0	70.76
5	0	-1	-1	80.00
6	0	-1	+1	79.37
7	0	+1	-1	75.75
8	0	+1	+1	80.85
9	+1	-1	0	81.05
10	+1	0	-1	80.96
11	+1	0	+1	81.27
12	+1	+1	0	82.12
13	0	0	0	83.82
14	0	0	0	85.10
15	0	0	0	82.72

表3 回归方程的方差分析

Table 3 Variance analysis result

来源	自由度	平方和	均方	F 值	p 值
回归模型	9	157.53	17.50	5.16	0.0427 *
残差	5	16.95	3.39		
总离差	14	174.49			
一次项	3	62.64	62.64	18.48	0.8313
二次项	3	71.38	71.38	21.05	0.1819
交互项	3	32.43	32.43	9.86	0.6829
失拟项	3	14.11	4.70	3.32	0.2403
纯误差	2	2.84	1.42		
总误差	14	174.49			

$R^2 = 0.9028$

注:“**”为极显著($p < 0.01$),“*”为显著($p < 0.05$)。

表4 回归系数取值及分析结果

Table 4 Analysis result of regression

模型参数	自由度	参数估计	标准差
截距	1	83.88	1.06
X_1	1	2.49	0.65
X_2	1	-1.25	0.65
X_3	1	0.26	0.65
X_1X_2	1	2.34	0.92
X_1X_3	1	0.75	0.92
X_2X_3	1	1.43	0.92
X_1^2	1	-2.58	0.96
X_2^2	1	-3.06	0.96
X_3^2	1	-1.83	0.96

2.4.3 交互影响 为了观察某两个因素同时对淀粉提取率的影响,对表3 的数据进行降维分析,观察在其它因素条件固定不变的情况下,某两因素对淀粉提取率的影响,经 Design Expert 分析,在分别固定

pH、浸泡时间和料液比条件下,所得的料液比和浸泡时间交互作用、料液比和 pH 交互作用和 pH 和浸泡时间交互作用的响应面及其等高线图见图 4~图 6。

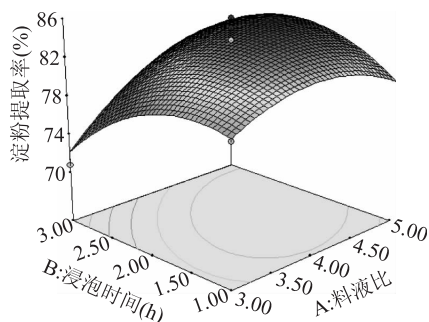


图 4 料液比和浸泡时间交互作用对提取率的影响

Fig.4 Effect of interaction between liquid-solid ratio and soaking time on extraction yield

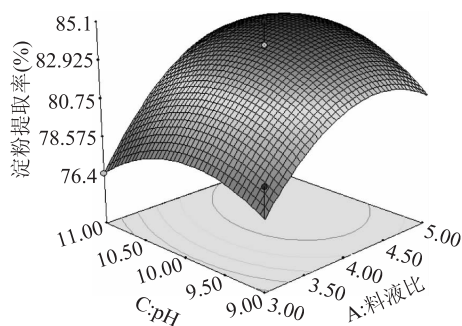


图 5 料液比和 pH 交互作用对提取率的影响

Fig.5 Effect of interaction between liquid-solid ratio and pH on extraction yield

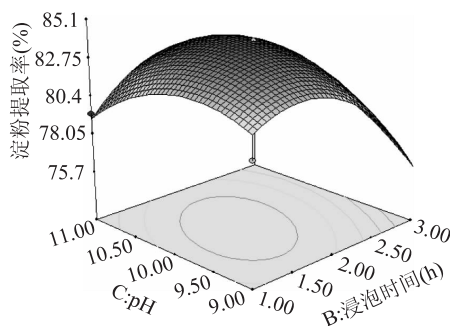


图 6 pH 和浸泡时间交互作用对提取率的影响

Fig.6 Effect of interaction between soaking time and pH on extraction yield

响应曲面图是响应值在各实验因子交互作用下得到的,构成一个三维空间曲面。从图 4~图 6 可以看出,3 个因素的交互作用对响应值的影响情况,等高线图越陡峭,表示因素的效应越大。同时,可以看出各交互因素的最佳作用点基本都落在实验范围之内,经 Design Expert 软件优化后的各因素最佳实验组合为:料液比 1:4.5,浸泡时间 2.0h,浸泡剂 pH 为 10.2。在最佳实验组合条件下,粉葛淀粉提取率的预测值为 84.54%。为了验证该工艺条件,进行了最佳条件的验证实验,经三次重复结果提取率达到 83.66%。

2.5 淀粉性质的测定结果分析

2.5.1 透明度 透光率越大则透明度越高^[13]。而实验测得粉葛淀粉的透光率为 22.4%。直链淀粉含量直接影响到淀粉糊的透明度^[6]。

2.5.2 凝沉性 凝沉主要是由于直链淀粉分子间的结合形成较大的束状结构,当质量增大到一定程度时,就形成了凝沉。

由图 7 可知,随着静置时间的延长,淀粉糊析出上层清液越多,粉葛淀粉糊的凝沉值逐渐增大,到 36h 时基本达到稳定。放置过程中有大量的清液析出,表明粉葛淀粉糊不稳定,易凝沉。由于粉葛淀粉的直链淀粉含量高,直链淀粉分子空间阻力小,柔顺性好,易形成氢键结晶,生成大的强的结晶,凝沉性好。但直链淀粉含量不是唯一原因,淀粉分子大小、淀粉聚合度的差异也是影响凝沉的重要原因^[4]。

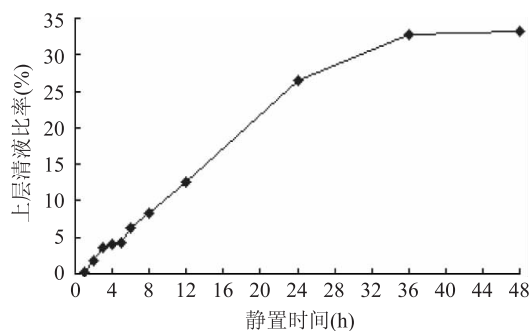


图 7 淀粉糊凝沉性

Fig.7 Retrogradation of starch paste

2.5.3 溶解度和膨胀能力 图 8、图 9 结果表明,粉葛淀粉随加热温度上升,膨胀度上升,同时淀粉的溶解度也增加。粉葛淀粉在低温 65℃ 时已有较快的膨胀,而在高温 85℃ 时膨胀度已达到 97%,为高膨胀型淀粉。

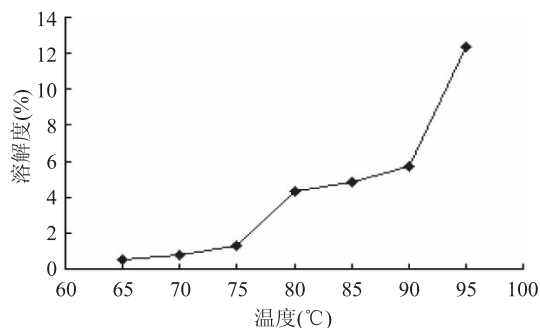


图 8 粉葛淀粉的溶解度

Fig.8 Solubility of Kudzu starch

2.5.4 淀粉粘度 6% 粉葛淀粉在 95℃ 时的粘度为 1500mpa·s,直链淀粉含量高的糊化后粘度低,但色泽明亮。

2.5.5 淀粉含量和淀粉中直链淀粉含量 淀粉的含量 23.8% (W/W,干淀粉/新鲜根茎),粉葛淀粉中直链淀粉含量为 35.9%,从此数据可以知道直链淀粉比例较高。直链淀粉构成比例越大,凝沉性越大,糊透明度越高、粘度越低,这和粉葛淀粉含量高的结果是一致的。

2.5.6 冻融稳定性 冻融稳定性反映了淀粉糊对低

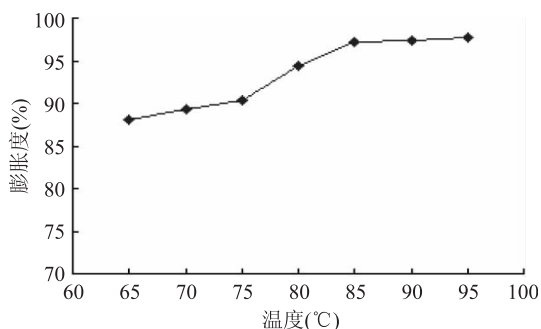


图9 粉葛淀粉的膨胀度

Fig.9 Degree of swelling of Kudzu starch

温的对抗性,这一特性是制作冷冻类食品时所必需考虑的。本实验测得6%的淀粉糊经两次冻融循环后的淀粉糊的析水率为33%,淀粉糊经过2次的冻融后才有水析出,且析水率低,表明其冻融稳定性较好。从淀粉糊凝胶的成型情况看,粉葛淀粉糊凝胶较硬。

3 结论

粉葛淀粉最佳的提取工艺参数为:料液比为1:4.5,浸泡时间为2.0h,浸泡剂pH为10.2,在最佳工艺条件下,粉葛淀粉提取率为83.66%。

测得高州粉葛中淀粉的含量为23.8%,其中直链淀粉含量为35.9%,糊透明度较高,易凝沉,冻融稳定性较好,有较高的溶解度和膨胀能力,属于高膨胀型淀粉,6%淀粉糊在95℃时的粘度为1500mpa·s。

(上接第192页)

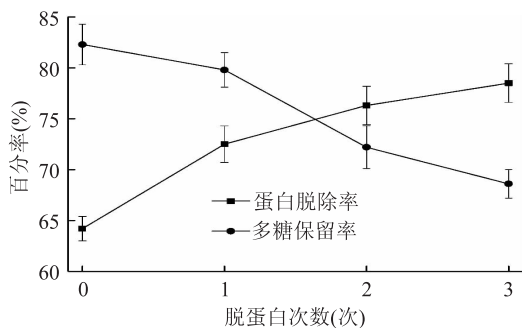


图5 木瓜蛋白酶-Sevag法联用脱蛋白效果

Fig.5 Effect of papain-Sevag method on deproteinization

率74.9%,优于单一脱蛋白的方法。酶法除蛋白温和高效,有利于多糖活性的保持,联合TCA法,能在较少多糖损失的情况下较多的除去蛋白,且避免了Sevag法除蛋白过程中有毒物质氯仿的残留^[11]。

参考文献

[1]刘小平,卢金利,吴素歌,等.芦荟凝胶对大鼠Ⅱ度放射性皮炎创面愈合及表皮生长因子、碱性成纤维细胞生长因子表达的影响[J].西安交通大学学报:医学版,2006,27(1):66-68.
 [2]李国豪,雷秀霞,徐邦牢,等.芦荟大黄素对肺炎链球菌侵袭A549细胞的抑制作用[J].热带医学杂志,2005,5(3):

参考文献

[1]李悦,李艳菊.国内外葛根功能食品研究进展[J].食品研究与开发,2007,28:174-176.
 [2]陈欣.粉葛及其资源开发研究[D].成都:西南交通大学,2011.
 [3]宋志刚,王建华,王汉忠,等.粉葛淀粉的理化特性[J].应用化学,2006,23(9):974-977.
 [4]周红英.野葛与甘葛藤化学成分及淀粉理化特性和光合特性的研究[D].泰安:山东农业大学,2008.
 [5]王学川,李飞虎,强涛涛,等.酶法与碱法提取糜子淀粉的最佳工艺条件研究[J].粮食与饲料工业,2013,1:19-22.
 [6]杜先锋,许时婴,王璋.淀粉糊的透明度及其影响因素的研究[J].农业工程学报,2002(1):129-131.
 [7]陈克复,卢晓江,金醇蛰,等.食品流变学及其测量[M].北京:轻工业出版社,1989.
 [8]莫恒龙,周瑞芳.椰子淀粉的开发和利用[J].郑州粮食学院学报,1991,2:74-78.
 [9]熊丽苹,黄立新,李彦萍.葛根淀粉理化性质的研究[J].食品科技,2004,5:10-13.
 [10]GB/T15683-2008
 [11]徐明生,吴磊燕.葛根淀粉物理特性研究[J].江西农业大学学报,2002,24(4):484-486.
 [12]杜先锋,许时婴,王璋.葛根淀粉生产工艺的研究[J].中国粮油学报,1998,13(5):28-32.
 [13]顾正彪.淀粉与淀粉糖[M].北京:中国轻工出版社,1988.

276-278.

[3]田兵,华跃进,马小琼,等.芦荟抗菌作用与蒽醌化合物的关系[J].中国中药杂志,2003,28(11):1034-1037.
 [4]国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草[M].上海:上海科学技术出版社,1999:461.
 [5]Zhang L, Tizard IR. Activation of a mouse macrophage cell line by acemannan: the major carbohydrate fraction from *Aloe vera* gel[J]. Immunopharmacol, 1996, 35(2): 119.
 [6]王健,龚兴国.多糖的抗肿瘤及免疫调节进展[J].中国生化药物杂志,2001,22(1):52-54.
 [7]国家药典委员会.中国药典2005版[S].北京:化学工业出版社,2005.
 [8]邢小黑,吴明忠,朱述钧,等.灵芝多糖化学研究[J].中国食用菌,1996(3):14-16.
 [9]伍善广,赖泰君,孙建华,等.蚕蛹多糖脱蛋白方法研究[J].食品科学,2011(14):21-24.
 [10]李燕,王晓丽,俞飞锋.响应曲面法优化超声辅助提取芦荟凝胶多糖的工艺[J].食品研究与开发,2010(6):17-21.
 [11]张雅利,张文娟,何琼华.胰蛋白酶-Sevag法联用脱棉多糖蛋白[J].食品工业科技,2005(5):107-108.
 [12]李强,唐微,郑伟,等.杜仲粗多糖脱蛋白方法的对比研究[J].食品工业科技,2011(3):316-317.
 [13]王传名,董祺,管从胜.日照绿茶粗多糖脱蛋白研究[J].食品工业科技,2010(8):274-276.