

亚硝酸盐形成法、化学发光法、化学发光免疫分析 (Chemiluminescent immuno assag, CLIA) 等。本研究采用改进的微量邻苯三酚自氧化法。

2.5.5 有关 SOD 的纯化方法主要有: 丙酮分级沉淀纯化法、双水相提取 SOD、盐析等, 其中以双水相萃取方法较为优越。本文采用丙酮分级沉淀方法去除杂蛋白并进行纯化。为了降低生产成本, 异丙醇、丙酮均可考虑回收浓缩。

参考文献:

- [1] 李宏.SOD 研究动态[J].渝州大学学报,1993,(3):64-69.
- [2] 吴思芳,等.啤酒废酵母提取 SOD 研究[J].食品科学,2000,(3):22-24.
- [3] 李元杰.SOD 治疗超氧阴离子自由基所引起的疾病及抗衰老的应用[J].中国药理学杂志,1989,(7):397-401.
- [4] 郑荣梁,等.自由基生物学[M].北京:高等教育出版社,1989.236-300.
- [5] 袁勤生.SOD 研究进展[J].中国药理学杂志,1989,(7):387-391.
- [6] 李颖章,等.黄萎病菌毒素诱导棉花愈伤组织中 POD、SOD 活性和 PR 蛋白的变化[J].中国农业大学学报,2000,5(3):73-79.
- [7] 俞纯方,等.从莴苣叶中提取 SOD 的研究[J].渝州大学学报,1995,12(4):74-76.
- [8] 沈萍,等.微生物实验指导[M].高等教育出版社,1987.

从脱脂玉米胚中提取植酸的研究

李健秀, 邢永恒, 刘放, 曾庆荣, 李忠玉
(吉林化工学院化学工程系, 吉林 132022)

摘要: 本实验以脱脂玉米胚为原料, 通过酸浸、中和、酸化、离子交换、浓缩等过程提取了植酸。从玉米胚中提取菲汀的平均收率为 75%, 菲汀转化为植酸的平均率为 77.02%。

关键词: 脱脂玉米胚; 提取; 植酸

Study on Phytic Acid Extraction from Delipid Corn Blasfula

LI Jian-xiu, XING Yong-heng, LIU Fang, ZENG Qing-rong, LI Zhong-yu
(Institute of Chemical Engineering, Jilin Chemical Engineering College, Jilin 132022, China)

Abstract The phytic acid was extracted with delipid corn blastula by immersion, neutralization, acidification, ion exchange and evaporation. The average yield of abstraction phytin form the delipid corn blastula was 75%, and the average yield of conversion phytic acid from phytin was 77.02%.

Key words: degrease corn blastula; extraction; phytic acid

中图分类号: TS202.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2003)12-0084-03

植酸化学名称为环己六醇六磷酸脂, 它主要以钙镁的复盐(植酸钙镁, 菲汀)的形式广泛存在于植物、植物种子及其胚芽中。植酸是一种重要的有机磷添加剂, 具有独特的生理药理功能和化学性质, 广泛应用于食品、水果保鲜、医药、日用化工和环保等行业^[1,2]。国内外生产植酸普遍以米糠为原料^[3,4], 而本实验所使用的原料为脱脂玉米胚, 据调查, 很多粮油加工厂都把脱脂玉米胚作为饲料出售, 这就浪费了原料资源。由分析得知,

脱脂玉米胚中植酸含量为 3%~6%, 仅次于脱脂米糠(植酸含量为 6%~10%), 提取植酸后的脱脂玉米胚仍可作为饲料。加之, 我国东北、华北地区盛产玉米, 来源丰富, 所以从脱脂玉米胚中提取植酸具有得天独厚的条件, 同时, 能为农副产品综合利用提供新的途径。

1 材料与方法

1.1 材料

收稿日期: 2003-02-22

作者简介: 李健秀(1953-), 男, 教授, 主要从事化工分离工程学的科研与教学工作。

脱脂玉米胚 取自四平市玉米综合加工厂, 含水率 0.8%, 植酸含量 5.056%; 阳离子交换树脂 南开大学化工厂产品; 其他化学品采用试剂或工业品。

1.2 方法

1.2.1 提取工艺

用稀酸浸取脱脂玉米胚中植酸, 然后用碱中和制取菲汀, 经过滤得到的湿菲汀用强酸性阳离子交换树脂酸化制稀植酸, 稀植酸经离子交换脱出离子, 经活性炭脱色, 溶液真空浓缩得到成品植酸。

1.2.2 实验方案

在实验室进行中和剂、酸化剂筛选试验, 用正交试验研究各因素对纯度收率的影响并确定适宜工艺条件, 做重复试验考察试验数据的重现性。然后在脱脂玉米胚处理量为 500kg/ 次的装置上进行中试。

1.2.3 分析方法^{[1][5]}

用差值分光光度法测定原料中 P_2O_5 、菲汀及植酸含量; 用容量法测定成品植酸含量; 用草酸铵比浊法测定钙离子含量; 用钼蓝比浊法测定无机磷(PO_4^{3-})含量; 用硝酸银比浊法测定氯离子含量; 用氯化钡比浊法测定硫酸根离子含量。

2 结果与讨论

2.1 中和剂选择

取 600g 脱脂玉米胚, 在室温下用 1% 硫酸浸 2h, 过滤并洗涤, 把洗涤液与滤液混合。把此液分成 5 份, 在相同条件下分别用 5 种碱中和, 沉淀物烘干至恒重。不同中和剂得到的数据见表 1。

表1 中和剂选择试验数据

中和剂	菲汀质量(g)	P_2O_5 含量(%)	回收率(%)
NH_3	3	42.87	32.85
NaOH	3.6	39.04	35.90
石灰水	8.4	32.16	69.01
石灰水 + NaOH	7.0	32.15	57.49
石灰水 + NH_3 水	6.1	33.16	51.67

从表 1 数据看出, 石灰水、石灰水 + NaOH、石灰水 + NH_3 水均为较好中和剂。文献[4]报道, 氨中和好, 但经试验发现用氨中和菲汀收率低, 不宜采用。

2.2 制备菲汀

2.2.1 正交试验及极差分析

取 100g 脱脂玉米胚, 在室温下, 用稀酸浸取、过滤、中和、干燥至恒重。用正交试验考察了酸度(%)A: 1, 2, 3; pH 值 B: 7, 9, 11; 溶剂比 C: 1:4, 1:7, 1:10; 酸浸时间(h)D: 2, 4, 6; 对菲汀纯度和收率的影响, 其结果见表 2。

表2 菲汀正交试验及极差分析表

实验号	A	B	C	D	纯度 (P_2O_5 %)	收率(%)
1	1	7	1:4	2	39.15	47.77
2	1	9	1:7	4	32.14	64.34
3	1	11	1:10	6	30.35	74.43
4	2	7	1:7	6	28.81	57.40
5	2	9	1:10	2	31.67	66.84
6	2	11	1:4	4	28.23	60.58
7	3	7	1:10	4	30.54	70.22
8	3	9	1:4	6	29.52	63.35
9	3	11	1:7	2	31.35	76.88
I	101.64	98.5	96.9	102.17	平均纯度	平均收率
I'	186.54	173.39	171.7	190.69	=30.19	=64.60
II	88.71	93.33	91.49	90.91		
II'	184.02	193.73	198.18	195.14		
III	91.41	89.93	92.56	88.68		
III'	210.93	211.89	210.69	195.18		
R	12.93	8.57	5.41	13.49		
R'	26.43	36.5	38.99	4.49		

从表 2 数据看出, 对纯度影响最大的因素为酸浸时间和酸度, 最适宜条件为: 酸度 1%, 酸浸时间 2h, pH 值 7, 溶剂比 1:4。对收率影响最大的因素为: 溶剂比 1:10, pH 值 11, 酸度 3%。从菲汀的纯度、收率和经济角度考虑, 采用下列工艺条件做重复试验: 酸度 1%, pH 8~8.5, 溶剂比 1:10, 酸浸时间 2h。

2.2.2 重复试验

取 100g 脱脂玉米胚, 在室温下, 采用上述工艺条件, 做重复试验, 其结果见表 3。

表3 菲汀重复试验数据

序号	菲汀量(g)	P_2O_5 含量(%)	收率(%)
1	7.5	30.25	69.54
2	8.0	31.35	76.88
3	7.9	32.50	78.71
4	8.0	32.34	79.31
5	7.9	33.34	80.74

从表 3 可知, 菲汀平均收率为 77.04%。

2.3 制备植酸

采用阳离子交换树脂酸化剂, 菲汀:阳离子树交换脂(体积)=1:10, 酸化温度为 30~40℃, 用蒸馏水洗阳离子交换树脂 2~4 次, 小试实验结果见表 4。

由表 4 可知, 菲汀转化为植酸的平均收率为 70.51%。通过试验发现, 酸化后用蒸馏水洗阳离子交换树脂的次数对收率的影响较大, 洗涤次数越多, 收率越高, 但稀植酸的浓度下降, 浓缩负荷增大, 洗涤次数 2~4 次比较适宜。

表4 制备植酸小试实验数据

序号	菲汀量(g)	植酸量(g)	植酸含量(%)	收率(%)
1	50	30.9	51.99	66.07
2	40	29.0	49.91	74.41
3	60	34.3	60.40	71.00
4	50	33.0	51.69	70.15
5	50	32.50	52.05	70.90

表5 菲汀中试实验数据

序号	玉米胚量(kg)	菲汀量(kg)	含水率(%)	植酸含量(%)	菲汀收率(%)
1	500	133.0	70.2	27.44	78.64
2	502	110.1	66.3	27.13	72.50
3	500	103.1	63.2	26.97	73.92

表6 植酸中试实验数据

序号	湿菲汀量(kg)	含水率(%)	植酸量(kg)	植酸含量(%)	植酸收率(%)
1	116	74	21.5	53.68	68.76
2	123	74	24.2	52.72	71.68

2.4 中试实验

在小试确定的工艺条件下进行了中试,其结果列于表5、表6中。从表5、表6数据看出,从脱脂玉米胚中提取菲汀的中试平均收率为75%,由菲汀转化成植酸的中试平均收率为70.22%,与小试结果相吻合。

2.5 产品分析

植酸产品经吉林省轻工业产品质量监督检验站检验,其分析结果列于表7中。

3 结论

3.1 以脱脂玉米胚为原料提取植酸,为植酸的生产开辟

表7 植酸产品分析结果

序号	检验项目名称	单位	实测结果
1	植酸	%	52.6
2	钙(以Ca ²⁺ 计)	%	<0.02
3	无机磷(以PO ₄ ³⁻ 计)	%	<0.02
4	氯化物(以Cl ⁻ 计)	%	<0.02
5	硫酸盐(以SO ₄ ²⁻ 计)	%	<0.02

新的原料途径,并为玉米的综合开发利用提供了新途径。

3.2 根据植酸分步电离的特点,用分步中和法,既能保证产品纯度,又能提高产品收率。

3.3 阳离子交换树脂是最佳的酸化剂,因为它与无机酸不同,在酸化过程中不放出阴离子,简化后处理,减少植酸损失,提高收率。

3.4 从脱脂玉米胚中提取菲汀的最适宜工艺条件为:酸浸剂酸度为1%,溶剂比为1:10,酸浸时间为2h,中和pH值为8~8.5;由菲汀转化成植酸的最适宜工艺条件为:酸化温度为30~40℃,菲汀:阳离子交换树脂(体积)为1:10,洗涤次数为2~4次。

3.5 从脱脂玉米胚中提取菲汀的平均收率为75%,由菲汀转化为植酸的平均收率为77.02%。

参考文献:

- [1] 郑捷,等.植酸及其应用[J].陕西化工,1988,(2):5-10.
- [2] 成四喜,等.植酸的提取性能及其应用[J].浙江化工,1990,21(2):26-30.
- [3] Hiroshi Ogawa. Method for Obtaining Phytic Acid[M]. USP,1987. 668,813.
- [4] 郑捷,等.由米糠提取植酸的研究[J].陕西化工,1988,(4):20-23.
- [5] 刘子仁,赵蕾.植酸分析方法研究[J].精细化工,1991,8(4):42-52.

银杏萜内酯超临界CO₂萃取结晶前处理工艺研究

潘见, 张文成, 谢慧明

(农产品生物化工教育部重点实验室 合肥工业大学, 合肥 230069)

摘要: 本文根据中草药有效成分含量低、超临界稀溶液特点及溶剂提取技术原理,以银杏叶粗提物为原料,通过单因素实验的方法,探讨液固比、浸提温度、浸提时间、提取次数对超临界CO₂萃取结晶银杏萜内酯前处理工艺的影响。实验结果表明:在45℃水浴条件下,以20倍银杏叶粗提物体积的混合溶剂(40%丙酮-60%石油醚),浸提2次,每次4h,银杏萜内酯前处理效果较佳,萜内酯浸出率在95%以上,浸出物内酯含量在16%以上。采

收稿日期: 2003-08-26

基金项目: 国家自然科学基金项目(29976008)

作者简介: 潘见(1955-),男,教授,博士,博士生导师。