

响应面法优化玉米芯中木聚糖的提取工艺

姚 笛, 马 萍, 王 颖, 杨 健, 张丽媛

(黑龙江八一农垦大学食品学院, 黑龙江 大庆 163319)

摘 要: 为提高玉米芯中木聚糖的得率, 采用响应面法优化碱法提取玉米芯中木聚糖的工艺条件, 对碱液质量浓度、固液比、处理时间、处理温度 4 个因素进行单因素试验。根据单因素试验结果设计中心组合试验, 以木聚糖得率为指标值, 采用响应面分析法确定最优工艺参数。结果表明: NaOH 溶液的质量浓度为 25g/100mL、固液比 1:25(g/mL)、94℃抽提 3h, 在上述条件下木聚糖得率为 24.39%, 比单因素试验的最高得率 20.35% 高出 19.85%, 与模型的预期值 24.41% 基本相符。响应面优化法能够提高玉米芯的木聚糖得率。

关键词: 响应面; 玉米芯; 木聚糖; 提取工艺

Optimization of Extraction Process for Xylan from Corncob by Response Surface Methodology

YAO Di, MA Ping, WANG Ying, YANG Jian, ZHANG Li-yuan

(College of Food Science, Heilongjiang Bayi Agricultural University, Daqing 163319, China)

Abstract: Response surface methodology was used to optimize the conditions for alkaline extraction of xylan from corncob with the aim of maximizing the yield of xylan. The effects of NaOH concentration, solid-to-liquid ratio, extraction time and temperature on the yield of xylan were studied in single factor experiments. Subsequently, a regression model for the yield of xylan was established using a central composite design involving the above four factors at five levels and based on the model, response surface analysis was carried out to find out the optimum levels of these four factors. The results indicated that the optimum extraction conditions were NaOH concentration of 25 g/100 mL, solid-to-liquid ratio of 1:25, temperature of 94 °C and extraction time of 3 h. Under such conditions, the experimental yield of xylan was 24.39%, which was basically consistent with the predicted one of 24.41% and increased by 19.85% than the maximum one of 20.35% obtained in single factor experiments.

Key words: response surface method; corncob; xylan; extraction process

中图分类号: TQ929.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)08-0111-05

木聚糖是自然界中的一种丰富的再生资源, 是除纤维素外, 自然界中最丰富的多糖^[1-2]。木聚糖是一种五碳醛糖, 为无色至白色结晶或针状性粉末, 不易被人体消化吸收、低热值, 不易被腐败菌发酵, 具有明显的双歧杆菌活性, 能够起到调节人体生理功能, 增加机体免疫力, 预防疾病发生等作用^[3-6]。另外, 木聚糖类半纤维素是一类取之不尽而又待开发的可再生资源, 经酶水解可生产国际市场上急需的低聚木糖、木糖等疗效食品^[7-9]。其降解后所产生的木糖和少量其他单糖, 可以用作基本碳源生产各种发酵产品, 包括有机酸、氨基酸、单细胞蛋白、燃料乙醇、木糖醇等^[10-11]。作为生产低聚木糖及发酵产品的原料, 木聚糖的提取和木聚糖的水解是关键步骤。

玉米是世界三大粮食作物之一, 据联合国粮农组织(FAO)报道, 世界玉米种植面积 1.35 亿 hm²^[12], 我国位

居世界第二, 玉米年产量 1.1 亿 t 左右, 全国有玉米芯资源 2750 万 t, 玉米芯中木聚糖的含量高达 35%~40%^[13]。王萍^[14]、邵佩兰^[15]等利用碱法提取小麦麸皮中的木聚糖发现, NaOH 浸提法是提取木聚糖的首选方法。本实验以玉米芯为原料, 通过响应面法对碱法提取木聚糖的提取工艺进行优化, 为玉米芯资源的利用提供了基础数据, 具有重要的生态效益和经济效益。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

玉米芯取自大庆市郊区; 木糖、3,5-二硝基水杨酸北京奥博星生物技术有限公司; 乙醇、氢氧化钠等为国产分析纯。

1.2 方法

1.2.1 玉米芯的粉碎

收稿日期: 2010-06-23

基金项目: 黑龙江省教育厅科学技术研究项目(11551324)

作者简介: 姚笛(1980—), 女, 讲师, 硕士, 研究方向为食品微生物与生物技术。E-mail: yaodi0226@sina.com

选择干燥的、无虫蛀、无霉变的玉米芯，先用锤子敲碎成小块，然后置于粉碎机中粉碎，过40目筛，备用。

1.2.2 玉米芯木聚糖的提取

准确称取玉米芯10g，加220mL 10g/100mL NaOH溶液，100℃搅拌浸提2.5h，离心，取上清液、过滤、定容、待测。

1.2.3 木糖标准曲线的绘制

分别取标准木糖液0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、0.9mL于25mL比色管中，加水至1.0mL，再加入3mL 3,5-二硝基水杨酸(DNS)溶液。在沸水浴中蒸煮5min，立即冷却，定容后摇匀，以没加木糖的溶液作对照，在500nm处测定其吸光度，以木糖质量浓度对吸光度作图，确定木糖标准曲线。

1.2.4 木聚糖的测定

取一定量的木聚糖溶液，调节pH值至5，加入4倍体积无水乙醇，4℃静置过夜，然后3000r/min离心15min，取沉淀，加入一定量的7% H₂SO₄于100℃水解2h，中和、定容、过滤，测定滤液的还原糖质量，将其乘以木聚糖聚合因数0.9作为木聚糖质量。还原糖的测定采用DNS法^[8]。

$$\text{木聚糖得率}/\% = \frac{m}{M} \times 100$$

式中： m 为木聚糖质量/mg； M 为原料质量/mg。

1.2.5 单因素试验

1.2.5.1 处理时间的影响

将处理时间调至1、2、3、4、5h，固液比1:20，碱液质量浓度20g/100mL，90℃条件下进行提取。

1.2.5.2 固液比的影响

将固液比调至1:10、1:20、1:30、1:40、1:50，处理时间3h，碱液质量浓度20g/100mL，90℃条件下进行提取。

1.2.5.3 碱液质量浓度的影响

将碱液质量浓度调至5、10、15、20、25g/100mL，固液比1:30，处理时间3h，90℃条件下进行提取。

1.2.5.4 处理温度的影响

将处理温度调至60、70、80、90、100℃，碱液质量浓度20g/100mL，固液比1:30，处理3h进行提取。

1.2.6 响应面法对提取工艺进行优化

在单因素试验基础上，根据中心组合试验设计原理^[16]，以木聚糖得率为指标，设计4因素5水平响应面分析试验，因素水平编码见表1，数据用Design Expert软件分析确定最优发酵工艺参数。

表1 因素水平编码表

Table 1 Factors and levels in central composite design

编码值	A处理时间/h	B固液比(g/mL)	C碱液质量浓度/(g/100mL)	D处理温度/℃
1.682	4.0	1:40	30	100
1	3.4	1:34	26	94
0	2.5	1:25	20	85
-1	1.6	1:16	14	76
-1.682	1.0	1:10	10	70

2 结果与分析

2.1 木糖的测定

以木糖质量浓度为 X 轴、吸光度为 Y 轴，绘制标准曲线图，由标准曲线图可得回归方程 $y=0.8636x+0.0164$ ，相关系数 $R^2=0.9969$ ，在0.2~0.9g/L范围内木糖质量浓度和吸光度有良好线性关系。

2.2 不同因素对木聚糖得率的影响

2.2.1 处理时间对木聚糖得率的影响

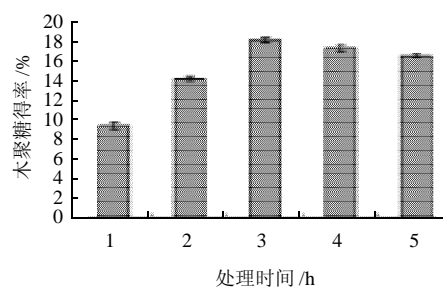


图1 处理时间对木聚糖得率的影响

Fig.1 Effect of extraction time on the yield of xylan

由图1可知，随着处理时间的延长木聚糖得率先增加后减少，1~3h增加明显，3~5h有较小幅度降低，处理3h时木聚糖得率最高，所以处理时间以3h较好。

2.2.2 固液比对木聚糖得率的影响

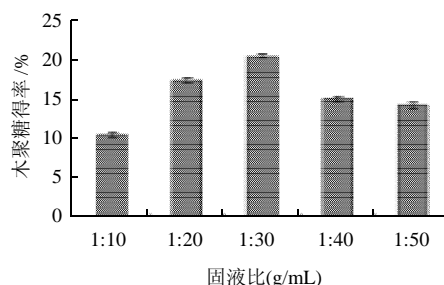


图2 固液比对木聚糖得率的影响

Fig.2 Effect of solid-to-liquid ratio on the yield of xylan

由图2可知，随着固液比的增大木聚糖得率先增加后减少，在1:30时得率最高，所以固液比以1:30较好。

2.2.3 碱液质量浓度对木聚糖得率的影响

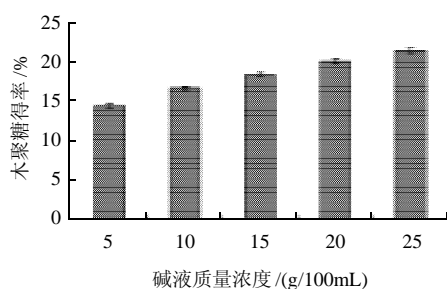


图3 碱液质量浓度对木聚糖得率的影响

Fig.3 Effect of NaOH concentration on the yield of xylan

由图3可知,随着NaOH质量浓度的增加,木聚糖得率逐渐增加,以25g/100mL NaOH较好。

2.2.4 温度对木聚糖得率的影响

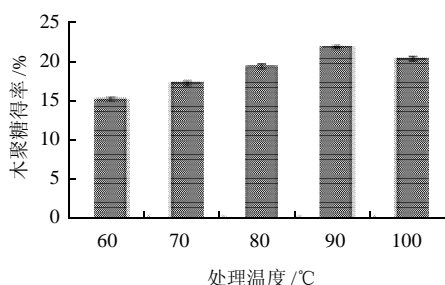


图4 处理温度对木聚糖提取率的影响

Fig.4 Effect of extraction temperature on the yield of xylan

由图4可知,随着提取温度的升高,木聚糖提取率先逐渐增加后有所降低,以90℃木聚糖得率最高。

2.3 响应面法优化玉米芯中木聚糖的提取工艺参数

2.3.1 回归方程的建立与方差分析

响应面试验结果如表2所示,通过Design Expert数据分析软件进行回归分析,得到的方差分析结果如表3所示。由表3可知,处理时间的一次项达到极显著水平($P < 0.01$),固液比和碱液体积分数的一次项均达到显著水平($P < 0.05$),表明这3个因素对木聚糖得率的线性效应显著;所有二次项对木聚糖得率的曲面效应显著; AC 、 CD 交互效应显著($P < 0.05$),表明各影响因素对木聚糖得率的影响不是简单的线性关系。从表3的分析结果来看,整体模型的 $P < 0.01$,该二次方程模型达到极显著水平,并且失拟项不显著($P > 0.05$),说明该回归方程对数据进行了较好拟合,二次回归方程为:

$$Y = 23.39 + 1.95A + 1.04B + 0.66C + 0.78D - 0.089AB + 0.68AC - 0.42AD - 0.59BC - 0.56BD + 0.89CD - 2.80A^2 - 2.78B^2 - 1.21C^2 - 0.62D^2$$

表2 响应面分析方案及试验结果

Table 2 Experimental scheme and results of central composite design

试验号	A	B	C	D	得率 Y/%
1	1	1	1	-1	19.35
2	1	1	-1	-1	18.95
3	1	-1	1	1	21.15
4	-1	1	-1	1	15.24
5	1	-1	-1	1	14.80
6	-1	-1	1	-1	11.25
7	-1	1	1	1	16.51
8	-1	-1	-1	-1	11.18
9	-1.682	0	0	0	12.13
10	1.682	0	0	0	18.68
11	0	-1.682	0	0	13.70
12	0	1.682	0	0	17.20
13	0	0	-1.682	0	19.63
14	0	0	1.682	0	20.16
15	0	0	0	-1.682	20.25
16	0	0	0	1.682	22.88
17	0	0	0	0	23.46
18	0	0	0	0	24.36
19	0	0	0	0	23.41
20	0	0	0	0	22.76
21	0	0	0	0	23.18

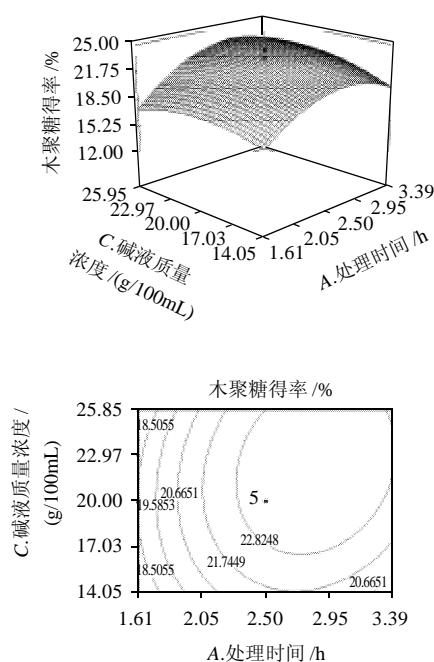
表3 回归模型方差分析

Table 3 Variance analysis of the regression equation for the yield of xylan

方差来源	平方和	自由度	均方和	F值	P值
A	21.45	1	21.45	33.14	0.0012
B	6.13	1	6.13	9.46	0.0218
C	5.91	1	5.91	9.13	0.0234
D	3.46	1	3.46	5.34	0.0601
AB	0.026	1	0.026	0.041	0.8465
AC	3.66	1	3.66	5.65	0.0490
AD	0.58	1	0.58	0.90	0.3806
BC	2.82	1	2.82	4.36	0.0819
BD	1.04	1	1.04	1.61	0.2510
CD	6.39	1	6.39	9.87	0.0200
A ²	116.77	1	116.77	180.41	< 0.0001
B ²	115.45	1	115.45	178.36	< 0.0001
C ²	21.80	1	21.80	33.69	0.0011
D ²	5.70	1	5.70	8.80	0.0251
模型	353.06	14	25.22	38.96	0.0001
残差	3.88	6	0.65		
失拟项	2.51	2	1.25	3.64	0.1258
纯误差	1.38	4	0.34		
总误差	356.95	20			

2.3.2 响应面及等高线分析结果

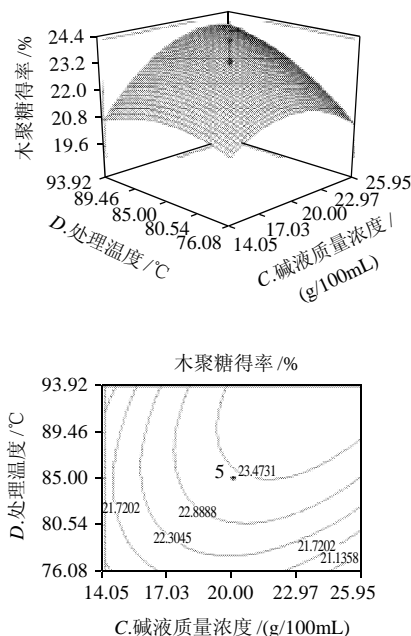
响应面图是响应值在各试验因素交互作用下得到的结果构成的一个三维空间曲面。根据回归方程绘制响应曲面图,考察所拟合的响应曲面的形状。图5、6是对响应值木聚糖得率影响较大的两因素交互作用的结果,其他因素交互作用不显著。



固定水平: B 固液比 1:25; D 处理温度 85℃。

图5 处理时间和碱液质量浓度对木聚糖得率交互影响的响应面和等高线图

Fig.5 Response surface and contour plots showing the effects of extraction time and NaOH concentration on the yield of xylan



固定水平: A 处理时间 2.5h; B 固液比 1:25。

图6 处理温度和碱液质量浓度对木聚糖得率交互影响的响应面和等高线图

Fig.6 Response surface and contour plots showing the effects of temperature and NaOH concentration on the yield of xylan

由图5可知,处理时间在1.6~2.5h范围内,碱液

质量浓度在14%~20%范围内时,两者存在显著的增效作用,木聚糖得率随着处理时间和碱液质量浓度的增加而增加;而处理时间在2.5~4h范围内,碱液质量浓度在20~30g/100mL范围内时,木聚糖得率随着两个因素的增加反而开始降低。由图6可知,碱液质量浓度在14~20g/100mL范围内,处理温度在76~85℃范围内时,两者存在着显著的增效作用,木聚糖得率随着温度和时间增加而升高;而当碱液质量浓度在20~26g/100mL区间,处理温度在85~94℃木聚糖得率反而随着两个因素的增加开始降低。

为了确定最佳点的值,对模型进行分析,以得到最高木聚糖得率的最佳提取工艺条件,经分析得出最佳提取条件为处理时间2.83h、固液比1:25(g/mL)、碱液质量浓度24.42g/100mL、处理温度93.92℃,木聚糖得率24.41%。

2.3.3 验证实验

为检验实验的可靠性,采用上述最优提取条件进行玉米芯木聚糖的提取,同时考虑到实际操作便利,最佳条件修正为处理时间3h、固液比1:25(g/mL)、碱液质量浓度25g/100mL、处理温度94℃,木聚糖得率24.39%。与预测值比较可知,曲面响应分析所得的化模型是可靠的。

3 结论

采用中心组合试验设计,进行响应面分析结合实际值确定木聚糖提取的最佳工艺条件为处理时间3h、固液比1:25(g/mL)、碱液质量浓度25g/100mL、处理温度94℃,木聚糖提取率为24.39%。处理时间、固液比和碱液体积分数对木聚糖得率的影响显著,处理温度的影响不显著;处理时间与碱液体积分数,碱液体积分数与处理温度的交互项对木聚糖得率的曲面效应显著。

参考文献:

- [1] THOMAS H, KATRIN P, KATRIN S, et al. Carboxymethyl xylan-control of properties by synthesis[J]. Macromolecular Symposia, 2005, 232(1): 27-36.
- [2] 汪怀建, 谭文津, 丁雪杉. 超声波辅助提取玉米芯中木聚糖条件优化研究[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(7): 50-55.
- [3] KATRIN S, THOMAS H, ANNA E, et al. Cationicxylan derivatives with high degree of functionalization[J]. Macromolecular Symposia, 2005, 232(1): 49-56.
- [4] EBRINGEROVÁ A, HEINZE T. Xylan and xylan derivatives-biopolymers with valuable properties. Part 1. Naturally occurring xyans structures, isolation procedures and properties[J]. Macromolecular Rapid Communications, 2000, 21(9): 542-556.

- [5] 杨书艳, 徐春梅, 郭敏辰. 用玉米芯酸酶法制备低聚木糖的研究[J]. 安徽农业科学, 2007, 35(12): 3651-3653.
- [6] 张春雨, 韩玉洁. 稻壳中木聚糖的提取工艺研究[J]. 食品科技, 2009, 34(1): 146-150.
- [7] 舒国伟, 张璐, 刘谕, 等. 玉米芯中提取木聚糖的研究[J]. 甘肃农业大学学报, 2008, 43(2): 131-135.
- [8] 张璐, 舒国伟, 刘谕. 从玉米芯中提取木聚糖工艺条件的优化[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(11): 49-52.
- [9] YANG C S, YANG S F, LIU W S. Production of xylooligosaccharides from xylans by extracellular xylanases from *Thermobifida fusca*[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2007, 55(10): 3955-3959.
- [10] SUN R C, TOMKINSON J. Comparative study of lignins isolated by alkali and ultrasound-assisted alkali extractions from wheat straw[J]. Ultrason Sonochem, 2002, 9(2): 85-93.
- [11] 李慧静, 林杨, 杨雪芹, 等. 玉米芯蒸煮法提取木聚糖的优化工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(5): 80-83.
- [12] 杨建, 王艳辉, 马润宇. 超声波法提取玉米芯木聚糖的研究[J]. 北京化工大学学报, 2005, 32(3): 106-109.
- [13] 唐伟, 王立东, 张丽萍. 超声波前处理对麸皮中木聚糖提取率的影响[J]. 食品科技, 2010, 35(5): 191-194.
- [14] 王萍, 吕珊珊. 碱液提取碱液提取小麦麸皮木聚糖的研究[J]. 食品研究与开发, 2006(9): 28-31.
- [15] 邵佩兰, 徐明, 李海峰, 等. 碱法提取玉米芯木聚糖的研究[J]. 宁夏农学院学报, 2000, 21(4): 47-49.
- [16] BAS D, BOYACI L H. Modeling and optimization I: usability of response surface methodology[J]. Journal of Food Engineering, 2007, 78(3): 836-845.