

# 脱脂麦胚棉子糖提取液的脱色

魏培培, 马晓军\*

(江南大学食品学院, 江苏 无锡 214122)

**摘要:** 为提高棉子糖产品的质量, 采用活性炭对棉子糖提取液脱色。先利用单因素试验分别考察活性炭添加量(1~5g/100mL)、脱色温度(40~80℃)、pH值(4.5~5.5)、脱色时间(0.5~2.5h)对脱色效果的影响。而后在此基础上采用三因素三水平响应面分析法, 依据回归分析确定较优脱色条件。结果表明, 较优的脱色条件为活性炭添加量4g/100mL、脱色温度50℃、pH5.0、脱色时间2h。在此条件下脱色率可达94.6%, 且棉子糖损失极小。采用活性炭对脱脂麦胚棉子糖提取液脱色可取得良好效果。

**关键词:** 脱脂麦胚; 棉子糖; 活性炭; 脱色; 响应面分析

## Decolorization of Raffinose Ethanol Solution from Defatted Wheat Germ

WEI Pei-pei, MA Xiao-jun\*

(School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

**Abstract:** The high content of pigment makes it difficult to crystallize raffinose from its ethanol solution obtained from defatted wheat germ. In the present study, activated charcoal (AC) was used to develop a method for decolorizing raffinose solution, and the decolorization conditions AC dose, temperature, pH and operation time were optimized by single factor experiments, where the effects of the four conditions on decolorization rate were preliminarily, in combination with a response surface design involving 3 factors (AC dose, temperature and pH) at 3 levels. The optimum decolorization conditions were determined as follows: AC dose, 4 g/100 mL; temperature, 50 °C; pH, 5.0; and adsorption time, 2 h. Under these conditions, the decolorization rate was up to 94.6%, and a very small amount of raffinose was lost. Therefore, active carbon is applicable to decolorization of raffinose.

**Key words:** defatted wheat germ; raffinose; activated charcoal; decolorization; response surface analysis (RSA)

中图分类号: TS210

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)08-0138-05

棉子糖, 作为一种天然存在的非还原性低聚糖, 在植物界中分布广泛, 曾被认为是抗营养因子而从食物或饲料中去除。现代研究发现, 它能使双歧杆菌明显增殖, 显著改善肠道菌群, 增强细胞抗氧化性, 增强机体免疫力、抗过敏性, 保护肝脏, 治疗皮炎, 抗肿瘤等作用还可用于药品工业, 作为冷冻精液和人体器官移植的稳定剂<sup>[1-5]</sup>。

目前, 对棉子糖的研究集中于以棉籽粕、无腺体棉籽、脱脂棉籽粕为原料<sup>[6-9]</sup>, 而以小麦胚芽为原料提取棉子糖目前尚未见报道。小麦胚芽是小麦制粉的副产品, 含有10.9%的棉子糖(按麦胚质量计)<sup>[10]</sup>。工业上常将提取胚芽油后的麦胚作为饲料廉价出售, 给资源造成极大浪费<sup>[11]</sup>。如果能从中提取棉子糖, 不仅使资源得到合理利用, 还可提高小麦制粉厂的经济效益。在提

取麦胚中棉子糖的过程中, 麦胚中的色素也会进入提取液, 使提取液呈棕黄色, 给棉子糖结晶带来困难, 并且影响到产品的最终色泽, 为提高产品得率和质量, 必须对提取液脱色。

金青哲<sup>[12]</sup>、戴卫东<sup>[13]</sup>等对棉籽粕的棉子糖提取液进行脱色研究, 梁立新等<sup>[14]</sup>对棉籽双液相萃取工艺甲醇相中棉子糖提取液的脱色进行研究, 但对麦胚棉子糖提取液的脱色尚未有相关研究。制糖工业中较常用的脱色吸附剂有活性炭、离子交换树脂和 $Al_2O_3$ 。由于麦胚棉子糖提取液为高浓度的乙醇溶液, 离子交换树脂在有机溶剂中吸附能力会有所下降,  $Al_2O_3$ 是一种很强的吸附剂, 对棉子糖的吸附率也较高, 从而造成棉子糖的损失, 均不适于麦胚棉子糖提取液的脱色<sup>[15]</sup>。活性炭作为吸附剂在工业上应用甚为广泛, 尤其多用于溶液的脱

收稿日期: 2010-07-15

作者简介: 魏培培(1984—), 女, 硕士研究生, 研究方向为谷物深加工。E-mail: neverever567@126.com

\*通信作者: 马晓军(1968—), 男, 副教授, 硕士, 研究方向为谷物深加工。E-mail: maxiaojun\_wx2005@yahoo.com.cn

色和精制, 活性炭有粉末状和颗粒状两种, 尤以粉末状活性炭的吸附效果为好。本实验将对活性炭脱除棉子糖提取液中色素的工艺条件进行研究, 并对影响脱色率的主要因素进行单因素试验, 而后在此基础上采用三因素三水平的响应面分析法, 依据回归分析确定较优脱色工艺条件。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

脱脂麦胚 江苏丹阳面粉厂; 无水乙醇、粉末活性炭、硅藻土(均为 AR 级) 国药集团化学试剂有限公司。

### 1.2 仪器与设备

HP 1100 高效液相色谱系统(配有示差折光检测器) 美国惠普公司; 725 型紫外-可见分光光度计 无锡市科达仪器有限公司; AL104 电子天平 梅特勒-托利多化学仪器有限公司; SHZ-B 水浴恒温振荡器 上海博迅实业有限公司医疗设备厂; GZX-GF-MBS-1 电热恒温鼓风干燥箱 上海跃进医疗器械厂; RW 20 digital 搅拌器 德国 IKA 工业设备(广州)。

### 1.3 棉子糖提取液的制备

将脱脂麦胚粉碎, 过 100 目筛, 称取 50 g 粉末, 加 250 mL 80% 乙醇, 50℃ 搅拌提取 1.5 h, 抽滤。滤渣在相同条件下再次提取, 抽滤, 合并滤液备用。

### 1.4 色值的测定

糖浆色值计算参照参考文献[16]。

### 1.5 棉子糖提取液的脱色方法

取一定量的棉子糖提取液(25 mL)于锥形瓶中, 用 0.1 mol/L HCl 溶液预先调节好 pH 值, 按一定比例加入活性炭, 在 50℃、100 r/min 水浴恒温振荡器上处理 2 h 后过滤, 并将 pH 值调回中性, 按上述糖浆色值的测定方法测量色值。

$$\eta/\% = \frac{(IU_{420}^* - IU_{420})}{IU_{420}^*} \times 100$$

式中:  $\eta$  为脱色率, 表示活性炭脱色效果;  $IU_{420}$  为脱色液的色值;  $IU_{420}^*$  为提取液的色值。

影响活性炭吸附脱色的因素有很多, 其中主要因素包括活性炭的用量、吸附温度、溶液 pH 值、吸附时间等。

### 1.6 棉子糖含量的测定

采用高效液相色谱法(HPLC)测定<sup>[8]</sup>。

## 2 结果与分析

### 2.1 活性炭脱色过程的优化

#### 2.1.1 活性炭添加量对脱色率的影响

取 25 mL 棉子糖提取液, 加入不同量的活性炭, 并调 pH 值到 4.5, 于 50℃、100 r/min 水浴恒温振荡器中吸附 2 h, 过滤后调节 pH 值为中性, 测定色值, 计算脱色率, 结果如图 1 所示。

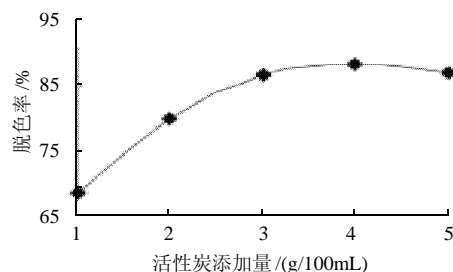


图 1 活性炭添加量对脱色率的影响

Fig.1 Effect of AC dose on decolorization rate

由图 1 可知, 随着活性炭添加量的增加, 脱色率逐渐升高, 但上升的趋势越来越平缓, 当添加量到 4 g/100 mL 之后, 脱色率变化不大, 这可能是由于活性炭对色素的吸附量与溶液中色素的浓度有关, 当溶液中可以吸附的色素较多时, 活性炭对它们的吸附量也较大<sup>[17-18]</sup>, 脱色率上升, 而当吸附达到饱和后, 再增加活性炭添加量, 对脱色率也不会有较大影响, 由图 1 可知, 活性炭添加量在 4 g/100 mL 左右吸附达到饱和, 因此活性炭添加量选用 4 g/100 mL 的水平。

#### 2.1.2 脱色温度对脱色率的影响

取 25 mL 棉子糖提取液, 加入 4 g/100 mL 活性炭, 并调 pH 值到 4.5, 在不同温度, 100 r/min 的水浴恒温振荡器中反应 2 h, 过滤后调节 pH 值为中性, 测定色值, 计算脱色率, 结果如图 2 所示。

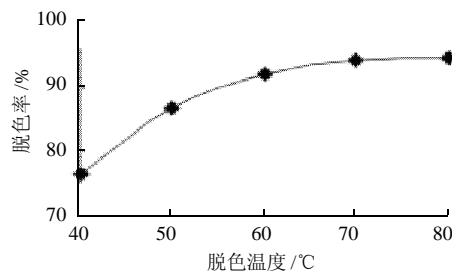


图 2 脱色温度对脱色率的影响

Fig.2 Effect of temperature on decolorization rate

在脱色过程中, 脱色温度对活性炭的吸附有显著的影响。由图 2 可以看出, 随着脱色温度的升高, 脱色率逐渐升高。这可能是由于温度的升高促进提取液内分子的运动, 有利于活性炭与提取液内分子的吸附<sup>[12,17]</sup>。另一方面因为活性炭上的吸附大多是可逆的物理吸附,

即在一定的温度和压力下达到平衡的体系, 高温、低压下又会解吸下来, 而且过高的温度, 可能会导致提取液内蛋白质等对温度敏感物质的变性, 进而影响吸附效果<sup>[13-14]</sup>, 因此本实验采用 50℃ 左右的温度进行脱色。

### 2.1.3 pH 值对脱色率的影响

调节提取液到不同的 pH 值, 加入 4g/100mL 活性炭, 在 50℃、100r/min 的水浴恒温振荡器中吸附 2h, 过滤后调 pH 值为中性, 测定色值并计算脱色率, 结果如图 3 所示。

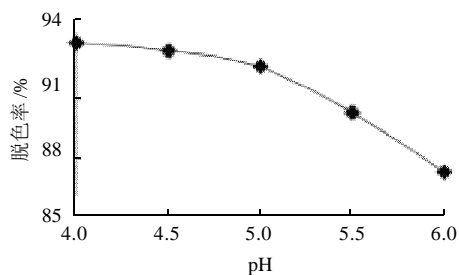


图3 pH 值对脱色率的影响

Fig.3 Effect of pH on decolorization rate

因 pH 值过低, 会腐蚀设备, 还可能促进棉子糖的酸性水解<sup>[18]</sup>, 因此, 本实验所用 pH 值最低为 4.0。从图 3 可以看出, 活性炭脱色过程受 pH 值影响较大, 随着 pH 值的增加, 脱色率呈下降趋势, pH 值到 5.0 以后, 脱色率下降趋势非常显著, 这与活性炭本身的特性和麦胚中酚类色素对 pH 值的敏感性有关, 活性炭具有芳香环式的结构, 易于吸附芳香族有机物(糖液中的有色物质大部分属于这类), 对不带电物质的吸附力较强, 而对带电物质的吸附与溶液 pH 值有关, 在酸性溶液中吸附较强, 碱性溶液中较弱, 因为麦胚中色素多为酚类, 为弱酸性物质, 在低 pH 值时带电较少以至不带电, 较易被吸附, 高 pH 值时电荷较强, 不利于吸附<sup>[17]</sup>。因此, 在低 pH 值条件下活性炭脱色率高, 而随 pH 值升高脱色率下降。因此, 脱色过程中, pH 值应控制在酸性范围内, 本实验选用 4.5~5.5 水平。

### 2.1.4 时间对脱色率的影响

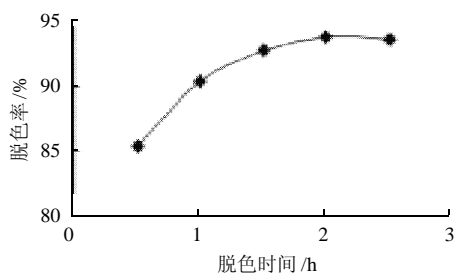


图4 脱色时间对脱色率的影响

Fig.4 Effect of operation time on decolorization rate

取 25mL 棉子糖提取液, 调节 pH 值为 5.0, 加入 4g/100mL 活性炭, 在 50℃、100r/min 水浴恒温振荡器中吸附不同时间后, 过滤测定各吸附时间下的脱色率, 结果如图 4 所示。

由图 4 可以看出, 随着吸附时间的增加, 脱色率逐渐升高, 活性炭和糖液混合 2h 时脱色率达到最大, 之后变化微小, 这是由于活性炭脱色是一个可逆的吸附过程, 需要一定的时间充分接触以达到平衡<sup>[14]</sup>。由图 4 可知, 经过 2h 吸附过程基本达到平衡, 再增加接触时间对结果的影响不大, 不能有效提高脱色效率, 还有可能降低生产效率。

### 2.2 脱色条件的优化

在单因素试验基础上, 采用 Box-Behnken 中心设计原理, 对影响脱色率较大的活性炭用量、脱色温度、pH 值 3 个因素, 采用 SAS 8.1 分析软件设计三因素三水平中心组合试验, 试验因素水平设计及结果见表 1、2。

表1 Box-Behnken 设计因素及水平表

Table 1 Factors and levels in Box-Behnken central composite design

因素	编码值	水平		
		-1	0	1
活性炭添加量/(g/100mL)	$X_1$	3	4	5
脱色温度/℃	$X_2$	40	50	60
pH	$X_3$	4.5	5.0	5.5

表2 Box-Behnken 试验设计与结果

Table 2 Experimental design for response surface analysis and corresponding results

试验号	$X_1$	$X_2$	$X_3$	脱色率/%
1	-1	-1	0	76.6
2	-1	1	0	74.7
3	1	-1	0	83.2
4	1	1	0	92.5
5	0	-1	-1	82.3
6	0	-1	1	88.1
7	0	1	-1	90.9
8	0	1	1	87.4
9	-1	0	-1	84.9
10	1	0	-1	88.6
11	-1	0	1	71.9
12	1	0	1	89.3
13	0	0	0	92.8
14	0	0	0	92.3
15	0	0	0	93.1

注: 共有 15 个试验, 其中 12 个为析因试验, 3 个为中心试验, 以估计误差。

#### 2.2.1 不同因素对棉子糖提取液脱色率的影响

为考察各因素对脱色率的影响, 以脱色率(Y)为指标, 利用 SAS 8.1 分析软件对表 2 的试验结果进行分析, 得到 3 因素与棉子糖提取液脱色率之间的回归方程如下:

$$Y=92.73+5.69X_1+1.91X_2-1.25X_3+2.80X_1X_2+3.43X_1X_3-2.32X_2X_3-7.24X_1^2-3.74X_2^2-1.82X_3^2$$

对该回归方程进行方差分析, 结果见表3。

表3 脱色率方差分析结果

Table 3 ANOVA analysis for decolorization rate with various operation conditions

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	635.73	9	70.64	12.45	0.0063	**
$X_1$	258.78	1	258.78	45.62	0.0011	**
$X_2$	29.26	1	29.26	5.16	0.0723	
$X_3$	12.50	1	12.50	2.20	0.1978	
$X_1X_2$	31.36	1	31.36	5.53	0.0655	
$X_1X_3$	46.92	1	46.92	8.27	0.0347	*
$X_2X_3$	21.62	1	21.62	3.81	0.1083	
$X_1^2$	193.63	1	193.63	34.13	0.0021	**
$X_2^2$	51.69	1	51.69	9.11	0.0295	*
$X_3^2$	12.19	1	12.19	2.15	0.2026	
残差	28.36	5	5.67			
误差	0.33	2	0.16			
总和	664.09					

注: \*.差异显著,  $P < 0.05$ ; \*\*.差异极显著,  $P < 0.01$ 。

从表3可以看出, 回归模型达到显著水平( $P < 0.05$ ), 而误差项不显著, 而且回归模型的决定系数  $R^2=0.9573$ , 说明回归方程与实际情况吻合较好, 试验误差较小, 因此可用该回归方程代替实验真实点对试验结果进行分析。回归模型各项的方差分析结果还表明, 二次项有较显著的影响, 所以响应值的变化相当复杂, 各个因素对响应值的影响不是简单的线性关系。回归模型中显示了多项交互作用, 其中作用极显著的是  $X_1$ 、 $X_1^2$ , 显著的是  $X_1X_3$ 、 $X_2^2$ 。因此, 在一定范围内可调节活性炭添加量、脱色温度、pH 值的关系, 使棉子糖提取液脱色率达到所需水平。影响脱色率的各因素按影响大小排序依次为活性炭添加量( $X_1$ )>脱色温度( $X_2$ )>pH( $X_3$ )。

## 2.2.2 各因素间交互作用对棉子糖提取液脱色率的响应面分析

通过 SAS 8.1 软件分析, 如表3所示, 以脱色率  $Y$  和  $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$  分别进行分析比较, 作出如图5所示的响应曲面及等高线图, 可以直观地看到各因素之间的交互情况。

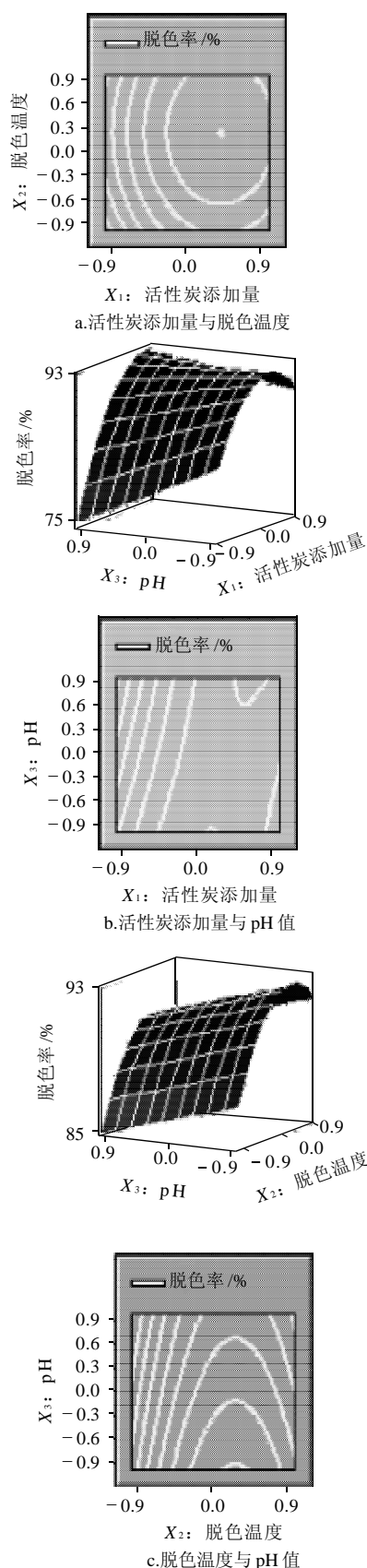
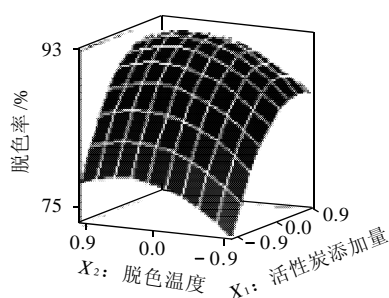


图5 各两因素交互作用的响应面及等高线图

Fig.5 Response surface and contour plots showing the pairwise interaction effects of three conditions on decolorization rate

由图5可知,  $X_1$ 与 $X_3$ 之间交互作用对棉子糖提取液脱色率的影响最大, 而 $X_2$ 、 $X_3$ 两因素之间的交互作用对棉子糖提取液脱色率的影响最小。

### 2.2.3 验证实验

为确定各因素的最佳取值, 可以利用SAS 8.1软件进行分析, 得出回归模型存在最大值点, 与之对应的实际值为活性炭添加量( $X_1$ )4g/100mL、脱色温度( $X_2$ )50℃、pH( $X_3$ )5.0, 此时活性炭脱色率可达94.3%。在此优化条件下进行3次平行验证实验, 棉子糖提取液脱色率平均可达94.6%, 说明采用RSM法优化得到的脱色条件可靠。经HPLC测定, 脱色前后提取液中棉子糖含量分别为8.94mg/mL和8.77mg/mL, 损失极小。

## 3 结 论

本实验对棉子糖提取液脱色过程中影响脱色率的4个主要因素: 活性炭添加量、脱色温度、溶液pH值、脱色时间分别进行单因素和响应面实验, 从而对提取液脱色过程中各因素的最佳条件进行一定探讨, 最佳脱色条件为活性炭添加量4g/100mL、脱色温度50℃、溶液pH5.0、脱色时间2h, 该工艺条件下提取液脱色率可达94.6%。经HPLC测定, 脱色前后棉子糖含量分别为8.94mg/mL和8.77mg/mL, 损失极小。采用活性炭对棉子糖提取液脱色可取得良好效果。

### 参考文献:

- [1] NAGURA T, HACHIMURA S, HASHIGUCHI M, et al. Suppressive effect of dietary raffinose on T-helper 2 cell-mediated immunity[J]. British Journal of Nutrition, 2002, 88(4): 421-426.
- [2] 崔洪斌. 大豆生物活性物质的开发与应用[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2001: 66-87.
- [3] 杨寿清. 天然功能性活性因子: 棉籽糖[J]. 冷饮与速冻食品工业, 2002, 8(3): 42-44.
- [4] MARTINEZ-VILLALUENGA C, FRIAS J, GOMEZ R. Influence of addition of raffinose family oligosaccharides on probiotic survival in fermented milk during refrigerated storage[J]. International Dairy Journal, 2006, 16(7): 768-774.
- [5] NISHIZAWA A, YABUTA Y, SHIGEOKA S. Galactinol and raffinose constitute a novel function to protect plants from oxidative damage[J]. Plant Physiology, 2008, 147(3): 1251-1263.
- [6] 戴卫东, 李泉, 王寿武. 从棉籽粕中提取棉籽糖的浸出工艺研究[J]. 贵州化工, 2008, 33(5): 4-6.
- [7] 尤瑜敏, 倪培德, 张大煜. 无腺体棉籽中棉籽糖的提取[J]. 中国粮油学报, 1996, 11(6): 49-54.
- [8] 王兴国, 金青哲, 刘元法, 等. 脱脂棉籽粕中棉籽糖提取方法的研究[J]. 中国油脂, 2005, 30(5): 57-60.
- [9] 詹少春, 梁立新, 邹芳. 用乙醇-水从双液相棉粕中提取棉子糖的研究[J]. 南京工业大学学报, 2006, 28(1): 46-49.
- [10] HICKEY C A, MURPHY E L, CALLOWAY D H. Intestinal-gas production following ingestion of commercial wheat cereals and milling fractions[J]. Cereal Chem, 49: 276-283.
- [11] 田芳. 小麦胚芽的营养保健价值及其开发利用[J]. 农业工程技术: 农产品加工, 2007(8): 36-39.
- [12] 金青哲, 姜秋水, 乔国平. 棉籽糖提取液的脱色与棉酚去除[J]. 中国油脂, 2005, 30(4): 47-49.
- [13] 戴卫东, 钱礼华, 汪守健. 活性炭吸附棉籽糖液中色素的工艺研究[J]. 食品科技, 2009, 34(9): 213-216.
- [14] 梁立新, 云志. 棉籽双液相萃取工艺甲醇相中棉子糖提取液的脱色[J]. 食品与发酵工业, 2007, 33(4): 73-76.
- [15] 乔国平. 棉籽粕中棉子糖的提取[D]. 无锡: 江南大学, 2008.
- [16] 糖品统一分析方法国际委员会. 糖品分析[M]. 北京: 轻工业出版社, 1985: 175.
- [17] 霍汉镇, 谭必明. 活性炭-高效的糖液脱色剂[J]. 广州轻工业, 2003(3): 16-19.
- [18] KUMAR C G, PARRACK P. Activated charcoal: a versatile decolorization agent for the recovery and purification of alkaline protease[J]. World Journal of Microbiology and Biotechnology, 2003, 19(3): 243-246.