

文章编号: 1674-9057(2010)02-0289-03

超声波协同超微粉技术辅助酸法提取黑木耳果胶

韦汉昌^{1,2}, 梁锦叶³, 韦群兰², 李若华⁴

(1. 广西大学 化学化工学院, 南宁 530004; 2. 南宁地区教育学院 理工系, 南宁 530001;
3. 桂林理工大学 南宁分校, 南宁 530001; 4. 广西师范学院 化学系, 南宁 530001)

摘要: 探讨了超声波协同超微粉技术辅助酸法提取黑木耳果胶的工艺条件。分别考察了超声波辐射强度、液料比、温度、pH 值及提取时间等因素对果胶得率的影响, 并以此为基础用正交法优化提取黑木耳果胶的工艺参数。结果表明, 采用此法从黑木耳中提取果胶的适宜工艺条件为超声波辐射强度 70 W/kg、液料质量比40:1、温度 70 ℃、pH 值 3.0、提取时间 60 min。在此条件下, 木耳果胶得率可达 35.45%, 与其他方法相比, 果胶得率最高。

关键词: 超声波; 超微粉技术; 黑木耳果胶; 提取条件

中图分类号: TS202.3; TS201.2

文献标志码: A

黑木耳的细胞壁中含有丰富的胶原物质即果胶, 主要成分为类多糖物质。近年来, 国内在黑木耳果胶及多糖提取方面已有一些研究, 采用的方法有酶法、酸法、超微粉技术协同酸法、微波法等, 但是果胶得率普遍较低。超声波能在溶剂和试样之间产生声波空化作用, 导致溶液内气泡的形成、增长和爆破压缩, 从而使固体样品分散, 增大了样品与萃取溶剂之间的接触面积, 强化传质, 同时能使细胞的破碎程度增加, 有利于胶原成分的提取, 目前已应用于辅助天然物质的提取^[1-2]。本文探讨了超声波协同超微粉技术辅助酸法从黑木耳中提取果胶的工艺条件。

1 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

黑木耳(市售, 产地: 广西百色), 氨水(AR), 95%的乙醇(AR), 盐酸(AR), 精密 pH 值试纸。

1.2 主要仪器设备

PHS-3C 精密 pH 计, BS124S 电子分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司), DWF-100 型电动粉碎机(带 0.28 mm 筛, 河北黄骅县科研

器械厂), BMF-6 型贝利微粉机(济南倍力粉技术工程有限公司), RE201C 旋转蒸发器(爱博特科技发展有限公司), KQ-2200DB 超声波清洗器(上海金鹏分析仪器有限公司), D60-2F 电动搅拌机, 离心机, 减压过滤装置, 101-1A 型电热鼓风干燥箱。

1.3 试验方法

将清除根部、泥沙等杂质后的黑木耳在 60 ℃ 下干燥 12 h 后粉碎, 称取一定量的木耳粉, 按一定的液料质量比加蒸馏水浸泡 6 h 后超微粉碎; 控制一定的温度、时间、pH 值、超声波频率、功率等条件进行浸提; 趁热减压过滤并浓缩滤液至胶稠状, 冷却至常温后用氨水调 pH 值至 4, 加 1 倍体积 95% 乙醇, 搅拌后静置 2 h, 离心分离并回收乙醇溶液, 得白色果胶, 经 50 ℃ 干燥 10 h 后称量。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验

2.1.1 超声波辐射强度对果胶得率的影响 超声波对提取效果的影响程度取决于超声波的辐射强度, 其与频率、功率、受辐射对象的总量有关。本

收稿日期: 2009-04-24

基金项目: 广西自然科学基金项目(桂科自 0832105)

作者简介: 韦汉昌(1963—), 男, 副教授, 研究方向: 应用化学、天然物质的提取, hanchangwei@126.com。

引文格式: 韦汉昌, 梁锦叶, 韦群兰, 等. 超声波协同超微粉技术辅助酸法提取黑木耳果胶[J]. 桂林理工大学学报, 2010, 30(2): 289-291.

试验采用 80 kHz 固定频率,以输出功率与受辐射溶液质量之比值为辐射强度(W/kg),在液料质量比 40:1、提取时间 60 min、提取温度 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、pH 值 3.0 等条件下考查超声波辐射强度对果胶得率的影响。从图 1a 可以看出,随着超声波强度的增加,木耳胶得率逐渐升高。辐射强度为 70 W/kg 时,得率最高;之后,果胶得率缓慢下降,这是由于超声波的机械剪切作用,辐射强度太大会使多糖分子断裂所致。

2.1.2 提取温度对果胶得率的影响 在液料质量比 40:1、提取时间 60 min、超声波辐射强度 70 W/kg 、pH 值 3.0 等条件下考察温度对果胶得率的影响。从图 1b 中可知,在 $70\sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 果胶得率较高。温度提高时果胶的得率降低,这是因为果胶的耐热性较差,温度过高时超声波的机械剪切作用会引起它自身结构的破坏而发生降解,降低果胶的胶凝能力,从而降低果胶得率。

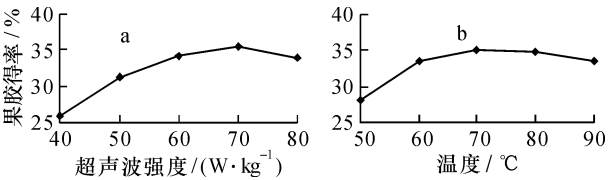


图 1 超声波强度(a)、温度(b)对果胶得率的影响
Fig. 1 Effects of ultrasonic intensity(a) and temperature(b) on pectin yield

2.1.3 液料质量比对果胶得率的影响 图 2a 为在温度 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、提取时间 60 min、超声波辐射强度 70 W/kg 、pH 值 3.0 等条件下考查液料质量比对果胶得率影响。从图中看出,提取的液料质量比为 (40:1)~(50:1) 时,提取效果较好:液料质量比太小,难以保证原料中的果胶质全部转移到液相中,而且粘度大、过滤困难、残留增多,果胶得率降低;液料质量比太大,提取出来的果胶质在溶液中的含量太低,浓缩所需的时间长、乙醇的消耗量大,沉淀效果也不理想。

2.1.4 提取时间对木耳果胶得率的影响 在液料质量比为 40:1、温度 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、超声波辐射强度 70 W/kg 、pH 值 3.0 等条件下提取时间对果胶得率影响情况见图 2b。提取时间为 60 min 时,提取效果较好。提取时间太短,木耳果胶溶脱量低;时间过长,超声波的机械剪切作用以及酸解会增加果胶分子的降解,使果胶得率降低。

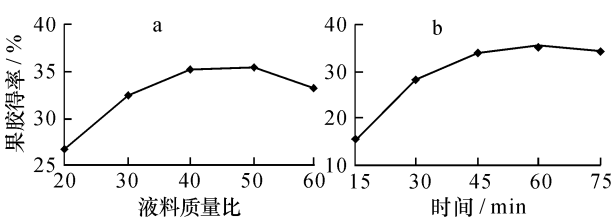


图 2 液料比(a)、时间(b)对果胶得率的影响
Fig. 2 Effects of liquid-solid ratio(a) and extracting time(b) on pectin yield

2.1.5 酸度对木耳果胶得率的影响 图 3 为在液料质量比 40:1、温度 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、提取时间 60 min、超声波辐射强度 70 W/kg 等条件下酸度对果胶得率的影响:pH 值过大,提取过程中果胶水解过度,致使果胶脱去酯基、裂解而使提取率下降,而且产品色泽也变深;酸度过小也不利于木耳果胶的溶脱。pH 值为 2.0~3.0 时果胶得率较高。

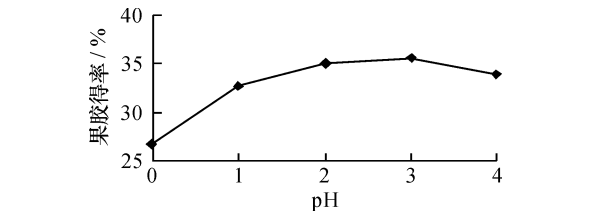


图 3 酸度对果胶得率的影响
Fig. 3 Effects of extracting acidity on pectin yield

2.2 木耳果胶提取条件的优化

由单因素试验结果,选择液料质量比(A)、提取温度(B)、提取时间(C)、提取液 pH 值(D)及超声波辐射强度(E)等作为考察因素,以木耳果胶得率为考察指标,按 $L_{16}(4^5)$ 正交表进行五因素四水平正交试验,正交试验设计及试验结果分析见表 1。

各因素对木耳果胶得率的影响程度为 $C > B > A > D > E$,优化的提取方案为 $C_3B_2A_2D_3E_3$,即提取条件为时间 60 min、温度 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、液料比 40:1、pH 值 3.0、超声波辐射强度 70 W/kg 。在此条件下进行了 3 次平行试验,果胶平均得率为 35.45%。

2.3 试验结果与其他提取方法的比较

表 2 为本提取方法果胶得率与其他方法的比较,超声波协同超微粉技术辅助提取木耳果胶的效果最好。因为超微粉技术能将木耳粉颗粒粉碎至微米级甚至可达到纳米级,大幅增加样品与萃取溶剂之间的接触面积,超声波可在溶剂和试样之

表 1 正交试验设计及试验结果

Table 1 Design and results of orthogonal experiment						
序号	A 液料质 量比	B 提取温 度/℃	C 提取时 间/min	D pH	E 超声波辐射强 度/(W·kg ⁻¹)	果胶得 率/%
1	30	60	30	1	50	8.39
2	30	70	45	2	60	25.05
3	30	80	60	3	70	33.86
4	30	90	75	4	80	15.62
5	40	60	45	3	80	30.13
6	40	70	30	4	70	26.30
7	40	80	75	1	60	29.60
8	40	90	60	2	50	22.65
9	50	60	60	4	60	25.70
10	50	70	75	3	50	32.87
11	50	80	30	2	80	22.45
12	50	90	45	1	70	25.28
13	60	60	75	2	70	22.80
14	60	70	60	1	80	28.73
15	60	80	45	4	50	24.62
16	60	90	30	3	60	15.24
K ₁	82.92	87.02	72.38	92.00	88.53	
K ₂	108.68	112.95	105.08	92.95	95.59	
K ₃	106.30	110.53	110.94	112.10	108.24	
K ₄	91.39	78.79	100.89	92.24	96.93	
R	25.76	34.16	38.56	20.10	19.71	

表 2 不同提取方法的木耳果胶得率比较

Table 2 Comparison of auricularia pectin yield from different extracting methods					
提取方法	酸法 ^[3]	酶法 ^[4]	微波 法 ^[5]	超微粉 法 ^[6]	超声波协同 超微粉技术 辅助酸法
果胶得率/%	17.07	9.9	30.0	15.78	35.45

间产生声波空化作用，强化传质，同时能使细胞的破碎程度增加，两者协同更有利于木耳果胶的提取。

3 结束语

广西是黑木耳的主要产地之一，研究黑木耳果胶的提取对黑木耳的综合开发具有重要的实际意义。采用超声波协同超微粉技术辅助提取黑木耳果胶具有提取温度低、时间短、提取率高等特点，可为黑木耳的深加工提供参考。

参考文献：

[1] 牛波, 邱海霞, 田景振, 等. 超声强化提取技术 [J]. 山东中医杂志, 2000, 19 (10): 629-630.

[2] 刘荣, 孙芳, 陈秀丽, 等. 超声波在松仁多糖提取中的应用 [J]. 林产化学与工业, 2007, 27 (1): 117-120.

[3] 林敏, 吴冬青, 李彩霞. 黑木耳多糖提取条件的研究 [J]. 河西学院学报, 2004, 20 (5): 87-89.

[4] 刘立梅. 黑木耳多糖的分别酶解法提取及脱蛋白工艺研究 [J]. 中国酿造, 2009 (3): 124-126.

[5] 张海林, 朱磊. 微波法提取黑木耳凝胶的工艺研究 [J]. 中国林副特产, 2006 (4): 16-17.

[6] 杨春瑜, 薛海晶. 超微粉对黑木耳多糖提取率的影响 [J]. 食品研究与开发, 2007, 28 (7): 34-36.

Extracting Auricularia Pectin Acid Method by Ultrasound Wave and Ultrafine Powder Technique

WEI Han-chang^{1,2}, LIANG Jin-ye³, WEI Qun-lan², LI Ruo-hua⁴

(1. School of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University, Nanning 530004, China; 2. Nanning Education College, Nanning 530001, China; 3. Nanning School, Guilin Institute of Technology, Nanning 530001, China; 4. Guangxi Teacher Education University, Nanning 530001, China)

Abstract: The technique of extracting auricularia pectin by acid method coupled by ultrasound wave and ultrafine powder is researched. Based on ultrasound intensity, liquid-solid ratio, extracting temperature and time on auricularia pectin yield and extracting conditions are optimized by orthogonal experimental design. The experiment shows that the optimal extracting conditions are: ultrasound intensity 70 W/kg, liquid-solid ratio 40:1, extracting temperature 70 ℃, pH 3.0 and extracting time 60 min. Under these conditions, auricularia pectin yield can reach 35.45%, better than other extracting methods.

Key words: ultrasound wave; ultrafine powder technique; auricularia pectin; extracting condition