

文章编号: 1673-2383(2014)06-0025-05

网络出版网址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/41.1378.N.20141229.0930.006.html>

网络出版时间: 2014-12-29 9:30:30

微波-超声波辅助提取小麦麸皮中酚基木聚糖的研究

范玲, 马森, 王晓曦*, 王瑞, 陈成

(河南工业大学 粮油食品学院, 河南 郑州, 450001)

摘要: 以小麦麸皮为原料, 研究微波功率、微波时间、超声波功率、超声波时间对小麦麸皮中水溶性酚基木聚糖(SPX)提取率的影响, 同时分析了小麦麸皮水溶性酚基木聚糖的基本成分和抗氧化性. 利用响应面法优化小麦麸皮水溶性酚基木聚糖的微波-超声波辅助提取工艺. 通过响应面分析获得最佳工艺条件为: 微波功率 595 W, 微波时间 6 min, 超声波功率 300 W, 超声波时间 30 min, 小麦麸皮中水溶性酚基木聚糖提取率为 28.33%. 对提取的小麦麸皮水溶性酚基木聚糖的抗氧化性研究表明: 水溶性酚基木聚糖对羟自由基有清除作用, 对铁离子有还原能力.

关键词: 小麦麸皮; 水溶性酚基木聚糖; 响应面法; 抗氧化性

中图分类号: TS201.2

文献标志码: B

0 引言

酚基木聚糖主要存在植物的细胞壁中, 是半纤维素的主要组成成分. 酚基木聚糖是由(1→4)-β-D-吡喃木糖为骨架, 其侧链取代基主要为α-L-阿拉伯呋喃糖、α-D-葡萄糖醛酸、阿魏酸衍生物、4-甲基醚衍生物和乙酰基^[1]. 酚基木聚糖具有增强机体的免疫能力、预防慢性疾病等功能^[2-3], 由于其独特的生物活性和生理功能, 近年来, 酚基木聚糖在生物、医学、食品等领域应用广泛. 木聚糖的水解产物——低聚木糖, 作为功能性产品在食品工业方面也具有较好的发展前景. 此外, 酚基木聚糖中的酚酸是天然的抗氧化剂, 可通过自由基清除体系来防止油脂和蛋白的氧化, 从而发挥体外抗炎症效果和抗癌效果^[4-5].

小麦麸皮是小麦加工过程中主要副产物之一, 含 46% 的酚基木聚糖^[6], 是生产酚基木聚糖的较好来源. 小麦麸皮中酚基木聚糖的提取通常采用碱提法和酶解法, 但这两种方法的提取时间都

较长. 微波-超声波提取技术主要是将微波与超声波分阶段联合和协同提取植物成分的一种方法, 具有环保、速度快、效率高和方便等特点^[7-8]. 作者的微波-超声波法主要利用微波的高温快速降解小麦麸皮, 超声波破坏小麦麸皮的细胞壁, 以微波和超声波的协同作用快速、高效地提取酚基木聚糖. 本试验在对小麦麸皮进行微波和超声波后, 再用碱法提取酚基木聚糖, 并用响应面法对提取工艺优化, 同时对在相同条件下的碱法和超声波-碱法以及在最佳条件下的微波-超声波辅助碱法所提的水溶性酚基木聚糖的基本成分和抗氧化性进行比较和分析.

1 材料与方法

1.1 材料

小麦麸皮(水分 14.4%, 灰分 6.66%, 脂类 4.4%, 蛋白质 15.30%, 淀粉 10.13%, 总糖 49.11%); 中鹤面粉厂; DPPH: TCI; 没食子酸: Solarbio; TPTZ、福林酚: Sigma; 乙酸钠、FeCl₃·6H₂O、FeSO₄·7H₂O、碳酸钠、氢氧化钠: 天津市科密欧化学试剂有限公司; 甲醇、盐酸: 洛阳吴华化学试剂有限公司; 乙酸、无水乙醇: 天津市天力化学试剂有限公司.

1.2 仪器与设备

SHZ-D(III) 循环水式真空泵: 巩义市予华仪器有限责任公司; JXFM110 锤式旋风磨: 杭州其伟光电科技有限公司; 101A-3E 电热鼓风干燥箱: 上

收稿日期: 2014-06-04

基金项目: 国家自然科学基金项目(31271815, 31301594); 现代农业产业技术体系建设专项(CARS-14); “十二五”国家科技支撑计划课题(2012BAD34B01); 河南工业大学高层次人才基金(2012BS031)

作者简介: 范玲(1989-), 女, 河南周口人, 硕士研究生, 研究方向为谷物化学与品质.

*通信作者

海实验仪器厂有限公司;P70D20TL-D4 微波炉;广东格兰仕微波炉电器制造有限公司;LCD 超声波细胞粉碎机;宁波新芝生物科技股份有限公司;电热恒温振荡水槽;上海精宏实验设备有限公司;实验室 PH 计;梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;LXJ-11B 低速大容量多管离心机;上海安亭科学仪器厂;LGJ-10C 冷冻干燥机;北京四环科学仪器厂有限公司;752N 紫外可见分光光度计;上海精密科学仪器有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 小麦麸皮预处理

小麦麸皮经过冷水反复冲洗后真空过滤,在 50 °C 下烘 24 h,通过锤式旋磨粉碎过 60 目筛。

1.3.2 微波-超声波辅助法

取一定量的小麦麸皮粉末,加入蒸馏水,放入微波炉中处理到给定的时间后,用 2% 的 NaOH 溶液(1:15)溶解,采用不同的超声波功率和超声波时间超声波处理后,将物质放入 55 °C 的恒温水浴锅中浸提 90 min,取出,悬浊液以 4 500 r/min 离心 15 min,得上清液,用 4 mol/L HCl 将其 pH 调到 7,离心后取上清液,加 2 倍体积的无水乙醇在 4 °C 下沉淀 12 h 后,离心得沉淀,冷冻干燥,称质量。

$$\text{提取率}(\%) = \frac{\text{提取物质量}}{\text{麸皮质量}} \times 100.$$

1.3.3 响应面优化试验

根据 Box-Behnken 中心组合试验设计,以微波功率、微波时间、超声波功率和超声波时间为自变量,以水溶性酚基木聚糖得率为响应值,设计 4 因素 3 水平的响应面分析试验,确定微波-超声波辅助提取水溶性酚基木聚糖的最佳工艺。试验结果水平见表 1。

表 1 响应面试验因素和水平

水平	A 微波功率 /W	B 微波时间 /min	C 超声波功率 /W	D 超声波时间 /min
-1	490	2	150	15
0	595	6	300	30
1	700	10	450	45

1.4 抗氧化性质的测定方法

1.4.1 DPPH·自由基清除能力的测定

将 2.5 mL 样品溶液与 1.5 mL 0.08 mg/mL DPPH·甲醇溶液混合,在室温下避光反应 1 h 后,在 517 nm 处测定吸光度,以蒸馏水作空白对照,没食子酸作 100% 活性对照。抗氧化能力用 EC50 表示。清除自由基能力(RSA)为:

$$\text{RSA}(\%) = \frac{A_0 - (A_{\text{ini}} - A_1)}{A_0 - A_{\text{ref}}} \times 100,$$

式中: A_0 是 DPPH·溶液的初始吸光度; A_{ini} 是 DPPH·溶液与样品溶液反应 1 h 后的吸光度; A_1 是样品溶液与水溶液的吸光度; A_{ref} 是 DPPH·溶液与没食子酸反应 1 h 后的吸光度。

1.4.2 还原能力的测定

采用 Fe 离子还原法(FRAP)测定样品的抗氧化能力。将 0.5 mL 样品溶液与 4.5 mL FRAP 试剂(300 mmol/L NaAc-HAc 缓冲液,10 mmol/L TPTZ,20 mmol/L $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 以 10:1:1 的体积比配制)混合,加热到 37 °C,4 min 后,在 595 nm 处测定样品的吸光度。以蒸馏水作空白对照,以 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 作标准曲线。FRAP 值以 1 g 样品所含 Fe^{2+} ($\mu\text{mol/L}$)表示。

1.5 水溶性酚基木聚糖(SPX)基本成分的测定

1.5.1 总酚含量的测定

在室温下,将 1 mL 样品溶液与 2 mL 的福林酚试剂混合,再向其中加入 6 mL 20% 的碳酸钠和 1 mL 的去离子水,反应 2 h 后,在 765 nm 处测定吸光度,对没食子酸作标准曲线,TP 值表示没食子酸含量,mg/g。

1.5.2 蛋白质含量的测定

采用凯式定氮法进行测量。取 0.1 g 水溶性酚基木聚糖粉末,向其中加入催化剂及硫酸进行消化,然后进行蛋白质的测定。

2 结果和讨论

2.1 响应面试验结果与分析

2.1.1 响应面试验结果

响应面试验设计及结果见表 2。

2.1.2 响应面试验分析

利用 Design-Expert 对表 2 数据进行二次多元回归方程拟合,得到微波功率(A)、微波时间(B)、超声波功率(C)及超声波时间(D)对水溶性酚基木聚糖提取率(Y)二次多元回归方程为:

$$Y = 28.34 + 0.47A + 0.18B + 0.082C + 0.23D + 5.000E - 0.03AB - 0.61AC - 0.24AD - 0.41BC + 0.018BD - 0.075CD - 0.48A^2 - 0.61B^2 - 0.70C^2 - 0.23D^2.$$

回归模型方差分析的结果见表 3。

表 3 结果显示,回归方程 $P < 0.001$,表示模型极显著,而失拟项 $P > 0.05$ 不显著,模型决定系数 $R^2 = 0.9145$,修正系数 $R^2_{\text{adj}} = 0.8148$,说明该模型数据与试验数据拟合较好,且试验误差主要来源于试验操作,而不是模型本身。因此,该响应面能较好地反映试验结果,适合用于小麦麸皮中水溶性酚基木聚糖的提取。各因素对水溶性酚基木聚糖提取率影响大小的顺序为 $A > D > B > C$ 。

表2 响应面试验设计及结果

试验号	A/W	B/min	C/W	D/min	Y/%
1	-1	-1	0	0	26.51
2	1	-1	0	0	27.61
3	-1	1	0	0	26.89
4	1	1	0	0	28.01
5	0	0	-1	-1	27.01
6	0	0	1	-1	27.54
7	0	0	-1	1	27.42
8	0	0	1	1	27.65
9	-1	0	0	-1	26.47
10	1	0	0	-1	27.73
11	-1	0	0	1	27.72
12	1	0	0	1	28.04
13	0	-1	-1	0	26.14
14	0	1	-1	0	27.35
15	0	-1	1	0	27.23
16	0	1	1	0	26.85
17	-1	0	-1	0	26.31
18	1	0	-1	0	28.45
19	-1	0	1	0	27.35
20	1	0	1	0	27.04
21	0	-1	0	-1	27.35
22	0	1	0	-1	27.56
23	0	-1	0	1	27.67
24	0	1	0	1	27.95
25	0	0	0	0	28.71
26	0	0	0	0	28.07
27	0	0	0	0	28.23

由表3可知,A一、二次项系数极显著;B和D一次项系数显著,二次项系数极显著;C一次项系数不显著,二次项系数极显著.且交互项AC极显著,BC显著,说明各因素对SPX的影响不是简单的线性结构.

2.1.3 交互作用分析

微波功率与超声波功率交互作用对小麦麸皮SPX提取率影响的响应面和等高线如图1所示.微波时间与超声波功率交互作用对小麦麸皮SPX提取率影响的响应面和等高线如图2所示.

由图1和图2可知,在选定的范围内存在极值,即响应面的最高值,也是等高线最小椭圆的中心,且微波功率与超声波功率的交互作用极显著;微波时间与超声波功率交互作用显著.对模型进行进一步的分析得出试验预测的最佳条件:微波功率660.07 W,微波时间6.99 min,超声波功率255.89 W,超声波时间33.66 min,SPX得率28.52%.为使实际操作更方便,将最佳工艺条件修

表3 回归模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	9.83	14	0.7	9.17	0.000 2	**
A	2.64	1	2.64	34.5	<0.000 1	**
B	0.37	1	0.37	4.8	0.048 9	*
C	0.08	1	0.08	1.05	0.326 7	
D	0.65	1	0.65	8.47	0.013 1	*
AB	1.00E-04	1	1.00E-04	1.31E-03	0.971 8	
AC	1.5	1	1.5	19.6	0.000 8	**
AD	0.22	1	0.22	2.89	0.115 1	
BC	0.63	1	0.63	8.26	0.014 0	*
BD	1.23E-03	1	1.23E-03	0.016	0.901 4	
CD	0.022	1	0.022	0.29	0.597 7	
A ²	1.22	1	1.22	15.99	0.001 8	**
B ²	1.95	1	1.95	25.53	0.000 3	**
C ²	2.64	1	2.64	34.42	<0.000 1	**
D ²	0.29	1	0.29	3.74	0.077 1	**
失拟项	0.7	10	0.07	0.63	0.748 9	
纯误差	0.22	2	0.11			
总变异	10.75	26				
残差	0.92	12	0.077			

注:**表示 $P<0.01$,极显著;*表示 $P<0.05$,显著; $P>0.05$,不显著.

正为微波功率595 W,微波时间6 min,超声波功率300 W,超声波时间30 min,SPX得率28.33%.与预测值相比,其相对误差为0.67%,说明响应面优化得到的提取条件参数准确可信,且具有一定的使用价值.

2.2 SPX抗氧化性及基本组分分析

选出碱提法、微波-超声波辅助法和超声波-碱提法3种提取方法所得SPX进行基本组分和抗氧化性的测定,SPX的基本组分及抗氧化性见表4.

由表4可知,3种方法所得蛋白质含量逐渐下降,碱提法所得蛋白质含量最大,其次为微波-超声波法,超声波-碱提法所得蛋白质的含量最小.3种方法所得的SPX均有一定的抗氧化性,其中,碱提法所得的SPX抗氧化能力较强.从总酚含量和EC50值可以看出,SPX的抗氧化能力随总酚含量的减小而减小,其中EC50值越小抗氧化能力越强.DPPH·自由基是合成的且以氮为中心的稳定自由基^[9],酚类物质和木聚糖分子具有清除DPPH·自由基的功能,总酚含量增加,其羟自由基清除率增大,抗氧化性增强.但FRAP测定的抗氧化性与DPPH·测定的抗氧化性不一致,主要由于铁还原抗氧化能力法属于单电子反应, Fe^{3+} 被还原成 Fe^{2+} , Fe^{2+} 可以与TPTZ试剂反应生成蓝色络合物.该方法反映的并不是清除样品中某一种自由基的能

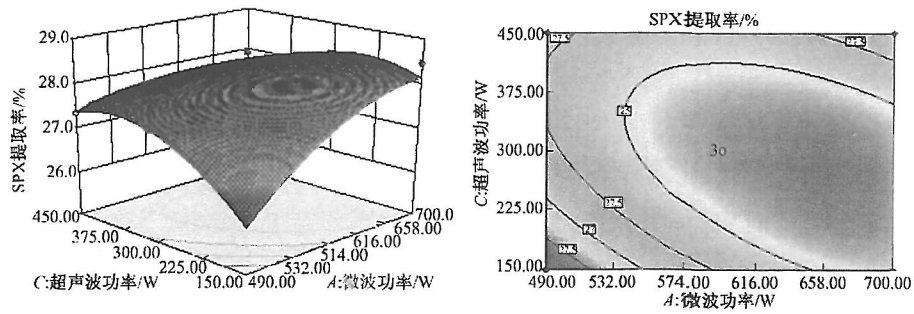


图 1 微波功率与超声波功率交互作用对小麦麸皮 SPX 提取率影响的响应面和等高线

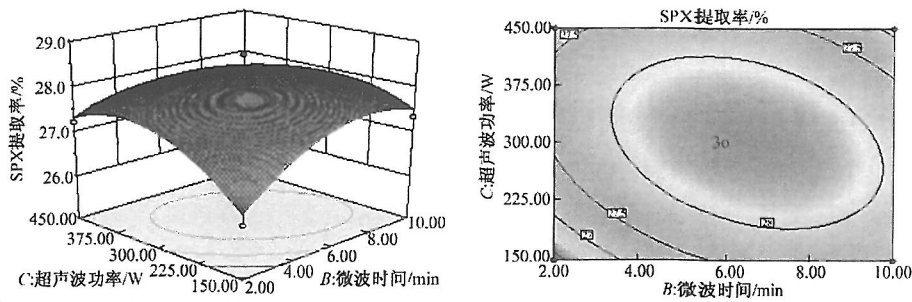


图 2 微波时间与超声波功率交互作用对小麦麸皮 SPX 提取率影响的响应面和等高线

表 4 SPX 的基本组分和抗氧化性

样品	组分		抗氧化性	
	蛋白质 /%	总酚 (mg·g ⁻¹)	ECSO 值 (mg·mL ⁻¹)	FRAP 值 (μmol·L ⁻¹)
A	15.90±0.01 ^a	15.26±0.08 ^a	0.88	56.80±0.31 ^a
B	13.81±0.01 ^b	14.21±0.16 ^b	0.90	62.05±0.31 ^b
C	13.29±0.02 ^c	13.48±0.28 ^c	1.02	92.96±0.93 ^c

注:A 在碱液浓度 2%, 碱提时间 2.5 h, 碱提温度 55 °C 条件下所得 SPX; B 在微波功率 595 W, 微波时间 6 min, 超声波功率 300 W, 超声波时间 30 min, 碱液浓度 2%, 碱提时间 2.5 h, 碱提温度 55 °C 条件下所得 SPX; C 在超声波功率 300 W, 超声波时间 30 min, 碱液浓度 2%, 碱提时间 2.5 h, 碱提温度 55 °C 条件下所得 SPX。

力, 而是样品的总还原能力^[10]。FRAP 值不只与总酚有关, 还与所提 SPX 中所含的其他组分有关。

3 结论

通过 Box-Behnken 中心组合设计, 优化出小麦麸皮酚基木聚糖提取的最佳工艺: 微波功率 595 W、微波时间 6 min、超声波功率 300 W、超声波时间 30 min, 在此条件下, 小麦麸皮中水溶性酚基木聚糖提取率为 28.33%。通过对碱提法、微波-超声波辅助法和超声波-碱法所得水溶性酚基木聚糖的抗氧化性和基本成分分析表明: 小麦麸皮中水溶性酚基木聚糖均具有一定的抗氧化性, 且对羟

自由基有清除作用, 对铁离子有还原能力。其中, 微波-超声波辅助法所得水溶性酚基木聚糖中蛋白质含量为 13.81%, 总酚含量为 14.21 mg/g。

参考文献:

- [1] Bauer J L, Harbaum-Piayda B, Stockmann H, et al. Antioxidant activities of corn fiber and wheat bran and derived extracts[J]. LWT-Food Sci Technol, 2013, 50: 132-138.
- [2] 刘敬科, 赵巍, 刘莹莹, 等. 小麦糠膳食纤维制备工艺及通便特性的研究[J]. 食品科技, 2014(2): 177-181.
- [3] 戚勃, 李来好. 膳食纤维的功能特性及在食品工业中的应用现状[J]. 现代食品科技, 2006, 22(3): 272-279.
- [4] Iqbal S, Bhanger M I, Anwar F. Antioxidant properties and components of bran extracts from selected wheat varieties commercially available in Pakistan[J]. LWT-Food Science and Technology, 2007, 40(2): 361-367.
- [5] Hromádková Z, Košťálová Z, Ebringerová A. Comparison of conventional and ultrasound-assisted extraction of phenolics-rich heteroxylans from wheat bran[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2008, 15(6): 1062-1068.

- [6] Sun X Y, Liu Z Y, Qu Y B, et al. The effects of wheat bran composition on the production of biomass-hydrolyzing enzymes by *Penicillium decumbens* [J]. *Appl Biochem Biotech*, 2008, 146: 119-128.
- [7] 赵文竹, 于志鹏, 于一丁, 等. 均匀设计微波法提取玉米须中 β -谷甾醇[J]. *食品研究与开发*, 2010(9): 306-309.
- [8] 徐艳阳, 吴海成, 任辉, 等. 超声波法联合微波辅助提取玉米须甾醇的工艺优化[J]. *现代食品科技*, 2013(3): 543-548.
- [9] 何永艳, 冯佰利, 邓涛, 等. 荞麦提取物抗氧化活性研究[J]. *西北农业学报*, 2007, 16(6): 76-79, 84.
- [10] 郭长江, 杨继军, 李云峰, 等. FRAP法测定水果不同部分抗氧化活性[J]. *中国公共卫生*, 2003, 19(7): 841-843.

STUDY ON MICROWAVE-ULTRASONIC-ASSISTED EXTRACTION OF PHENOLIC XYLANS FROM WHEAT BRAN

FAN Ling¹, MA Sen¹, WANG Xiao-Xi¹, WANG Rui¹, CHEN Cheng¹

(School of Food Science and Technology, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: Selecting wheat bran as starting material, we studied the effects of microwave power, microwave time, ultrasonic power and ultrasonic time on the extraction rate of water-soluble phenolic xylans in wheat bran, and analyzed the basic compositions and the antioxidant activity of the water-soluble phenolic xylans. Through response surface methodology, we obtained the optimum extraction parameters: microwave power 595 W, microwave time 6 minutes, ultrasonic power 300 W, and ultrasonic time 30 minutes; and the extraction rate of water-soluble phenolic xylans was 28.33% under the optimum conditions. We also studied the antioxidant activity of the water-soluble phenolic xylans in wheat bran; and the results showed that the water-soluble phenolic xylans had effects in scavenging hydroxyl free radicals and reducing iron ions.

Key words: wheat bran; water-soluble phenolic xylans; response surface methodology; antioxidant activity