

酶法滚筒干燥制备中DE值麦芽糊精的工艺条件研究

吴井志, 张燕萍*

(江南大学食品学院, 江苏无锡 214122)

摘要:以玉米淀粉为原料,采用响应面分析法优化酶法结合滚筒干燥制备中DE值麦芽糊精的工艺条件。结果表明,滚筒转速73.1r/min(实际操作中滚筒转速取73r/min),蒸汽压0.32MPa,耐高温 α -淀粉酶6.33U/g,淀粉乳浓度40.6%,在此条件下可得到麦芽糊精的DE值为3.42%。

关键词:麦芽糊精, DE值, 滚筒干燥, 工艺条件

Study on processing analysis of medium-DE maltodextrin by enzymatic and drum drying

WU Jing-zhi, ZHANG Yan-ping*

(College of Food Science, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

Abstract: Medium-DE maltodextrin was prepared by enzymatic and drum drying using Box-Behnken central composite design combined with response surface methodology with rice starch as raw material. Results indicated that the optimal value was roller speeds 73.1r/min (the roller speeds in actual operation was 73r/min), drum vapor pressure 0.32MPa, α -enzyme dosage 6.33U/g, starch concentration 40.6%. Under this condition, the DE value of maltodextrin was 3.42%.

Key words: maltodextrin; DE; drum drying; process conditions

中图分类号: TS201.2

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2012)18-0270-05

麦芽糊精是DE值小于20的淀粉水解产物^[1-2],具有甜度低、粘度高、溶解性好等特性^[3],被广泛应用于糖果、造纸、纺织和水果贮藏保鲜等领域^[3-4]。麦芽糊精按DE值大小可以分为低DE值(1%~2%)、中DE值($\leq 10\%$)、高DE值(15%~20%)麦芽糊精^[5]。目前对麦芽糊精的生产普遍采用的是酶法喷射-喷雾干燥生产工艺,此方法能生产高DE值的麦芽糊精,但是对于中DE值麦芽糊精的生产,因其粘度大,导致生产效率低。滚筒干燥机是一种内加热传导型转动连续干燥设备。其基本原理是将料浆均匀地分布于以蒸汽加热的滚筒表面,形成一层薄膜,水分随即迅速蒸发。然后利用刮刀将薄膜刮下,再进行粉碎,得到颗粒状的产品^[6]。Chun Kiat Pua等^[7]使用响应面分析法优化滚筒干燥条件生产菠萝预糊化淀粉,并得到生产菠萝粉的最佳滚筒条件为336kPa,转速1.2r/min。Vallous等^[8]探究了滚筒转速、蒸汽压对玉米预糊化淀粉的品质影响。本文采用酶法结合滚筒干燥,以DE值为检测指标,在滚筒转速、蒸汽压、耐高温 α -淀粉酶添加量、淀粉乳浓度4个单因素实验的基础上,采用响应面分析法,获得制备中DE值麦芽糊精的最佳工艺条件。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

玉米淀粉 山东恒仁工贸有限公司,水分12.30%、蛋白质0.42%、灰分0.11%、脂肪0.12%、酸度1.50°T;耐高温 α -淀粉酶(44000U/mL) 无锡昌尔盛贸易有限公司;氢氧化钠、葡萄糖、盐酸、酚酞、氢氧化钾 均为分析纯,国药集团化学试剂公司。

温度计、AL104型电子天平、DELTA320型pH计 梅特勒-托利多仪器有限公司;HH-S2S型数显恒温水浴锅 金坛市荣华仪器制造有限公司;GZX-GF-MBS型电热恒温鼓风干燥机 上海跃进医疗器械厂;0505型滚筒干燥机 东台食品机械厂;2000W型铝合金电炉 无锡市华达电热器材厂。

1.2 实验方法

1.2.1 滚筒法制备麦芽糊精的工艺流程

部分水 耐高温 α -淀粉酶
↓ ↓
玉米淀粉 → 淀粉乳 → 滚筒反应 → 麦芽糊精

准确称取一定质量的玉米淀粉,加水调成一定质量分数的淀粉乳,再用0.1mol/L的氢氧化钠调pH至6.0~6.5,然后加耐高温 α -淀粉酶,在不同的滚筒压力和滚筒转速条件下进行反应,冷却、粉碎得到麦芽糊精。

1.2.2 耐高温 α -淀粉酶添加量对麦芽糊精DE值的

收稿日期: 2012-02-29 * 通讯联系人

作者简介: 吴井志(1986-),男,在读硕士,研究方向:制糖工程。

影响 配制质量分数为40%的淀粉乳,然后分别加入5、10、30、35、70、110U/g的耐高温 α -淀粉酶,在滚筒转速为100r/min,蒸汽压为0.3MPa下反应,冷却、粉碎得到麦芽糊精,测其DE值。

1.2.3 滚筒转速对麦芽糊精DE值的影响 配制质量分数为40%的淀粉乳,然后加入30U/g的耐高温 α -淀粉酶,在蒸汽压为0.3MPa,转速分别为25、50、100、150、200r/min下反应,冷却、粉碎得到麦芽糊精,测其DE值。

1.2.4 蒸汽压对麦芽糊精DE值的影响 配制质量分数为40%的淀粉乳,然后加入30U/g的耐高温 α -淀粉酶,在滚筒转速为100r/min,蒸汽压分别为0.25、0.3、0.35、0.4、0.45MPa下反应,冷却、粉碎得到麦芽糊精,测其DE值。

1.2.5 淀粉乳浓度对麦芽糊精DE值的影响 分别配制质量分数为30%、35%、40%、45%、50%、55%的淀粉乳,然后加入30U/g的耐高温 α -淀粉酶,在滚筒转速为100r/min,蒸汽压为0.3MPa下反应,冷却、粉碎得到麦芽糊精,测其DE值。

1.2.6 DE值的测定 参照GB/T 22428.1-2008测定麦芽糊精DE值^[4],计算公式如下:

$$DE(\%) = \frac{V_1 \times 300}{V_2 \times m} \times \frac{100}{DMC}$$

式中, V_1 —混合费林试剂在标定消耗D-葡萄糖标准液体积, mL; V_2 —在测定时消耗样品液体积, mL; m —配制500mL样品液中样品的质量, g; DMC—样品干物质含量, %。

1.2.7 响应面设计 在单因素实验的基础上,采用Design Expert7.0软件,利用响应面方法中的中心复合设计(CCD),以滚筒转速、蒸汽压、耐高温 α -淀粉酶添加量、淀粉乳浓度4个单因素为自变量,每个因素取3个水平, -1、0、+1编码,以DE值为响应值,进行实验设计,实验方案见表1。

表1 中心组合设计因素水平表

Table 1 Variables and levels in central composite design

水平	因素			
	A 淀粉乳浓度 (%)	B 滚筒转速 (r/min)	C 蒸汽压 (MPa)	D 加量酶 (U/g)
-1	40	25	0.3	5
0	45	50	0.4	15
1	50	75	0.5	25

2 结果与分析

2.1 单因素实验

2.1.1 耐高温 α -淀粉酶添加量对麦芽糊精DE值的影响 耐高温 α -淀粉酶添加量对麦芽糊精DE值的影响如图1所示,麦芽糊精DE值随酶用量的增加而增大,出现这种现象的原因可能是由于滚筒温度过高,当酶与其接触后会立刻失去活性,不能充分的水解淀粉,而酶量增加后水解淀粉会更加彻底,所以麦芽糊精DE值会随酶量的增加而增大。但是当酶用量大于35U/g时,反应后部分残留酶还具有活性,而且酶量增加会增加成本,故从降低成本和制备工艺的简便性考虑,酶用量应小于35U/g。

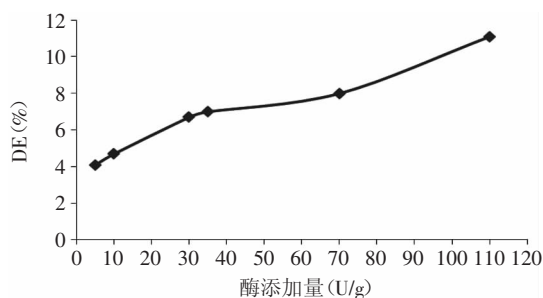


图1 酶添加量对麦芽糊精DE值的影响

Fig.1 Effect of α -enzyme dosage to DE of maltodextrin

2.1.2 滚筒转速对麦芽糊精DE值的影响 滚筒转速对麦芽糊精DE值的影响如图2所示,随着滚筒转速的增加,麦芽糊精的DE值逐渐下降。原因是淀粉水解形成麦芽糊精,所以麦芽糊精DE值的大小与淀粉水解程度成正相关性^[9]。当滚筒转速增加时,淀粉与滚筒接触时间减少,其水解反应的时间也相应的减少,因此麦芽糊精的DE值就会变小。当滚筒转速大于100r/min时,转速的增加对麦芽糊精的DE值影响趋缓,在实际操作中为了降低对设备的损耗,同时考虑制备中DE值的麦芽糊精,所以滚筒转速选为100r/min。

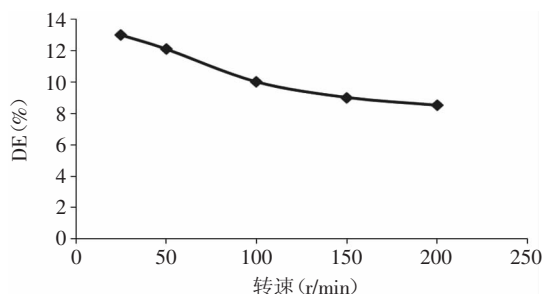


图2 滚筒转速对麦芽糊精DE值的影响

Fig.2 Effect of roller speed to DE value of maltodextrin

2.1.3 蒸汽压对麦芽糊精DE值的影响 蒸汽压对麦芽糊精DE值的影响如图3所示,随着蒸汽压的增加,麦芽糊精的DE值逐渐增加。原因是蒸汽压与滚筒表面的温度相对应,当蒸汽压增大时,滚筒表面的温度会增加,分子热运动增大,与酶更容易快速接触反应,所以麦芽糊精的DE值会逐渐增加。当蒸汽压小时,实际操作中其稳定性控制不方便,蒸汽压变化幅度大,而在蒸汽压为0.3MPa时,麦芽糊精的DE值小于10,所以蒸汽压选为0.3MPa较好。

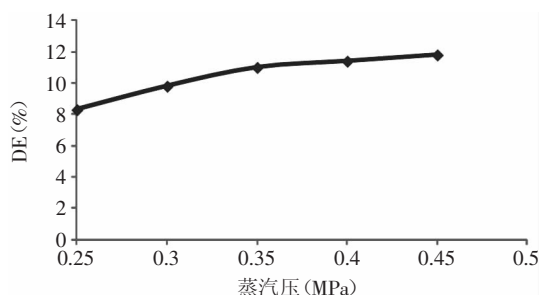


图3 蒸汽压对麦芽糊精DE值的影响

Fig.3 Effect of drum vapor pressure to DE value of maltodextrin

2.1.4 淀粉乳浓度对麦芽糊精DE值的影响 淀粉

乳浓度对麦芽糊精DE值的影响如图4所示,麦芽糊精的DE值随淀粉乳浓度的增加而逐渐增大。原因是底物浓度增大后,淀粉颗粒把耐高温 α -淀粉酶包裹在里面,耐高温 α -淀粉酶不会瞬间反应失活,而能够增加与淀粉接触的时间,反应的也越充分。所以麦芽糊精的DE值会增大。当淀粉乳浓度小于40%时,其对麦芽糊精DE值的影响不明显,而当淀粉乳浓度为40%时,耐高温 α -淀粉酶能够被淀粉颗粒充分的包裹,不会瞬间失活,所以淀粉乳浓度取40%。

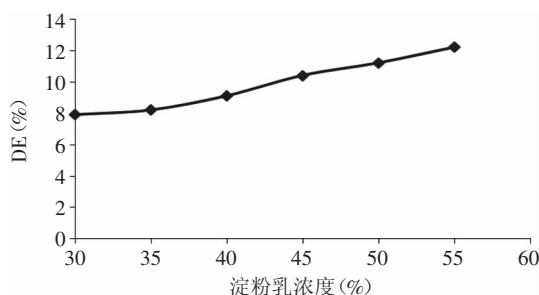


图4 淀粉乳浓度对麦芽糊精DE值的影响

Fig.4 Effect of starch concentration to DE value of maltodextrin

2.2 响应面实验

2.2.1 工艺参数优化 实验设计及结果见表2。

由Design-Expert 7.0对表中的实验数据进行回归拟合,获得回归方程为: $Y=7.09+0.11A-0.19B+0.083C+2.05D+0.018AB+0.13AC-5.000E-003BC-0.022BD+0.047CD-0.22A^2-0.15B^2+0.023C^2-0.53D^2$

方差分析(ANOVA)结果见表3。麦芽糊精DE值的影响在 $p<0.01$ 水平上显著,回归模型决定系数 R^2 值为0.9874,说明模型的拟合度较好,因此可以用此模型对实验数据进行分析。以DE值为响应值,利用软件及回归模型进行优化预测,得到最佳工艺参数为滚筒转速73.1r/min,蒸汽压0.32MPa,耐高温 α -淀粉

表2 响应面试验设计及结果

Table 2 Process variables and levels in response surface central composite design and experimental results

试验号	A	B	C	D	DE (%)
1	1	0	0	1	8.65
2	1	-1	0	0	7.10
3	0	-1	-1	0	7.25
4	1	0	-1	0	6.65
5	-1	0	0	1	8.41
6	0	0	-1	-1	4.27
7	0	-1	0	1	8.36
8	0	1	-1	0	7.07
9	-1	0	0	-1	4.32
10	0	-1	0	-1	4.48
11	0	1	0	-1	4.29
12	0	1	0	1	8.08
13	1	1	0	0	6.44
14	1	0	1	0	7.20
15	1	0	0	-1	4.56
16	0	0	0	0	7.09
17	-1	0	1	0	6.65
18	0	-1	1	0	7.15
19	-1	0	-1	0	6.63
20	0	0	-1	1	8.52
21	0	0	1	-1	4.50
22	0	1	1	-1	6.95
23	0	0	1	1	8.94
24	-1	-1	0	0	6.98
25	-1	1	0	0	6.25

酶6.33U/g,淀粉乳浓度40.6%,在此条件下制得的麦芽糊精DE值为3.47%。

2.2.2 响应曲面图分析 采用Design-Expert 7.0软件根据多元回归拟合分析处理的4个因素对制备麦芽糊精的响应面分析结果见图5~图10。

表3 回归模型方差分析

Table 3 Analysis of variance for regression model

来源	平方和	自由度	均方	F值	Pr>F	显著性
模型	52.97	14	3.78	78.38	<0.0001	**
A	0.15	1	0.15	3.19	0.0956	
B	0.42	1	0.42	8.66	0.0107	
C	0.083	1	0.083	1.73	0.2100	
D	50.18	1	50.18	1039.58	<0.0001	**
AB	1.225E-003	1	1.225E-003	0.025	0.8757	
AC	0.070	1	0.070	1.45	0.2478	
AD	0.000	1	0.000	0.000	1.000	
BC	1.000E-004	1	1.000E-004	2.072E-003	0.9643	
BD	2.025E-003	1	2.025E-003	0.042	0.8407	
CD	9.025E-003	1	9.025E-003	0.19	0.6720	
A ²	0.31	1	0.31	6.45	0.0235	
B ²	0.14	1	0.14	2.99	0.1058	
C ²	3.532E-003	1	3.532E-003	0.073	0.7907	
D ²	1.80	1	1.80	37.27	<0.0001	**
误差	0.68	14	0.048			
失拟差	0.68	10	0.068			
纯误差	0.016	4	0.008			
总离差	53.65	28				

注: *: 差异显著, $P<0.01$; **: 差异极显著, $p<0.001$ 。

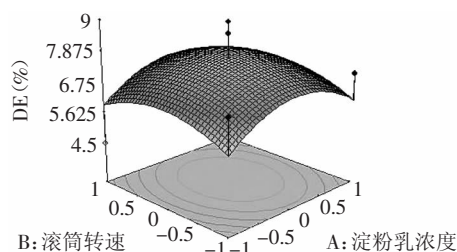


图5 淀粉乳浓度与滚筒转速对麦芽糊精DE值的影响
Fig.5 Effect of starch concentration and roller speed on DE value of maltodextrin

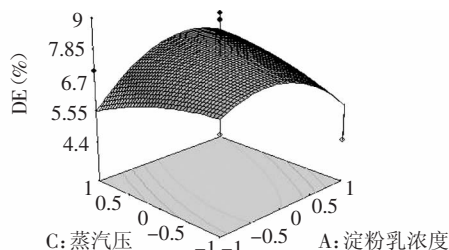


图6 淀粉乳浓度与蒸汽压对麦芽糊精DE值的影响
Fig.6 Effect of starch concentration and vapor pressure on DE value of maltodextrin

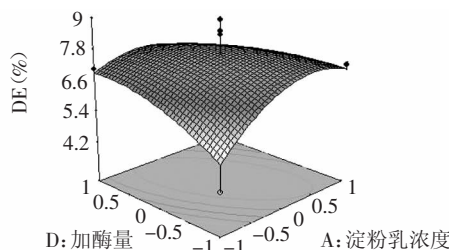


图7 淀粉乳浓度与加酶量对麦芽糊精DE值的影响
Fig.7 Effect of starch concentration and α -enzyme dosage on DE value of maltodextrin

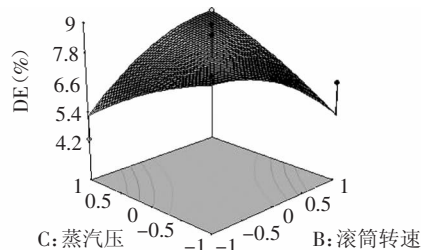


图8 滚筒转速与蒸汽压对麦芽糊精DE值的影响
Fig.8 Effect of roller speed and vapor pressure on DE value of maltodextrin

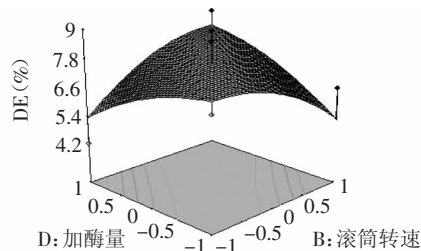


图9 滚筒转速与加酶量对麦芽糊精DE值的影响
Fig.9 Effect of roller speed and α -enzyme dosage on DE value of maltodextrin

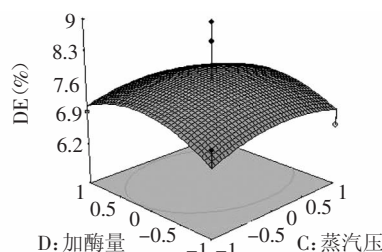


图10 蒸汽压与加酶量对麦芽糊精DE值的影响
Fig.10 Effect of vapor pressure and α -enzyme dosage on DE value of maltodextrin

由图5~图10可以看出,淀粉乳浓度和滚筒转速的交互作用不显著。DE值随着淀粉乳浓度的增加而增加,随滚筒转速的增加而降低。所以淀粉乳浓度40%左右,转速为75r/min左右(图5)。淀粉乳浓度和蒸汽压的交互作用不显著。随着淀粉乳浓度和蒸汽压的增加,DE值增加。而实验中需制备中DE值的麦芽糊精,所以淀粉乳浓度40%左右,蒸汽压为0.3MPa左右(图6)。淀粉乳浓度和加酶量的交互作用达极显著水平。随着淀粉乳浓度和加酶量的增加,DE值增加。而实验中需制备中DE值的麦芽糊精,所以淀粉乳浓度40%左右,加酶量为6.3U/g左右(图7)。滚筒转速和蒸汽压的交互作用达极显著水平。DE值随滚筒转速的增加而降低,随蒸汽压的增加而增加。所以转速为73r/min,蒸汽压为0.3MPa(图8)。滚筒转速和加酶量的交互作用达极显著水平。DE值随滚筒转速的增加而降低,随加酶量的增加而增加。所以转速为73r/min左右,加酶量为6.3U/g左右(图9)。蒸汽压和加酶量的交互作用不显著。随着蒸汽压和加酶量的增加,DE值增加。而实验中需制备中DE值的麦芽糊精,所以,蒸汽压为0.3MPa,加酶量为6.3U/g左右(图10)。

2.2.3 验证实验 在上述响应面分析结果确定的最佳工艺条件下进行3次制备实验,得到麦芽糊精DE值的平均值为3.42%,与预测值3.47%基本一致,说明该方程与实际情况吻合很好,充分验证了所建模型的正确性,说明了响应面法适用于对麦芽糊精DE值的制备工艺进行回归分析和参数优化。

3 结论

以玉米淀粉为原料,利用酶法结合滚筒干燥制备中DE值麦芽糊精,并对制备工艺条件进行响应面进行分析,得到最佳的制备工艺条件为:滚筒转速73.1r/min(实际操作中滚筒转速取73r/min),蒸汽压0.32MPa,耐高温 α -淀粉酶6.33U/g,淀粉乳浓度40.6%,在此条件下制得的麦芽糊精DE值为3.42%。

参考文献

- [1] 马涛,赵昆,毛闯.大米淀粉为基质制备低DE值麦芽糊精的研究[J].食品科学,2007,28(10):237-240.
- [2] 刘宁,李健,姚鑫森.麦芽糊精水解物对低聚糖测定影响的探讨[J].哈尔滨商业大学学报:自然科学版,2003,19(6):694-696.
- [3] 徐毅华,曲静然.淀粉基脂肪替代物的研究应用概况[J].粮食加工,2011,36(3):46-48.

(下转第278页)

表4 方差分析结果

Table 4 ANOVA of regression analysis

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	p值(Pr>F)
X ₁	54.39	1	54.39	16.34	0.0099
X ₂	146.38	1	146.38	43.97	0.0012
X ₃	181.07	1	181.07	54.39	0.0007
X ₁ X ₂	7.21	1	7.21	2.17	0.2011
X ₁ X ₃	5.45	1	5.45	1.64	0.2568
X ₂ X ₃	0.099	1	0.099	0.030	0.8697
X ₁ ²	972.65	1	972.65	292.16	<0.0001
X ₂ ²	22.44	1	22.44	6.74	0.0485
X ₃ ²	0.98	1	0.98	0.29	0.6106
模型	1375.26	9	152.81	45.90	0.0003
残差	16.65	5	3.33	--	--
失拟项	11.18	3	3.73	1.36	0.4496
纯误差	5.47	2	2.73	--	--
总离差	1391.91	14	--	--	--

合较好,符合度为98.80%,使用该方程模拟实际的三因素三水平分析是可行的。同时,由F值的大小可以推断,在所选择的实验范围内,3个因素对总黄酮解吸率影响的排序为解吸液流速(X₃)>解吸液用量(X₂)>解吸液浓度(X₁)。

通过软件Design-Expert 8.0求解方程,得出了最佳解吸条件为:解吸液浓度80.33%,解吸液用量23.41mL,流速1.0mL/min,枸杞总黄酮解吸率达99.50%。考虑到实际操作的可行性,同时又达到节省时间与能耗并取得最佳效果的目的,将大孔树脂HPD400对枸杞总黄酮解吸条件修正为:解吸液浓度80%,解吸液用量23.0mL,解吸液流速1.0mL/min。结合上述最佳吸附条件和修正的解吸条件进行3次重复实验,枸杞总黄酮平均解吸率达98.72%,与预测值99.50%相比,基本吻合。同时以总黄酮的回收率和纯化后总黄酮的含量为综合指标,验证最佳工艺的稳定性,结果此工艺的平均回收率为89.92%,总黄酮含量为27.62%(浓度为2.762mg/mL)。

3 结论

本实验利用大孔吸附树脂对柴达木枸杞总黄酮进行了分离纯化,通过静态吸附解吸法对树脂进行了筛选,从实验结果看出,11种大孔吸附树脂中HPD400不仅有较大的吸附量和较高的解吸率,而且对柴达木枸杞总黄酮具有快速吸附平衡的特性,适合于对柴达木枸杞总黄酮的分离纯化;同时采用筛选出的HPD400型大孔吸附树脂进行动态吸附解吸实验,并将响应面法应用于大孔吸附树脂对柴达木枸杞总黄

酮解吸工艺条件的优化。柱层析纯化柴达木枸杞总黄酮的最佳吸附解吸条件为:以16.0mL pH为4.0的柴达木枸杞总黄酮粗提液上柱,流速1.0mL/min;充分吸附后用3BV去离子水洗柱,然后用23.0mL 80%的乙醇溶液以流速1.0mL/min进行解吸,枸杞总黄酮的平均回收率为89.92%,含量为27.26%,约为纯化前总黄酮含量的5倍左右。

本研究初步确定了应用大孔吸附树脂分离纯化柴达木枸杞总黄酮的纯化工艺,回归分析和验证实验结果表明,采用响应面法优化大孔吸附树脂纯化柴达木枸杞总黄酮的工艺条件,得到的枸杞总黄酮纯化工艺流程具有实际应用价值,为进一步扩大生产研究提供了依据。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典第一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:225-226.
- [2] Huang Y, Lu J, Shen Y. The protective effects of total flavonoids from *Lycium Barbarum* on lipid peroxidation of liver mitochondria and red blood cell in rats[J]. Journal of hygiene research, 1999, 28(2):115-116.
- [3] Wu S J, Ng L T, Lin C C. Antioxidant activities of some common ingredients of traditional chinese medicine, *Angelica sinensis*, *Lycium barbarum* and *Poria cocos*[J]. Phytotherapy Research, 2004, 18(12):1008-1012.
- [4] Huang Y, Tan A, Shen Y, et al. Scavenging effect of total flavonoids of *lycium barbarum* L on active oxygen radicals and inhibitory effects on heat output from L1210 cells[J]. Journal of Hygiene Research, 1998, 27(2):109-111.
- [5] Mao F, Xiao B X, Jiang Z, et al. Anticancer effect of *Lycium barbarum* polysaccharides on colon cancer cells involves G0/G1 phase arrest[J]. Medical Oncology, 2011, 28(1):121-126.
- [6] Li X, Ma Y, Liu X. Effect of the *Lycium barbarum* polysaccharides on age-related oxidative stress in aged mice[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2007, 111(3):504-511.
- [7] 魏生柱. 柴达木枸杞及开发前景[J]. 青海草业, 2011, 20(2):30-33.
- [8] 李国梁, 刘永军, 王洪伦, 等. 柴达木枸杞主要营养成分分析[J]. 分析测试技术与仪器, 2009, 15(2):84-88.
- [9] 屠鹏飞, 贾存勤, 张洪全. 大孔吸附树脂在中药新药研究和生产中的应用[J]. 中医药现代化, 2004, 6(3):22-28.
- [10] 刘景艳, 张朝珍, 李巧玲. 大孔吸附树脂在天然药物分离中的应用[J]. 中国医药情报, 2004, 10(5):31-35.
- [11] 谭仁祥. 植物成分分析[M]. 北京:科学出版社, 2002:486-487.

(上接第273页)

- [4] 国家监督检查检疫总局. GB/T 22428.1-2008[S]. 中国标准出版社, 2009.
- [5] Lumdubwong N, Seib P A. Low- and medium-DE maltodextrins from waxy wheat starch: preparation and properties[J]. Starch, 2001, 53(12):605-615.
- [6] 冯承, 张燕萍. 滚筒干燥技术及其在变性淀粉生产中的应用[J]. 包装与食品机械, 2004, 22(6):34-37.
- [7] Chun Kita Pua, Nazimah Sheikh Abd, Hamid. Optimization of

drum drying processing parameters for production of jackfruit powder using response surface methodology[J]. LWT Food Science and Technology, 2010, 43(7):343-349.

- [8] N A Vallous, M A Gavrielidou, T D Karapantsios. Performance of a double drum dryer for producing pregelatinized maize starches[J]. Food Engineering, 2002, 51(9):171-183.
- [9] 张燕萍, 李华, 鲁云霞. 交联麦芽糊精与麦芽糊精吸潮性的比较[J]. 无锡轻工大学学报, 2002, 21(6):645-647.