

复合酶解法制备多孔淀粉的工艺研究

徐玲, 汪秋宽, 史永富

(辽宁省水产品加工及综合利用重点开放实验室, 大连水产学院食品工程系, 辽宁 大连 116023)

摘要: 多孔淀粉是一种新型酶变性淀粉, 本文采用 α -淀粉酶和糖化酶复合酶解法制备多孔淀粉, 对其工艺条件进行研究, 当 α -淀粉酶和糖化酶的比例为 1:5、反应温度 60 °C, 反应时间 32 h, Ph 4.5, 酶用量 2.0%时, 可得到吸油率较高的多孔淀粉, 可用于牡蛎水解液的进一步吸附。

关键词: 多孔淀粉; α -淀粉酶; 糖化酶; 牡蛎水解液

中图分类号: TS239.9; **文献标识码:** B; **文章编号:** 1673-9078(2007)02-0054-03

Study on the Preparation of Porous Starch via Enzymatic Hydrolysis

XU Ling, WANG Qiu-kuan, SHI Yong-fu

(The Key and Open Laboratory of Aquatic Product Processing and Utilization of Liaoning Province, Department of Food Engineering, Dalian Fisheries University, Dalian, 116023, China)

Abstract: The porous starch is a new modified starch prepared by enzymatic hydrolysis. The hydrolysis of the cornstarch by α -amylase and glucoamylase is determined in this paper. The optimal mass ratio of α -amylase to glucoamylase, pH value, temperature and hydrolyzing time are 1:5, 4.5, 60 °C and 32 h, respectively. Under those optimal conditions, the porous starch with better absorbent ability for oil is obtained, which can be used for the absorption of oyster hydrolysate.

Key words: Porous starch; α -amylase; glucoamylase; Oyster hydrolysate

多孔淀粉是一种新型酶变性淀粉, 是将天然淀粉在低于淀粉糊化温度下, 经淀粉酶适当水解后, 其颗粒表面形成蜂窝状的多孔性淀粉颗粒。多孔淀粉表面的小孔直径1 μm 左右, 孔的容积占颗粒体积的50%左右, 并在一定条件下分散在水及其它溶剂中能保持其结构的完整性。与天然淀粉相比, 多孔淀粉具有较大的表面积及良好的吸水、吸油性能, 可作为微胶囊芯材、香精香料、风味物质、色素、药剂及保健食品中功能成分的吸附载体, 并且成本低, 可自然降解。因此, 在食品、医药、化工、农业等方面具有广阔应用前景。

本文研究以 α -淀粉酶和糖化酶复合酶解法制备多孔淀粉, 旨在制备具有较大吸附性能的多孔淀粉, 作为研究包埋牡蛎水解液的载体, 为进一步研究牡蛎水解液的保存贮藏提供材料。

1 材料与方 法

1.1 实验材料

玉米淀粉(吉林省杞参食品有限公司)、糖化酶(诺维信公司, 酶活力 230000 u/mL)、 α -淀粉酶(诺维信公司, 酶活力 80000 u/mL)、大豆油(辽宁省营口渤海油脂工业有限公司)。

收稿日期: 2006-10-14

1.2 实验设备

FW100 型高速万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司)、SHA-B 型恒温水浴振荡器(江苏省金坛市顺华仪器有限公司)、LD5-2A 型低速离心机(北京医用离心机厂)、SH2-D(III)型循环水式真空泵(河南省巩义市英峪予华仪器厂)、恒温磁力搅拌器、电子天平等。

1.3 实验方法

1.3.1 多孔淀粉的制备方法

称取 50 g 玉米淀粉(干基)置于 250 mL 三角瓶中, 加入一定 pH 值的柠檬酸缓冲溶液 100 mL, 置于恒温水浴振荡器中恒温震荡预热 20 min。精确称取一定量的淀粉酶, 用缓冲溶液配成酶液, 待淀粉乳预热结束后, 全部转移到淀粉乳中, 并准确记时, 恒温震荡反应一定时间后, 停止反应。将淀粉乳液在 3000 r/min 条件下离心 3 次, 每次 5min。所得淀粉置于恒温干燥箱中于 60 °C 下, 干燥至恒重。用粉碎机粉碎后, 过 200 目筛, 即可得到多孔淀粉。

1.3.2 对油脂吸附性能的测定

精确称取多孔淀粉样品, 在恒温下与大豆油搅拌均匀, 静置 30 min 后, 用布氏漏斗进行抽滤, 直至没有油滴滴下, 根据前后样品质量差计算吸油率。

吸油率=吸油后质量(g)/多孔淀粉质量(g)×100%

1.3.3 多孔淀粉颗粒形态的测定: 扫描电镜法

1.4 多孔淀粉制备条件的确定

1.4.1 淀粉酶的选择

在对淀粉酶的选择中,普遍认为除了 β -淀粉酶外,不同来源的糖化酶、 α -淀粉酶、脱支酶或多或少都有降解生淀粉的能力,复合酶的使用效果优于单独使用某一种酶。姚卫蓉^[2]测定了糖化酶、 α -淀粉酶、 β -淀粉酶、普鲁兰酶等 10 种酶的生淀粉酶活力,发现糖化酶的酶活普遍较高, β -淀粉酶的酶活为零; α -淀粉酶和糖化酶组合使用效果较好,而且二者比为 1:4 时形成的微孔淀粉的吸水率、吸油率最高。因此,选用 α -淀粉酶和糖化酶复合酶解法制备用于吸附牡蛎水解液的多孔淀粉,以期得到具有较高吸附性能的多孔淀粉。

1.4.2 酶反应条件的选择

酶法制备微孔淀粉,既要使淀粉粒表现布满小孔,又要保持颗粒的完整性。在酶法制备多孔淀粉的反应中,反应温度和pH值会影响底物分子和酶分子的解离状态,任何一种酶都有其最合适的反应条件。不仅应考虑所选酶液的最适反应条件,也要考虑避免在反应过程中淀粉的糊化。综合各种文献资料,利用 α -淀粉酶、糖化酶制备微孔淀粉时,一般通过柠檬酸缓冲液或醋酸缓冲液使之保持在pH 4.2~5.5的范围内。

选用诺维信(novozymes)公司生产的糖化酶和 α -淀粉酶,其酶活力分别为 230000 u/mL 和 80000 u/mL,最适反应温度分别为 60 °C 和 105 °C,最适 pH 值分别为 4.2~4.5 和 5.6~6.0。

1.4.3 复合酶解法制备多孔淀粉条件的确定

通过单一淀粉酶处理制备多孔淀粉的比较研究,初步确定了淀粉酶的反应时间、反应温度、pH 值等因素的影响。在用复合酶解法制备多孔淀粉的酶组合实验中,将 α -淀粉酶和糖化酶按照 1:4~1:8 的比例混合,按照 1.3.1 的方法进行制备,固定复合酶法制备多孔淀粉的反应条件是:反应温度 50 °C、pH 值 5.0、反应时间 24 h、酶用量 1.5%,测定制得的多孔淀粉的吸油率。

2 结果与分析

2.1 不同酶配比对多孔淀粉吸油率的影响

吸油率是多孔淀粉吸附性能最直接的反映,但吸油率是淀粉表面吸油和微孔吸油总的体现,因此原淀粉粒具有相当的吸附能力。在酶处理后,大量的表面吸附转化为微孔吸附,且吸附能力显著提高。在不同酶配比的条件下,其吸油率也各不相同。

表 1 结果可看出, α -淀粉酶和糖化酶的配比为 1:5

时,制得的多孔淀粉的吸油率为最大,达到 104.8。继续增大酶配比,其吸油率随酶配比的变化而逐渐减小。因此以下实验 α -淀粉酶和糖化酶的配比选用 1:5。

表 1 不同酶比对吸油率的影响

α -淀粉酶: 糖化酶	1:4	1:5	1:6	1:7	1:8
吸油率/%	98.1	104.8	89.3	71.7	69.5

2.2 复合酶解法制备多孔淀粉工艺条件的优化

采用正交实验的方法,对复合酶解法制备多孔淀粉的工艺条件进行优化。复合酶解法制备多孔淀粉的正交实验及结果分析分别见表 2 和表 3。

表 2 复合酶解法制备多孔淀粉正交实验因素水平表

水平	因素			
	A 温度/°C	B 时间/h	C pH 值	D 酶用量/%
1	50	24	4.5	1.5
2	55	28	5.0	2.0
3	60	32	5.5	2.5

表 3 正交实验结果分析

实验号	A	B	C	D	吸油率/%
1	1	1	1	1	46.4
2	1	2	2	2	40.6
3	1	3	3	3	40.4
4	2	1	2	3	24.2
5	2	2	3	1	37.5
6	2	3	1	2	46.8
7	3	1	3	2	47.2
8	3	2	1	3	50.7
9	3	3	2	1	47.8
K ₁	127.4	117.8	143.9	131.7	
K ₂	108.5	128.8	112.6	134.6	
K ₃	145.7	135	125.1	115.3	
极差 R	37.2	17.2	31.3	19.3	
优水平	A ₃	B ₃	C ₁	D ₂	
主次顺序	A	C	D	B	

表 3 可看出,多孔淀粉制备条件因素的主次顺序为 A > C > D > B,可知复合酶解法制备多孔淀粉时反应温度的影响最大,其次是 pH 值,再次是酶用量,最后是反应时间。最佳实验方案为 A₃B₃C₁D₂,即反应温度 60 °C,反应时间 32 h, pH 4.5,酶用量 2.0%。

2.3 正交实验的方差分析

正交实验结果的方差分析见表 4。

表 4 正交实验方差分析

因素	df	SS	MS	F	F _{0.05}	F _{0.01}
温度	2	230.66	115.33	4.56	6.94	18.00
pH 值	2	165.49	82.745	3.27	6.94	18.00
酶用量	2	72.21	36.105	1.43	6.94	18.00
误差	2	50.57	25.285			

由表 4 可看出, 温度、pH 值和酶用量在实验范围内均无显著性影响, 因此遵照极差分析的结果。

由于极差分析得到的这组最佳实验方案不在正交实验中, 因此需要以此条件制备多孔淀粉进行验证。按照 1.3.1 的制备方法, 在上述最佳实验方案的条件下制备多孔淀粉, 并对其吸油率进行测定。经三次重复实验, 制得的多孔淀粉的吸油率平均值为 56.04%, 高于正交实验中其他九组的吸油率。

2.4 多孔淀粉颗粒的形态观察

图 1 中 1~9 分别是正交实验中实验号为 1~9 的多孔淀粉的扫描电镜照片; 10 为最佳实验方案制得的多孔淀粉的扫描电镜照片。

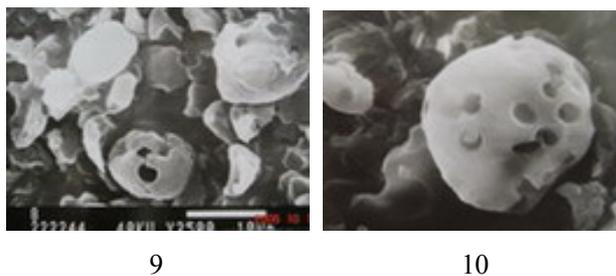
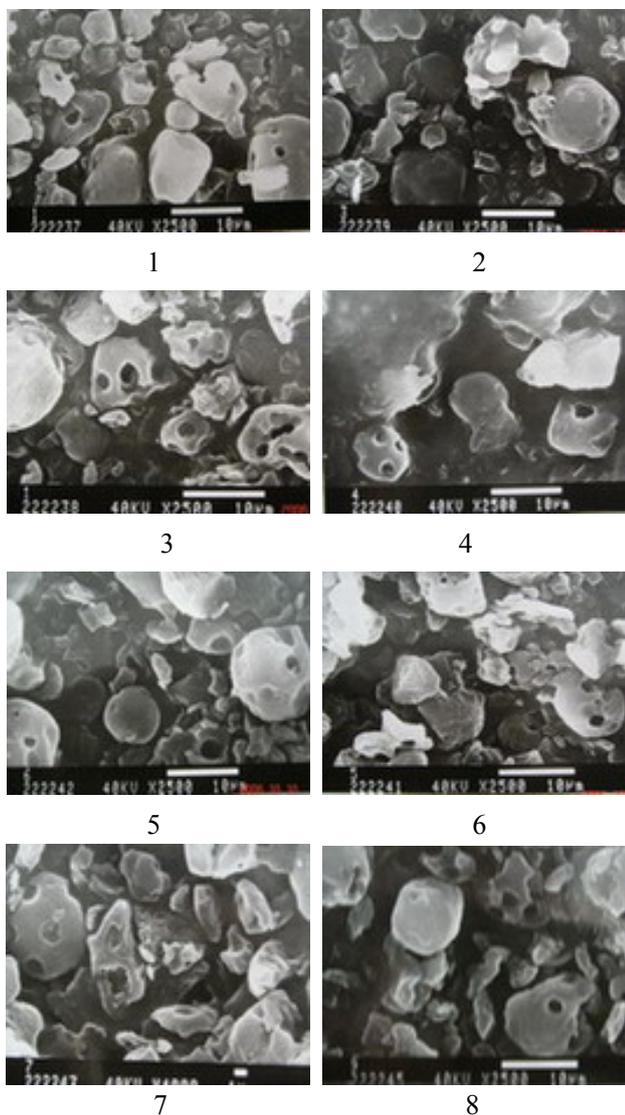


图 1 多孔淀粉的扫描电镜照片

从扫描电镜照片可以看出, 最佳实验方案制得的多孔淀粉, 其颗粒表面微孔分布均匀, 孔深适中, 微孔直径约为 $1 \mu\text{m}$ 左右, 孔容积约占颗粒体积的 50% 左右。

3 结论

3.1 在复合酶解法制备多孔淀粉的过程中, 温度、反应时间、pH 值、酶用量以及酶配比都是影响多孔淀粉制备的因素。本文中对 α -淀粉酶和糖化酶的比例进行实验, 并在此基础上以正交实验对制备多孔淀粉的工艺条件进行优化, 得到在 α -淀粉酶和糖化酶的比例为 1:5, 反应温度 60°C , 反应时间 32 h, pH 4.5, 酶用量 2.0% 的条件下, 可得到吸油率较高的多孔淀粉。

3.2 有关以此条件下制得的多孔淀粉为载体, 对牡蛎水解液进行包埋及其包埋工艺条件等还在进一步的研究中。

参考文献

- [1] 付陈梅, 阚建全, 陈宗道, 赵国华. 微孔淀粉的制备性质及应用[J]. 食品与机械, 2003, (3): 11-13
- [2] 姚卫蓉, 姚惠源. 多孔淀粉的研究 I: 酶和原料粒度对形成多孔淀粉的影响[J]. 中国粮油学报, 2001, 16(1): 36-398
- [3] 林江涛, 刘国琴, 等. 微孔性变性淀粉的研究[J]. 郑州粮食学院学报, 1999, 20(4): 45-50
- [4] 苏东民, 金华丽, 任顺城, 等. 微孔变性淀粉吸附性质的研究[J]. 郑州粮食学院学报, 2000, (2): 24-27
- [5] 张燕萍, 李世勇. 变性淀粉作 VE 微胶囊壁材的研究[J]. 粮食与饲料工业, 2001(1): 36-37.
- [6] 王志民, 熊华, 唐禾, 雷蕾. 多孔淀粉的研制[J]. 四川工业学院学报 2002, 21 (4): 101-103