

# 均匀设计优选微波辅助提取米糠中菲丁的研究

郝红英,周彩荣,李 娜

( 郑州大学化工学院,郑州 450002 )

摘 要 :采用均匀实验法优化出用微波辅助法从米糠中提取菲丁的工艺条件.实验结果表明,微波辅助浸提法较传统的浸提法在产品质量和收率上均有明显提高,浸提时间短.优选出的较佳工艺条件为 :加水 3 mL、微波功率 100 W、微波辐射时间 1 min、浸提时间 5 min、脱色微波功率 100 W、脱色时间 41 min、溶剂  $V(\text{HCl}):V(\text{H}_2\text{O})=3:197$ .在较佳工艺条件下,菲丁含量达 86.13%,提取率达 91.87%.通过验证实验表明,所建立的数学模型是合理的.

关键词 :米糠 ;菲丁 ;微波辅助提取 ;均匀设计

中图分类号 :TQ 203.6 文献标识码 :A

## 0 引言

菲丁(phytin)又称植酸钙镁,是植酸的复盐,是一种用途广泛,很有经济价值的产品.菲丁主要应用在药物营养剂和发酵促进剂及除金属剂方面.此外在食品、医药、化工、电镀和环保等领域的应用也不断增加.美、俄、日等国已将其列为重要原料产品,国内一些地区近年也相继开展了植酸的研究与生产<sup>[1]</sup>.

长期以来,提取米糠中的有效成分菲丁一直停留在传统的浸提方式上,该方法不仅时间长,而且提取率低.本实验采用一种新的提取工艺——微波辅助提取法,该法具有提取时间短,提取率高等优点.通过均匀设计考察微波功率、微波辐射时间、溶剂用量、浸提时间等参数对提取效果的影响,以菲丁提取率为指标,确定了微波辅助提取菲丁的最佳工艺条件.

## 1 实验材料及分析方法

### 1.1 材料及仪器

米糠,河南郑州市售;盐酸,尿素,石灰,氢氧化钠,均为市售分析纯;去离子水,UV-2102PC 型紫外可见分光光度计,家用微波炉.

### 1.2 分析方法

据文献<sup>[2]</sup>报道,用盐酸溶液从米糠中浸出的菲丁,在酸性介质中能与三价铁盐专一定量沉降,

其沉降过程不受其它磷的干扰.因此,可向酸浸液中加入过量三价铁盐,过滤生成的菲丁沉淀物,对溶液中过量的铁用紫外分光光度法分析<sup>[3]</sup>,然后间接计算出菲丁含量.

紫外分光光度法:标准曲线的制备<sup>[3]</sup> 精确称取  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  为 0.484 2 g,用蒸馏水定容 1 000 mL 容量瓶中.分别准确吸取 0.50,0.75,1.00,1.25,1.5,1.75,2.00,2.25,2.50 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 醋酸—醋酸钠缓冲溶液( $\text{pH}=5$ ) 2.5 mL 10% 的磺基水杨酸水溶液,为保证溶液的 pH 值在一定范围内,另加 1.4 mL 盐酸( $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ),用去离子水定容,摇匀,于 483 nm 处测定.以吸光度  $A$  为横坐标,浓度  $C$  为纵坐标,所做的标准曲线见图 1.

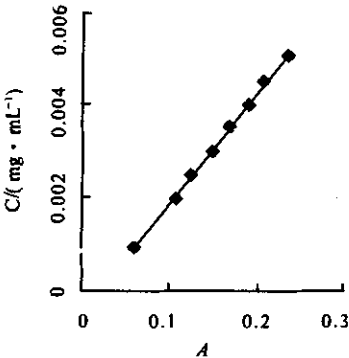


图 1 Fe 标准曲线

Fig.1 Standard curve of Fe

得回归方程为

$$Y = 0.023\ 6\ X - 0.000\ 5, r = 0.999\ 8.$$

样品测定方法<sup>[4]</sup>:精确称取一定量含菲丁的样品加 1.5 mL 盐酸(1 mol·L<sup>-1</sup>)溶解,用 50 mL 容量瓶定容;然后用 25 mL 移液管移取 25 mL 于 250 mL 锥形瓶中,再加入 25 mL 已知浓度的 FeCl<sub>3</sub> 溶液,放入沸水中煮 15 min,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶,稀释至刻度,静置 15 min 后过滤,取滤液 5 mL 于 100 mL 容量瓶;取出 1 mL 于 50 mL 容量瓶,以下同标样的配制.于 483 nm 处测定吸光度值,据回归方程即可计算出菲丁的含量.

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 微波浸提方法与优化

用均匀实验对微波辅助从米糠浸提菲丁的条

件进行优化.由于溶剂水和细胞内水分同时吸收微波,所以采用先微波处理米糠,再搅拌浸提的方法提取菲丁.每次实验均称取 20 g 米糠,浸提过程考察 7 个因素,即  $X_1$ :向脱脂米糠中加入水量(mL); $X_2$ :细胞破壁时微波功率(W); $X_3$ :细胞破壁时微波辐射时间(min); $X_4$ :搅拌浸提时间(min); $X_5$ :浸提液脱色时微波功率(W); $X_6$ :浸提液脱色时微波辐射时间; $X_7$ :浸提溶剂中的加酸量(mL,盐酸与蒸馏水共 200 mL).每个因素有 15 个水平,因此采用 U\*15(15<sup>7</sup>),因素与水平列于表 1,实验设计及结果列于表 2.

表 1 实验的因素与水平

Tab.1 Factors and levels of test

水平	因素						
	$X_1$ 加水	$X_2$ 微波	$X_3$ 微波	$X_4$ 浸提	$X_5$ 脱色	$X_6$ 脱色	$X_7$ 加酸
	量/mL	功率/W	时间/min	时间/min	功率/W	时间/min	量/mL
1	3	100	1	5	100	5	3.0
2	4	150	3	10	150	10	3.5
3	5	200	5	15	200	15	4.0
4	6	250	7	20	250	20	4.5
5	7	300	9	25	300	25	5.0
6	8	350	11	30	350	30	5.5
7	9	400	13	35	400	35	6.0
8	10	450	15	40	450	40	6.5
9	11	500	17	45	500	45	7.0
10	12	550	19	50	550	50	7.5
11	13	600	21	55	600	55	8.0
12	14	650	23	60	650	60	8.5
13	15	700	25	65	700	65	9.0
14	16	750	27	70	750	70	9.5
15	17	800	29	75	800	75	10.0

表 2 实验设计及结果

Tab.2 Test design and result

实验号	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	$X_5$	$X_6$	$X_7$	菲丁质量	菲丁纯度	提取率
								$Y_1$ /g	$Y_2$ /%	$Y_3$ /%
1	1	5	7	9	11	13	15	0.653	91.62	87.98
2	2	10	14	2	6	10	14	0.734	36.00	38.86
3	3	15	5	11	1	7	13	0.708	32.75	34.10
4	4	4	12	4	12	4	12	0.693	89.21	87.54
5	5	9	3	13	7	1	11	0.653	91.62	87.98
6	6	14	10	6	2	14	10	0.674	67.36	66.76
7	7	3	1	15	13	11	9	0.666	36.00	35.25
8	8	8	8	8	8	8	8	0.618	43.07	39.14
9	9	13	15	1	3	5	7	0.716	43.07	45.35
10	10	2	6	10	14	2	6	0.675	77.70	77.13
11	11	7	13	3	9	15	5	0.698	84.66	86.90
12	12	12	4	12	4	12	4	0.645	63.81	60.53
13	13	1	11	5	15	9	3	0.633	98.57	91.75
14	14	6	2	14	10	6	2	0.673	52.57	52.03
15	15	11	9	7	5	3	1	0.665	22.10	21.61

2.2 工艺条件优化

将测定结果采用 SPSS 软件中回归分析部分分析<sup>[5]</sup>,结果如下:

$$Y_3 = -8.798 - 1.397X_1X_7 + 0.206X_1X_6 + 0.181X_4X_7 - 0.092X_6X_7 + 0.026X_5X_7 - 0.014X_4X_6 + 0.005X_2X_3$$
(复相关系数  $\gamma = 0.971$ ).

根据回归方程,求出最优组合,并在此基础上进一步进行综合分析,得出综合最优组合: $X_1 = 3, X_2 = 100, X_3 = 1, X_4 = 5, X_5 = 100, X_6 = 41, X_7 = 3$ .即优选出微波辅助提取米糠中菲丁的较佳工艺条件为: $w$ (加水量): $w$ (米糠)=3:20、微波功率 100 W、微波辐射时间 1 min、浸提时间 5 min、脱色微波功率 100 W、脱色时间 41 min、浸提溶剂  $v$ (HCl): $v$ (H<sub>2</sub>O)=3:197.

2.3 验证实验

用上述条件进行 3 次平行实验,其实验结果见表 3.3 次平行实验目的产品菲丁的平均提取率为 91.87%.实验结果表明,微波辅助提取米糠中菲丁的工艺过程其工艺参数间彼此有交互作用.验证实验表明,优化出来的工艺条件较均匀设计表中的数据更合理、优越.

表 3  较优条件下的平行实验结果

Tab.3 Result of parallel test under this optimal condition				
实验号	菲丁质 量/g	菲丁纯 度/%	菲丁提 取率/%	平均提 取率/%
1	0.726	85.38	91.16	91.87
2	0.731	85.82	92.26	
3	0.719	87.19	92.19	

说明:以米糠投料量 20 g 计.

3 微波萃取工艺与传统工艺的比较

细胞破壁是提取生物细胞内产物的关键操作<sup>[6]</sup>.微波破碎细胞提取适合生物细胞内小分子的提取<sup>[7]</sup>.为了解决溶剂水和细胞内水分同时吸收微波以及微波辅助浸提的工业放大问题,可以采用先微波处理经浸润后的生物原材料,然后加水或有机溶剂浸提有效成分.

在传统加热回流方式中,热量传递由外向内、质量传递由内向外,而在微波辅助提取法中,传热和传质的方向均由内向外,因此微波辅助提取法更有利于有效物质的溶出.与本实验室依据传统方法<sup>[4]</sup>所得到的数据相比,两种方法的产品质量

基本相同,但采用微波辅助提取法具有提取时间短、产品中有效成分菲丁的含量较高和菲丁提取率高等优点,结果见表 4.

表 4  微波萃取工艺与传统工艺的比较

Tab.4 Comparison between micorowave extraction and traditional extraction				
提取方法	浸提时 间/min	菲丁质 量/g	菲丁纯 度/%	菲丁提 取率/%
传统提取方法	60	0.753	71.40	79.06
微波辅助提取法	5	0.726	85.38	91.16

4 结论

(1) 将微波提取法用于米糠有效成分的提取,解决了溶剂水和细胞内水分同时吸收微波以及微波辅助浸提的工业放大问题.

(2) 采用均匀设计的方法,优化出了微波辅助提取米糠中菲丁的工艺条件.其较佳工艺条件为:加水量 3 mL、微波功率 100 W、微波辐射时间 1 min、浸提时间 5 min、脱色微波功率 100 W、脱色时间 41 min、溶剂  $v$ (HCl): $v$ (H<sub>2</sub>O)=3:197.在此条件下,菲丁提取率达 91.87%,含量达 86.13%.

参考文献:

[1] 卢明兰,赵书清,李  欣.从米糠中提取挥发油和植酸钙的研究[J].哈尔滨师范大学自然科学学报,1994,10(4):52~54.

[2] 杨性坤,宋世林.间接重量法分析花生壳中菲丁含量[J].信阳师范学院学报,1999,12(2):179~182.

[3] 刘红.磺基水杨酸分光光度法测铁的微型实验设计[J].天津医科大学学报,1998,4(4):412~413.

[4] 廖周坤,周后旭,杨凤梅.优化菲汀制备的工艺条件[J].华西药学杂志,1995,10(2):96~99.

[5] 张浩勤,刘金盾,范国栋,等.荷电镶嵌膜的制备与优化[J].郑州大学学报(工学版),2004,24(3):18~21.

[6] 张代佳,刘传斌,修志龙,等.微波技术在植物胞内有效成分提取中的应用[J].中草药,2000,31(9):附5~附6.

[7] 刘传斌,李  宁,白凤武,等.酵母胞内海藻糖微波破细胞提取与传统提取比较[J].大连理工大学学报,2001,41(2):169~172.

Study on Optimization of Microwave-assisted Extraction Process for  
Phytin from Rice Bran with Uniform Design

HAO Hong – ying , ZHOU Cai – rong , LI Na

( School of Chemical Engineering , Zhengzhou University , Zhengzhou 450002 , China )

**Abstract** : The optimization process of microwave-assisted extraction for phytin from rice bran is gained by the uniform design . The experiment result shows that quality and yield of product by this method is better than by traditional extraction , and extraction time is much shorter than before. The best optimization process is obtained as follows : 3:20 as the proportion of water to material , 100 W as the microwave power , 1 min as the radiation time , 5 min as the extraction time , 100W as the microwave power on decolorization , 41 min as the decolorization time and  $v(\text{HCl}):v(\text{H}_2\text{O})=3:197$  as the solvent. Under this optimal condition , content of phytin is 86.13% , rate of extraction is 91.87% . The established models prove to be reasonable by the verification experiment.

**Key words** : rice bran ; phytin ; microwave-assisted extraction ; uniform design

( 上接第 105 页 )

[ 5 ] 林海强 , 杨乐夫 , 万惠霖 . 预涂布晶种法合成无缺陷 A 型分子筛膜的研究 [ J ]. 高等学校化学学报 , 2001 , 22( 12 ) : 1971 ~ 1975 .

[ 6 ] TISCARENO-LECHUGA F , TELLEZ C , MENENDEZ M , et al. A novel device for preparing zeolite-A membrane under a centrifugal force field [ J ]. Journal of Membrane Science , 2003 212 : 135 ~ 146 .

[ 7 ] LI G , KIKUCHI E , MATSUKATA M. Separation of water – acetic acid mixture by pervaporation using a thin mor-denite membrane [ J ]. Separation and Purification Technology , 2003 32( 2 ) : 199 ~ 206 .

The Synthesis and Characterization of Zeolite NaA Membrane

CHEN Yi – liang<sup>1</sup> , ZHAO Jun – hong<sup>1</sup> , LI Jing – ru<sup>2</sup> , GUO Shi – ling<sup>1</sup> ,  
ZHAN Yu – zhong<sup>1</sup> , XU Jun<sup>1</sup> , FAN Jun – lin<sup>1</sup> , YIN Liang – guo<sup>1</sup>

( 1. School of Chemical Engineering , Zhengzhou University , Zhengzhou 450002 , China 2. Department of Materials Science and Engineering , Henan Polytechnic University , Jiaozuo 454000 , China )

**Abstract** : NaA zeolite membrane is prepared on the outer surface of porous – alumina ceramic tuber by hydrothermal method and airtight microwave method. Four different molar ratios and four dip-coating methods are investigated in this paper. The crystal of NaA zeolite membrane is characterized by XRD and SEM . The separating property of the membrane is evaluated by pervaporation of ethanol/water mixture at  $n(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})/n(\text{H}_2\text{O})=95/5$ . We found that the membrane , synthesized by airtight microwave method at the molar ratio of  $\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2:\text{H}_2\text{O}=1:13.6:100$  , dip-coated by clear seed solution performs better than other membrane. The mixture permeating through this membrane is composed of water 79%( wt ) and ethanol 21%( wt ) , and the separation factor reaches 63.8 , which shows that the water permeating through the NaA zeolite membrane selectively and the NaA zeolite tuber membrane has a superiority of selectivity than the porous – alumina ceramic tuber visibly.

**Key words** : NaA zeolite membrane ; hydrothermal synthesis ; microwave synthesis ; pervaporation