

莲子磨皮粉淀粉的提取工艺优化及其性质分析

王发祥, 熊思佳, 贺伟, 俞健, 李赤龄, 刘永乐*

长沙理工大学化学与生物工程学院 湖南省水生资源食品加工工程技术研究中心, 长沙 410114

摘要: 磨皮粉为莲子加工过程中的副产物, 本实验以莲子磨皮粉提取蛋白质后的残渣为原料, 通过单因素和正交实验优化了其淀粉提取工艺, 并分析了该淀粉的颗粒形貌、晶型和糊化特性等性质。结果表明, 提取莲子磨皮粉淀粉的最优条件为: 0.125 mol/L NaOH 提取液、液固比 8:1 (mL/g), 在温度 50 °C 下提取 5.5 h, 在此条件下粗淀粉的提取率为 94.80%; 所得粗淀粉中淀粉含量达 88.64%, 直链淀粉含量达 34.97%; 淀粉为 C 型结晶结构, 颗粒多呈椭圆形, 粒径范围在 3~26 μm; 起始糊化温度为 78.4 °C, 崩解值为 2172.00 mPa·s, 较易糊化且淀粉糊热稳定性较好; 回升值为 2025.00 mPa·s, 易老化。

关键词: 莲子; 副产物; 淀粉; 提取; 性质

中图分类号: TS210.9

文献标识码: A

DOI: 10.16333/j.1001-6880.2016.4.026

Optimization of Extraction of Starch from the Peel Waste of Lotus Seed and Analysis of Its Characteristics

WANG Fa-xiang, XIONG Si-jia, HE Wei, YU Jian, LI Chi-ling, LIU Yong-le*

Hunan Provincial Engineering Research Center for Food Processing of Aquatic Biotic Resources, College of Chemistry and Biology Engineering, Changsha University of Science and Technology, Changsha 410114, China

Abstract: Peel waste is a by-product from grinding endodermis of dry lotus seed. In the present study, the extraction conditions of starch from the protein-extracted residue of lotus seed peel waste were investigated. The microphotograph characters, gelatinization properties and crystallographic structure of this starch were analyzed. On the basis of single factor and orthogonal experiments, the optimal extraction conditions were obtained as follows: using 0.125 mol/L NaOH solution with a ratio of liquid to solid 8:1 (mL/g), extraction at 50 °C for 5.5 h. Under these conditions, the extraction rate of crude starch was 94.80%, in which starch and amylose content of the prepared crude starch sample were 88.64% and 34.97%, respectively. In addition, the starch granules were of mostly elliptic shape, possessed a size range of 3-26 μm and "C" XRD pattern. The initial gelatinization temperature, breakdown value and recovery value of RVA profile were 78.4 °C, 2172.00 mPa·s and 2025.00 mPa·s, respectively. These results indicated that the extracted starch had properties of easy gelatinization, good thermal stability and easy aging.

Key words: lotus seed; by-products; starch; extraction; characteristic

莲子是我国特有的种质资源, 属睡莲科多年水生草本植物莲的成熟种子, 自古以来就是公认的老少皆宜的鲜美滋补佳品, 除具有镇静、强心、抗衰老、抗氧化、抗肿瘤等作用外, 还是一种营养价值很高的食物, 含有丰富的糖类、蛋白质、维生素及钙、铁、磷等多种人体所必需的矿质元素, 深受广大消费者喜爱^[1,2]。莲子的加工一般要经过干燥、分级、去壳、去皮、去心等工序, 其中去皮是指脱除莲子表层的一

层红色种皮, 目前主要使用机械磨皮的方式脱除。机械磨皮过程中会产生占莲子总质量 15%~20% 的磨皮粉, 包括全部种皮和部分莲肉等; 若按全国莲子年产量 40 万吨计算, 每年约产生莲子磨皮粉 6~8 万吨。研究表明, 莲子磨皮粉中含有丰富的营养成分, 其中蛋白质含量为 20% 左右, 淀粉含量达 40% 以上^[3]。然而, 目前莲子磨皮粉尚无有效的利用方式, 由于其味涩甚至不能作为牲畜饲料, 只能用作低效肥料或当作垃圾被直接废弃, 造成了极大的资源浪费和环境污染。因此研究莲子磨皮粉的综合利用, 对于提高莲子产业的经济效益, 保护环境和资源的充分利用都有着重要的实际意义。

收稿日期: 2015-10-30 接受日期: 2015-12-23

基金项目: 国家“十二五”科技支撑计划(2012BAD31B08); 湖南省教育厅产业化培育项目(2015CY001); 湖南省科技计划(2014NK3056)

* 通讯作者 E-mail: lyle19@163.com

近年来,已有研究者开始关注莲子磨皮粉的综合利用问题,开展了莲子皮粉中蛋白质、原花青素、果胶多糖等的提取工艺研究^[4-6],但提取这些营养或活性成分后的残渣中,仍含有丰富的淀粉等成分尚待利用。目前,关于莲子磨皮粉中淀粉的提取制备及其理化性质研究尚未有相关报道。本研究以莲子磨皮粉提取蛋白质后的残渣为原料,通过正交试验优化其淀粉的提取工艺和条件,并分析淀粉的主要理化性质,为实现莲子磨皮粉中蛋白质、淀粉的联产制备及合理利用提供理论依据和技术参考。

1 材料与方法

1.1 原料与试剂

莲子磨皮粉为干莲子机械磨皮的副产物,包括种皮和部分莲肉,由湖南粒粒珍湘莲有限公司提供;以组织捣碎机进一步粉碎,过 100 目筛,用作淀粉提取的原料。化学试剂均为国产分析纯。

1.2 仪器与设备

RVA-3D 型快速黏度分析仪,澳大利亚 Newport Scientific 公司;Quanta200 扫描电子显微镜,美国 FEI 公司;D/max 2200 X-射线衍射仪,日本理学公司;G10-2.4A 型高速离心机,北京京立离心机有限公司。

1.3 莲子磨皮粉淀粉的提取工艺

称取一定量莲子磨皮粉于烧杯,按文献^[4]方法提取蛋白质后的沉淀铺于白磁盘上,在 45 ~ 50 °C 下热风干燥 48 h,采用国标 GB/T 5009.4-2008 中的酸水解法测得其淀粉含量为 55.21%,用作后续提取

莲子磨皮粉淀粉的原料。

淀粉提取:称取上述原料 5.00 g 左右,按一定固液比加入提取液,一定温度下水浴提取一段时间,以 3000 rpm 离心 5 min,弃去上清液;沉淀分次用 200 mL 蒸馏水洗涤至 400 目尼龙滤布过滤,滤液转移至干燥铁盘(已称重),静置沉淀 1 ~ 2 h,弃去上清液,沉淀再加入 500 mL 蒸馏水重悬浮,同法静置沉淀,重复 2 次,然后于 100 °C 鼓风干燥至盘内物呈干裂状,再调至 60 °C 干燥恒重,得粗淀粉,称重,按下式计算淀粉提取率:

1.4 提取液的筛选

选取 Na₂CO₃/NaHCO₃ 缓冲液(0.05 mol/L, pH 10.5)、NaOH 溶液(0.05 mol/L)、碱性水(蒸馏水以 1.0 mol/L NaOH 溶液调至 pH 10.5)和中性水(蒸馏水, pH 7.0 左右)4 种溶液,按液固比 4:1 (mL/g) 于 40 °C 水浴中提取 4 h,计算粗淀粉提取率。

1.5 单因素实验

以 NaOH 浓度 0.05 mol/L、液固比 4:1 (mL/g)、提取时间 4 h、提取温度 40 °C 为基本提取条件提取淀粉,每次固定其中另外 3 个条件,分别考察不同提取温度(20、30、40、50、60 °C)、不同提取时间(2、3、4、5、6 h)、不同液固比(2:1、4:1、6:1、8:1、10:1) (mL/g) 和不同 NaOH 浓度(0.05、0.075、0.1、0.125、0.15 mol/L)时的粗淀粉提取率,筛选最佳的提取温度、提取时间、液固比和 NaOH 浓度。

1.6 正交实验

在单因素实验的基础上,以 L₉(3⁴) 表设计正交试验,因素与水平列表如表 1。

表 1 正交实验因素水平表

Table 1 Factors and levels of the orthogonal experiment

水平 Levels	因素 Factors		
	A: 提取温度 Extraction temperature (°C)	B: 提取时间 Extraction time (h)	C: NaOH 浓度 NaOH concentration (mol/L)
1	45	4.5	0.1
2	50	5	0.125
3	55	5.5	0.15

1.7 粗淀粉的基本成分分析

以正交实验获得的最优条件提取磨皮粉中的淀粉,验证淀粉提取率;将验证试验所得的粗淀粉成品作为莲子磨皮粉淀粉样品,参考国标 GB 5009.4-2008 测定其淀粉含量,参考国标 GB/T 15683-2008 测定直链淀粉含量;参考国标 GB/T 5009.5-2010 测

定蛋白含量;参考国标 GB/T 22427.3-2008 测定总脂肪含量;参考国标 GB/T 22427.1-2008 测定灰分含量。

1.8 淀粉颗粒形貌观察

显微镜观察:淀粉样品以蒸馏水配制成 2 g/100 mL 淀粉乳,30 °C 的水浴中充分搅拌 5 min,参考文献^[7]方法以普通光学显微镜观察。电镜观察:淀粉

样品置于喷金台上镀金 60 s, 以环境扫描电镜观察。

1.9 淀粉颗粒的 X-射线衍射

参考文献^[8]采用粉末晶体衍射法, 在 2θ 为 $4^\circ \sim 60^\circ$ 的范围内, 通过 X-射线衍射仪分析。

1.10 淀粉糊化黏度特性的测定

淀粉样品以蒸馏水配制成 12 g/100 mL 淀粉乳, 参考文献^[9,10]的方法以快速黏度测定仪 (RVA) 分析。

1.11 数据处理和统计分析

每组试验进行 3 个平行, 以其平均值 \pm 标准差报道, 平均值和标准差以 Microsoft Excel 软件计算。不同处理间的显著性差异采用 DPS 数据处理系统^[11]以 Duncan 新复极差法进行分析。图表中系列上标注小写字母 (a、b、c、d、e) 完全不同的, 表示差异显著 ($P < 0.05$); 小写字母相同的, 表示差异不显著 ($P > 0.05$)。

2 结果与分析

2.1 最佳提取液的选择

以不同提取液提取莲子磨皮粉中的淀粉, 粗淀粉提取率如图 1 所示。可见, NaOH 溶液提取效果最好, 提取率可达 85.73%, 明显优于其它几种提取液 ($P < 0.05$)。因此, 选择 NaOH 溶液为提取液进行后续优化实验。

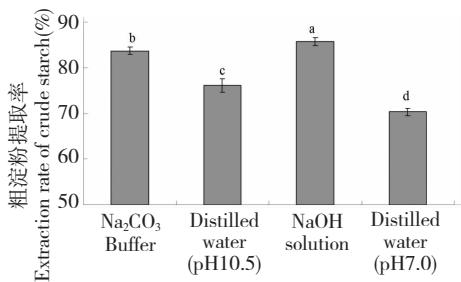


图 1 不同提取液对淀粉提取率的影响

Fig. 1 Effects of various extraction solvent on yield of starch

2.2 液固比淀粉提取率的影响

提取液添加量对淀粉的充分溶出具有重要作用, 图 2 反映了液固比对磨皮粉中淀粉提取率的影响。可见, 随着液固比的增加, 淀粉提取率呈上升趋势, 当液固比大于 6:1 (mL/g) 后, 其增加对淀粉提取率的影响不再显著。考虑到液固比 8:1 (mL/g) 时制备的淀粉质感 (颜色较纯, 无干裂) 比 10:1 (mL/g) 条件时更优, 综合考虑选择液固比为 8:1 (mL/g)。

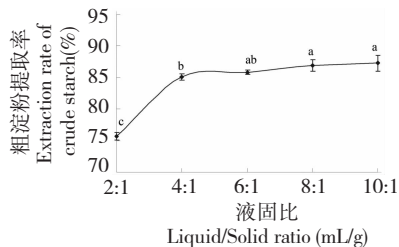


图 2 液固比对莲皮粉中淀粉提取率的影响

Fig. 2 Effects of liquid-solid ratio on yield of starch

注: 不同字母表示差异显著 ($P < 0.05$)

Note: Different letters indicated significant differences at $\alpha = 0.05$

2.3 提取温度对淀粉提取率的影响

提取温度对淀粉提取率的影响见图 3。可见, 淀粉提取率随温度升高而逐渐上升, 50 °C 时达到最高, 提取温度继续升高, 淀粉提取率反而略有下降, 可能与温度过高导致淀粉糊化有关。因此, 提取温度为 50 °C 较为合适。

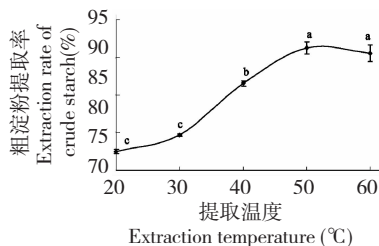


图 3 提取温度对莲皮粉中淀粉提取率的影响

Fig. 3 Effects of extraction temperature on yield of starch

注: 不同字母表示差异显著 ($P < 0.05$)

Note: Different letters indicated significant differences at $\alpha = 0.05$

2.4 提取时间对淀粉提取率的影响

由图 4 可见, 随着提取时间的延长, 淀粉提取率显著增加, 但提取超过 5 h 后淀粉提取率反而明显降低, 这可能是因为淀粉长时间分散在提取液中, 增加了溶解从而在离心时被损失。因此, 选择提取时间 5 h 为宜。

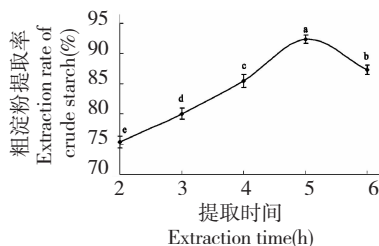


图 4 提取时间对莲皮粉中淀粉提取率的影响

Fig. 4 Effects of extraction time on yield of starch

注: 不同字母表示差异显著 ($P < 0.05$)

Note: Different letters indicated significant differences at $\alpha = 0.05$

2.5 提取剂浓度对淀粉提取率的影响

由图 5 可知,随着提取剂浓度增加,淀粉的提取率逐渐增加,当 NaOH 浓度为 0.125 mol/L 时淀粉提取率达到最大,随后继续增加 NaOH 浓度,淀粉提取率反而显著降低,可能与部分淀粉在过高浓度的 NaOH 溶液中糊化有关。因此,NaOH 浓度为 0.125 mol/L 时最为合适。

2.6 正交试验结果

根据单因素试验结果,选取对淀粉提取率影响较大的提取温度、提取时间和 NaOH 浓度为三个主要因素,在其适宜水平附近取不同水平进行正交实

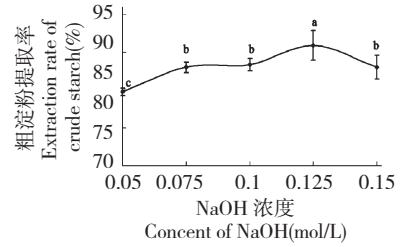


图 5 提取剂浓度对淀粉提取率的影响

Fig. 5 Effects of NaOH concentration on yield of starch
注:不同字母表示差异显著($P < 0.05$)

Note: Different letters indicated significant differences at $\alpha = 0.05$

验,结果见表 2。

表 2 淀粉提取正交试验的结果 ($n = 3, \bar{x} \pm s$)

Table 2 Results of the orthogonal experiment ($n = 3, \bar{x} \pm s$)

试验号 No.	A:提取温度 Extraction temperature (°C)	B:提取时间 Extraction time (h)	C:NaOH 浓度 NaOH concentration (mol/L)	提取率 Extraction rate (%)
1	1(45)	1(4.5)	1(0.1)	88.00 ± 0.39
2	1	2(5)	2(0.125)	90.92 ± 0.25
3	1	3(5.5)	3(0.15)	92.35 ± 0.33
4	2(50)	1	2	94.52 ± 0.75
5	2	2	3	92.36 ± 0.40
6	2	3	1	94.17 ± 0.30
7	3(55)	1	3	88.76 ± 0.29
8	3	2	1	84.39 ± 0.08
9	3	3	2	92.73 ± 0.54
K1	90.423	90.427	88.853	
K2	93.683	89.223	92.723	
K3	88.627	93.083	91.157	
极差 R	5.056	3.860	3.870	
最优组合	A ₂ C ₂ B ₃			

由表 1 的极差分析结果可见,影响淀粉提取率的主次关系为:A(提取温度) > C(NaOH 浓度) > B(提取时间),最优组合为 A₂C₂B₃;方差分析(表 3)

表明,考察的三个因素均对结果影响显著($P < 0.05$)。因此,综合单因素试验结果,提取莲子磨皮粉中淀粉的最优工艺条件为:提取温度 50 °C、液料比

表 3 正交实验结果的方差分析

Table 3 ANOVA of the orthogonal experiment

因素 Factors	偏差平方和 Sum of squares	自由度 DF	均方 Mean square	F 值 F value	P 值 P value	显著性 Significant
A	39.425	2	19.713	33.366	0.029	*
B	23.405	2	11.703	19.808	0.048	*
C	22.737	2	11.368	19.242	0.049	*
误差 Error	1.182	2	0.591			
总和 Total	86.749	8				

8:1、提取时间为 5.5 h、NaOH 浓度是 0.125 mol/L。在该条件下进行验证实验,测得的粗淀粉的提取率为 $94.80 \pm 0.40\%$,稍优于之前的最优结果。

2.7 粗淀粉的基本成分分析

粗淀粉的基本成分含量分析如表 4 所示。可见,以优化的工艺提取制备的粗淀粉样品中水分含

量为 9.40%,淀粉含量为 88.64%,蛋白质、灰分等含量不足 2%,表明淀粉纯度较高,已达到工业级淀粉标准。此外,粗淀粉中直链淀粉含量为 34.97%,占淀粉总量的 40.13%,表明莲子磨皮粉淀粉同莲子淀粉一样,属于高直链淀粉含量的特异性淀粉^[12]。

表 4 粗淀粉基本组成分析 ($n = 3, \bar{x} \pm s$)

Table 4 Starch composition analysis ($n = 3, \bar{x} \pm s$)

成份 Ingredient	水分 Water	蛋白质 Protein	脂肪 Fat	灰分 Ash	淀粉 Starch	直链淀粉 Amylose
含量 Content (%)	9.40 ± 0.40	0.23 ± 0.05	0.17 ± 0.04	0.15 ± 0.02	88.64 ± 1.05	34.97 ± 0.67

2.8 淀粉颗粒形貌观察

磨皮粉淀粉的颗粒形态如图 6 所示。可见,莲子磨皮粉淀粉颗粒有明显的环纹,大小不一,大多呈椭圆形,少数为圆形和不规则形;莲子磨皮粉淀粉颗粒径范围约在 3~26 μm 之间,平均粒径约为 13 μm 。这与莲子淀粉颗粒的形貌特征基本一致^[12]。另外,由图 6B 可见,大多数淀粉颗粒结构紧密,表面光滑,但部分颗粒表面内凹或突起,可能与其在机械磨皮或粉碎时的损伤有关。

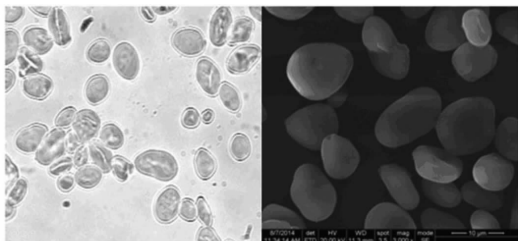


图 6 淀粉颗粒的显微形貌特征

Fig. 6 Microphotograph characters of the starch granules

2.9 淀粉颗粒 X-射线衍射分析

不同植物来源的淀粉颗粒,其晶体结构不同,具有不一样的 X-射线衍射图谱,天然淀粉的晶体衍射波谱通常呈现出 A、B、C 三种晶体结构类型^[13]。莲子磨皮粉淀粉颗粒的 X-射线衍射图谱见图 4。可见,其在衍射角 (2θ) 为 15° 左右有一个单峰,在 2θ 为 $17^\circ \sim 18^\circ$ 处有一个强的双峰,与以玉米淀粉为代表的“A”型淀粉相似;此外,其在 2θ 为 23° 左右还有一个较强的峰,与 B 型淀粉相似。因此,莲子磨皮粉淀粉颗粒的结晶结构属于 A 与 B 的混合型,即 C 型,与莲子淀粉颗粒的晶型^[12]一致。

2.10 淀粉糊化特性分析

图 8 为莲子磨皮粉淀粉样品的 RVA 糊化曲线。

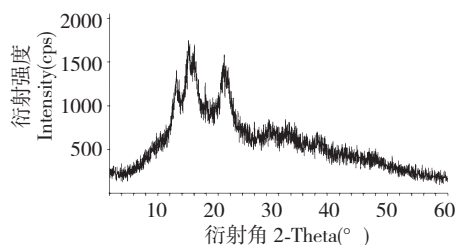


图 7 淀粉的 X-晶体衍射图谱

Fig. 7 X-ray diffraction profiles of the extracted starch

由图可知,加热最初时,淀粉黏度曲线平坦,数值几乎为零;当加热时间达到 200 s 时,淀粉粒剧烈膨胀,黏度陡增;随后,淀粉粒充分膨胀,在第 276 s 时达到峰值黏度,形成淀粉糊;然后,淀粉粒中支链淀粉进一步膨胀,颗粒破裂,直链淀粉也充分向水中分散,导致黏度下降;达到最低黏度后,随着温度降低,分子运动减弱,黏度又开始上升^[10]。可见莲子磨皮粉淀粉与已报道的莲子淀粉 RVA 糊化曲线^[10]基本一致。

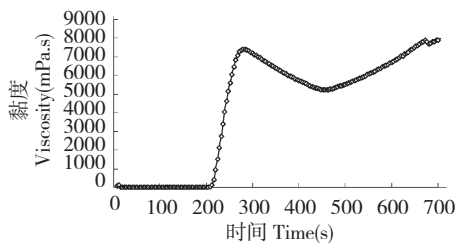


图 8 淀粉的 RVA 糊化曲线

Fig. 8 RVA gelatinization curve of the starch

表 5 为莲子磨皮粉淀粉糊化过程相应的特征值。可知,其起始糊化温度为 78.4°C ,糊化峰值黏度为 7397.00 mPa. s,崩解值为 2172.00 mPa. s,均小于马铃薯淀粉而大于玉米淀粉(数据未列出),表

明其颗粒大小适中,淀粉糊热稳定性相对较好;此外,莲子磨皮粉淀粉的回升值较大(为 2025.00

mPa. s),表明其容易老化回生,这可能与其直链淀粉含量较高有关。

表5 淀粉的糊化特征值($n = 3, \bar{x} \pm s$)

Table 5 Gelatinization characteristic values of the starch($n = 3, \bar{x} \pm s$)

起始糊化温度 Initial gelatinization temperature (°C)	峰值黏度 Peak viscosity (mPa. s)	热浆黏度 Hot viscosity (mPa. s)	最终黏度 Final viscosity (mPa. s)	崩解值 Breakdown value (mPa. s)	回升值 Setback value (mPa. s)
78.40 ± 0.05	7397.00 ± 224.12	5225.00 ± 98.32	7250.00 ± 330.74	2172.00 ± 125.80	2025.00 ± 232.42

3 结论

磨皮粉是莲子加工的副产物,含有丰富的蛋白质、淀粉等营养成分。以提取其蛋白质后的残渣为原料提取淀粉,通过单因素和正交实验,获得的最优工艺条件为:0.125 mol/L NaOH 提取液、液固比 8:1,温度 50 °C 下提取 5.5 h,在此条件下粗淀粉的提取率为 94.80%;所得粗淀粉中淀粉含量达 88.64%,直链淀粉含量达 34.97%;淀粉为 C 型结晶结构,颗粒多呈椭圆形,粒径范围在 3 ~ 26 μm;起始糊化温度为 78.4 °C,崩解值为 2172.00 mPa. s,较易糊化且淀粉糊热稳定性较好;回升值为 2025.00 mPa. s,易老化。本工艺提取步骤简单,提取的淀粉达到工业级淀粉要求,可实现磨皮粉中蛋白质和淀粉的联产,有望成为莲子磨皮粉综合利用的一条新途径。

参考文献

- Sridhar KR, Bhat R. Lotus—a potential nutraceutical source. *J Agric Tech*, 2007, 3:143-155.
- Poornima P, Weng CF, Padma VV. Neferine, an alkaloid from lotus seed embryo, inhibits human lung cancer cell growth by MAPK activation and cell cycle arrest. *Biofactors*, 2013, 89: 379-385.
- Wang FX (王发祥), He W (贺伟), Li W (李微), et al. Comparison of composition characteristics of proteins in lotus seed with its peel waste. *Food Sci* (食品科学), 2015, 36(1):61-63.
- He W (贺伟), Liu YL (刘永乐), Wang FX (王发祥), et al. Optimization of extraction process for peel waste protein from lotus seeds by response surface methodology. *Food Sci*

(食品科学), 2015, 36(8):24-28.

- Peng FG (彭芳刚), Li QL (李绮丽), Wu WG (吴卫国). Optimization of extraction of proanthocyanidins from skin of red lotus seed using response surface methodology. *Mod Food Sci Tech* (现代食品科技), 2013, 29:1349-1354.
- Wang C (王超), Li C (李嫦), Huang SR (黄师荣). Study on extraction conditions of pectin from lotus (*Nelumbo nucifera* 'Hong Xiang Lotus') seed peel waste. *Mod Food Sci Tech* (现代食品科技), 2013, 29:146-149.
- Buléon A, Colonna P, Planchot V, et al. Starch granules: structure and biosynthesis. *Int J Biol Macromol*, 1998, 23:85-112.
- Guo ZB, Zeng SX, Lu X, et al. Structural and physicochemical properties of lotus seed starch treated with ultra-high pressure. *Food Chem*, 2015, 186:223-230.
- Gravois KA, Webb BD. Inheritance of long grain rice amylograph viscosity characteristics. *Euphytica*, 1997, 97(1):25-29.
- Fu YF (付一帆), Gan SZ (甘淑珍), Zhao SM (赵思明). Gelatinization characteristics and mechanical stability of various starch sources. *Trans CSAE* (农业工程学报), 2008, 24:255-257.
- Tang QY, Zhang CX. Data Processing System (DPS) software with experimental design, statistical analysis and data mining developed for use in entomological research. *Insect Sci*, 2013, 20:254-260.
- Zeng SX (曾绍校), Zheng BD (郑宝东), Lin YY (林鹭缘), et al. Granular characteristics of lotus -seed starch. *J Chin Cereal Oil Assoc* (中国粮油学报), 2009, 24(8):62-64.
- Zobel HF. Starch crystal transformations and their industrial importance. *Starch*, 1998, 40(1):1-7.