



引用格式:纵伟,付玉洁,张康逸,等. 红枣多糖水解工艺优化及其产物吸湿性能、保湿性能研究[J]. 轻工学报,2016,31(1):23-28.

中图分类号:TS255.3 文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.2096-1553.2016.1.005

文章编号:2096-1553(2016)01-0023-06

# 红枣多糖水解工艺优化及其产物吸湿性能、保湿性能研究

## Optimization of jujube polysaccharide hydrolysis technology and study on hygroscopicity, moisture retention of products

纵伟<sup>1,2</sup>, 付玉洁<sup>1,2</sup>, 张康逸<sup>2,3</sup>, 张丽华<sup>1,2</sup>, 董宇<sup>1,2</sup>, 刘梦培<sup>1,2</sup>

ZONG Wei<sup>1,2</sup>, FU Yu-jie<sup>1,2</sup>, ZHANG Kang-yi<sup>2,3</sup>, ZHANG Li-hua<sup>1,2</sup>, DONG Yu<sup>1,2</sup>, LIU Meng-pei<sup>1,2</sup>

1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 食品生产与安全河南省协同创新中心, 河南 郑州 450001;

3. 河南省农业科学院, 河南 郑州 450000

1. College of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. Collaborative Innovation Center of He'nan Province for Food Production and Safety, Zhengzhou 450001, China;

3. He'nan Academy of Agricultural Sciences, Zhengzhou 450000, China

### 关键词:

红枣多糖; 水解产物;  
吸湿性; 保湿性

### Key words:

jujube polysaccharide;  
hydrolysis product;  
hygroscopicity; moisture  
retention

**摘要:**以还原糖得率为指标,研究了水解时间、水解温度和硫酸浓度对红枣多糖水解的影响,在单因素试验的基础上采用正交试验优化红枣多糖水解的工艺条件;对水解产物的吸湿性能和保湿性能进行研究,并考察主要水解产物还原糖含量与其吸湿性能和保湿性能之间的相关性.结果表明:红枣多糖水解的最佳工艺条件为水解时间120 min,水解温度70℃,硫酸浓度0.15 mol/L,在此条件下还原糖得率为97.56%;红枣多糖水解产物具有较强的吸湿性和保湿性,相同条件下与甘油差异不显著;水解产物的吸湿性能、保湿性能与还原糖含量均呈正向线性相关,且线性相关系数分别为0.905和0.919.红枣多糖水解产物在食品、化妆品生产领域有很好的应用前景.

收稿日期:2015-08-07

基金项目:“十二五”国家科技支撑计划项目(2012BAD36B07);河南省高等学校食品加工与安全重点学科开放实验室开放基金项目(2013);国家大学生创业训练计划项目(201410462025);郑州轻工业学院大学生创新实验项目(2014DC025)

作者简介:纵伟(1965—),男,安徽省萧县人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为功能食品.

**Abstract:** Using reducing sugar yield as index, the effect of hydrolysis time, hydrolysis temperature and sulfuric acid concentration on jujube polysaccharide hydrolysis was studied. Based on single factor test, orthogonal test was used to optimize the jujube polysaccharide hydrolysis conditions. Then the hygroscopicity, moisture retention of hydrolysis product were studied. And the correlation between the reducing sugar content of hydrolysis product and its hygroscopicity and moisture retention was investigated. The results showed that the optimization conditions of jujube polysaccharide hydrolysis were as follows: hydrolysis time 120 min, hydrolysis temperature 70 °C, sulfuric acid concentration 0.15 mol/L. Under this condition, the reducing sugar yield was 97.56%. The jujube polysaccharide hydrolysis products had good hygroscopicity and moisture retention, no significant difference than that of glycerol in the same conditions. The hygroscopicity and moisture retention of hydrolysis product had positively linear correlation with reducing sugar content, and the linear correlation coefficient were 0.905 and 0.919, respectively. The jujube polysaccharide hydrolysis products had a good application prospect in the field of food and cosmetics production.

## 0 引言

红枣营养丰富,红枣多糖为红枣的主要功效成分,具有抗氧化、增强免疫力和降血糖等保健作用<sup>[1-2]</sup>。近年来的研究发现,多糖进行水解后的低聚糖具有许多独特的生物学活性,具有如活化增殖双歧杆菌、预防胃溃疡、降血糖、降血脂和降血压等功能作用<sup>[3-4]</sup>,且水解后水溶性较好。因此,将大分子的植物多糖水解为低聚糖,遂成为研究热点。其中既有多种植物多糖的水解研究<sup>[5-6]</sup>,还有对植物多糖水解得到低聚糖的功能特性的研究<sup>[7-8]</sup>。而对红枣多糖水解和水解得到低聚糖特性的研究,目前还鲜见报道。鉴于此,本文拟采用酸法水解制备红枣低聚糖,并对红枣低聚糖的特性进行研究,以期对红枣多糖的开发利用提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

主要材料:红枣为灰枣,无病虫害,无霉变,由好想你枣业股份有限公司提供。

主要试剂:甘油、葡萄糖、3,5-二硝基水杨酸(DNS)、浓硫酸、氢氧化钠、无水乙醇等,均为分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司产。

主要仪器:101-2型电热鼓风干燥箱,天津市泰斯特仪器有限公司产;XY-FD-18型

真空冷冻干燥机,上海欣渝仪器有限公司产;752型紫外可见分光光度计,上海菁华科技有限公司产。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 红枣多糖的制备** 将红枣挑拣清洗后,去核,按料液比为1:4( $w/v$ )加入去离子水,在80 °C的水浴锅中浸提4 h,5 000 r/min离心30 min后收集上清液,再次用同样的方法将枣渣浸提、离心,收集上清液,合并两次的上清液后,浓缩,加入3倍体积的无水乙醇,搅拌30 min,将混合物放在4 °C的冰箱中冷藏静置24 h后取出,5 000 r/min离心10 min后,分离出下层的醇沉物,冷冻干燥机干燥后作为红枣多糖样品,置于干燥箱中干燥备用<sup>[9]</sup>。

**1.2.2 红枣多糖的水解** 取10 g红枣多糖放在烧杯中,加入50 mL的0.05~0.25 mol/L硫酸溶液,混合均匀后置于40~80 °C的水浴中水解30~180 min,用0.5 mol/L的氢氧化钠溶液中和,至pH=7,测定还原糖含量。

**1.2.3 红枣多糖水解条件的正交试验优化** 先进行红枣多糖水解的单因素试验,根据单因素试验的结果,对影响红枣多糖水解还原糖得率的水解时间( $A$ ),水解温度( $B$ ),硫酸浓度( $C$ ),通过 $L_9(3^4)$ 正交试验表进行试验设计,空列( $D$ )用于误差分析。正交试验的因素、水平

表见表 1.

表 1 正交试验的因素、水平表

Table 1 The factors level table of orthogonal test

水平	A/min	B/°C	C /(mol · L <sup>-1</sup> )	D
1	100	50	0.05	1
2	120	60	0.10	2
3	140	70	0.15	3

**1.2.4 还原糖得率的计算** 取 10 g 红枣多糖,采用苯酚-硫酸法<sup>[10]</sup>测定其中纯多糖含量  $W_1$ . 将多糖水解后,根据 DNS 法测定还原糖质量  $W_2$ <sup>[11]</sup>,其中反映并描述葡萄糖浓度  $y$ /(mg · mL<sup>-1</sup>)与吸光度  $x$  之间关系的方程为  $y = 0.3727x + 0.0066$ ,  $R^2 = 0.9997$ . 则还原糖得率

$$Y = (W_2/W_1) \times 100\%$$

**1.2.5 水解产物的吸湿进程** 将一定量的水解产物( $W_1$ )经冷冻干燥后,置于干燥器中,采用饱和硫酸钠溶液维持干燥器的相对湿度为 43% RH,水解产物在干燥器中分别放置 6 h, 12 h, 24 h, 36 h 后,称量其质量( $W_2$ ),吸湿率  $X = (W_2 - W_1)/W_1 \times 100\%$ ,同时,在相同的条件下测定甘油的吸湿率作为对照<sup>[12]</sup>.

**1.2.6 水解产物的保湿进程** 称取一定量的水解产物( $W_1$ ),经冷冻干燥后置于干燥器中,并且用变色硅胶维持无水干燥条件,分别加入质量分数为样品量 10% 的水分,添加水分量记为  $H_0$ ,分别放置 0 h, 6 h, 12 h, 24 h, 36 h 后,称量其质量( $H_n$ ),水分残存率  $R = (H_n - W_1)/H_0 \times 100\%$ ,在相同条件下测定甘油的水分残存率作为对照<sup>[13]</sup>.

**1.2.7 还原糖含量对水解产物吸湿性能、保湿性能的影响** 取 10 g 还原糖含量不同的多糖水解产物,分别测定相对湿度为 43% RH,放置 12 h 的吸湿率和干燥情况下放置 12 h 的水分残存率,然后计算还原糖含量与吸湿率、水分残

存率之间的相关性.

**1.2.8 数据处理** 每组数据平行测定 3 次,采用 SPSS 软件进行数据分析.

## 2 结果与讨论

### 2.1 红枣多糖水解的单因素试验

**2.1.1 时间对红枣多糖水解的影响** 取 10 g 红枣多糖置于烧杯中,加入 50 mL 的 0.1 mol/L 硫酸溶液,混合均匀后置于 80 °C 的水浴中水解 30 ~ 180 min,用 0.5 mol/L 的氢氧化钠溶液中和,至 pH = 7,测定还原糖含量,计算还原糖得率,结果如图 1 所示.

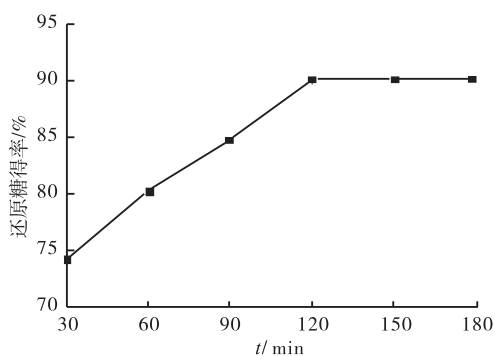


图 1 水解时间对红枣多糖水解后还原糖得率的影响

Fig. 1 Effect of hydrolysis time on the reducing sugar yield after jujube polysaccharide hydrolysis

由图 1 可知,随着水解时间的延长,还原糖得率也逐渐增加,在 120 min 时达到了最大值而后趋于平稳. 因此,为了节约成本,水解时间控制在 120 min 左右为宜.

**2.1.2 温度对红枣多糖水解的影响** 取 10 g 红枣多糖置于烧杯中,加入 50 mL 的 0.1 mol/L 硫酸溶液,混合均匀后置于 40 ~ 80 °C 的水浴中水解 120 min,用 0.5 mol/L 的氢氧化钠溶液中和,至 pH = 7,测定还原糖含量,计算还原糖得率,结果如图 2 所示.

由图 2 可知,随着水解温度的升高,多糖水解后还原糖得率呈先增加后减少的趋势,在

60 ℃时达到最大值. 当温度超过 60 ℃时, 得率略有下降, 这可能是温度较高时, 还原糖与粗多糖中的杂质发生了反应. 因此, 水解温度控制在 60 ℃左右为宜.

**2.1.3 硫酸浓度对红枣多糖水解的影响** 取 10 g 红枣多糖置于烧杯中, 加入不同浓度的硫酸溶液 (0.05 ~ 0.25 mol/L), 混合均匀后置于 60 ℃的水浴中水解 120 min, 用 0.5 mol/L 的氢氧化钠溶液中和, 至 pH = 7, 测定还原糖含量, 计算还原糖得率, 结果如图 3 所示.

由图 3 可知, 随着硫酸浓度的不断增加, 还原糖得率呈先增加后减少的趋势. 当硫酸浓度为 0.10 mol/L 时, 还原糖得率达到最大值, 因

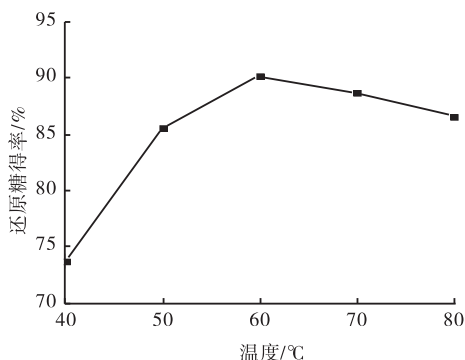


图2 水解温度对红枣多糖水解后还原糖得率的影响

Fig. 2 Effect of hydrolysis temperature on the reducing sugar yield after jujube polysaccharide hydrolysis

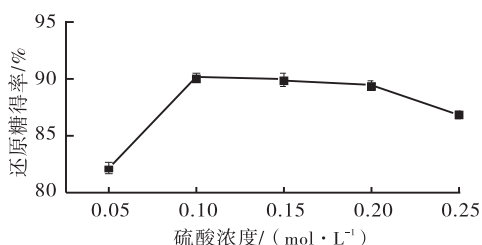


图3 硫酸浓度对红枣多糖水解后还原糖得率的影响

Fig. 3 Effect of sulfuric acid concentration on the reducing sugar yield after jujube polysaccharide hydrolysis

此硫酸浓度控制在 0.10 mol/L 为宜.

## 2.2 红枣多糖水解条件的正交试验优化

红枣多糖水解条件的正交试验优化结果见表 2.

表2 红枣多糖水解条件的正交试验优化结果表

Table 2 The orthogonal test optimization results table of jujube polysaccharide hydrolysis conditions

编号	A/min	B/°C	C/(mol·L <sup>-1</sup> )	D	还原糖得率/%
1	1	1	1	1	86.25
2	1	2	2	2	87.49
3	1	3	3	3	90.88
4	2	1	1	1	86.25
5	2	2	2	2	94.47
6	2	3	3	3	97.49
7	3	1	2	3	88.51
8	3	2	3	1	87.58
9	3	3	1	2	83.41
$\gamma_1$	88.207	87.003	90.440	88.043	
$\gamma_2$	92.737	89.847	85.717	91.163	
$\gamma_3$	86.500	90.593	91.287	88.237	
R	6.237	3.590	5.570	3.120	

由表 2 可知, 3 个因素对红枣多糖水解影响的主次关系分别为  $A > C > B$ , 表明红枣多糖水解的最佳条件为  $A_2B_3C_3$ , 即水解时间 120 min, 水解温度 70 ℃, 硫酸浓度 0.15 mol/L, 在该优化条件下进行 3 次平行验证试验, 还原糖得率可达 97.56%.

对各因素对还原糖得率的影响进行方差分析, 结果见表 3. 由表 3 可知, 水解时间和水解温度对还原糖得率的影响达到了显著水平, 其他因素对还原糖得率的影响不显著.

表3 方差分析结果表

Table 3 The table of variance analysis results

因素	平方和	自由度	F 比	显著性
A	62.330	2	1.596	显著
B	21.530	2	0.551	不显著
C	54.052	2	1.384	不显著
D	18.337	2	0.469	不显著
误差	156.25	8		

### 2.3 红枣多糖水解产物的吸湿性能和保湿性能

红枣多糖水解产物的吸湿进程和保湿进程分别如图4和图5所示.由图4可以看出,红枣多糖水解产物在43% RH条件下,吸湿率随着时间的延长而增加,表明其具有较好的吸湿性能,相同条件下与甘油的吸湿率差异不显著.由图5可以看出,在有硅胶的干燥环境下,随着时间的延长,红枣多糖水解产物放置48 h后,水分残存率仍然为42.2%,表明其具有较强的保湿性能,并且与相同条件下甘油水分残存率差异不显著.

### 2.4 还原糖含量对红枣多糖水解产物的吸湿性能、保湿性能影响

本试验采用的红枣多糖是通过水提取和乙醇沉淀得到的粗红枣多糖,其中除含有多糖成

分外,还含有蛋白质、多酚等杂质,水解产物的吸湿性能、保湿性能与还原糖含量密切相关.还原糖含量对红枣多糖水解产物的吸湿性能、保湿性能影响见图6和图7.

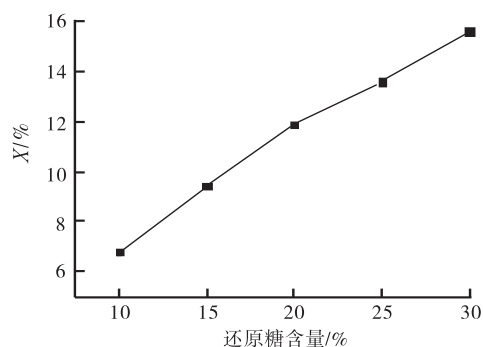


图6 还原糖含量对红枣多糖水解产物吸湿性能影响

Fig. 6 The effect of reducing sugar content on the hygroscopicity of jujube polysaccharide hydrolysis products

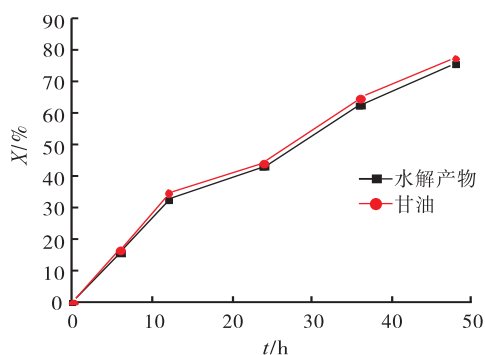


图4 红枣多糖水解产物的吸湿进程

Fig. 4 The hygroscopicity process of jujube polysaccharide hydrolysis products

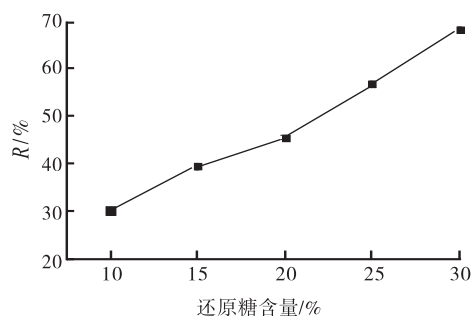


图7 还原糖含量对红枣多糖水解产物保湿性能影响

Fig. 7 The effect of reducing sugar content on the moisture retention of jujube polysaccharide hydrolysis products

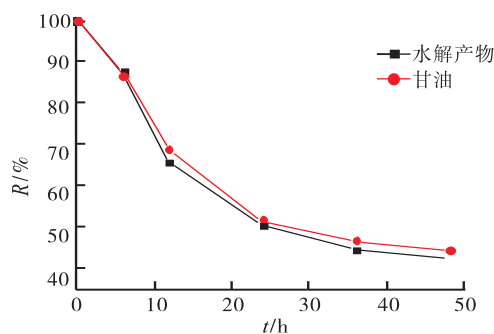


图5 红枣多糖水解产物的保湿进程

Fig. 5 The moisture retention process of jujube polysaccharide hydrolysis products

由图6和图7可以看出,红枣多糖水解产物吸湿性能、保湿性能与还原糖含量呈正向线性相关,其线性相关系数分别为0.905和0.919.这表明吸湿性能、保湿性能主要是由于多糖水解产物的作用.

## 3 结论

本文以还原糖得率为指标,通过单因素试

验和正交试验优化,考察了水解时间、水解温度和硫酸浓度对红枣多糖水解的影响,得到了红枣多糖水解的最佳工艺条件:水解时间120 min,水解温度70 ℃,硫酸浓度0.15 mol/L,在该优化条件下进行3次平行试验得到的还原糖得率为97.56%。对红枣多糖水解产物的吸湿性能和保湿性能进行研究,结果表明,红枣多糖水解产物具有较强的吸湿性和保湿性,其效果与相同条件下甘油差异不显著。研究主要水解产物还原糖含量与其吸湿性能和保湿性能之间的相关性,得到二者与还原糖含量均呈正向线性相关,且线性相关系数分别为0.905和0.919。上述结果表明,红枣多糖水解产物在食品、化妆品中都具有很好的应用前景。

#### 参考文献:

- [1] 孟君,任向莉,蒋玲.用 ICP-AES 法测定不同地域枣中铁含量[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版), 2010, 25(4):32.
- [2] 纵伟,张丽华,张沙沙,等.胶体磨处理对鲜枣浆黏度特性的影响[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版), 2014, 29(6):25.
- [3] 余钰骢,古扎努尔,应铁进.灵芝结构多糖水解物的生物活性及提取工艺研究[J]. 中国食品学报,2014, 14(3):40.
- [4] 刘锐,龘许晨,史春悦,等.枸杞多糖及其水解产物的抗氧化活性研究[J]. 中国果菜,2014, 34(4):1.
- [5] 陈萍,苗晓燕,何富强.芦荟多糖提取及酸水解动力学研究[J]. 北方园艺,2014(12):110.
- [6] 孙元琳,申瑞玲,汤坚,等.当归多糖的水解特征及其水解产物分析[J]. 分析化学,2008,36(3):348.
- [7] 游丽君,刘钧发,冯梦莹,等.酶法水解金针菇多糖及其产物特性分析[J]. 现代食品科技, 2013, 29(7):1486.
- [8] 梁敏,邹东恢,郭宏文,等.复合酶法提取金针菇多糖及光谱分析[J]. 湖北农业科学,2012,51(6):1210.
- [9] 张耀雷,黄立新,张彩虹,等.壶瓶枣干燥预处理及提取工艺对其多糖得率的影响[J]. 天然产物研究与开发, 2014,26(5):721.
- [10] 王文平,郭祀远,李琳,等.苯酚-硫酸法测定野木瓜中多糖含量的研究[J]. 食品科学,2007,28(4):276.
- [11] 王影影,李雪梅,殷向晨.马铃薯全粉中还原糖测定方法比较[J]. 济宁学院学报,2011,32(3):33.
- [12] 李咏梅,宁正祥.羧甲基低聚果糖的吸湿保湿和抗氧化性质研究[J]. 现代食品科技,2008, 24(11):1121.
- [13] KENNEDY J, AUCLAIR K, KENDREW S G, et al. Modulation of polyketide synthase activity by accessory proteins during lovastatin biosynthesis [J]. Science, 1999, 284:1368.
- [17] 全国食品工业标准化技术委员会肉禽蛋制品分技术委员会.信息与文献 肉与肉制品 pH 值测定:GB/T 9695.5—2008[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [18] 中华人民共和国卫生部.信息与文献 肉与肉制品卫生标准的分析方法:GB/T 5009.44—2003[S]. 北京:中国标准出版社,2003.
- [19] 中华人民共和国卫生部.信息与文献食品微生物学检验菌落总数测定:GB/T 4789.2—2010[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [20] 中华人民共和国卫生部.信息与文献 食品微生物学检验大肠菌群测定:GB/T 4789.2—2003[S]. 北京:中国标准出版社,2003.
- [21] 孙天利.冰温保鲜技术对牛肉品质的影响研究[D]. 沈阳:沈阳农业大学,2013.
- [22] 李立杰.南美白对虾贮藏时质构和色差的变化研究[D]. 天津:天津商业大学,2014.
- [23] 肖红,谢晶.不同贮藏温度下冷却肉品质变化的实验研究[J]. 制冷学报,2009,30(3):40.
- [24] 全国食品工业标准化技术委员会、卫生部卫生标准技术委员会食品卫生标准专业委员会.信息与文献 鲜、冻禽产品:GB 16869—2005[S]. 北京:中国标准出版社,2005.

(上接第22页)