

酒糟纤维素提取工艺研究

朱开宪¹ 赵金松²

(1.四川化工职业技术学院,四川 泸州 646000;2.泸州老窖股份有限公司,四川 泸州 646000)

摘要: 研究碱浓度、水解温度和料液比等因素对纤维素提取效果的影响,优化酒糟纤维素提取工艺条件。结果表明,纤维素的提取率及纯化程度主要受碱浓度的影响,在氢氧化钠浓度为0.5 mol/L、料液比1:10、碱水解温度为60℃时,纤维素提取效果最好。

关键词: 酒糟; 纤维素; 提取工艺

中图分类号: X797; TQ35

文献标识码: A

文章编号: 1001-9286(2011)06-0088-03

Study on the Extraction Techniques of Cellulose from Distiller's Grains

ZHU Kaixian¹ and ZHAO Jinsong²

(1.Sichuan Vocational College of Chemical Engineering, Luzhou, Sichuan 646000;

2. Luzhou Laojiao Co.Ltd., Luzhou, Sichuan 646000, China)

Abstract: The effects of alkali concentration, hydrolysis temperature, and the ratio of raw materials to liquid on the extraction of cellulose from distiller's grains were investigated, and the extraction conditions had been optimized. The results indicated that the extraction rate of cellulose and its purifying degree were mainly influenced by alkali concentration and the optimum extraction conditions were summed up as follows: sodium hydroxide concentration was 0.5 mol/L, the ratio of raw materials to liquid was 1:10, and alkali hydrolysis temperature was at 60℃.

Key words: distiller's grains; cellulose; extraction techniques

随着酿酒工业的不断发展,酒糟的产量也越来越大,酒糟中含有大量的可再利用资源。酒精发酵只是利用了原料中淀粉的85%~93%,其余的物质均残留在酒糟中,尤其含有大量的纤维素等物质。纤维素是食品、化工、医药等行业的重要原料,纤维素的开发研究是现代生物技术的重要原料,具有较好的开发前景。近年来,欧洲各国以及日本的农业及化学科学家正在积极探索以纤维素等可再生资源为原料生产化工新产品,用来代替以石油为原料的化工产品。纤维素可用作高效液相色谱手性固定相,用作吸附剂等,用途相当广泛。

目前,关于利用酒糟提取纤维素的介绍较少,且提取率都不高,采用的方法各不相同。本文围绕提高酒糟中纤维素的提取率进行研究,根据酒糟成分特点及纤维素的分子结构和理化特性,采用酸水解、碱水解及酶水解相结合的提取方式进行研究,最终筛选出较优的提取工艺。

1 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

酒糟:泸州老窖酒厂提供;试剂:氢氧化钠、乙醚、冰乙酸,分析纯;考马斯亮蓝 G-250 市场购买。

收稿日期:2011-04-08

作者简介:朱开宪(1984-),女,四川成都人,从事化学工程方面的科研和教学工作。

优先数字出版时间:2011-05-11 地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/52.1051.TS.20110511.1033.001.html?uid=>

1.2 主要仪器与设备

DZKW-4 型电热恒温水浴锅;北京中兴伟业仪器有限公司,WFZ UV-2000 型紫外可见分光光度计;尤尼柯(上海)仪器有限公司。

1.3 试验方法

纤维素的提取工艺流程

水洗→95%vol乙醇处理→乙醚处理→α-淀粉酶水解→糖化酶水解→碱水解→蛋白酶水解→漂白、去木质素→酸水解→干燥,称量

2 结果与分析

2.1 纤维素含量测定

对大曲酒糟提取物中纤维素含量进行计算及分析。纤维素含量按下式计算:

$$X=K(a-b)/n \times 24$$

式中: X——纤维素含量, %;

24——1 mol C₆H₁₀O₅ 硫代硫酸钠的当量数;

K——硫代硫酸钠的浓度, mol/L;

a——空白滴定所消耗硫代硫酸钠的体积, 滴定为 21.4 mL;

b——溶液所消耗硫代硫酸钠体积, mL;

n——大曲酒糟提取得的纤维素产品质量, g。

测定结果及分析见表 1, 酒糟提取纤维素正交试验及极差分析见表 2、图 1。

表 1 酒糟提取纤维素测定结果

试管号	纤维素质量(g)	B(mL)	纤维素含量(%)
1	3.831	16.72	78.0
2	3.600	15.86	92.4
3	3.111	15.98	90.3
4	3.750	16.48	82.0
5	3.680	16.06	89.0
6	3.932	15.88	92.0
7	3.802	16.57	80.5
8	3.732	16.00	90.0
9	3.237	16.03	89.5

其中, 纤维素质量为 1.2.1.2 中所得结果, b 为溶液所消耗硫代硫酸钠体积, 纤维素含量为通过公式: $X=K(a-b)/n \times 24$ 所计算得结果。

表 2 酒糟提取纤维素正交试验及极差分析

试验号	A 碱浓度(mol/L)	B 料液比	C 温度(°C)	提取率(%)
1	0.1	1:9	50	29.9
2	0.5	1:9	60	33.3
3	1.0	1:9	70	28.1
4	0.1	1:10	60	30.7
5	0.5	1:10	70	32.8
6	1.0	1:10	50	26.9
7	0.1	1:11	70	30.6
8	0.5	1:11	50	33.6
9	1.0	1:11	60	29.0
K1j	91.2	91.3	90.4	
K2j	99.7	90.4	93.0	
K3j	84.0	93.2	91.5	
R1	30.2	30.4	30.1	
R2	33.2	30.1	31.0	
R3	28.0	31.1	30.5	
Rj	5.2	1.0	0.9	

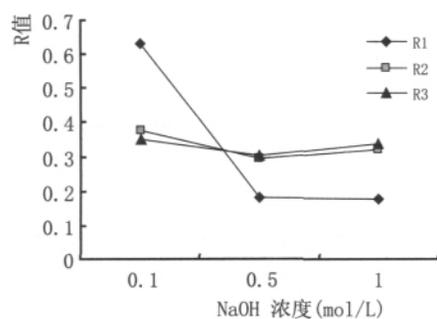


图 1 极差分析

从图 1 可以看出, R1 为碱浓度对纤维素提取率影响程度的极差分析折线图, R2 为料液比对纤维素提取率影响程度的极差分析折线图, R3 为温度对纤维素提取率影响程度的极差分析折线图, R 越大对提取率的影响越大。从极差 R 分析可知, $R_A > R_B > R_C$, 在影响酒糟纤维素提取率的诸多因素中, 根据影响程度大小的次序为 A >

B > C, 较优的提取条件为 $A_2(0.5 \text{ mol/L})$ 、 $B_3(1:11)$ 、 $C_2(60^\circ\text{C})$, 即 NaOH 溶液浓度为 0.5 mol/L、料液比为 1:11, 温度为 60 °C。

2.2 纤维素产品中蛋白质含量测定

对蛋白质含量进行测定, 以吸光度为纵坐标, 蛋白含量为横坐标绘制标准曲线, 结果见图 2。

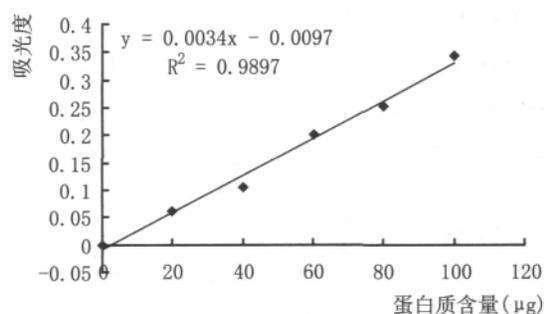


图 2 蛋白质含量标准曲线

提取物蛋白质百分含量按下式计算:

$$\text{提取物蛋白质百分含量} = \frac{\text{样品蛋白质含量} (\mu\text{g/g}) \times 10^{-6}}{\text{样品质量}} \times 100\%$$

酒糟产品中蛋白质测定及分析结果见表 3。

表 3 酒糟提取纤维素蛋白含量测定结果

试管号	吸光度	样品蛋白质含量 ($\mu\text{g/g}$)	提取物蛋白质百分含量 (%)
1	0.040	7205	0.721
2	0.004	1910	0.191
3	0.006	2205	0.221
4	0.029	5590	0.559
5	0.003	1765	0.177
6	0.001	1470	0.147
7	0.033	6175	0.618
8	0.003	1765	0.177
9	0.002	1620	0.162

以蛋白质的去除程度为标准, 研究碱水解条件不同对酒糟中蛋白质的去除程度不同程度进行极差分析, 结果见图 3。

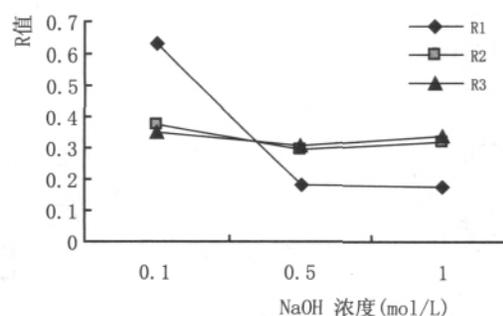


图 3 极差分析

图 3 中, R1 为碱浓度对蛋白质去除效果影响的极差分析折线, R2 为料液比对去除蛋白质程度的极差分析折线, R3 为温度对蛋白质去除效果影响的极差分析折

线。从极差 R 分析可知, $RA > RB > RC$, 在影响大曲酒糟蛋白质去除效果方面, 碱浓度对其影响最大, NaOH 溶液浓度为 1.0 mol/L 和 0.5 mol/L 时, 效果较好且相差不大, 而料液比为 1:10 和 1:11 时, 水解蛋白质效果都较好且效果相差不大, 碱水解温度为 60 °C 为最佳工艺条件。

2.3 测定结果分析

从纤维素提取率角度分析, NaOH 浓度对其影响最大, 浓度为 0.5 mol/L 时, 提取率最大。从蛋白质方面看, 蛋白质中所含肽链在碱浓度过低时不易被除去, 所以, 碱浓度为 1.0 mol/L 时效果最佳, 但与 0.5 mol/L 浓度相比效果相当。根据资料显示, 纤维素在较高浓度碱溶液中会发生水解, 通过极差分析也表明, 纤维素在碱浓度为 1.0 mol/L 时, 发生了轻度水解, 因此, 碱浓度为 0.5 mol/L 时既能使纤维素的提取率较高, 也能很好地去除蛋白质; 料液比为 1:10 效果最佳。

3 结论

纤维素的提取方法一般有: 碱水解法、酸水解法及酶水解法等, 这些方法并不能同时起到很好去除杂质的效果, 因而所得纤维素纯度较低。本研究采用酸碱综合法, 并利用酶的去淀粉效果, 能有效去除酒糟中的半纤维素、木质素、淀粉及其他糖类, 从而提高纤维素的提取率和纯度。其中, 碱是影响纤维素的主要因素, 本研究讨论了碱对提取率的影响。

参考文献:

- [1] 熊素敏, 左秀凤, 朱永义. 稻壳中纤维素、半纤维素、木质素的测定[J]. 粮食与饲料工业, 2005(8): 40-41.
- [2] 陈毓荃. 生物化学实验方法和技术[M]. 北京: 科学出版社, 2002.
- [3] 陈洪章. 纤维素生物技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.

(上接第 87 页)

分析, 结果见图 3。

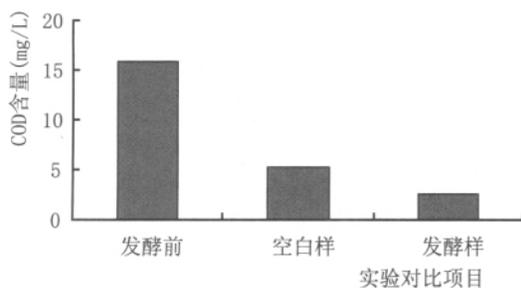


图 3 餐饮废弃物发酵前后 COD 含量的变化结果

图 3 结果表明, 采用的发酵方法对降低餐饮废弃物中的 COD 含量有显著效果。餐饮废弃物发酵前的 COD 含量为 15.84 mg/L, 空白样(不接种嗜酸乳杆菌)自然发酵后 COD 的含量为 5.19 mg/L, 去除率为 67.23%; 通过嗜酸乳杆菌发酵后 COD 的含量为 2.52 mg/L, 去除率达 84.09%, 比空白样的去除率高 16.86%。本实验结果的发酵液 COD 符合国家类水标准(GB/3838—2002^[6])。

3 结论

通过初步研究可以看出, 采用该发酵方法对调整餐

饮废弃物的酸性环境、降低餐饮废弃物中的悬浮物和 COD 含量都有明显的效果。而且, 经嗜酸乳杆菌发酵后的餐饮废弃物液体部分(水)已达到排放标准。因此, 生物法处理工艺不仅带来一定的经济效益, 而且为餐饮废弃物的科学、大规模处理、无害化和减量化排放带来新思路、新方向, 提供了可借鉴的方法。

参考文献:

- [1] 吕凡, 何晶晶, 邵立明, 等. 易腐性有机垃圾的产生与处理技术途径比较[J]. 环境污染治理技术与设备, 2003, 4(8): 46-50.
- [2] 何东平, 郑晓, 郭涛, 等. 餐厨垃圾中地沟油加工与管理探讨[C]. 中国粮油学会油脂分会第十六届学术年会, 136-139.
- [3] 王书. 日本如何处理地沟油[J]. 农村实用技术, 2010(7): 30.
- [4] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T11901—1989 水质悬浮物的测定重量法[S]. 北京: 中国标准出版社.
- [5] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T11914—1989 水质化学需氧量的测定重铬酸盐法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1991.
- [6] 国家环境保护总局. GB/3838—2002 地表水环境质量标准[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2004.

2010 年度中国轻工酿酒行业十强企业

本刊讯 近日, 中国轻工业联合会公布了 2010 年度中国轻工酿酒行业十强企业: 四川宜宾五粮液集团有限公司、中国贵州茅台酒厂有限责任公司、江苏洋河酒厂股份有限公司、青岛啤酒股份有限公司、烟台张裕集团有限公司、华润雪花啤酒(中国)有限公司、北京燕京啤酒集团公司、内蒙古河套酒业集团有限公司、劲牌有限公司和四川剑南春集团有限责任公司。(小雨)

来源: 中国酿酒工业协会 2011-5-19