

文章编号: 1000-5013(2013)01-0059-04

# 红藻伊谷草制备高强度琼脂的工艺优化

张学勤, 肖美添, 叶静, 黄雅燕

(华侨大学 化工学院, 福建 厦门 361021)

**摘要:** 通过单因素实验和正交试验,考察伊谷草制备高强度琼脂工艺的重要影响因素,获得优化的伊谷草制备超高强度琼脂的工艺条件,即碱(NaOH)质量分数为10.0%,处理温度为80℃,处理时间为2.0 h,提胶时间为3.0 h.在此工艺条件下伊谷草琼脂的提取率可达13.87%,产品琼脂的凝胶强度可达1428 g·cm<sup>-2</sup>(Gel质量分数为1.5%,20℃),超过国家标准对于超高强度琼脂的要求.

**关键词:** 伊谷草; 琼脂; 凝胶强度; 提取率; 工艺优化

**中图分类号:** Q 539.9; S 984.49

**文献标志码:** A

琼脂(Agar)是从红藻门海洋植物中提取的多糖体,具有优良的凝胶、增稠和稳定性能,可用作增稠剂、凝固剂、悬浮剂、乳化剂、稳定剂、保鲜剂、粘合剂、生物培养基和微生物载体,广泛应用于食品、日用化工、轻工、医药等领域<sup>[1]</sup>.最新的食品安全国家标准 GB 1975—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 琼脂(琼胶)》将琼脂分为低、中、高、超高强度琼脂4个规格<sup>[2]</sup>.目前,琼脂产业总体来看呈现利润可观和供不应求的局面,但我国琼脂加工行业的发展却受到原料供应不足和品质相差悬殊的严重制约.江蓠是生产琼脂的主要原料<sup>[3]</sup>,虽然我国多个海区有养殖,但其生长是季节性的,产量有限.近年来,海产养殖业如鲍鱼养殖的迅猛发展,需要大量江蓠作饲料,严重冲击琼脂生产企业的江蓠原料供应.原料严重不足,迫使我国琼脂加工行业开发利用新的海藻资源来满足琼脂日益增长的市场需求.红藻门海洋植物伊谷草(*Ahnfeltia tobuchiensis*)是提取生产高强度琼脂的良好原料,在俄罗斯、日本、朝鲜等近海沿岸天然生长,容易获得,价格也较江蓠低<sup>[4]</sup>.在生产琼脂的原料紧缺情况下,伊谷草作为原料提取琼脂无异于一个很好的出路,而且伊谷草提取的琼脂硫酸基含量较低,可望得到高强度琼脂<sup>[5]</sup>.俄罗斯有少量关于用伊谷草提取琼脂的文献记载<sup>[5]</sup>,而国内则未见报道.本文通过单因素考察和正交试验对伊谷草提取琼脂的关键步骤进行工艺考察和优化,得到最佳的碱处理和提胶工艺条件.

## 1 实验方法

### 1.1 仪器

L50-M11536 型凝胶强度测定仪(福建泉州市万达实验仪器设备有限公司);DFT-250 型手提式中药粉碎机(山东青州市三宝中药机械厂);AE-240 型电子天平(瑞士梅特勒公司).

### 1.2 试剂

氢氧化钠(分析纯,广东汕头市西陇化工厂);盐酸,次氯酸钠(分析纯,上海国药集团化学试剂有限公司);活性炭(80~100目,分析纯,天津科密欧化学试剂公司).

### 1.3 伊谷草高强度琼脂的提取工艺

取40 g洗净晾干的伊谷草,置于800 mL,一定质量分数的碱(实验采用氢氧化钠,下同)溶液中,并在一定温度下进行碱处理;若干小时后过滤,弃去滤液,藻体用清水洗净,加入600 mL蒸馏水加热煮沸

收稿日期: 2012-01-26

通信作者: 张学勤(1984-),女,讲师,主要从事不对称催化及手性药物中间体的合成的研究. E-mail: xqzhang2009@hqu.edu.cn.

基金项目: 福建省泉州市科技计划重点项目(2011N1)

提胶;提胶若干小时后过滤,滤渣弃去,滤液趁热加入适量活性炭进行脱色处理后,过滤除去活性炭,滤液室温冷却凝固后经切片、冷冻、解冻脱水、干燥、粉碎等步骤,可得琼脂产品。

1.4 凝胶强度和提取率的测定

凝胶强度( $P$ )依据 GB 1975—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 琼脂(琼胶)》的方法<sup>[2]</sup>进行测定;提取率( $\eta$ )为从海藻中提取的琼脂质量与海藻质量比。

2 结果与讨论

2.1 影响伊谷草琼脂凝胶强度和提取率的因素

2.1.1 碱质量分数 在碱处理温度为 70 ℃,碱处理时间为 2.0 h,提胶时间为 2.5 h 和活性炭用量为 10 g · L<sup>-1</sup> 条件下,考察不同氢氧化钠质量分数( $w$ )对琼脂的凝胶强度( $P$ )和提取率( $\eta$ )的影响,如图 1 所示。由图 1 可知:琼脂的凝胶强度随着氢氧化钠质量分数的增加先增大后减小,在氢氧化钠质量分数为 8.0% 时达到最大值 1 381 g · cm<sup>-2</sup>;碱质量分数在 6.0% 以上,琼脂的凝胶强度均能达到超高强度琼脂的要求<sup>[2]</sup>。由图 1 还可知:提取率和凝胶强度的变化规律基本一致,在氢氧化钠质量分数为 8.0% 和 10.0% 时,提取率分别为 10.22% 和 10.15%。因此,氢氧化钠质量分数为 8.0% 和 10.0% 左右为宜。

碱处理的目的是促使藻体细胞壁产生裂纹,使细胞内的色素和硫酸基杂质溶出而被去除<sup>[6]</sup>。这一方面可以提高琼脂的纯度,保证高的凝胶强度;另一方面,细胞壁的破裂有助于提胶时琼脂的溶出,但碱质量分数过大会导致琼脂分子的降解,凝胶强度和提取率都随之下降。

2.1.2 碱处理温度 在碱质量分数为 8%,碱处理时间为 2.0 h,提胶时间为 2.5 h 和活性炭用量为 10 g · L<sup>-1</sup> 条件下,考察不同碱处理温度( $\theta$ )对琼脂的凝胶强度( $P$ )和提取率( $\eta$ )的影响,如图 2 所示。从图 2 中可知:碱处理温度在 80 ℃ 时,琼脂的凝胶强度最大,提取率也达到最大值。适宜的温度有利于去除藻体中的色素、硫酸基等杂质,避免琼脂分子的降解和损失,从而提高琼脂的提取率和凝胶强度。

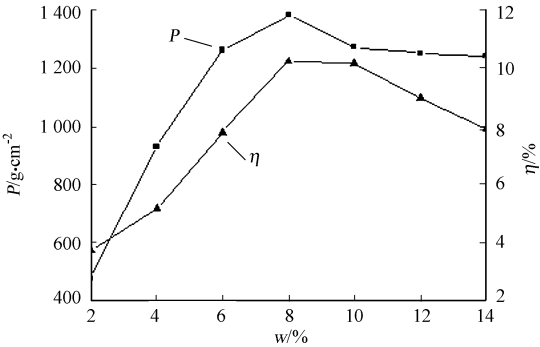


图 1 碱质量分数对琼脂凝胶强度和提取率的影响  
Fig. 1 Influence of alkali concentrations on gel strength and agar yield

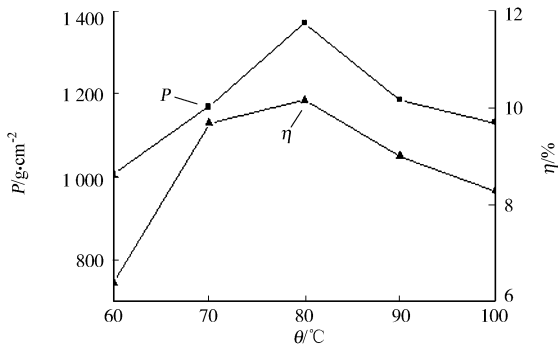


图 2 碱处理温度对凝胶强度和提取率的影响  
Fig. 2 Influence of alkali solution temperatures on gel strength and agar yield

2.1.3 碱处理时间 在碱质量分数为 8%,碱处理温度为 80 ℃,提胶时间为 2.5 h 和活性炭用量为 10 g · L<sup>-1</sup> 条件下,考察不同碱处理时间( $t_1$ )对琼脂的凝胶强度( $P$ )和提取率( $\eta$ )的影响,如图 3 所示。由图 3 可知:当碱处理时间为 1.0 h 时,凝胶强度和提取率均较低;碱处理时间增至 2.0 h 时,凝胶强度和提取率均有大幅度的上升,并且都达到峰值;继续延长碱处理时间,凝胶强度呈现缓慢下降趋势,提取率下降明显。这说明在碱质量分数为 8.0%,碱处理时间为 2.0 h 的时候,藻体细胞中的色素、硫酸基等杂质基本溶解到碱液中,再延长碱处理时间会导致琼脂降解,使凝胶强度和提取率的大幅度下降。

2.1.4 提胶时间 在碱质量分数为 8%,碱处理温度为 80 ℃,碱处理时间为 2.0 h 和活性炭用量为 10 g · L<sup>-1</sup> 条件下,考察不同提胶时间( $t_2$ )对琼脂的凝胶强度( $P$ )和提取率( $\eta$ )的影响,如图 4 所示。由图 4 可知:随着提胶时间的增加,凝胶强度先下降后趋于平缓,但均大于 1 300 g · cm<sup>-2</sup>;提胶时间由 0.5 h 延长至 2.0 h,琼脂提取率由 8.5% 上升至 13.8%;提胶时间为 2.0 h 以后,提取率的增加趋于平缓。延长提胶时间可以提高提取率,但同时也会使部分琼脂降解导致凝胶强度降低。在满足超高强度琼脂凝胶强度的要求下,提取率的提高有利于实现更大的经济价值。综合考虑提取率和能耗,可选取 3 h 左右为

适宜的提胶时间.

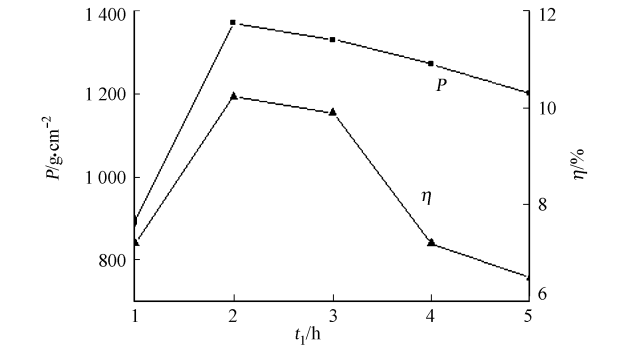


图 3 碱处理时间对凝胶强度及提取率的影响  
Fig. 3 Influence of alkali digestion times  
on gel strength and agar yield

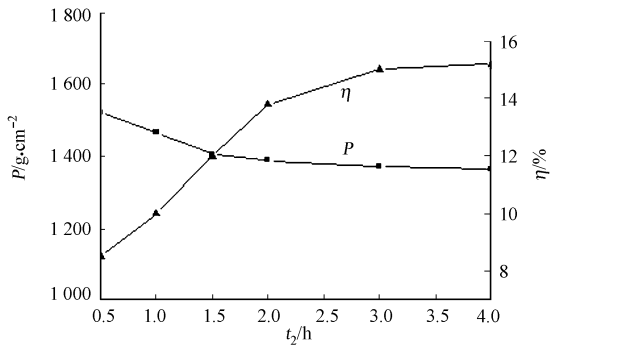


图 4 提胶时间对凝胶强度及提取率的影响  
Fig. 4 Influence of extraction times  
on gel strength and agar yield

2.2 正交实验

根据单因素试验的结果可以看出,碱质量分数、碱处理温度、碱处理时间及提胶时间对琼脂的提取率有较大的影响. 因此,结合上述的单因素试验结果,以碱质量分数(A)、碱处理温度(B)、碱处理时间(C)及提胶时间(D)为因素,选用  $L_9(3^4)$  正交实验表(表 1)设计正交实验,对伊谷草提取超高强度琼脂进行工艺优化. 表 2 为实验结果. 鉴于在适宜的工艺条件下,伊谷草琼脂产品的凝胶强度均能达到国家标准中对超高强度琼脂的要求,因此,以提取率为指标进行数据分析,结果如表 3 所示.

表 2 正交试验结果  
Tab. 2 Result of orthogonal text

试验号	因素				$\eta/\%$	$P/g \cdot cm^{-2}$
	A ( $w/\%$ )	B ( $\theta/^\circ C$ )	C ( $t_1/h$ )	D ( $t_2/h$ )		
1	6.0	70	1.0	2.0	2.81	538
2	8.0	80	2.0	3.0	11.91	1 460
3	6.0	90	3.0	4.0	9.07	1 396
4	8.0	70	2.0	4.0	10.90	1 450
5	8.0	80	3.0	2.0	9.96	1 454
6	8.0	90	1.0	3.0	12.20	1 447
7	10.0	70	3.0	3.0	11.61	1 509
8	10.0	80	1.0	4.0	13.32	1 370
9	10.0	90	2.0	2.0	8.64	1 238

由表 3 可知:提取率的优方案为  $D_2B_2A_3C_2$ , 即碱质量分数为 10.0%,碱处理温度为 80  $^\circ C$ ,碱处理时间为 2.0 h,提胶时间为 3.0 h. 然而,此优方案并不包含在正交方案已做过的 9 个实验中,已做过的 9 个实验中提取率最大的是第 8 号实验,其实验方案是  $D_3B_2A_3C_1$ .

因此,需要对优化方案做进一步验证试验. 结果表明:优方案为  $D_2B_2A_3C_2$ ,即碱质量分数为 10.0%,碱处理温度为 80  $^\circ C$ ,碱处理时间为 2.0 h,提胶时间为 3.0 h,琼脂的提取率为 13.87%,

表 1 正交水平因素表  
Tab. 1 Orthogonal level factors table

水平	因素			
	A ( $w/\%$ )	B ( $\theta/^\circ C$ )	C ( $t_1/h$ )	D ( $t_2/h$ )
1	6.0	70	1.0	2.0
2	8.0	80	2.0	3.0
3	10.0	90	3.0	4.0

表 3 提取率的正交试验结果分析  
Tab. 3 Results analysis of  
orthogonal test of extraction rate

指标	A	B	C	D
K1	23.790	25.32	28.33	21.41
K2	33.060	35.19	31.45	35.72
K3	33.570	29.91	30.64	33.29
k1	7.930	8.440	9.443	7.137
k2	11.020	11.730	10.483	11.907
k3	11.190	9.970	10.213	11.097
R	3.260	3.290	1.040	4.770

凝胶强度为  $1\,428\text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}$ ;而 8 号实验方案  $\text{D}_3\text{B}_2\text{A}_3\text{C}_1$ ,即碱质量分数为 10.0%,碱处理温度为  $80\text{ }^\circ\text{C}$ ,碱处理时间为 1.0 h,提胶时间为 4.0 h,琼脂的提取率为 13.32%,凝胶强度为  $1\,370\text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

验证试验的结果表明:优方案( $\text{D}_2\text{B}_2\text{A}_3\text{C}_2$ )的琼脂提取率高于 8 号实验,且琼脂凝胶强度也有所提高,符合超高强度琼脂的要求.综合考虑,经正交试验得到的碱处理及提胶阶段最佳工艺条件:碱质量分数为 10.0%,碱处理温度为  $80\text{ }^\circ\text{C}$ ,碱处理时间为 2.0 h,提胶时间为 3.0 h.

3 结 束 语

实验对红藻伊谷草提取制备高强度琼脂进行工艺优化,通过单因素实验和正交试验确定了最佳工艺条件,即碱( $\text{NaOH}$ )质量分数为 10.0%,碱处理温度为  $80\text{ }^\circ\text{C}$ ,碱处理时间为 2.0 h,提胶时间 3.0 h.在该工艺条件下,伊谷草琼脂的提取率最高为 13.87%,产品的凝胶强度可高达  $1\,428\text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}$ ,超过国家标准对于超高强度琼脂的要求.该实验结果对开发利用新的海藻资源满足市场上日益增长的琼脂需求具有一定的指导意义,后续的放大实验正在研究中.

参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典(二部)[M]. 北京: 化学工业出版社,2005:911.  
[2] 中华人民共和国卫生部. GB 1975—2010 食品安全国家标准 食品添加剂 琼脂(琼胶)[S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.  
[3] 吴湛霞,董静静,李思东,等. 国内江蓠提取琼胶加工工艺的研究进展[J]. 广西轻工业,2010,26(9):19-20,22.  
[4] 李名族. 朝鲜赠送我国的一批伊谷草在旅大市试养[J]. 中国水产,1959(24):17.  
[5] SUKHOVERKHOV S V,KADNIKOVA I A,PODKORYTOVA A V. Production of agar and agarose from the red alga *Ahnfeltia tobuchiensis*[J]. Applied Biochemistry and Microbiology,2000,36(2):201-203.  
[6] 赵谋明. 江蓠琼胶加工中碱处理的作用及机理[J]. 食品科学,1991(11):14-17.

Process Optimization of Ultra High Strength Agar Preparation  
from the Red Alga *Ahnfeltia tobuchiensis*

ZHANG Xue-qin, XIAO Mei-tian, YE Jing, HUANG Ya-yan

(College of Chemical Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, China)

**Abstract:** Through single-factor study and orthogonal test, the important factors of preparation of high-strength agar from *Ahnfeltia Tobuchiensis* was studied. The optimum conditions of production of agar from the red slga *Ahnfeltia tobuchiensis* were established. The optimal conditions were as follows: alkali concentration 10%, temperature  $80\text{ }^\circ\text{C}$ , time of the treatment with alkaline 2 h, extraction time 3 h. On these conditions, the maximum extraction rate through this process was 13.87% and gel strength of 1.5% agar solution was  $1\,428\text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}$ , exceeding the national standard for ultra-high strength agar.

**Keywords:** *Ahnfeltia tobuchiensis*; agar; gel strength; extraction rate; process optimization

(责任编辑: 钱筠      英文审校: 刘源岗)