响应面法优化红枣多糖的微波提取工艺研究

李新明。张永茂。张 俊。 干 学 喜

(甘肃省农业科学院 农产品贮藏加工所,甘肃 兰州 730070)

摘 要. 为优化微波提取红枣多糖的工艺条件, 在微波功率、提取时间、液料比和提取次数 4 最佳组合。结果表明·微波最佳提取红枣多糖参数为·微波功率800 W, 提取时间75 min, 液料比 8 提取次数 3;在此条件下,多糖理论提取量为 27.3%;微波功率和液料比对红枣多糖提取率影响 最大。

关键词:响应面,红枣多糖,微波提取

中图分类号·S 665.109⁺.2 文献标识码: A 文章编号: 1001-0009(2011)09-0049-04

中医药伴随着人类文明的开始而兴起,以毒副作用 小、安全、有效而著称。随着社会经济的发展,人类文明 程度的提高,养生保健、寓健康于饮食和运动,越来越受 到人们的关注。红枣为鼠李科枣属植物枣(Ziziphus iuiuba Mill. var. inermis Rehd.)的干燥成熟果实,也是 国家公布的药食同源中药,性平、味甘,具有补中益气、 养血安神之功。古今均将其作为健脾专药,益气养血佳 品。已有研究表明, 红枣所含的红枣多糖具有补气、补 血、提高免疫等作用學。现代临床医学研究证实红枣 具有抗变态反应、中枢神经抑制作用、保肝、增强肌力和 抑制癌细胞的增殖等作用,对治疗肝炎、降血压, 医毒 疮、补血、健脑、抗癌和健脾强身具有特殊的效果^[3]。

近些年的研究表明,与常规的溶剂提取过程相比, 微波辐射辅助提取法具有选择性高、提取时间短、易挥 发性成分的提取得率高以及不需要特殊的分离步骤等 优点。现采用微波辅助水浸提红枣多糖,结合响应面 法 确定红枣多糖的最佳提取工艺。

1 材料与方法

1.1 试验材料

红枣购自兰州市自由市场: 仪器与设备:722 型可见 分光光度计由上海欣茂仪器有限公司生产:格兰仕 WP800BS 微波炉由顺德格兰什电器有限公司生产。

第一作者简介: 李新明(1970), 男, 博士, 研究方向为农产品精深 加工。E-mail: lixinming9856@163.com。

基金项目: 甘肃省农业科学院农业科技创新专项资助项目 (2009GA AS09),

收稿日期: 2011-03-11

1.2 试验方法

- 1.2.1 多糖含量的测定 多糖含量的测定采用硫酸苯 酚法[4]。
- 1.2.2 红枣多糖的提取方法 红枣多糖易溶于热水,故 采用微波辅助热水浸提法提取 所得粗多糖经乙醇沉淀可 得到多糖。首先确定最佳乙醇浓度,在此基础上再考查微 波功率、提取时间、液料比和提取次数对多糖得率的影响。 并设计响应面试验、进一步确定多糖最佳提取工艺。

1.3 中心组合实验设计

在单因素试验的基础上,根据 Box-Benhnken 的中 心组合实验设计原理, 选取微波萃取功率(X₁)、提取时 间 (X_2) 、液料比 (X_3) 以及提取次数 (X_4) 4 个因素作为实 验因素,以红枣多糖提取率作为响应值,进行四因素三 水平的响应面分析实验。确定四因素水平上限和下限 并对每个因素的水平编码。数据处理采用 SAS 8.2 统 计软件分析。

表 1 因素和水平

因素	低	中	高
微波功率 X ₁ /W	-1 (700)	0 (750)	1 (800)
提取时间 X ₂ / min	-1 (65)	0 (70)	1 (75)
液料比 X3	-1(6)	0 (7)	1(8)
提取次数 X ₄ / 次	-1(2)	0 (3)	1(4)

2 结果与分析

2.1 不同微波功率对多糖提取率的影响

在提取时间为 70 min, 液料比为 7, 提取次数为 3 的 条件下,结果如图1所示。随着微波功率的逐渐提高。 多糖提取率不断增加。当微波功率达到 750 W 时, 多糖 提取率达到最大,之后,随微波功率的增加,多糖提取率 不再显著增加,所以选取 750 W 为试验功率。

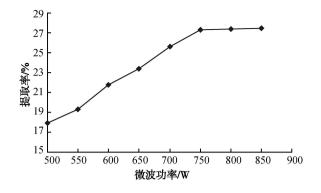


图 1 微波功率对多糖提取率的影响

2.2 不同提取时间对多糖提取率的影响

在微波功率为750 W, 液料比为7, 提取次数为3的条件下, 结果如图2 所示。由图2可知随着提取时间的逐渐延长, 多糖提取率不断增加。当提取时间达到70min时, 多糖提取率达到最大, 之后, 随提取时间的延长, 多糖提取率不再显著增加, 所以选取70min为试验时间。

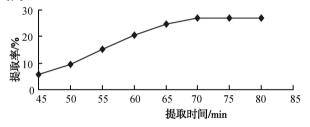


图 2 提取时间对多糖提取率的影响

2.3 不同液料比对多糖提取率的影响

在微波功率为 750 W, 提取时间为 70 min, 提取次数为 3 的条件下, 结果如图 3 所示。由图 3 可知, 随着液料比的逐渐增加, 多糖提取率不断增加。当液料比达到7 时, 多糖提取率达到最大, 之后, 随液料比的增加, 多糖提取率不再显著增加, 所以选取液料比7。

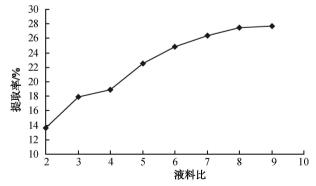


图 3 液料比对多糖提取率的影响

2.4 不同提取次数对多糖提取率的影响

在微波功率为 750 W, 提取时间为 70 min, 液料比为 7 的条件下, 结果如图 4 所示。由图 4 可知, 随着提取次数的逐渐增加, 多糖提取率不断增加。当提取次数达到 3 时, 多糖提取率达到最大, 之后, 随提取次数的增加,

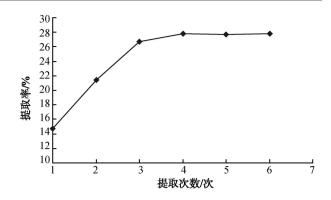


图 4 提取次数对多糖提取率的影响

多糖提取率不再显著增加,所以试验选取提取次数3。

2.5 响应面分析试验结果

根据相应的方案进行试验, 方案及结果见表 2。将试验数据进行多元回归拟合, 得到以红枣多糖提取率 Y为目标函数的二次回归方程模型为 $Y_1=27.19667+1.680833X_1+0.0625X_2+1.695833X_3-0.004167X_4-2.514583X_1^2+0.225X_1X_2+0.7125X_1X_3-0.055X_1X_4-1.877083X_2^2-0.005X_2X_3-0.0925X_2X_4-2.277083X_3^2-0.055X_3X_4-1.719583X_4^2$ 。 式中, 微波功率 X_1 、提取时间 X_2 、液料比 X_3 和提取次数 X_4 在设计中均经量纲线性编码处理, 故方程中各项系数绝对值的大小直接反映了各因素对指标值的影响程度, 系数的正负反映了影响的方向。

试验分析方案及结果如表 2 所示。对微波提取红 枣多糖模型进行拟合统计分析, 结果见表 3。

表 2 试验分析方案及结果

编码	微波功率 X ₁ /W	提取时间 X ₂ / min	液料比X ₃	提取 次数 X ₄ /次	提取率 Y ₁ /%
1	-1	-1	0	0	21. 28
2	-1	1	0	0	21. 53
3	1	— 1	0	0	24. 11
4	1	1	0	0	25. 26
5	0	0	-1	-1	21.66
6	0	0	-1	1	21.89
7	0	0	1	-1	25. 10
8	0	0	1	1	25. 11
9	-1	0	0	-1	21.69
10	-1	0	0	1	21.87
11	1	0	0	-1	25. 22
12	1	0	0	1	25. 18
13	0	— 1	-1	0	22. 11
14	0	— 1	1	0	25.03
15	0	1	— 1	0	22. 12
16	0	1	1	0	25.02
17	-1	0	— 1	0	18.69
18	-1	0	1	0	21. 20
19	1	0	-1	0	20.65
20	1	0	1	0	26.01
21	0	— 1	0	-1	23.01
22	0	— 1	0	1	22. 98
23	0	1	0	-1	22.87
24	0	1	0	1	22. 47
25	0	0	0	0	26. 99
26	0	0	0	0	27. 17
27	0	0	0	0	27. 43

该模型的 $R^2 = 0$. 9332, 说明此模型与实际试验拟合较好, 试验失拟项小, 因此可用该回归方程代替试验真实点对试验结果进行分析(表 3)。 对提取率影响的大小依次为液料比、微波功率、提取时间和提取次数。

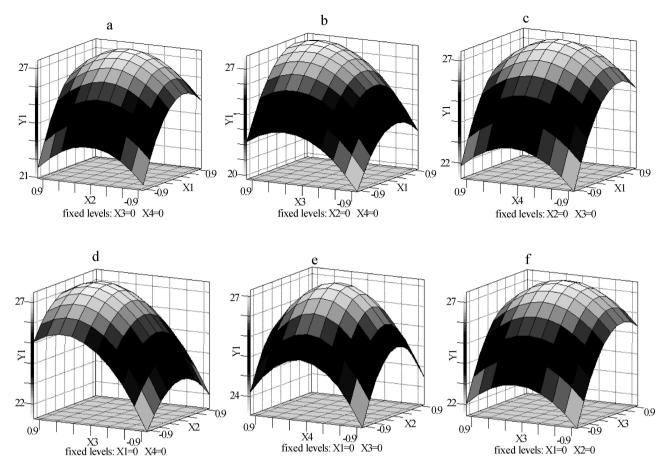


图 5 不同因素对红枣多糖提取率影响的响应面图

注. 微波功率和提取时间(a); 微波功率和液料比(b); 微波功率和提取次数(c);提取时间和液料比(d);提取时间和提取次数(e);液料比和提取次数 (f)。下图同。

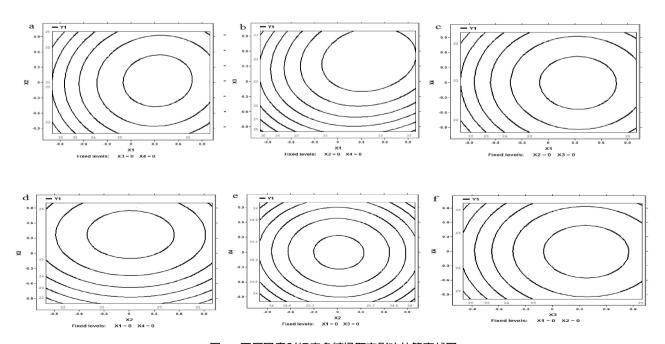


图 6 不同因素对红枣多糖提取率影响的等高线图

表 3 红枣多糖提取率拟合统计分析

	主模型	预测模型
Mean	23. 46852	23. 46852
R-square	93. 32%	93. 32%
Adj. R-square	85. 52%	85. 52%
RMSE	0.84916	0. 84916
CV	3. 618293	3.618293

二次项 X_1^2 、 X_2^2 、 X_3^2 、 X_4^2 对红枣多糖提取率的曲面效应显著,各因素交互作用均平显著,图 $5(a \sim f)$ 和图 $6(a \sim f)$ 为各因素之间两两相互关系对红枣多糖含量的影响响应面图。由图 5、6 可看出,微波功率和液料比对红枣多糖提取率的影响最显著,表现为在各图中曲面较陡,而提取次数的影响最不显著,表现为曲线较平滑。

通过软件分析,当红枣多糖产量最高组合为: $X_1 = 800 \text{ W}; X_2 = 75 \text{ min}; X_3 = 8; X_4 = 3, 即最佳提取工艺为: 微波功率 <math>800 \text{ W};$ 提取时间 75 min; 液料比 8; 提取次数 3。此条件下,多糖理论提取量为 27.3%。为了检验所得结果的可靠性,采用优化条件进行提取试验,实际测得值为 27.28%,与理论值相比,0.1%以内的相对误差,因此,响应曲面法所得的优化条件,红枣多糖提取工艺参数准确

可靠,具有实用价值。

3 结论

根据前期预试验确定对红枣多糖的影响因素,通过单因素试验、响应面法对红枣多糖提取条件进行优化,确定最适提取条件为:微波功率800 W;提取时间75 min;液料比8;提取次数3。在此条件下,多糖理论提取量为27.3%。方差分析表明,微波功率和液料比对红枣多糖提取率影响最大。

参考文献

- [1] 苗明三,方晓艳,苗艳艳,红枣多糖对大鼠气血双虚模型胸腺、脾脏中淋巴细胞超微结构影响的可能途径[J].中国临床康复,2006,10(27):96-99.
- [2] 蔡治华, 顾有方, 赵明, 等. 红枣多糖对小鼠脾脏组织结构的影响[J]. 中国中医药科技, 2009, 16(2), 128.
- [3] 樊君 吕磊,尚红伟.红枣的研究与开发进展[J].食品科学,2003,24(4):1612-1613.
- [4] Dubois M, Gilles K A, Hamilton J K, et al. Colorimetric method for determination of sugars and related substances [J]. Analytical Chemistry, 1956 28; 350-356.

Optimization of Microwave Extraction of Red Dates Polysaccharides Using Response Surface Method

LI Xin-ming, ZHANG Yong-mao, ZHANG Jun, WANG Xue-xi (Institute of Agricultural Product Storage and Processing Gansu Academy of Agricultural Sciences, Lanzhou, Gansu 730070)

Abstract: To obtain optimal extraction parameters of red dates polysaccharides under microwave irradiation, we investigated microwave power, extraction time, ratio of solvent to raw material, extraction number on polysaccharides yield using single-factor experiment. Then we optimized extraction condition of red dates polysaccharides using SAS 8.2 software. Obtained optimal extraction parameters were as followings: microwave power 800 W, extraction time 75 min ratio of solvent to raw material & extraction number 3. Under the optimal condition, yield of red dates polysaccharides was 27.3%. Analysis of variance indicated that microwave power and ratio of solvent to raw material mostly affected yield of red dates polysaccharides.

Key words: response surface method; red dates polysaccharides; microw ave extraction