

响应面优化微波法提取桑枝多糖的最佳工艺研究

纵 伟¹, 霍智文¹, 颜新培²

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002; 2. 湖南省蚕桑科学研究所, 湖南 长沙 410127)

摘 要:以桑枝为试材, 采用微波法, 进行了微波功率、微波时间及固液比对多糖得率单因素影响试验; 在此基础上, 采用响应面法对各提取条件进行了优化, 以期筛选桑枝多糖的最佳工艺条件。结果表明: 最佳提取工艺为微波功率 400 W、微波时间 6 min、固液比 1:20(g:mL), 桑枝多糖得率达到 2.81%。表明微波提取法是一种适宜桑枝多糖提取的方法。

关键词:桑枝; 多糖; 微波提取; 响应面分析

中图分类号:S 888.2 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2013)12-0136-04

桑是药、食兼用的植物^[1]。桑枝中含有较多的化学成分, 主要有多糖、黄酮类化合物、香豆精类化合物和生物碱等^[2-3]。已有研究表明, 桑枝多糖具有降血糖、调节免疫、抗氧化等活性^[4-6]。因此, 提取桑枝多糖对开发利用桑资源具有重要意义。

目前, 对桑枝多糖提取的研究多集中于加热浸提上, 贺天珍等^[7]采用热水浸提法从“湖桑 32 号”的桑树枝条皮中提取到粗多糖, 其得率达到 2.36%。但热水浸提时间长, 得率低。微波辅助提取技术是近年来新发展的一种方法, 与传统热水浸提取相比, 其既能缩短提取时间又能提高得率, 被应用于多种植物有效成分的提取^[8-9]。而用微波技术提取桑枝多糖的工艺研究还鲜见报道。因此, 现采用微波法提取桑枝多糖, 并采用响应面曲面法对提取条件进行优化, 以期筛选出桑枝多糖的最佳提取工艺。

1 材料与方法

1.1 试验材料

桑枝购于河南省宛西制药股份有限公司, 粉碎, 备用。石油醚、无水乙醇、苯酚、浓硫酸均为分析纯。微波炉(美的电器有限公司); RE-52AA 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂); RRHP-100 万能高速粉碎机(浙江省永康市红太阳机电有限公司); T6 新世纪紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 桑枝多糖的提取

桑枝粉碎到 80 目, 称取 5 g

桑枝末, 加 10 倍石油醚水浴回流 2 h, 抽滤, 滤渣挥干后, 加一定量水进行微波浸提, 浸提后抽滤, 重复 2 次, 合并 2 次滤液, 真空浓缩, 加乙醇至浓度达到 80%, 充分搅拌, 4℃下放置 12 h, 5 000 r/min 离心 10 min, 取沉淀, 用蒸馏水定容, 测定多糖含量并计算多糖得率 Y。Y=(c×n)/m×100%。式中, C 为多糖浓度(mg/mL), n 为粗多糖的稀释倍数, m 为桑枝粉末的质量(g), N 为多糖的得率(%)。

1.2.2 提取条件单因素试验 以桑枝多糖得率为指标, 分别考察微波功率、固液比、粉碎度和微波时间各因素对桑枝多糖得率的影响。微波功率对桑枝多糖得率的影响: 在固液比 1:20 g/mL 条件下, 分别采用 200、300、400、500、600 W 功率微波提取 6 min, 计算多糖得率。微波时间对桑枝多糖得率的影响: 在固液比 1:20 g/mL 条件下, 采用 400 W 功率微波提取不同时间, 计算多糖得率。固液比对桑枝多糖得率的影响: 在不同固液比条件下, 采用 400 W 功率微波提取 6 min, 计算多糖得率。

1.2.3 响应面优化提取条件 根据 Box-Behnken 设计原理, 综合单因素影响试验结果, 从中选取对响应值(多糖的得率)有显著影响的因素: 微波功率、微波时间及固液比。采用 3 因素 3 水平的响应面分析方法, 试验因素与水平设计见表 1。

表 1 试验设计因素水平及编码

Table 1 Experimental design factors and coded level

水平	因素		
	A 微波时间/min	B 微波功率/W	C 固液比/g·mL ⁻¹
-1	4	300	1:15
0	6	400	1:20
+1	8	500	1:25

1.3 项目测定

多糖含量测定: 采用苯酚-硫酸比色法测定总糖含量^[10], 以葡萄糖溶液为标准品, 以葡萄糖浓度(mg/mL)为

第一作者简介:纵伟(1965-), 男, 博士, 教授, 现主要从事食品科学等科研工作。E-mail: zongwei1965@126.com.

基金项目:国家“十二五”科技支撑计划资助项目(2012BAD36B07); 河南省教育厅科技创新团队资助项目(2013); 郑州市科技创新团队资助项目(2012)。

收稿日期:2012-01-17

横坐标,以吸光值为纵坐标,得回归方程: $Y=12.734X-0.464$ ($R^2=0.9998$)。

1.4 数据分析

通过 Design Expert 7.1.3 软件对试验数据进行回归分析,二次多项式模型方程拟合可靠性由 R^2 表示,统计学显著性由 F 值检验。影响因素的平方效应及交互效应的显著性由模型方程系数 P 值检验。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 微波作用功率对桑枝多糖得率的影响 由图 1 可知,随着微波功率的增加,桑枝多糖的得率逐渐升高。这是由于微波能快速均匀的加热试验原料,从而促使细胞膜破裂,加速多糖分子对基体的渗透及溶解。但随着微波功率的增加,多糖的溶解速率逐步减缓直至平衡,多糖的得率不再上升。因此,最适的微波功率为 400 W。

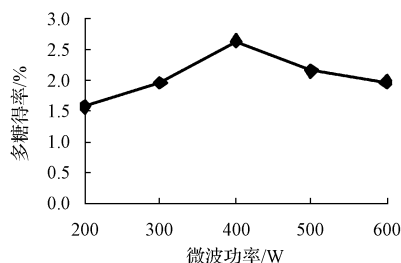


图 1 微波功率对桑枝多糖得率的影响

Fig. 1 Effect of microwave power on polysaccharide yield

2.1.2 微波作用时间对桑枝多糖得率的影响 由图 2 可知,当微波时间在 6 min 之内时,随着微波时间的延长,桑枝多糖的得率逐渐升高。这是由于在相同的微波功率下随着微波时间的增加,物质吸收的微波能越多,固液传质速度越快。微波时间超过 6 min 后,多糖的得率增加不再明显。因此,最适的微波时间为 6 min。

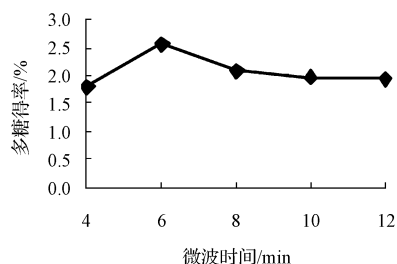


图 2 微波时间对桑枝多糖得率的影响

Fig. 2 Effect of microwave time on polysaccharide yield

2.1.3 固液比对桑枝多糖得率的影响 由图 3 可知,随着固液比的增加,桑枝多糖的得率增加,当固液比为 1:20 g/mL 时,得率达到最高值,这是由于固液比偏低时,溶剂与溶质之间的浓度差偏小,固液传至速度较慢,导致多糖得率偏低;随着固液比的增加,固液传至速度

加快,多糖在溶剂中的含量逐渐增加;但当固液比进一步增大后,传质达到平衡,继续增加溶剂用量会导致后续浓缩工作量加大,因此,最适固液比为 1:20 g/mL。

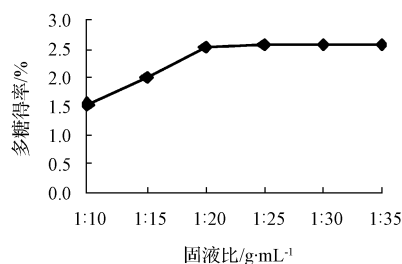


图 3 固液比对桑枝多糖得率的影响

Fig. 3 Effect of solid to liquid ratio on polysaccharide yield

2.2 响应面优化试验

2.2.1 响应面优化试验结果 以桑枝多糖得率为响应值进行响应面分析试验,17 个试验点由分析点和零点组成,其中分析点为自变量 A、B、C 的取值所构成的三位顶点,零点为区域中心点,其中零点试验重复 5 次,以便估算试验误差。试验设计与结果见表 2。

表 2 试验结果

Table 2 Experimental results

序号	微波功率/W	微波时间/min	固液比/g·mL ⁻¹	多糖得率/%
1	0	0	0	2.67
2	-1	0	1	2.58
3	0	-1	-1	1.91
4	0	0	0	2.71
5	0	0	0	2.81
6	1	0	-1	2.15
7	1	1	0	2.36
8	-1	-1	0	2.08
9	0	0	0	2.51
10	0	1	-1	2.01
11	0	1	1	2.71
12	1	0	1	2.78
13	-1	1	0	1.98
14	0	0	0	2.55
15	-1	0	-1	2.04
16	0	-1	1	2.10
17	1	-1	0	2.51

2.2.2 回归模型的建立及显著性检验 通过 Design Expert 7.1.3 软件对表 2 的试验数据进行多元回归拟合,得到桑枝多糖对微波功率、微波时间和固液比的二次多项回归模型方程为: $Y=2.65+0.140A+0.058B+0.260C-0.013AB+0.022AC+0.130BC-0.110A^2-0.310B^2-0.160C^2-0.00625$,式中 Y 为桑枝多糖的得率,A、B、C 分别为上述 3 个自变量的编码值。采用 SAS 软件对回归方程进行一阶求偏导,得到响应值 Y 处于最大值时的 A、B、C 的编码值分别为: $A=0.36$ 、 $B=0.45$ 、 $C=0.58$ 。即桑枝多糖的最佳提取工艺为提取微波功率 408.76 W,微波时间 6.78 min,固液比 1:21.33 g/mL,

此时由回归方程预测多糖得率的理论值为 2.96%。采用 F 检验方法对模型的显著性进行分析, F 值为 5.01, P 值($0.0225 < 0.05$), 说明此模型具有显著性, 此外, 失拟项 P 值($0.1278 > 0.05$)不显著, 该模型与实际试验拟合良好, 误差较小, 且自变量 A、B、C 与响应值之间的线性关系显著。表明此回归模型可用于微波提取桑枝多糖得率的理论预测。

2.2.3 微波法提取桑枝多糖的响应面分析与优化 为了进一步研究自变量之间的交互作用, 对多元回归方程

的响应面曲线图及等高线图进行可视分析, 结果见图 5、6。由直观观察和结合回归模型的数学分析可知, 微波提取桑枝多糖的最佳工艺参数为微波功率 408.76 W, 微波时间 5.78 min, 固液比 1 : 21.33 g/mL, 结合实际操作条件, 将最佳工艺参数调整为微波功率 400 W, 微波时间 6 min, 固液比 1 : 20 g/mL, 实际测得多糖得率为 2.81%, 与回归方程预测的理论值 2.96% 相差不大, 表明此回归模型可较好的预测桑枝多糖的得率。

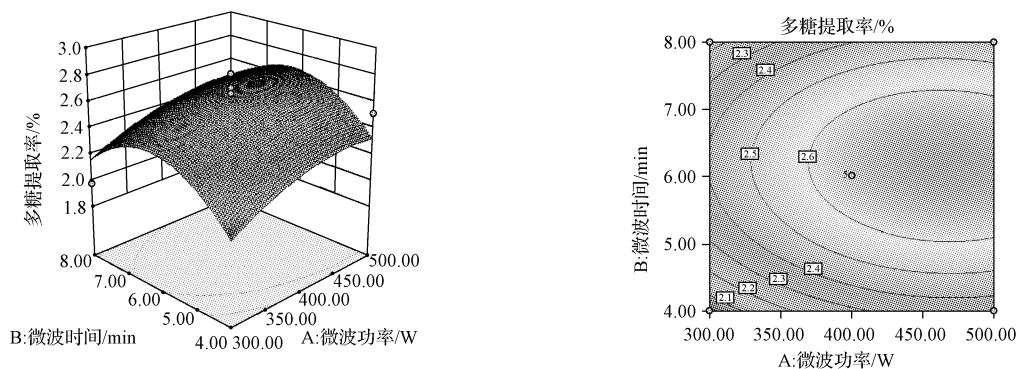


图 5 微波功率、微波时间及其交互作用对多糖得率的响应面和等高线图

Fig. 5 Response surface plots and contour plots of microwave power, extraction time and their interactions on polysaccharide yields

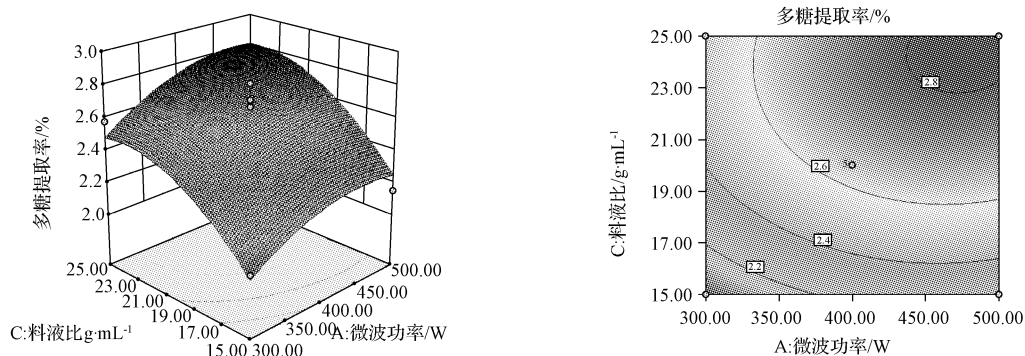


图 6 微波功率、固液比及其交互作用对多糖得率的响应面和等高线图

Fig. 6 Response surface plots and contour plots of extraction power, solid to liquid ratio and their interactions on polysaccharide yields

3 结论

通过分析影响微波提取桑枝多糖的因素, 并在此基础上进行响应面优化, 建立了微波提取桑枝多糖的二次多项数学模型, 模型具有显著性($P < 0.05$), 最佳提取条件为: 微波功率 400 W、微波时间 6 min、固液比 1 : 20 g/mL, 得率为 2.81%。

以微波提取桑枝多糖, 同传统方法相比具有时间短、得率高等优点, 因此具有良好的应用前景。

参考文献

[1] 沈蔚, 梁贵秋. 桑树资源在食品业的综合利用[J]. 现代农业科技, 2012(7): 340-340.
[2] 佟志远, 颜新培, 李顺祥, 等. 桑枝中氧化白藜芦醇的分离与鉴定[J]. 蚕业科学, 2011(5): 948-951.

[3] 陈佳佳, 廖森泰, 刘吉平. 桑枝的综合利用及发展趋势[J]. 广东蚕业, 2010(3): 45-49.
[4] 洪德志, 张作法, 蒋学. 桑枝多糖对正常小鼠免疫功能的影响[J]. 蚕业科学, 2011(3): 481-485.
[5] 郭灏, 卢笑丛, 王有为. 桑枝多糖分离纯化及其免疫作用的初步研究[J]. 武汉植物学研究, 2005(1): 82-84.
[6] 徐卫东, 王佩香, 欧阳臻. 响应曲面法优化桑枝多糖提取工艺[J]. 中国药房, 2011, 22(43): 4064-4067.
[7] 贺天珍, 李琳, 刘先明, 等. 桑枝皮多糖的提取及组成成分与体外生物活性分析[J]. 蚕业科学, 2010, 36(6): 1033-1036.
[8] 谢建华, 单斌, 张卫国. 响应面法优化微波辅助提取发酵虫草菌丝体[J]. 生物加工过程, 2009, 7(3): 34-38.
[9] 郭雷, 陈宇. 响应面法优化微波辅助提取浒苔多糖的工艺[J]. 食品科学, 2010, 31(14): 53-57.
[10] 钟先锋, 黄桂东, 邓泽元, 等. 荷叶多糖提取工艺的研究[J]. 食品与机械, 2007, 23(1): 87-89.

不同采收期对中华寿桃贮藏生理和品质的影响

刘更森¹, 樊连梅², 刘成连¹, 原永兵¹

(1. 青岛农业大学 园艺学院, 山东 青岛 266109; 2. 青岛农业大学 生命科学学院, 山东 青岛 266109)

摘 要:以中华寿桃果实为试材,在 $(1\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $(90\pm 5)\%$ 条件下对4个不同成熟度果实贮藏7周,通过对果实硬度、可溶性固形物、可滴定酸、乙烯生成速率、呼吸速率、细胞膜透性、褐变度等生理指标研究和果实感官品质评价,以确定适于低温冷藏的中华寿桃最佳采收期。结果表明:不同采收期对果实硬度、可溶性固形物含量和可滴定酸的保持,呼吸速率、乙烯释放及果实褐变度等方面的影响具有明显的差异,10月25日采收的果实贮藏效果明显优于其它处理。贮藏后期果实品质感官评价结果表明,低温冷藏条件下不同采收期对中华寿桃果实品质的影响依次是10月25日>10月20日>10月30日>10月15日。

关键词:中华寿桃;不同成熟度;贮藏;品质

中图分类号:S 662.1 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2013)12-0139-05

中华寿桃是我国北方冬桃的自然芽变,在山东主要集中在胶东半岛的莱西、莱阳、栖霞、莱州等市。该品种在胶东地区10月底成熟,属桃类中的晚熟品种,经过保鲜贮藏,可延长上市时间。中华寿桃是国内发现的一个十分罕见的珍稀优质晚熟品种,属北方品种群,树姿挺伸直立,树势强健,萌芽力中等,成枝力特强,具有成熟

期晚,果个大、着色好、果形美观、果肉脆嫩、含糖量高、易丰产、抗逆性强等特点。中华寿桃虽然具备许多优良特性,但果实采后在常温条件下品质衰退快、易腐烂、货架期短,在较短的时间内易失去新鲜桃的风味。另外,果心迅速发生褐变并向外蔓延,严重降低了其商品价值。桃属于典型的呼吸跃变型果实,有明显的呼吸、乙烯释放高峰,是其不耐贮藏的重要原因^[1-2]。许多研究表明,低温贮藏可以抑制桃果实乙烯释放率,推迟乙烯高峰的到来,在一定程度上减轻了果实失水和软化程度。但在桃果实冷藏过程中,存在果实褐变、软化、绵化及风味丧失等问题,严重影响了桃的品质、风味和商品价值^[3]。前人在各种贮藏条件和外源物质对桃贮藏效果的影响面做了很多研究,但对不同成熟度对果实贮藏效果的影响

第一作者简介:刘更森(1968-),男,黑龙江依安人,硕士,讲师,研究方向为果树栽培与生理。E-mail:gsliu@qau.edu.cn.

责任作者:原永兵(1960-),男,山东文登人,博士,教授,硕士生导师,研究方向为果树发育生理与分子生物学。E-mail:yyb@qau.edu.cn.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(30471200)。

收稿日期:2013-01-31

Optimization for Microwave Extraction Technology of Polysaccharides from *Morus alba* by Response Surface Method

ZONG Wei¹, HUO Zhi-wen¹, YAN Xin-pi²

(1. School of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou, Henan 450002; 2. The Sericultural Research Institute of Hunan Province, Changsha, Hunan 410127)

Abstract: Taking *Morus alba* as material, the effect of microwave power, microwave time and solid to water ratio on the yield of polysaccharides from *Morus alba* were studied by microwave method. On the basis of that, the response surface method was used to optimize the extraction conditions in order to get the best microwave extraction technology. The results showed that the optimum conditions were: microwave power 400 W, extraction time 6 min, solid to liquid ratio 1:20 g/mL, the yield of polysaccharides could reach 2.81%. So microwave method was a suitable method for extraction of *Morus alba* polysaccharides.

Key words: *Morus alba*; polysaccharides; microwave extraction; response surface analysis