

响应面法优化香蕉皮中单宁提取工艺研究

刘细祥¹, 张婷婷¹, 卢芳泉², 兰翠玲¹

(1. 百色学院 化学与生命科学系, 广西 百色 533000; 2. 百色职业学院, 计算机工程系, 广西 百色 533000)

摘要:以香蕉皮为试材,在单因素试验的基础上,运用 Box-Behnken 法和响应面法考察了料液比、超声功率、提取温度和提取时间 4 个因素对香蕉皮中单宁提取率的影响,并优化了提取工艺。结果表明:最佳提取工艺条件为料液比 1:22 g/mL、超声功率 80 W,提取温度 47℃,提取时间 33 min,在此条件下,单宁提取率的预测值为 89.45%,验证试验值为 87.89%。

关键词:单宁;香蕉皮;超声波提取;响应面法;工艺优化

中图分类号:S 668.1 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2014)08-0125-03

单宁又称单宁酸,是一种广泛存在于植物中的水溶性多酚类物质,由于其多羟基结构,具有较为活泼的化学性质,广泛应用于医药、食品、制革及印染工业^[1],工业应用前景广泛。目前植物中单宁的提取研究已有很多报道^[2-9]。而香蕉皮中单宁提取研究尚鲜见报道^[10-11]。该试验以广西百色市香蕉深加工副产物香蕉皮为试材,通过响应面法(response surface methodology, RSM)优化香蕉皮中单宁的超声波提取工艺,为香蕉皮中单宁提取的产业化提供基础数据,以期为大规模生产提供理论和实践指导。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试香蕉购于百色市农贸市场。

供试试剂为丙酮、乙醇、醋酸锌、EDTA、氨水、氯化铵、铬黑 T 等,均采用国产分析纯。

供试仪器为 KQ-200KDB 型高功率数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)、多功能高细度粉碎机(郑州鑫源机械设备有限公司)、AL204 电子分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 样品预处理 将香蕉皮放入鼓风干燥箱中在 105℃ 杀青处理 15 min,然后在 65℃ 条件下恒温烘干至恒重,再将干燥的香蕉皮放入粉碎机中粉碎,过 60 目筛,收集粉末密封备用。

1.2.2 单宁提取方法 称取 1.0 g 处理好的香蕉皮粉

末置于锥形瓶中,加入提取溶剂,在一定温度和一定超声波功率条件下,于超声波清洗器中提取一定时间后,收集提取液进行单宁含量测定。

表 1 响应面法试验因素水平

Table 1 Factors and levels for response surface methodology design

水平	因素			
	A 料液比 /g · mL ⁻¹	B 超声功率 /W	C 提取温度 /℃	D 提取时间 /min
-1	1:20	80	45	20
0	1:25	100	50	30
1	1:30	120	55	40

1.3 项目测定

1.3.1 单宁含量测定 采用乙酸锌络合滴定法^[12]测定单宁含量。

1.3.2 单宁总含量的测定及提取率的计算 称取香蕉皮粉末 1.0 g,料液比为 1:25 g/mL,超声波功率 100 W,提取时间 30 min,提取温度 60℃,反复多次提取,直到滤渣加 1% FeCl₃ 不显绿色为止,依次累加每次提取的单宁量计算出单宁总含量。经测定香蕉皮中单宁总含量为 425.3 mg/g。提取率(%) = 提取量/单宁总含量 × 100%。

1.3.3 响应面法试验 在单因素试验基础上,以料液比、超声功率、提取温度、提取时间为考察因素,运用 Design-Expert 8.05b 软件,采用 Box-Behnken design 设计试验方案^[13],进行响应面 4 因素 3 水平优化试验,应用 Design-Expert 8.05b 软件进行数据分析,建立响应值与影响因素间的数学模型,并运用数学模型确定响应面法优化的最佳提取工艺条件。

2 结果与分析

2.1 回归模型建立及分析

运用 Design-Expert 8.05b 软件对数据进行多元二次拟合,求得单宁提取率(Y)对料液比(A)、超声功率

第一作者简介:刘细祥(1983-),男,硕士,讲师,研究方向为食品安全检测技术。

基金项目:广西高等学校科研资助项目(201203YB170);2012 年百色学院青年教师成长工程资助项目。

收稿日期:2013-11-22

(B)、提取温度(C)、提取时间(D)的回归模型为: $Y=77.47-12.82A+5.06B+0.88C-5.10D+1.85AB+0.81AC+1.45AD-9.04BC+6.30BD-9.74CD-11.57A^2+1.56B^2-10.11C^2-9.48D^2$ 。

由表 3 可知,回归模型极显著($P<0.0001$),失拟项不显著($P=0.9617>0.05$),回归模型的决定系数 $R^2=0.9942$,说明可以用该模型对香蕉皮中单宁的提取率较地进行预测。从表 3 回归方程系数显著性检验可知,A、B、D 极显著,且影响程度依次为 $A>D>B>C$,即料液比、超声功率、提取时间对单宁提取率影响显著,影响程度依次为料液比>提取时间>超声功率>提取温度;交互项 BC、BD、CD 极显著,即超声功率和提取温度的交互作用、超声功率和提取时间的交互作用、超声功率和超声时间的交互作用对单宁提取率影响显著。对回归方程进行优化,剔除二次完全回归方程中的不显著因子 C、AB、AC、AD、 B^2 ,得到新的二次回归方程为 $Y=78.48-12.82A+5.06B+0.88C-5.10D-9.04BC+6.30BD-9.74CD-11.86A^2-10.41C^2-9.77D^2$ 。

表 2 Box-Behnken 方案设计和响应面法试验结果

Table 2 Box-Behnken experimental design arrangement and experimental results

试验号	A 料液比 /g·mL ⁻¹	B 超声功率 /W	C 提取温度 /℃	D 提取时间 /min	提取率 /%
1	-1	-1	0	0	77.73
2	1	-1	0	0	47.97
3	-1	1	0	0	82.49
4	1	1	0	0	60.15
5	0	0	-1	-1	52.93
6	0	0	1	-1	73.60
7	0	0	-1	1	60.90
8	0	0	1	1	42.60
9	-1	0	0	-1	73.87
10	1	0	0	-1	46.04
11	-1	0	0	1	62.57
12	1	0	0	1	40.53
13	0	-1	-1	0	52.71
14	0	1	-1	0	82.00
15	0	-1	1	0	72.57
16	0	1	1	0	65.68
17	-1	0	-1	0	69.46
18	1	0	-1	0	41.91
19	-1	0	1	0	70.15
20	1	0	1	0	45.82
21	0	-1	0	-1	76.90
22	0	1	0	-1	74.97
23	0	-1	0	1	53.62
24	0	1	0	1	76.90
25	0	0	0	0	74.10
26	0	0	0	0	80.76
27	0	0	0	0	79.85
28	0	0	0	0	78.16
29	0	0	0	0	74.48

表 3 回归模型方差分析

Table 3 The ANOVA results for regression model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	5 272.59	14	376.61	85.67	<0.0001	**
A	1 972.82	1	1 972.82	448.77	<0.0001	**
B	307.06	1	307.06	69.85	<0.0001	**
C	9.21	1	9.21	2.09	0.1699	
D	312.06	1	312.06	70.99	<0.0001	**
AB	13.76	1	13.76	3.13	0.0987	
AC	2.59	1	2.59	0.59	0.4551	
AD	8.37	1	8.37	1.90	0.1893	
BC	327.20	1	327.20	74.43	<0.0001	**
BD	158.92	1	158.92	36.15	<0.0001	**
CD	379.63	1	379.63	86.36	<0.0001	**
A ²	868.12	1	868.12	197.48	<0.0001	**
B ²	15.74	1	15.74	3.58	0.0793	
C ²	663.64	1	663.64	150.96	<0.0001	**
D ²	582.59	1	582.59	132.52	<0.0001	**
残差	61.54	14	4.40			
失拟项	24.25	10	2.43	0.26	0.9617	不显著
纯误差	37.29	4	9.32			
总误差	5 334.13	28				

注: ** 表示极显著影响 $P<0.01$, * 表示有显著影响 $P<0.05$ 。

2.2 响应面分析

由图 1~3 可知,图 1、2 中的等高线为圆形,图 3 等高线为椭圆形,说明提取温度和料液比的交互作用、提取时间和料液比的交互作用对单宁提取率不显著,而提取时间和提取温度的交互作用对单宁提取率显著,这与表 3 分析结果一致;从响应面图可以很直观的看出各因素对单宁提取率的显著程度,比较图 1~3 可以看出,料液比对单宁的提取率影响最为显著,表现为图 1、2 的曲面较为陡峭。

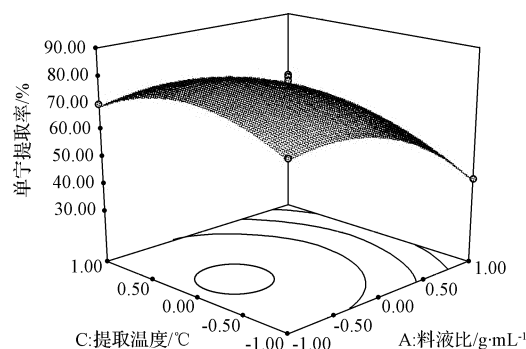


图 1 料液比和提取温度交互作用对单宁提取率的影响

Fig. 1 Effect of ratio of material to liquid and extraction temperature on tannin extraction rate

2.3 验证试验

对优化后的二次回归模型进行数据分析,得到单宁的最佳提取条件为料液比 1 : 22.3 g/mL、超声功率 80 W、提取温度 47.25℃、提取时间 33.4 min,此时香蕉皮中单宁提取率的理论最大值为 89.45%。为了方便实际操作,将最佳提取条件修正为料液比 1 : 22 g/mL、超声功

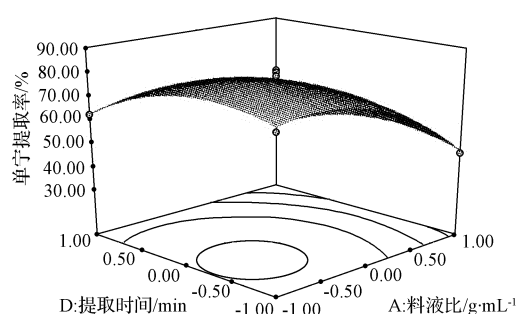


图2 料液比和提取时间交互作用对单宁提取率的影响

Fig. 2 Effect of ratio of material to liquid and extraction time on tannin extraction rate

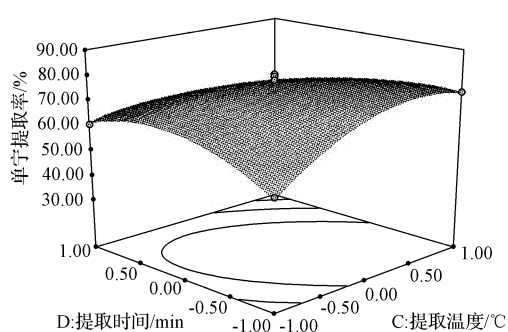


图3 提取温度和提取时间交互作用对单宁提取率的影响

Fig. 3 Effect of extraction temperature and extraction time on tannin extraction rate

率 80 W, 提取温度 47℃, 提取时间 33 min, 在此条件下进行了 5 次平行验证试验, 得到单宁的提取率平均值为 87.89%, 相对误差为 -1.74%, 与模型预测值基本一致, 说明响应面法优化得到的单宁的超声波提取工艺在实践中可行。

3 结论

该试验采用 Box-behnken Design 设计试验方案, 运

用 Design Expert 试验设计软件进行工艺条件参数优化, 得到香蕉皮中单宁的最佳超声波提取工艺为: 料液比 1 : 22 g/mL、超声功率 80 W、提取温度 47℃、提取时间 33 min, 在该工艺条件下, 重复验证试验 5 次, 单宁的平均提取率为 87.89%, 与模型预测值基本一致, 说明响应面法优化的单宁提取工艺参数准确可靠。该研究得到的单宁提取工艺具有操作简便、省时节能、提取率高等优点, 该工艺的建立为广西百色地区的香蕉综合开发利用提供了一定的借鉴和帮助。

参考文献

- [1] 王川, 李光辉. 葡萄籽中单宁的提取研究[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(10): 25-27.
- [2] 李娜, 林书玉, 张小飞, 等. 超声提取苦菜单宁实验研究[J]. 陕西师范大学学报(自然科学版), 2011, 39(5): 43-45.
- [3] 杨小敏, 刘建平, 李倩倩, 等. 响应面法优化超声辅助提取油茶壳中单宁的工艺[J]. 食品工业科技, 2012, 33(9): 215-217.
- [4] 李亮, 顾然琴, 卢大新, 等. 响应面分析法优化超高压提取柿叶单宁的研究[J]. 食品工业科技, 2012, 33(13): 273-276.
- [5] 翟文俊, 岳红. 微波辅助提取石榴皮中单宁的研究[J]. 食品科技, 2009, 34(6): 203-205.
- [6] 李雪雁, 王羽翔, 吴子谦, 等. 黑叶荔枝果壳中单宁提取研究[J]. 食品科技, 2011, 36(10): 187-190.
- [7] 余先纯, 孙德林, 李湘苏. 超声波辅助提取柿子树叶单宁的研究[J]. 化学研究与应用, 2011, 23(3): 345-349.
- [8] 秦清, 闵凡芹, 徐浩, 等. 响应面法优化微波辅助提取五倍子单宁工艺研究[J]. 林产化学与工业, 2012, 32(6): 84-88.
- [9] 王红, 李永霞, 吕佳飞, 等. 响应面法优化五倍子单宁酸的超声波提取工艺[J]. 湖北农业科学, 2011, 50(15): 3169-3171.
- [10] 赵立. 香蕉皮单宁的提取及抑菌活性研究[J]. 江苏农业科学, 2009(6): 369-371.
- [11] 鲍金勇, 梁淑如, 赵国建, 等. 香蕉皮单宁的提取工艺及其与褐变关系的研究[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(6): 3-6.
- [12] 杨文云, 李志国, 吴昊, 等. 络合法定测定塔拉单宁含量的研究[J]. 西南林学院学报, 1999, 19(4): 249-252.
- [13] 徐向宏, 何明珠. 试验设计与 Design-Expert、SPSS 应用[M]. 北京: 科学出版社, 2010: 146-157.

Optimization of Extraction Process for Tanin From Banana Peel by Response Surface Methodology

LIU Xi-xiang¹, ZHANG Ting-ting¹, LU Fang-quan², LAN Cui-ling¹

(1. Department of Chemistry and Life Science, Baise University, Baise, Guangxi 533000; 2. Department of Computer Engineering, Baise Vocational College, Baise, Guangxi 533000)

Abstract: Taking banana peel as material, base on the single factor experiment, effects of extraction conditions such as ratio of solid to solvent, ultrasonic power, extraction temperature, extraction time on the extraction effects and the optimum process were evaluated by Box-Behnken central composite experimental design and response surface methodology. The optimal extraction conditions were as follows: ratio of solid to solvent 1 : 22 g/mL, ultrasonic power 80 W, extraction temperature 47℃, and extraction time 33 min. Under these conditions, the experimental values of tannin extraction yield was 87.89%, which was good agreement with the predictive value of 89.45%. It showed that optimization ultrasonic extraction process parameters for tannin from banana peel by response surface methodology were accurate and reliable.

Key words: tannin; banana peel; ultrasonic extraction; response surface methodology; process optimization