

DOI:10.11937/bfyy.201511029

D280 大孔树脂对苹果多酚的动态解吸工艺优化

李建新, 张晓宇

(中州大学 化工食品学院, 河南 郑州 450044)

摘 要:以苹果多酚为试材,采用响应曲面法,研究 D280 大孔树脂对苹果多酚的动态解吸工艺。结果表明:D280 大孔树脂对苹果多酚的最佳解吸工艺为乙醇浓度 70%,pH 1,洗脱速率 0.50 mL/min,最佳动态解吸率理论值为 84.58%,该工艺可在生产中应用。

关键词:苹果多酚;大孔树脂;动态解吸;响应曲面

中图分类号:TS 255.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2015)11-0116-03

苹果多酚(简称 AP)是苹果当中非常重要的功能性化学物质,主要包括儿茶素、绿原酸、根皮苷等活性成分^[1],且具有较强的抗衰老、抗氧化、抗肿瘤、体重控制、抗细菌、抗过敏、清除体内自由基等功能^[2-5],应用于肉制品、水产品、糕点、油脂、清凉饮料等产品的加工制造,可显著提高其产品质量及保质期。D280 是一类具有吸附速率高、再生方便、吸附能力强等特点的大孔型强碱性阴离子交换树脂,其自身的化学结构、洗脱溶剂、外界环境等对化合物的分离都有一定的影响^[6-7]。现采用响应曲面法来探讨 D280 大孔树脂解吸工艺,以期 AP 的纯化提取提供理论参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

D280 大孔树脂:天津南开化工厂;苹果渣:三门峡富达果胶厂。

空气恒温摇床(BS-S 型):常州国华电器有限公司;紫外可见分光光度计(T-6 型):北京普析通用仪器有限公司;恒流泵、电脑全自动部分收集器、玻璃层析柱:上海沪西分析仪器厂有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 AP 的提取与测定 参照文献[8-10]的方法。

1.2.2 样品预处理 采用文献[11]最优工艺吸附 AP,在解吸操作以前,用 30~50 mL 去离子水冲洗吸附饱和的 D280 大孔树脂,以除去树脂所吸附的可溶性糖类等杂质,回收洗脱液,然后进行洗脱。

1.2.3 单因素试验 乙醇浓度对 D280 大孔树脂解吸率的影响:将样品分别加入到 20%、40%、60%、80%、

100%乙醇溶液,带塞密封置于空气恒温摇床,120 r/min、25℃、7 h,测定溶液中 AP 含量,计算解吸率。洗脱速率对 D280 大孔树脂动态解吸率的影响:将 30.0 g 样品湿法装柱,洗脱速率分别为 0.5、1.0、1.5、2.0 mL/min,60%乙醇溶液,体积 400 mL,测定解吸液中 AP 含量,计算解吸率。pH 值对 D280 大孔树脂动态解吸率的影响:60%乙醇溶液,pH 值分别为 1、2、3、4、5、7、10,流速为 1.0 mL/min,进行洗脱,计算解吸率。动态解吸率 $D = C_2 V_1 / (C_0 - C_1) V_0$,式中, C_0 为样液中 AP 浓度(mg/mL), C_1 为吸附后样液中 AP 浓度(mg/mL), C_2 为解吸溶液中 AP 的浓度(mg/mL), V_0 为样液体积(mL), V_1 为解吸溶液体积(mL)。

1.2.4 响应曲面法优化 D280 大孔树脂动态解吸工艺参数 采用 Design-Expert 8.0.6 响应曲面(简称 RSM)考察洗脱速率、pH、乙醇浓度 3 个因素,进行 Box-Behnken 设计,优化 D280 大孔树脂动态解吸工艺。试验因素和水平见表 1。

表 1 D280 试验因素水平

Table 1 Experimental factors and levels in D280

试验水平	A 洗脱速率 Flow rate/(mL·min ⁻¹)	B 乙醇浓度 Ethanol concentration/%	C 洗脱剂 pH 值 pH value
-1	0.5	50	1
0	1.0	60	2
1	1.5	70	3

1.3 数据分析

采用 Design-Expert 8.0.6 进行数据分析处理。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

由图 1 可知,在一定范围内,D280 大孔树脂解吸率随乙醇浓度增大而增大,但是达到峰值后,解吸率略微下降直到平稳,这与国内一些文献报道相一致^[12-14]。故该试验选用 60%乙醇溶液进行洗脱,静态解吸率可达到最大值。

第一作者简介:李建新(1980-),男,硕士,副教授,研究方向为功能性食品与公共营养。E-mail:ljxouwen@sina.com

收稿日期:2014-11-11

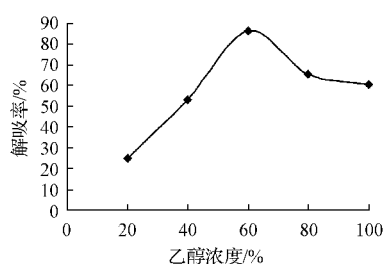


图1 乙醇浓度对解吸率的影响

Fig. 1 Effect of ethanol concentration on desorption percentage

由图2可知,随洗脱速率加快,解吸率反而下降,二者呈负相关关系。洗脱速率为2.0 mL/min时,解吸率达到最低值,仅有48%,这是因为洗脱速率太大,洗脱剂不能与样液充分置换;洗脱速率太小,生产效率太低,成本增加,故应选择适宜的洗脱速率,提高解吸率 and 产品回收率。综上所述,该试验采用0.5~1.5 mL/min为宜。

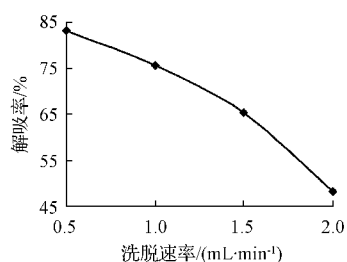


图2 洗脱速率对解吸率的影响

Fig. 2 Effect of elution rate on desorption percentage

由图3可知,乙醇溶液的pH值与解吸率呈显著负相关,pH值愈大,解吸率愈小,pH值愈小,反而解吸率愈高。若pH值低于1,AP性质会发生改变,而且解吸率增幅很小。故乙醇溶液宜选用pH=1。

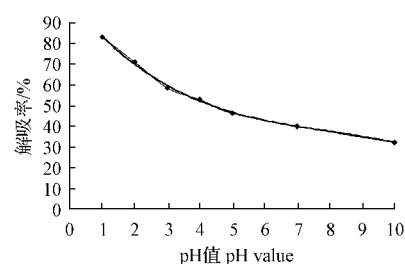


图3 pH值对解吸率的影响

Fig. 3 Effect of pH value on desorption percentage

2.2 RSM优化D280解吸工艺

根据上述单因素试验结果,采用 Design-Expert

8.0.6 响应曲面法进行优化,试验方案见表2。

响应曲面法优化D280大孔树脂动态解吸工艺方差分析结果见表3。洗脱剂pH值、洗脱速率对解吸率均

表2 试验设计与结果

Table 2 Design and experimental results

随机号	试验号	洗脱速率 A	洗脱剂 pH 值 B	乙醇浓度 C	解吸率/%
6	1	0	-1	1	82.46
5	2	1	1	0	57.56
7	3	1	-1	0	81.11
4	4	0	1	-1	56.45
10	5	0	0	0	75.86
15	6	0	0	0	75.89
9	7	0	0	0	76.01
17	8	1	0	-1	73.13
12	9	-1	0	1	74.16
3	10	0	0	0	76.20
11	11	0	1	1	55.23
14	12	-1	-1	0	84.58
16	13	-1	1	0	58.12
1	14	0	-1	-1	82.34
2	15	-1	0	-1	73.97
13	16	1	0	1	73.02
8	17	0	0	0	75.96

表3

RSM优化D280方差分析

Table 3

The variance analysis of RSM optimizing D280

变异来源	平方和	自由度	均方	F值	P值
Variance source	SS	df	MS	F value	P value
模型 Model	1 466.28	9	162.92	575.84	<0.0001
A-洗脱速率	4.52	1	4.52	15.96	0.0052
B-洗脱剂 pH 值	1 329.47	1	1 329.47	4 698.99	<0.0001
A×B	2.12	1	2.12	7.48	0.0291
B×B	107.20	1	107.20	378.89	<0.0001
C×C	13.92	1	13.92	49.20	0.0002
残差 Residual	1.98	7	0.28		
失拟方差 Lack of Fit	1.91	3	0.64	35.28	0.0025
误差 Error	0.072	4	0.018		

 $R^2=0.9987$ $\text{Adj. } R^2=0.9969$ $\text{Pred. } R^2=0.9791$ $\text{Adeq. Precision}=70.954>4$

有极显著影响($P<0.01$),而且二者存在显著交互作用。将所得的试验数据采用 Design-Expert 响应曲面进行多元回归拟合,得到以解吸率为目标函数的二次回归方程

如下: $Y(\text{解吸率}\%)=75.98-0.75A-12.89B-5.05B^2-1.82C^2+0.73AB$ 。

由图4可知,洗脱速率、洗脱剂pH值对解吸率均有

显著的影响,解吸率与洗脱速率呈负相关关系,随洗脱速率增加,解吸率呈下降趋势,几乎不受洗脱剂 pH 值的影响。解吸率随 pH 值上升而呈下降的趋势,受洗脱速率影响较小。

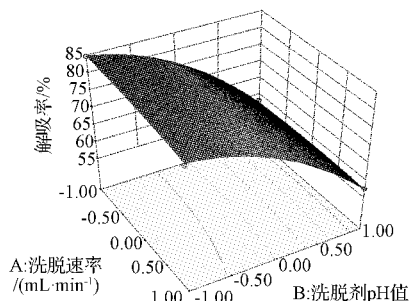


图4 洗脱速率和洗脱剂 pH 值对动态解吸率的影响

Fig. 4 Effect of elution rate and pH value on dynamic desorption rate

2.3 最优工艺条件

通过 Design-Expert 8.0.6 RSM 得到最优工艺条件:洗脱剂 pH=1,洗脱速率 0.50 mL/min,乙醇浓度 70%,理论解吸率可达 84.58%,实际测得解吸率为 83.23%。孙建霞^[13]和王育红等^[14]选用的 AB-8 树脂和 NKA-9 树脂的动态解吸率分别是 93.14%、88.84%,表明选用的 D280 树脂具有较好的动态解吸效果。

3 结论

该试验通过单因素试验和 RSM 分析,建立了拟合程度良好的回归方程($P < 0.01$),并对三因素及它们之间的相互作用进行了探讨,得到最佳工艺参数:洗脱剂 pH=1,洗脱速率 0.50 mL/min,乙醇浓度 70%,实际测得的解吸率理论值为 83.23%,与理论最佳值相差比较误差仅为 1.60%,该方法稳定可靠。

参考文献

- [1] 黄利华,张业辉,赵力超,等.贮藏条件对苹果多酚成分及抗氧化活性的影响[J].现代食品科技,2009,25(3):252-255.
- [2] Seyda K, Esam T, Kevser S B, et al. Comparison of total antioxidant capacity and phenolic composition of some apple juices with combined HPLC-UP-RACassay[J]. Food Chemistry, 2010, 120: 1201-1209.
- [3] Markus W, Tanja K, Heike D, et al. Histone-deacetylase inhibition and butyrate formation: Fecal slurry incubations with apple pectin and apple juice extracts[J]. Nutrition, 2008, 24(4): 366-374.
- [4] 李建新,孙于庆,岳福兴,等.苹果多酚对小鼠体重控制作用的研究[J].现代食品科技,2013,29(3):490-493.
- [5] Petti S, Scully C. Polyphenols, oral health and disease: A review[J]. Journal of Dentistry, 2009, 37: 413-423.
- [6] Kammerer J, Kammerer D R, Carle R. Impact of saccharides and amino acids on the interaction of apple polyphenols with ion exchange and adsorbent resins[J]. Journal of Food Engineering, 2010, 98: 230-233.
- [7] Silva E M, Pompeu D R, Larondelle Y, et al. Optimisation of the adsorption of polyphenols from *Inga edulis* leaves on macroporous resins using an experimental design methodology[J]. Separation and Purification Technology, 2007, 53: 274-280.
- [8] 艾志录,郭娟,王育红,等.微波辅助提取苹果渣中苹果多酚的工艺研究[J].农业工程学报,2006,22(6):188-191.
- [9] 郭娟,艾志录,崔建涛,等.苹果渣中多酚物质的福林法测定[J].食品工业科技,2006,27(2):178-180.
- [10] Suarez B, Alvarez A L, Garcia Y D, et al. Phenolic profiles, antioxidant activity and *in vitro* antiviral properties of apple pomace[J]. Food Chemistry, 2010, 120(1): 339-342.
- [11] 李建新,张晓宇,王育红,等. D280 大孔树脂对苹果多酚动态吸附的工艺优化[J].现代食品科技,2013,29(1):158-161.
- [12] 刘杰超.苹果汁中多酚物质的分离提取及其主要生物活性的研究[D].北京:中国农业科学院,2003.
- [13] 孙建霞.苹果多酚的提取分离及其主要功能活性研究[D].泰安:山东农业大学,2005.
- [14] 王育红,朱维军,潘治利,等. NKA-9 大孔树脂对苹果多酚的动态吸附工艺优化[J].农业机械学报,2009,40(8):119-123.

Optimization of the Desorption Property of Apple Polyphenols on D280 Macroporous Resin

LI Jian-xin, ZHANG Xiao-yu

(College of Chemical Engineering and Food Technology, Zhongzhou University, Zhengzhou, Henan 450044)

Abstract: Taking apple polyphenols as test materials, using the response surface method, the effect of optimum desorption technology of apple polyphenols (AP) were researched. The results showed that the optimal desorption process was the ethanol concentration 70%, the elution rate of 0.5 mL/min, pH 1. The maximum dynamic desorption rate was 84.58% in theory. The D280 macroporous resin could be used as the better material to extract the apple polyphenols.

Keywords: apple polyphenols; macroporous resin; dynamic desorption; response surface methodology