

韩林,陈林,钟彦,等. 响应面法优化龙眼核精油超声辅助提取工艺[J]. 江苏农业科学,2014,42(3):221-223.

响应面法优化龙眼核精油超声辅助提取工艺

韩林,陈林,钟彦,黄乾方,詹媛媛,周倩倩

(重庆三峡学院生命科学与工程学院,重庆 404100)

摘要:为了探索龙眼核中精油提取的最佳工艺,在单因素试验基础上以提取时间、提取温度、液料比为试验因素,以精油提取率为响应值,采用3因素3水平响应面分析法进行试验。结果表明:3个因素对精油提取率的影响顺序为液料比>提取时间>提取温度;最佳提取工艺参数:提取时间22 min、提取温度70℃、液料比43 mL/g,精油提取率预测值为1.806%,验证值为1.817%。试验表明,响应面法对龙眼核精油提取条件的优化是可行的,可用于实际预测。

关键词:龙眼核;精油;提取率;响应面法

中图分类号:TS225.1⁺9 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2014)03-0221-03

龙眼,别称桂圆、亚荔枝,是无患子科(Euphoraceae)的果实,广泛生长于我国南部及西南地区,主要集中在广东、福建、海南等沿海省份,目前在四川和云南也有种植,在我国已有2000多年栽培历史。龙眼营养丰富,富含蛋白质、脂肪、碳水化合物及矿物质,具有补益心脾、养血安神、提高免疫力等功效^[1-2]。龙眼核是龙眼的种仁,呈类球形,直径0.8~1.2cm,表皮红褐色,重量占龙眼果实鲜重的17%左右,富含淀粉、糖类、蛋白质及脂肪等营养成分^[3-4]。随着栽种面积的扩大,龙眼产量也逐年上升,但对龙眼的利用主要集中在果肉,而对龙眼核的利用尚属空白,因此每年废弃的龙眼核达到几十万t,不仅是资源浪费,也会对环境造成污染^[5]。本研究以龙眼核为原材料,在单因素试验的基础上,采用响应面分析法对龙眼核精油的提取条件进行优化,确定最佳提取工艺,以期对龙眼核的深入开发利用提供理论依据。

1 材料与与方法

1.1 材料、药品与仪器

龙眼,购于重庆市万州区沃尔玛超市。石油醚、乙酸乙酯、正己烷(四川西陇化工有限公司),均为分析纯。

分析天平(特勒-托利多仪器有限公司);5200DTN超声波清洗器(宁波新芝生物科技股份有限公司);鼓风烘箱(上海智成分析仪器有限公司);Re-52旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂)。

1.2 试验方法

1.2.1 提取溶剂的选择 将龙眼核置于50℃鼓风烘箱中干燥,粉碎后备用,测得水分含量为0.34%。准确称取10g龙眼核粉末,装入锥形瓶中,分别加入50mL正己烷、石油醚和乙酸乙酯作为提取溶剂,60℃条件下超声辅助(超声功率为200W,工作频率40kHz)提取30min,过滤,滤液浓缩干燥后称重。按下式计算龙眼核精油的提取率:

龙眼核精油提取率 = (龙眼核精油质量/龙眼核粉末质

量) × 100%。

1.2.2 龙眼核精油提取时间的选择 准确称取10g龙眼核粉末置于锥形瓶中,加入50mL乙酸乙酯作为提取溶剂,60℃条件下分别超声辅助提取10、20、30、40、50、60min,过滤,滤液浓缩干燥后称重,计算龙眼核精油提取率。

1.2.3 龙眼核精油提取温度的选择 准确称取10g龙眼核粉末置于锥形瓶中,加入50mL乙酸乙酯作为提取溶剂,分别在40、50、60、70、80℃条件下超声辅助提取20min,过滤,滤液浓缩干燥后称重,计算龙眼核精油提取率。

1.2.4 龙眼核精油提取液料比的选择 准确称取10g龙眼核粉末置于锥形瓶中,分别加入25、50、100、200、400mL乙酸乙酯作为提取溶剂,液料比(mL:g)分别为2.5:1、5:1、10:1、20:1、40:1、70℃条件下超声辅助提取20min,过滤,滤液浓缩干燥后称重,计算龙眼核精油提取率。

1.2.5 龙眼核精油提取工艺的响应面法优化^[6-7] 在单因素试验的基础上,分别以提取时间、提取温度、液料比3个因素为考察对象,以龙眼核精油提取率为响应值,采用响应分析进行提取条件的优化。

1.2.6 统计学分析 使用SAS9.0软件对数据进行统计分析,每组试验均重复3次,试验数据以“平均值±标准偏差”表示。

2 结果与分析

2.1 提取溶剂的选择

不同提取溶剂对龙眼核精油提取率的影响如表1所示。由表1可知,乙酸乙酯对龙眼核精油的提取效果最佳,石油醚次之,正己烷较差。因此,选择乙酸乙酯作为本试验的提取溶剂。

表1 不同溶剂对龙眼核精油提取率的影响

提取溶剂	龙眼核精油提取率(%)
正己烷	1.019 ± 0.04
石油醚	1.028 ± 0.07
乙酸乙酯	1.155 ± 0.03

2.2 提取时间对龙眼核精油提取率的影响

提取时间对龙眼核精油提取率的影响如图1所示。精油

收稿日期:2013-07-17

基金项目:重庆高校创新团队建设计划(编号:201040)。

作者简介:韩林(1985—),男,四川成都人,硕士,讲师,研究方向为果蔬深加工与综合利用。E-mail:myselfsky2007@163.com。

提取率随提取时间的增加而显著升高,到 20 min 时达到最大值,然后随提取时间的增加而逐步下降,可能是由于提取时间过长,部分脂肪水解或挥发所致^[7]。综合考虑,提取时间选择 10~30 min 为宜。

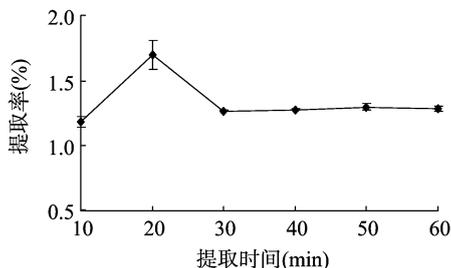


图1 时间对龙眼核精油提取率的影响

2.3 提取温度对龙眼核精油提取率的影响

提取温度对龙眼核精油提取率的影响如图 2 所示。由图 2 可以看出,随着提取温度的升高,精油提取率也逐步上升,在温度为 70 °C 时达到最大值;温度继续升高,精油提取率则显著下降,因此提取温度选择 60~80 °C 为宜。

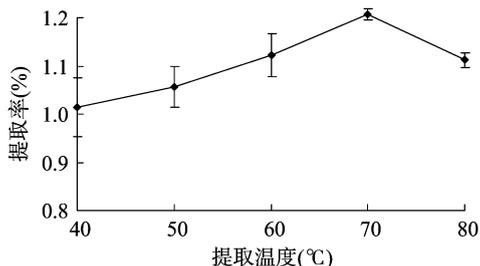


图2 温度对龙眼核精油提取率的影响

2.4 液料比对龙眼核精油提取率的影响

液料比对龙眼核精油提取率的影响如图 3 所示。精油提取率随着乙酸乙酯的用量增加而增大,但当液料比超过 40 时,精油提取率则开始下降,因此选择 30~50 mL/g 作为龙眼核精油提取的液料比。

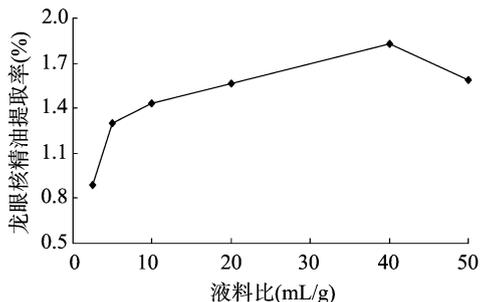


图3 液料比对龙眼核精油提取率的影响

2.5 响应面试验

根据 Box - Behnken 的中心组合试验设计原理,在单因素试验的基础上,采用 3 因素 3 水平的响应面分析方法,各因素的水平编码如表 2 所示,响应面设计方案与结果如表 3 所示。

利用 SAS 9.0 软件对表 2 试验数据进行分析,得到龙眼核精油提取率对提取时间、提取温度、液料比的二次多项回归模型为: $y = 1.781 + 0.047x_1 - 0.001x_2 + 0.143x_3 - 0.230x_1^2 + 0.090x_1x_2 - 0.047x_2^2 + 0.091x_1x_3 - 0.057x_2x_3 - 0.259x_3^2$ 。

表 2 龙眼核精油提取响应面分析因素与水平

水平	x_1 :提取时间 (min)	x_2 :提取温度 (°C)	x_3 :液料比 (mL/g)
1	30	80	50
0	20	70	40
-1	10	60	30

表 3 龙眼核精油提取响应面试验设计方案与结果

试验号	x_1	x_2	x_3	提取率 (%)
1	-1	-1	0	1.588
2	1	-1	0	1.482
3	-1	1	0	1.345
4	1	1	0	1.600
5	-1	0	-1	1.188
6	1	0	-1	1.119
7	-1	0	1	1.284
8	1	0	1	1.578
9	0	-1	-1	1.242
10	0	1	-1	1.413
11	0	-1	1	1.650
12	0	1	1	1.595
13	0	0	0	1.769
14	0	0	0	1.789
15	0	0	0	1.784

回归模型的方差分析(表 4)表明,此响应面回归模型达到极显著水平($P = 0.0003 < 0.01$),其复相关系数 r^2 为 0.9877,说明该二次多项式能够拟合真实的试验结果^[8]。表 5 的分析结果表明,在所选的各因素水平范围内,对龙眼核精油提取率影响的顺序为液料比 > 提取时间 > 提取温度。由显著性检验可知, x_3 、 x_1^2 、 x_1x_2 、 x_1x_3 、 x_3^2 对龙眼核精油提取率的影响极显著, x_1 、 x_2x_3 影响显著,而 x_2 、 x_2^2 影响不显著。

表 4 龙眼核精油提取回归模型方差分析

回归模型	自由度	平方和	复相关系数	F 值	P 值
线性	3	0.181 373	0.267 1	36.19	0.000 8
平方	3	0.411 153	0.605 4	82.05	0.000 1
交互	3	0.078 292	0.115 3	15.62	0.005 7
模型	9	0.670 817	0.987 7	44.62	0.000 3

表 5 龙眼核精油提取二次多项式回归模型系数的显著性检验

参数	自由度	估计值	标准差	t 值	P 值
截距	1	1.780 667	0.023 596	75.46	<0.0001
x_1	1	0.046 750	0.014 450	3.24	0.023 1
x_2	1	-0.001 125	0.014 450	-0.08	0.941 0
x_3	1	0.143 125	0.0144 50	9.90	0.000 2
x_1^2	1	-0.229 833	0.021 270	-10.81	0.000 1
x_1x_2	1	0.090 250	0.020 435	4.42	0.006 9
x_2^2	1	-0.047 083	0.021 270	-2.21	0.077 7
x_1x_3	1	0.090 750	0.020 435	4.44	0.006 8
x_2x_3	1	-0.056 500	0.020 435	-2.76	0.039 6
x_3^2	1	-0.258 583	0.021 270	-12.16	<0.000 1

根据回归方程,做出响应曲面图及其等高线图(图 4),由图 4 可知,各因素之间的交互作用对龙眼核精油提取率的影响都非常显著,表现为等高线呈椭圆形。所拟合的响应曲面和等高线图能比较直观的反应各因素间的交互作用。

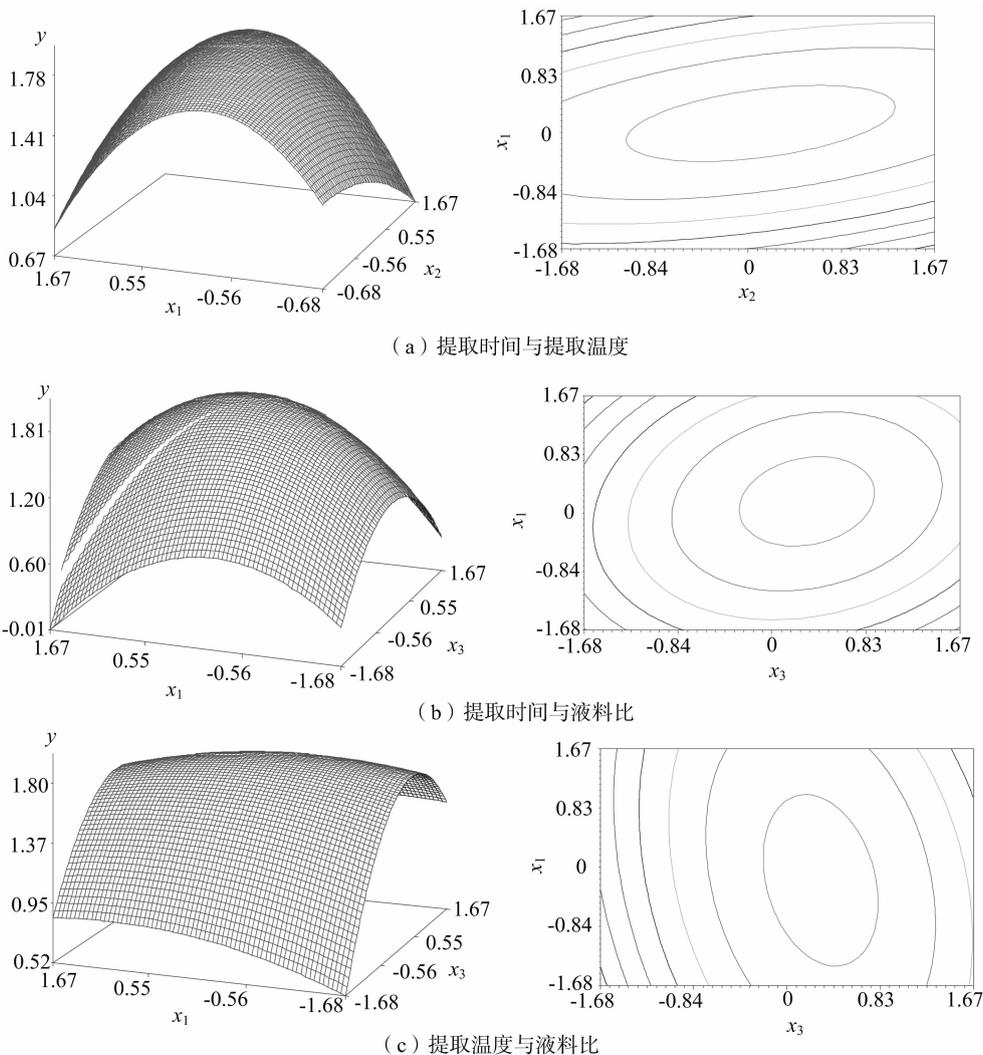


图4 因素交互作用对龙眼核精油提取率影响的响应曲面和等高线

由 SAS 分析得到响应值 y 的最大估计值为 1.806%，此时提取时间 x_1 、提取温度 x_2 、液料比 x_3 对应的编码值分别为：0.152 707、-0.051 066、0.309 123，实际值为：21.5 min、69.5℃、43 mL/g。为了实际操作方便，选择提取时间 22 min、提取温度 70℃、液料比 43 mL/g 对龙眼核精油提取进行验证试验。3 次平行试验得到的实际龙眼核精油提取率为 1.817%，与预测值非常接近，相对误差为 0.61%。因此，利用响应面法优化龙眼核精油提取条件是可行的，具有实际应用价值。

3 结论与讨论

根据 Box - Benhnken 的中心组合试验设计原理，在单因素试验的基础上，采用 3 因素 3 水平的响应面分析方法，对龙眼核精油提取工艺进行了优化，确定最佳工艺条件为：提取时间 22 min、提取温度 70℃、液料比 43 mL/g，在此条件下测得实际提取率为 1.817%，与预测值的相对误差为 0.61%。同时得到了龙眼核精油提取率与各因素变量的二次多项式回归方程，该模型回归极显著，对试验拟合较好，具有实际应用价值。

参考文献：

- [1] Yang B, Zhao M M, Shi J, et al. Effect of ultrasonic treatment on the recovery and DPPH radical scavenging activity of polysaccharides from longan fruit pericarp[J]. Food Chemistry, 2008, 106(2): 685 - 690.
- [2] 王淑霞, 李爱梅, 张俊杰, 等. 响应面分析法优化龙眼核中多酚物质提取工艺[J]. 食品科学, 2011, 10(10): 35 - 39.
- [3] 肖更生, 黄儒强, 曾庆孝, 等. 龙眼核的营养成分[J]. 食品科技, 2004(1): 93 - 94.
- [4] 吴兰兰, 汤凤霞, 何传波, 等. 响应面法优化龙眼核多酚提取工艺的研究[J]. 集美大学学报: 自然科学版, 2010, 15(5): 342 - 346.
- [5] 童汉清, 顾京君, 刘秋鹏. 龙眼核油的超临界 CO₂ 萃取及其抗氧化性研究[J]. 食品科技, 2012, 34(2): 261 - 264, 268.
- [6] 韩林, 张海德, 李国胜, 等. 槟榔籽总酚提取工艺优化与抗氧化活性试验[J]. 农业机械学报, 2010(4): 134 - 139.
- [7] 熊建华, 吴琴, 林丽萍, 等. 响应面分析法优化超声提取樟树树油的工艺[J]. 中国粮油学报, 2013, 3(3): 65 - 69.
- [8] 刘钟栋, 李坤, 高莉, 等. 蔗糖多酯合成工艺的响应面法优化[J]. 农业机械学报, 2008, 39(2): 85 - 88.