

张 嫒,万国福,张 兰. 响应面法优化牛蒡菊糖超声波提取工艺[J]. 江苏农业科学,2016,44(5):346-348.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2016.05.101

响应面法优化牛蒡菊糖超声波提取工艺

张 嫒,万国福,张 兰

(江苏食品药品职业技术学院,江苏淮安 223003)

摘要:以牛蒡为原料,研究影响超声波提取的因素,包括液料比、作用时间、间歇时间、功率、温度、浸提次数6个因素。通过PB试验和最陡爬坡试验,找出影响牛蒡菊糖提取率的最重要因素,即液料比、超声时间和功率,并确定Box-Behnken试验的因素和水平。对Box-Behnken试验结果进行统计分析,在模型预测的最佳条件下,即液料比、温度、超声功率分别为:14.39 mL:1 g、76.73 °C、600 W;作用时间、间歇时间、提取次数为:10 min、2 s、1次,所得牛蒡菊糖的提取率为16.89%,与预测值的提取率17.053 5%比较接近,证明该模型对优化牛蒡菊糖的提取工艺可行。

关键词:牛蒡菊糖;超声提取;响应面;优化;提取工艺

中图分类号:TS201.1 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2016)05-0346-03

菊糖(*inulin*)是呋喃构型D-果糖经 β -(2,1)-糖苷键脱水聚合而成果聚糖的混合物,聚合度一般为2~60,分子量在3 500~5 500之间^[1],为水溶性膳食纤维,具有柔滑凝胶特性,可作为食品与营养增补剂,广泛应用于食品、药品和保健品中^[2]。富含菊糖的目标物及其分离提取技术引起了人们极大的关注。

采用传统热水浸提方法提取菊糖存在能耗高、提取率低,细胞内释放困难等缺点。超声波法具有分散破坏植物组织、加速溶剂穿透组织作用、解聚大分子、缩短浸提时间、无物料损失、无副反应、提高菊糖提取率等优点。与酶法提取相比,大大缩短提取时间,相比于超高压萃取和超临界CO₂萃取,设备简单、安全性高、易于工业化^[3]。

本研究以两年生新鲜黄牛蒡为原料,在20~25 kHz频率

下,探讨超声波提取的影响因素,包括液料比、作用时间、间歇时间、功率、温度、浸提次数6个因素^[4]。通过PB试验和最陡爬坡试验,找出其中最重要因素和确定Box-Behnken试验因素水平。对Box-Behnken试验结果进行统计分析,求得回归方程,并求得模型的极大值,以及最重要因素的两两交互作用。在模型预测的最佳条件下进行平行试验,以验证预测结果^[5]。所有试验设计、数据处理及模型建立均采用Design-Expert 8.0 Trial 软件进行处理^[6]。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

两年生新鲜黄牛蒡为原料,产自江苏省徐州市丰县。

仪器:7230G型可见分光光度计,AL204万分之一电子天平,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;PC-1000数显式电热恒温水浴锅,GZX-DH-600电热恒温干燥箱,上海跃进医疗器械厂;FW100高速万能粉碎机,天津市泰斯特仪器有限公司;GY92-IIN型超声波细胞粉碎机,浙江省宁波新芝生物科技股份有限公司。

收稿日期:2015-11-27

基金项目:江苏省淮安市农业科技支撑计划(编号:SN13087)。

作者简介:张 嫒(1975—),女,山东莱州人,硕士,副教授,从事食品安全与质量控制研究。E-mail:50628636@qq.com。

时间的延长,交联度呈现先增大后减小的趋势。

正交试验结果得出影响小麦交联淀粉的3个因素主次顺序为环氧氯丙烷用量、反应温度、反应时间。其中环氧氯丙烷用量和反应温度对交联度的影响极其显著。优选工艺组合为A₃B₃C₂,即环氧氯丙烷用量0.6 mL,反应温度50 °C,反应时间6 h,交联淀粉的沉降积为0.790 mL。

交联反应使小麦淀粉分子间特别是分子内形成交联键,颗粒间网状结构更加牢固,缔合作用增强。低、中度交联淀粉冻融稳定性较好,适用于冷冻食品的生产;高交联度的产品糊化温度高,适用于医药卫生工业。一般地,交联淀粉溶解度小,糊化温度高,抗老化性能好,适用于食品、制膜、纺织、机械施胶等工业。

参考文献:

[1] 罗勤贵. 变性淀粉的生产与应用现状[J]. 粮食加工,2006,31

(6):50-53.

[2] Woo K,Seib P A. Cross-linking of wheat starch and hydroxypropylated wheat starch in alkaline slurry with sodium trimetaphosphate[J]. Carbohydrate Polymers,1997,33(4):263-271.

[3] 张燕萍. 变性淀粉制造与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2007:162.

[4] 二国二郎. 淀粉科学手册[M]. 北京:轻工业出版社,1980:471-472.

[5] 田 龙. 酯化交联淀粉磷酸酯干法制备工艺优化研究[J]. 粮食与油脂,2006(12):23-25.

[6] 唐雪蓉,李 明,唐振岩. 交联淀粉的制备与性能研究[J]. 郑州粮食学院学报,1994,15(4):68-74.

[7] 葛 杰,张功超,白立丰,等. 变性淀粉在我国的应用及发展趋势[J]. 黑龙江八一农垦大学学报,2005,17(1):69-73.

[8] 张友松. 变性淀粉生产与应用手册[M]. 北京:中国轻工业出版社,1999:193.

试剂;试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

1.2 试验方法

1.2.1 预处理工艺流程 新鲜的黄牛蒡根洗净、100 ℃下灭酶 2 min,冷却,采用 0.5% 柠檬酸 + 0.7% 维生素 C + 1% NaCl 护色,去皮、切片、烘干、粉碎、过 60 目筛得牛蒡根干粉,置于广口瓶中备用。

1.2.2 牛蒡菊糖测定方法和提取率的计算 采用改良的苯酚 - 硫酸法,以果糖为标准样品,以糖浓度 (C) 为横坐标,以吸光度 (D) 为纵坐标,绘制标准曲线。测得超声提取的牛蒡菊糖的吸光度,牛蒡菊糖含量 = 由标准曲线换算得的浓度值 $\times 8 \times 100 / 0.5 \times 100\%$;牛蒡菊糖提取率 = 样品中菊糖含量 / 原料质量 $\times 100\%$ [4]。

1.2.3 试验设计

1.2.3.1 PB 试验设计 PB 试验设计是一种 2 水平的试验设计方法,用于从众多考察因素中快速筛选出最重要的几个因素,试图以最少的试验次数使影响因素的主效果得到尽可能精确的估计。本试验每个因素取高低 2 个水平,高水平为低水平的 2 倍。根据超声波可调参数,选择 6 个因素,响应值为菊糖提取率。自变量、编码和水平因素见表 1。

表 1 PB 试验设计的因素水平及编码

因子 A:液料比 水平 (mL : g)	B:温度 (℃)	C:超声 功率 (W)	D:作用时 间 (min)	E:间歇 时间 (s)	F:提取次 数 (次)
-1 15 : 1	30	200	10	2	1
1 30 : 1	60	400	20	4	2

1.2.3.2 最陡爬坡试验 根据 PB 试验结果设计最陡爬坡试验路径,按一定的梯度增加超声波功率和提高提取温度 (正效应),并按一定的梯度减少液料比 (负效应),其余 3 个非重要因素均取初始条件 (作用时间 10 min、间歇时间 2 s、提取次数为 1 次),然后检测牛蒡中菊糖的提取率。

1.2.3.3 Box - Behnken 试验设计 以 PB 试验确定的 3 个最显著因素为自变量,根据各因素的效应,以最陡爬坡试验确定的最佳浓度为中心点,设计重要因素的水平及其编码。根据相应的试验表进行试验后,使用 Design - Expert 8.0 Trial 软件进行处理。

表 2 Box - Behnken 试验因素水平及其编码

水平	A:料液比 (mL : g)	B:温度 (℃)	C:超声功率 (W)
-1	12 : 1	70	500
0	14 : 1	75	550
1	16 : 1	80	600

2 结果与分析

2.1 超声波提取牛蒡菊糖的 PB 试验结果

PB 试验设计结果见表 3。采用 Design - Expert 8.0 Trial 软件对表 3 中的牛蒡菊糖提取率进行回归分析,得到各影响因素的偏回归系数及显著性结果 (表 4)。表 4 表明,液料比、温度和超声功率对响应值的提取率影响显著。其中,液料比和间歇时间对响应值的影响是负效应,超声温度、功率、超声时间、提取次数对响应值的影响均为正效应。

2.2 超声波提取牛蒡菊糖中心试验点的确定

表 5 试验结果表明,随着液料比、提取温度、超声功率的

表 3 Plackett - Burman 试验设计及结果

试验号	液料比	温度	超声功率	作用时间	间歇时间	提取次数	牛蒡菊糖提取率 (%)
1	1	-1	-1	-1	1	-1	9.63
2	1	1	-1	-1	-1	1	11.37
3	-1	1	-1	1	1	-1	11.09
4	-1	-1	1	-1	1	1	11.68
5	1	-1	1	1	-1	1	11.28
6	1	1	-1	1	1	1	12.17
7	1	-1	1	1	1	-1	11.81
8	-1	-1	-1	-1	-1	-1	11.58
9	-1	1	1	1	-1	-1	13.46
10	1	1	1	-1	-1	-1	12.97
11	-1	1	1	-1	1	1	13.71
12	-1	-1	-1	1	-1	1	11.72

表 4 偏回归系数及影响因子的显著性分析

因子	回归系数	标准效应	贡献率 (%)	显著性排名
液料比 A	-0.33	-0.67	9.86	3
温度 B	0.59	1.18	30.66	2
超声功率 C	0.61	1.22	33.14	1
作用时间 D	0.049	0.098	0.21	6
间歇时间 E	-0.19	-0.38	3.22	4
提取次数 F	0.12	0.23	1.19	5

表 5 最陡爬坡试验设计及其结果

试验号	A:液料比 (mL : g)	B:温度 (℃)	C:超声功率 (W)	牛蒡菊糖提取率 (%)
1	20 : 1	60	400	13.52
2	18 : 1	65	450	13.91
3	16 : 1	70	500	15.23
4	14 : 1	75	550	15.67
5	12 : 1	80	600	14.37
6	10 : 1	85	650	13.61

改变,牛蒡菊糖提取率先上升后下降,当液料比、提取温度、超声功率分别为 14 mL : 1 g、75 ℃、550 W 时,所对应的提取率最高,达到 15.67%。另外,以此浓度为中心点,进一步优化。

2.3 超声波提取牛蒡菊糖 Box - Behnken 试验结果及分析

Box - Behnken 试验结果见表 6。

试验数据采用 Design - Expert 8.0 Trial 软件进行回归分析,方差分析结果见表 7,回归方程为:

牛蒡菊糖提取率 = 16.10 + 0.61A + 1.04B + 0.97C + 0.41AB - 0.22AC - 0.040BC - 1.34A² - 1.56B² - 0.23C²。

$R^2 = 0.9836, R^2_{Adj} = 0.9626$,方程回归性显著。模型使用条件为液料比 12 ~ 16 mL : 1 g、温度为 70 ~ 80 ℃、超声功率为 500 ~ 600 W。

对回归模型进行响应面分析,得到各响应面立体分析结果 (图 1、图 2、图 3),对回归方程求解,得到模型的极点值,即液料比、温度、超声功率的最佳水平分别为:14.39 mL : 1 g、76.73 ℃、600 W 时,响应值达到最大值,即牛蒡菊糖提取率为 17.053 5%。

表 6 Box - Behnken 试验设计表及其结果

试验号	A:液料比	B:温度	C:超声功率	牛蒡菊糖提取率(%)
1	-1	-1	0	11.81
2	1	-1	0	12.29
3	-1	1	0	13.31
4	1	1	0	15.42
5	-1	0	-1	12.57
6	1	0	-1	14.13
7	-1	0	1	15.38
8	1	0	1	16.07
9	0	-1	-1	12.61
10	0	1	-1	14.52
11	0	-1	1	14.19
12	0	1	1	15.94
13	0	0	0	15.98
14	0	0	0	16.13
15	0	0	0	16.35
16	0	0	0	15.87
17	0	0	0	16.19

表 7 牛蒡菊糖提取率回归方程方差分析结果

变异来源	平方和	均方	F 值	P 值
模型	39.27	4.36	46.74 **	< 0.000 1
A	2.93	2.93	31.36 **	0.000 8
B	8.59	8.59	92.00 **	< 0.000 1
C	7.51	7.51	80.41 **	< 0.000 1
AB	0.66	0.66	7.11 *	0.032 1
AC	0.19	0.19	2.03	0.197 6
BC	0.006 4	0.006 4	0.069 0	0.801 0
A ²	7.53	7.53	80.61 **	< 0.000 1
B ²	10.24	10.24	109.67 **	< 0.000 1
C ²	0.22	0.22	2.38	0.167 2
残差	0.650	0.093		
失拟项	0.51	0.17	4.95	0.078 2
纯误差	0.140	0.035		
总值	39.93			

注: ** 表示在 0.01 水平上差异显著, * 表示在 0.05 水平上差异显著。

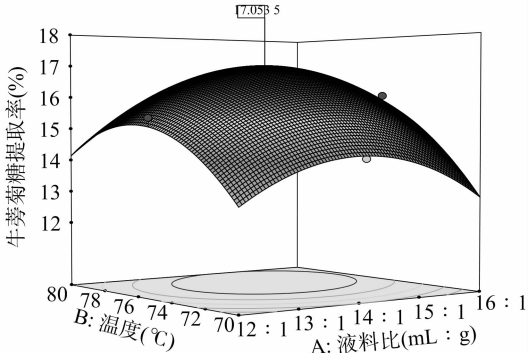


图1 液料比和温度对牛蒡菊糖提取率交互作用的响应面

2.4 优化结果验证

为验证模型的准确性,在最接近预测最佳提取条件下(即液料比、温度、超声功率分别为:14.4 mL : 1 g、76.7 ℃、600 W;作用时间、间歇时间、提取次数为:10 min、2 s、1 次)平行试验 3 次,所得牛蒡菊糖的提取率为 16.89%,与预测值的提取率17.053 5% 比较接近,证明该模型能较好地预测给定

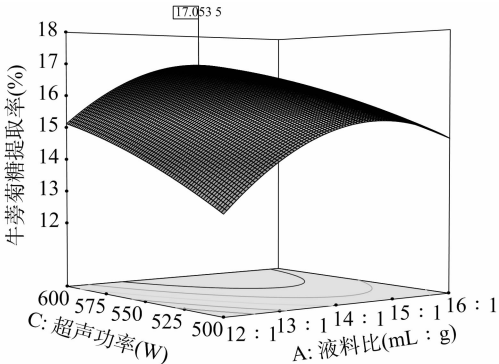


图2 液料比和超声功率对牛蒡菊糖提取率交互作用的响应面

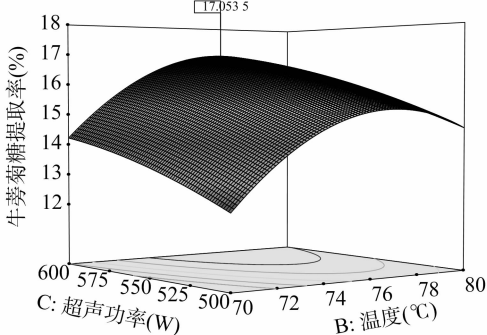


图3 温度和超声功率对牛蒡菊糖提取率交互作用的响应面

条件下牛蒡菊糖的实际提取率。

3 结果与讨论

已有研究结果表明影响菊糖提取的单因素较多,PB 试验从众多因子中筛选出 3 个最为重要的影响因素,分别为液料比、温度、超声功率,其中温度、超声功率对响应值牛蒡菊糖的提取率呈正效应,而液料比对响应值呈负效应。通过最陡爬坡试验,确定了 Box - Behnken 试验的中心试验点为液料比 14 mL : 1 g、温度 75 ℃、超声功率 550 W。

利用 Design - Expert 8.0 Trial 软件对 Box - Behnken 试验结果的回归分析,得到 R² 为 0.983 6 的回归方程,并得到两两因素交互作用的响应面图形。通过对回归方程求解,得到模型的极点值,即液料比、温度、超声功率的最佳水平分别为:14.39 mL : 1 g、76.73 ℃、600 W 时,响应值达最大值。在此最佳条件下,非重要因子水平分别为:作用时间 10 min、间歇时间 2 s、提取次数为 1 次,牛蒡菊糖实际提取率为 16.89%。

参考文献:

[1]于纯森,于栋华,刘晓艳,等. 牛蒡菊糖的研究进展[J]. 食品研究与开发,2010,31(12):272-275.
[2]熊政委,董全. 菊糖的生理功能和在食品中应用的研究进展[J]. 食品工业科技,2012,33(20):351-354.
[3]孔涛,吴祥云. 菊芋中菊糖提取及果糖制备研究进展[J]. 食品工业科技,2013,34(18):375-378,382.
[4]钟丹,张建新,张世恒. 超声波提取牛蒡菊糖的工艺研究[J]. 西北农业学报,2008,17(2):297-300.
[5]张嫚. 响应面法优化蒲菜中膳食纤维的提取工艺[J]. 江苏农业科学,2013,41(2):233-235.
[6]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.