

响应面法优化槟榔中多酚提取工艺条件的研究

普义鑫¹,周文化^{1,2},蒋爱民²,张海德³,任洪浩¹

(¹中南林业科技大学食品科学与工程学院,长沙 410004;²华南农业大学食品学院,广州 510642;

³海南大学食品学院,海南儋州 571737)

摘要:采用响应曲面法,建立了温度,甲醇浓度,料液比,对槟榔多酚提取率影响的二次多项回归模型。验证了模型的有效性。响应曲面分析表明,随着温度和甲醇浓度的增加,槟榔多酚提取率呈先上升,后下降趋势,随着温度和料液比的增加槟榔多酚提取率逐渐增加。随着甲醇浓度和料液比的增加,槟榔多酚提取率也是呈先上升后下降的趋势,但二者交互作用不显著,提取温度是影响多酚提取率的主要因素,其次为料液比和甲醇浓度。综合优化得出提取温度为 65.7℃,甲醇浓度为 62%,料液比为 1:23.5 g/mL,此时槟榔多酚提取率为 11.23 mg/g。

关键词:响应曲面;槟榔;多酚;提取率

中图分类号:S3

文献标志码:A

论文编号:2010-0380

Optimization of Condiations to Extract Polyphenol of Arecanut Using Response Surface Methodology

Pu Yixin¹, Zhou Wenhua^{1,2}, Jiang Aimin², Zhang Haide³, Ren Honghao¹

(¹College of Food Science & Engineering, Central South University of Forestry & Technology, Changsha 410004;

²College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510642;

³Food College of Hainan University, Danzhou Hainan 571737)

Abstract: Response surface methodology(RSM) was employed and second order quadratic equation for the temperature, methanol concentration、ratio of material to liquid of extracting polyphenol of arecanut was built and the applicability of the model equation was verified. The result of the response surface showed that with the increasing of temperature and methanol concentration, the extraction efficiency of arecanut polyphenol increased at first but decreased later, with the increasing of temperature and ratio of material to liquid the extraction efficiency of arecanut polyphenol increased gradually, while with the increasing of methanol concentration and ratio of material to liquid the extraction efficiency of arecanut polyphenol increased at first but decreased later as well but the interaction of both was not significant. The main factor which effects the extraction efficiency of arecanut polyphenol is temperature then is the ratio of material to liquid and methanol concentration. The optimum process parameters for extracting the polyphenol of arecanut were obtained as: temperature 65.7℃, methanol concentration 62%, ratio of material to liquid 1:23.5 g/mL. At this time the extraction efficiency of arecanut polyphenol was 11.23 mg/g.

Key words: response surface; arecanut; polyphenol; extraction efficiency

0 引言

槟榔果是棕榈科植物槟榔(*Areca catechu*)的成熟种子,主要产于中国的海南、广东、广西、云南、福建、台

湾以及印度和马来西亚等国,是中国“四大南药”之首。槟榔种子多为长椭圆形,像一个小橄榄,长3~6 cm,大者可达10 cm以上。槟榔味苦、辛,性温,归

基金项目:国家科技支撑项目“槟榔深加工关键技术研究及产业化开发”(2007BAD76B03);2008 湖南青年骨干教师培养对象资助项目;2009 年湖南省大学生创新项目“槟榔新型冲剂及其工艺的研究”。

第一作者简介:普义鑫,男,1986 年出生,在读硕士,主要从事食品加工方面的科研工作,通信地址:410004 湖南省长沙市韶山南路 498 号中南林业科技大学,E-mail: puyixinyutong1@163.com。

通讯作者:蒋爱民,男,1957 年出生,教授,博士生导师。

收稿日期:2010-02-03, **修回日期:**2010-03-16。

胃、大肠经,具有驱虫、抗菌、促消化、延缓衰老、抗抑郁等多种活性^[1-3]。医学家李时珍在《本草纲目》中记载,槟榔具有“下水肿、通关节、健脾调中、治心痛积聚”等功效^[4]。

近年来,国内外有关槟榔中功能成分的研究较多,主要集中在槟榔碱等方面的研究,但对酚类物质的研究比较少。目前已从槟榔中检测出了缩合单宁,水解单宁,非单宁黄烷和简单多酚物质^[5],这些化合物具有抗氧化、清除自由基、抗透明质酸等活性^[6]。国外测定了槟榔中总酚的含量,发现槟榔的不同部位和不同加工产品的槟榔中总酚含量差异较大^[7]。

该研究采用响应曲面设计方法,以提取温度,提取剂(甲醇)浓度,料液比为试验因素,以槟榔多酚提取率为评价指标,分别进行二次多项回归方程拟合及其优化分析,最后槟榔多酚提取的条件进行综合优化。

1 材料与方法

1.1 实验原料与设备

干槟榔原产于海南。数显恒温水浴锅,金坛市环保仪器厂制造。722分光光度计,上海精密仪器有限公司制造。SE202F电子分析天平,奥豪斯(上海)公司制造

1.2 主要试剂

酒石酸钾钠、硫酸亚铁、磷酸氢二钠、磷酸二氢钾、焦性没食子酸、甲醇,以上试剂均为分析纯。

1.3 样品处理

将干槟榔切碎成小块,再用粉碎机搅碎成粉末,称取5 g 槟榔粉末,加入甲醇50 mL,用保鲜膜封口,至于60℃水浴锅中加热60 min,取出过滤,滤液备用。

1.4 槟榔多酚含量的测定

1.4.1 酒石酸亚铁溶液的配制 称取硫酸亚铁1 g,酒石酸钾钠5 g加蒸馏水溶解定容到1 L。

1.4.2 pH7.5 磷酸缓冲溶液的配制 将0.0667 mol/L的磷酸氢二钠溶液与0.0667 mol/L的磷酸二氢钾溶液按84:16的比例混合,调pH至7.5。

1.4.3 没食子酸标准溶液的配制 精确称取焦性没食子酸50 mg置于50 mL容量瓶中,用蒸馏水定容。浓度为0.5 mg/mL

1.4.4 标准曲线的建立 准确吸取焦性没食子酸溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL置于一系列50 mL的容量瓶中,加水至体积为5 mL,再加入5 mL酒石酸亚铁溶液,然后用pH 7.5磷酸缓冲溶液定容至50 mL,混匀,

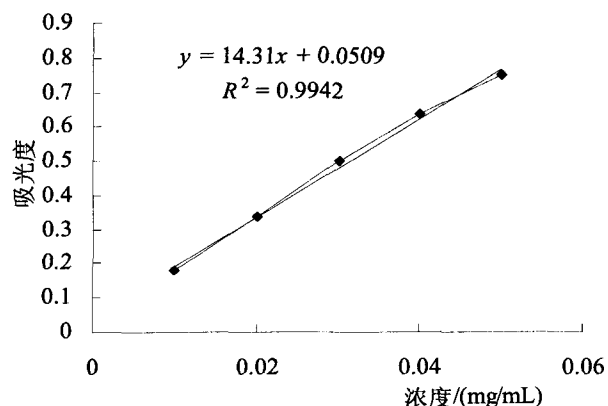


图1 标准曲线

静置15 min在540 nm处测吸光度同时做空白,以焦性没食子酸的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线如图1所示。

1.4.5 槟榔提取液中多酚含量的测定 准确吸取1 mL 槟榔提取液于50 mL容量瓶中,加入4 mL蒸馏水,5 mL酒石酸亚铁,用pH7.5的磷酸缓冲溶液定容到50 mL同时做空白,在540 nm处测其吸光度。

1.5 试验设计

采用Box-Behnken三因素三水平的响应曲面(RSM)设计方法,以提取温度、甲醇浓度,和料液比为试验因素(自变量),槟榔多酚提取率为评价指标(响

表1 RSM试验设计因素编码及水平

水平	A温度/℃	B甲醇浓度/%	C料液比/(g/mL)
-1	55	50	1:10
0	60	60	1:15
1	65	70	1:20

应值),分别进行二次多项回归方程拟合及其优化分析。试验设计因素编码及水平见表1。

1.6 数据分析

试验数据的处理分析均采用Designexpert7.1.6软件进行。

2 结果与分析

2.1 模型建立及显著性检验

温度、甲醇浓度及料液比对多酚提取率的影响结果见表2。

利用软件对表2试验数据进行多元回归拟合,获得了槟榔多酚提取率的预测值对编码自变量,温度、甲醇浓度、料液比的二次多项回归模型方程。

$$Y=7.07+1.73x_1+0.92x_2+1.76x_3-0.54x_1x_2+1.07x_1x_3-0.013x_2x_3-0.19x_1^2-1.96x_2^2-1.03x_3^2$$

表2 RSM试验设计与结果

试验号	温度/℃	甲醇浓度/%	料液比/(g/mL)	提取率/(mg/g)
1	0	0	0	7.06
2	0	1	1	7.06
3	-1	-1	0	2.52
4	0	-1	-1	1.08
5	0	0	0	7.04
6	-1	0	1	3.29
7	0	0	0	7.11
8	1	0	1	10.91
9	-1	1	0	5.88
10	1	1	0	6.23
11	1	-1	0	5.04
12	1	0	-1	6.28
13	-1	0	-1	2.94
14	0	-1	1	5.67
15	0	0	0	7.06
16	0	0	0	7.09
17	0	1	-1	2.52

表3 回归方程中回归系数的估计及方差分析

变异来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	83.52	9	9.28	6.07	0.0134	*
A	23.91	1	23.91	15.63	0.0055	**
B	6.81	1	6.81	4.45	0.0729	
C	24.89	1	24.89	16.27	0.0050	**
AB	1.18	1	1.18	0.77	0.4094	
AB	4.58	1	4.58	2.99	0.1272	
BC	0.000625	1	0.000625	0.000486	0.9844	
A ²	0.15	1	0.15	0.10	0.7606	
B ²	16.23	1	16.23	10.61	0.0139	*
C ²	4.43	1	4.43	2.90	0.1325	
残差	10.71	7	1.53			
纯误差	0.000308	4	0.00077			
总变异	94.23	16				

方差分析结果见表3。

方差分析表明,方程的模型显著性 $P=0.0134 < 0.05$, $R^2=0.8854$, $Adj R^2 = 0.7403$ 说明方程拟合度良好,试验误差小,可以用于对槟榔多酚提取率进行预测分析。

回归方程系数显著性检验结果表明,一次项 x_1, x_3 对多酚提取的线性效应非常显著 $P < 0.01$,交互项 x_1x_2, x_1x_3, x_2x_3 都不显著 $P > 0.05$,二次项 x_2^2 显著 $0.05 > P >$

$0.01, x_1^2, x_2^2$ 均不显著 $P > 0.05$ 。

2.2 槟榔多酚提取率的响应曲面分析与优化

运用软件对槟榔多酚提取率二次多项回归模型进行最优化求解,得出槟榔多酚提取率最大值为 11.23 mg/g,此时温度为 65.7℃,甲醇浓度为 62%,料液比为 1:23.5 g/mL。图2给出了当温度、甲醇浓度、料液比,其中一个选取固定值时,其他两因素及其交互作用对槟榔多酚提取率影响的响应曲面及等高线图。等高线

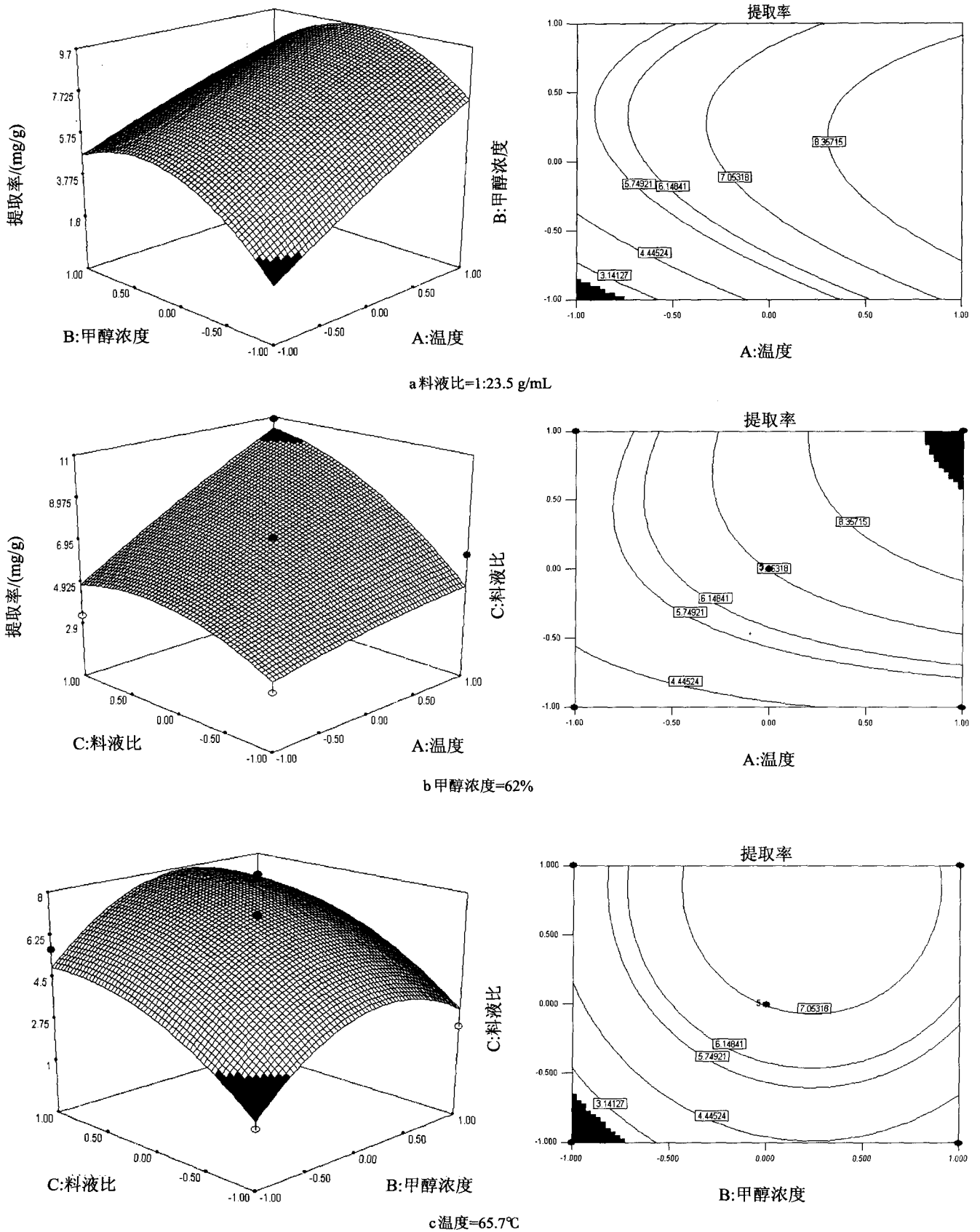


图2 试验因素及其交互作用对槟榔多酚提取率影响的响应曲面及等高线图

的形状可以反映出交互效应的强弱,椭圆形表示交互效应显著,而圆形与之相反,从图2可以看出,甲醇浓度和温度的交互作用显著,槟榔多酚提取率随着温度和甲醇浓度的提高呈先上升后下降趋势。温度和料液比交互作用显著,槟榔多酚提取率随着温度和料液比的增加而逐渐增大。料液比和甲醇浓度的交互作用不显著,并且槟榔多酚提取率,随着料液比和甲醇浓度的增加呈先上升后下降趋势。

3 结论

试验表明,响应曲面法是优化槟榔多酚提取条件的有效工具,Box-Behnken 试验设计能建立主要因素影响槟榔多酚提取的二次多项数学模型,并利用统计学方法对该模型进行显著性检验,优化了内在因素水平,找出最佳值。经研究,温度和料液比是影响槟榔多酚提取的主要因素,槟榔多酚提取率的最优值为 11.23 mg/g,此时,温度为 65.7℃,甲醇浓度为 62%,料液比为 1 : 23.5 g/mL。

参考文献

- [1] 郑锦星. 槟榔提取物功能评价的研究[D]. 长沙: 中南林业科技大学, 2007.
- [2] 郭新竹, 宁正祥. 天然酚类化合物及其保健作用[J]. 食品工业, 2002(3): 28-29.
- [3] 陈曾三. 植物多酚功能性及其开发利用[J]. 粮食与油脂, 2000(3): 40-41.
- [4] 李时珍(明). 本草纲目[M]. 北京: 中国档案出版社, 1999: 1412-1416.
- [5] Wang HK, Lee WH. Separation Characteristics and Biological Activities of Phenolics in Areca Fruit[J]. J. Agric. Food Chem., 1996, 44(11): 2014-2019.
- [6] Lee KK, Choi JD. The effects of Areca catechu L. extract on anti-inflammation and anti-melanogenesis[J]. International Journal of Cosmetic Science, 1999, 21(4): 275-284.
- [7] Wang CK, Lee WH, Peng CH. Contents of Phenolics and Alkaloids in Areca catechu Linn. during Maturation[J]. J. Agric. Food Chem., 1997, 45(4): 1185-1188.