

响应面分析法优化黄精多糖提取工艺参数

陈钢¹, 陈红兰², 苏伟³, 张桂芝⁴

(1. 南昌大学生命科学学院, 食品科学教育部重点实验室, 江西 南昌 330047;

2. 江西应用技术职业学院, 江西 赣州 341000; 3. 江西科技师范学院生命科学学院, 江西 南昌 330013;

4. 新疆农业大学食品科学学院, 新疆 乌鲁木齐 830052)

摘要 在黄精多糖提取体系中, 利用响应面分析法(response surface methodology)对在单因素试验基础上选取的料液比、提取温度和提取时间三个主要因素, 以黄精多糖提取率为响应值, 对其提取工艺参数进行优化, 得出黄精多糖水提取的最佳工艺条件为: 料液比是21.5:1, 提取温度: 73.5℃, 提取时间: 2.5h, 黄精多糖的实际提取率可达12.25%, 比单因素试验最高提取率高出10.6%。

关键词: 黄精多糖; 提取; 响应面分析

Optimization of Extraction Technique of *Polygonatic Sibiricum* Polysaccharides by Response Surface Analysis

CHEN Gang¹, CHEN Hong-lan², SU Wei³, ZHANG Gui-zhi⁴

(1. College of Life Science, Nanchang University, Key Laboratory of Food Science, Ministry of Education, Nanchang 330047, China 2. Jiangxi College of Applied Technology, Ganzhou 341000, China

3. College of Life Science, Jiangxi Science and Technology Normal University, Nanchang 330013, China

4. College of Food Science, Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830052, China)

Abstract: In this paper, aiming at optimization of the extraction of *Polygonatic Sibiricum* polysaccharides (PSP), test factors and levels were firstly selected by one-factor tests. On the basis of previous results and according to the central composite test design principles, the method of response surface method (RSM) with 3 factors and 3 levels was adopted. Response surface and contour are finally graphed with the extraction rate of PSP as the response value. The results showed that the optimum conditions of PSP extraction are: ratio of water to water 21.5:1, the extraction temperature 73.5℃, extraction time 2.5h. The extraction rate of PSP is up to 12.25%, and it is higher 10.6% than one-factor tests.

Key words *Polygonatic Sibiricum* polysaccharides; extraction; response surface methodology

中图分类号: R284.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)07-0198-04

黄精, 又名老虎姜、太阳草、鸡头参。为百合科(*Liliaceae*)黄精属(*Polygonatum*)多年生草本植物的干燥根茎, 味甘, 性平, 无毒, 是我国传统的中药, 属药食同源性中草药^[1]。《名医别录》中记载其具补肾益精, 滋阴润燥之功效。现代医学研究成果表明: 黄精的主要活性成分是黄精多糖, 黄精多糖具有增强免疫、降低血脂、血糖, 延缓衰老等多种药理作用^[2-6]。随着人们对黄精多糖功能认识的深入, 市场对黄精多糖提取分离技术的要求也逐步提高。目前, 国内外的研究文献表明对黄精多糖的提取多采用热水提取工艺, 但对提取工艺中的各项参数对提取效果影响的报道相对较少^[7-8]。本实验选择贵州的黄精作原料, 研究在热水提取过程中料液比、提取温度、提取时间和提取次数

对黄精多糖提取率的影响。在此基础上, 利用响应面分析法对其提取工艺参数进行优化, 得出黄精多糖水提取的最佳工艺条件, 为黄精资源的开发利用提供理论基础。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

黄精(*Polygonatic Sibiricum*) 贵州产的多花黄精; 无水乙醇、盐酸、浓硫酸、苯酚和葡萄糖等均作为分析纯。

1.2 仪器

恒温水浴摇床、UV-722S 分光光度计、分析天平、RE-52 旋转蒸发器、SHZ-D 循环水式真空泵。

收稿日期: 2007-06-01

作者简介: 陈钢(1968-), 男, 副教授, 博士研究生, 研究方向为食品生物技术与功能食品。

1.3 方法

1.3.1 黄精多糖的工艺

黄精→清洗→粉碎→热水提取→离心→上清液→浓缩→醇析→过滤→粗提物→脱色→除蛋白→粗多糖

1.3.2 黄精多糖含量及提取率测定

以葡萄糖作为标准品(用0.9的系数校正),用苯酚-硫酸法测水溶性多糖的含量,再采用DNS法测定还原糖含量,多糖含量及提取率分别按下式计算^[9]。

$$\text{多糖含量} = \text{总糖含量} - \text{还原糖含量}$$

$$\text{多糖提取率} = (\text{多糖干品质量} / \text{原料质量}) \times 100\%$$

2 结果与分析

2.1 水提取过程中的单因素对多糖提取率的影响

影响黄精多糖提取率的因素很多,其中提取温度、提取时间、料液比三个因素影响显著。本研究在进行响应面分析前,先通过单因素试验确定试验因素与水平。

2.1.1 料液比对多糖提取率的影响

固定多糖的提取温度为70℃,提取时间为2.5h,以料液比对多糖提取率做单因素试验。设计料液比为5:1、10:1、15:1、20:1、25:1、30:1,结果见图1。

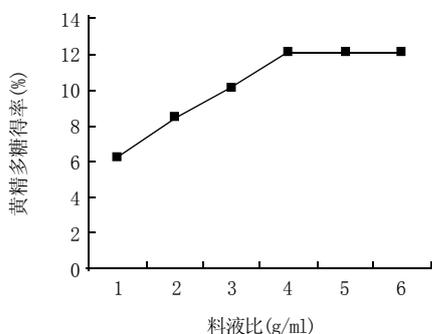


图1 不同料液比对黄精多糖得率的影响

Fig.1 Effects of ratio of material to water on PSP extraction ratio

由图1可知,料液比的增大对提高多糖提取率的效果较为明显,在5:1~20:1之间,多糖提取率几乎直线上升,而25:1~30:1之间没有明显变化。黄精干燥,需要吸收较多的水分,才能充分溶胀,便于多糖的溶出。增大料液比虽有利于多糖提取,但会增大后续浓缩的时间与能耗。单因素试验的结果显示,料液比应在20:1~25:1之间。

2.1.2 提取温度对多糖提取率的影响

固定多糖的料液比为20:1,提取时间为2.5h,以提取温度对多糖提取率做单因素试验。设计提取温度为40、50、60、70、80、90℃,结果见图2。

由图2可知,随温度升高,在40~70℃之间,多

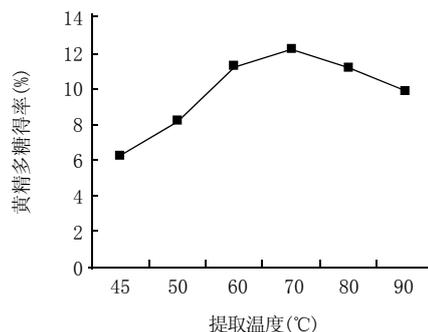


图2 不同提取温度对黄精多糖得率的影响

Fig.2 Effects of extraction temperature on PSP extraction ratio

糖提取率增加显著,但75℃之后,随温度上升,多糖提取率有下降趋势。其原因可能与多糖本身的稳定性有关,本试验中2.5h的高温提取可能会导致多糖的降解,从而引起多糖提取率的下降。单因素试验的结果显示,提取温度应在70~80℃之间。

2.1.3 提取时间对多糖提取率的影响

固定多糖的料液比为20:1,提取温度为70℃,以提取时间对多糖提取率做单因素试验。设计提取时间为0.5、1、1.5、2、2.5、3、3.5h,结果见图3。

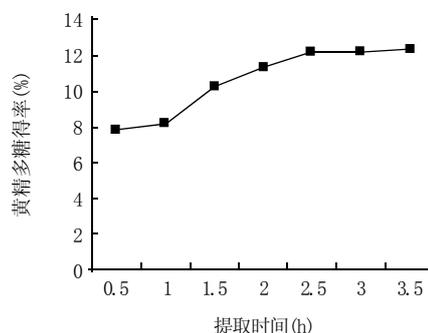


图3 不同提取时间对黄精多糖得率的影响

Fig.3 Effects of extraction time on PSP extraction ratio

由图3可知,在料液比为20:1,提取温度为70℃的条件下,随提取时间的延长,多糖提取率不断增加,提取率在2.5h之前较明显,以后趋于平缓。为缩短提取的时间与能耗,提取时间应在2~3h之间。

2.2 采用响应面法优化黄精多糖提取工艺

2.2.1 多糖提取试验方案和因素水平

根据Central-Composite实验设计原理,综合前面单因素试验所得结果,选取提取温度、提取时间、料液比三个对多糖提取率影响显著的因素,在单因素试验的基础上采用三因素三水平的响应面分析方法,试验因素与水平设计见表1。

2.2.2 响应面分析方案及结果

对黄精多糖提取工艺进行响应面分析,其具体试验

表1 黄精响应面分析因素与水平
Table 1 Factors and levels of RSM for PSP extraction

因素	水平		
	-1	0	1
X ₁ 温度(°C)	60	70	80
X ₂ 时间(h)	2	2.5	3
X ₃ 料液比(ml/g)	20	25	30

表2 黄精多糖提取响应分析方案及结果
Table 2 Program and test results of RSM for PSP extraction

试验号	X ₁	X ₂	X ₃	多糖提取率(%)
1	-1	-1	0	8.26
2	-1	0	-1	8.78
3	-1	0	1	9.36
4	-1	1	0	8.34
5	0	-1	-1	10.21
6	0	-1	1	10.46
7	0	1	-1	10.79
8	0	1	1	11.23
9	1	-1	0	10.78
10	1	0	-1	10.98
11	1	0	1	11.34
12	1	1	0	11.58
13	0	0	1	11.75
14	0	0	-1	12.12
15	0	0	0	11.85

表3 黄精多糖提取参数数学回归分析结果
Table 3 Results of regression analysis of extraction factors for PSP extraction

方差来源	自由度	平方和	均方	F 值	Pr > F
X ₁	1	12.35	12.35	73.39	0.0004
X ₂	1	0.62	0.62	3.69	0.1127
X ₃	1	0.16	0.16	0.94	0.3760
X ₁ X ₁	1	6.06	6.06	36.00	0.0018
X ₁ X ₂	1	2.21	2.21	13.14	0.0151
X ₁ X ₃	1	0.43	0.43	2.58	0.1692
X ₂ X ₂	1	0.13	0.13	0.77	0.4204
X ₂ X ₃	1	0.01	0.01	0.07	0.7993
X ₃ X ₃	1	0.01	0.01	0.05	0.8260
回归	9	21.99	2.44	14.52	0.0044
参差	5	0.84	0.17		
失拟项	5	0.82	0.32	1.35	0.0004
总离差	14	22.83			

方案见表2。

各因素经回归拟合后，解得回归方程为：

$$Y = -96.2227 + 2.0709X_1 + 14.5407X_2 + 1.0056X_3 - 0.0147X_1^2 - 3.6337X_2^2 - 0.0189X_3^2 + 0.0524X_1X_2 - 0.0012X_1X_3 + 0.0174X_2X_3$$

式中，Y 为多糖的得率，%；X₁ 为提取温度，°C；X₂ 为提取时间，h；X₃ 为料液比，ml/g。

当“Prob > F”值小于0.05即表示该项指标显著，从表3的分析结果来看，整体模型的“Prob > F”值小于0.01，表明该二次方程模型高度显著。提取温度影

响高度显著，而料液比与提取时间较不显著。在所选取的各因素水平范围内，按照对结果的影响排序，提取温度 > 提取时间 > 料液比。

2.2.3 因素间的交互影响

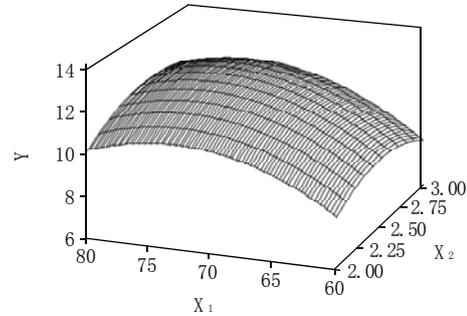


图4 提取时间与提取温度对多糖产率的影响
Fig.4 Effects of extraction time and extraction temperature on PSP extraction

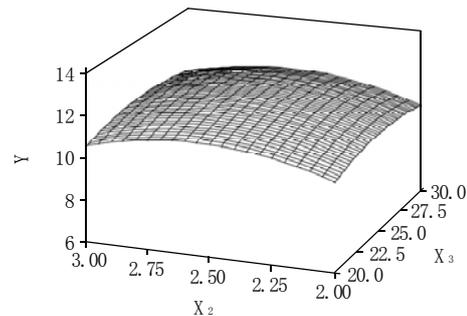


图5 提取时间与料液比对多糖产率的影响
Fig.5 Effects of extraction time and ratio of material to water on PSP extraction

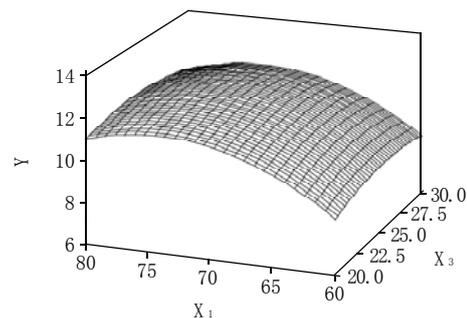


图6 提取温度与料液比对多糖产率的交互影响
Fig.6 Effects of extraction temperature and ratio of material to water on PSP extraction

图4~6直观地反映了各因素交互作用对响应值的影响。比较三组图可知，提取温度对黄精多糖提取率的影响最为显著，表现为曲线较陡；而料液比与提取时间次之，相应表现为曲线较为平滑，且随其数值的增加或减少，响应值没有显著性变化。

罗非鱼片的热风干燥模型及能耗研究

段振华^{1,2}, 冯爱国¹, 向东¹, 王志国¹

(1. 海南大学海洋学院, 海南 海口 570228 2. 海南大学 热带生物资源教育部重点实验室, 海南 海口 570228)

摘要: 对罗非鱼片进行了热风薄层干燥实验, 通过实验数据建立了罗非鱼片的热风干燥的水分比与干燥时间关系的数学模型, 根据建立的模型进行了拟合检验, 结果显示模型的预测值与实测值拟合良好。此外, 还研究了罗非鱼片热风薄层干燥过程中的能耗特点, 结果表明, 热风薄层干燥罗非鱼片的单位能耗降湿量最低为 423.4g/kW·h, 最高为 1147.7g/kW·h。鱼片越小, 每批干燥量越少, 则单位能耗降湿量越大。

关键词: 罗非鱼; 热风干燥; 数学模型; 能耗

Study on Model and Energy Consumption of Hot-air Drying of Tilapia Fillets

DUAN Zhen-hua^{1,2}, FENG Ai-guo¹, XIANG Dong¹, WANG Zhi-guo¹

(1. Ocean College, Hainan University, Haikou 570228, China

2. Key Laboratory of Tropical Biological Resources, Ministry of Education, Hainan University, Haikou 570228, China)

Abstract: Thin layer hot-air drying of fresh tilapia fillets at different temperatures was investigated. Meanwhile the suitable mathematical model which can be used to describe the relationship of moisture ratio and drying time was established in this paper. The proof test results showed that the model was good due to the predicted values consistent with the observed values. In addition, the characteristics of energy consumption of the thin layer hot-air drying of tilapia fillets were also researched. It was

收稿日期: 2007-05-19

基金项目: 国家自然科学基金项目(30660145)

作者简介: 段振华(1965-), 男, 副教授, 博士, 研究方向为水产食品科学技术。

2.3 黄精多糖提取工艺条件的确定

通过软件 Design-Expert 6.0 求解方程, 得出了最优提取工艺条件为: 料液比为 21.5:1, 提取温度为 73.5℃, 提取时间为 2.64h, 此时黄精多糖的提取率可达 12.25%。

考虑到实际操作的可行性, 同时又达到节省时间与能耗并取得最佳效果的目的, 将黄精多糖的提取工艺条件修正为: 料液比 20:1, 提取温度 75℃, 提取时间为 2.5h。为检验结果的可靠性, 采用修正条件进行提取实验, 结果得出黄精多糖的实际提取率为 12.16%, 与理论预测值基本吻合, 比单因素试验最高提取率高出 4.5%。因此, 利用响应面分析法得到的黄精多糖提取工艺参数真实可靠, 具有实用价值。

3 结论

应用响应面分析法优化黄精多糖的提取工艺, 结果显示, 黄精多糖提取率的最佳提取工艺参数为: 料液比 20:1, 提取温度 75℃, 提取时间为 2.5h, 黄精多糖的提取率为 12.16%。

参考文献:

- [1] 刘庆华, 刘彦辰. 实用植物本草[M]. 天津: 天津科学技术出版社, 1998.
- [2] 李友元, 邓洪波, 何大雄, 等. 黄精多糖的降血脂及抗动脉粥样硬化作用[J]. 中国动脉硬化杂志, 2005, 13(4): 429-431.
- [3] 王红玲, 张渝侯, 洪艳, 等. 黄精多糖对小鼠血糖水平的影响及机制初探[J]. 儿童药学杂志, 2002, 8(1): 14-15.
- [4] WANG Z J, ZHOU Y J, ZHANG H. Effects of two saponins extracted from the *Polygonatum zanlanscianense* pamp on the human leukemia (HL-60) cells[J]. Biological and Pharmaceutical Bulletin, 2001, 24(2): 159-162.
- [5] CHOU S B, PARK S. A steroidal glycoside from *Polygonatum odoratum* (Mill) Druce improves insulin resistance but does not alter insulin secretion in 90%pancreatectomized rats[J]. Biosci Biotechnol Biochem, 2002, 66(10): 2036-2043.
- [6] MIURA T, KATO A. The difference in hypoglycemic action between polygonati rhizome and polygonati officinalis rhizome [J]. Biol Pharm Bull, 1995, 18(11): 1605-1606.
- [7] 王冬梅, 宋旭辉, 李娟丽, 等. 卷叶黄精多糖提取分离工艺研究[J]. 西北林学院学报, 2006, 21(6): 158-161.
- [8] 夏泉, 谢永忠, 黄赵刚, 等. 正交设计优化黄精多糖的水提醇沉工艺[J]. 中国药师, 2006, 9(10): 905-906.
- [9] 卢时勇, 钱俊青, 邹小明, 等. 响应面法优化超声提取白术有效成分的研究[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(7): 549-552.