

DOI:10.6041/j.issn.1000-1298.2012.01.028

木薯皮总香豆素活性物质超声波提取工艺优化^{*}

陈晓明¹ 李开绵² 台建祥³ 叶剑秋² 陆小静² 吕飞杰³

(1. 中国农业大学食品科学与营养工程学院, 北京 100083; 2. 中国热带农业科学院热带作物品种资源研究所, 儋州 571737;

3. 中国农业科学院作物科学研究所, 北京 100081)

【摘要】 为了能充分提取和利用木薯皮香豆素活性物质,研究了超声波提取木薯皮总香豆素的工艺。通过单因素试验和 Box-Behnken 响应面设计优化试验确定了超声波辅助乙醇提取木薯皮中总香豆素活性物质的最优工艺条件,并比较了超声波提取与传统溶剂浸提的提取效果。试验结果表明:超声波辅助乙醇提取木薯皮中总香豆素活性物质的最优工艺条件为:乙醇体积分数 95%,超声波功率 550 W,提取时间 90 min,提取温度 60℃,液料比 12 mL/g,在此工艺条件下,木薯皮提取物的总香豆素平均质量比为 2.48 mg/g。影响总香豆素含量的 4 个因素的显著程度依次为:超声波功率、提取温度、提取时间、液料比。与溶剂浸提法(提取时间 360 min,液料比 16 mL/g,总香豆素 2.14 mg/g)相比,超声波提取法具有提取速度快、总香豆素含量高、提取物活性好、溶剂用量少等明显优势。

关键词: 木薯皮 超声波提取 总香豆素 工艺优化 响应曲面法**中图分类号:** S38; R284.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-1298(2012)01-0158-07

Response Surface Methodology on Ultrasonic Extraction Technology of Total Coumarin from Cassava Peel

Chen Xiaoming¹ Li Kaimian² Tai Jianxiang³ Ye Jianqiu² Lu Xiaojing² Lü Feijie³

(1. College of Food Science and Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China

2. Institute of Tropical Crops Genetic Resources, Chinese Academy of Tropical Agricultural Sciences, Danzhou 571737, China

3. Institute of Crop Science, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China)

Abstract

With the aim to take full advantage of coumarin in cassava peel, the extraction technology of total coumarin was first researched from cassava peels by ultrasonic-assist. The optimal extraction technology condition of total coumarin was determined by the single factor experiment and Box-Behnken design test. The results indicated that the optimal extraction conditions were as follows: ethanol concentration 95%, ultrasonic power 550 W, ultrasonic extraction time 90 min, and ultrasonic extraction temperature 60℃, liquid-solid ratio 12 mL/g. Under the optimal extraction conditions, the average content of total coumarin in active extraction was 2.48 mg/g. The effect sequence of four main factors for the content of total coumarin are as follows: ultrasonic power, extraction temperature, extraction time, liquid-solid ratio. Compared with the traditional solvent extraction, ultrasonic extraction has obvious advantages including the higher content of total coumarin, faster extraction speed, good activity extracts, less solvent and etc.

Key words Cassava peel, Ultrasonic extraction, Total coumarin, Technology optimization, Response surface methodology

引言

目前,国内外对木薯(*Manihot esculenta*,

Cassava)的研究主要集中在木薯栽培性状改良、木薯基因层次研究以及木薯淀粉、木薯淀粉酒精、木薯淀粉废水处理等方面。对于木薯中活性物质的研究

收稿日期: 2011-04-19 修回日期: 2011-05-04

^{*} 现代农业产业技术体系专项经费资助项目(nyeytx-17)和国家公益性行业(农业)科研专项经费资助项目(nyhyzx07-013)

作者简介: 陈晓明, 博士生, 主要从事天然产物研究, E-mail: chxm001@126.com

通讯作者: 吕飞杰, 教授, 博士生导师, 主要从事天然产物、农副产品深加工及其综合利用研究, E-mail: lvfeijie@hotmail.com

很少,尤其是对木薯皮活性物质的研究仍处于空白状态。经过前期的系统预试验发现,木薯皮乙醇提取物含有东莨菪内酯(scopoletin)等香豆素类化合物。香豆素具有多方面的生理活性。香豆素的抗菌活性具有抗凝血作用、血管扩张作用、抗 HIV 作用、光敏作用等^[1]。

传统的活性物质提取方法最常用的是溶剂浸提法。溶剂浸提法往往存在着提取温度高、时间长,能耗大,活性受损,提取得率低等缺点。近年来,超声波辅助溶剂提取技术在活性物质提取中以提高得率、缩短提取时间、节约溶剂等优势而被广泛应用^[2-4]。由于影响超声波提取的因素较多,而且这些因素之间往往存在着交互作用,所以需要对其工艺条件进行优化。响应曲面法(response surface methodology,简称 RSM)是一种优化反应条件或加工工艺参数的一种有效的方法,适宜于解决非线性数据处理的相关问题。与正交试验相比,其优势是在试验条件寻优过程中,可以连续地对试验的各个水平及其交互作用进行分析,而正交试验只能对孤立的试验点进行分析。

本文采用超声波辅助溶剂提取法,提取木薯皮中总香豆素活性物质,即在传统溶剂浸提法的基础上,施加超声波处理,利用超声波的空化作用、热效应、机械作用加速化学成分的溶出,减少能耗,缩短提取时间。试验首先进行各主要因素的单因素试验,以确定优化水平范围,然后采用响应曲面法中的 Box-Behnken 设计方法进行优化试验设计,通过分析得出最优提取工艺条件。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

木薯皮由中国热带农业科学院热带作物品种资源研究所提供。先将鲜木薯皮置于干燥箱 105℃ 下杀青,然后 50℃ 下干燥后粉碎过 40 目筛,得到木薯皮粉,待用。

试剂:无水乙醇、氯仿、三氯化铁(分析纯,北京化工厂),东莨菪内酯对照品(中国药品生物制品检定所)。仪器:UV2550 型紫外可见分光光度计(日本 Shimadzu 公司),JY98-3D 型超声波细胞粉碎机(宁波新芝生物科技股份有限公司);真空旋转蒸发仪(瑞士 BUCHI 公司)。

1.2 方法

1.2.1 总香豆素含量测定

由于从木薯皮中分离得到的东莨菪内酯属于香豆素类化合物,所以以东莨菪内酯作为标准品,进行木薯皮总香豆素含量的测定。

用 95% 乙醇提取 3 次,提取液浓缩至一定体积后,转移至 100 mL 容量瓶中,定容,得到待测样品。

称取 10 mg 东莨菪内酯对照品,置于 50 mL 容量瓶中,加无水乙醇定容至刻度(0.20 g/L)得对照品溶液^[5]。分别吸取对照品溶液 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 和 3.5 mL 分置于 10 mL 容量瓶中,用乙醇稀释至刻度。以无水乙醇为空白对照,于 348 nm 处测定其吸收度,并根据测定结果绘制标准曲线。将准备好的溶液于 348 nm 处测定吸光度,最后将结果代入所得曲线方程中,计算出木薯皮总香豆素的含量。通过上述方法,得到方程为 $Y = 48.021x + 0.0338$,相关系数 $R^2 = 0.9972$,这说明标准曲线具有良好的线性关系。总香豆素含量计算公式为

$$Y = \frac{CV}{M}$$

式中 C ——质量浓度,mg/mL
 V ——样品定容体积,mL
 M ——木薯皮粉质量,g

1.2.2 乙醇体积分数选择

准确称取 100 g 木薯皮粉,分别加入 20%、45%、70%、95%、100% 乙醇进行提取,每个水平重复 3 次。采用传统溶剂浸提法提取,在提取温度为 55℃、液料比为 8 mL/g 条件下,浸提木薯皮粉 240 min,然后将提取液抽滤,减压浓缩后,测定不同乙醇体积分数下提取物的香豆素含量。

1.2.3 超声波提取条件确定

准确称取木薯皮粉 100 g,加入 1.2.2 节中确定的乙醇体积分数,在不同条件下对其进行超声波辅助提取试验,并测定提取物的香豆素含量。由于影响超声波辅助提取的主要因素有超声波功率、提取时间、提取温度及液料比^[6-11],因此需先对这 4 个因素进行单因素试验分析,确定较理想的因素水平范围,然后再通过响应曲面法中的 Box-Behnken 法设计优化试验,最后通过分析及验证后,确定最优提取工艺参数。在进行超声波提取的单因素试验的同时,也进行传统溶剂浸提法提取试验作为对比。

1.2.3.1 超声波功率

由于超声波具有无选择性的破坏作用,随着功率的加大,其空化作用加强,空化作用不仅破碎了细胞壁,也破坏了欲提取物质的分子结构,而且对于特定的物质来说,超声波作用的效果取决于超声波功率和提取物的结构与性质^[9-11],这就有可能降低木薯皮中香豆素含量,因此进行超声波提取试验前,需要先考察超声波功率是否会影响香豆素的含量。试验方法如下:准确称取 100 g 木薯皮粉,加入 1.2.2 节中确定的体积分数的乙醇,提取温度 55℃,超声

波辅助提取时间 120 min,液料比为 8 mL/g,超声波功率水平分别为 200、300、400、500、600、700 W,每个水平重复 3 次。最后测定香豆素含量。

1.2.3.2 提取时间

固定超声波功率 500 W、提取温度 25℃、液料比 6 mL/g,超声波辅助提取时间设置为 10、30、50、70、90、110 min 6 个水平,每个水平重复 3 次,然后测定香豆素含量。

1.2.3.3 提取温度

固定超声波功率 500 W、提取时间 30 min、液料比 6 mL/g,提取温度设置为 25、35、45、55、65、75℃ 6 个水平,每个水平重复 3 次,然后测定香豆素含量。

1.2.3.4 液料比

固定超声波功率 500 W、提取时间 30 min、提取温度 25℃,液料比设置为 6、8、10、12、14、16 mL/g 6 个水平,每个水平重复 3 次,然后测定香豆素含量。

1.2.4 统计学方法

各组数据均以平均值 ± 标准差表示,各组均数间差异采用方差分析,各样品之间的多重比较采用最小显著差法 (LSD),用 SPSS 16.0 统计软件进行统计;利用 Design Expert 7.1.3 进行响应曲面试验设计及分析。

2 结果与分析

2.1 乙醇体积分数

采用传统乙醇浸提法提取得到了不同乙醇体积分数提取物的总香豆素含量如图 1 所示,从图 1 中可以看出,95% 乙醇提取物中的总香豆素含量相对最高,这说明 95% 乙醇可以将木薯皮中的大部分香豆素类物质提取出,因此选定 95% 的乙醇作为提取溶剂,进行木薯皮总香豆素活性物质的提取,并优化超声波提取工艺。

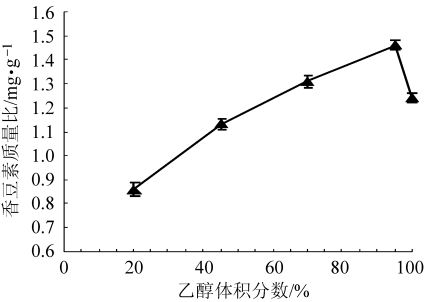


图 1 不同体积分数乙醇提取物的总香豆素含量
Fig. 1 Effect of ethanol concentration on the content of total coumarin

2.2 超声波辅助乙醇提取条件

2.2.1 超声波功率

超声波功率对总香豆素含量的影响如图 2 所示。

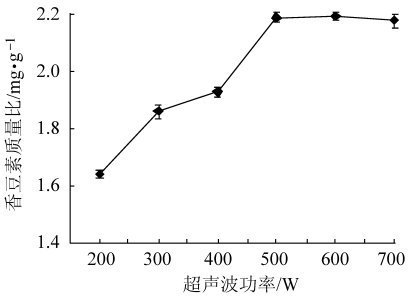


图 2 超声波功率对总香豆素含量的影响
Fig. 2 Effect of power of ultrasonic wave on the content of total coumarin

从图 2 中可以看出,超声波功率在 200 ~ 500 W 之间,香豆素含量增加较快;当超声波功率在 500 ~ 600 W 之间时,总香豆素含量趋于平缓;当超声波功率在 700 W 时,总香豆素含量有所下降。这可能是因为超声波功率过大,破坏了部分香豆素化合物的结构,从而降低了总香豆素含量。此外还可以看出,在乙醇体积分数为 95%、提取温度 55℃、超声波辅助提取时间 120 min、液料比 8 mL/g 时,超声波功率在 200 ~ 600 W 范围内,不会破坏木薯皮中的香豆素类活性物质。考虑到过大的功率可能会破坏活性物质结构,加重超声波设备的负担,因此选定超声波功率 400、500、600 W 进行木薯皮活性物质的响应曲面法优化提取试验。

2.2.2 提取时间

从图 3 中可以看出,在固定乙醇体积分数 95%、超声波功率 500 W、提取温度 25℃、液料比 6 mL/g 情况下,超声波提取法较传统溶剂法有明显优势,其提取速度较快,在同一时间段内,超声波提取法提取物的总香豆素含量比传统溶剂法高。随着提取时间的延长,两种方法所得提取物的总香豆素含量也随之升高,超声波提取法的总香豆素含量在 10 ~ 70 min 变化幅度较大,70 ~ 110 min 总香豆素含量的增加趋于平缓,时间太长会对超声波仪器造成损坏,以及用电量较大,所以选择超声辅助提取时间 50、70、90 min 进行响应曲面法优化提取试验。

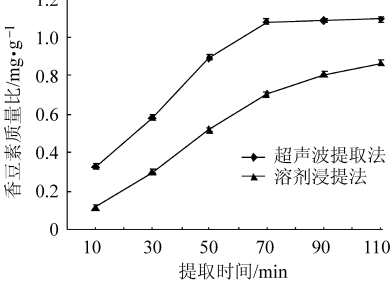


图 3 提取时间对总香豆素含量的影响
Fig. 3 Effect of extracting time on the content of total coumarin

2.2.3 提取温度

在固定超声波功率 500 W、超声波辅助提取时间 30 min、液料比 6 mL/mg 水平下,不同提取温度对总香豆素含量的影响如图 4 所示。

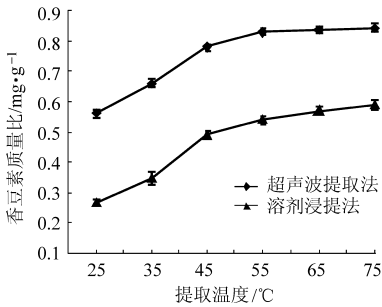


图 4 提取温度对总香豆素含量的影响
Fig.4 Effect of extracting temperature on the content of total coumarin

从图 4 中可以看出,同一温度下,超声辅助提取法的总香豆素含量比传统溶剂法要高,优势明显。当提取温度在 25 ~ 55℃ 之间时,超声波提取法的总香豆素含量都在迅速增加;当温度在 55 ~ 75℃ 之间时,总香豆素含量增加趋于平缓。考虑到在功率较大,提取时间较长的情况下,温度太高会加大超声波的空化效应和热效应,这可能会破坏香豆素类化合物的结构而降低总香豆素含量,因此选 45、55、65℃ 进行响应曲面法优化提取试验。

2.2.4 液料比

在固定乙醇体积分数为 95%,超声波功率为 500 W,超声波辅助提取时间为 30 min,提取温度为 25℃ 的情况下,液料比对总香豆素含量的影响如图 5 所示。从图 5 中可以看出,超声波提取法与传统浸提法相比,优势也很明显。随着液料比的增加,超声波提取法的总香豆素含量随之增加,尤其液料比在 6 ~ 12 mL/g 时增加得较快,在 12 ~ 16 mL/g 范围内,总香豆素含量的增加趋于平缓,这可能是由于提取溶剂较多,超声波难于作用到物料,香豆素成分溶出速度减慢,从而使得总香豆素含量的增加变得缓慢。考虑到提取溶剂量过大,后续浓缩过程较长而降低工作效率,因此选择 10、12、14 mL/g 进行响应曲面法优化提取试验。

2.2.5 超声波提取工艺优化

通过单因素试验可知,在相同工艺条件下,超声波提取法较传统溶剂浸提法的提取速率快,提取物中的总香豆素含量都较高,优势非常明显。

在单因素试验的基础上,以超声波功率、提取时间、提取温度、液料比作为 4 个因素,以提取物中的总香豆素含量为响应值来考察和优化提取工艺,借助于 Design-Expert 7.1.3 统计软件,采用 Box-

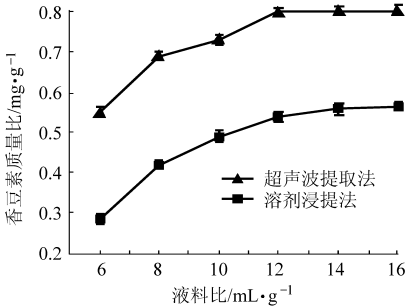


图 5 液料比对总香豆素含量的影响
Fig.5 Effect of liquid-solid ratio on the content of total coumarin

Behnken 设计方法进行响应面试验设计及分析,来优化超声波辅助乙醇提取木薯皮中总香豆素的方法,确定最优提取条件。

2.2.5.1 响应面试验设计及结果

采用 Box-Behnken 设计方法,设计四因素三水平共 29 次独立试验,其中析因部分试验次数为 24 次,中心点重复试验为 5 次,用以估算试验误差。响应曲面因子及水平见表 1,响应曲面设计及试验结果见表 2。

表 1 响应曲面因素水平表
Tab.1 Factors and levels of RSM

水平	因素			
	超声波功率 x_1/W	提取时间 x_2/min	提取温度 $x_3/^\circ\text{C}$	液料比 $x_4/\text{mL}\cdot\text{g}^{-1}$
1	400	50	45	10
2	500	70	55	12
3	600	90	65	14

2.2.5.2 拟合模型的建立及显著性分析

利用 Design-Expert 7.1.3 软件对表 2 中的试验数据进行多元回归拟合,得到总香豆素含量对超声波功率、超声波提取时间、超声波提取温度及液料比的实际值全变量二次多项回归模型方程为

$$Y = -9.6157 + 0.016385x_1 + 0.02406x_2 + 0.14989x_3 + 0.37719x_4 + 0.000016x_1x_2 - 0.0000976x_1x_3 + 0.000391x_1x_4 + 0.00009x_2x_3 - 0.000831x_2x_4 - 0.00045x_3x_4 - 0.0000126x_1^2 - 0.0000582x_2^2 - 0.0000841x_3^2 - 0.021556x_4^2$$

对该回归模型进行方差分析,结果见表 3,回归模型系数的显著性检验结果见表 4。

由表 3 可知,回归模型 $F = 94.02, P < 0.0001$,表明该模型极显著;失拟项 $F = 5.56, P = 0.0563 > 0.05$,说明失拟项不显著;复相关系数 $R^2 = 0.9895$,这说明该模型可以解释 98.95% 的响应值 Y 的变化,且该模型的修正 R^2 为 0.9790,预测 R^2 为

表 2 响应面设计及结果
Tab.2 Design and results of RSM

试验 序号	x_1 /W	x_2 /min	x_3 /℃	x_4 /mL·g ⁻¹	总香豆素质量比 Y/mg·g ⁻¹
1	500	70	55	12	2.41
2	500	70	45	10	2.18
3	500	90	45	12	2.26
4	500	70	55	12	2.39
5	600	70	45	12	2.40
6	500	70	55	12	2.39
7	500	70	55	12	2.42
8	400	50	55	12	1.96
9	500	90	65	12	2.47
10	500	70	45	14	2.05
11	400	70	55	14	1.86
12	600	70	55	10	2.39
13	500	50	55	14	2.24
14	400	70	45	12	1.82
15	400	70	55	10	2.09
16	500	50	55	10	2.27
17	600	50	55	12	2.40
18	500	70	55	12	2.42
19	500	70	65	14	2.25
20	500	90	55	10	2.43
21	500	90	55	14	2.26
22	600	70	55	14	2.46
23	500	50	45	12	2.17
24	400	70	65	12	2.19
25	500	70	65	10	2.42
26	500	50	65	12	2.31
27	400	90	55	12	2.15
28	600	90	55	12	2.47
29	600	70	65	12	2.38

表 3 回归模型方差分析
Tab.3 Analysis of variance for fitted
quadratic polynomial model

方差来源	平方和	自由度	均方	<i>F</i> 值	<i>P</i> 值	显著性
模型	0.89	14	0.064	94.02	<0.000 1	* *
残差	0.009 47	14	0.000 68			
失拟项	0.008 83	10	0.000 88	5.56	0.056 3	* * *
纯误差	0.000 63	4	0.000 16			
<i>R</i> ²	0.989 5					
修正 <i>R</i> ²	0.979 0					
预测 <i>R</i> ²	0.942 3					

注: * 显著 ($P < 0.05$), * * 极显著 ($P < 0.01$), * * * 不显著 ($P > 0.05$),下同。

0.942 3,这两者之间相差不大,这表明该回归模型的拟合度较好,试验误差小,可以用该模型分析预测和优化木薯皮活性物质提取工艺条件和结果。

表 4 回归模型系数的显著性检验结果
Tab.4 Test results of significance for regression coefficient

因素	回归系数	标准误差	<i>F</i> 值	<i>P</i> 值	显著性
截距	2.405	0.012			
x_1	0.201	0.008	719.09	<0.000 1	* *
x_2	0.058	0.008	59.18	<0.000 1	* *
x_3	0.094	0.008	157.35	<0.000 1	* *
x_4	-0.055	0.008	53.54	<0.000 1	* *
x_1x_2	-0.032	0.013	6.06	0.0274	*
x_1x_3	-0.098	0.013	56.38	<0.000 1	* *
x_1x_4	0.078	0.013	36.21	<0.000 1	* *
x_2x_3	0.018	0.013	1.92	0.187 9	* * *
x_2x_4	-0.033	0.013	6.53	0.022 8	*
x_3x_4	-0.009	0.013	0.48	0.500 1	* * *
x_1^2	-0.126	0.010	151.72	<0.000 1	* *
x_2^2	-0.023	0.010	5.20	0.038 7	*
x_3^2	-0.084	0.010	67.92	<0.000 1	* *
x_4^2	-0.086	0.010	71.31	<0.000 1	* *

从表 4 中可以看出,模型一次项 x_1 、 x_2 、 x_3 、 x_4 对响应值 Y 影响都极显著 ($P < 0.000 1$);二次项 x_1^2 、 x_3^2 、 x_4^2 对 Y 影响也是极显著 ($P < 0.000 1$),二次项 x_2^2 对 Y 影响显著 ($P = 0.038 7 < 0.05$);交互项中 x_1x_3 、 x_1x_4 对响应值 Y 有极显著影响, x_1x_2 、 x_2x_4 对 Y 的影响具有显著性,其余交互项对响应值 Y 影响都不显著,这也说明超声波功率与提取时间、提取温度的交互作用对总香豆素含量具有极显著影响,超声波功率与提取时间、提取时间与液料比的交互作用对总香豆素含量也有显著影响。由于 F 值越大,说明该因素对响应值的影响越显著,所以根据表 4 中各项的 F 值大小,可知超声波提取木薯皮活性物质的 4 个因素影响的显著程度从大到小依次为超声波功率、提取温度、提取时间、液料比。

2.2.5.3 响应曲面交互作用分析及优化结果
根据回归分析结果得出 x_1 、 x_2 、 x_3 、 x_4 及各因素之间的交互作用对总香豆素含量的影响,如图 6 所示。

从图 6a 中可以看出,固定提取温度 55℃、液料比 12 mL/g 的水平下,总香豆素含量随着超声波功率及提取时间的加大而急剧增加,且超声波功率对总香豆素含量的影响较提取时间明显。而当超声波功率超过 550 W,提取时间超过 80 min 时,总香豆素

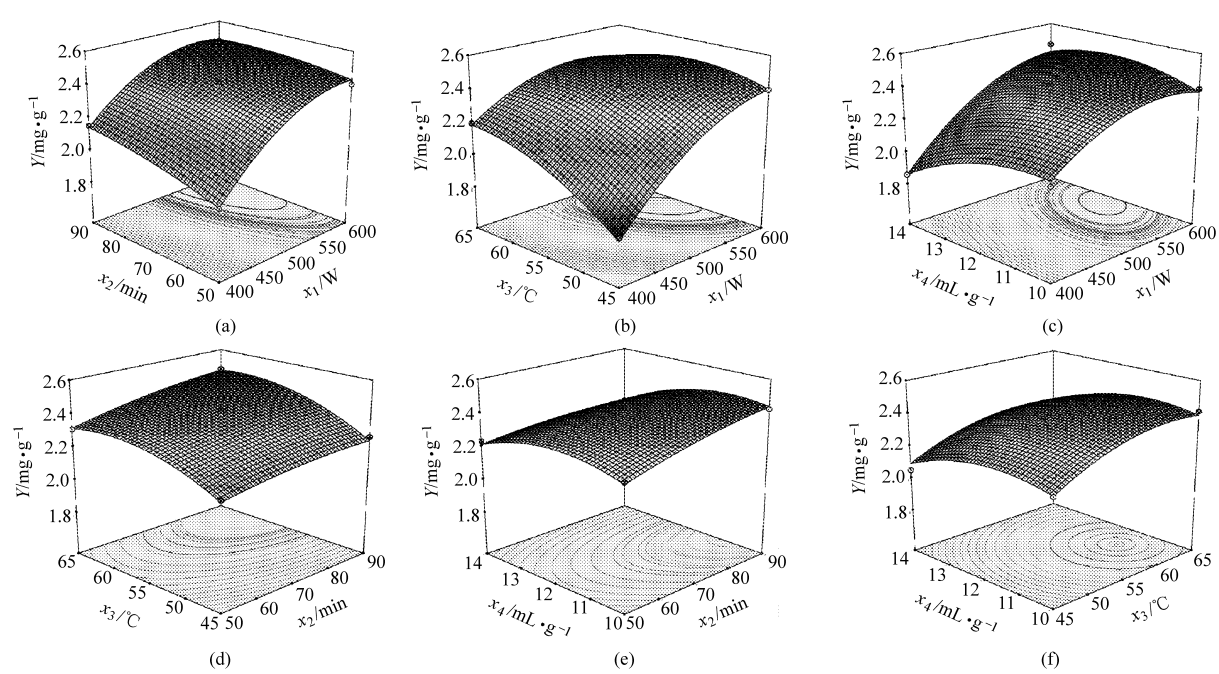


图 6 各因素及交互作用对总香豆素含量的影响

Fig. 6 Response surface of factors and interactions on the content of total coumarin

含量增加变缓,等高线形状逐渐向椭圆形发展,这说明超声波功率与提取时间之间有一定的交互作用。从图 6b 可以看出,固定提取时间 70 min、液料比 12 mL/g 的水平下,开始总香豆素含量随着超声波功率与超声波温度的增加而增加,但当超声波功率超过 550 W,提取温度超过 55℃后,总香豆素含量增加缓慢,而且等高线也逐渐呈现椭圆形状,这说明在总香豆素含量缓慢达到最高值后仍有下降趋势,这可能是因为超声波功率增加的同时,升高提取温度,会增强超声波的热效应和强烈的空化作用,从而使部分溶剂挥发而不能与物料良好接触,或会将部分化合物的结构破坏而分解,最终造成总香豆素含量的下降,这充分表明超声波功率与提取温度两个因素的交互作用极显著。从图 6c 中可看出,等高线呈现明显椭圆形,这表明在固定提取时间 70 min,提取温度 55℃的水平下,超声波功率与料液比有明显的交互作用。这可能是因为当液料比增加到一定程度后,由于溶剂太多,超声波不能很好地作用于物料,活性成分溶出速度减慢,从而降低了总香豆素含量。也可能是液料比过小后,提取液浓度过大,也会降低活性物质溶出速率,而且溶剂也是超声波作用的媒介,如果溶剂过少,超声波也不能充分发挥作用,此时再增加超声波功率也不会使总香豆素含量明显增加,甚至还会破坏已溶出的活性成分的结构,从而使总香豆素含量下降。从图 6d 中看出,在固定超声波功率 500 W、液料比 12 mL/g 的水平下,总香豆素含量随着提取时间的延长和提取温度的升高而增加,当提取时间超过 70 min,同时提取温度超过 55℃

后,总香豆素含量增加变缓,从其等高线形状并结合 F 值可知提取时间与提取温度有着一定的交互作用,但不显著。从图 6e 中可以看出,当固定超声波功率 500 W、提取温度 55℃水平下,总香豆素含量随着提取时间的延长而增加,随着液料比的增大而先增加,然后又有降低的趋势,这可能也是因为当溶剂太多后,超声波不能很好地作用到物料使活性物质快速溶出,降低提取效率,从而需要更长的提取时间,此时延长提取时间会增加总香豆素含量,当液料比达到 12 mL/g 后总香豆素含量增加变缓,但随着液料比不断加大,超声波起不到明显的作用,从而表现为单位时间内总香豆素含量相对下降。另其等高线形状也逐渐呈现椭圆形状,再结合表 4 中 x_2x_4 的 F 值,得知提取时间和液料比之间有显著性交互作用。图 6f 中的等高线形状呈圆形,说明在固定超声波功率 500 W、提取时间 70 min 的水平下,提取温度与液料比的交互作用不显著。

通过响应曲面交互作用分析,可发现各因素之间的交互作用对总香豆素含量有重要影响。因此需要对提取条件进行优化。根据回归模型,通过软件分析得到超声波提取木薯皮活性物质的最优工艺条件为:超声波功率 537.95 W,提取时间 90 min,提取温度 59.66℃,液料比 11.27 mL/g,在此条件下,总香豆素质量比的理论值为 2.51 mg/g。为检验响应曲面法所得结果的准确性和可靠性,又考虑到实际操作的便利,将最优提取工艺条件修正为:超声波功率 550 W,提取时间 90 min,提取温度 60℃,液料比 12 mL/g,在修正后的优化提取工艺条件下,木薯皮

提取物的总香豆素质量比为 (2.48 ± 0.011) mg/g, 与总香豆素含量的理论值相比, 相对误差为 $(1.21 \pm 0.45)\%$, 因此采用响应曲面法所得的优化提取工艺参数准确、可靠。

2.2.6 提取方法比较

采用传统溶剂浸提法提取木薯皮总香豆素活性物质, 并与超声波提取最优工艺条件下的提取结果进行对比。传统溶剂浸提法的工艺条件及试验结果见表 5。

表 5 不同提取方法的比较

Tab.5 Comparison of different extraction methods

提取方法	乙醇体积分数/%	超声波功率/W	提取时间/min	提取温度/℃	液料比/mL·g ⁻¹	总香豆素质量比/mg·g ⁻¹
超声波提取	95	550	90	60	12	2.48 ± 0.011
溶剂浸提	95	0	360	60	16	2.14 ± 0.032

由表 5 可知, 当乙醇体积分数和提取温度相同的情况下, 传统溶剂浸提法以液料比 16 mL/g 提取

木薯皮活性物质, 耗时 360 min, 提取物的总香豆素平均质量比为 2.14 mg/g, 而超声波提取法在液料比 12 mL/g 时, 仅用 90 min, 总香豆素平均质量比就达到了 2.48 mg/g, 这表明超声波提取法与传统溶剂浸提法相比, 不仅提取效率高, 大大缩短了提取时间, 而且还可以减少溶剂的用量, 节约成本。

3 结束语

通过单因素试验和 Box-Behnken 设计响应曲面法优化, 确定了超声波提取木薯皮中的香豆素活性物质的最优提取工艺条件为: 乙醇体积分数 95%, 超声波功率 550 W, 提取时间 90 min, 提取温度 60℃, 液料比 12 mL/g, 在此工艺条件下, 木薯皮提取物的总香豆素平均质量比为 2.48 mg/g; 影响总香豆素含量的 4 个因素的显著程度从大到小依次为: 超声波功率、提取温度、提取时间、液料比。

超声波提取法与传统溶剂浸提法相比具有提取速度快, 总香豆素含量高, 提取物活性好, 溶剂用量少等明显优势。

参 考 文 献

1 徐任生. 天然产物化学[M]. 北京: 科学出版社, 2003.

2 谭胜兵. 超声波技术在天然产物提取中的应用[J]. 食品工程, 2007(2): 47 ~ 50.
Tan Shengbing. Ultrasonic technology in the natural product extraction [J]. Food Engineering, 2007(2): 47 ~ 50. (in Chinese)

3 罗登林, 丘泰球, 卢群. 超声波技术在油脂工业中的研究进展[J]. 粮油加工与食品机械, 2005(3): 48 ~ 50.
Luo Denglin, Qiu Taiqiu, Lu Qun. Reviw of ultrasonic technology in oil industry [J]. Machinery for Cereals Oil and Food Processing, 2005(3): 48 ~ 50. (in Chinese)

4 冯宗帅, 吴彩娥, 方升佐, 等. 青钱柳叶总黄酮超声辅助提取工艺优化[J]. 农业机械学报, 2009, 40(2): 130 ~ 134.
Feng Zongshuai, Wu Caie, Fang Shengzuo, et al. Technology optimization of total flavonoids extraction from Cyclocarya paliurus leaves by ultrasonic assistance [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2009, 40(2): 130 ~ 134. (in Chinese)

5 王博, 侯大兵, 徐敏, 等. 川西北野生九眼独活总香豆素的提取条件优化及含量测定[J]. 西北药学杂志, 2010, 25(2): 107 ~ 108.

6 邓红, 仇农学, 孙俊, 等. 超声波辅助提取文冠果籽油的工艺条件优化[J]. 农业工程学报, 2007, 23(11): 249 ~ 254.
Deng Hong, Qiu Nongxue, Sun Jun, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction technology of oil from xanthoceras sorborifolia burgeseeds [J]. Transactions of the CSAE, 2007, 23(11): 249 ~ 254. (in Chinese)

7 高振鹏, 岳田利, 袁亚宏, 等. 超声波强化有机溶剂提取石榴籽油的工艺优化[J]. 农业机械学报, 2008, 39(5): 77 ~ 80.
Gao Zhenpeng, Yue Tianli, Yuan Yahong, et al. Technology optimization on extracting pomegranate seed oil using organicsolvent assisted by ultrasound [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2008, 39(5): 77 ~ 80. (in Chinese)

8 王军, 王敏, 于智峰, 等. 基于响应曲面法的苦荞鼓皮总黄酮提取工艺优化[J]. 农业机械学报, 2007, 38(7): 205 ~ 208.
Wang Jun, Wang Min, Yu Zhifeng, et al. Study on extraction technology of total flavonoids in tartary buckwheat branbased on response surface methodology [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2007, 38(7): 205 ~ 208. (in Chinese)

9 徐怀德, 闫宁环, 陈伟, 等. 黑莓原花青素超声波辅助提取优化及抗氧化性研究[J]. 农业工程学报, 2008, 24(2): 264 ~ 268.
Xu Huaide, Yan Ninghuan, Chen Wei, et al. Ultrasonic assisted extraction technology and its antioxidative activity of blackberry anthocyanin [J]. Transactions of the CSAE, 2008, 24(2): 264 ~ 269. (in Chinese)

37 黄敏. 欧美区域全链食品追踪体系和中国食品追溯体系展望[J]. 农产品加工·学刊, 2005(增刊2): 78 ~ 81.

38 王立方, 陆昌华, 谢菊芳, 等. 家畜和畜产品可追溯系统研究进展[J]. 农业工程学报, 2005, 21(7): 168 ~ 174.

39 李明学, 黄立平. RFID 在农业中的应用研究[J]. 安徽农业科学, 2007, 35(20): 6 333 ~ 6 334.

40 臧明伍, 张迎阳, 韩凯, 等. RFID 技术在畜产品可追溯系统中的应用[J]. 肉类研究, 2007(9): 32 ~ 35.

41 童小燕. 《EAN·UCC 系统在海南水产品质量安全跟踪和追溯的应用研究》项目通过科技成果鉴定[J]. 条码与信息系统, 2009(2):14.

42 Ruiz-Garcia L, Steinberger G, Rothmund M. A model and prototype implementation for tracking and tracing agricultural batch products along the food chain [J]. Food Control, 2010, 21(2):112 ~ 121.

43 Zhang Xiaoshuan, Lü Shunyi, Xu Mark, et al. Applying evolutionary prototyping model for eliciting system requirement of meat traceability at agribusiness level [J]. Food Control, 2010, 21(11): 1 556 ~ 1 562.

44 刘东红, 唐佳妮. 乳品质量安全溯源和监控体系构建[J]. 东北农业大学学报, 2010, 41(5): 149 ~ 153.

45 谢洁锐, 胡月明, 刘才兴, 等. 基于无线传感器和 RFID 的农产品安全全程监控平台[J]. 中国农机化, 2007(1):79 ~ 80.

46 刘嫣红, 杨宝玲, 毛志怀. 射频技术在农产品和食品加工中的应用[J]. 农业机械学报, 2010, 41(8):115 ~ 120.
Liu Yanhong, Yang Baoling, Mao Zhihuai. Radio frequency technology and its application in agro-product and food processing[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2010, 41(8):115 ~ 120. (in Chinese)

~~~~~

(上接第 164 页)

10 易阳, 张名位, 廖森泰, 等. 龙眼多糖超声波-酶解辅助提取工艺优化[J]. 农业机械学报, 2010, 41(5):131 ~ 136.  
Yi Yang, Zhang Mingwei, Liao Sentai, et al. Optimization of ultrasonic-enzyme-assisted extraction technology of polysaccharides from longan pulp[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2010, 41(5):131 ~ 136. (in Chinese)

11 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, 41(4):134 ~ 139.  
Han Lin, Zhang Haide, Li Guosheng, et al. Optimization of extraction technology and antioxidant activities of total phenol from betel nut seed [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2010, 41(4):134 ~ 139. (in Chinese)