

响应面法优化超临界CO₂萃取杏香气成分的工艺参数

侯伟伟, 郑灿龙, 逢焕明, 李芸, 张红敏, 杨海燕*
(新疆农业大学食品科学学院, 新疆乌鲁木齐 830052)

摘要: 采用响应面法优化超临界 CO₂ 萃取杏香气成分的工艺参数。在单因素实验的基础上, 选取影响香气成分提取的三个主要因素萃取压力、萃取温度和萃取时间设计实验, 采用 Box-Behnken 设计, 运用 SAS8.0 软件进行回归分析, 最终确定最佳工艺参数: 萃取压力为 21MPa, 萃取温度为 30℃, 萃取时间为 120min, 杏香气成分的提取率可达 0.5524%。

关键词: 杏, 香气成分, 超临界 CO₂ 萃取, 响应面法, SAS(8.0)

Optimization of apricot aroma component extraction conditions by supercritical CO₂ using response surface method

HOU Wei-wei, ZHENG Can-long, PANG Huan-ming, LI Yun, ZHANG Hong-min, YANG Hai-yan*

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

Abstract: The response surface was used to optimize the technics conditions of supercritical CO₂ extraction of apricot aroma component. Based on the single factor experiment, the extraction pressure, extraction temperature and extraction time were selected as three main factors to design experiments for the extraction of aroma components. Using Box-Behnken design, statistics analysis system 8.0 was used to analyze the experiment. The results showed that the extraction pressure at 21MPa, the extraction temperature at 30℃, the extraction time at 120min, the supercritical CO₂ extraction ratio of apricot aroma component was up to 0.5524%.

Key words: apricot; aroma component; supercritical CO₂ extraction; response surface method; statistical analysis system (SAS 8.0)

中图分类号: TS201.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2011)02-0264-03

杏为落叶小乔木,蔷薇科,李属^[1],其果酸甜可口,营养丰富,含有多种人体必需的矿物质,也含有丰富的维生素 A、维生素 C、糖类、柠檬酸、苹果酸等营养成分,性味甘酸、微温,故具有生津止渴、清热解毒之特点,有一定的保健和防癌作用^[2],无论鲜食还是加工后食用都备受人们的青睐。新疆是我国杏的主产区,据统计,2007 年新疆杏栽培面积约 19.95 万公顷,占林果业总栽培面积的 32.7%,总产量达 125.2 万 t,其中 90% 以上分布于南疆,面积和产量均居全国各省(区)之首。截至 2007 年底,新疆杏加工量达到了 17.25 万 t,占总产量的 13.78%^[3]。新疆杏以果实早熟、色泽鲜艳、果肉多汁、酸甜适口和营养价值

极高为特色而享誉疆内外^[4]。香气成分是构成和影响果品鲜食、加工质量及典型性的主要因素^[5],近年来备受研究者关注。本研究以新疆库买提杏为原料,采用超临界 CO₂ 流体萃取的方法提取香气成分,利用响应面法对提取工艺进行了优化,为新疆杏产业的进一步发展提供了一定的理论依据。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与仪器

库买提杏 采自新疆轮台县,可溶性固形物含量为 16.5%~17.5%;CO₂ 纯度 ≥99.9%。

HL-5 + 1L/50-III BO 超临界 CO₂ 流体萃取装置 杭州华黎泵业制造有限公司;HR 1724 打浆机 珠海经济特区飞利浦家用电器有限公司;FD-3 冷冻干燥 北京博医康实验仪器有限公司。

1.2 超临界 CO₂ 流体萃取杏香气成分的工艺流程

鲜杏→清洗→去核→打浆→称重→装盘→预冻(2h)→真空冷冻干燥(含水量 ≤5%)→粉碎→称重→超临界 CO₂ 萃

收稿日期: 2010-12-20 * 通讯联系人

作者简介: 侯伟伟(1983-),女,在读硕士研究生,研究方向:功能性食品的开发。

基金项目: 新疆维吾尔自治区科技支疆项目(200891105)。

取→杏香气成分

1.3 杏香气成分提取率的计算

$$\text{杏香气成分提取率}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\%$$

式中 m_1 —接收瓶和杏香气成分的质量 g m_2 —接收瓶的质量 g m_0 —杏浆的质量 g 。

1.4 超临界 CO₂ 流体萃取杏香气成分工艺的优化

在单因素的实验基础上(单因素的实验结果:萃取压力为 21MPa,萃取温度为 30℃,萃取时间为 120min)对杏香气成分提取工艺进行响应曲面优化,选取萃取压力(X_1)、萃取温度为(X_2)和萃取时间(X_3)作为三个考察因素进行响应面设计,见表 1。

表 1 响应面分析因素与水平表

水平	X_1 萃取压力 (MPa)	X_2 萃取温度 (℃)	X_3 萃取时间 (min)
+1	24	35	150
0	21	30	120
-1	18	25	90

2 结果与分析

2.1 数学模型的建立

根据表 2 所得的实验数据,运用 SAS8.0 统计软件进行处理^[6],采用响应曲面统计方法对实验数据进行拟合,建立提取率与萃取压力、萃取温度为和萃取时间三因子的二次多项数学回归方程:

$$Y = 0.53 + 0.08775X_1 + 0.01775X_2 + 0.0475X_3 - 0.00875X_1X_2 + 0.04825X_1X_3 - 0.02125X_2X_3 - 0.14437X_1^2 - 0.035375X_2^2 - 0.10438X_3^2$$

表 2 提取杏香气成分响应分析方案及结果

实验号	X_1	X_2	X_3	Y 提取率(%)
1	-1	-1	0	0.236
2	+1	-1	0	0.413
3	-1	+1	0	0.305
4	+1	+1	0	0.447
5	-1	0	-1	0.157
6	+1	0	-1	0.252
7	-1	0	+1	0.214
8	+1	0	+1	0.502
9	0	-1	-1	0.341
10	0	+1	-1	0.403
11	0	-1	+1	0.420
12	0	+1	+1	0.397
13	0	0	0	0.512
14	0	0	0	0.525
15	0	0	0	0.553

进一步对该回归模型进行显著性检验,响应曲面数据的方差分析结果见表 3,分析结果显示模型的 $F = 12.96 > F_{0.05}(9, 9) = 3.18$, $p < 0.05$,表明回归模型显著。失拟项 $F = 5.97 < F_{0.05}(9, 3) = 8.81$, $p = 0.1467 > 0.05$,不显著,说明该模型拟合程度良好,实验误差小。因此,可以选择用此模型来分析和预测超临界 CO₂ 萃取杏香气成分的工艺结果。同时,一次项、平方项、交叉项均有显著性影响,由此可以认为上面给出的二次回归方程模型是合适的。

表 3 回归模型系数及显著性检验结果

方差来源	偏差平方和	自由度	均方差	F 值	P 值
模型	0.20	9	0.023	12.96	0.0058
X_1	0.062	1	0.062	35.21	0.0019
X_2	2.520E-3	1	2.520E-003	1.44	0.2838
X_3	0.018	1	0.018	10.32	0.0237
X_1X_2	3.062E-4	1	3.062E-004	0.18	0.6930
X_1X_3	9.312E-3	1	9.312E-003	5.32	0.0691
X_2X_3	1.806E-3	1	1.806E-003	1.03	0.3562
X_1^2	0.077	1	0.077	44.00	0.0012
X_2^2	4.621E-3	1	4.621E-003	2.64	0.1650
X_3^2	0.040	1	0.040	22.99	0.0049
纯误差	8.780E-4	2	4.390E-4		
失拟项	7.869E-3	3	2.623E-3	5.97	0.1467
总和	0.21	14			

2.2 响应面分析与优化

通过对以下模型响应面以及相对应的等高线进行分析,并对模型进行验证,从而得到超临界 CO₂ 萃取杏香气成分的最佳的优化条件。模型的响应面及其等高线见图 1~图 3。

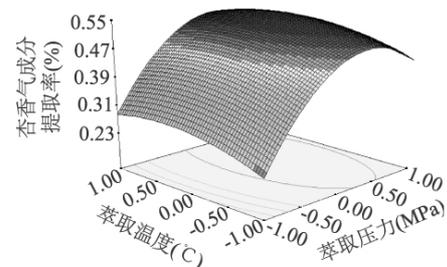


图 1 $Y = f(X_1, X_2)$ 响应曲面立体图

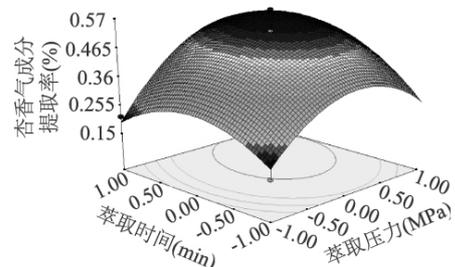


图 2 $Y = f(X_1, X_3)$ 响应曲面立体图

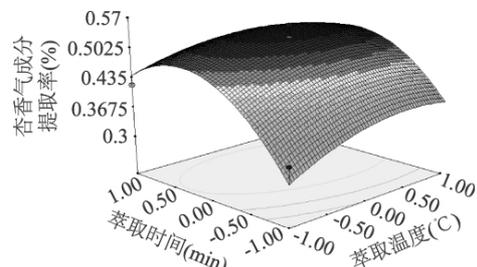


图 3 $Y = f(X_2, X_3)$ 响应曲面立体图

由图 1~图 3 可知,萃取时间和萃取压力对超临界 CO₂ 萃取杏香气成分的提取率交互作用不显著,萃取温度和萃取压力、萃取时间和萃取温度的交互作用显著。杏香气成分的提取率随萃取温度和萃取时间的上升而增大,且每个影响因子对于杏香气成分的提取都有一个最佳稳定条件,因此,可以在实验 (下转第 282 页)

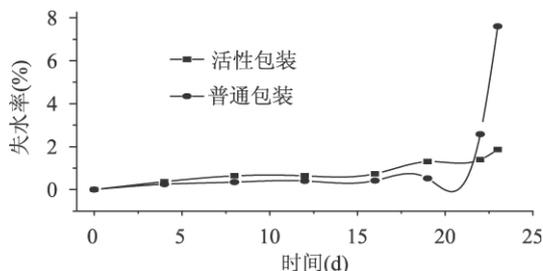


图4 番木瓜失水率的变化

感官评定结果(表1)可以看出,未加吸附剂的番木瓜在16d达到3级,在19d达到4级,都明显早于相应加入吸附剂包装的番木瓜,表明加入吸附剂可以延缓番木瓜腐烂的时间,延长番木瓜的保鲜期。

表1 番木瓜贮藏效果的感官评定

时间(d)	未加 CO ₂ 吸附剂	加 CO ₂ 吸附剂
0	1级	1级
4	2级	1级
8	2级	2级
12	2级	2级
16	3级	2级
19	4级	3级
22	5级	4级
23	5级	4级

3 结论

本实验研究对比了活性气调和普通气调对番木瓜品质的影响差异。研究发现活性气调对包装内番木瓜氧气消耗率和二氧化碳生成率有着明显的影响。加入吸附剂的包装比未加的氧气消耗率和二氧化碳生成率要慢,从而有效延缓了番木瓜厌氧呼吸到达的时间,减小了果实的腐烂率,使其保鲜期延长。同时,活性气调包装能推迟番木瓜多糖和还原糖的达峰时间,降低番木瓜的熟化率,但对维生素C的含量影响较小。

经活性气调包装后的番木瓜失水率稳定,口感保留时间更长,保鲜效果更好,比普通气调晚4d腐烂,这在商业上有着重要价值。

(上接第265页)

范围内寻找到最优点。得到 $X_1 = 0.350$, $X_2 = 0.119$, $X_3 = 0.296$, 将这三个值代入变换式,实验得到最佳组合为:萃取压力为 21.350MPa、萃取温度为 30.119℃、萃取时间为 120.296min。结合超临界 CO₂ 萃取设备的情况确定最佳实验组合为:萃取压力为 21MPa、萃取温度为 30℃、萃取时间为 120min。此时,模型预测杏香气成分的最大提取率为 0.5534%。

通过3组平行实验,检验模型预测的准确性。所得杏香气成分提取率分别为 0.5518%、0.5529%、0.5526%,平均值为 0.5524%(误差 0.001%)。建立的模型比较符合实际情况,响应面法优化超临界 CO₂ 萃取杏香气成分的工艺参数可行。

3 结论

采用响应曲面分析法对超临界 CO₂ 萃取杏香气成分的工艺参数进行优化,将萃取压力、萃取温度为和萃取时间这三个因素作为重要影响因素;采用 Box-Behnken 设计和 SAS8.0 软件分析确定最佳工艺参

参考文献

- [1] 林兰清.番木瓜的贮藏与保鲜[J].广西热作科技,2004(4):45-45.
- [2] 冯爱国,李春艳.木瓜营养成分及功效价值[J].中国食物与营养,2008(5):31-33.
- [3] 陈维信.番木瓜采后生理及品质控制研究综述[J].中国农学通报,2005,21(3):211-214.
- [4] Paull R E, Nishijima W, Reyes M, et al. Postharvest handling and losses during marketing of papaya (*Carica papaya* L.) [J]. Postharvest Biology and Technology, 1977, 11:165-179.
- [5] Zagory D, Kader A A. Modified atmosphere packaging of fresh produce [J]. Food Technology, 1988, 42(9):70-74, 76-77.
- [6] 李艳,胡长鹰,王志伟.气调保鲜包装初始气体浓度配比对番木瓜品质的影响[J].食品科学,2007,28(12):484-490.
- [7] González-Aguilar G A, Buta J G, Wang C Y. Methyl jasmonate and modified atmosphere packaging (MAP) reduce decay and maintain postharvest quality of papaya 'Sunrise' [J]. Postharvest Biology and Technology, 2003, 28:361-370.
- [8] Kader A A. A summary of CA requirements and recommendations for fruits other than apples and pears [C]// Oosterhaven J, Peppelenbos H W, eds. Proceedings of the 8th International Controlled Atmosphere Research Conference, Vol 3, Rotterdam Netherlands, 2003:737-740.
- [9] S Remon, A Ferrer, P Marquina, et al. Use of modified atmospheres to prolong the postharvest life of Burlat cherries at two different degrees of ripeness [J]. Journal of the science of Food and Agriculture, 2000, 80:1545-1552.
- [10] 董群,郑丽伊,方积年.改良的苯酚-硫酸法测定多糖和寡糖含量的研究[J].中国药理学杂志,1996,31(9):550-552.
- [11] 宁正祥.食品成分分析手册[M].北京:中国轻工业出版社,1998:342-344.
- [12] 侯东明,江亿.水果蔬菜薄膜气调贮藏[M].北京:清华大学出版社,1993:468-497.
- [13] 杨连珍.不同成熟期番木瓜营养成分的变化[J].世界热带农业信息,2006(12):19-19.

参考文献

- [1] 程卫东,吕国华,李琳,等.新疆小白杏资源的综合利用及其产业化[J].农业工程学报,2006,22(9):241-244.
- [2] 张峻松,张世涛,毛多斌,等.超高压处理对杏汁香气成分的影响[J].农业工程学报,2008,24(4):267-270.
- [3] 金建新.新疆统计年鉴2008[M].北京:中国统计出版社,2008:311-312.
- [4] 张君萍,高疆生,李疆,等.新疆杏与华北杏果实主要营养成分比较分析[J].新疆农业科学,2006,43(2):140-143.
- [5] 周围,魏玉梅,杨敏,等.甘肃主栽杏果实品种间香气成分的固相微萃取-气质联用分析[J].分析实验室,2008,27(8):40-44.
- [6] 黄燕,吴平.SAS 统计分析及应用[M].北京:机械工业出版社,2006:202-252.