

大孔树脂精制苦荞总黄酮工艺条件的优化研究

于智峰, 王敏, 张家峰

(西北农林科技大学食品科学与工程学院, 杨凌 712100)

摘要: 为了研究DM-2型大孔树脂精制苦荞总黄酮的优化工艺条件,以树脂对苦荞总黄酮的吸附率、解吸率为评价指标,采用响应曲面法(response surface methodology, RSM)建立树脂法精制苦荞总黄酮的二次多项回归模型方程,对精制苦荞总黄酮吸附解吸工艺条件进行优化。结果表明吸附最佳工艺条件为吸附速率2 mL/min, pH值2, 上样液浓度2 mg/mL。解吸最佳工艺条件:乙醇浓度71.05%, pH值8.76, 解吸速率1 mL/min。该方法简单可行,精制效果好,适合于工业化生产。

关键词: 响应曲面法; 苦荞黄酮; 大孔吸附树脂; 吸附; 解吸

中图分类号: TS201.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-6819(2007)4-0253-05

于智峰, 王敏, 张家峰 大孔树脂精制苦荞总黄酮工艺条件的优化研究[J]. 农业工程学报, 2007, 23(4): 253-257.

Yu Zhifeng, Wang Min, Zhang Jiafeng Optimization of purifying technology of tartary buckwheat total flavonoids with macroporous resin[J]. Transactions of the CSAE, 2007, 23(4): 253-257. (in Chinese with English abstract)

0 引言

苦荞(tartary buckwheat)也称鞑靼荞麦,为双子叶蓼科荞麦属(*Fagopyrum esculentum*)植物的成熟种子,是一种粮、饲、药兼用的植物资源^[1]。其叶、茎、花、麸皮等各器官中均含有丰富的黄酮类化合物,特别是在籽粒粉中,芦丁含量是甜荞的9~300倍^[2]。现代医学研究表明^[3],黄酮类化合物具有降血糖、降血脂^[4]、防癌、抗突变、增强免疫力、杀菌、抗动脉粥样硬化、抗衰老等功能。中国是世界苦荞的主产国之一,主要分布于四川凉山、云贵、晋、冀高原等处,年产苦荞约一亿公斤^[5-7],资源极其丰富。而且,作为副产品的苦荞麸皮仍然主要作为饲料被处理,利用率极低。目前,国内学者对黄酮物质的提取已有众多研究,方法有热水浸提法、酶法提取、微波提取法、超声波提取法等^[8,9],但提取物存在纯度低、有效成分含量不足等缺点,对黄酮物质后续的纯化工艺研究虽有少量报道,但大部分只是作为科学研究被应用,并不适用于大规模工业化生产。

大孔树脂吸附分离技术作为一种新型固液柱层析分离技术,由于其独特的分离效果,在天然产物有效成

分的精制纯化中已被广泛应用^[10,11],但由于大孔树脂吸附分离是一个比较复杂的过程,纯化效果的好坏受到多种因素的影响,而目前,应用该技术对黄酮物质的纯化研究虽有报道,但仅仅是孤立地考虑单因素的影响,而忽略了各因素间的交互作用,响应曲面法(RSM)是目前国际上较为常用也是最为流行的试验设计及数据分析方法,它可以定量地分析各因素及其交互作用对响应值的影响^[12],近年来该方法已在微生物等方面广泛应用^[13-15],但用于优化大孔树脂精制工艺条件的研究国内外尚未见报道。

因此,本文选取DM-2型树脂为吸附填料^[16],以从苦荞麸皮中提取的黄酮粗提物为试材,采用统计软件Design-Expert中响应曲面方法的Box-Behnken模式,对黄酮粗提物在DM-2型树脂上的吸附、解吸工艺进行了研究,从而建立树脂法精制苦荞总黄酮的二次多项数学模型,优化出了吸附、解吸最佳工艺条件。为苦荞黄酮在工业生产中的分离提纯提供了较为可靠的科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂及仪器

1.1.1 原料

苦荞为2001年产于四川凉山彝族自治州川荞1号种子。用法国肖邦公司CD-1仿工业实验磨制粉,除荞麦壳和面粉外的所有部位全部收集,获荞麦麸皮全粉,将荞麦麸皮全粉在沸程为30~60的工业石油醚中浸提去脂,后以95%工业酒精提取,经旋转薄膜蒸发器浓缩、真空干燥得苦荞黄酮粗提物,然后在超声波辅助条件下,用水溶解,抽滤得清液,待用。

收稿日期: 2006-07-10 修订日期: 2007-04-05

基金项目: 科技部攻关计划重大项目(2003BA901A19); 西安市2003年农业科技攻关计划项目(NG200317); 西北农林科技大学人才基金及2005年校科研基金

作者简介: 于智峰(1979-),男,山西原平人,研究方向为食品营养与安全。杨凌 西北农林科技大学食品科学与工程学院,712100。

Email: yzf513@126.com

通讯作者: 王敏,女,博士,副教授,主要从事食品营养与功能食品研究。杨凌 西北农林科技大学食品科学与工程学院,712100。

Email: wangmin20050606@163.com

1.1.2 试剂

DM-2树脂, 山东鲁抗医药股份有限公司树脂分厂生产。

芦丁(生化试剂, 含量 95.0%), 国药集团化学试剂有限公司生产; $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 、 NaNO_2 、 NaOH 均为市售分析纯。

1.1.3 仪器

SHB-III循环水式真空泵(郑州长城科工贸有限公司); UV-1700分光光度计(日本岛津); FA1004电子天平(上海天平仪器厂); KQ-600DB型超声波清洗器(昆山超声仪器有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 树脂预处理

将市售树脂用95%乙醇浸泡24h, 充分溶胀后用蒸馏水洗至无醇, 然后用5% HCl溶液浸泡12h, 用蒸馏水洗至中性; 最后用5% NaOH溶液浸泡12h, 再用蒸馏水洗至中性, 备用^[11]。

1.2.2 苦荞总黄酮含量的测定

总黄酮含量采用 NaNO_2 - $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 比色法测定^[17]。

1.2.3 标准曲线的绘制

称取干燥至恒重的芦丁标准品0.0501g, 精确至0.001g, 超声辅助条件下用水溶解, 定容至250mL, 分别取上述芦丁标准液0、1、3、5、7、9、11mL于7只50mL容量瓶中, 加入5% NaNO_2 溶液1.5mL, 溶解放置6min, 加入10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶液1.5mL, 6min后, 加入4% NaOH溶液10mL, 用水定容, 摇匀, 10min后, 于510nm处测吸光度A, 以试剂空白为参比, 用最小二乘法线性回归, 得芦丁含量Y(mg/mL)与溶液吸光度A间的回归方程为: $Y = 0.1014A + 0.0002$; $R^2 = 0.9999$ 。

1.2.4 吸附液的制备

称取一定量的苦荞黄酮粗提物置于三角瓶中, 在超声波辅助条件下用水溶解, 抽滤, 清液备用。

1.2.5 吸附液、解吸液中总黄酮含量的测定

按照1.2.3方法测定吸光度A, 由回归方程求得待测液苦荞黄酮浓度。

1.2.6 DM-2树脂对苦荞黄酮吸附率的测定

树脂的吸附率是评价树脂吸附性能的重要参数。其测定方法为: 取一定量预处理好的DM-2树脂湿法装柱, 量取一定量的苦荞黄酮吸附液, 在不同的条件下通过层析柱, 再吸附一次, 由式(1)计算吸附率:

$$B = (C_0 - C_r) / C_0 \times 100\% \quad (1)$$

式中 B——吸附率, %; C_0 ——起始浓度, mg/mL; C_r ——过柱液中黄酮含量, mg/mL。

1.2.7 DM-2树脂对苦荞黄酮解吸率的测定

大孔吸附树脂在一定条件下进行动态吸附, 待树脂吸附饱和后, 选取一定的洗脱剂, 调节不同的工艺条件对其进行洗脱, 黄酮解吸率由式(2)计算:

$$D = (V_r \times C_r) / (V_0 \times C_0 \times B) \times 100\% \quad (2)$$

式中 D——解吸率, %; B——吸附率, %; C_r ——解吸后溶液浓度, mg/mL; V_0 ——吸附液体积, mL; C_0 ——吸附液起始浓度, mg/mL; V_r ——解吸液体积, mL。

1.2.8 试验设计与数据处理方法

采用统计软件Design Expert中响应曲面方法的Box-Behnken模型, 以吸附速率、pH值、上样液浓度3个因子为吸附操作中的自变量, 以吸附率为应变量, 各因素取值范围确定为1~3 mL/min、2~4和1~3 mg/mL; 因素水平编码见表1。

表1 吸附试验自变量因素编码及水平

Table 1 Code and level of factors chosen for the adsorption experiment

| 因素 | 自变量编码值 (x_i) 及水平 | | |
|--|----------------------|---|----|
| | -1 | 0 | +1 |
| 吸附速率 $X_1 / \text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ | 1 | 2 | 3 |
| pH值 X_2 | 2 | 3 | 4 |
| 上样液浓度 $X_3 / \text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ | 1 | 2 | 3 |

注: $x_1 = (X_1 - 2) / 1$; $x_2 = (X_2 - 3) / 1$; $x_3 = (X_3 - 2) / 1$ 。

以乙醇浓度、pH值、解吸速率3个因子为解吸操作中的自变量, 分别以 X_1 、 X_2 、 X_3 表示, 并根据前期单因素试验结果, 解吸操作中各因素取值范围确定为20%~80%、6~10和1~5 mL/min; 因素水平编码见表2。

表2 解吸试验自变量因素编码及水平

Table 2 Code and level of factors chosen for the desorption experiment

| 因素 | 自变量编码值 (x_i) 及水平 | | |
|--|----------------------|----|----|
| | -1 | 0 | +1 |
| 乙醇浓度 $X_1 / \%$ | 20 | 50 | 80 |
| pH值 X_2 | 6 | 8 | 10 |
| 解吸速率 $X_3 / \text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ | 1 | 3 | 5 |

注: $x_1 = (X_1 - 50) / 30$; $x_2 = (X_2 - 8) / 2$; $x_3 = (X_3 - 3) / 2$ 。

2 结果与分析

2.1 树脂法精制苦荞黄酮吸附工艺参数优化及回归方程的建立

采用Design Expert进行试验设计以及数据分析, 试验值和预测值见表3。对表3试验数据进行多元回归拟合, 得到树脂法精制苦荞黄酮吸附率对自变量吸附速率、pH值、上样液浓度的二次多项回归模型方程(3)。

$$Y = 95.08 - 1.18x_1 - 4.12x_2 + 0.86x_3 - 0.93x_1x_2 - 0.05x_1x_3 - 0.53x_2x_3 + 0.34x_1^2 - 1.79x_2^2 + 0.26x_3^2 \quad (3)$$

对该模型进行方差分析, 结果见表4。由表4可以看出, 模型 $F = 33.87 > (F_{0.01}(9, 4) = 14.66)$, 模型 $p < 0.0001$, 表明建立的回归模型极其显著。能够较好地拟合吸附速率、pH 值、上样液浓度对苦荞黄酮吸附率的影响情况。

表3 吸附试验设计与结果

Table 3 Design and results of the adsorption experiment

| 序号 | 自变量 | | | 吸附率 Y | |
|----|-------|-------|-------|---------|-------|
| | x_1 | x_2 | x_3 | 试验值/% | 预测值/% |
| 1 | -1 | -1 | 0 | 98.09 | 98.06 |
| 2 | -1 | 0 | 1 | 98.07 | 97.85 |
| 3 | 1 | -1 | 0 | 97.04 | 97.27 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 94.86 | 95.02 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 94.82 | 95.02 |
| 6 | 0 | -1 | 1 | 98.67 | 98.92 |
| 7 | 1 | 0 | 1 | 97.04 | 96.56 |
| 8 | 0 | 1 | -1 | 89.49 | 89.24 |
| 9 | 0 | -1 | -1 | 97.04 | 96.59 |
| 10 | 1 | 0 | -1 | 93.38 | 93.60 |
| 11 | 1 | 1 | 0 | 87.31 | 87.34 |
| 12 | -1 | 0 | -1 | 97.11 | 97.59 |
| 13 | 0 | 0 | 0 | 95.31 | 95.08 |
| 14 | 0 | 0 | 0 | 94.95 | 95.02 |
| 15 | -1 | 1 | 0 | 92.07 | 91.84 |
| 16 | 0 | 1 | 1 | 89.69 | 90.14 |
| 17 | 0 | 0 | 0 | 95.15 | 95.02 |

表4 吸附试验回归模型方差分析

Table 4 Analysis of variance of regression equation for the adsorption experiment

| 方差来源 | 自由度 | 平方和 | 均方 | F 值 | p 值 |
|------|-----|--------|-------|-------|------------|
| 模型 | 9 | 171.47 | 19.05 | 33.87 | < 0.0001 |
| 残差 | 7 | 3.94 | 0.56 | | |
| 总和 | 16 | 175.41 | | | |

复相关系数= 0.9685, 校正决定系数= 0.9280

由表4可知, 模型的校正决定系数为0.9280, 说明该模型能解释92.80% 响应值的变化, 仅有总变异的7.2% 不能用此模型来解释; 复相关系数为0.9685, 说明该模型拟合程度良好, 试验误差小, 可以用此模型对树脂法精制苦荞黄酮吸附工艺进行分析和预测。

由回归方程系数显著性检验可知(表5), 模型中一次项吸附速率 x_1 、pH 值 x_2 、上样液浓度 x_3 、二次项 x_2^2 以及交互项 x_1x_2 对 Y 有显著或极显著影响, 其余项的影响均不显著($p > 0.05$)。其中, 吸附速率、pH 值、上样液浓度对吸附操作影响的显著性顺序为: pH 值 > 吸附速

率 > 上样液浓度。优化回归模型为

$$Y = 95.08 - 1.18x_1 - 4.12x_2 + 0.86x_3 - 0.93x_1x_2 - 1.79x_2^2 \quad (4)$$

由表5分析可知, x_1 与 x_2 之间交互作用显著, x_2 与 x_3 、 x_1 与 x_3 之间交互作用不显著, x_1 、 x_2 的交互作用对响应值的影响如图1所示。该曲面为固定上样液浓度 $x_3 = 2 \text{ mg/mL}$ 情况下, 不同吸附速率和pH 值水平对吸附率的影响情况。从图1可以看出, pH 值不变, 吸附速率在1~3 mL/m in 范围内变化时, 随着吸附速率的增大, 树脂对苦荞黄酮的吸附率即响应值 Y 随之减小, 但变化梯度较小, 几乎处于稳定状态; 当吸附速率不变时, 随着pH 值的增大, 响应值 Y 随之急剧减小。试验结果与前期单因素试验结果(数据未显示)一致。

表5 吸附试验回归模型系数显著性检验

Table 5 Test of significance of regression coefficient for the adsorption experiment

| 系数项 | 自由度 | 系数估计值 | 标准误差 | t 值 | p 值 |
|----------|-----|-------|------|--------|------------|
| 截距 | 1 | 95.08 | 0.34 | | |
| x_1 | 1 | -1.18 | 0.27 | -4.45 | 0.0030 |
| x_2 | 1 | -4.12 | 0.27 | -15.55 | < 0.0001 |
| x_3 | 1 | 0.86 | 0.27 | 3.24 | 0.0143 |
| x_1^2 | 1 | 0.34 | 0.37 | 0.93 | 0.3852 |
| x_2^2 | 1 | -1.79 | 0.37 | -4.89 | 0.0018 |
| x_3^2 | 1 | 0.26 | 0.37 | 0.71 | 0.5023 |
| x_1x_2 | 1 | -0.93 | 0.38 | -2.47 | 0.0426 |
| x_1x_3 | 1 | -0.05 | 0.38 | -0.13 | 0.8977 |
| x_2x_3 | 1 | -0.53 | 0.38 | -1.42 | 0.1986 |

利用Design Expert 软件, 对模型方程(3)解逆矩阵, 求得树脂对苦荞黄酮吸附率的最大预测值为99.10%, 此时吸附速率= 2 mL/m in, pH 值= 2, 上样液浓度= 2 mg/mL, 在此条件下作验证试验, 所得树脂对苦荞黄酮吸附率的试验值为97.31%, 相对误差为1.81%, 说明吸附工艺的回归模型是合适有效的。

2.2 树脂法精制苦荞黄酮解吸工艺参数优化及回归方程的建立

采用Design Expert 进行试验设计以及数据分析, 试验值和预测值见表6。对表6 试验数据进行多元回归拟合, 得到树脂法精制苦荞黄酮解吸率对自变量吸附速率、pH 值、上样液浓度的二次多项回归模型方程(5)

$$Y = 69.16 + 30.01x_1 + 3.07x_2 - 5.75x_3 + 1.18x_1x_2 + 2.98x_1x_3 - 0.48x_2x_3 - 19.58x_1^2 - 5.76x_2^2 + 10.88x_3^2 \quad (5)$$

对该模型进行方差分析, 结果见表7。由表7可以看出, 模型 $F = 103.57 > (F_{0.01}(9, 4) = 14.66)$, 模型 $p < 0.0001$, 表明建立的回归模型极其显著。

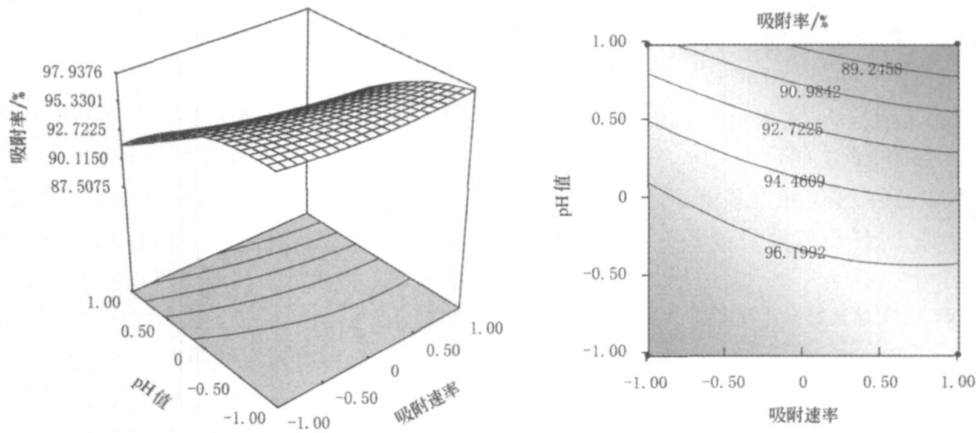


图1 吸附速率 x_1 、pH 值 x_2 及其交互作用对吸附率影响的响应面和等高线
 Fig. 1 Response surface and contour line of the effect of adsorption velocity (x_1), pH value (x_2) and their interaction on adsorption rate

表6 解吸试验设计与结果

Table 6 Design and results of the desorption experiment

| 序号 | 自变量 | | | 解吸率 Y | |
|----|-------|-------|-------|---------|-------|
| | x_1 | x_2 | x_3 | 试验值/% | 预测值/% |
| 1 | -1 | -1 | 0 | 14.52 | 11.91 |
| 2 | -1 | 0 | 1 | 18.95 | 21.71 |
| 3 | 1 | -1 | 0 | 66.21 | 69.57 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 69.00 | 69.16 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 68.92 | 69.16 |
| 6 | 0 | -1 | 1 | 66.08 | 65.93 |
| 7 | 1 | 0 | 1 | 90.92 | 87.71 |
| 8 | 0 | 1 | -1 | 83.43 | 83.58 |
| 9 | 0 | -1 | -1 | 77.08 | 76.48 |
| 10 | 1 | 0 | -1 | 96.00 | 93.24 |
| 11 | 1 | 1 | 0 | 75.47 | 78.08 |
| 12 | -1 | 0 | -1 | 35.97 | 39.18 |
| 13 | 0 | 0 | 0 | 68.90 | 69.16 |
| 14 | 0 | 0 | 0 | 69.73 | 69.16 |
| 15 | -1 | 1 | 0 | 19.06 | 15.70 |
| 16 | 0 | 1 | 1 | 70.52 | 71.12 |
| 17 | 0 | 0 | 0 | 69.26 | 69.16 |

表7 解吸试验回归模型方差分析

Table 7 Analysis of variance of regression equation for the desorption experiment

| 方差来源 | 自由度 | 平方和 | 均方 | F 值 | p 值 |
|------|-----|---------|---------|--------|----------|
| 模型 | 9 | 9777.87 | 1086.43 | 103.57 | < 0.0001 |
| 残差 | 7 | 73.43 | 10.49 | | |
| 总和 | 16 | 9851.30 | | | |

复相关系数= 0.9925, 校正决定系数= 0.9830

由表7可知,模型的校正决定系数为0.9830,说明该模型能解释98.30%响应值的变化,仅有总变异的1.7%不能用此模型来解释;复相关系数为0.9925,说明该模型拟合程度良好,试验误差小,可以用此模型对树

脂法精制苦荞黄酮解吸工艺进行分析和预测。

由回归方程系数显著性检验(表8)可知,模型中一次项乙醇浓度 x_1 、解吸速率 x_3 、pH 值 x_2 、二次项 x_1^2 、 x_2^2 、 x_3^2 对 Y 有显著或极显著影响,交互项 x_1x_2 、 x_1x_3 、 x_2x_3 均不显著($p > 0.05$)。其中,乙醇浓度、pH 值、解吸速率对解吸操作影响的显著性顺序为:乙醇浓度 > 解吸速率 > pH 值。优化回归模型为

$$Y = 69.16 + 30.01x_1 + 3.07x_2 - 5.75x_3 - 19.58x_1^2 - 5.76x_2^2 + 10.88x_3^2 \quad (6)$$

利用Design Expert 软件,对模型方程(5)解逆矩阵,求得树脂对苦荞黄酮吸附率的最大预测值为95.95%,此时乙醇浓度=71.05%,pH 值=8.76,解吸速率=1 mL/min,在实际试验中,取最佳条件的近似值乙醇浓度=70%,pH 值=8.70,解吸速率=1 mL/min 作验证试验,试验值为97.46%,与预测值相比,相对误差仅为1.58%,说明该回归模型所优化出的工艺参数是合适有效的。

表8 解吸试验回归模型系数显著性检验

Table 8 Test of significance of regression coefficient for the desorption experiment

| 系数项 | 自由度 | 系数估计值 | 标准误差 | t 值 | p 值 |
|----------|-----|--------|------|--------|----------|
| 截距 | 1 | 69.16 | 1.45 | | |
| x_1 | 1 | 30.01 | 1.15 | 26.21 | < 0.0001 |
| x_2 | 1 | 3.07 | 1.15 | 2.68 | 0.0313 |
| x_3 | 1 | -5.75 | 1.15 | -5.02 | 0.0015 |
| x_1^2 | 1 | -19.58 | 1.58 | -12.41 | < 0.0001 |
| x_2^2 | 1 | -5.76 | 1.58 | -3.65 | 0.0082 |
| x_3^2 | 1 | 10.88 | 1.58 | 6.89 | 0.0002 |
| x_1x_2 | 1 | 1.18 | 1.62 | 0.73 | 0.4899 |
| x_1x_3 | 1 | 2.99 | 1.62 | 1.84 | 0.1078 |
| x_2x_3 | 1 | -0.48 | 1.62 | -0.29 | 0.7767 |

3 结 论

本研究利用试验设计软件 Design expert, 通过 RSM 建立了树脂法精制苦荞总黄酮吸附、解吸工艺条件的二次多项数学模型, 同时利用模型的响应面及其等高线对影响精制工艺的关键因子及其对响应值有显著或极显著影响的交互作用进行了分析。试验结果表明:

1) 吸附速率、pH 值、上样液浓度对吸附操作影响的显著性顺序为: pH 值 > 吸附速率 > 上样液浓度; 乙醇浓度、pH 值、解吸速率对解吸操作影响的显著性顺序为: 乙醇浓度 > 解吸速率 > pH 值。

2) 优化出吸附与解吸的最佳工艺条件分别为: 吸附最佳条件: 吸附速率 = 2 mL/m in, pH 值 = 2, 上样液浓度 = 2 mg/mL。解吸最佳条件: 乙醇浓度 = 71.05%, pH 值 = 8.76, 解吸速率 = 1 mL/m in。

[参 考 文 献]

- [1] 王 敏, 魏益民, 高锦明 反相高效液相色谱法测定苦荞中的芦丁和槲皮素[J]. 中国食品学报, 2005, 5(3): 113- 117.
- [2] Steadman K J, Burgoon M S, Lewis B A, et al Obendorf Minerals, phytic acid, tannin and rutin in buckwheat seed milling fractions [J]. J Sci Food and Agriculture, 2001, 81: 1094- 1100
- [3] 杨政水 苦荞麦的功能特性及其开发利用[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(1): 100- 103
- [4] 王 敏, 魏益民, 高锦明 苦荞黄酮的抗脂质过氧化和红细胞保护作用研究[J]. 中国食品学报, 2006, (1): 87- 94
- [5] 林汝发, 王 瑞, 周运宇 苦荞提取物的毒理学安全性[J]. 华北农学报, 2001, 16(1): 116- 120
- [6] 徐嘉生, 张太生, 郭玉刚 研究利用苦荞麦的保健功能[J]. 中国食品, 2000, (6): 38- 39
- [7] 陈志奇 加强“五谷之王”——苦荞麦的开发与利用[J]. 四川粮油科技, 1998, (1): 23- 24
- [8] 王 敏, 高锦明, 王 军, 等 苦荞茎叶粉中总黄酮酶法提取工艺研究[J]. 中草药, 2006, 37(11): 1645- 1648
- [9] 牛立新, 李章念, 等 超声波提取卷丹鳞茎中总黄酮研究[J]. 中药材, 2007, 30(1): 85- 88
- [10] 徐国良, 肖兵华, 邹胡斌, 等 大孔吸附树脂分离醇节风中总黄酮的研究[J]. 中草药, 2006, 37(7): 1044- 1047.
- [11] 董娟娥, 梁宗锁, 张康健, 等 大孔吸附树脂一次性分离杜仲叶中杜仲总苷和杜仲黄酮的研究[J]. 农业工程学报, 2006, 22(7): 154- 158
- [12] 陈 莉, 屠 康, 王 海, 等 采用响应曲面法对采后红富士苹果热处理条件的优化[J]. 农业工程学报, 2006, 22(2): 159- 163
- [13] 高 珑, 王允祥, 江汉湖 超高压杀菌条件的响应曲面法优化研究[J]. 中国农业科学, 2004, 37(10): 1544- 1549
- [14] 曾庆梅, 潘 见, 谢慧明, 等 超高压灭活枯草芽孢杆菌(A S 1.140)的参数优化[J]. 农业工程学报, 2005, 21(4): 158- 162
- [15] 王允祥, 吕凤霞, 陆兆新 杯伞发酵培养基的响应曲面法优化研究[J]. 南京农业大学学报, 2004, 27(3): 89- 94
- [16] 于智峰, 王 敏, 金 颖 大孔吸附树脂对苦荞黄酮吸附分离特性研究[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(11): 1- 5
- [17] 肖诗明, 张 忠, 李 勇, 等 苦荞麦皮粉中黄酮的提取工艺条件研究[J]. 食品科技, 2005, (1): 88- 90

Optimization of purifying technology of tartary buckwheat total flavonoids with macroporous resin

Yu Zhifeng, Wang Min, Zhang Jiafeng

(College of Food Science and Engineering, Northwest Agriculture and Forestry University, Yangling 712100, China)

Abstract: In order to study the purifying technology of tartary buckwheat total flavonoids with DM-2 macroporous resin, the adsorption rates, desorption rates of macroporous resin were selected as monitoring parameters for separating efficiency. Response surface methodology (RSM) was employed in the study and a mathematical regression model for purification of tartary buckwheat total flavonoids with the macroporous resin was built. The technological parameters of the purifying process of tartary buckwheat total flavonoids with the macroporous resin were optimized. Results show that the optimal absorption parameters are adsorption velocity 2.0 mL/m in, pH 2, solution concentration 2 mg/mL and the optimal desorption parameters are 71.05% ethanol as eluting solvent, pH 8.76, the desorption velocity 1 mL/m in. This method is simple and feasible with good effect of purification, which can meet industrial requirements.

Key words: response surface methodology (RSM); tartary buckwheat total flavonoids; macroporous resin; adsorption; desorption