

基于 PLSR 分析氨基酸对市售卷烟感官品质的影响

Study on influence of amino acids commercial cigarette sensory quality by Partial Least Square Regression

赵娟¹ 沈宁¹ 于静洋¹ 夏书芹¹ 蔡继宝²

ZHAO Juan¹ SHEN Ning¹ YU Jing-yang¹ XIA Shu-qin¹ CAI Ji-bao²

罗娟敏² 徐达² 张晓鸣¹ 苏加坤²

LUO Juan-min² XU Da² ZHANG Xiao-ming¹ SU Jia-kun²

(1. 江南大学食品学院, 江苏 无锡 214122; 2. 江西中烟工业有限责任公司, 江西 南昌 330096)

(1. School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China;

2. Tobacco Jiangxi Industrial Co., Ltd., Nanchang, Jiangxi 330096, China)

摘要:对 10 种市售成品卷烟进行游离氨基酸、总氨基酸含量检测以及感官评吸,采用 PLSR 方法进行相关性分析发现:游离氨基酸与大部分品质特征指标呈负相关,其中天冬氨酸、组氨酸和苏氨酸对舒适感特性各指标的影响最大,谷氨酸和苯丙氨酸次之;苏氨酸对烟气特性各指标的影响最大,谷氨酸和组氨酸次之。说明适量降低烟草中游离氨基酸的含量可以提高卷烟感官品质。总氨基酸对成品卷烟感官品质的影响不如游离氨基酸明显。

关键词:烟草;感官品质;游离氨基酸;总氨基酸;PLSR

Abstract:The Partial Least Square Regression (PLSR) analysis was used to study the specific influence of free and hydrolyzed amino acids contents on sensory quality of 10 different kinds of commercial tobacco. The results showed that there were negative correlation between free amino acids and most of sensory quality. Asp, his and thr of the free amino acids have the most significant influence on comfort characteristics. Thr, glu and his of the free amino acids have the most significant influence on smoke characteristics. It indicates that the lower tobacco free amino acids contents, the higher sensory quality. Hydrolyzed amino acids have less influence on sensory quality of cigarettes than free amino acids.

Keywords:cigarettes; sensory quality; hydrolyzed amino acids; free amino acids; PLSR

氨基酸是烟草中主要的化合物之一,它们与烟草的品质关系很大^[1]。氨基酸在卷烟香味中的作用比较复杂,一般认为,氨基酸直接燃烧生成烧焦羽毛的气味,对烟质不利,多种氨基酸裂解产生刺激有害成分。通过美拉德反应、脱氨等途径,氨基酸可以转化成对烟质有利的成分。从调制、醇化、加料、储存直至燃吸,氨基酸与还原糖之间发生持续的美拉德反应,生成具有甜味、烤香、爆米花香、坚果香、奶酪香等特征香味的化合物,对烟叶和卷烟抽吸质量具有十分重要的意义。

偏最小二乘回归分析(PLSR)是一种新型多元统计分析方法,主要应用于建立多因变量间的统计关系^[2]。它集多元线性回归分析、典型相关分析和主成分分析的基本功能于一体,可以较好地解决普通多元线性回归面临的诸多问题,如自变量之间的多重相关性等^[3]。PLSR 近年来广泛应用于化工、化学^[4]等领域,在食品科学领域也取得了较好效果^[5-8]。

近年来,国内外关于烟草中氨基酸的定量分析已有较多报道^[9-10],关于氨基酸在烟草制丝过程中的变化也有较多研究^[11-12],但有关氨基酸对成品卷烟感官品质的影响尚未见诸于报道。本研究拟对中国 10 种市售成品卷烟进行感官评吸,并对游离氨基酸和总氨基酸进行定量分析,然后采用 PLSR 对成品卷烟氨基酸含量和感官品质特征数据进行相关性及显著性影响分析。通过 PLSR 分析,以期探索卷烟氨基酸与感官质量的相关关系,发现影响卷烟风格特征的关键影响因素或组合,系统揭示氨基酸对卷烟感官品质影响的相关规律,为新品卷烟设计开发提供理论支撑。

1 材料与amp;方法

1.1 试验材料

10 种成品卷烟:市售,江西中烟工业有限责任公司。

基金项目:江西中烟工业有限责任公司技术创新项目(编号:赣烟工科计 2013-05)

作者简介:赵娟(1991—),女,江南大学在读硕士研究生。

E-mail:jooneyz@163.com

通讯作者:张晓鸣,苏加坤

收稿日期:2015-08-23

1.2 试验方法

1.2.1 卷烟感官评吸 采用香味轮廓分析法评吸样品,并记录结果。感官品质特征分为舒适感特性(口腔刺激/舌部灼烧、口腔残留/干燥感、收敛、喉部刺激、喉部干燥、鼻腔刺激)和烟气特性(香气、丰富性、细腻/柔和/圆润、杂气、烟气浓度、劲头)两部分,共12个指标,评分标准参考文献[2]。评吸由11名省级以上卷烟感官评吸专家完成,以0.5分为单位增量,采用10分制打分,最后结果取平均值,保留两位小数。

1.2.2 游离氨基酸的测定

(1) 样品含水率的测定:参考文献[13]。

(2) 样品前处理:称取约1g试样于100mL磨口三角瓶中,精确至0.0001g。准确加入TCA(5%)溶液25mL,室温下超声萃取20min。静置3h后,超声萃取20min,定量滤纸过滤,离心(1000r/min,10min),取上清液进样分析。

(3) HPLC分析条件:液相:Agilent 1100;色谱柱:ODS Hypersil C₁₈(250mm×4.6mm,填料粒度5μm);流速1.0mL/min;紫外检测波长:328nm,262nm(Pro);流动相A:20mmol醋酸钠液;流动相B:20mmol醋酸钠液:甲醇:乙腈体积比为1:2:2。洗脱梯度:0.0~27.5min,92%A,8%B,流速1mL/min;27.5~31.5min,40%A,60%B,流速1mL/min;31.5~34.0min,100%B,流速1.5mL/min;34.0~35.5min,12%A,88%B,流速1mL/min。

1.2.3 总氨基酸的测定

(1) 样品含水率的测定:参考文献[13]。

(2) 样品处理:精确称取一定量试样置于水解管中,加入6mol/L的HCl溶液,真空封口,在110℃下水解24h,冷却后定容、过滤、蒸干,取滤液1mL于小烧杯中,真空干燥后加入0.02mol/L HCl溶液1mL,在空气中放置30min后按照游离氨基酸的色谱条件测定氨基酸含量。

1.2.4 数据分析 采用偏最小二乘回归(PLSR)方法对卷烟烟丝游离氨基酸含量和感官数据进行相关性分析及显著性影响分析。

2 结果与讨论

2.1 成品卷烟的感官评吸分析

采用香味轮廓分析法对卷烟样品进行感官评价,通过主成分分析(PCA)对10种市售品牌卷烟的感官品质进行定位分析。PCA分析能够反映样品之间、样品与感官特性之间、以及感官特性之间的关联性。对10种市售品牌卷烟的舒适感特性及烟气特性得分分别进行PCA分析,结果见图1。

由图1(a)可知,3号和4号卷烟样品位于最左边,2号、9号和10号靠近中间位置,1号、5~8号靠近右侧;舒适感特性指标均处于右侧,可知越往右侧,舒适感特性越突出,品质越好。1号、5~8号这5种卷烟样品的舒适感特性最为接近,品质也最好。3号与4号相似,品质特征较差。卷烟舒适感特性指标较集中,表明不同指标之间协同作用突出,相关联

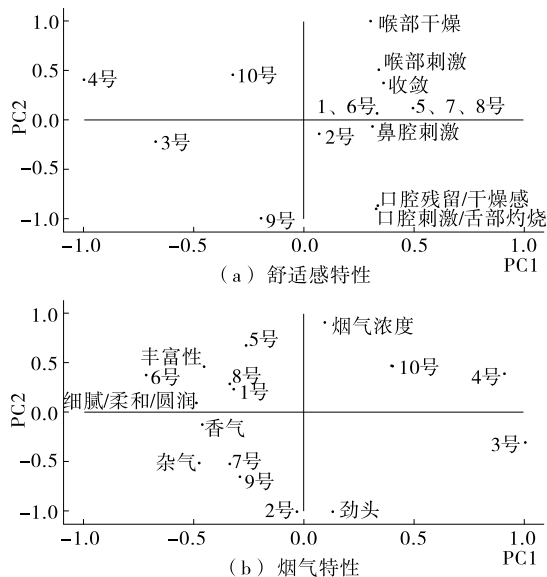


图1 舒适感特性及烟气特性得分载荷图

Figure 1 Loadings Bi Plot of comfort characteristics and smoke characteristics

性强,共同作用对卷烟舒适感产生影响。

图1(b)中除劲头和烟气浓度外,烟气特性指标均处于左侧,与1号、5号、7号、8号更为靠近,说明这4种卷烟样品的烟气品质良好;3号、4号位于载荷图的最右侧,离烟气特性指标最远,说明烟气品质相对较差。

2.2 成品卷烟的氨基酸含量测定

由表1可知,3号、4号样品的大部分游离氨基酸含量都较高,1号及5~8号样品的游离氨基酸含量则相对较低。结合图1,发现游离氨基酸含量高的3号、4号样品在舒适感特性和烟气特性得分载荷图中均与指标相离较远,品质相对较差;而游离氨基酸含量较低的1号及5~8号样品则在舒适感特性和烟气特性得分载荷图中距离指标较近,品质良好。说明游离氨基酸含量与卷烟感官品质具有一定的负相关关系。

由表2可知,3号和10号卷烟样品的大部分总氨基酸含量较高,结合图1可知3号和10号样品在舒适感特性和烟气特性得分载荷图中均与指标相离较远,品质相对较差。其他样品总氨基酸的含量趋势不是十分明显。为了探究氨基酸含量与品质特征的本质关系(变量之间的数量关系),研究它们之间的相关性,采用PLSR方法对游离氨基酸、总氨基酸与品质特征进行相关性分析。

2.3 氨基酸与卷烟品质特征的相关性分析

2.3.1 游离氨基酸与卷烟感官品质的相关性分析

(1) 游离氨基酸与卷烟品质特征指标的相关性分析:采用PLSR对游离氨基酸含量与卷烟感官品质特征数据的相关性进行分析,探究这两种物质与品质特征的相关程度。以游离氨基酸含量为X变量,感官品质特征的12个指标为Y变量做PLSR2分析,结果见图2。

表 1 烟丝中游离氨基酸的含量

Table 1 The contents of free amino acids of 10 kinds of cigarettes

%

样品	Asp	Glu	Ser	His	Gly	Thr	Arg	Ala	Tyr
1 号	0.009 9	0.018 6	0.000 2	0.009 4	0.002 2	0.004 0	0.004 4	0.028 4	0.009 9
2 号	0.016 8	0.021 2	0.000 4	0.014 6	0.001 9	0.005 7	0.005 3	0.045 1	0.016 4
3 号	0.020 1	0.022 9	0.000 6	0.013 9	0.002 6	0.007 6	0.007 0	0.049 4	0.022 4
4 号	0.052 6	0.073 3	0.001 2	0.029 7	0.022 4	0.026 2	0.053 7	0.061 3	0.020 8
5 号	0.014 3	0.023 1	0.000 2	0.012 0	0.001 4	0.004 9	0.004 9	0.035 3	0.012 9
6 号	0.011 9	0.026 0	0.000 2	0.013 0	0.001 4	0.004 9	0.004 6	0.035 9	0.014 4
7 号	0.015 4	0.015 7	0.000 2	0.010 9	0.001 3	0.004 2	0.004 4	0.035 4	0.013 8
8 号	0.017 9	0.023 5	0.000 4	0.014 5	0.005 7	0.007 5	0.008 0	0.044 4	0.019 2
9 号	0.017 7	0.022 3	0.000 4	0.015 1	0.001 9	0.006 2	0.005 4	0.042 9	0.015 9
10 号	0.036 8	0.030 1	0.000 6	0.020 7	0.003 8	0.009 0	0.007 4	0.059 3	0.024 6
样品	Cys-s	Val	Met	Phe	Ile	Leu	Lys	Pro	
1 号	0.000 3	0.005 4	0.000 2	0.012 3	0.001 5	0.001 8	0.001 4	0.256 6	
2 号	0.000 2	0.005 6	0.000 1	0.016 8	0.001 4	0.001 5	0.001 8	0.354 5	
3 号	0.000 4	0.007 8	0.000 3	0.022 8	0.002 1	0.003 1	0.002 4	0.387 8	
4 号	0.000 6	0.035 6	0.005 6	0.037 5	0.029 0	0.049 6	0.047 3	0.240 5	
5 号	0.000 3	0.005 7	0.000 1	0.015 4	0.001 6	0.001 8	0.001 5	0.266 2	
6 号	0.000 2	0.005 7	0.000 0	0.014 8	0.001 4	0.001 6	0.001 4	0.315 7	
7 号	0.000 1	0.006 1	0.000 0	0.017 4	0.001 7	0.001 9	0.001 2	0.288 9	
8 号	0.000 5	0.009 4	0.000 5	0.019 5	0.003 2	0.005 4	0.003 4	0.312 0	
9 号	0.000 0	0.006 0	0.000 2	0.019 0	0.001 6	0.002 0	0.002 2	0.340 3	
10 号	0.000 2	0.008 6	0.000 2	0.026 8	0.002 2	0.003 1	0.003 4	0.409 7	

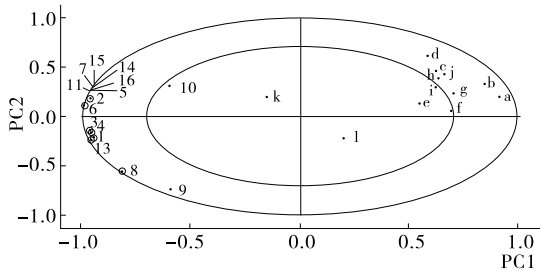
表 2 烟丝中总氨基酸的含量

Table 2 The contents of hydrolyzed amino acids of 10 kinds of cigarettes

%

样品	Asp	Glu	Ser	His	Gly	Thr	Arg	Ala	Tyr
1 号	0.945 5	1.246 2	0.296 3	0.129 4	0.384 3	0.281 7	0.281 5	0.462 1	0.189 0
2 号	1.054 9	1.377 4	0.306 6	0.152 1	0.421 1	0.304 9	0.322 2	0.505 1	0.188 4
3 号	1.106 4	1.474 8	0.305 2	0.147 6	0.412 9	0.298 9	0.315 3	0.491 3	0.195 3
4 号	0.944 2	1.294 6	0.286 4	0.111 8	0.379 4	0.269 6	0.249 4	0.445 5	0.167 7
5 号	1.003 5	1.223 4	0.288 4	0.127 3	0.384 2	0.279 6	0.300 8	0.452 8	0.180 4
6 号	1.036 7	1.291 5	0.290 2	0.139 4	0.403 7	0.283 1	0.303 7	0.468 3	0.184 4
7 号	0.957 6	1.394 2	0.275 6	0.120 6	0.365 7	0.263 0	0.257 7	0.443 2	0.161 8
8 号	1.048 9	1.459 8	0.294 2	0.141 9	0.396 9	0.283 0	0.299 7	0.467 8	0.187 3
9 号	0.994 7	1.260 5	0.288 2	0.138 2	0.379 9	0.277 4	0.307 9	0.456 1	0.170 6
10 号	1.222 9	1.571 9	0.335 0	0.167 1	0.425 4	0.317 8	0.348 4	0.503 7	0.206 1
样品	Cys-s	Val	Met	Phe	Ile	Leu	Lys	Pro	
1 号	0.021 3	0.402 4	0.095 8	0.349 6	0.318 6	0.506 0	0.218 1	0.938 7	
2 号	0.018 9	0.442 1	0.028 0	0.403 6	0.343 6	0.538 1	0.263 5	1.089 8	
3 号	0.016 9	0.433 0	0.032 6	0.406 9	0.335 2	0.515 3	0.250 7	0.974 4	
4 号	0.018 1	0.389 3	0.031 0	0.349 4	0.305 6	0.473 1	0.201 7	0.757 0	
5 号	0.020 1	0.401 4	0.093 6	0.365 3	0.313 7	0.488 1	0.231 3	0.859 9	
6 号	0.019 4	0.410 1	0.080 5	0.370 5	0.322 1	0.494 9	0.242 2	0.857 8	
7 号	0.016 3	0.377 2	0.027 8	0.346 6	0.288 3	0.454 5	0.211 9	1.057 3	
8 号	0.019 8	0.408 8	0.085 4	0.380 9	0.315 5	0.494 0	0.232 8	0.975 2	
9 号	0.020 8	0.398 6	0.032 9	0.367 7	0.309 4	0.480 2	0.249 4	1.153 9	
10 号	0.024 1	0.434 2	0.081 6	0.421 4	0.331 3	0.528 1	0.272 9	1.204 0	

由图2可知,除烟气浓度外,所有的品质特征指标都位



- 1. Asp 2. Glu 3. Ser 4. His 5. Gly 6. Thr 7. Arg 8. Ala
- 9. Tyr 10. Cys-s 11. Val 12. Met 13. Phe 14. Ile 15. Leu
- 16. Lys 17. Pro a. 口腔刺激/舌部灼烧 b. 口腔残留/干燥感
- c. 收敛 d. 喉部刺激 e. 喉部干燥 f. 鼻腔刺激 g. 香气 h. 丰富性
- i. 细腻/柔和/圆润 j. 杂气 k. 烟气浓度 l. 劲头

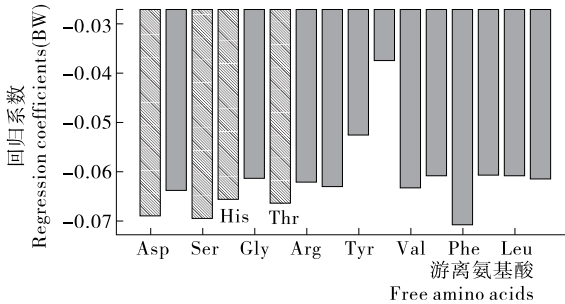
图2 游离氨基酸与品质特征的相关性分析

Figure 2 The correlation loadings plot between the free amino acids and sensory characteristics based on Partial Least Squares Regression(PLSR)

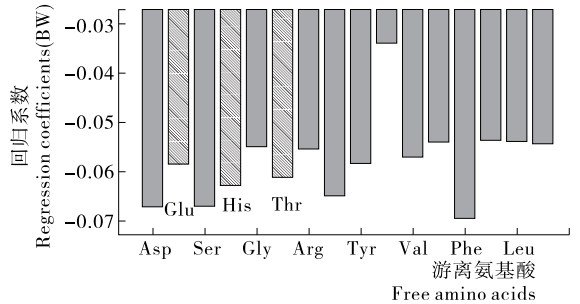
于相关载荷图的右侧,大部分指标分布较为集中,且在50%解释方差外,表明它们能够很好地被PLSR模型所解释;游离氨基酸均位于相关载荷图左侧,其中谷氨酸、苏氨酸、组氨酸、丝氨酸、天冬氨酸、苯丙氨酸及丙氨酸有显著标志(PLSR中自动显示带小圆圈的点),说明游离氨基酸与多数品质特征指标具有较大负相关关系。

(2) 游离氨基酸对卷烟舒适感特性的贡献性分析:为进一步研究游离氨基酸与卷烟品质特征中舒适感特性各个指标的相关程度,将游离氨基酸对舒适感特性的6个指标的影响进行PLSR1分析,见图3。

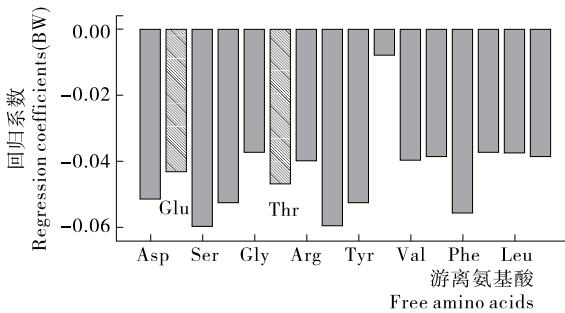
由图3可知,游离氨基酸对除喉部刺激外的其他舒适感特性指标均呈负相关。其中天冬氨酸、丝氨酸、组氨酸、苏氨酸与口腔刺激/舌部灼烧呈显著负相关;谷氨酸、组氨酸、苏氨酸与口腔残留/干燥感呈显著负相关;谷氨酸、苏氨酸与收敛呈显著负相关;天冬氨酸、组氨酸、丙氨酸、苯丙氨酸与喉部刺激呈显著负相关;组氨酸、苏氨酸与喉部干燥呈显著负相关;天冬氨酸、组氨酸、苯丙氨酸与鼻腔刺激呈显著负相关。



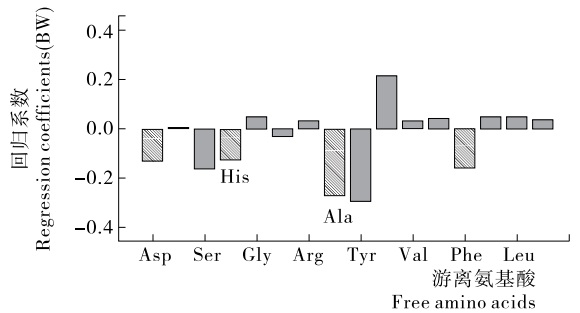
(a) 口腔刺激/舌部灼烧



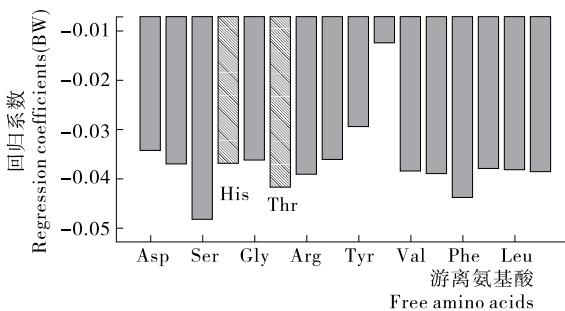
(b) 口腔残留/干燥感



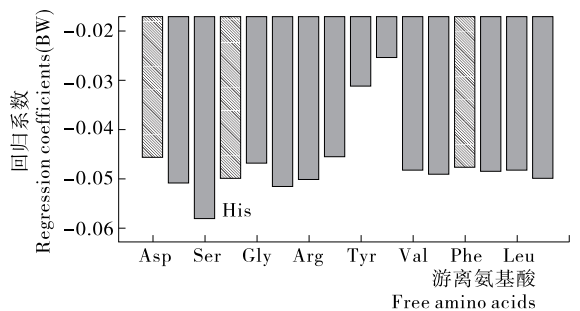
(c) 收敛



(d) 喉部刺激



(e) 喉部干燥



(f) 鼻腔刺激

带斜杠的柱形图表示显著相关

图3 游离氨基酸对舒适感特性各个指标的显著性影响分析

Figure 3 The significance analysis of free amino acids on each index of comfort characteristics

分析发现,游离氨基酸中,天冬氨酸、组氨酸和苏氨酸对舒适感特性各指标的影响最大,谷氨酸和苯丙氨酸其次,丝氨酸和丙氨酸有一定的影响。结合表 1 和图 1(a)可知,3 号、4 号、9 号、10 号卷烟样品的以上几种游离氨基酸含量均较高,但舒适感特性得分较低;1 号及 5~8 号样品的含量相对较低,则舒适感特性得分较高。可能是氨基酸在燃烧过程中生成 NH_3 等含氮化合物,使烟气辛辣、味苦、刺激性强。

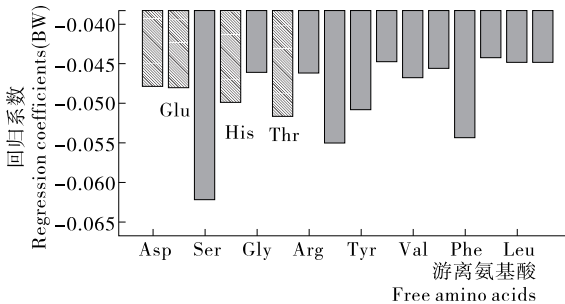
(3) 游离氨基酸对卷烟烟气特性的贡献性分析:游离氨基酸对品质特征中烟气特性的贡献性分析见图 4。由图 4 可知,游离氨基酸对除烟气浓度和劲头外的其他烟气特性指标呈负相关关系。其中天冬氨酸、谷氨酸、组氨酸、苏氨酸与香气呈显著负相关;苏氨酸、半胱氨酸与丰富性呈显著负相关;组氨酸、苏氨酸与细腻/柔和/圆润呈显著负相关;谷氨酸、苏氨酸、缬氨酸与杂气呈显著负相关;苏氨酸与劲头呈显著负相关;所有游离氨基酸与烟气浓度呈正相关。

分析发现,游离氨基酸中,苏氨酸对烟气特性各指标的

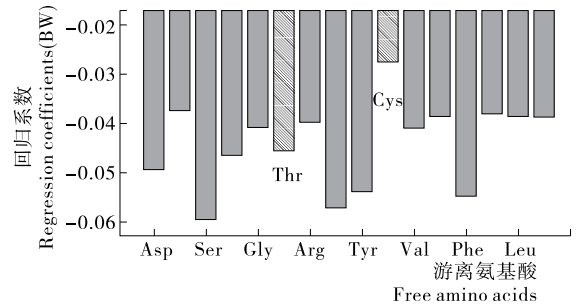
影响最大,谷氨酸和组氨酸其次,半胱氨酸、天冬氨酸和缬氨酸有一定的影响。结合表 1 和图 1(b)可知,3 号、4 号、9 号、10 号卷烟样品的以上几种游离氨基酸含量均较高,但烟气特性得分较低;1 号及 5~8 号样品的含量相对较低,则烟气特性得分较高。可能是氨基酸直接燃烧生成烧焦羽毛的气味,对烟质不利。

2.3.2 总氨基酸与卷烟感官品质的相关性分析

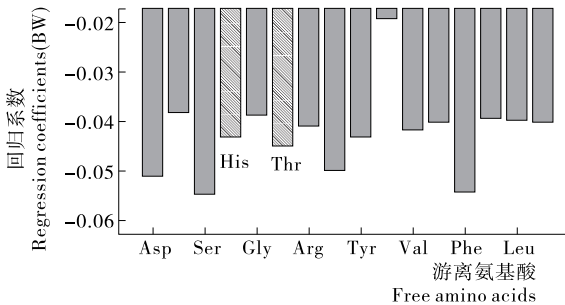
(1) 总氨基酸与卷烟品质特征指标的相关性分析:采用 PLSR 对总氨基酸含量与卷烟感官品质特征数据的相关性进行分析,探究这两种物质与品质特征的相关程度。以总氨基酸含量为 X 变量,感官品质特征的 12 个指标为 Y 变量做 PLSR2 分析,结果见图 5。由图 5 可知,品质特征指标中只有丰富性和劲头位于 50% 的解释方差外,其他指标分布较为集中,且在 50% 解释方差附近。大部分总氨基酸分布在 50% 解释方差外,其中丝氨酸和苏氨酸具有显著标志,表明它们具有相关关系并能够较好地被 PLSR 模型所解释。



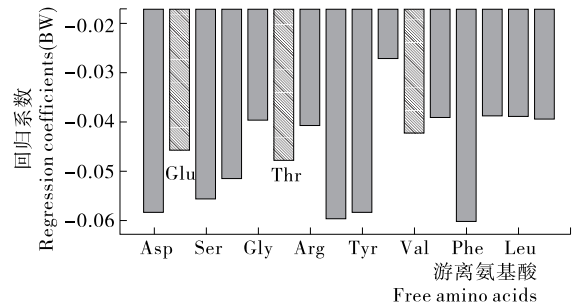
(a) 香气



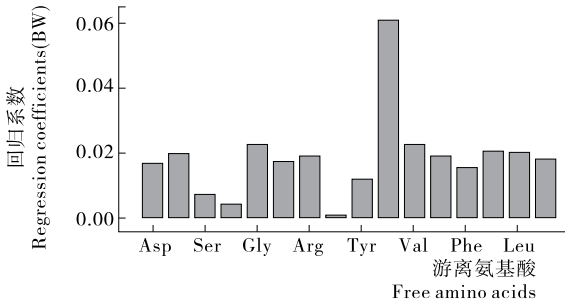
(b) 丰富性



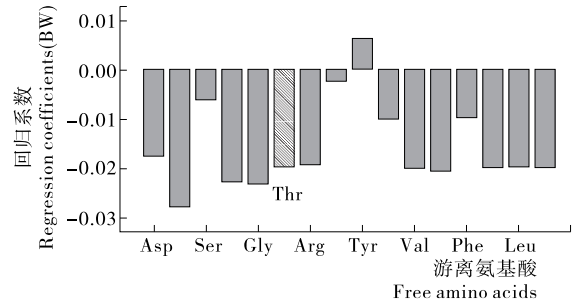
(c) 细腻/柔和/圆润



(d) 杂气



(e) 烟气浓度

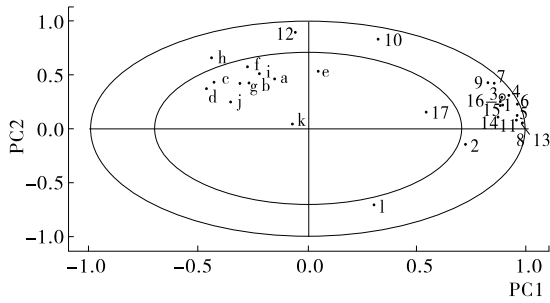


(f) 劲头

带斜杠的柱形图表示显著相关

图 4 游离氨基酸对烟气特性各个指标的显著性影响分析

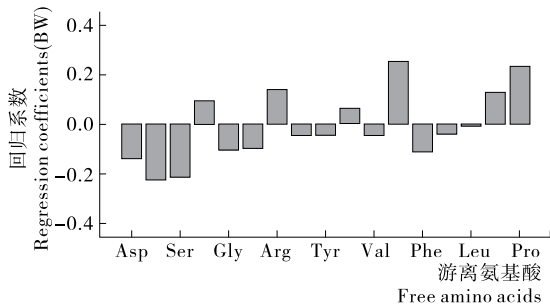
Figure 4 The significance analysis of free amino acids on each index of smoke characteristics



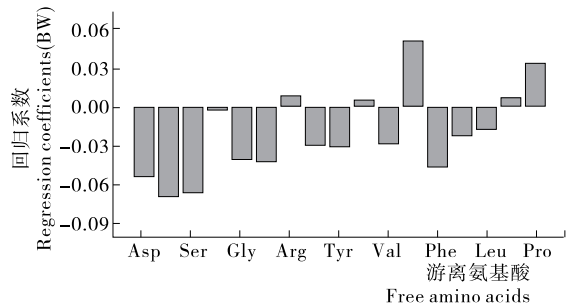
1. Asp 2. Glu 3. Ser 4. His 5. Gly 6. Thr 7. Arg 8. Ala
 9. Tyr 10. Cys-s 11. Val 12. Met 13. Phe 14. Ile 15. Leu
 16. Lys 17. Pro a. 口腔刺激/舌部灼烧 b. 口腔残留/干燥感
 c. 收敛 d. 喉部刺激 e. 喉部干燥 f. 鼻腔刺激 g. 香气
 h. 丰富性 i. 细腻/柔和/圆润 j. 杂气 k. 烟气浓度 l. 劲头

图5 总氨基酸与品质特征的相关性分析

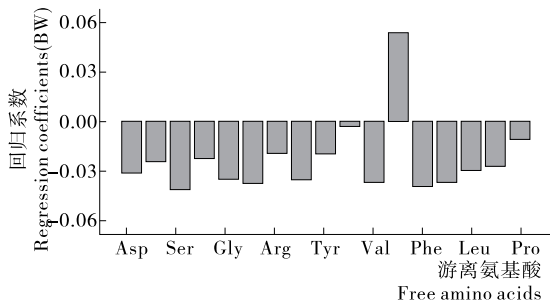
Figure 5 The correlation loadings plot between the hydrolyzed amino acids and sensory characteristics based on Partial Least Squares Regression



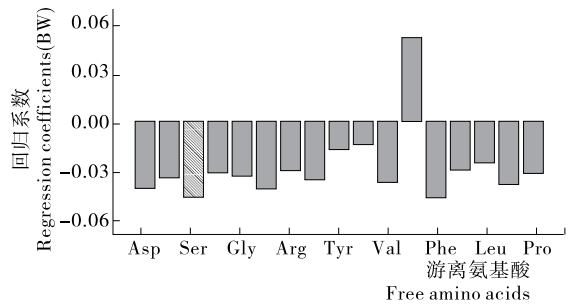
(a) 口腔刺激/舌部灼烧



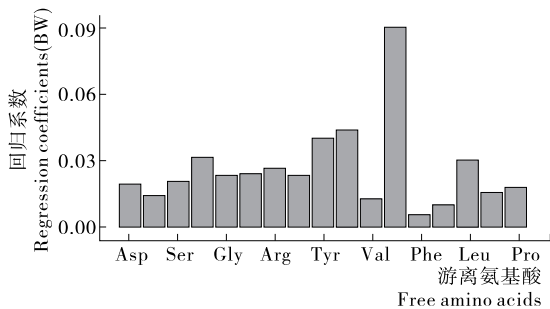
(b) 口腔残留/干燥感



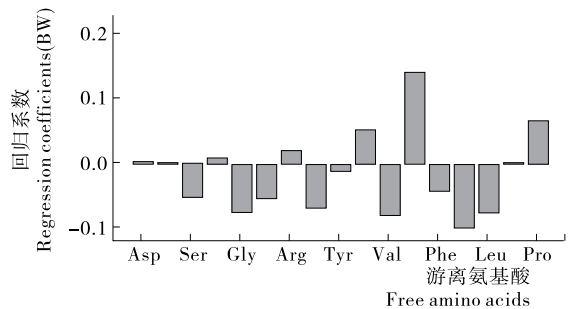
(c) 收敛



(d) 喉部刺激



(e) 喉部干燥



(f) 鼻腔刺激

带斜杠的柱形图表示显著相关

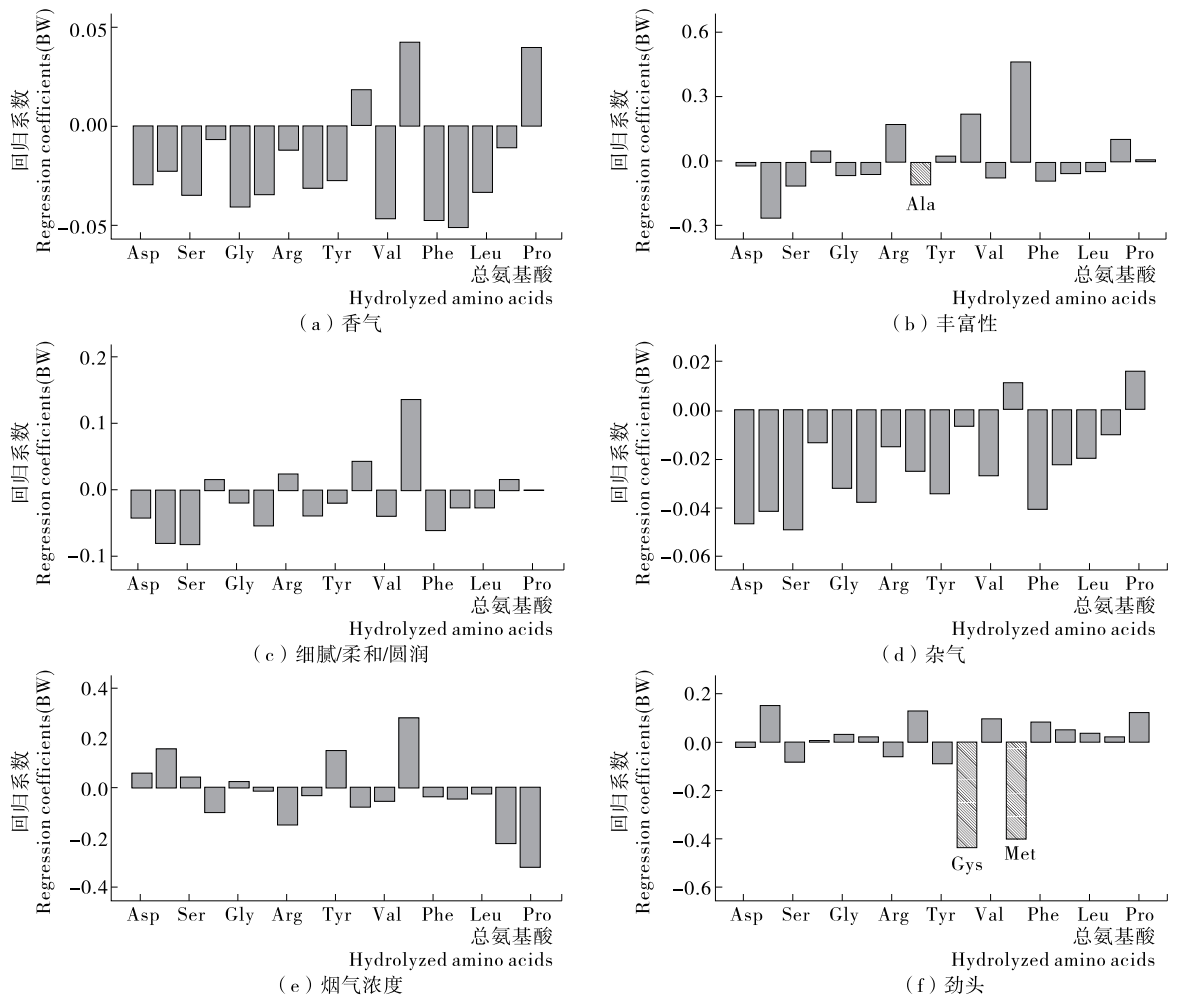
图6 总氨基酸对舒适感特性各个指标的显著性影响分析

Figure 6 The significance analysis of hydrolyzed amino acids on each index of comfort characteristics

(2) 总氨基酸对卷烟舒适感特性的贡献性分析:为进一步研究总氨基酸与卷烟感官品质特征中舒适感特性各指标的相关程度,将总氨基酸对舒适感特性的6个指标的影响进行PLSR1分析,结果见图6。由图6可知,总氨基酸中仅有丝氨酸与喉部刺激呈显著负相关,其他氨基酸对舒适感特性各个指标的影响不明显。

(3) 总氨基酸对品质特征中烟气特性的贡献性分析:总氨基酸对品质特征中烟气特性的贡献性分析见图7。由图7可知,总氨基酸中丙氨酸与丰富性呈显著负相关;半胱氨酸、甲硫氨酸与劲头呈显著负相关;其他氨基酸对烟气特性各个指标的影响不明显。

结合图5~7可以看出,总氨基酸对卷烟感官品质特征的影响没有游离氨基酸明显,可能是除游离氨基酸外,其他氨基酸与单糖缩合形成氨基糖类,以结合态存在于烟草中。而总氨基酸的测定原理是将总氨基酸水解后形成游离氨基酸并测定含量,因此总氨基酸对感官品质的影响不如游离氨基酸明显。



带斜杠的柱形图表示显著相关

图 7 总氨基酸对烟气特性各个指标的显著性影响分析

Figure 7 The significance analysis of hydrolyzed amino acids on each index of smoke characteristics

3 结论

本研究通过 PLSR 方法发现了氨基酸对市售成品卷烟感官品质影响的相关规律,结果表明:总氨基酸对卷烟感官品质的影响不明显,仅有丝氨酸、丙氨酸、半胱氨酸、甲硫氨酸对个别品质特征指标呈显著负相关。游离氨基酸对除喉部刺激外的其他舒适感特性指标,以及对除烟气浓度、劲头外的其他烟气特性指标均呈负相关。其中天冬氨酸、组氨酸、苏氨酸、谷氨酸、苯丙氨酸、丝氨酸、半胱氨酸、缬氨酸和丙氨酸与品质特征呈显著负相关。说明氨基酸不利于卷烟的感官品质,在卷烟的品质改善研究中,可以通过美拉德反应等技术降低卷烟中氨基酸的含量,达到卷烟提质的目的。

参考文献

- [1] 金闻博, 戴亚. 烟草化学[M]. 北京: 清华大学出版社, 1994: 22.
- [2] 苏加坤, 罗娟敏, 徐达, 等. 基于 PLSR 分析蛋白质与淀粉对市售卷烟感官品质的影响[J]. 食品与机械, 2015, 31(5): 16-20.
- [3] 成忠. PLSR 用于化学化工建模的几个关键问题的研究[D]. 浙江: 浙江大学, 2005: 9.

- [4] Song Shi-qing, Khizar Hayat, Jia Cheng-sheng, et al. Correlating chemical parameters of controlled oxidation tallow to gas chromatography-mass spectrometry profiles and e-nose responses using partial least squares regression analysis[J]. Sensors & Actuators: B. Chemical, 2010, 147(2): 660-668.
- [5] Karangwa Eric, Linda Virginie Raymond, Shabbar Abbas, et al. Temperature and cysteine addition effect on formation of sunflower hydrolysate Maillard reaction products and corresponding influence on sensory characteristics assessed by Partial Least Square Regression [J]. Food Research International, 2014, 57(1): 242-258.
- [6] Song Shi-qing, Tang Qi, Khizar Hayat, et al. Effect of enzymatic hydrolysis with subsequent mild thermal oxidation of tallow on precursor formation and sensory profiles of beef flavours assessed by partial least squares regression[J]. Meat Science, 2014, 96(3): 1 191-1 200.
- [7] Shi Xiao-xia, Song Shi-qing, Tan Chen, et al. Identification of characteristic flavour precursors from enzymatic hydrolysis-mild thermal oxidation tallow by descriptive sensory analysis and gas chromatography-olfactometry and partial least squares regression [J]. Journal of Chromatography B, 2013, 913-914(2): 69-76.

(下转第 171 页)

积分数 48.27%、料液比 1:27.24 (m:V)、提取时间 71.46 min、提取温度 59.31 °C, 预期质量浓度为 15.882 μg/mL。为方便实际操作, 提取条件定为: 乙醇体积分数 50%、料液比 1:25 (m:V)、提取时间 70 min、提取温度 60 °C。在最佳条件下重复 3 次, 所得的葛根素提取液质量浓度的平均值为 15.373 μg/mL, 此条件下所得葛根中葛根素为预测值的 96.79%, 说明采用响应面法优化得到的提取参数可靠。

2.3 HPLC 检测葛根素提取液结果

将所得葛根素提取液进行高效液相色谱法定性检测^[12], 经与标品对比为葛根素, 和葛根素标准品出峰时间一致(见图 9), 故在最佳条件下提取液的主要有效成分是葛根素。

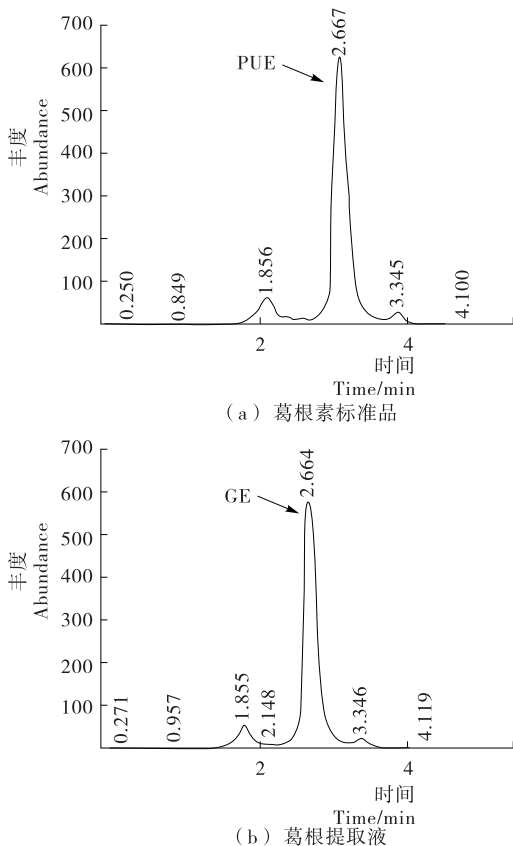


图 9 HPLC 检测结果

Figure 9 HPLC detection results

3 结论

本研究采用响应面法考察乙醇溶液体积分数、料液比、提取时间、提取温度对葛根中葛根素提取率的影响, 得出的最佳提取工艺条件为: 乙醇溶液体积分数 50%、料液比 1:25 (m:V)、提取时间 70 min、提取温度 60 °C。经 HPLC 检测确定为葛根素, 此条件下所得葛根中葛根素为预期测量值的 96.79%, 建立的回归模型能很好地预测各提取因素对提取浓度的影响, 故该试验模型合理, 获取的最优工艺参数能为快速提取葛根素提供理论参考。下一步将考虑采用超声波辅助进一步纯化葛根素的提取, 以提高葛根素浓度。

参考文献

- [1] 刘丽华, 杨志强. 正交试验—多元回归法优化葛根的乙醇提取工艺[J]. 现代药物与临床, 2013, 28(3): 331-333.
- [2] Peng Jing-hua, Cui Tuan, Huang Fu, et al. Puerarin ameliorates experimental alcoholic liver injury by inhibition of endotoxin gut leakage, kupffer cell activation, and endotoxin receptors expression[J]. The Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics, 2013(344): 646~654.
- [3] 孙术国, 罗志强. 葛根总黄酮和葛根素的提取及其分离纯化研究进展[J]. 农产品加工业, 2010(4): 30-33.
- [4] 黄彤, 李丽华, 刘蕾, 等. 利用响应面分析法优化葛渣异黄酮提取工艺[J]. 食品研究与开发, 2013, 34(10): 32-37.
- [5] 刘刚, 张雁南, 杜乾坤, 等. 水红花子花旗松素乙醇回流提取工艺优化[J]. 食品与机械, 2013, 29(3): 134-137.
- [6] 陈帅, 王慧竹, 薛健飞, 等. 响应面法优化超声提取野葛茎中葛根素的工艺[J]. 广东农业科学, 2015(4): 60-67.
- [7] 韦学丰, 罗静. 甘薯叶黄酮微波提取工艺的响应面法优化[J]. 湖北农业科学, 2013, 52(6): 1391-1394.
- [8] 费旭元, 林智, 梁名志, 等. 响应面法优化“紫娟”茶中花青素提取工艺的研究[J]. 茶叶科学, 2012, 32(3): 197-202.
- [9] 吴晖, 赖富饶, 胡筱波. 响应面分析法优化油菜花粉多糖提取工艺的研究[J]. 食品与机械, 2007, 23(5): 66-73.
- [10] 官波, 郑文诚. 山药多糖提取工艺的优化[J]. 食品与机械, 2010, 26(1): 98-101.
- [11] Wu Yan-fang, Wang Xin-sheng, En Guo-fan, et al. Optimisation of ultrasound-assisted extraction of puerarin and total isoflavones from puerariaelobatae radix (Puerarialobata(Wild.) Ohwi) with response surface methodology[J]. Phytochemical Analysis, 2012(23): 513-519.
- [12] 王灵昭, 邓家权. 微波法提取雨生红球藻虾青素的工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(12): 96-100.

(上接第 17 页)

- [8] 龙章德, 林顺顺, 田兆福, 等. 烟草多酚类化合物对卷烟品质的影响[J]. 食品与机械, 2013, 29(6): 41-44.
- [9] 杨红燕, 杨柳, 朱文辉, 等. 烟草中游离氨基酸的超高效液相色谱快速分析及化学计量学研究[J]. 分析科学学报, 2010, 26(3): 310-314.
- [10] 王玉林, 张峻松, 毛多斌, 等. 烟草中游离氨基酸的分析方法及研究方向[J]. 郑州轻工业学院学报, 2001, 16(2): 11-14.
- [11] 杨德廉, 王树声, 王宝华, 等. 烟草中氨基酸变化规律及其与烟叶品质关系研究进展[J]. 中国烟草科学, 1998(3): 11-13.
- [12] 刘江生. 烟草制丝过程中游离氨基酸的变化研究[J]. 福建分析测试, 2005, 14(3): 225-227.
- [13] 韩聘, 田兆福, 王宏生, 等. 基于低场核磁技术和环境扫描电镜的卷烟吸湿机制研究[J]. 食品与机械, 2015, 31(4): 14-18.