

# 利用响应面分析法优化香薷中挥发油提取工艺

杨美艳, 聂少平\*, 李景恩, 李 昌, 谢明勇

(南昌大学食品科学与技术国家重点实验室, 江西 南昌 330047)

**摘 要:** 本研究在单因素试验的基础上, 利用二次回归正交旋转组合设计及响应面分析法优化了香薷中挥发油的水蒸汽法提取工艺, 建立了加水质量倍数、浸泡时间、蒸馏时间与挥发油提取率之间的数学模型, 确定了香薷中挥发油提取的最佳工艺条件, 即加入 11.6 倍的水, 浸泡 73min, 然后蒸馏提取 301min, 在此条件下提取, 挥发油得率为  $1.70\% \pm 0.03\%$  ( $n=3$ )。

**关键词:** 香薷; 挥发油; 提取; 响应面分析法

## Optimization of Extraction Conditions of Essential Oil from *Herba Moslae* by Using Response Surface Methodology

YANG Mei-yan, NIE Shao-ping\*, LI Jing-en, LI Chang, XIE Ming-yong

(State Key Laboratory of Food Science and Technology, Nanchang University, Nanchang 330047, China)

**Abstract** On the basis of single-factor test, the conditions by steam distillation for the extraction of essential oil from *Herba Moslae* were optimized through central composite rotatable design (CCRD) and response surface methodology (RSM). The mathematical regression model was established about the dependent variable (the extraction rate of essential oil) and independent variables (ratio of liquid to solid, soaking time and distillation time). According to this model, the optimum extraction conditions are determined liquid to solid ratio 11.6, soaking time 73 min and distillation time 301 min. The response value (the extraction rate of essential oil) to these optimum values is  $1.70\% \pm 0.03\%$  ( $n=3$ ).

**Key words:** *Herba Moslae*; essential oil; extraction; response surface methodology

中图分类号: R248.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)09-0222-04

香薷(*Herba Moslae*)为唇形科植物石香薷(*Mosla chinensis* Maxim.)或江香薷(*Mosla chinensis* Maxim. cv *Jiangxiangru*)的干燥地上部分。前者习称“青香薷”, 后者习称“江香薷”。香薷为常用中药, 具有发汗解表、和中化湿的功效。临床常用于暑湿感冒, 恶寒发热, 头痛无汗, 腹痛吐泻, 小便不利等症<sup>[1]</sup>。近期研究表明, 其有效成分主要是挥发油, 其挥发油具有解热、镇痛、镇静作用, 免疫增强作用, 抗菌作用及抗病毒作用<sup>[2]</sup>。卫生部第一次公布药食两用资源名单中就有香薷。香薷的挥发油不仅可作为药用, 而且可以作为天然防腐剂或添香剂, 用于食品产品中, 其提取方法已有一定研究报道<sup>[3-5]</sup>, 但现有文献<sup>[3-5]</sup>所提供的香薷挥发油提取工艺参数差异很大, 因此有必要对香薷挥发油提取的最佳工艺条件做更加深入的研究。

响应面分析法(response surface methodology, RSM)是一种优化工艺条件的有效方法<sup>[6-7]</sup>, 可用于确定各因素及其交互作用在工艺过程中对指标(响应值)的影响, 精确地表述因素和响应值之间的关系。与以往推广的正交设计法不同, 它通常是利用中心组合试验拟合出一个完整的二次多项式模型, 在试验设计与结果表述方面更加优良。本研究在单因素初步试验的基础上, 利用响应面分析法对香薷挥发油提取的主要工艺条件进行了优化。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

香薷购自樟树中药材市场, 经鉴定为唇形科植物石香薷(*Mosla chinensis* Maxim.), 粉碎为过 40 目筛粉末。

收稿日期: 2008-06-28

基金项目: 教育部“长江学者和创新团队发展计划”项目(IRT0540)

作者简介: 杨美艳(1984-), 女, 硕士研究生, 研究方向为天然产物分离。E-mail: cathy6.-@163.com

\* 通讯作者: 聂少平(1978-), 男, 讲师, 博士, 研究方向为食品化学、食品营养与安全。E-mail: spnie@ncu.edu.cn

## 1.2 方法

采用水蒸汽蒸馏法<sup>[1]</sup>进行挥发油提取。精密称取过40目筛香薷粉末50g,放入1000ml圆底烧瓶中,加入相应质量倍数的水和数粒玻璃珠,振摇混匀,置于电热套中,按实验设计浸泡至规定时间后,接好挥发油测定装置。自冷凝管上端加水使其充满挥发油测定管的刻度部分并溢流入烧瓶为止。缓缓加热至沸,并保持微沸至规定时间。停止加热,放置片刻,开启测定管下端的活塞缓缓将水放出,至油层上端到达刻度0线上面5mm处为止。放置1h以上,再开启活塞使油层下降至其上端恰与刻度0线平齐,读取挥发油量,并计算样品中挥发油得率。

## 1.3 试验设计

选用了水蒸汽蒸馏法的加水质量倍数、浸泡时间及蒸馏时间等对提取率起主要影响的三个因素,以挥发油的提取率为考察指标,进行了单因素考察。

在单因素试验结果基础上,采用中心组合试验设计方案,分别用 $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 来表示加水质量倍数、浸泡时间及蒸馏时间,并以+1、0、-1分别代表变量的水平,按方程 $x_i = (X_i - X_0) / \Delta X$ 对自变量进行编码,其中, $x_i$ 为变量的编码值, $X_i$ 为变量的真实值, $X_0$ 为实验中心点变量的真实值, $\Delta X$ 为变量的变化步长,挥发油提取率 $Y$ 为响应值(表1)。采用SAS对实验数据进行回归分析。由此可求出影响因素的一次效应、二次效应及其交互效应的关联方程,对水蒸汽法提取香薷挥发油的影响因素进行更为深入的研究和条件优化,并做出响应面图,对所感兴趣的响应受多个变量影响的问题建模及分析<sup>[8-9]</sup>。

表1 中心组合试验方案设计的因素和水平编码值表

Table 1 Dependent variables and levels for central composite rotatable design

自变量	变化步长	编码水平( $x_i$ )				
		-1.628	-1	0	1	1.628
加水质量倍数 $X_1$	2	6.636	8	10	12	13.364
浸泡时间 $X_2$ (min)	30	9.54	30	60	90	110.46
蒸馏时间 $X_3$ (min)	30	219.54	240	270	300	320.46

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验及其分析

#### 2.1.1 加水质量倍数对提取率的影响

称取7份50g样品,分别加4、6、8、10、12、15、20倍的水,浸泡1h,然后提取5h,考察加水质量倍数对挥发油提取率的影响,得到二者关系如图1所示。

从图1可以看出,随着加水量的增加,提取率呈线性增长,当增加到一定程度时,增长趋于平缓,甚至有下降趋势。可见加水倍数超过12倍时,已经对提

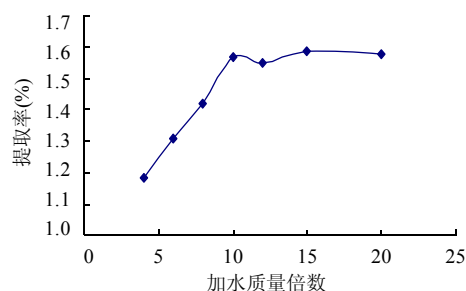


图1 加水质量倍数对挥发油提取率的影响

Fig. 1 Effects of different ratios of liquid to solid on extraction rate of essential oil

取率影响不明显。

#### 2.1.2 浸泡时间对提取率的影响

称取7份50g样品,加10倍量的水,分别采用不浸泡,浸泡30、60、90、120、150、180min,然后提取5h,考察浸泡时间对挥发油提取率的影响,得到二者关系如图2所示。

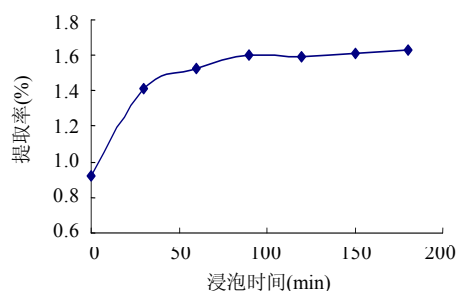


图2 浸泡时间对挥发油提取率的影响

Fig.2 Effects of different soaking time on extraction rate of essential oil

从图2中可以看出,未浸泡提取率明显低于浸泡后的提取率,浸泡90min以后,提取率变化不明显。

#### 2.1.3 蒸馏时间对提取率的影响

称取11份样品,加10倍量的水,浸泡60min,然后分别蒸馏30、60、90、120、150、180、210、240、270、300、330min,考察蒸馏时间对挥发油提取率的影响,得到二者关系如图3所示。

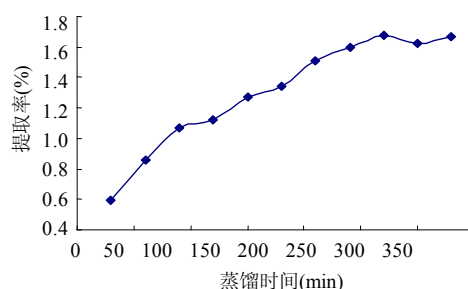


图3 蒸馏时间对挥发油提取率的影响

Fig. 3 Effects of different distillation time on extraction rate of essential oil

表2 二次回归旋转组合设计结构矩阵及试验结果

Table 2 Quadratic regression rotation combination design and test results

试验号	加水质量倍数	浸泡时间(min)	蒸馏时间(min)	提取率(%)
1	-1	-1	-1	1.25
2	1	-1	-1	1.54
3	-1	1	-1	1.51
4	1	1	-1	1.61
5	-1	-1	1	1.42
6	1	-1	1	1.63
7	-1	1	1	1.59
8	1	1	1	1.73
9	-1.682	0	0	1.45
10	1.682	0	0	1.61
11	0	-1.682	0	1.46
12	0	1.682	0	1.61
13	0	0	-1.682	1.38
14	0	0	1.682	1.65
15	0	0	0	1.59
16	0	0	0	1.62
17	0	0	0	1.66
18	0	0	0	1.64
19	0	0	0	1.59
20	0	0	0	1.61

表3 回归分析结果

Table 3 Results of regression analysis

方差来源	自由度	平方和	均方	F值	P(F>F $\alpha$ )	显著性
X <sub>1</sub>	1	0.038923	0.038923	38.21411	0.000104	**
X <sub>2</sub>	1	0.053187	0.053187	52.21779	0.000100	**
X <sub>3</sub>	1	0.104405	0.104405	102.5026	0.000100	**
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	1	0.011541	0.011541	11.33048	0.007169	**
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	1	0.000450	0.000450	0.441802	0.521286	
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	1	0.000200	0.000200	0.196357	0.667110	
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	1	0.010144	0.010144	9.959113	0.010213	*
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	1	0.008450	0.008450	8.296063	0.016377	*
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	1	0.016272	0.016272	15.97521	0.002531	**
回归	9	0.237389	0.026377	25.89609	0.000100	**
误差	10	0.010186	0.001019			
总和	19	0.247575				

注: \* 差异显著(p<0.05); \*\* 差异极显著(p<0.01)。

从图3中可以看出,随着蒸馏时间的增加,提取率呈线性增长,当增加到一定程度时,增长趋于平缓,提取率提高不明显。

## 2.2 响应面试验结果与分析

以挥发油得率为响应值,根据表2结果,采用SAS 8.0软件对所得数据进行分析,回归分析结果见表3,响应面分析结果见图4~6。

采用SAS RSREG程序对响应值与各因素进行回归拟合后,得到回归方程:  $Y_1=1.617885+0.053386X_1+$

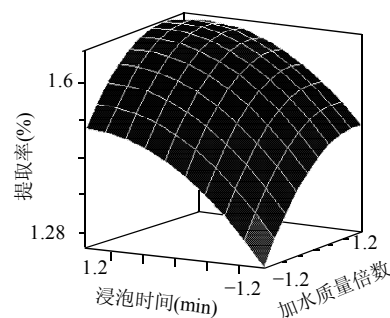


图4 提取率对浸泡时间与加水质量倍数的响应面

Fig.4 Response surface of extraction rate versus soaking time and ratio of liquid to solid

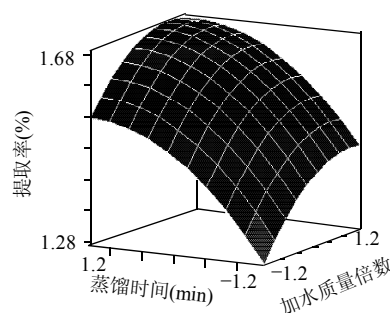


图5 提取率对蒸馏时间与加水质量倍数的响应面

Fig.5 Response surface of extraction rate versus distillation time and ratio of liquid to solid

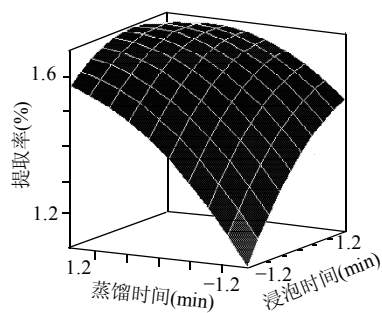


图6 提取率对蒸馏时间与浸泡时间的响应面

Fig.6 Response surface of extraction rate versus distillation time and soaking time

$$0.062406X_2+0.087435X_3-0.028299X_1^2-0.0075X_1X_2-0.005X_1X_3-0.026531X_2^2-0.0325X_2X_3-0.033602X_3^2$$

回归方程中各变量对指标(响应值)影响的显著性,由F检验来判定,概率P(F>F $\alpha$ )值越小,则相应变量的显著程度越高。由表3可以看出,X<sub>1</sub>、X<sub>2</sub>、X<sub>3</sub>、X<sub>1</sub><sup>2</sup>和X<sub>3</sub><sup>2</sup>均为最显著的因素。回归方程也是高度显著的,相关系数r=0.237389/0.247575=95.89%,说明响应值(吸光度)的变化有95.89%来源于所选变量,即加水质量倍数、浸泡时间和蒸馏时间。因此,回归方程可以较好地描述各因素与响应值之间的真实关系,可以利用该回

归方程确定最佳提取工艺条件。对回归方程取一阶偏导数等于零,整理可得到如下三式:

$$0.053386-0.056598X_1-0.0075X_2-0.005X_3=0 \quad (1)$$

$$0.062406-0.0075X_1-0.053062X_2-0.0325X_3=0 \quad (2)$$

$$0.087435-0.005X_1-0.0325X_2-0.067204X_3=0 \quad (3)$$

式(1)、(2)、(3)联立方程组,解得  $X_1=0.804$ ,  $X_2=0.427$ ,  $X_3=1.035$ ,即可换算得到加水质量倍数为 11.6072、浸泡时间为 72.816 min、蒸馏时间为 301.041min。即挥发油提取最佳工艺条件为:加入 11.6 倍的水,浸泡 73min,然后蒸馏提取 301min,在此条件下进行提取,由回归方程预测挥发油理论得率可达 1.73%。

验证实验:在上述响应面分析法求得的最佳工艺条件下对香薷中挥发油进行 3 次提取试验,发现响应值的实验值与回归方程预测值吻合良好,结果见表 4。

表 4 最佳条件下响应值的试验结果与方程预测值(n=3)  
Table 4 Experimental results of response value and predicted value under optimum conditions(n=3)

	对应的最佳条件	响应值(提取率%)
实验值	加水质量倍数11.6、浸泡时间 73 min、蒸馏时间301 min	1.70±0.03
方程预测	$X_1=0.804$ , $X_2=0.427$ , $X_3=1.035$	1.73

### 3 结 论

利用中心组合试验设计和响应面分析法,借助 SAS 统计软件能简便、可靠地进行优化试验和数据分析。本

研究应用这一方法对香薷中挥发油提取的工艺条件进行优化,取得了较好的效果。得到了香薷中挥发油提取工艺的回归方程预测模型:  $Y_1 = 1.617885 + 0.053386X_1 + 0.062406X_2 + 0.087435X_3 - 0.028299X_1^2 - 0.0075X_1X_2 - 0.005X_1X_3 - 0.026531X_2^2 - 0.0325X_2X_3 - 0.033602X_3^2$

最优化工艺条件:加入 11.6 倍的水、浸泡 73min,然后蒸馏提取 301min,最优工艺条件下的挥发油得率为  $1.70\% \pm 0.03\%$ 。

### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典一部[M]. 北京:化学工业出版社,2005(1): 182-183;附录 57.
- [2] 南京中医药大学. 中药大辞典[M]. 2 版. 上海:上海科学技术出版社,2006: 2348-2351.
- [3] 罗光明, 杨光义, 刘红宁, 等. 江香薷挥发油提取工艺优化[J]. 中药材, 2006, 29(3): 284-286.
- [4] 曾虹燕, 周朴华, 唐艳林. 石香薷挥发油提取的比较研究[J]. 天然产物研究与开发, 2003, 15 (2): 135-137.
- [5] 李庆. 正交法优选香薷挥发油提取工艺[J]. 云南中医学院学报, 2006, 29(5): 13-14.
- [6] LI Q H, FU C L. Application of response surface methodology for extraction optimization of germinant pumpkin seeds protein[J]. Food Chemistry, 2005,92(4): 701-706.
- [7] 茆诗松, 王静龙, 史定华, 等. 统计手册[M]. 北京: 科学出版社. 2003: 78-86.
- [8] 李亚娜, 林永成, 余志刚. 响应面分析法优化羊栖菜多糖的提取工艺[J]. 华南理工大学学报: 自然科学版, 2004, 32(11): 28-32.
- [9] 魏安池, 代红丽, 谷文英. 响应面分析法优化红花黄色素提取工艺条件[J]. 食品与机械, 2006, 22(2): 11-13; 52.