

响应面法优化酸枣仁油提取工艺研究

翟莹莹, 龚千锋, 于欢, 龚鹏飞, 徐彬智, 张风波

(江西中医药大学药学院, 南昌 330004)

摘要:以石油醚为提取溶剂, 研究溶剂法提取酸枣仁油工艺。以提取时间、提取温度、料液比为影响因素, 在单因素试验的基础上, 以酸枣仁油得率为响应值, 进行三因素三水平的 Box - Behnken 响应面法优化试验。结果表明: 酸枣仁油最优提取工艺条件为提取时间 6.9 h、提取温度 82.6 °C、料液比 1:16.5, 在此条件下, 酸枣仁油得率达到 32.21%, 与模型预测值 32.26% 接近。

关键词:酸枣仁油; 提取工艺; 响应面法

中图分类号: TS225.1; TS224 文献标识码: A 文章编号: 1003 - 7969(2018)09 - 0014 - 03

Optimization of extraction process of *Ziziphi Spinosae Semen* oil by response surface methodology

ZHAI Yingying, GONG Qianfeng, YU Huan, GONG Pengfei,
XU Binzhi, ZHANG Fengbo

(School of Pharmacy, Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China)

Abstract: With petroleum ether as extraction solvent, the extraction of *Ziziphi Spinosae Semen* oil was studied by solvent method. With extraction time, extraction temperature and ratio of material to liquid as influencing factors, yield of *Ziziphi Spinosae Semen* oil as response value, three factors and three levels of Box - Behnken response surface methodology was conducted on the basis of single factor experiment. The results showed that the optimal extraction conditions of *Ziziphi Spinosae Semen* oil were obtained as follows: extraction time 6.9 h, extraction temperature 82.6 °C and ratio of material to liquid 1:16.5. Under these conditions, the yield of *Ziziphi Spinosae Semen* oil reached 32.21%, close to 32.26% of predictive value.

Key words: *Ziziphi Spinosae Semen* oil; extraction process; response surface methodology

酸枣仁为常用养心安神药, 有“东方睡果”之称, 属于卫生部颁布的第一批药食同源两用品, 主产于辽宁、河北、山西等地^[1]。酸枣仁含油量可达 32%^[2]。酸枣仁油临床应用无毒性, 长期应用无耐受现象^[3-4], 油中含不饱和脂肪酸、角鲨烯、甾醇、维生素 E 等成分, 有镇静催眠、降脂、抗炎、抗氧化、抗菌、抗肿瘤、加强学习记忆等功能^[5-9]。

本试验结合目前对酸枣仁油提取工艺的研究^[10-15], 以石油醚为提取溶剂, 在单因素试验的基础上采用响应面法优化酸枣仁油溶剂法提取工艺,

以为酸枣仁油的进一步研究提供理论基础。

1 材料与方法

1.1 试验材料

酸枣仁(樟树市东北参茸药站, 批号 20161120, 产地河北), 经江西中医药大学龚千锋教授鉴定为鼠李科植物酸枣 *Ziziphus jujuba* var. *spinosa* 的干燥成熟种子, 药材存放于江西中医药大学实验大楼 C 座中药炮制实验室; 石油醚(60~90 °C), 分析纯。

HH-6 数显恒温水浴锅, 高速中药粉碎机, 旋转蒸发器, 循环水真空泵, GZX-9070MBE 数显鼓风干燥器。

1.2 试验方法

1.2.1 原料预处理

将干燥酸枣仁用打粉机粉碎过 40 目筛, 得酸枣仁粉, 装于真封袋中冷藏备用。

收稿日期: 2018-01-14; 修回日期: 2018-06-27

作者简介: 翟莹莹(1990), 女, 在读硕士, 研究方向为中药炮制学(E-mail) 1157912944@qq.com。

通信作者: 于欢, 讲师, 博士(E-mail) yuhuanhebei@163.com。

1.2.2 提取工艺流程

精密称取 10 g 的酸枣仁粉,以石油醚为溶剂,用索氏提取器连续提取一定时间,得到石油醚提取液,旋蒸,除尽溶剂,得酸枣仁油,称重,按下式计算酸枣仁油得率^[16]。

$$\text{酸枣仁油得率} = \frac{\text{酸枣仁油质量}}{\text{原料质量}} \times 100\%$$

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 提取时间对酸枣仁油得率的影响

在料液比 1:15、提取温度 80℃ 的条件下,考察不同提取时间对酸枣仁油得率的影响,结果如图 1 所示。

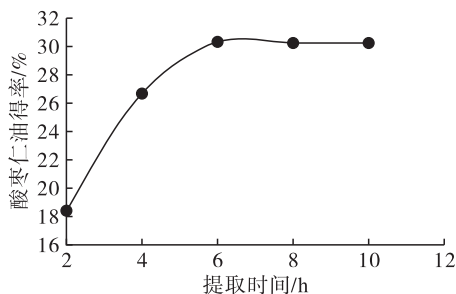


图 1 提取时间对酸枣仁油得率的影响

由图 1 可以看出,在 2~6 h 时,酸枣仁油得率随提取时间的延长不断增大,而在 6~10 h 时,酸枣仁油得率差异不大。可能在 6 h 酸枣仁油提取已经基本完成,继续延长提取时间酸枣仁油得率趋于稳定。因此,选择提取时间 4~8 h 进行响应面试验。

2.1.2 提取温度对酸枣仁油得率的影响

在料液比 1:15、提取时间 6 h 条件下,考察不同提取温度对酸枣仁油得率的影响,结果如图 2 所示。

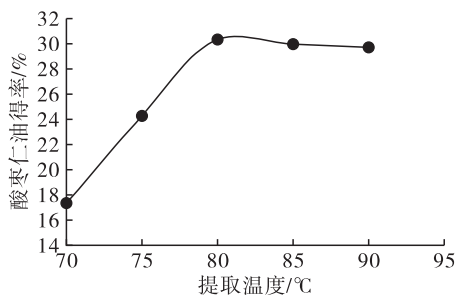


图 2 提取温度对酸枣仁油得率的影响

由图 2 可以看出,当提取温度在 70~80℃ 时,酸枣仁油得率随着提取温度的升高迅速增大,可能是温度的升高增加了溶剂分子和油脂分子的动能而有利于油脂分子的扩散;但是当提取温度在 80~90℃ 时,随着提取温度继续升高,酸枣仁油得率反而有下降趋势。其可能原因是当温度接近石油醚沸程顶端时石油醚回流速度过快,难以充分提取酸枣仁油,造成酸枣仁油得率有所下降。同时提取温度

升高,能耗相应增加。综合考虑,选择提取温度 75~85℃ 进行响应面试验。

2.1.3 料液比对酸枣仁油得率的影响

在提取时间 6 h、提取温度 80℃ 的条件下,考察不同料液比对酸枣仁油得率的影响,结果如图 3 所示。

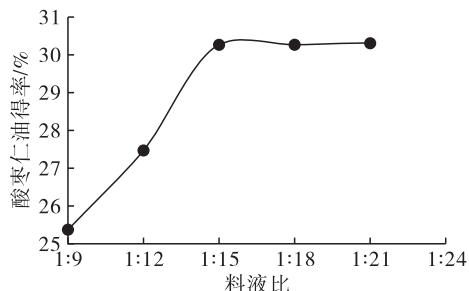


图 3 料液比对酸枣仁油得率的影响

由图 3 可以看出,酸枣仁油得率随着料液比的增加而逐渐增大,当料液比超过 1:15 时,酸枣仁油得率逐渐趋于平衡。其可能原因是酸枣仁粉量一定,随着提取溶剂的增加,当溶剂量已经满足虹吸并且能充分完成提取酸枣仁油的条件下,酸枣仁油得率趋于平衡。而溶剂用量过多会造成资源浪费及增加后期处理的工作量。综合考虑,选择料液比为 1:12~1:18 进行响应面试验。

2.2 响应面优化试验

在单因素试验的基础上,确定提取时间、提取温度和料液比 3 个因素,以酸枣仁油得率 (Y) 为响应值,采用 Box-Behnken 试验原理对酸枣仁油提取工艺进行优化,响应面试验因素水平见表 1,响应面试验设计及结果见表 2,回归模型方差分析见表 3。

表 1 响应面试验因素水平

水平	A 提取时间/h	B 提取温度/℃	C 料液比
-1	4	75	1:12
0	6	80	1:15
1	8	85	1:18

运用 Design-Expert 8.0.6 数据分析软件对表 2 中的试验结果进行回归拟合,得到拟合回归方程为: $Y = 30.29 + 2.78A + 3.29B + 1.93C + 0.67AB - 0.043AC - 0.083BC - 3.43A^2 - 3.43B^2 - 1.83C^2$ 。

由表 3 可知,该模型影响极显著 ($P < 0.0001$),且其失拟项不显著 ($P = 0.0645 > 0.05$),回归系数 R^2 为 0.9958,表明模型相关度好,其校正决定系数 R^2_{adj} 为 0.9883,表明模型预测值与实测值能较好地吻合。

由表 3 可知,在所选取的各因素水平范围内,A、B、C、 AB 、 A^2 、 B^2 、 C^2 所对应的 P 值均小于 0.05,说明这几个因素对酸枣仁油得率有显著影响;同时根据

表3中 F 值的大小,得到3个因素对酸枣仁油得率的影响顺序为提取温度>提取时间>料液比。

表2 响应面试验设计及结果

试验号	A	B	C	Y/%
1	0	-1	-1	19.99
2	-1	0	-1	19.90
3	-1	-1	0	18.15
4	0	0	0	30.39
5	1	1	0	30.03
6	0	-1	1	23.31
7	1	0	1	30.07
8	0	1	1	29.91
9	0	0	0	30.37
10	-1	1	0	23.20
11	1	0	-1	25.59
12	1	-1	0	22.32
13	0	0	0	30.11
14	0	1	-1	26.92
15	-1	0	1	24.55

表3 回归模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	267.12	9	29.68	132.21	<0.000 1
A	61.66	1	61.66	274.66	<0.000 1
B	86.40	1	86.40	384.84	<0.000 1
C	29.80	1	29.80	132.74	<0.000 1
AB	1.77	1	1.77	7.88	0.037 7
AC	0.007	1	0.007	0.03	0.864 7
BC	0.027	1	0.027	0.12	0.741 8
A^2	43.57	1	43.57	194.06	<0.000 1
B^2	43.44	1	43.44	193.50	<0.000 1
C^2	12.33	1	12.33	54.93	0.000 7
残差	1.12	5	0.22		
失拟项	1.07	3	0.36	14.67	0.064 5
纯误差	0.049	2	0.024		
总误差	268.25	14			

2.3 最佳工艺验证试验

经响应面回归分析得到的最优提取工艺条件为提取时间 6.9 h、提取温度 82.58℃、料液比 1:16.53,在此条件下酸枣仁油得率的理论值达到 32.26%。考虑到实际操作,将最佳工艺条件修正为提取时间 6.9 h、提取温度 82.6℃、料液比 1:16.5。在最佳条件下进行验证试验,酸枣仁油得率为 32.21%,与理论值吻合,说明 Box - Behnken 设计响应面法得到的提取条件相对可靠。

3 结论

本研究在单因素试验的基础上,通过响应面分析对酸枣仁油提取工艺进行优化,酸枣仁油最优提取工艺条件为提取时间 6.9 h、提取温度 82.6℃、料液比 1:16.5。在优化条件下,酸枣仁油得率达到 32.21%,与理论值吻合。

参考文献:

- [1] 钟赣生. 中药学[M]. 北京:中国中医药出版社,2012:335-336.
- [2] 刘世军,唐志书,崔春利,等. 酸枣仁化学成分的研究进展[J]. 西部中医药,2016,29(9):143-146.
- [3] 朱爱民,李振玲,李昇刚,等. 酸枣仁油的毒理学研究[J]. 药学实践杂志,2003,21(5):283-286.
- [4] 李宝莉,夏传涛,袁秉祥. 不同提取工艺的酸枣仁油对小鼠镇静催眠作用的影响[J]. 西安交通大学学报(医学版),2008,29(2):227-229,242.
- [5] 卢奎,张玲丽,王萌,等. 酸枣仁油的理化性质及成分分析[J]. 中国油脂,2006,31(8):70-72.
- [6] 吴尚霖,袁秉祥,马志义. 酸枣仁油长期使用对小鼠催眠作用的影响[J]. 西北药学杂志,2001,16(3):114-115.
- [7] 赵启铎. 酸枣仁油中不饱和脂肪酸的药理实验研究[J]. 天津中医药,2005,22(4):331-333.
- [8] 陆晶晶,马琦,苏亮,等. 酸枣仁油的提取与抗氧化活性组分的研究[J]. 卫生研究,2012,41(6):1016-1018.
- [9] 吴尚霖,袁秉祥,马志义. 酸枣仁油对小鼠学习记忆的影响[J]. 中草药,2001,32(3):246-247.
- [10] 吴修利,郭春香,姜雪,等. 索氏抽提法提取酸枣仁油的研究[J]. 吉林农业,2016(22):73-74.
- [11] 彭凯迪,程思,李奥,等. 亚临界萃取酸枣仁油的工艺研究及改善睡眠的功效评价[J]. 中国粮油学报,2017,32(6):113-120.
- [12] 白鹤龙,祝文学,王晶,等. 响应面法优化 SFE-CO₂ 提取酸枣仁中脂肪油及成分分析[J]. 北方园艺,2016(13):136-140.
- [13] 张雪,李云芳,张晓根,等. 酸枣仁油提取工艺优化研究[J]. 郑州牧业工程高等专科学校学报,2012,32(4):8-9,33.
- [14] 贡济宇,赵启铎,史立. 酸枣仁脂肪油的提取工艺及成分研究[J]. 长春中医学院学报,2003,19(3):87.
- [15] 赵文杰,马丽,徐广超,等. 微波辅助提取酸枣仁油工艺研究[J]. 中国粮油学报,2006,21(3):256-258.
- [16] 张风波,罗光明,肖日传,等. 响应面法优化栀子油提取工艺研究[J]. 中国油脂,2017,42(12):10-12,39.