

文章编号:1674-2869(2015)09-0001-10

响应曲面法优化提取红景天苷和酪醇的工艺

刘 迪¹,张越非^{2*},刘 哲²,王珏珏²,池汝安¹

1.武汉工程大学化学与环境工程学院,湖北 武汉 430074;

2.武汉工程大学化工与制药学院,湖北 武汉 430074

摘 要:以红景天为原料,采用微波辅助的方法优化了红景天苷和酪醇的提取工艺. 先采用单因素实验考察了提取剂种类/浓度、温度、时间、液固比对目标物提取的影响,然后选择提取时间、乙醇浓度、液固比 3 个因素为自变量,采用响应曲面法的 Box-Behnken 中心组合试验设计研究各因素及其交互作用对红景天苷和酪醇提取率的影响,同时建立响应曲面回归模型用以估计红景天苷和酪醇的最佳提取条件,得到最佳提取工艺条件为提取时间 35 min、乙醇质量分数 20%、液固比 10:1;在此条件下,做 3 次平行实验,红景天苷和酪醇提取率为 0.60%、0.16%,与模型预测值基本相符.

关键词:微波辅助提取;红景天苷;酪醇;响应曲面法

中图分类号: TB35

文献标识码: A

doi: 10. 3969/j. issn. 1674-2869. 2015. 09. 001

0 引 言

红景天是景天科植物多年生木本或亚灌木野生植物,其干燥根是一种常见的中药. 其主要的药理成分为红景天苷和酪醇^[1]. 具有抗氧化、抗疲劳、抗衰老、增强免疫力、抗高原反应等药理作用^[2]. 吴少雄等^[3]利用乙醇为溶剂,采用超声提取法提取大花红景天中的红景天苷. 王化田等^[4]采用超临界 CO₂ 萃取红景天中的红景天苷和酪醇的研究. 何宝佳^[5]等分别采用水、乙醇、甲醇作溶剂,研究了不同产地红景天中的红景天苷的提取工艺. 微波法是利用微波与介质的离子与偶极子分子的相互作用,促使介质转动能级跃迁,加剧热运动,导致细胞壁破裂,目标物溶出^[6]. 具有减少提取时间、增加产物的回收率、提高产品质量、溶剂消耗少且无污染等优点^[7]. 本实验采用微波辅助提取法进行红景天苷和酪醇的提取,在单因素的基础上,利用 Box-Behnken 响应曲面分析建立数学模型,来优化提取工艺,提高红景天苷和酪醇的提取率.

1 实验部分

1.1 原料与试剂

红景天根,无水乙醇,甲醇,磷酸,氢氧化钠,



图 1 红景天苷和酪醇结构图

Fig.1 The molecular structure of salidroside and tyrosol

盐酸(均为分析纯),红景天苷标准品,酪醇标准品(成都曼斯特科技有限公司).

1.2 实验仪器

电子分析天平、pH 计 [梅特勒—托利多 (上海)仪器有限公司],101 系电热鼓风干燥箱(南京制热干燥设备厂),微波合成/萃取反应器(上海新仪微波化学科技有限公司),循环水真空泵(巩义市英峪予华仪器厂),Aglient1100 高效液相色谱(安捷伦科技有限公司).

1.3 红景天苷和酪醇的提取工艺

将红景天粉碎过筛,称取一定质量的红景天粉末于一定体积的溶剂中,经微波辐射一定时间后过滤,滤液为红景天提取液.

1.4 红景天苷和酪醇的含量检测

采用高效液相色谱法检测红景天苷和酪醇的

收稿日期:2015-07-06

基金项目:国家自然科学基金(21006075)

作者简介:刘 迪(1990-),男,湖北武汉人,硕士研究生.研究方向:天然产物提取与分离.* 通信联系人

含量,色谱条件为:色谱柱 ODS Hypersil (250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为甲醇:质量分数 0.5%磷酸水溶液 (15:85, V/V);流速:0.8 mL/min;检测波长 224 nm;柱温:室温;进样量 10 μL. 分别配制质量浓度为 0.3 mg/mL 的红景天苷标准溶液以及 0.054 mg/mL 的酪醇标准溶液,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤. 标准曲线的绘制:分别进上述标准溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 μL,再用所给的色谱条件进行测量,分别以标准品的进样量(mg)以及峰面积为横纵坐标来绘制标准曲线. 红景天苷标准曲线方程为: $Y=1.427 \times 10^6 X + 17.84$, $R^2=0.999\ 6$;酪醇标准曲线方程为: $Y=3.343 \times 10^6 X - 6.839$, $R^2=0.999\ 6$.

1.5 pH 的测定方法及数据统计分析方法

实验过程中溶剂的 pH 值测定方法是用 pH 计来测量,采用玻璃电极,用标准溶液进行二点法校准后使用. 实验数据统计分析方法是采用方差分析法进行分析.

1.6 单因素实验

分别以不同溶剂(水、甲醇、乙醇)、不同 pH 值、微波温度、微波提取时间、固液比及药材的粒径为单因素进行实验,研究其对红景天苷和酪醇提取率的影响.

1.7 响应曲面的试验设计

以单因素的实验结果为依据,利用 Design Expert 8.0.6.1 软件设计 Box-Behnken 响应面实验,选取乙醇质量分数、提取时间、液固比 3 个主要影响因素为自变量,以红景天苷和酪醇的提取率为响应值,如表 1.

表 1 响应曲面设计的因素

Table 1 Factors of response surface experiments

水平编码	乙醇质量分数/%	提取时间/min	液固比/(mL·g ⁻¹)
-1	20	5	10
0	40	20	20
1	60	35	30

2 结果与讨论

2.1 溶剂的选择

不同的溶剂由于其极性及相似相容的原理对红景天苷和酪醇的溶解能力不同. 在天然产物有效成分提取中,常用的有机溶剂为水、甲醇、乙醇以及它们的混合物,本实验考察了以上 3 种溶剂及其不同配比的混合溶剂对红景天苷和酪醇提取率的影响,从而优选出一种合适红景天苷和酪醇的提取剂.

2.1.1 甲醇质量分数对红景天苷和酪醇提取率的影响 称 0.5 g 处理过的干燥红景天粉末,固定提取条件为:微波提取时间 10 min,微波功率 600 W,提取温度 60 ℃,液固比 40:1,控制甲醇质量分数为 20%、40%、60%、80%、100%,考查甲醇质量分数对红景天苷和酪醇提取率的影响. 结果见图 2(a).

由图 2(a)可知甲醇质量分数在 20%~100% 范围内,红景天苷和酪醇的提取率随着甲醇的质量分数增加先升高后减小,当甲醇质量分数为 80% 时红景天苷的提取率最高,而酪醇的提取率没有明显的变化. 这可能是因为从结构上看,酪醇为红景天苷的降解产物,酪醇的极性大于红景天苷,所以更易溶于极性溶剂,因此甲醇质量分数对酪醇提取率的影响不明显.

2.1.2 乙醇浓度对红景天苷和酪醇提取率的影响 控制微波提取条件与 2.1.1 相同,控制乙醇质量分数为 10%~90%,考查乙醇质量分数对红景天苷和酪醇提取率的影响. 结果见图 2(b).

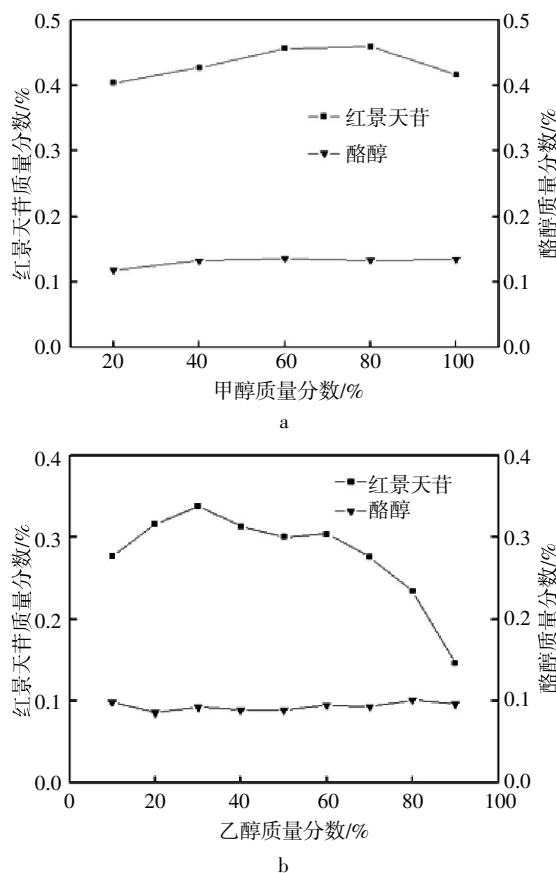


图 2 (a) 甲醇浓度对红景天苷和酪醇提取率的影响;
(b) 乙醇浓度对红景天苷和酪醇提取率的影响

Fig.2 (a) Effect of methanol concentration on the extraction of salidroside and tyrosol; (b) Effect of ethanol concentration on the extraction of salidroside and tyrosol

由图2(b)可知随着乙醇质量分数在10%~90%的范围内,红景天苷提取率的变化幅度明显大于甲醇溶液对红景天提取率的影响,这是因为3种溶剂水、甲醇、乙醇的极性依次减小,因此随着乙醇浓度的变化,乙醇水溶液的极性变化要比甲醇溶液大,而红景天苷相对酪醇属于弱极性物质,因此它的提取率受提取溶剂极性的影响要大,从图2(b)可以看出,当乙醇质量分数为30%红景天苷的提取率达到最高,而酪醇的提取率没有明显的变化。

2.2.3 不同 pH 值的溶液对红景天苷和酪醇提取率的影响 红景天苷和酪醇均含有酚羟基,具有失去质子的能力,因此提取溶剂的 pH 值也是提取过程中需要考察的对象。控制微波提取条件与 2.1.1 相同,分别以乙醇水溶液和水溶液为提取剂,考察了不同的表观 pH 值的提取溶剂对红景天苷和酪醇提取率的影响。结果见图 3。

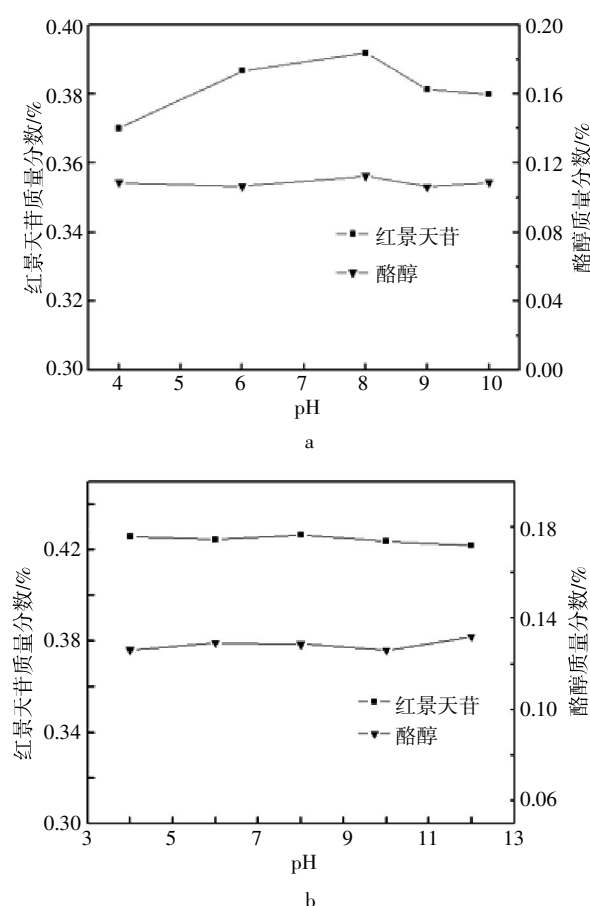


图3 (a)不同 pH 值的乙醇溶液对红景天苷和酪醇提取率的影响;(b)不同 pH 值的水溶液对红景天苷和酪醇提取率的影响

Fig.3 (a)Effect of pH value of ethanol solution on the extraction of salidroside and tyrosol; (b)Effect of pH value of water solution on the extraction of salidroside and tyrosol

图3(a)为不同 pH 值的质量分数 30%乙醇溶液对红景天苷和酪醇的提取率的影响,结果表明不同表观 pH 值的乙醇溶液对红景天苷和酪醇的提取率影响不大。

图3(b)为不同 pH 值的水溶液对红景天苷和酪醇的提取率的影响。结果表明,在不同 pH 值水溶液中, pH 值的变化对酪醇的提取率也无明显影响,但对红景天苷提取率的影响较大,当在 pH=8 的弱碱性条件下红景天苷提取率稍有增加。红景天苷受 pH 影响更大一些是因为从结构上看,它含有的羟基更多,更容易与水发生相互作用,因此在水溶液中 pH 的影响对红景天苷更明显,而在乙醇中 pH 的影响对红景天苷与酪醇都不明显。

2.2.4 不同提取溶剂对红景天苷提取率影响的比较 控制微波提取条件与 2.1.1 相同,分别比较了质量分数 80%的甲醇溶液,质量分数 30%的乙醇溶液, pH 值为 8 的质量分数 30%乙醇溶液,纯水和 pH 值为 8 的水溶液对红景天苷含量的影响。结果见图 4。

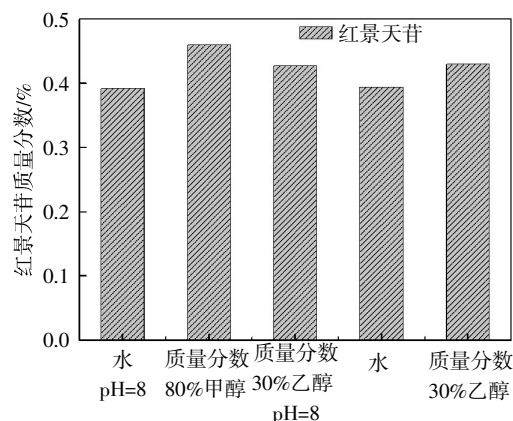


图4 不同溶剂的影响

Fig.4 Effect of different solutions

由图4可知,当提取剂为质量分数 80%的甲醇溶液时红景天苷的提取率最高,提取剂为质量分数 30%乙醇溶液和 pH 值为 8 的质量分数 30%乙醇溶液时红景天苷的提取率其次,提取剂为纯水和 pH 值为 8 的水溶液时红景天苷的提取率最低。由于以质量分数 30%乙醇为提取剂时红景天的提取率仅比溶液质量分数 80%甲醇的提取率低 6.490%,而且 pH 值对红景天苷和酪醇提取率的影响也不大,因此综合考虑,用水提取杂质较多,而甲醇的毒性较大,最终选择质量分数 30%的乙醇溶液做提取剂。

2.2 不同原料粒径对红景天苷和酪醇提取率的影响

原料的粒径大小会影响提取过程中目标提取物的固液传质,另外,不同粒径的药材其组织结构

可能也会不同,因此需要对原料的粒径进行考察.本文控制微波提取条件与 2.1.1 相同,分别考查原料粒径为 830、250、150 μm 对红景天苷和酪醇含量的影响.结果见图 5(a).

由图 5(a)可知,随着原料粒径的增加红景天苷的含量先增加后减少,当原料粒径为 250 μm 时,红景天苷的含量最高.

2.3 不同提取温度对红景天苷和酪醇提取率的影响

一般情况下,随着温度升高物质的传质效率会提高,但过高的温度对天然活性成分的稳定性又是不利的,因此,需要对提取温度的影响进行考察.控制液固比、微波提取时间、功率与 2.1.1 相同,以质量分数 30% 的乙醇溶液为提取剂,控制温度分别为 30、40、50、60、70、80 $^{\circ}\text{C}$ 考查不同温度对红景天苷和酪醇含量的影响.结果见图 5(b).

由图 5(b)可知,随着温度的增加红景天苷的提取率先增加后减少最后趋于平缓,当温度为 60 $^{\circ}\text{C}$ 红景天苷的提取率最高,而酪醇含量随着温度的升高先增加再趋于平缓最后减少.这可能是高温红景天苷和酪醇分解,使得二者的含量减少.

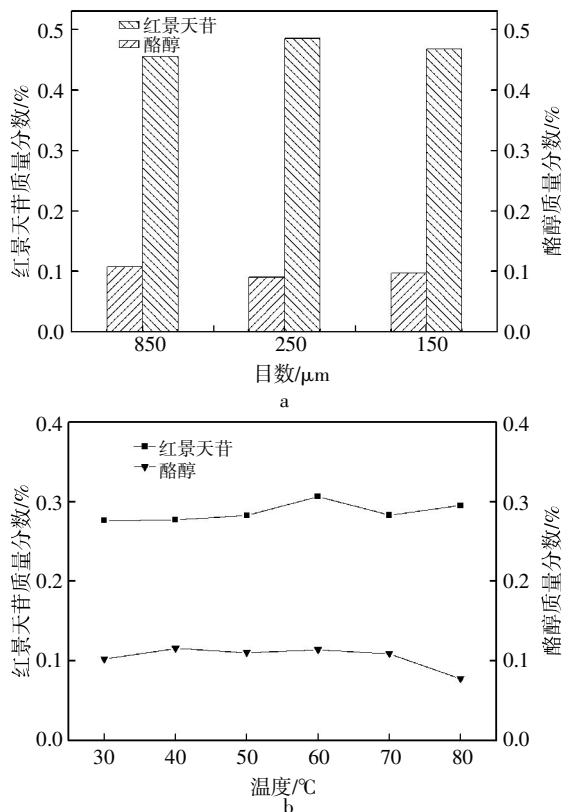


图 5 (a)不同原料粒径对红景天苷和酪醇提取率的影响;
(b)不同温度对红景天苷和酪醇提取率的影响

Fig.5 (a)Effect of different raw material particle size on the extraction of salidroside and tyrosol; (b)Effect of temperature on the extraction of salidroside and tyrosol

2.4 不同提取时间对红景天苷和酪醇提取率的影响

控制固液比、提取温度、微波功率与 2.1.1 相同,考查不同时间对红景天苷和酪醇提取率的影响.结果见图 6(a).

由图 6(a)可知,随着提取时间的增加,红景天苷的提取率逐渐增加最后趋于平衡,而酪醇的提取率随时间的增加没有明显的变化.这可能是酪醇的溶解度大、扩散速度快,在很短的时间内就能提取出来,时间对酪醇的提取没有很大的影响.

2.5 不同固液比对红景天苷和酪醇提取率的影响

控制液固比、提取时间、提取温度、微波功率与 2.1.1 相同,称取 0.5 g 处理过的干燥红景天粉末,固定提取条件为:微波提取温度 60 $^{\circ}\text{C}$,微波功率 600 W,提取时间 15 min,提取剂为质量分数 60% 的乙醇溶液,控制固液比为 10:1、20:1、30:1、40:1、50:1 考查不同的液固比对红景天苷和酪醇提取率的影响.结果见图 6(b).

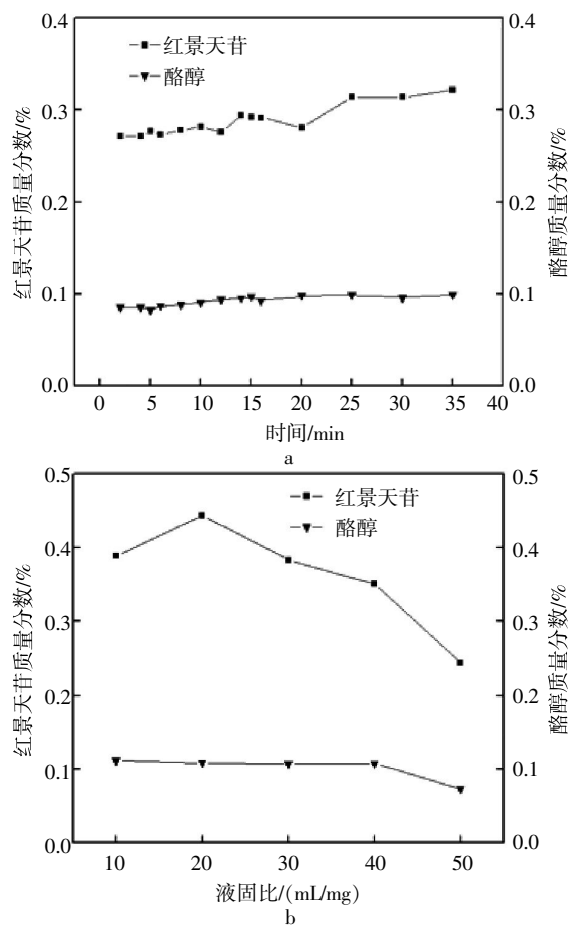


图 6 (a)不同提取时间比对红景天苷和酪醇提取率的影响;
(b)不同液固比对红景天苷和酪醇提取率的影响

Fig.6 (a)Effect of extraction time on the extraction of salidroside and tyrosol; (b) Effect of liquid-solid ratio on the extraction of salidroside and tyrosol

由图 6(b)可知,红景天苷的提取率随着液固比的增加先增加后减小,而酪醇的提取率随着液固比的增加而逐渐减小. 可能是液固比的增加,增加了红景天含和溶剂间的浓度差,使得传质速度加快,但是继续增加液固比则其他杂质也随着溶解出来影响了红景天苷和酪醇的溶出.

2.6 响应曲面实验结果与分析

根据实验结果,把所得到的实验数据进行回归拟合,分别得到二者的二元多次回归方程为:
 $R_1=0.863\ 5-0.014\ 71A+7.949\times10^{-4}B-0.015\ 04C-9.999\times10^{-5}AB+1.196\times10^{-4}AC-2.090\times10^{-5}BC+1.525\times10^{-4}A^2+1.004\times10^{-4}B^2+2.462\times10^{-4}C^2$; $R^2=0.021\ 85-3.172\times10^{-4}A+9.307\times10^{-5}B-4.098\times10^{-4}C-2.909\times10^{-6}AB+5.212\times10^{-7}AC-1.997\times10^{-6}BC+3.948\times10^{-6}A^2+1.670\times10^{-6}B^2+9.594\times10^{-6}C^2$,式中 R_1 、 R_2 分别为红景天苷和酪醇提取率的预测值, A 、 B 、 C 分别为乙醇浓度、提取时间以及液固比的编码值,见表 2.

对红景天苷的回归模型进行显著性分析,结果见表 3. 由表 3 的结果可以看出,该模型的 p 值为 0.000 1 小于 0.01,是极显著的,而失拟项的 p 值为 0.709 9 大于 0.05,是不显著的^[8].

对酪醇的回归模型进行显著性分析,结果见表 4. 由表 4 的结果可以看出,该模型的 p 值为 0.013 30 小于 0.05,是显著的,而失拟项的 p 值为 0.674 6 大于 0.05,是不显著的.

由表 3 可以得到,红景天苷模型的校正确定系数 R^2 为 0.971 3,并且修正相关系数 R^2_{Adj} 为

0.934 3,响应变异系数 CV 值为 3.130,说明该模型的拟合程度好,能够较好的预测红景天苷的提取工艺,得到的数据真实可信. 该模型的方程的一次项 A 和二次项 A^2 达到了极显著水平,交互项 AB 和二次项 C^2 达到了显著的水平,说明红景天苷的提取率与提取工艺之间是非线性的关系. 同理对酪醇的模型进行分析,可以得出相同的结论.

由于不同的等高线形状反应出两因素之间的

表 2 响应曲面的设计及结果

Table 2 Design and extraction results of response surface

实验号	A	B	C	$R_1/\%$	$R_2/\%$
1	0	0	0	0.400 9	0.011 20
2	-1	0	-1	0.540 0	0.014 60
3	1	-1	0	0.439 6	0.012 70
4	0	0	0	0.371 3	0.010 70
5	0	-1	-1	0.423 8	0.012 30
6	1	0	-1	0.417 0	0.012 90
7	-1	1	0	0.548 0	0.014 80
8	-1	-1	0	0.473 6	0.013 40
9	0	0	0	0.391 0	0.012 20
10	1	0	1	0.439 5	0.012 60
11	1	1	0	0.394 1	0.010 60
12	0	0	0	0.363 5	0.010 40
13	0	-1	1	0.422 1	0.011 70
14	0	0	0	0.374 5	0.010 20
15	0	1	-1	0.439 1	0.013 50
16	0	1	1	0.424 8	0.011 60
17	-1	0	1	0.466 9	0.013 80

表 3 红景天苷模型的方差分析

Table 3 Variance analysis of salidroside model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	p 值	显著性
模型	0.043 00	9	4.797×10^{-3}	26.28	0.000 1	显著
A	0.014 00	1	0.014 00	78.43	<0.000 1	
B	2.762×10^{-4}	1	2.762×10^{-4}	1.510	0.258 4	
C	5.522×10^{-4}	1	5.522×10^{-4}	3.030	0.125 5	
AB	3.599×10^{-3}	1	3.599×10^{-3}	19.72	0.003 000	
AC	2.286×10^{-3}	1	2.286×10^{-3}	12.52	0.009 500	
BC	3.929×10^{-5}	1	3.929×10^{-5}	0.220 0	0.656 7	
A ²	0.016 00	1	0.016 00	85.85	<0.000 1	
B ²	2.147×10^{-3}	1	2.147×10^{-3}	11.76	0.011 00	
C ²	2.552×10^{-3}	1	2.552×10^{-4}	13.98	0.007 300	
残差	1.278×10^{-3}	7	1.825×10^{-4}	--	--	
失拟项	3.415×10^{-4}	3	1.138×10^{-4}	0.490 0	0.709 9	不显著
纯误差	9.361×10^{-4}	4	2.340×10^{-4}	--	--	
总变异	0.440 0	16	--	--	--	

$R^2=0.971\ 3$, $R^2_{Adj}=0.934\ 3$, $CV\%=3.130$

注: $p<0.05$, 差异显著; $p<0.01$, 差异极显著

表 4 酪醇模型的方差分析

Table 4 Variance analysis of tyrosol model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	p 值	显著性
模型	2.904×10^{-5}	9	3.227×10^{-6}	6.080	0.013 30	显著
A	7.720×10^{-6}	1	7.720×10^{-6}	14.54	0.006 600	
B	2.312×10^{-8}	1	2.312×10^{-8}	0.044 00	0.840 6	
C	1.632×10^{-6}	1	1.632×10^{-6}	3.070	0.123 0	
AB	3.046×10^{-6}	1	3.046×10^{-6}	5.740	0.047 80	
AC	4.364×10^{-8}	1	4.364×10^{-8}	0.082 00	0.783 1	
BC	3.590×10^{-7}	1	3.590×10^{-7}	0.680 0	0.438 0	
A ²	1.050×10^{-5}	1	1.050×10^{-5}	19.87	0.003 000	
B ²	5.946×10^{-7}	1	5.946×10^{-7}	1.120	0.325 1	
C ²	3.875×10^{-6}	1	3.875×10^{-6}	7.300	0.030 60	
残差	3.716×10^{-6}	7	5.308×10^{-7}	--	--	
失拟项	1.085×10^{-6}	3	3.617×10^{-7}	0.550 0	0.674 6	不显著
纯误差	2.631×10^{-6}	4	6.577×10^{-7}	--	--	
总变异	3.276×10^{-5}	16	--	--	--	

$R^2=0.886\ 6, R^2_{Adj}=0.740\ 7, CV\%=5.920$

注: $p < 0.05$, 差异显著; $p < 0.01$, 差异极显著

交互作用不同, 圆形等高线表明两个试验因素之间的交互作用不显著, 而马鞍形和椭圆形等高线则相反^[9]. 为了进一步研究本实验所选取的各个变量之间的交互作用, 下文将利用响应曲面图和等高线图来进行分析.

2.6.1 响应曲面分析 图 7、图 8 分别显示了不同交叉因素对红景天苷和酪醇提取率的交互影响.

图 7(a)、7(b)为乙醇质量分数和提取时间的交互作用对红景天苷提取率影响, 从图中可以看出乙醇质量分数和提取时间交互作用显著, 沿乙醇质量分数轴方向的等高线密集, 沿提取时间轴方向等高线稀疏, 说明乙醇质量分数对红景天苷的提取率影响比提取时间显著, 与表 3 的数据一致. 低浓度乙醇有利于红景天苷的提取, 在等高线图中显示为曲线较陡.

图 7(c)、7(d)为乙醇质量分数和液固比的交互作用对红景天苷提取率影响, 从图中可以看出对于红景天苷提取率乙醇质量分数和液固比交互作用是显著的, 沿乙醇质量分数轴方向的等高线密度比沿液固比轴方向变化大, 说明乙醇质量分数对红景天苷的提取率影响大于液固比, 与表 3 的数据相符. 并且低质量分数的乙醇对红景天苷的提取是有利的, 是因为该区域曲线较陡; 而在低乙醇质量分数区, 液固比的曲线比较陡峭, 低的液固比有利红景天苷的提取.

图 7(e)、7(f)为提取时间和液固比的交互作用对红景天苷提取率影响, 从图中可以看出提取时

间和液固比交互作用不显著, 沿提取时间轴方向和液固比轴方向等高线密度变化不大, 是一组同心圆, 说明二者对红景天苷的提取率影响都不大.

图 8(a)、8(b)为乙醇质量分数和提取时间的交互作用对酪醇提取率影响. 从图中可以看出提取时间和乙醇质量分数交互作用是显著的, 沿乙醇质量分数轴方向的等高线密集, 沿时间轴方向等高线稀疏, 说明乙醇质量分数对酪醇的提取率影响比提取时间显著, 与表 4 的数据一致. 低质量分数乙醇有利于酪醇的提取, 在等高线图中显示为曲线较陡.

图 8(c)、8(d)为乙醇质量分数和液固比的交互作用对酪醇提取率影响. 从图中可以看出对于酪醇提取率乙醇质量分数和液固比交互作用是不显著的, 但是沿乙醇质量分数轴方向的等高线密度比液固比轴方向变化大, 说明乙醇质量分数对酪醇提取率影响大于液固比, 与表 4 数据相符. 低质量分数乙醇有利于酪醇的提取, 在等高线图中显示为曲线较陡.

图 8(e)、8(f)为提取时间和液固比的交互作用对酪醇提取率影响. 从图中可知沿液固比轴方向的等高线变化略大于沿提取时间轴方向, 而在长时间区, 液固比曲线更为陡峭, 因此长的提取时间有利于酪醇的提取.

对所得到的回归方程进行一阶求偏导, 令其等于零, 分别得到 $A=20, B=35, C=10$, 转换后红景天苷和酪醇最佳提取条件为乙醇质量分数为

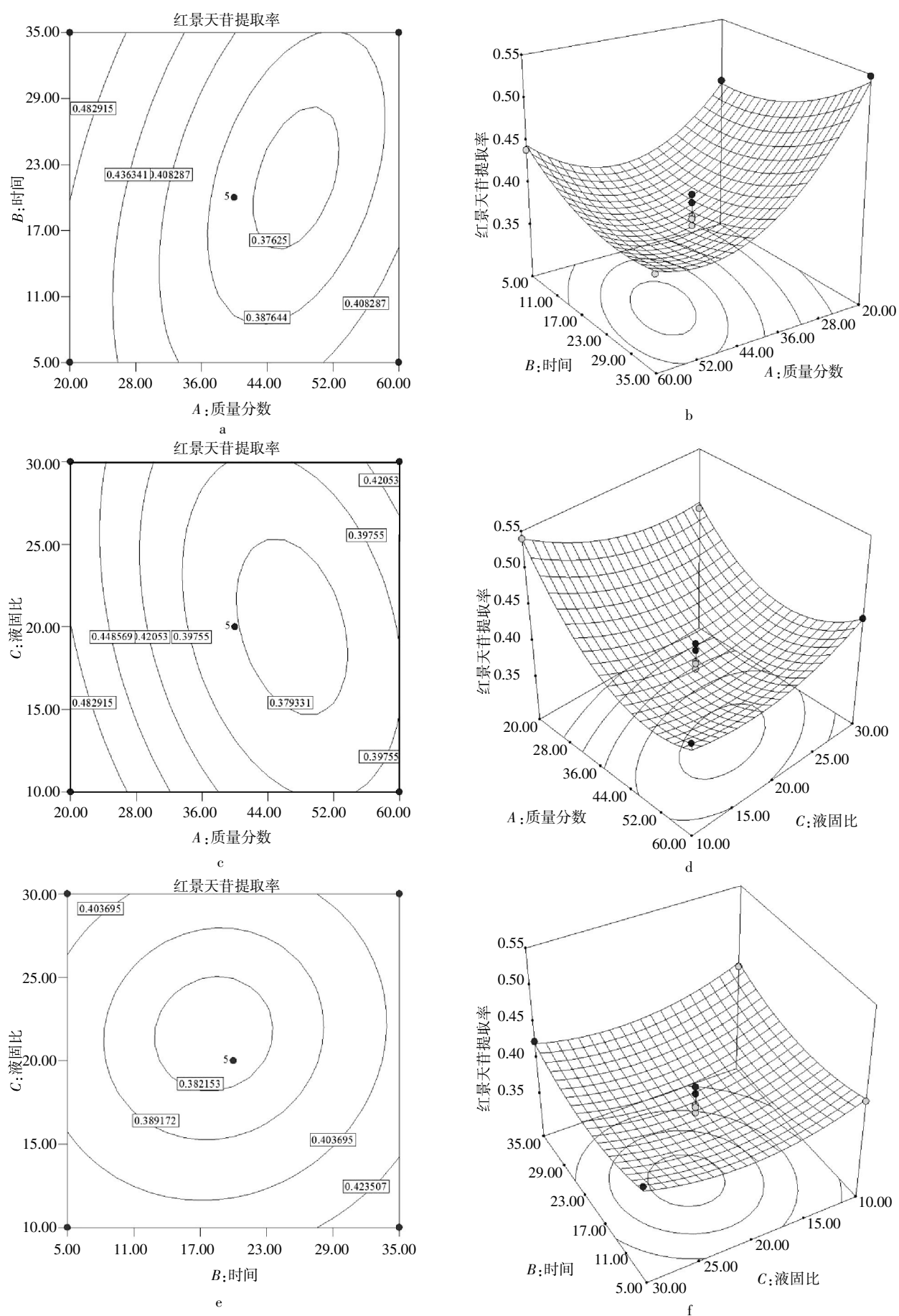


图7 对红景天苷提取率影响的响应面和等高线图

Fig.7 Response surface plots and contour plots of the effect of different factors on the extraction of salidroside

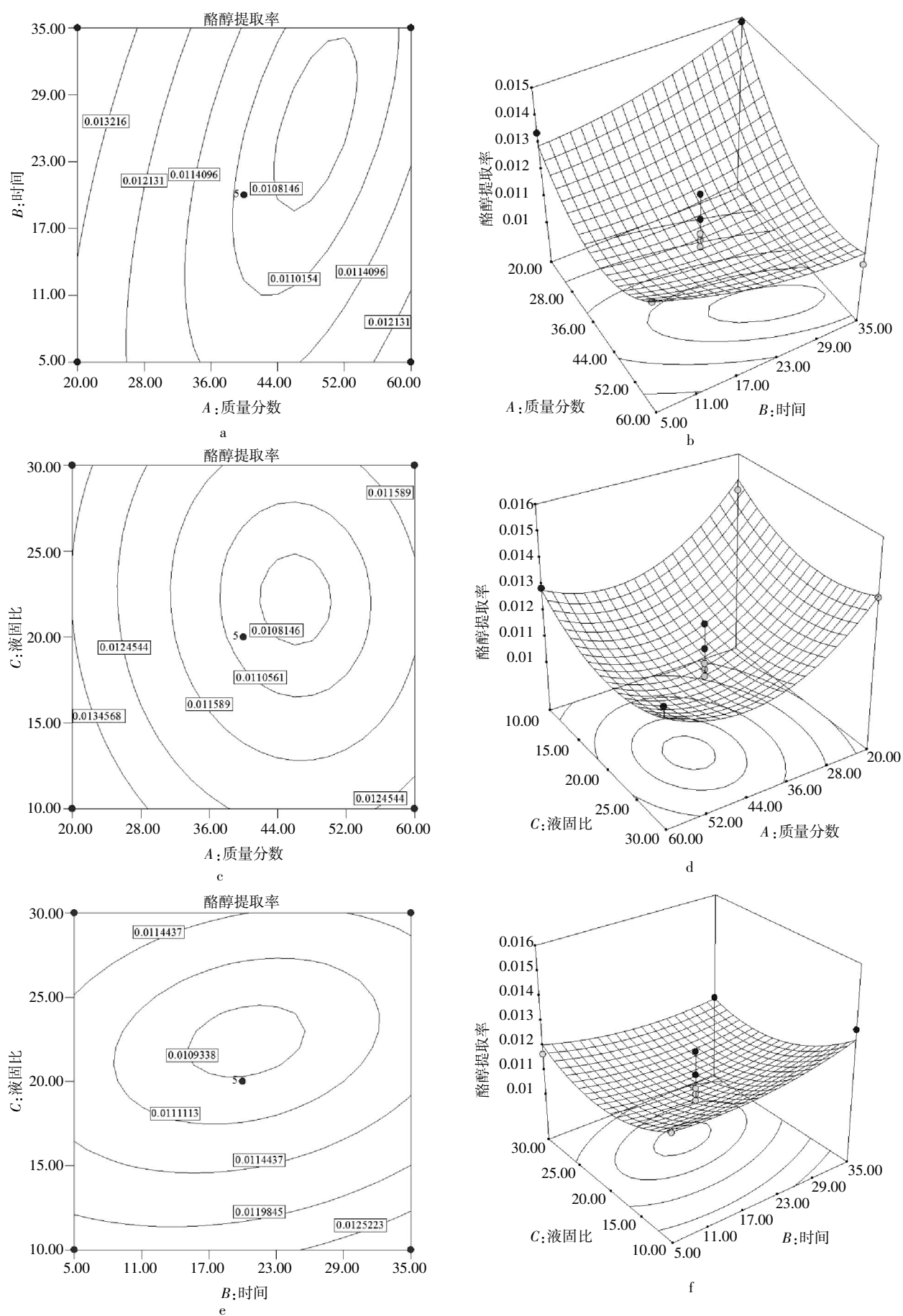


图 8 各因素对酪醇提取率影响的响应面和等高线图

Fig. 8 Response surface plots and contour plots of the effect of different factors on the extraction of tyrosol

20%,提取时间 35 min,液固比为 10,在此条件下提取的红景天苷和酪醇的理论值分别为 0.601 7%,0.166 0%。

2.6.2 验证实验 为验证该最佳提取工艺的可靠性,采用上述得到的响应面优化结果进行红景天苷和酪醇的提取的验证,设定提取温度 60 ℃,微波功率 600 W。得到红景天苷和酪醇的提取率分别为 0.597 2%,0.158 0%,与理论值相差较小,因此利用响应曲面法优化红景天苷和酪醇的提取工艺是有效可行的。

3 结 语

本实验在单因素实验的基础上,通过响应曲面优化提取工艺,建立了二次多项数学模型。该方法能够给出图形,比较直观的得出各试验因素的显著性及相互作用,能够直接得结果,而传统的正交实验设计则受到了限制^[10-12]。经过优化红景天苷和酪醇的最优提取条件为:提取温度 60 ℃、微波功率 600 W、提取时间 35 min、乙醇质量分数 20%、液固比 10:1,在此条件下做三次平行试验,红景天苷和酪醇的提取率为 0.597 2%、0.158 0%,与理论值最大提取率 0.601 7%、0.166 0%接近。说明将响应曲面法运用到红景天苷和酪醇的提取工艺中能够减少操作工艺的盲目性,进一步为实验提供理论依据。

致 谢

感谢国家自然科学基金委对本研究的支持。

参考文献:

- [1] 中国科学院中国植物志编委会. 中国植物志 (34 卷) [M]. 北京:科学出版社,1984:161.
China flora editorial board of Chinese Academy of Sciences. Chinese journal of flora (34 volume) [M]. Beijing: Science Press,1984:161.(in Chinese)
- [2] 袁瑜,张良,李玉锋. 红景天活性成分及药理作用[J]. 食品与药品,2007,9(5):54-56.
YUAN Yu,ZHANG Liang,LI Yu-feng. Active components and pharmacological action of integripetal rhodiola herb [J]. Food and Drug,2007,9 (05):54-56.(in Chinese)
- [3] 吴少雄,郭祀远,李琳,等. 超声波法提取大花红景天有效成分的工艺研究[J]. 食品科技,2006(1):46-48.
WU Shao-xiong,GUO Si-yuan,LI lin, et al. Research on ultrasonic wave extraction of efficacious composition in rhodiola crenulata[J]. Food Science and Technology,2006(1):46-48.(in Chinese)
- [4] 王化田,祖元刚,毛子军. 超临界 CO₂ 萃取红景天中红景天苷、苷元酪醇的研究[J]. 植物研究,2004,24(4):462-465.
WANG Hua-tian,ZU Yuan-gang,MAO Zi-jun. Study on supercritical CO₂ extraction of salidroside and p-tyrosol in rhodiola sachalinensis [J]. Plant Research,2004,24(4):462-465.(in Chinese)
- [5] 何宝佳,魏蔚. 不同产地红景天中红景天苷提取工艺研究 [J]. 通化师范学院学报:自然科学版,2013,34(5):42-43.
HE Bao-jia,WEI Wei. Study on extraction process of salidroside from different regions of rhodiola sachalinensis[J]. Journal of Tonghua Normal University: Natural Sciences,2013,34(5):42-43.(in Chinese)
- [6] Deng C,Liu N,Gao M,et al. Recent developments in sample preparation techniques for chromatography analysis of traditional Chinese medicines[J]. Journal of Chromatography A,2007,1153(1): 90-96.
- [7] 王丽昀. 微波辅助提取天然产物有效成分工艺研究 [D]. 北京:北京化工大学,2010.
WANG Li-jun,Microwave-assisted extraction of effective components from natural product [D]. Beijing: Beijing University of Chemical Technology,2010. (in Chinese)
- [8] 国蓉,李剑君,刘伟. 采用响应曲面法优化甘草饮片中草酸的超声提取工艺[J]. 西北农林科技大学学报:自然科学版,2006,34(9):187-192.
GUO Rong,LI Jian-jun,LIU Wei. Optimization of the ultrasonic extraction technique of glycyrrhizic acid by using response surface methodology [J]. Journal of Northwest Agriculture and Forestry University: Natural Sciences,2006,34(9):187-192.(in Chinese)
- [9] Muralidar R V,chirmamila R R,Merchant R. Response surface approach for the comparison of lipase production by Candida using two different carbon sources[J]. Biochemistry Engineering Journal,2001(9):17.
- [10] 徐媛,王鲁峰,徐晓云,等. 响应曲面法优化红葡萄柚番茄红素的提取工艺 [J]. 食品科学,2010,31(22):255-259.
XU Yuan,WANG Lu-feng,XU Xiao-yun,et al. Optimization of lycopene extraction from red grapefruit by response surface methodology [J]. Food Science,2010,31(22):255-259.(in Chinese)
- [11] 张泽志,高霞,林钰. 用响应面法优化微波提取花生壳总黄酮工艺[J]. 河南工业大学学报:自然科学版,2010,31(4):32-36.
ZHANG Ze-zhi,GAO Xia,LIN Jue. Optimization of Microwave-Assisted extraction of total flavones from

- peanut hull by response surface methodology[J]. Journal of Henan University of Technology: Natural Sciences, 2010, 31(4): 32–36. (in Chinese)
- [12] 李小菊, 张越非, 钟玲, 等. 响应曲面法优化微波辅助提取魔芋甘露聚糖的工艺研究 [J]. 时珍国医国药, 2013, 24(3): 525–529.
- LI Xiao-ju, ZHANG Yue-fei, ZHONG Ling, et al. Optimization of microwave assisted the extraction of konjac glucomannan by response surface methodology[J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2013, 24(3): 525–529. (in Chinese)

Optimization of extraction of salidroside and tyrosol by response surface methodology

LIU Di¹, ZHANG Yue-fei^{2*}, LIU Zhe², WANG Jue-jue¹, CHI Ru-an²

1. School of Chemistry and Environmental Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China ;
2. School of Chemical Engineering and Pharmacy, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China

Abstract: A microwave-assisted extraction method of salidroside and tyrosol from the *Rhodiola* was optimized by response surface method (RSM). The extraction process were simulated and the main factors affecting the extraction, such as the kinds and concentrations of solvent, liquid/solid ratio of solvent to sample, irradiation time, irradiation temperature were investigated. Based on single factor experiments, Box-Behnken central composite experimental design of RSM was used to explore the effects of extraction time, ethanol concentration, liquid-solid ratio and their cross-interactions on the yields of salidroside and tyrosol. Two extraction regression equations of salidroside and tyrosol were established respectively through experiments and the optimal conditions obtained by RSM are extraction time of 35 min, ethanol concentration of 20%, solid-liquid ratio of 1:10. The yields of salidroside and tyrosol are 0.597 2% and 0.158%, respectively, which is well agreement with the yield predicted by the model.

Keywords: microwave assisted extraction; salidroside; tyrosol; response surface methodology

本文编辑:张 瑞