

基于响应面法的鸡矢藤挥发油提取工艺优化研究

安莉¹, 刘腾恬², 单娜², 党艳妮², 杨祎辰², 马存德^{1*}

(1. 陕西国际商贸学院 陕西咸阳 712046; 2. 陕西步长制药有限公司 陕西西安 710075)

摘要 以鸡矢藤为原料, 在单因素试验基础上, 使用 Box-Behnken 响应面法, 将鸡矢藤挥发油含量作为响应值, 建立数学回归模型, 分析优化提取鸡矢藤挥发油工艺。结果表明, 鸡矢藤挥发油最佳提取工艺参数是粒径 429 μm 、料液比 1:9.3 (g:mL)、提取时间 2.63 h, 在该条件下, 挥发油含量为 3.12%。鸡矢藤挥发油提取稳定、可靠。

关键词 鸡矢藤; 挥发油; 响应面法; 提取工艺优化

中图分类号 R284.2 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2023)10-0149-04

doi: 10.3969/j.issn.0517-6611.2023.10.033



开放科学(资源服务)标识码(OSID):

Study on Optimization of Extraction Process of Volatile Oil from *Paederia scandens* Based on Response Surface Method

AN Li¹, LIU Teng-tian², SHAN Na² et al (1. Shaanxi Institute of International Trade & Commerce, Xianyang, Shaanxi 712046; 2. Shaanxi Buchang Pharmaceutical Co., Ltd., Xi'an, Shaanxi 710075)

Abstract *Paederia scandens* was used as the raw material, on the basis of single-factor experiment, the Box-Behnken response surface method was used to establish a mathematical regression model using the volatile oil content of *Paederia scandens* as the response value, and to analyze and optimize the extraction process of *Paederia scandens* volatile oil. The results showed that the optimal extraction process parameter for volatile oil from *Paederia scandens* was particle size 429 μm , solid-liquid ratio 1:9.3 (g:mL), extraction time 2.63 hours. Under this condition, the volatile oil content was 3.12%. The extraction of volatile oil from *Paederia scandens* was stable and reliable.

Key words *Paederia scandens*; Volatile oil; Response surface method; Extraction process optimization

鸡矢藤为我国常用的民间传统中草药, 药用历史悠久, 又称鸡屎藤、臭藤、狗屁藤等, 始载于《本草纲目拾遗》。清代赵学敏谓“搓其叶嗅之, 有臭气, 故名为臭藤”^[1]。鸡矢藤的诸“臭”、诸“屎”之名皆来源于其具有的臭气。鸡矢藤为茜草科草本植物, 其根、茎、叶及果实均可入药^[2], 性味为味甘、微苦, 性平, 具有祛风利湿、消食化积、止咳、止痛等功能, 用于风湿痹痛、消化不良、小儿疳积等, 是我国苗族、傣族、壮族、土家族、黎族等民族的民间习用药。现代药理研究表明, 鸡矢藤主要化学成分有苷类、黄酮类、挥发油等^[3], 主要的药理作用有抗炎、镇痛及抗肿瘤等^[4], 临床常用于治疗癌症疼痛、糖尿病及胃肠疾病等^[5]。挥发油为鸡矢藤药材中主要的药效成分之一, 具有多种药理活性。整理收集文献发现, 鸡矢藤挥发油的研究主要集中在挥发油成分的 GC-MS 分析及抗菌抗病毒活性等药理作用研究^[6-8], 而关于鸡矢藤挥发油提取工艺则鲜见系统性报道。该研究以鸡矢藤药材为原料, 参照《中华人民共和国药典》(以下简称《药典》) 2020 年版(四部) 通则 2024 挥发油测定法(甲法) 提取其挥发油组分, 通过单因素试验考察提取工艺参数, 利用响应面设计法对鸡矢藤挥发油的提取工艺进行优化, 以为鸡矢藤药材挥发油的提取提供数据支持, 也为鸡矢藤资源的合理开发利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料 供试鸡矢藤药材购于亳州中药材市场, 经陕

西步长制药有限公司马存德主任药师鉴定为茜草科植物鸡矢藤 [*Paederia scandens* (Lour.) Merr.]。

1.2 仪器 98-I-C 数显控温电热套(天津市泰斯特仪器有限公司); 5、10、24、35、100 目标准检验筛(绍兴市上虞华丰五金仪器有限公司); 高速多功能粉碎机(上海市天祺盛世科技有限公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 鸡矢藤挥发油提取。按照《中国药典》2020 年版(四部) 通则中挥发油测定法(甲法), 计算供试品的挥发油含量。

1.3.2 工艺参数的筛选及优化。以提取的挥发油含量作为评价指标, 考察粒径、料液比、浸泡时间、提取时间 4 个单因素对鸡矢藤挥发油含量的影响。最后根据单因素试验结果, 选取 3 个影响因素, 设置 3 个水平, 采用 Design Expert 11 软件中的 Box-Behnken 响应面设计方法, 以鸡矢藤挥发油含量为评价指标, 建立数学回归模型, 考察 3 个影响因素之间的交互对挥发油含量的影响, 对现行的鸡矢藤挥发油提取工艺进行优化。

1.3.3 验证试验。验证试验的目的是为确定最终优化的工艺的稳定性及可操作性, 经过响应面试验的优化后, 考虑到试验误差和实际生产有差异, 按照最终确定的提取工艺, 重复进行试验 3 次, 对最佳的提取工艺进行验证。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 粒径对鸡矢藤挥发油含量的影响。分别称取不同粒径(4 000、2 000、850、500、150 μm) 的鸡矢藤样品 5.000 g, 按照挥发油提取条件[料液比 1:8 (g:mL)、浸泡时间 1 h、提取时间 2 h] 进行鸡矢藤挥发油的提取工艺试验, 考察粒径对鸡矢藤挥发油含量的影响, 结果见图 1。从图 1 可以看出, 随

基金项目 2018 年中医药公共卫生服务补助资金项目(财社(2018)43 号); 2019 年医疗服务与保障能力提升补助资金项目(财社(2019)39 号)。

作者简介 安莉(1987—), 女, 陕西西安人, 中药师, 硕士, 从事中药药效物质基础研究。* 通信作者, 副主任药师, 从事中药标准化栽培与管理、中药资源及鉴定研究。

收稿日期 2022-06-28

着粒径的减小,鸡矢藤挥发油含量先急剧增加后缓慢下降,在粒径为 500 μm 时,鸡矢藤挥发油含量最高,为 3.02%。

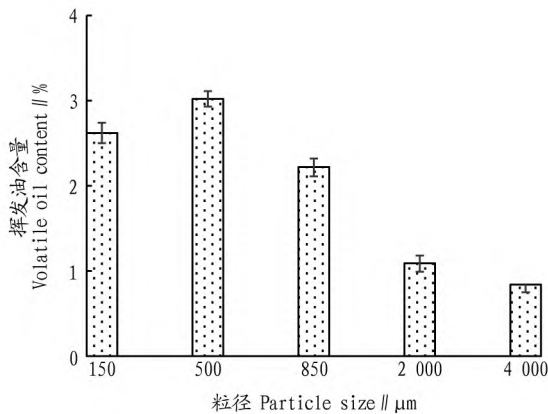


图1 粒径对鸡矢藤挥发油含量的影响

Fig.1 Effect of particle size on the content of volatile oil of *Paederia scandens*

2.1.2 料液比对鸡矢藤挥发油含量的影响。按照鸡矢藤挥发油提取条件(粒径 500 μm 、浸泡时间 1 h、提取时间 2 h),同时固定加水量为 200 mL,依次称定相应的鸡矢藤样品适量,考察料液比对鸡矢藤挥发油含量的影响,结果见图 2。从图 2 可以看出,随着料液比的降低,鸡矢藤挥发油含量大体呈现先增加后下降的趋势,在料液比为 1:8 时,鸡矢藤挥发油含量最高,为 3.12%。

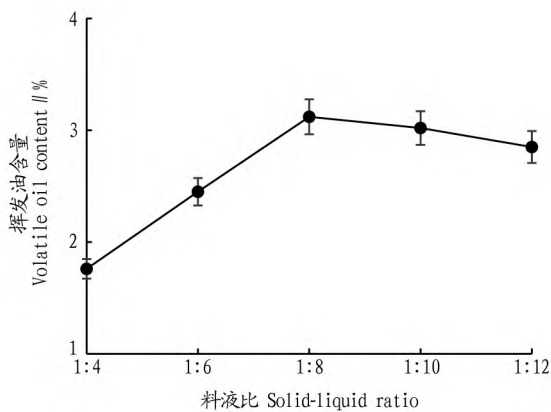


图2 料液比对鸡矢藤挥发油含量的影响

Fig.2 Effect of solid-liquid ratio on the content of volatile oil of *Paederia scandens*

2.1.3 浸泡时间对鸡矢藤挥发油含量的影响。分别称定过 35 目筛的鸡矢藤样品 5.000 g(粒径 500 μm),按照鸡矢藤挥发油提取条件(料液比 1:8、提取时间 2 h),考察浸泡时间对鸡矢藤挥发油含量的影响,结果见图 3。从图 3 可以看出,随着浸泡时间的延长,鸡矢藤挥发油含量变化不大,在浸泡时间 1 h 时,鸡矢藤挥发油含量最高,为 3.07%,较浸泡时间 0 h 时提高 3.02%。

2.1.4 提取时间对鸡矢藤挥发油含量的影响。分别称定过 35 目筛的鸡矢藤样品 5.000 g,按照鸡矢藤挥发油提取条件(料液比 1:8、浸泡时间 1 h),考察提取时间对鸡矢藤挥发油含量的影响,结果见图 4。从图 4 可以看出,随着提取时间的

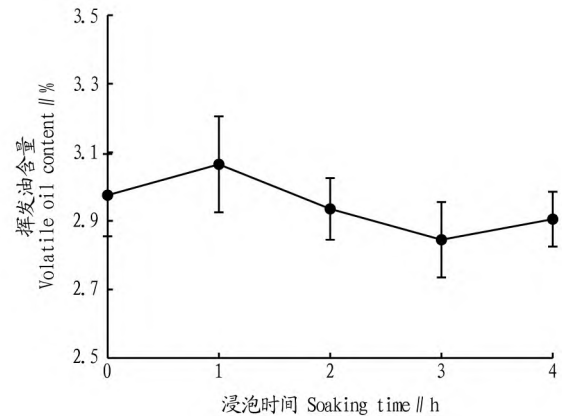


图3 浸泡时间对鸡矢藤挥发油含量的影响

Fig.3 Effect of soaking time on the content of volatile oil of *Paederia scandens*

延长,鸡矢藤挥发油含量呈现先增加后下降的趋势,在提取时间为 2.5 h 时,鸡矢藤挥发油含量最高,为 3.09%。

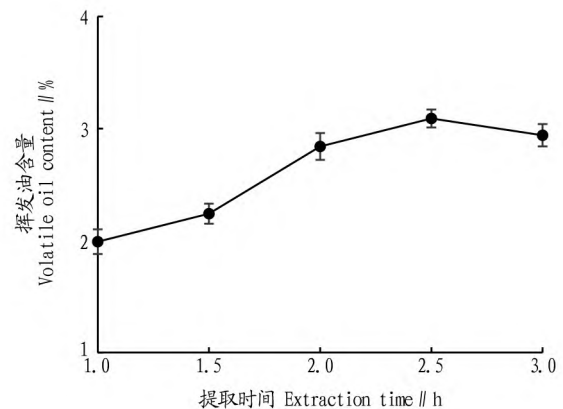


图4 提取时间对鸡矢藤挥发油含量的影响

Fig.4 Effect of extraction time on the content of volatile oil of *Paederia scandens*

2.2 响应面法优化挥发油提取工艺 基于鸡矢藤挥发油提取的单因素试验结果,结合实际生产条件与成本,筛选出粒径(A)、料液比(B)、提取时间(C)3个因素,采用 Box-Benhnken 响应面设计 3 因素 3 水平试验方案,试验因素与水平见表 1。

表1 Box-Benhnken 响应面试验因素与水平

Table 1 Factors and levels of Box-Benhnken response surface test

水平 Level	因素 Factor		
	A(粒径 Particle size / μm)	B(提取时间 Extraction time / h)	C(料液比 Solid-liquid ratio)
-1	150	2.0	1:6
0	500	2.5	1:8
1	850	3.0	1:10

通过 Box-Benhnken 响应面试验对鸡矢藤挥发油含量建立数学模型,优化提取工艺参数,共 15 个试验点,对 15 组试验点分别进行试验,并计算鸡矢藤挥发油含量,试验设计与结果见表 2。

表 2 Box-Benhknen 响应面试验设计与结果
Table 2 Design and results of Box-Benhknen response surface test

序号 No.	A	B	C	挥发油含量 Volatile oil content // %
1	0	1	1	2.77
2	0	0	0	3.00
3	-1	0	-1	2.64
4	1	0	-1	2.08
5	0	0	0	2.80
6	-1	0	1	2.78
7	0	-1	1	2.60
8	-1	-1	0	2.52
9	1	0	1	2.60
10	-1	1	0	2.62
11	0	0	0	3.22
12	0	1	-1	2.46
13	0	-1	-1	2.32
14	1	1	0	2.44
15	1	-1	0	2.22

运用 Design Expert 11 软件对表 2 中的数据进行二次多元回归拟合,得到鸡矢藤挥发油含量(*Y*)与各因素之间的回归方程 $Y = 3.01 + 0.152\ 5A + 0.078\ 7B + 0.156\ 3C - 0.030\ 0AB + 0.095\ 0AC + 0.007\ 5BC - 0.284\ 6A^2 - 0.272\ 1B^2 - 0.197\ 1C^2$ 。由方程可知,各因素对鸡矢藤挥发油含量的影响从大到小依次为 $C > A > B$,即料液比对鸡矢藤挥发油含量的影响最大,其次是粒径,提取时间的影响最小。对上述回归模型进行方差分析,结果见表 3。

从表 3 可以看出,该数学模型中的 *P* 值 <0.05 ,说明该响应面回归模型显著,且模型失拟项 $P > 0.05$ 不显著,说明方程对试验拟合较好。模型中 *A*、*C*、 A^2 、 B^2 、 C^2 项具有显著性,对

各因素绘制曲面图和等高线图,反映各因素对响应值的影响以及最优条件下各因素的取值结果,详见图 5。

根据 Box-Benhknen 响应面优化设计试验结果和拟合的回归方程,采用 Design Expert 11 软件拟合后得到最优挥发油提取工艺参数:粒径 429 μm、料液比 1∶9.3(g∶mL)、提取时间 2.63 h,在此条件下得到的挥发油含量为 3.05%。

2.3 工艺验证 为验证响应面法所得结果的可操作性,确定该工艺的优劣和稳定性,精密称定鸡矢藤样品 5.000 g,按照上述得到的最优提取工艺参数(粒径 429 μm、料液比 1∶9.3、提取时间 2.63 h),重复试验 3 次,分别计算挥发油含量,平均值为 3.12%(*RSD* = 2.98% $n = 3$)。

3 结论与讨论

鸡矢藤属于药食两用植物^[9],并且关于鸡矢藤人工繁殖和栽培方面的报道少,说明目前对于鸡矢藤的利用主要依赖于野生资源,长此以往,对野生资源的破坏严重。因此,要合理利用有限的资源。

近年来,有关鸡矢藤挥发油提取工艺的研究报道不多,主要集中在挥发油成分、化学成分以及挥发油抗菌活性评价等方面,何开家等^[10]采用水蒸气蒸馏法提取鸡矢藤挥发油;林雪容等^[11]采用微波辅助提取鸡屎藤茎挥发油,运用正交试验分析,考察了微波功率、辐射时间等影响提取率的几个主要因素,最终确定最佳提取工艺,挥发油提取率达 1.51%;上述 2 种方法操作复杂、提取时间过长,不便于工业化生产。

该研究通过参考 2020 年版《中国药典》挥发油测定法,利用响应面设计法对鸡矢藤挥发油的提取工艺进行优化,规范提取技术路线,得到一种方法简便、易操作、重现性好的最佳提取工艺,以期为鸡矢藤挥发油的提取提供数据支持,也为鸡矢藤药材资源的合理开发利用提供参考依据。

表 3 响应面试验方差分析结果
Table 3 ANOVA results of response surface test

方差来源 Source of variation	平方和 SS	自由度 df	均方差 MS	<i>F</i> 值 <i>F</i> value	<i>P</i> 值 <i>P</i> value
模型 Model	1.090 0	9	0.121 6	6.25	0.028 8
<i>A</i>	0.186 1	1	0.186 1	9.56	0.027 1
<i>B</i>	0.049 6	1	0.049 6	2.55	0.171 3
<i>C</i>	0.195 3	1	0.195 3	10.03	0.024 9
<i>AB</i>	0.003 6	1	0.003 6	0.184 9	0.685 1
<i>AC</i>	0.036 1	1	0.036 1	1.850 0	0.231 4
<i>BC</i>	0.000 2	1	0.000 2	0.011 6	0.918 6
A^2	0.299 0	1	0.299 0	15.36	0.011 2
B^2	0.273 3	1	0.273 3	14.04	0.013 3
C^2	0.143 4	1	0.143 4	7.37	0.042 1
残差 Residual	0.097 3	5	0.019 5		
失拟项 Misfitting term	0.009 1	3	0.003 0	0.068 5	0.971 5
纯误差 Pure error	0.088 3	2	0.044 1		
总误差 Total error	1.190 0	14			

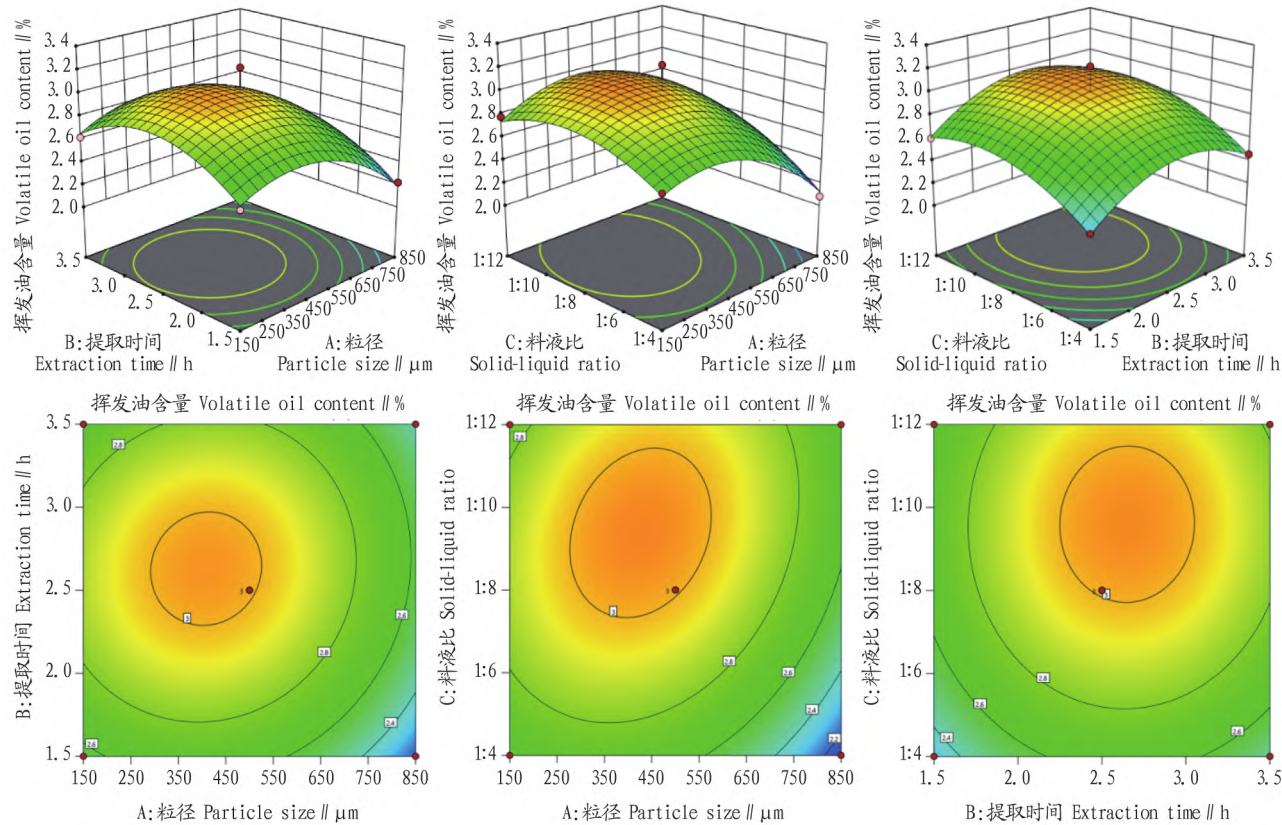


图5 各因素交互作用对鸡矢藤挥发油含量影响的曲面和等高线

Fig.5 Curved surface and contour lines of the interaction of various factors on the volatile oil content of *Paederia scandens*

参考文献

[1] 高天元, 马玲, 蒋桂华. 鸡矢藤的药用情况考证[J]. 中国药房, 2020, 31(1): 67-74.

[2] 王星星, 王重娟, 李仲昆. 鸡矢藤的化学成分及药理活性研究进展[J]. 世界中医药, 2021, 16(5): 826-830.

[3] 胡明勋, 马逾英, 蒋运斌, 等. 鸡矢藤的研究进展[J]. 中国药房, 2017, 28(16): 2277-2280.

[4] 陈宇峰. 鸡屎藤(*Paederia scandens*) 活性物质和镇痛药理活性研究[D]. 上海: 第二军医大学, 2009.

[5] 王琨. 鸡屎藤化学成分及其抗菌活性研究[D]. 西安: 陕西科技大学, 2015.

[6] 余爱农, 龚发俊, 刘定书. 鸡屎藤鲜品挥发油化学成分的研究[J]. 湖北民族学院学报(自然科学版), 2003, 21(1): 41-43.

[7] 任竹君, 赵鸿宾, 姜艳萍, 等. 鸡屎藤挥发油化学成分分析[J]. 黔南民族医学学报, 2011, 24(3): 168-170.

[8] 马养民, 毛远, 傅建熙. 鸡屎藤挥发油化学成分的研究[J]. 西北植物学报, 2000, 20(1): 145-148.

[9] 李晓斌, 曾冬琴, 陆文, 等. 药食两用植物鸡屎藤扦插育苗技术研究[J]. 热带林业, 2018, 46(1): 12-14.

[10] 何开家, 刘布鸣, 董晓敏, 等. 广西鸡屎藤挥发油化学成分 GC-MS-DS 分析研究[J]. 广西科学, 2010, 17(2): 138-140.

[11] 林雪容, 殷希, 王艳艳, 等. 微波辅助提取鸡屎藤茎挥发油及其成分分析[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(32): 19738-19739.