

## 响应面法优化茯苓超微粉碎工艺的研究

蔡丹凤<sup>1</sup>, 吴长辉<sup>2</sup>, 唐闽杰<sup>3</sup>, 朱忠敏<sup>2</sup>, 陈丹红<sup>3</sup>

(1. 福建卫生职业技术学院, 福建福州 350101; 2. 福建仙芝楼生物科技有限公司, 福建福州 350002;  
3. 福建省测试技术研究所, 福建福州 350001)

**摘要:**【目的】探究茯苓超微粉碎适宜的工艺技术参数。【方法】应用振动磨超微粉碎技术制备茯苓超微粉。以茯苓微粉平均粒径(D50)作为评价指标, 在单因素实验的基础上, 观察投料量、含水量及粉碎时间对微粉D50的影响, 并采用响应面法优化超微粉碎工艺技术参数。【结果】茯苓微粉制备的最适工艺参数: 投料量为200 g, 原料含水量为5.3%, 粉碎时间为32 min, 预测D50为21.23  $\mu\text{m}$ , 验证D50为(21.46 $\pm$ 0.51)  $\mu\text{m}$ 。【结论】工艺参数条件与茯苓微粉粒径的相关性良好, 响应面对茯苓超微粉碎工艺具有较好的指导意义。

**关键词:** 茯苓; 超微粉碎; 响应面法; 工艺优化

中图分类号: R284.2

文献标志码: A

文章编号: 1007-3213(2021)07-1467-05

DOI: 10.13359/j.cnki.gzxbtcm.2021.07.029

## Optimization of Ultrafine Comminution Process for *Poria cocos* by Response Surface Methodology

CAI Dan-Feng<sup>1</sup>, WU Chang-Hui<sup>2</sup>, TANG Min-Jie<sup>3</sup>,  
ZHU Zhong-Min<sup>2</sup>, CHEN Dan-Hong<sup>3</sup>

(1. Fujian Health College, Fuzhou 350101 Fujian, China; 2. Fujian Xianzhilou Biotechnology Co.Ltd., Fuzhou 350002 Fujian, China; 3. Fujian Testing Technology Institute, Fuzhou 350001 Fujian, China)

**Abstract:** **Objective** To explore the appropriate process parameters of the ultrafine comminution for *Poria cocos*. **Methods** An ultrafine comminution process was applied for preparing the submicron powder of *Poria cocos* by vibratory mill. Using average particle diameter (D50) of *Poria cocos* submicron powder as evaluation index, we observed the effects of material input, water content and milling time on superfine D50 based on single factor experimental design, and applied the response surface methodology to optimize the process parameters of the ultrafine comminution for *Poria cocos*. **Results** The most appropriate process parameters for *Poria cocos* submicron powder were as follows: material input was 200 grams, water content was 5.3%, and milling time was 32 minutes. The predicted D50 value was 21.23  $\mu\text{m}$ , ultimately D50 value was identified as (21.46  $\pm$  0.51)  $\mu\text{m}$ . **Conclusion** There is good correlation between conditions of process parameters and diameter of *Poria cocos* submicron powder particles, and there is a better guiding significance for *Poria cocos* ultrafine comminution process by using response surface methodology.

**Keywords:** *Poria cocos*; ultrafine comminution; response surface methodology; optimization

茯苓 [*Poria cocos* (Schw.) Wolf] 属多孔菌科真菌, 以菌核入药, 味甘淡, 性平, 具有益气宁心、健脾和胃、渗湿利尿之功效, 是我国传统的

中药大品种。现代药理研究表明, 茯苓具有抗肿瘤、调节免疫、抗炎、抗过敏、抗氧化、延缓衰老等方面的生物活性<sup>[1-3]</sup>。茯苓的主要活性物质

收稿日期: 2020-09-16

作者简介: 蔡丹凤(1965-), 女, 教授级高级工程师; E-mail: 976360943@qq.com

通讯作者: 陈丹红(1961-), 女, 教授级高级工程师; E-mail: 120770937@qq.com

基金项目: 福建省科技厅省属公益类科研院所专项(编号: 2018R1007-3)

为茯苓多糖和茯苓三萜类,还含有挥发油类、脂肪酸类、甾醇类、胆碱、纤维素等化学成分<sup>[4-5]</sup>。其中,茯苓多糖占茯苓主要化学成分的80%以上,但茯苓多糖多为不溶于水的碱溶性茯苓多糖。2012年茯苓被国家卫计委列入首批86种可用于开发功能性食品的药食两用的中药名单中,其应用前景广阔,但由于茯苓粉水溶性较差等特性制约了其功能食品的开发与应用。超微粉碎技术在中药领域的应用表明,药材经超微粉化处理能提高其活性成分的溶出率和生物利用率,不仅能增强药效,提高中药的临床应用能力,而且能使中药资源得到更加充分的利用<sup>[6-9]</sup>。已有报道表明,茯苓经超微粉碎的物理改性后,其食品加工特性有明显改善<sup>[9]</sup>。本研究先采用单因素实验法探究茯苓粗粉投料量、含水量和粉碎时间对茯苓微粉平均粒径(D50)的影响,确定茯苓超微粉碎工艺参数的适宜范围后,再采用响应面法优化其超微粉碎工艺,以期后续开发高品质的新型茯苓功能性食品提供技术支撑,现将研究结果报道如下。

## 1 材料与方法

1.1 供试样品 茯苓(块),购自广东合百草制药有限公司,批号:03020020。

1.2 仪器 FW400A 万能粉碎机(北京轩达思远科技有限公司);DHG-9070A 型电热鼓风恒温干燥箱(上海达洛科学仪器有限公司);JC-LS-50A-5 卤素水分测定仪(青岛聚创环保集团有限公司);WZJ-6TC 振动式药物超微粉碎机(济南天方机械有限公司);Bettersize 2000 激光粒度分析仪(丹东百特仪器有限公司)。

1.3 粗粉碎 将茯苓(块)用FW400A型粉碎机进行初步粉碎,过60目筛。

1.4 烘干 根据试验设计要求,采用电热鼓风恒温干燥箱对样品粗粉进行烘干处理,制备相应含水量的粗粉样品。

1.5 粒度检测 采用Bettersize 2000型激光粒度测定仪,分析超微粉粉碎后茯苓微粉的粒径分布。

1.6 超微粉碎工艺参数试验 采用WZJ-6TC粉碎机进行超微粉碎。选定投料量、含水量和粉碎时间为试验影响因素,以超微化后的微粉D50为指标,探究茯苓超微粉碎的工艺参数范围。

1.6.1 投料量试验 设置粉碎机的粉碎温度为5~

7℃、粉碎时间10 min,在同一烘干处理样品(含水量为6%~8%)的条件下,设定5组投料量分别为100、150、200、250、300 g,探究投料量对微粉D50的影响。

1.6.2 入磨物料含水量试验 设置粉碎机的粉碎温度为5~7℃、粉碎时间10 min,在投料量均为200 g的条件下,设定5组样品的含水量分别为4%、6%、8%、10%、12%,探究含水量对微粉D50的影响。

1.6.3 粉碎时间试验 设置粉碎机的粉碎温度5~7℃,采用同一烘干处理样品(含水量为6%~8%),在投料量为200 g的条件下,设定7个粉碎时间为5、10、15、20、25、30、35 min,探究粉碎时间对微粉D50的影响。

1.6.4 响应面法优化工艺参数试验 以茯苓微粉D50作为响应值,以原料的投料量、含水量及粉碎时间作为3个主要因素,采用响应面分析法,确定茯苓超微粉碎的最佳工艺参数,同时,在此工艺条件下进行验证实验,即3次的平行试验。

## 2 结果

2.1 投料量对茯苓微粉D50的影响 采用WZJ-6TC粉碎机对茯苓粗粉进行超微化处理,茯苓超微粉碎投料量试验结果见图1。从图1可知,随着物料投料量的增大,茯苓微粉D50逐渐增大。当投料量>200 g,颗粒D50明显增大。综合考虑超微粉碎投料量对微粉D50的影响,故选取投料量的范围为150~250 g进行后续的响应面优化试验。

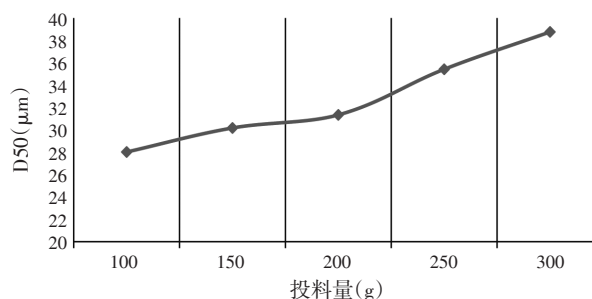


图1 投料量对茯苓微粉D50的影响

Figure 1 Effect of material input on D50 value of *Poria cocos* submicron powder

2.2 入磨物料含水量对茯苓微粉D50的影响 采用WZJ-6TC粉碎机对茯苓粗粉进行超微化处理,茯苓超微粉碎含水量试验结果见图2。从图2可

知, 随着物料含水量的增大, 茯苓微粉 D50 呈现上升趋势, 入磨物料含水量越低, D50 越小, 但综合考虑加工成本以及常规茯苓丁产品的含水量, 故选取试样含水量范围为 5% ~ 10% 进行后续响应面优化试验。

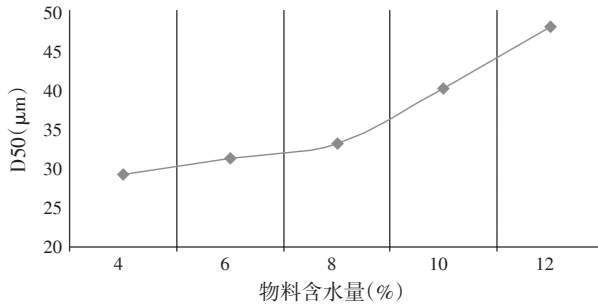


图2 入磨物料含水量对茯苓微粉 D50 的影响

Figure 2 Effect of water content in crude materials on D50 value of *Poria cocos* submicron powder

2.3 粉碎时间对茯苓微粉 D50 的影响 采用 WZJ-6TC 粉碎机对茯苓粗粉进行超微化处理, 茯苓超微粉粉碎时间试验结果见图 3。从图 3 可知, 随着物料粉碎时间的延长, 茯苓微粉颗粒 D50 逐渐减小, 当粉碎时间超过 25 min 后 D50 变化趋缓。故选定粉碎时间范围为 25 ~ 35 min 进行后续的响应面优化试验。

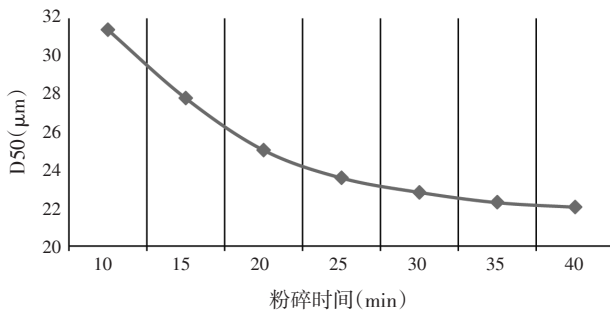


图3 粉碎时间对茯苓微粉 D50 的影响

Figure 3 Effect of milling time on D50 value of *Poria cocos* submicron powder

2.4 响应面法优化工艺参数试验结果

2.4.1 响应面分析试验设计及结果 在单因素试验的基础上, 选定茯苓超微粉碎的工艺参数范围。以茯苓微粉粒径 Y(D50) 作为响应值, 以投料量(A)、物料含水量(B)和粉碎时间(C)作为 3 个主要因素, 设计一个三因素三水平的二次回归方程来拟合因素和指标 Y(响应值)之间的函数关系。试验设计见表 1, 试验结果见表 2。

表1 响应面分析因素水平表

Table 1 Factors and levels of response surface design

| 水平 | 投料量(g) | 物料含水量(%) | 粉碎时间(min) |
|----|--------|----------|-----------|
| -1 | 150    | 5.30     | 25        |
| 0  | 200    | 7.30     | 30        |
| 1  | 250    | 9.30     | 35        |

表2 响应面试验设计与结果

Table 2 Design and results of response surface test

| 试验号 | A  | B  | C  | Y[D50(μm)] |
|-----|----|----|----|------------|
| 1   | 0  | -1 | 1  | 21.98      |
| 2   | 0  | 1  | 1  | 32.49      |
| 3   | 1  | 0  | -1 | 30.95      |
| 4   | 1  | -1 | 0  | 24.56      |
| 5   | 0  | 0  | 0  | 24.51      |
| 6   | -1 | 0  | -1 | 29.48      |
| 7   | 0  | 0  | 0  | 25.65      |
| 8   | 0  | -1 | -1 | 28.54      |
| 9   | 1  | 1  | 0  | 33.14      |
| 10  | 0  | 0  | 0  | 22.78      |
| 11  | 0  | 0  | 0  | 25.84      |
| 12  | -1 | 1  | 0  | 33.82      |
| 13  | 0  | 0  | 0  | 25.52      |
| 14  | 0  | 1  | -1 | 32.39      |
| 15  | -1 | 0  | 1  | 31.27      |
| 16  | -1 | -1 | 0  | 22.42      |
| 17  | 1  | 0  | 1  | 27.64      |

2.4.2 回归模型方差分析及显著性检验

采用 Design Expert 10 软件对多元回归模型拟合、方差分析及显著性检验, 得到回归方程模型为  $Y = 24.860\ 00 - 0.087\ 500A + 4.292\ 50B - 0.997\ 50C - 0.705\ 00AB - 1.275\ 00AC + 1.665\ 00BC + 2.305\ 00A^2 + 1.320\ 00B^2 + 2.670\ 00C^2$ 。对该模型进行方差分析, 结果见表 3。由表 3 可知, 模型的  $P < 0.01$ , 说明该模型差异显著, 回归模型设计与实际测定值能够最大限度地拟合, 试验误差较小, 所以可以用该回归方程替代试验实际值对试验结果进行分析, 得到  $R^2 = 0.941\ 0$ , 预测值与实际值之间存在高度相关性, 说明该回归方程具有较高的可靠性。回归模型中, 一次项 B 和二次项  $C^2$  表现为水平差异性非常显著 ( $P < 0.01$ ), 二次项  $A^2$  表现出显著性差异水平 ( $P < 0.05$ )。

2.4.3 三因素交互作用对茯苓微粉粒径的影响分析 在回归模型方差分析结果的基础上,应用 Design Expert 10 软件做物料投料量、含水量及粉碎时间对微粉粒径大小影响的等高线图和响应面图,结果见图 4~6。在优化试验中3个因素对茯苓微粉粒径 D50 大小的影响主次顺序为  $B > C > A$ , 即

物料含水量 > 粉碎时间 > 投料量。

表3 回归方程 ANOVA 分析

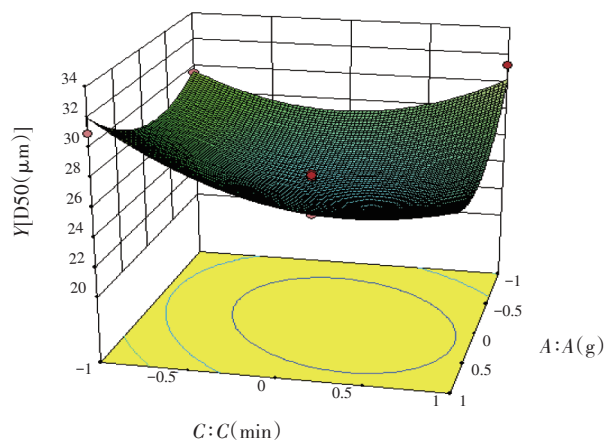
Table 3 Analysis of variance (ANOVA) analysis of regression equation

| 来源             | 平方和    | 自由度 | 均方     | F值    | P值       | 显著性 |
|----------------|--------|-----|--------|-------|----------|-----|
| 模型(model)      | 241.07 | 9   | 26.79  | 12.41 | 0.001 6  | **  |
| A              | 0.061  | 1   | 0.061  | 0.028 | 0.871 0  | -   |
| B              | 147.40 | 1   | 147.40 | 68.31 | <0.000 1 | **  |
| C              | 7.96   | 1   | 7.96   | 3.69  | 0.096 2  | -   |
| AB             | 1.99   | 1   | 1.99   | 0.92  | 0.369 1  | -   |
| AC             | 6.50   | 1   | 6.50   | 3.01  | 0.126 2  | -   |
| BC             | 11.09  | 1   | 11.09  | 5.14  | 0.057 7  | -   |
| A <sup>2</sup> | 22.37  | 1   | 22.37  | 10.37 | 0.014 7  | *   |
| B <sup>2</sup> | 7.34   | 1   | 7.34   | 3.40  | 0.107 7  | -   |
| C <sup>2</sup> | 30.02  | 1   | 30.02  | 13.91 | 0.007 4  | **  |
| 残差             | 15.11  | 7   | 2.16   |       |          |     |
| 失拟项            | 8.64   | 3   | 2.88   | 1.78  | 0.290 0  | -   |
| 纯误差            | 6.47   | 4   | 1.62   |       |          |     |
| 总和             | 256.17 | 16  |        |       |          |     |

\*\*：影响非常显著 ( $P < 0.01$ )；\*：影响显著 ( $P < 0.05$ )；-：无显著性影响 ( $P > 0.05$ )

### 3 讨论

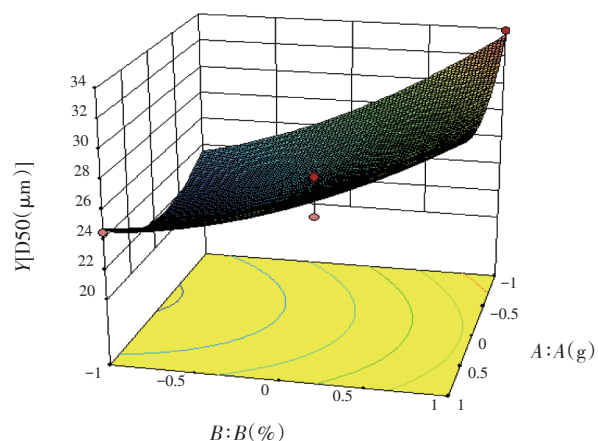
通过 Design-Expert 10 软件求解回归方程,得到本试验茯苓超微粉制备的最适工艺条件:投料量 200.15 g,含水量 5.30%,粉碎时间 32.35 min。预测茯苓微粉粒径 D50 为 21.23  $\mu\text{m}$ 。为考虑实际操作的方便性,将茯苓微粉制备的最适条件修正为:投料量 200 g,含水量 5.30%,粉碎时间 32 min。



A: 投料量; C: 粉碎时间; Y: 平均粒径

图5 投料量与粉碎时间交互作用对粒径影响的等高线图和响应面图

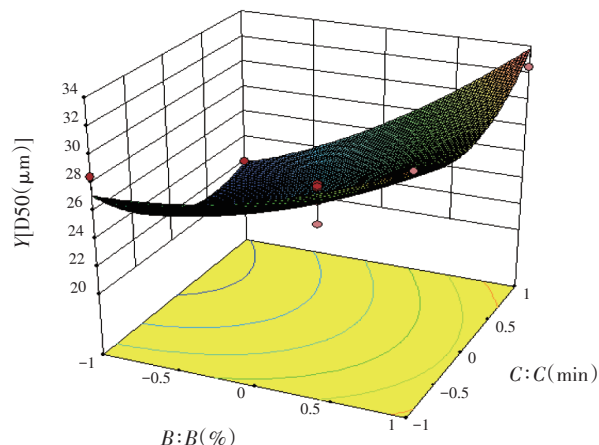
Figure 5 The contour map and response surface diagram for the interactive effects of material input and milling time on powder diameter



A: 投料量; B: 含水量; Y: 平均粒径

图4 投料量与含水量交互作用对粒径影响的等高线图和响应面图

Figure 4 The contour map and response surface diagram for the interactive effects of material input and water content on powder diameter



B: 含水量; C: 粉碎时间; Y: 平均粒径

图6 含水量与粉碎时间交互作用对粒径影响的等高线图和响应面图

Figure 6 The contour map and response surface diagram for the interactive effects of water content and milling time on powder diameter

在该工艺参数下进行了3次平行试验,制得的茯苓微粉的粒径大小为 $(21.46 \pm 0.51) \mu\text{m}$ ,与理论预测值较接近,表明响应面法建立的数学模型是可靠的,具有较好的实际指导作用。

应用WZJ-6TC振动磨超微粉碎机制备茯苓超微粉的单因素试验表明,茯苓粗粉的投料量、含水量及粉碎时间对微粉的粒径(D50)均产生影响,尤其是随着粉碎时间的增加,茯苓微粉粒径D50变化较大,当粉碎时间大于25 min后,微粉粒径D50的变化则趋缓。在投料量为100~300 g、含水量4%~12%及粉碎时间为10~35 min条件下,三因素对茯苓微粉粒径D50大小的影响主次顺序为粉碎时间>物料含水量>投料量,而在响应面法优化试验中粉碎时间选定为25~35 min的条件下,含水量对微粉的粒径D50表现为非常显著性影响,呈现出含水量越低,则微粉粒径越小。但在实际应用中可能并不是粉碎时间越长、含水量越低对产品的质量就越好,而应充分考虑烘干和粉碎时间,其时间过长不仅提高加工成本,同时可能会造成茯苓挥发油等活性成分的损耗,所以,茯苓粗粉烘干及粉碎时间应控制在适宜的范围内。烘干和粉碎时间的长短对茯苓微粉挥发油

等活性成分的影响仍有待于进一步的研究。

#### 参考文献:

- [1] 梁亦龙,曾垂省,王允,等.茯苓多糖的抗氧化作用[J].江苏农业科学,2012,40(7):288-289.
- [2] 王晓菲,刘春琰,窦德强.中药茯苓抗肿瘤有效组分研究[J].辽宁中医杂志,2014,41(6):1240-1244.
- [3] 牛爽,郝利民,赵树欣,等.茯苓多糖的研究进展[J].食品科学,2012,33(13):348-353.
- [4] 游昕,熊大国,郭志斌,等.茯苓多种化学成分及药理作用的研究进展[J].安徽农业科学,2015,43(2):106-109.
- [5] 梁学清,李丹丹,黄忠威.茯苓药理作用研究进展[J].河南科技大学学报,2012,30(2):154-156.
- [6] 潘娜.中成药传统制剂与超细粉剂的药效学比较[J].求医问药,2012,10(8):586.
- [7] 李映定.中成药传统制剂与超细粉剂的药效学研究[J].中国保健营养,2013,23(6):3276.
- [8] 刘云海,杜光.超微粉碎对中药活性成分提取率的影响[J].中国医院药学杂志,2010,30(1):66-69.
- [9] 钟宝,李凤林,王红.响应面法优化黄秋葵超微粉制备工艺[J].保鲜与加工,2019,19(4):162-166.
- [10] 梅光明.食品加工改性茯苓粉加工技术及其抗氧化的研究[D].武汉:华中农业大学,2008.

【责任编辑:侯丽颖】