

热风真空组合干燥对黄芪品质的影响及工艺优化研究

袁越锦* 邹娜 徐英英 王栋 赵哲
(陕西科技大学机电工程学院 西安 710021)

Effect of Combined Drying with Hot Air and Vacuum on Quality of Astragalus Membranaceus and Process Optimization

YUAN Yuejin*, ZOU Na, XU Yingying, WANG Dong, ZHAO Zhe

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Shaanxi University of Science and Technology, Xi'an 710021, China)

Abstract In order to improve the drying quality of astragalus, fresh astragalus is processed using hot air vacuum drying technology. Univariate experiments were carried out based on the indicators of color, total flavonoid content and drying time to study the influence of slice thickness, hot air temperature, moisture content at intermediate conversion point and vacuum temperature on the quality of Astragalus. Using Central-Composite response surface method and comprehensive scoring method, a quadratic regression mathematical model was established to analyze and obtain optimized process parameters. The results showed that the primary and secondary effects of various influencing factors on the quality of Astragalus were vacuum temperature > slice thickness > moisture content at intermediate conversion points > hot air temperature. The best process parameters: slice thickness 4.86 mm, hot air temperature 52°C, conversion point moisture content 35%, vacuum temperature 69°C, color difference value of 9.89, total flavonoid content of 0.78 mg/g, drying time of 105 min, comprehensive score of 63.69. The research results can provide a reference for the drying process of astragalus.

Keywords Astragalus, Hot air vacuum combined drying, Response surface methodology, Technical condition optimization

摘要 为解决黄芪加工过程中药效成分流失问题,使用热风真空组合干燥技术加工鲜黄芪以提高干燥品质。以色泽度、总黄酮含量、干燥时间为指标,进行单因素试验,研究切片厚度、热风温度、中间转换点含水率、真空温度对黄芪品质的影响规律;使用 Central-Composite 响应面法和综合评分法,建立二次回归数学模型,分析获取优化工艺参数。结果表明,各影响因素对黄芪品质的影响主次顺序:真空温度>切片厚度>中间转换点含水率>热风温度。最佳工艺参数:切片厚度 4.86 mm,热风温度 52°C,转换点含水率 35%,真空温度 69°C,在此条件下色差值为 9.89,总黄酮含量为 0.78 mg/g,干燥时间 105 min,综合评分 63.69。研究结果可为黄芪的干燥加工工艺提供参考。

关键词 黄芪 热风真空组合干燥 响应面法 工艺优化

中图分类号:TK173 文献标识码:A doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202304009

黄芪为豆科植物蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus*(Fisch.) Bge.var.*mongholicus*(Bge.)Hsiao 或膜荚黄芪 *Astragalus membranaceus*(Fisch.)Bge.的干燥根。其内部主要包括黄酮类、皂苷类、多糖类等成分,具有补气升阳、固表止汗,利水消肿,排毒排脓

等功效^[1-2]。

产地加工是黄芪生产过程中质量控制的源头,很大程度决定着黄芪饮片品质的优劣^[3-4]。目前,黄芪的产地干燥加工工艺主要是晾干、晒干。此类自然干燥过程易受天气等环境影响对产品产生二次

收稿日期:2023-04-17

基金项目:国家自然科学基金项目(51876109);陕西省国际科技合作计划重点项目(2020KWZ-015);陕西省教育厅青年创新团队科研计划项目(22JP012;21JP016)

*联系人:Tel:15829045176; E-mail: yuanyj@sust.edu.cn

污染,杂质多,受虫蛀、霉变危害大,药效损失严重^[5]。近年来,热风干燥在黄芪的产地干燥加工应用逐渐广泛^[6-8]。但,该方式易带来褐变、细胞损坏等问题,造成大量的成分损失^[9]。热风真空干燥是一种逐渐成熟的组合干燥方式,在保证干燥速率的基础上,可以极大的提高产品品质^[10]。目前,已被应用于板栗^[11]、香蕉^[12]、丹参和天麻^[13]等的干燥处理。但尚未有研究人员就黄芪产地的热风真空干燥技术应用进行相关研究。本文对黄芪使用热风真空组合干燥工艺进行干制加工,先利用热风干燥快速除去黄芪中大量水分,再采用真空干燥以减少内部功效成分的流失。这种先热风后真空的组合干燥方式综合了不同干燥方式的优点,既提高了干燥速度,又保证了黄芪品质。通过进行单因素及响应面试验研究,探讨切片厚度、热风温度、真空温度和中间转换点含水率对黄芪干燥特性及品质的影响,优化获取较佳的热风真空干燥加工工艺。研究将为黄芪的干制加工提供技术支撑和理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

鲜黄芪,购于甘肃省定西市漳县大草滩镇,为甘肃产膜荚黄芪;乙醇、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠等均为国产分析纯试剂;芦丁对照品(HPLC \geq 98%)(合肥博美生物科技有限公司)

1.2 仪器与设备

电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司);真空干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司);紫外可见分光光度计(上海佑科仪器仪表有限公司);利仁多功能磨粉机(北京利仁科技股份有限公司);KQ-300VDE型三频数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);数显恒温水浴锅(常州天瑞仪器有限公司);电子天平(上海舜宇恒平科学仪器有限公司);申光WSC-S测色色差计(上海仪电物理光学仪器有限公司)。

1.3 方法

1.3.1 工艺流程

清洗分级;选择大小、粗细相同的黄芪,切片;分组,30 g/组。选取不同组别进行干燥试验,将黄芪样品置于热风干燥箱中,调节热风温度进行干燥,每10 min称重一次,待样品干燥至指定转换点含水

率时迅速移入真空干燥箱中继续干燥,每30 min称重一次,至含水率 \leq 10.0%(药典规定含水率^[1])取出。

1.3.2 单因素试验设计

取黄芪若干组,以切片厚度、热风温度、真空温度、转换点含水率为试验因素,色差值、总黄酮含量、干燥时间为评价指标进行单因素试验。切片厚度:3、4、5、6、7 mm(热风温度60 $^{\circ}$ C、转换点含水率40%、真空温度60 $^{\circ}$ C)热风温度:50、60、70、80 $^{\circ}$ C(切片厚度5 mm,转换点含水率40%,真空温度60 $^{\circ}$ C);转换点含水率30%、35%、40%、45%、50%(切片厚度5 mm,热风温度60 $^{\circ}$ C,真空温度60 $^{\circ}$ C);真空温度:50、60、70、80 $^{\circ}$ C(切片厚度5 mm,热风温度60 $^{\circ}$ C,转换点含水率40%),真空干燥阶段真空度设置为60 kPa。

1.3.3 响应面试验设计

结合单因素试验结果,以切片厚度A、热风温度B、转换点含水率C、真空温度D为考查因素,综合评分Y作为评价指标,选取适宜水平,利用Design-Expert 8.0.6设计响应面试验,优化并试验验证获得较佳热风真空组合工艺。试验因素与水平设计见表1。

表1 因素水平编码表

Tab. 1 factor level coding table

	编码				
	+r	+1	0	-1	-r
切片厚度/mm	7	6	5	4	3
热风温度/ $^{\circ}$ C	80	70	60	50	40
中间转换点含水率/%	50	45	40	35	30
真空温度/ $^{\circ}$ C	80	70	60	50	40

1.3.4 干燥特性

含水率及干燥速率分别按照式(1)、(2)、(3)计算:

$$x_w = \frac{m_1 - m}{m_1} \quad (1)$$

$$x = \frac{m_1 - m}{m} \quad (2)$$

$$G = \frac{x_1 - x_2}{t_2 - t_1} \quad (3)$$

式中, x_w 为湿基含水率,%; m_1 为 t_1 时刻物料质量,g; m 为绝干物料质量,g; x 为干基含水率,g/g; G 为干燥速率,g/g \cdot min $^{-1}$; x_1 为 t_1 时刻干基含水率,g/g; x_2 为 t_2 时刻干基含水率,g/g。

1.3.5 色差检测

以鲜品黄芪色泽作为标样,将干制的黄芪打粉,

使用申光 WSC-S 测色色差计测定黄芪粉的色泽参数(明亮值 L^* 、红绿值 a^* 、黄蓝值 b^*),按公式计算色差值。计算方法参考文献 [14]。

1.3.6 总黄酮含量测定^[15-16]

(1)标准品溶液制备

精确称取芦丁对照品 10.0 mg,置于 100 mL 容量瓶中,加 70% 乙醇溶解,摇匀,定容至刻度,制备成 0.1 mg/mL 的对照品溶液。

(2)标准曲线绘制

精确吸取对照品溶液 0.0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4、2.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,分别加入 70% 乙醇使其成 4 mL。加入 5% 亚硝酸钠溶液 1 mL,摇匀,静置 6 min;再加入 10% 硝酸铝溶液 1 mL,摇匀,静置 6 min,加 4% 氢氧化钠溶液 4 mL,摇匀,放置 15 min 后以第一组作为参比液,使用紫外可加分光光度计于 508 nm 处测量吸光值。以浓度值 C 作为横坐标,吸光值 A 作为纵坐标绘制标准曲线,使用最小二乘法进行线性回归拟合,得标准曲线方程为: $A=0.2698C-0.0002R^2=0.9996$ 。

(3)含量测量

精密称取黄芪粉末 1 g(过 50 目筛),置 100 mL 锥形瓶中,加 70% 乙醇 20 mL 超声提取两次,每次 30 min。滤过,用少量 70% 乙醇多次洗涤滤渣,并于提取液,转入 50 mL 容量瓶中,用 70% 乙醇定容,即得供试品溶液。取 1 mL 于 10 mL 容量瓶中,依法进行,在 508 nm 处测量吸光值,根据标准曲线方程计算得总黄酮含量。

1.4 数据处理

采用 Excel 2010、Origin2022、SPSS 27.0.1 和 Design Expert 8.0.6.1 软件对数据进行统计学分析、作图和表格绘制以及试验结果分析,建立模型并检验。依参考文献 [17] 将各项指标归一为综合评分。各试验均重复三次取平均值。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果与分析

2.1.1 切片厚度对黄芪干燥特性及品质的影响

由图 1,随着切片厚度的减小,黄芪含水率下降变快,干燥时间缩短。同时,切片越薄,干燥速率峰值越大,原因是切片越薄,物料内部水分向表面迁移的距离越短,物料与热空气的热交换速率加快,使得内部温度上升更快,水分更易散失。其中,6 mm 比 5 mm 条件下达到干燥速率峰值的时间稍长但数值接近;切片为 7 mm 时含水率下降极为缓慢,与相同条件下 5 mm 相比其干燥时间增加了一倍,比相同条件下 3 mm 时的干燥速率缩减了 97%。根据图 1(b),除 7 mm 之外,其他切片厚度干燥过程中速率均具有迅速增加、保持稳定、经过转换点后降低直至达到目标含水率的明显特点;切片厚度为 7 mm 的条件下,由于厚度过大,物料内部需要更长时间达到预热温度,表面皱缩,大量孔隙被堵塞,水分传输受阻从而干燥速率依然缓慢,因此 7 mm 条件下黄芪各阶段均保持低速率且差异很小,在转换点之后,因物料受压而短暂提升。

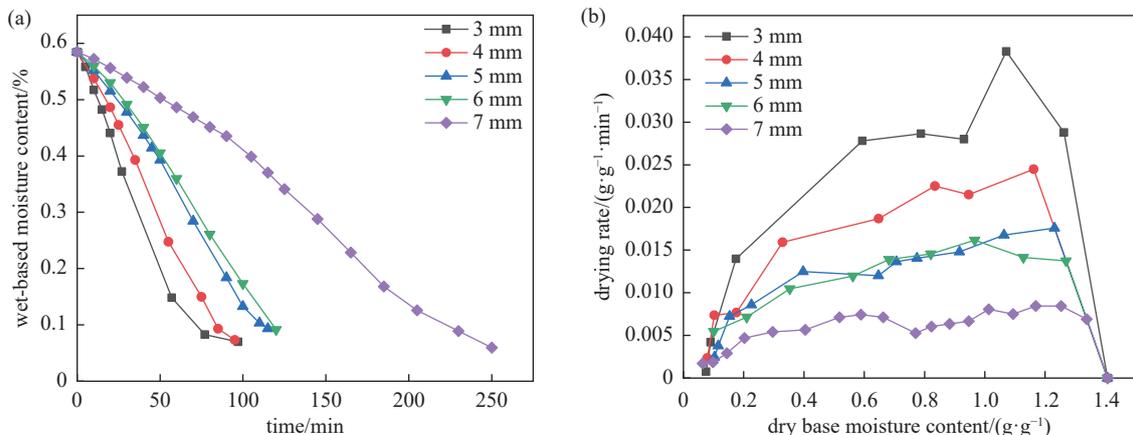


图1 不同切片厚度下黄芪的干燥特性曲线。(a)不同切片厚度下黄芪的湿基含水率变化曲线,(b)不同切片厚度下黄芪的干燥速率变化曲线

Fig. 1 Drying characteristic curves of astragalus at different slice thicknesses. (a) Variation curve of wet-based moisture content of astragalus at different slice thicknesses, (b) drying rate curves of astragalus at different slice thicknesses

由表2,切片厚度越大,色差值先变小后变大,总黄酮含量先增大后减小。在3 mm时,黄芪细胞在60℃和含水率较高的干燥初期快速进行呼吸作用,引起褐变和成分损失^[18]。厚度增加为4、5 mm时,物料在干燥初期的速率逐渐下降,呼吸作用变缓,因此其色差值变小,总黄酮含量损失减小。切片厚度为6、7 mm时,物料内部水分通往物体表面的距离变长,长时间的干燥过程大大积累了能量,促进了酶的活动,加速了有效成分的分解,因此总黄酮含量降低,色泽差异重新增大由图1,随着切片厚度的减小,黄芪含水率下降变快,干燥时间缩短。同时,切片越薄,干燥速率峰值越大,原因是切片越薄,物料内部水分向表面迁移的距离越短,物料与热空气的热交换速率加快,使得内部温度上升更快,水分更易散失。其中,6 mm比5 mm条件下达到干燥速率峰值的时间稍长但数值接近;切片为7 mm时含水率下降极为缓慢,与相同条件下5 mm相比其干燥时间增加了一倍,比相同条件下3 mm时的干燥速率缩减了97%。根据图1(b),除7 mm之外,其他切片厚度干燥过程中速率均具有迅速增加、保持稳定、经过转换点后降低直至达到目标含水率的明显特点;切片厚度为7 mm的条件下,由于厚度过大,物料内部需要更长时间达到预热温度,表面皱缩,大量孔隙被堵塞,水分传输受阻从而干燥速率依然缓慢,因此7 mm条件下黄芪各阶段均保持低

速率且差异很小,在转换点之后,因物料受压而短暂提升。

由表2,切片厚度越大,色差值先变小后变大,总黄酮含量先增大后减小。在3 mm时,黄芪细胞在60℃和含水率较高的干燥初期快速进行呼吸作用,引起褐变和成分损失^[17]。厚度增加为4、5 mm时,物料在干燥初期的速率逐渐下降,呼吸作用变缓,因此其色差值变小,总黄酮含量损失减小。切片厚度为6、7 mm时,物料内部水分通往物体表面的距离变长,长时间的干燥过程大大积累了能量,促进了酶的活动,加剧有效成分分解,因此总黄酮含量开始降低,色泽差异重新增大。

2.1.2 热风温度对黄芪干燥特性及品质的影响

根据表3和图2的数据,可以得出以下结论:不同热风温度对黄芪干燥效果有显著的影响,热风温度越高,黄芪达到目标含水率所需的时间越短,这是因为高温下,黄芪切片内的水分能够更快地向外迁移^[19-20]。黄芪干燥过程中,各热风温度下干燥速率都呈现先增大后减小、最后趋于稳定的特点。在20 min左右,干燥速率出现峰值,热风温度越高,峰值越大;50、60℃下物料干燥速率转折点出现时间较早,80℃和70℃条件下干燥速率转折点出现时间较晚。经过转换点之后,80℃、70℃条件下干燥速率变小,80℃下降幅较大;60℃条件下干在转换点之后,80℃和70℃条件下的黄芪干燥速率变

表2 不同切片厚度下黄芪干燥效果对比

Tab. 2 Comparison of drying effects of astragalus under different slice thicknesses

切片厚度/mm	色差值	总黄酮含量/(mg/g)	干燥时间/min	综合评分
3	10.97±0.01 ^a (58.71)	0.40±0.00 ^c (75.47)	95.78±7.13 ^c (100.00)	83.35
4	7.91±0.03 ^b (81.42)	0.44±0.01 ^d (83.02)	101.67±4.73 ^c (94.21)	88.53
5	6.44±0.02 ^c (100.00)	0.53±0.01 ^a (100.00)	117.33±2.52 ^b (81.64)	90.12
6	6.61±0.05 ^d (97.58)	0.51±0.01 ^b (96.23)	121.67±3.79 ^b (78.72)	87.24
7	6.84±0.04 ^c (94.15)	0.47±0.01 ^c (88.68)	230.00±10.00 ^a (41.64)	65.11
权重系数	0.32	0.15	0.54	

表3 不同热风温度下黄芪干燥效果对比

Tab. 3 Comparison of drying effects of astragalus at different hot air temperatures

热风温度/min	色差值	总黄酮含量/(mg/g)	干燥时间/min	综合评分
50	6.03±0.01 ^d (100.00)	0.47±0.01 ^c (77.05)	132.33±2.52 ^a (72.55)	88.42
60	6.44±0.02 ^c (93.63)	0.53±0.01 ^b (86.89)	117.33±2.52 ^b (81.82)	89.76
70	10.26±0.10 ^b (58.77)	0.61±0.02 ^a (100.00)	113.83±3.55 ^b (84.34)	76.60
80	17.84±0.04 ^a (33.80)	0.22±0.01 ^d (36.07)	96.00±14.80 ^c (100.00)	42.89
权重系数	0.52	0.35	0.13	

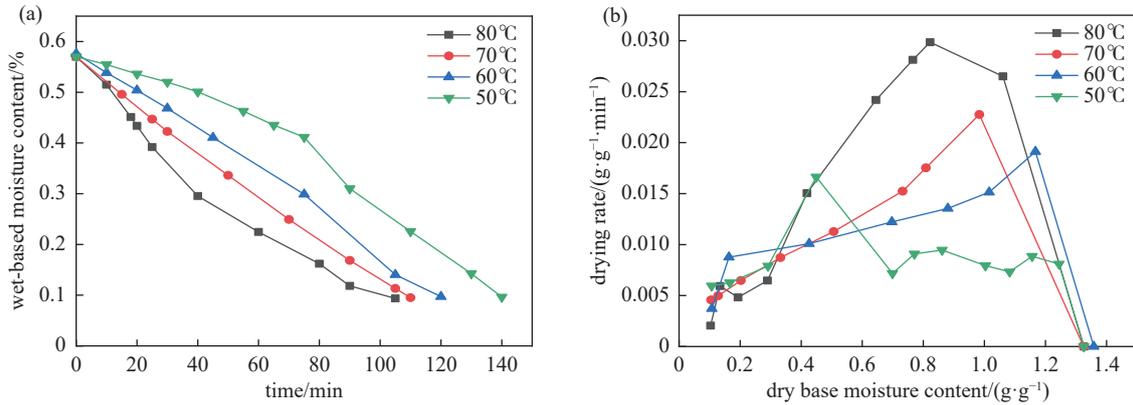


图2 不同热风温度下黄芪的干燥特性曲线。(a)不同热风温度下黄芪的湿基含水率变化曲线,(b)不同热风温度下黄芪的干燥速率变化曲线

Fig. 2 Drying characteristics curve of astragalus at different hot air temperatures. (a) Variation curve of wet-based moisture content of astragalus at different hot air temperatures, (b) drying rate curve of astragalus at different hot air temperatures

小,其中 80°C 下降幅度较大;60°C 条件下干燥速率先不变后变小;50°C 下干燥速率先增大后减小,由于真空阶段温度及压力升高引起内部水分含量流失加快,于干基含水率 0.80 时再次逐渐增大至 0.017 g/min,达到第二个峰值。最后,黄芪在干燥后的组织被破坏塌陷,孔隙变小导致干燥速率逐渐变慢,最终趋于稳定。

根据表 3 的数据可以发现,当热风温度升高时,黄芪的色差值也会增大,细胞更容易出现褐变现象。这是因为黄芪抗氧化酶的酶促降解和热降解速率随着温度升高而加快,同时细胞内部的抗氧化活性降低,从而引发物料的氧化反应,导致迅速变色。细胞内部的抗氧化活性降低,物料发生了氧化反应导致迅速变色。在 80°C 下,美拉德反应最为剧烈^[21],此时大多数抗氧化性化合物已经发生降解,在与酶降解的共同作用下^[22],黄芪表面呈现出微焦黄色,色泽较新鲜物料极显著加深($P < 0.01$)。总黄酮含量随热风温度的升高先增大后急速减少,这是由于低温条件下干燥时间长,组织结构被破坏,黄酮类化合物与氧气接触时间长,氧化程度深;而在 80°C 下,高温既引起了黄酮类化合物降解,又破坏了黄酮类化合物合成酶的结构和活性,使得黄酮类化合物无法合成,从而含量骤减。在 40°C 条件下,虽然温度较低,但长时间的干燥使得物料内部的活性成分长时间处于热、光和氧气的环境中,相比较高温下的干制品,化合物降解更加严重,总黄酮含量更少^[23]。综合以上结果,黄芪热风真空组合干燥过程中选择热风温度 50~70°C 较适宜。

2.1.3 中间转换点含水率对黄芪干燥特性及品质的影响

通过图 3(a)可以看出,随着转换点含水率的增大,干燥时间也随之增加。转换点含水率越低,则干燥处于热风干燥阶段的时间越长,从而提高了干燥效率。这是因为在刚开始的时候,水分含量较高,热风干燥可以有效地将水分蒸发出来;另外,根据图 3(b)可以看出,当转换点含水率达到 50% 时,干燥转入真空干燥阶段后,干燥速率骤降。这是因为当物料中的水分含量较低时,真空干燥会变得非常困难,因为它需要很长时间才能从物料中移除残留的水分。因此,在干燥过程中应该尽可能减少水分的含量,从而提高干燥效率。

表 4 结果表明,其他条件不变的情况下,随着转换点含水率的增大,黄芪的色差值先减小后增大,总黄酮含量先增大后减小,这是由于进入真空阶段的黄芪细胞内部物质分离、疏松,微观结构被破坏的程度低,化学成分的质量更好^[24]。后期干燥时间加长,氧化反应和热力学反应又带来了色泽的负影响和成分的损失。在黄芪的干燥初期,黄芪含水量较高,酶具有较大活性,酶促反应比较强烈,容易引发酶促褐变和非酶褐变等反应。此外,在热风干燥阶段,黄芪还会发生氧化反应等,随着干燥时间的延长,物料发生的反应越来越复杂,导致物料的颜色变化。在不同的转换点下,黄芪的干燥过程也会有所不同。低转换点情况下,细胞内酶失活,褐变完全,色差较大。随着转换点增大直至 40%,物料进入真空干燥阶段的时间更早,对氧化反应抑制更

表4 不同转换点含水率下黄芪干燥效果对比

Tab. 4 Comparison of drying effect of astragalus under moisture content at different conversion points

转换点含水率/%	色差值	总黄酮含量/(mg/g)	干燥时间/min	综合评分
30	9.43±0.03 ^a (68.19)	0.49±0.01 ^d (92.45)	106.67±10.41 ^e (100.00)	84.53
35	8.72±0.06 ^b (73.74)	0.51±0.00 ^b (96.23)	115.00±2.00 ^{de} (93.04)	84.67
40	6.43±0.08 ^c (100.00)	0.53±0.00 ^a (100.00)	120.00±5.00 ^{cd} (89.17)	95.51
45	7.07±0.01 ^d (90.95)	0.50±0.01 ^c (94.34)	127.33±2.52 ^b (84.25)	88.61
50	7.51±0.01 ^e (85.62)	0.47±0.00 ^e (88.68)	153.33±4.16 ^a (69.78)	79.45
权重系数	0.45	0.13	0.42	

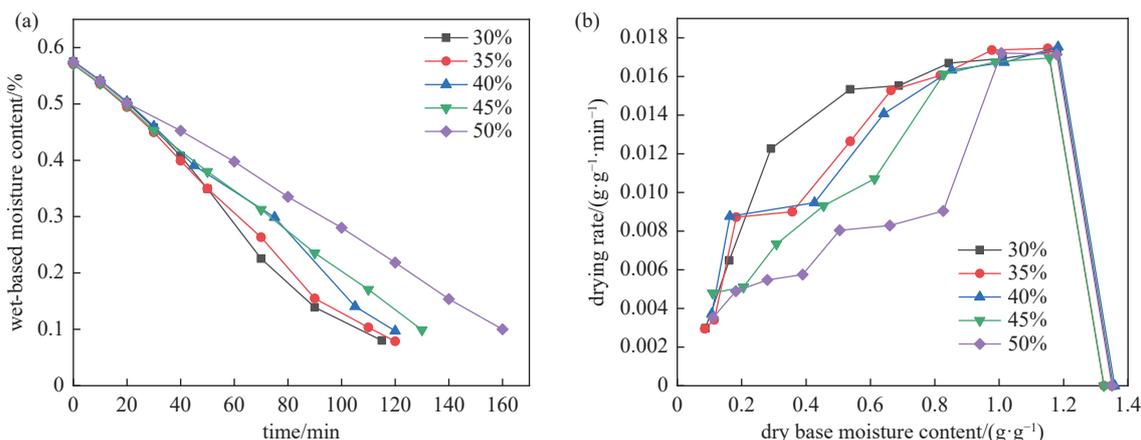


图3 不同转换点含水率下黄芪的干燥特性曲线。(a)不同转换点下黄芪的湿基含水率变化曲线,(b)不同转换点下黄芪的干燥速率变化曲线

Fig. 3 Drying characteristic curves of astragalus under moisture content at different conversion points. (a) Wet base moisture content variation curve of astragalus at different transition points, (b) drying rate variation curve of astragalus at different conversion points

早,因此黄芪的颜色变化较小。在转换点为45%时,物料内氧化与水解反应同时发生,非酶褐变十分强烈,使黄芪的颜色变化更加显著。当转换点含水率为50%时,黄芪尚未进行氧化反应就被转入真空干燥阶段。但是这种条件下干燥时间过长,细胞内非酶褐变等反应更加完全,导致色差值更大^[23]。黄酮类化合物可与空气中的氧气反应而自动氧化。转换点含水率越低,其在热风干燥阶段的时间越长,与氧气接触时间越长,损失越多含量越低。30%条件下黄芪干制品的色泽度最高且黄酮含量较低。50%条件下干燥时间长,产品的化学反应完全,其总黄酮含量也较低。因此,考虑各方面的理化性质和质量变化,转换点含水率在35%~45%为宜。

2.1.4 真空温度对黄芪干燥特性及品质的影响

根据图4(a),保持热风60℃,转换点含水率40%条件下,含水率随真空温度的升高而降低;从图4(b)可以看出,不同条件下黄芪的干燥速率前期

均先增大后保持稳定一段时间,之后80℃、70℃条件下的物料干燥速率以80℃涨幅更大的规律增大,50℃、60℃条件下的物料干燥速率以50℃条件下降幅更大的规律下降;50℃条件下干燥速率变化出现的原因是干燥初期物料处于预热阶段,水分扩散及蒸发速率随温度的升高而增加,工艺进入真空干燥阶段后,温度下降,干燥速率也随之下降;60℃条件下干燥速率变化与50℃下相似,但转换点之后干燥速率下降程度更小。这是由转换点之后抽真空,箱体内部水分扩散受到影响导致的,且干燥后期自由水减少,毛细阻力变大,因此水分散失更慢;真空温度70℃、80℃下的物料干燥速率在干基含水率0.4到0.6之间有第二次的增大过程,原因是转换点之后真空温度较热风温度大,而80℃时与热风干燥阶段的温差更大,同时,80℃下的第二次的干燥峰值出现的更晚,说明干燥后期虽然物料中水分少,但增大真空温度可以达到提高干燥速率的效果。

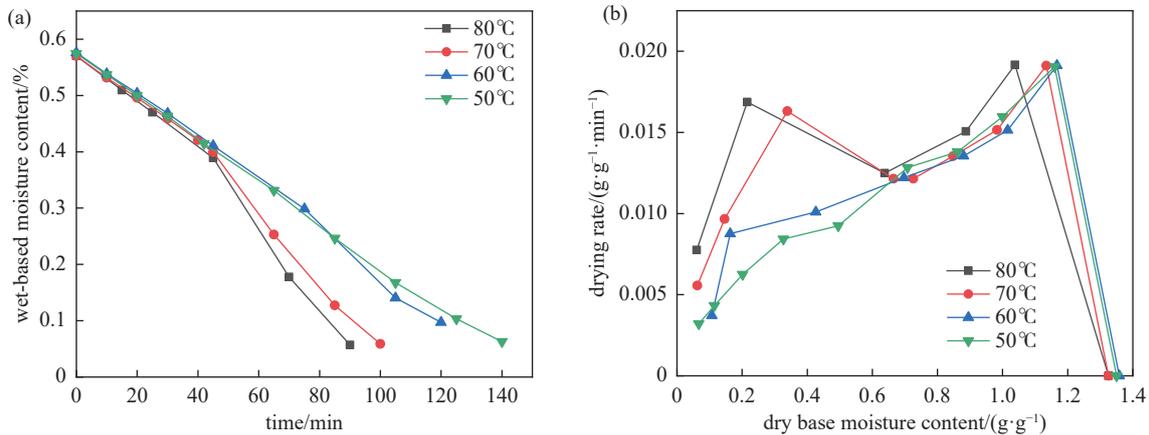


图4 不同真空温度下黄芪的干燥特性曲线。(a)不同真空温度下黄芪的湿基含水率变化曲线,(b)不同真空温度下黄芪的干燥速率变化曲线

Fig. 4 Drying characteristics curve of astragalus at different vacuum temperatures. (a) Variation curve of wet-based moisture content of astragalus at different vacuum temperatures, (b) drying rate curve of astragalus at different vacuum temperatures

由上述, 真空温度对黄芪含水率和干燥速率影响显著。

由表5可知, 色差值、总黄酮含量均随真空温度的增大而增大。色差值会增大, 原因是温度升高引起黄芪多糖更强烈的美拉德反应; 黄酮含量增大现象出现的原因是真空干燥阶段物料与氧气接触少, 黄酮化合物氧化程度低, 同时温度升高干燥时间变短, 成分降解进行的时间更短, 同时, 芒柄花素

等黄酮类化合物随着真空温度的增大而增多。这与 Vichakshana G A D 等^[25] 对于不同干燥方式对于姜黄成分的影响研究结果相一致。通过试验结果分析发现, 真空温度对于黄芪总黄酮含量的影响较大, 但并不完全负面。实验结果显示, 在增加真空温度的情况下, 总黄酮含量反而有所上升。基于综合评分分析, 得出较优的真空温度范围为 50℃~70℃。

表5 不同真空温度下黄芪干燥效果对比

Tab. 5 Comparison of drying effects of astragalus at different vacuum temperatures

真空温度/min	色差值	总黄酮含量/(mg/g)	干燥时间/min	综合评分
50	6.03±0.07 ^d (100.00)	0.47±0.01 ^c (61.84)	139.66±3.51 ^a (65.63)	84.47
60	6.42±0.09 ^c (93.93)	0.53±0.01 ^b (69.73)	115.00±2.00 ^b (79.70)	85.53
70	8.08±0.35 ^b (74.63)	0.51±0.00 ^b (67.11)	100.00±5.00 ^c (91.66)	76.13
80	17.41±0.01 ^a (34.64)	0.76±0.04 ^a (100.00)	91.66±2.89 ^d (100.00)	62.48
权重系数	0.57	0.23	0.19	

2.2 响应面法优化黄芪热风真空组合干燥工艺

2.2.1 响应面试验结果

试验共 30 个试验点, 其中 24 个为析因点, 6 个零点试验以估计误差, 试验结果如表 6 所示。

2.2.2 模型的建立与方差分析

通过 Design-expert8.0.6 软件对数据进行多元回归拟合分析, 综合评分(Y)与切片厚度(A)、热风温度(B)、转换点含水率(C)和真空温度(D)之间建立二次回归模型: $Y=60.67+2.42*A-1.71*B-1.91*C+2.65*D-0.86*A*B+1.65*A*C-1.02*A*D+1.47*B*C-1.51*B*D-4.55*C*D-2.49*A^2-4.51*B^2-1.78C^2-1.83*D^2$ 对回归方程进行方差分析。如表 7, 该模型

$P < 0.0001$, 表明所选模型极显著, 失拟项在 $P=0.7634$ 不显著, $R_{adj}^2=0.9050$, 能够解释极大部分的响应值变化。由 F 检验得出因子贡献率大小顺序为: 真空温度 > 切片厚度 > 中间转换点含水率 > 热风温度。

根据回归方程绘制不同因素对综合评分交互作用的响应面和等高线图, 如图 5 所示。由图 5(a)、(c), 结合方差分析, 切片厚度(A)与热风温度(B)、真空温度(D)对于黄芪的干制综合效果有交互作用但作用不显著($P > 0.05$)。由图 5(b)及方差分析, 切片厚度(A)和转换点含水率(C)对于黄芪的综合干燥效果交互作用显著($P < 0.05$), 随着切片厚度和

表6 Central Composite 试验设计及结果

Tab. 6 Central Composite experimental design and results

序号	切片 厚度/mm	热风 温度/°C	中间转换点 含水率/%	真空 温度/°C	色差值	总黄酮/ (mg/g)	干燥时 间/min	综合评分 (100分)
	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>				
1	4	50	35	50	9.82	0.33	112.00	45.02
2	6	50	35	50	7.92	0.34	115.00	49.60
3	4	70	35	50	14.36	0.30	84.00	42.18
4	6	70	35	50	11.32	0.37	105.00	45.00
5	4	50	45	50	8.05	0.22	141.00	42.09
6	6	50	45	50	6.07	0.35	166.00	53.25
7	4	70	45	50	13.20	0.35	84.00	45.32
8	6	70	45	50	11.45	0.72	115.00	57.65
9	4	50	35	70	10.20	0.74	103.00	61.90
10	6	50	35	70	10.30	0.91	128.00	65.62
11	4	70	35	70	18.60	0.39	47.00	56.45
12	6	70	35	70	16.20	0.44	56.00	54.84
13	4	50	45	70	12.44	0.36	110.00	42.50
14	6	50	45	70	9.38	0.52	120.00	52.67
15	4	70	45	70	15.99	0.18	61.00	42.57
16	6	70	45	70	11.20	0.17	67.00	44.85
17	3	60	40	60	10.97	0.30	78.00	47.49
18	7	60	40	60	5.80	0.50	220.00	53.84
19	5	40	40	60	11.92	0.58	180.00	46.84
20	5	80	40	60	17.84	0.22	79.00	38.28
21	5	60	30	60	9.41	0.50	95.00	54.98
22	5	60	50	60	7.55	0.46	161.00	51.96
23	5	60	40	40	14.05	0.62	150.00	47.71
24	5	60	40	80	17.41	0.80	90.00	58.83
25	5	60	40	60	8.69	0.56	120.00	55.84
26	5	60	40	60	6.04	0.48	110.00	63.07
27	5	60	40	60	6.02	0.49	130.00	61.54
28	5	60	40	60	6.22	0.35	101.00	58.56
29	5	60	40	60	5.64	0.47	132.00	62.65
30	5	60	40	60	6.04	0.46	109.00	62.39
权重系数					0.33	0.36	0.31	

转换点增大,黄芪干燥品质越好。由图5(d),热风温度(*B*)与转换点含水率(*C*)交互作用对于黄芪的品质影响显著,且呈正相关。当热风温度和转换点含水率增大时,高温迅速减少水分含量,同时转换点含水率增大使得色差变小,总黄酮含量损失较小,干制出的黄芪品质较佳。由图5(e)、(f),真空温度(*D*)与热风温度(*B*)、转换点(*C*)对于综合品质呈现出显著($P < 0.05$)、极显著($P < 0.0001$)的负交互作用。前者现象出现的原因是,高温引起了黄芪内部成分的大量损失,导致品质劣化。真空温度和

转换点增大会带来大的色差负效应和更长时间的干燥加工,从而黄芪色泽变差、干燥速率变低、黄酮含量减小。

2.2.3 参数优化

进一步分析所得回归方程,得到优化工艺条件:切片厚度 4.83 mm,热风温度 52.44°C,转换点含水率 35%,真空温度 69.04°C,在此条件预测综合评分为 66.5055。在切片厚度 4.86 mm,热风温度 52°C、中间转换点含水率 35%、真空温度 69°C 的条件下进行试验验证,得到色差值 9.89,总黄酮含量 0.78

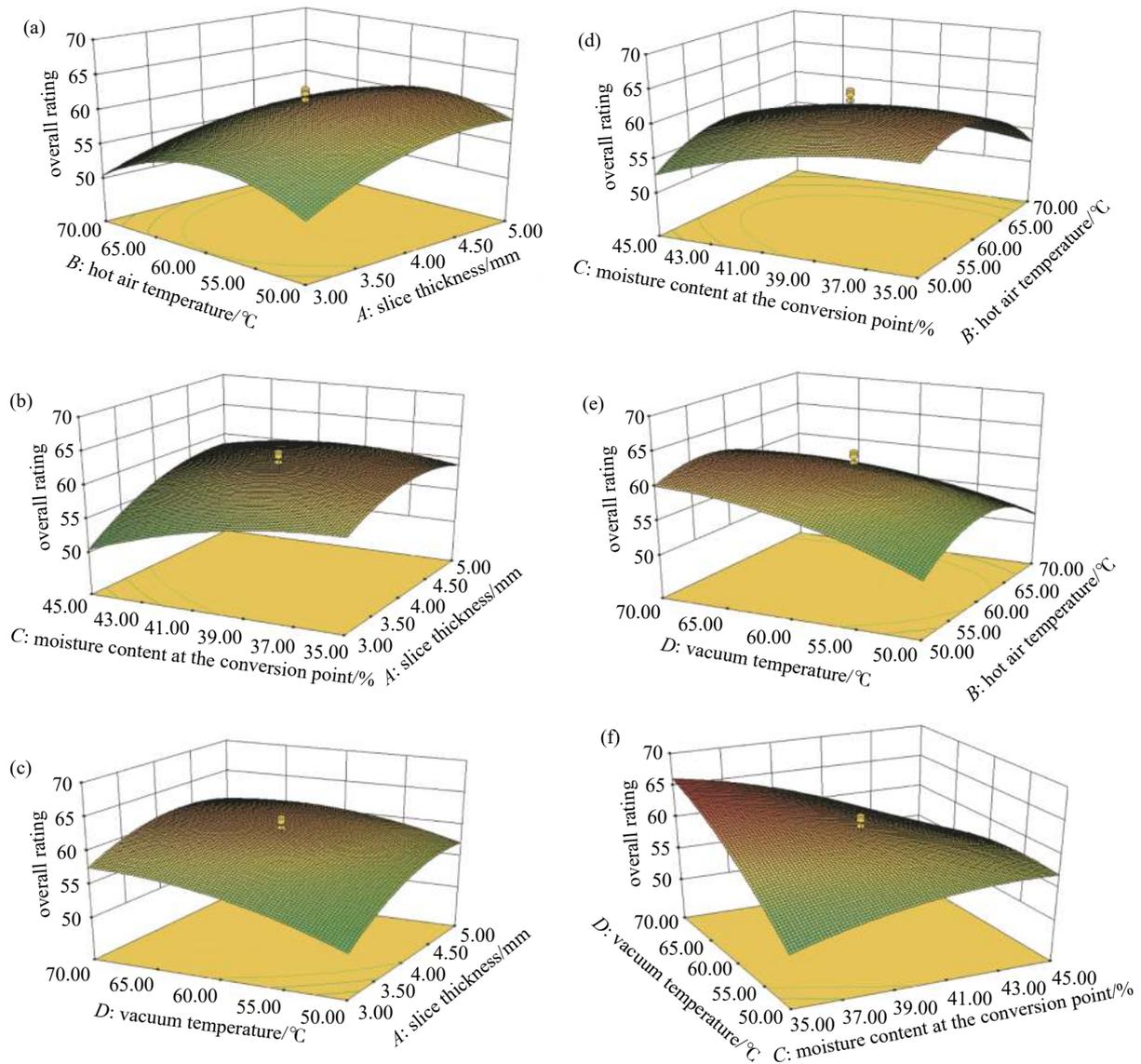


图5 AB、AC、AD、BC、BD、CD 的交互作用对综合评分的影响。(a)切片厚度与热风温度交互作用对综合评分的影响,(b)切片厚度与转换点含水率交互作用对综合评分的影响,(c)切片厚度与真空温度交互作用对综合评分的影响,(d)热风温度与转换点含水率交互作用对综合评分的影响,(e)热风温度与真空温度交互作用对综合评分的影响,(f)真空温度与转换点含水率交互作用对综合评分的影响

Fig. 5 The effect of the interaction of AB, AC, AD, BC, BD, and CD on the overall score. (a) Effect of interaction between slice thickness and hot air temperature on comprehensive scoring, (b) effect of interaction between slice thickness and moisture content of conversion point on comprehensive score, (c) effect of section thickness and vacuum temperature interaction on overall scoring, (d) effect of interaction between hot air temperature and moisture content at conversion point on comprehensive score, (e) effect of hot air temperature and vacuum temperature interaction on comprehensive score, (f) effect of interaction between vacuum temperature and moisture content at conversion point on comprehensive score

mg/g, 干燥时间 105 min, 综合评分 63.69, 相对误差 2.8155%, 实际值与模型预测值接近, 表明基于该方法得到的二次回归模型优化的工艺参数可靠。

3 结语

本研究基于热风真空组合干燥工艺对黄芪进

行了实验, 通过对色差值、总黄酮含量、干燥时间测量, 计算黄芪的干制产品品质的综合指标, 评析了切片厚度、热风温度、中间转换点含水率以及真空温度对于品质的影响。采用响应面分析方法优化并获得较佳的组合干燥工艺。研究发现, 切片厚度、热风温度、中间含水率转换点、真空温度均对黄芪

表7 方差分析检验

Tab. 7 Analysis of variance test

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值 (P>F)
模型	1638.13	14	117.01	20.73	<0.0001**
A	140.87	1	140.87	24.95	0.0002**
B	69.79	1	69.79	12.36	0.0031**
C	87.29	1	87.29	15.46	0.0013**
D	168.12	1	168.12	29.78	<0.0001**
AB	11.93	1	11.93	2.11	0.1667
AC	43.70	1	43.70	7.74	0.0139*
AD	16.67	1	16.67	2.95	0.1063
BC	34.72	1	34.72	6.15	0.0255*
BD	36.48	1	36.48	6.46	0.0226*
CD	330.59	1	330.59	58.56	<0.0001**
A ²	169.51	1	169.51	30.02	<0.0001**
B ²	558.28	1	558.28	98.88	<0.0001**
C ²	87.28	1	87.28	15.46	0.0013**
D ²	92.28	1	92.28	16.35	0.0011**
残差	84.69	15	5.65		
失拟项	43.46	10	4.35	0.53	0.8181
纯误差	41.22	5	8.24		
总离差	1722.81	29			
系数	0.9508				

注: **表示差异极显著 ($P < 0.01$), *表示差异显著 ($P < 0.05$)

品质有显著影响且交互作用显著。各因素对黄芪干燥特性和品质影响主次顺序为真空温度>切片厚度>转换点含水率>热风温度。黄芪热风真空组合干燥优化工艺参数为切片厚度 4.86 mm, 热风温度 52℃, 真空温度 69℃, 转换点含水率 35%, 该工艺参数下, 色差值 9.89, 总黄酮含量 0.78 mg/g, 干燥时间 105 min, 综合评分 63.69。试验验证得到的误差 < 5%, 拟合性较好, 模型可靠。研究结果为黄芪的干燥工艺研究提供了新的思路。

参 考 文 献

- [1] National Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the People's Republic of China. Part 1. [M]. Beijing: China Medical Science and Technology Press, 2020: 315 (国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部. [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 315(in chinese))
- [2] Zhang C, Yang X, Wei J, et al. Ethnopharmacology, phytochemistry, pharmacology, toxicology and clinical applications of Radix Astragali[J]. *Chinese journal of integrative medicine*, 2021, 27: 229-240.
- [3] Wu H W, Wang L Y, Li D H, et al. Analysis of the processing methods for the origin of Huangqi medicinal herbs. *Chinese Journal of Traditional Chinese Medicine*, 2021, 36 (08): 4543-4546 (吴红伟, 王临艳, 李东辉, 等. 黄芪药材产地加工方法探析. *中华中医药杂志*, 2021, 36(08): 4543-4546.(in chinese))
- [4] Bai C, Yang J, Cao B, et al. Growth years and post-harvest processing methods have critical roles on the contents of medicinal active ingredients of *Scutellaria baicalensis*[J]. *Industrial crops and products*, 2020, 158: 112985.
- [5] Yu Y T, Wang Q X, Dai J G, et al. The effect of different drying methods on the extraction kinetics of Huangqi medicinal herbs[J]. *Chinese Herbal Medicine*, 2022, 53(11): 3306-3313 (余亦婷, 王沁雪, 戴婧雅等. 黄芪药材不同干燥方式对其饮片的提取动力学影响 [J]. *中草药*, 2022, 53(11): 3306-3313.(in chinese))
- [6] Zhang J, Peng G L, Zhang X F, et al. Study on hot air drying characteristics and kinetic model of astragalus slices[J]. *Food & Machinery*, 2020, 36(08): 22-28+56 (张记, 彭桂兰, 张雪峰等. 黄芪切片热风干燥特性及动力学模型研究 [J]. *食品与机械*, 2020, 36(08): 22-28+56.(in chinese))
- [7] Chen Q, Shi Z, Wang Y, et al. Study on effects of sweating treatment and different drying methods on the quality of *Gentianae macrophyllae Radix*[J]. *Scientific Reports*, 2021, 11(1): 9717.
- [8] Zhai H X, Gu Q T, An B L, et al. Current situation and problem solution suggestions of heat pump technology application in Chinese herbal medicine drying field[J]. *Packaging and Food Machinery*, 2022, 40(3): 107-112

- (翟慧星, 顾青桃, 安保林等. 热泵在中药材干燥领域应用现状及问题对策 [J]. *包装与食品机械*, 2022, 40(3): 107-112.(in chinese))
- [9] Sun YP, Gong SX, Cao H, et al. Quantitative analysis of hairy stamen isoflavone glycosides and mangiferin in Mongolian Astragalus membranaceus with different processing methods[J]. *Chinese Herbal Medicine*, 2015, 46(11): 1678-1681 (孙玉平, 龚苏晓, 曹煌等. 不同加工方法的蒙古黄芪药材中毛蕊异黄酮苷和芒果柄花素定量分析 [J]. *中草药*, 2015, 46(11): 1678-1681.(in chinese))
- [10] Ma KK, Yuan YJ, Xu YY, et al. Design and application of multi-energy complementary fruit and vegetable hot air vacuum drying equipment[J]. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 2022, 42(03): 228-235 (马凯坤, 袁越锦, 徐英英等. 多能互补果蔬热风真空干燥设备设计及应用 [J]. *真空科学与技术学报*, 2022, 42(03): 228-235.(in chinese))
- [11] Zhang YR, Zhang H, Peng J, et al. The response surface method optimizes the hot air-vacuum segmented joint drying process of jujube[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2020, 41(03): 131-138 (张裕仁, 张慧, 彭菁, 等. 响应面法优化板枣热风-真空分段联合干燥工艺 [J]. *食品工业科技*, 2020, 41(03): 131-138.(in chinese))
- [12] Yang JQ, Yuan YJ, Wang D, et al. Effect of different drying methods on drying quality of banana slices[J]. *Food Science and Technology*, 2019, 44(03): 74-79 (杨佳琪, 袁越锦, 王栋等. 不同干燥方式对香蕉切片干燥品质的影响试验 [J]. *食品科技*, 2019, 44(03): 74-79.(in chinese))
- [13] Ren X. Experimental study and equipment design of the effect of drying technology on the active ingredients of typical Chinese medicinal materials. Shaanxi University of Science and Technology, 2020 (任雪. 干燥技术对典型中药材有效成分影响的实验研究及设备设计. 陕西科技大学, 2020.(in chinese))
- [14] Yap E S P, Uthairatanakij A, Laohakunjit N, et al. Influence of hot air drying on capsaicinoids, phenolics, flavonoids and antioxidant activities of 'Super Hot' chilies[J]. *PeerJ*, 2022, 10: e13423.
- [15] Li Y, He JG, Feng HM, et al. Research progress and potential advantage analysis of flavonoids of red stilbene[J]. *Chinese Journal of Traditional Chinese Medicine*, 2022, 40(08): 89-93 (李玥, 何军刚, 冯慧敏, 等. 红芪黄酮类化合物研究进展与潜在优势分析 [J]. *中华中医药学刊*, 2022, 40(08): 89-93.(in chinese))
- [16] Zhu XP, Chun AF, Qin R, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of total flavonoids from Calligonum chinense[J]. *Packaging and food machinery*, 2020, 38(03): 22-27 (朱新鹏, 陈芳, 秦绒, 等. 拐枣总黄酮超声波辅助提取工艺优化 [J]. *包装与食品机械*, 2020, 38(03): 22-27.(in chinese))
- [17] Zhao Z Y, Yuan Y J, Wang D, et al. Multi-index test formula method to optimize the vacuum hot air drying process of cantaloupe slices.[J]. *Food and Fermentation Industry*, 2020, 46(15): 140-146 (赵泽颖, 袁越锦, 王栋等. 多指标试验公式法优化哈密瓜片真空热风干燥工艺 [J]. *食品与发酵工业*, 2020, 46(15): 140-146.(in chinese))
- [18] Li K, Zhang Y, Wang Y F, et al. Effects of drying variables on the characteristic of the hot air drying for *Gastrodia elata*: Experiments and multi-variable model[J]. *Energy*, 2021, 222: 119982.
- [19] Sharifi A, Niakousari M, Rigi S. Experimental study and mathematical modeling of thin layer drying of rhubarb (*Rheum ribes L.*) [J]. *Journal of Food and Bioprocess Engineering*, 2020, 3(1): 1-6.
- [20] Siebert T, Becker A, Bunzel M, et al. Evaluation of the usefulness of serial combination processes for drying of apples[J]. *Drying Technology*, 2020, 38(10): 1274-1290.
- [21] Yu F, Wan N, Li YH, et al. Analysis of the change law and mechanism of physicochemical properties of Chinese medicinal materials during drying[J]. *Chinese Traditional and Herbal Drugs*, 2021, 52(07): 2144-2153 (喻芬, 万娜, 李远辉, 等. 中药材干燥过程中的理化性质变化规律与机制分析 [J]. *中草药*, 2021, 52(07): 2144-2153.(in chinese))
- [22] Ren DF. Research on quality degradation and optimization of drying process of Chinese medicinal materials[D]. China Agricultural University, 2002 (任迪峰. 中药材干燥过程中质量退化及优化干燥工艺的研究 [D]. 中国农业大学, 2002.(in chinese))
- [23] Nguyen Q V, Chuyen H V. Processing of herbal tea from roselle (*Hibiscus sabdariffa L.*): Effects of drying temperature and brewing conditions on total soluble solid, phenolic content, antioxidant capacity and sensory quality[J]. *Beverages*, 2020, 6(1): 2.
- [24] Li K. Hydrokinetic model and characteristic mechanism of hot air drying of rhizome Chinese medicinal materials. Yunnan Normal University, 2020 (李坤. 根茎类中药材热风干燥的失水动力学模型及特性机理研究. 云南师范大学, 2020.(in chinese))
- [25] Vichakshana G A D, Foo S C, Choo W S. Impact of high-pressure homogenization pretreatment on recovery of curcumin from turmeric by different combinations of extraction and drying methods[J]. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2023, 83: 103249.