

赵见军,马玉娟. 响应面法优化核桃粕油脂提取工艺[J]. 江苏农业科学,2014,42(7):274-276.

响应面法优化核桃粕油脂提取工艺

赵见军, 马玉娟

(陕西师范大学食品工程与营养科学学院,陕西西安 710069)

摘要:以冷榨核桃粕为原料,在单因素试验基础上,采用超声波技术辅助乙醇提取饼粕中的油脂,以油脂提取得率为考察指标进行中心组合设计及响应面分析。结果表明,在料液比 1 g : 25 mL、提取温度 78 ℃ 的条件下,最佳提取工艺参数为超声波时间 43 min、超声波功率 90 W、乙醇浓度 93%,在此条件下的油脂提取得率为 9.34%。与索氏抽提法的油脂得率为 9.87% 相比,超声波辅助乙醇提取核桃粕油脂的方案是可行的,并且对于深入开发安全、健康的核桃粕产品具有重要意义。

关键词:响应面法;超声波辅助提取;核桃粕;油脂;工艺优化

中图分类号: O657.5 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)07-0274-03

核桃(*Juglans regia* L.) 别称胡桃、羌桃,属胡桃科胡桃属植物,与扁桃、腰果、榛子并列为世界四大干果^[1]。中国核桃资源丰富,在大部分地区都有分布,但以云南、山西、四川、河北、新疆、陕西等省居多。核桃是一种营养和经济价值都很高的珍贵果木,据分析,核桃仁含有丰富的营养成分,其中脂肪含量 60% ~ 70%,高于大豆、芝麻、花生、油菜等油料作物;此外,蛋白质含量 15% ~ 20%,碳水化合物含量 10% 左右,纤维素含量 6.0% 左右,含有人体必需的维生素 A、维生素 E、维生素 D、维生素 K 等多种维生素^[2],钾、钠、锌、钙、磷、铁、硒等矿物质含量较高,且含有肌醇、咖啡酸等活性成分^[3],铜、锰含量适中。作为冷榨后的副产物,核桃粕保留了核桃仁的主要营养成分,脱脂核桃粕蛋白含量高达 53.89%^[4],核桃蛋白中含有 18 种氨基酸,其中有 8 种为人体必需氨基酸,精氨酸和谷氨酸含量很高^[5],表现出很高的营养价值,具有很好的开发前景。但核桃粕残油较高,在空气中易氧化产生不良气味而难以保存^[6]。目前大部分优质核桃粕的利用方式是直接当作饲料和肥料,浪费了许多优质蛋白质资源^[7],因而充分综合利用核桃资源,提高核桃的经济与营养价值,对核桃粕进行深加工研究显得尤为重要。

冷榨制油技术是一种直接将未经轧胚或蒸炒的油料在室温至 65 ℃ 之间经低温榨油机压榨而获得具有营养价值、分子结构未发生变化的油脂和饼粕的制油技术。该技术天然、安全、无污染,加工工艺较简单,对环境影响较小,并可节约生产成本(约为热榨的 1/3)^[8]。冷榨制油法属于物理方法,加压而不升温,对油脂营养物质没有影响^[9]。但冷榨饼粕残油高,冷榨饼的残油约为 12% ~ 20%,为热榨饼的 2 ~ 3 倍。加大冷榨压力或增加压榨次数可降低冷榨饼的残油,同时也降低了冷榨温度和冷榨油的品质,这样的改变有悖与整个冷榨工艺的原始目的,显然是不可采用的^[10]。索氏抽提法是国

中测定脂肪含量的方法,通过此法测定脂肪含量可以为优化超声波辅助提取核桃粕中油脂提取工艺提供参照。超声波提取是应用超声波强化提取植物的有效成分,是一种物理破碎过程,主要对媒质产生独特的机械振动作用和空化作用^[11],该提取技术作为一项高效的辅助提取技术在植物有效成分提取中应用较广。乙醇具有易制备、易回收、无污染等优点,在替代正己烷、正丁烷等有害溶剂作为植物油脂浸提溶剂上有很大的应用潜力。

响应面法(response surface methodology, RSM) 是一种优化工艺条件的有效方法,通过中心组合设计(CCD) 试验,将多因素试验中因素与水平之间的相互关系用多项式进行拟合,然后对函数的响应面进行分析,可以准确地描述因素与响应值之间的关系^[12-13]。RSM 是数学方法和统计方法结合的产物,用来对所感兴趣的响应受多个变量影响的问题进行建模和分析,其最终目的是优化该响应值^[14]。1996 年, Khuri 和 Comelly 已经对响应面法进行了比较全面系统的论述^[15]。如今, RSM 在化学工业、生物学、医学以及生物制药领域得到了广泛应用^[16-18],同时,食品学、工程学、环境科学等方面也都涉及到了响应面法的应用^[19-21]。本试验以乙醇为提取剂,采用超声波辅助乙醇提取二次冷榨核桃粕中的油脂,在单因素试验的基础上,应用 RSM 对提取工艺进行了优化。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

冷榨核桃粕为香菱冷核桃品种取仁、采用冷榨法榨取核桃油后的剩余物,经测定含有 13% 粗脂肪、56% 蛋白质、4.6% 水分、6.7% 灰分、5.2% 粗纤维;试验用试剂为国产分析纯。

试验用仪器有: KQ-3200DE 数控超声波清洗仪,江苏省昆山市超声仪器有限公司; PL203 电子分析天秤,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司; LXJ-IIB 离心机,上海安亭实验仪器有限公司; RE-52 旋转蒸发器,上海安亭实验仪器有限公司; TU-1810 紫外分光光度计,北京普析通用仪器有限责任公司; NH-S4 数显恒温水浴锅,北京科伟永兴仪器有限公司。

收稿日期: 2013-09-30

作者简介: 赵见军(1988—),男,河南鹿邑人,硕士研究生,研究方向为农产品加工与贮藏。E-mail: 729031039@qq.com。

通信作者: 张有林,教授,博士生导师,研究方向为食品科学。

E-mail: youlinzh@snmu.edu.cn。

1.2 核桃粕中粗脂肪的测定

对待测样品进行预先干燥,采用索氏抽提法,以石油醚作提取剂,沸程为 30~60℃。在提取温度 45℃、提取时间 4 h、浸提次数 6 次的条件下,测定核桃粕中总脂肪为 9.87%。

1.3 冷榨核桃粕中油脂提取方法

1.3.1 超声波辅助乙醇提取油脂工艺流程 冷榨核桃粕→烘干→粉碎→过 100 目筛→超声波辅助提取→离心→分离→浓缩(旋蒸)→干燥→测定含量。

1.3.2 油脂得率计算方法 油脂得率的计算公式为:

得率 = (提取油质量 / 核桃粕质量) × 100%。

1.3.3 超声波辅助提取油脂试验设计 前期的单因素试验结果表明,影响核桃油脂得率的主要因素有:超声波时间、超声波功率及乙醇浓度。因此在固定料液比为 1 g : 25 mL、提取温度 78℃条件下,以超声波时间、超声波功率及乙醇浓度作为研究对象,以核桃油脂得率为响应值设计响应面因素水平表,进行响应面试验,通过试验数据的二次回归拟合分析各因素的主效应和交互效应,得出最佳工艺参数。

2 结果与分析

2.1 响应面分析法优化工艺试验设计及结果

单因素试验确定响应面试验的因素的水平取值见表 1,采用 Box - Behnken 中心组合进行 3 因素 3 水平试验,结果见表 2。准确称取 100 g 核桃粕样品,按照试验设计加入乙醇溶液,并调整相应试验设计功率,提取完成后测定油脂得率,响应面试验设计结果分析见表 3。

表 1 核桃粕油脂提取工艺响应面分析因素及水平

水平	因素		
	A: 超声波时间 (min)	B: 超声波功率 (W)	C: 乙醇浓度 (%)
-1	30	80	80
0	40	90	90
1	50	100	100

表 2 核桃粕油脂提取工艺响应面试验设计方案及结果

编号	x ₁ : 超声波 时间 (min)	x ₂ : 超声波 功率 (W)	x ₃ : 乙醇 浓度 (%)	核桃油脂得率 (%)
1	0	-1	1	7.93
2	0	0	0	9.25
3	-1	-1	0	7.04
4	1	-1	0	8.36
5	-1	0	-1	7.57
6	1	0	-1	7.31
7	0	-1	-1	8.17
8	1	1	0	8.65
9	0	1	-1	7.73
10	0	0	0	9.27
11	-1	1	0	7.62
12	1	1	1	8.29
13	0	0	0	9.38
14	0	0	0	9.18
15	1	0	1	8.79
16	0	0	0	9.22
17	-1	0	1	7.26

表 3 核桃粕油脂提取工艺响应面试验设计结果分析

名称	单位	自由度	最小值	最大值	均值	标准差
油脂得率	%	17	7.04	9.38	8.30	0.77

利用 MATLAB 软件对表 2 试验数据进行回归拟合,得到核桃油脂得率对超声波提取时间、超声波功率、乙醇浓度 3 个变量的二次多项回归模型方程: $y = 9.27 + 0.45x_1 + 0.092x_2 + 0.18x_3 - 0.83x_1^2 - 0.53x_2^2 - 0.71x_3^2 + 0.43x_1x_3$ 。对该模型进行回归方差分析,表 4 结果表明,回归模型极显著 ($P < 0.01$),由模型预测结果和真实值计算得到复相关系数为 0.944 8、校正相关系数为 0.901 9,说明模型可以较好地拟合超声波提取功率、超声波时间、乙醇浓度对冷榨核桃饼中油脂得率的影响情况,可用于分析和预测提取结果。由回归模型系数显著性检验结果(表 5)可知,模型的一次项 x_1 显著, x_2 、 x_3 不显著;二次项 x_1^2 、 x_2^2 、 x_3^2 显著;交互项 x_1x_3 显著, x_1x_2 、 x_2x_3 为失拟项。

表 4 核桃粕油脂提取工艺回归模型方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
回归模型	9.56	7	1.37	22.01	<0.000 1	***
残差	0.56	9	0.062			
失拟	0.54	5	0.11	18.97	0.006 9	
纯误差	0.023	4	0.005 65			
总残差	10.12	16				

表 5 核桃粕油脂提取工艺回归分析结果

系数项	系数 估计值	自由 度	标准 误差	95% 置信		P 值
				下限	上限	
交互作用	9.27	1	0.11	9.02	9.51	<0.000 1
x_1	0.45	1	0.085	0.25	0.64	0.000 6
x_2	0.092	1	0.091	-0.11	0.30	0.337 4
x_3	0.18	1	0.091	-0.026	0.39	0.079 9
x_1x_3	0.43	1	0.12	0.17	0.70	0.004 9
x_1^2	-0.83	1	0.13	-1.12	-0.54	0.000 1
x_2^2	-0.53	1	0.12	-0.81	-0.25	0.002 1
x_3^2	-0.71	1	0.12	-0.99	-0.43	0.000 3

2.2 核桃油提取得率响应面分析及优化

根据二次回归方程,利用 Design - Expert 软件作超声波时间、超声波功率和乙醇浓度不同因素的响应面分析图,3 个因素及其交互作用对冷榨核桃粕油脂得率的影响结果如图 1、图 2、图 3 所示。

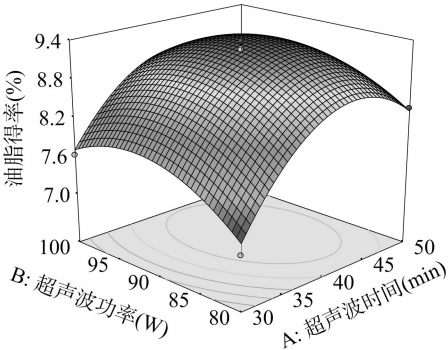


图 1 超声波时间和超声波功率对油脂得率影响的响应曲面

由图 1 可以看出,在提取温度为 78℃、料液比为 1 g : 25 mL 的条件下,冷榨核桃饼中油脂得率随着超声波时间、超声波功率的增加而减少,在较短的超声波时间内油脂得

率较低;超声波功率较低或较高时,均不利于油脂的溶出。

由图 2 可知,在提取温度为 78 ℃、料液比为 1 g : 25 mL 的条件下,冷榨核桃饼中油脂得率随乙醇浓度、超声波时间的增加而减少,且超声波作用时间越短,油脂得率越低,较高的作用时间有利于提高油脂得率;在低浓度或高浓度乙醇溶液下,油脂得率均较低。

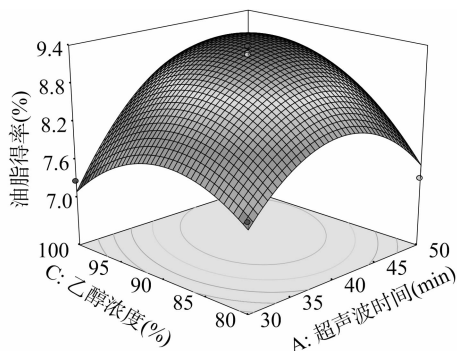


图2 超声波时间和乙醇浓度对油脂得率影响的响应曲面

由图 3 可知,在提取温度为 78 ℃、料液比为 1 g : 25 mL 条件下,核桃油的得率随乙醇浓度、超声波功率的增加而先增加后减少。一定范围内超声波的高频振荡及沸腾的高浓度乙醇利于油脂分子的溶出。

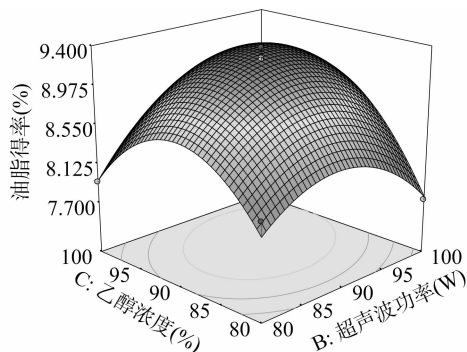


图3 超声波功率和乙醇浓度对油脂得率影响的响应曲面

2.3 最佳提取工艺及验证试验

在料液比 1 g : 25 mL、提取温度 78 ℃ 条件下,以油脂得率为指标,通过 MATLAB 分析得出回归模型,用 Design - Expert 进行响应面分析,得到最佳提取工艺为超声波时间 43.42 min,超声波功率 89.58 W,乙醇浓度 92.89%,在此条件下油脂提取得率为 9.35%。为了试验操作方便,确定验证试验的工艺为超声波时间 43 min,超声波功率 90 W,乙醇浓度 93%,提取温度 78 ℃,料液比 1 g : 25 mL,重复试验 6 次,油脂平均得率为 9.34%,与回归方程预测值(9.357 8%)非常接近,也与索氏抽提法油脂得率(9.87%)相差不大。

3 结论

在料液比 1 g : 25 mL、提取温度为 78 ℃ 的条件下,超声波辅助乙醇提取核桃粕中油脂的最佳工艺为超声波时间 43.42 min,超声波功率 89.58 W,乙醇浓度 92.89%,相应的油脂提取得率为 9.35%,调整后的最佳工艺为超声波时间 43 min,超声波功率 90 W,乙醇浓度 93%,此条件下油脂得率为 9.34%,与预测值非常接近,也与索氏抽提法结果相差不大,从而验证了所建回归模型的正确性,也充分证明了超声波

辅助提取替代索氏抽提法提取油脂方法的可行性,为深入开发安全、健康的核桃粕产品提供了参考。

参考文献:

- [1] 黄黎慧,黄群,孙术国,等. 核桃的营养保健功能与开发利用[J]. 粮食科技与经济,2009,34(4):48-50.
- [2] 郝荣庭,张毅萍. 中国果树志:核桃篇[M]. 北京:中国林业出版社,1992:54-56.
- [3] 许维升. 核桃优良品种及其丰产优质栽培技术[M]. 北京:中国林业出版社,1998:26-29.
- [4] 杜蕾蕾,郭涛,万辉,等. 冷榨核桃饼中核桃蛋白的提取与纯化的研究[J]. 粮油加工,2008(10):79-81.
- [5] 姜莉,徐怀德,陈金海,等. 核桃多肽的制备及核桃多肽酒的研制[J]. 食品科学,2009(8):307-310.
- [6] 庄艳玲,王淑兰,梁绍隆,等. 脱脂核桃粕制作低脂高蛋白核桃粉的工艺研究[J]. 食品科学,2004,25(9):218-219.
- [7] 陈金海,徐怀德,李艳伏,等. 碱性蛋白酶酶解核桃粕蛋白产物抗氧化特性研究[J]. 西北农业学报,2010,19(11):88-92.
- [8] 刘光宪,冯健雄,闵华,等. 冷榨制油技术研究进展[J]. 江西农业学报,2009,21(12):134-136.
- [9] 刘林,邱树毅,周鸿翔. 油料冷榨技术的研究进展[J]. 粮油加工,2010(9):5-8.
- [10] 忻耀年. 油料冷榨的概念和应用范围[J]. 中国油脂,2005,30(2):20-22.
- [11] 汪茂田,谢培山,王忠东,等. 天然有机化合物提取分离与结构鉴定[M]. 北京:化学工业出版社,2004:36.
- [12] Mohana S, Shrivastava S, Divecha J, et al. Response surface methodology for optimization of medium for decolorization of textile dye Direct Black 22 by a novel bacterial consortium[J]. Bioresource Technology, 2008, 99(3):562-569.
- [13] Chavalparit O, Ongwandee M. Optimizing electrocoagulation process for the treatment of biodiesel wastewater using response surface methodology[J]. Journal of Environmental Sciences, 2009, 21(11):1491-1496.
- [14] Montgomery D C. Design and analysis of experiments[M]. 傅钰生,译. 北京:人民邮电出版社,2007:405-425.
- [15] Xiao W H, Han L J, Bo S. Optimization of microwave-assisted extraction of flavonoid from *Radix Astragali* using response surface methodology[J]. Separation Science and Technology, 2008, 43(12):671-681.
- [16] Myers R H. Response surface methodology: current status and future directions[J]. Journal of Quality Technology, 1999, 31(1):30-44.
- [17] Aghaie E, Pazouki M, Hosseini M R, et al. Response surface methodology (RSM) analysis of organic acid production for Kaolin beneficiation by *Aspergillus niger*[J]. Chemical Engineering Journal, 2009, 147(2/3):245-251.
- [18] 周桂芬,吕圭源,陈素红. 响应面分析法优选当归切制工艺的研究[J]. 中华中医药学刊,2010,28(2):426-428.
- [19] 王明艳,张小杰,王涛,等. 响应面法优化香椿叶多糖的提取条件[J]. 食品科学,2010,31(4):106-110.
- [20] 黄靓,易伟建,汪优. 岩土工程可靠度分析的改进响应面法研究[J]. 岩土力学,2008,29(2):370-374.
- [21] 王玉峰,陈克复,莫立焕,等. 响应面法优化絮凝处理造纸厂烟草薄片废水[J]. 中华纸业,2013(2):34-39.