

油脂加工

基于 PB 设计和 BBD 响应面法优化牡丹籽饼中油脂的超声辅助提取工艺

陈程¹, 梁宇柱², 张存劳¹, 罗国平¹, 闫梦茹¹, 赵靓¹

(1. 西安医学院药学院, 西安 710021; 2. 西安中粮工程研究设计院有限公司, 西安 710082)

摘要: 优化牡丹籽饼中油脂的超声辅助提取工艺。在单因素试验的基础上, 采用 Plackett - Burman (PB) 设计对影响牡丹籽饼中油脂提取的 7 个因素(粒度、液料比、浸提时间、浸提温度、超声温度、超声时间、超声功率)进行筛选。根据 PB 试验结果, 选择粒度、浸提温度、液料比、超声温度为考察因素, 运用 BBD 响应面法对牡丹籽饼中油脂的超声辅助提取工艺进行优化。结果表明: 牡丹籽饼中油脂的最佳提取工艺条件为粒度 80 目、液料比 27:1、浸提温度 45 °C、浸提时间 4 h、超声温度 42 °C、超声功率 320 W、超声时间 35 min, 在此条件下, 牡丹籽油得率为 11.15%。

关键词: 牡丹籽饼; 油脂; 超声辅助提取; PB 设计; BBD 响应面法

中图分类号: TS229; TQ644 文献标识码: A 文章编号: 1003 - 7969(2018)02 - 0014 - 05

Optimization of ultrasound - assisted extraction of oil from peony seed cake by Plackett - Burman design and Box - Behnken response surface methodology

CHEN Cheng¹, LIANG Yuzhu², ZHANG Cunlao¹, LUO Guoping¹,
YAN Mengru¹, ZHAO Liang¹

(1. Pharmaceutical Institute, Xi'an Medical University, Xi'an 710021, China;

2. Xi'an COFCO Engineering Research and Design Institute Co., Ltd., Xi'an 710082, China)

Abstract: To optimize ultrasound - assisted extraction process of oil from peony seed cake, seven factors (particle size, ratio of liquid to solid, extraction time, extraction temperature, ultrasonic temperature, ultrasonic time and ultrasonic power) affecting the extraction of oil from peony seed cake were screened by Plackett - Burman (PB) design based on single factor experiment. By analyzing PB experimental result, particle size, extraction temperature, ratio of liquid to solid and ultrasonic temperature were selected as the factors. Then the extraction conditions of oil from peony seed cake were optimized by BBD response surface methodology as follows: particle size 80 meshes, ratio of liquid to solid 27:1, extraction time 4 h, extraction temperature 45 °C, ultrasonic temperature 42 °C, ultrasonic time 35 min and ultrasonic power 320 W. Under these conditions, the yield of peony seed oil was 11.15%.

Key words: peony seed cake; oil; ultrasound - assisted extraction; PB design; BBD response surface methodology

收稿日期: 2017 - 06 - 14; 修回日期: 2017 - 11 - 24

基金项目: 陕西省教育厅 2017 自然专项 (17JK0649); 西安医学院学科建设资助 (1007)

作者简介: 陈程 (1987), 男, 讲师, 硕士, 研究方向为中药药效物质基础和剂型改革研究 (E-mail) xayxychencheng@163.com。

牡丹为毛茛科、芍药属灌木, 在我国各地被广泛种植^[1]。油用牡丹是牡丹组植物中种子含油量大于等于 22% 的品种统称。牡丹籽出油率为 27% ~ 32%, 牡丹籽油已被国家批准为新资源食品, 其不饱和脂肪酸含量为 82.81% ~ 93.23%, 且 α -亚麻酸含量 (32% ~ 67%) 明显高于其他普通食用植物

油^[2-6]。牡丹籽油因其独特的营养价值和保健作用,被营养学家誉为植物油中的珍品^[7]。牡丹籽饼为牡丹籽经压榨后的副产品,富含蛋白质、多酚类、糖类化合物、油脂等多种活性成分,其中油脂含量约14%^[8-9]。油脂常用的提取方法有水代法、水酶法、反胶束萃取法、超临界CO₂萃取法、超声波提取法、微波提取法等^[10-13],其中超声波提取法具有效率高、时间短、温度低等特点,应用前景十分广阔^[13]。因此,本文采用超声辅助溶剂提取牡丹籽饼中油脂,在单因素试验的基础上采用 Plackett - Burman (PB) 设计对影响牡丹籽油得率的因素进行显著性分析,进而通过 BBD 响应面法优化工艺参数。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

牡丹籽饼(陕西兴森源生物科技有限公司提供,为陕西产牡丹种子不脱壳经压榨法榨油后的剩余部分,其中干基油脂含量约为14%),正己烷为分析纯。

1.1.2 仪器与设备

DZKW - D - 2 电热恒温水浴锅, KH7200DB 型数控超声波清洗器, GZ9147 电热鼓风干燥箱, QUINTIX124 - 1CN 电子分析天平, CP2102 电子天平, TD5M 低速大容量离心机。

1.2 试验方法

1.2.1 牡丹籽饼中油脂提取工艺流程

牡丹籽饼→烘干→粉碎→过筛→浸提→超声→离心→浓缩→干燥→牡丹籽油。

1.2.2 牡丹籽油得率的计算

$$W = \frac{M_1}{M_2} \times 100\%$$

式中: W 为牡丹籽油得率, %; M_1 为牡丹籽油的质量, g; M_2 为干燥牡丹籽饼的质量, g。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 粒度对牡丹籽油得率的影响

选择正己烷为提取溶剂, 设定液料比为 20:1、浸提温度 40℃、浸提时间 4 h、超声功率 200 W、超声温度 35℃、超声时间 30 min, 考察粒度对牡丹籽油得率的影响, 结果见图 1。

由图 1 可知, 随着粒度的减小(目数增大), 牡丹籽油得率呈先增大后减小的趋势, 当粒度为 80 目时, 牡丹籽油得率达到最大值。原因可能是随着粒度变小, 比表面积增大, 物料和溶剂接触充分, 进而提高牡丹籽油得率; 当粒度超过 80 目, 牡丹籽油得

率明显降低, 原因可能是油脂黏附在较细的牡丹籽饼表面, 进而导致得率降低。故选择最佳粒度为 80 目。

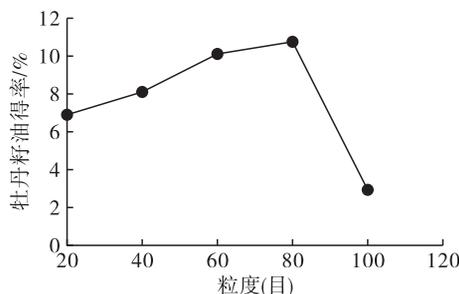


图 1 粒度对牡丹籽油得率的影响

2.1.2 浸提温度对牡丹籽油得率的影响

选择正己烷为提取溶剂, 设定粒度 80 目、液料比 20:1、浸提时间 4 h、超声功率 200 W、超声温度 35℃、超声时间 30 min, 考察浸提温度对牡丹籽油得率的影响, 结果见图 2。

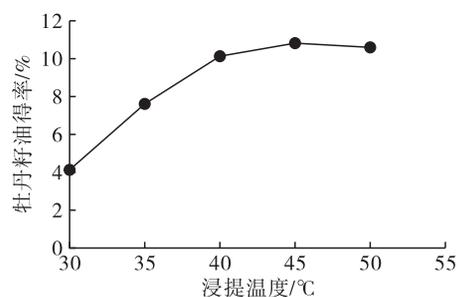


图 2 浸提温度对牡丹籽油得率的影响

由图 2 可知, 随着浸提温度的升高, 牡丹籽油得率呈先增大后趋于平缓的变化趋势, 当浸提温度达 45℃时, 牡丹籽油得率达最大值。原因可能是随着浸提温度升高, 扩散系数增大, 进而加速牡丹籽油浸出。故选择最适宜的浸提温度为 45℃。

2.1.3 浸提时间对牡丹籽油得率的影响

选择正己烷为提取溶剂, 设定粒度 80 目、液料比 20:1、浸提温度 45℃、超声功率 200 W、超声温度 35℃、超声时间 30 min, 考察浸提时间对牡丹籽油得率的影响, 结果见图 3。

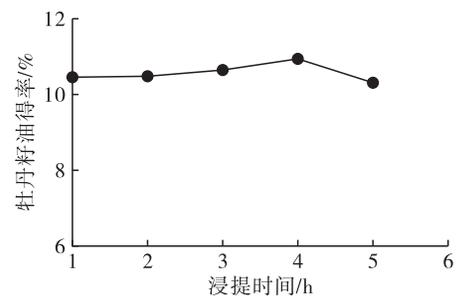


图 3 浸提时间对牡丹籽油得率的影响

由图 3 可知, 随着浸提时间的延长, 牡丹籽油得率变化幅度较小, 说明浸提时间对牡丹籽油得率影

响不大。当浸提时间为 4 h 时,牡丹籽油得率达到最大值。故选择最适宜的浸提时间为 4 h。

2.1.4 液料比对牡丹籽油得率的影响

选择正己烷为提取溶剂,设定粒度 80 目、浸提时间 4 h、浸提温度 45 °C、超声功率 200 W、超声温度 35 °C、超声时间 30 min,考察液料比对牡丹籽油得率的影响,结果见图 4。

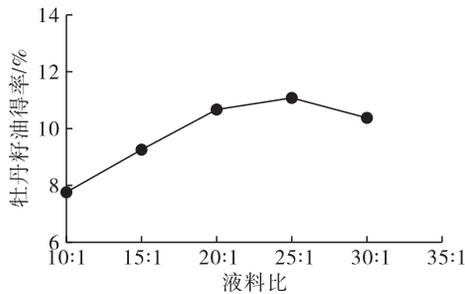


图 4 液料比对牡丹籽油得率的影响

由图 4 可知,随着液料比的增大,牡丹籽油得率整体呈先增大后缓慢减小的趋势,当液料比达 25:1 时,牡丹籽油得率达最大值。原因可能是浓度梯度是扩散作用的主要动力,浓度梯度越大,浸出更加充分。故选择最适宜的液料比为 25:1。

2.1.5 超声时间对牡丹籽油得率的影响

选择正己烷为提取溶剂,设定粒度 80 目、液料比 25:1、浸提时间 4 h、浸提温度 45 °C、超声功率 200 W、超声温度 35 °C,考察超声时间对牡丹籽油得率的影响,结果见图 5。

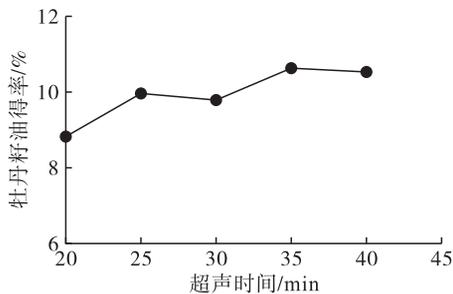


图 5 超声时间对牡丹籽油得率的影响

由图 5 可知,随着超声时间延长,牡丹籽油得率整体呈先增大后平缓的趋势,当超声时间达 35 min 时,牡丹籽油得率达到最大值。原因可能是随着超声时间延长,牡丹籽饼与溶剂相互作用时间延长,进而牡丹籽油得率提高。故选择最佳的超声时间为 35 min。

2.1.6 超声温度对牡丹籽油得率的影响

选择正己烷为提取溶剂,设定粒度 80 目、液料比 25:1、浸提时间 4 h、浸提温度 45 °C、超声功率 200 W、超声时间 35 min,考察超声温度对牡丹籽油得率的影响,结果见图 6。

由图 6 可知,随着超声温度升高,牡丹籽油得率

呈先增加后减小的趋势,当超声温度为 40 °C 时,牡丹籽油得率达到最大值。原因可能是超声温度升高,细胞内油脂加速扩散,进而牡丹籽油得率提高。故选择最适宜的超声温度为 40 °C。

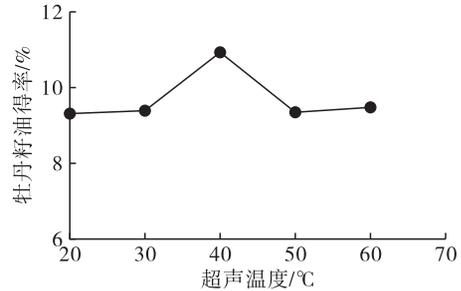


图 6 超声温度对牡丹籽油得率的影响

2.1.7 超声功率对牡丹籽油得率的影响

选择正己烷为提取溶剂,设定粒度 80 目、液料比 25:1、浸提时间 4 h、浸提温度 45 °C、超声温度 40 °C、超声时间 35 min,考察超声功率对牡丹籽油得率的影响,结果见图 7。

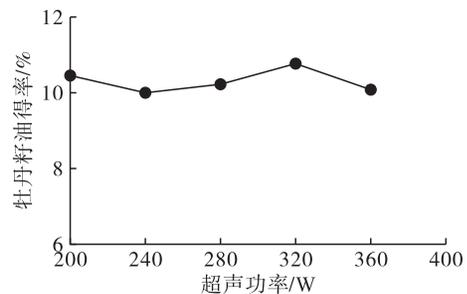


图 7 超声功率对牡丹籽油得率的影响

由图 7 可知,随着超声功率增加,牡丹籽油得率整体呈先增大后减小的趋势,当超声功率为 320 W 时,牡丹籽油得率达到最大值。原因可能为超声功率的增大使溶剂空化效应增强,细胞壁破裂程度增强,加速油脂的溶出速度;当超声功率大于 320 W 时,油脂成分被破坏进而牡丹籽油得率降低。故选择最佳超声功率为 320 W。

2.2 PB 试验

在单因素试验基础上运用 Design - Expert 8.0.6 软件设计 12 次的 PB 试验,对粒度 (X_1)、浸提温度 (X_2)、浸提时间 (X_3)、液料比 (X_4)、超声时间 (X_5)、超声温度 (X_6)、超声功率 (X_7) 进行对牡丹籽油得率 (Y) 的显著性考察,每个因素设计高 (1) 低 (-1) 2 个水平。PB 试验因素水平见表 1, PB 试验设计方案及结果见表 2。

表 1 PB 试验因素水平

水平	X_1 (目)	X_2 /°C	X_3 /h	X_4	X_5 /min	X_6 /°C	X_7 /W
-1	60	40	3	20:1	30	30	280
1	100	50	5	30:1	40	50	360

表2 PB试验设计及结果

试验号	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	X_7	Y/%
1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	7.40
2	1	-1	1	1	-1	1	1	10.57
3	-1	1	1	-1	1	1	1	7.52
4	1	1	-1	1	1	1	-1	10.89
5	-1	1	-1	1	1	-1	1	6.87
6	1	-1	-1	-1	1	-1	1	8.38
7	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	6.77
8	1	1	-1	-1	-1	1	-1	10.14
9	-1	-1	-1	1	-1	1	1	6.39
10	1	1	1	-1	-1	-1	1	9.79
11	-1	-1	1	-1	1	1	-1	6.86
12	1	-1	1	1	1	-1	-1	10.27

根据表2试验结果,利用 Design - Expert8.0.6 软件进行多元回归方程拟合和方差分析。回归方程为: $Y=8.49+1.52X_1+0.28X_2+0.25X_3+0.31X_4-0.022X_5+0.30X_6-0.17X_7$ 。PB 试验模型方差分析见表3。

由表3可以看出,模型具有极显著性($P < 0.01$),表明该模型可用于牡丹籽饼中油脂提取显著性因素的分析, $R_{adj}^2=0.9591$ 与 $R^2=0.9851$ 接近,表明该模型具有较好的解释力。各因素对响应值的影响由 P 值可以看出,粒度对牡丹籽油得率影响极显著($P < 0.01$);浸提温度、液料比、超声温度对牡丹籽油得率影响显著($P < 0.05$),故将此4个因素作为响应面法的考察因素。

表3 PB试验模型方差分析

项目	平方和	自由度	均方	F	P
模型	32.01	7	4.57	37.82	0.0017**
X_1	27.72	1	27.72	229.29	0.0001**
X_2	0.95	1	0.95	7.87	0.0485*
X_3	0.74	1	0.74	6.12	0.0687
X_4	1.13	1	1.13	9.33	0.0378*
X_5	5.633E-003	1	5.633E-003	0.05	0.8379
X_6	1.10	1	1.10	9.13	0.0391*
X_7	0.35	1	0.35	2.92	0.1624
残差	0.48	4	0.12		
总离差	32.49	7			

注:* $P < 0.05$,显著;** $P < 0.01$,极显著。下同。

2.3 BBD 响应面试验

结合单因素试验和PB试验结果,固定浸提时间4 h、超声时间35 min、超声功率320 W,选择粒度(X_1)、浸提温度(X_2)、液料比(X_4)、超声温度(X_6)为自变量,牡丹籽油得率(Y)为因变量,运用 Design - Expert8.6.0 软件设计响应面试验,响应面试验因素水平见表4,响应面试验设计及结果见表5。

表4 响应面试验因素水平

水平	X_1 (目)	$X_2/^\circ\text{C}$	X_4	$X_6/^\circ\text{C}$
-1	60	40	20:1	30
0	80	45	25:1	40
1	100	50	30:1	50

表5 响应面试验设计及结果

试验号	X_1	X_2	X_4	X_6	Y/%
1	1	0	0	-1	8.26
2	-1	1	0	0	5.31
3	0	0	-1	1	9.15
4	0	-1	0	1	7.37
5	0	0	1	1	9.32
6	0	0	-1	-1	6.64
7	-1	0	0	1	5.08

续表5

试验号	X_1	X_2	X_4	X_6	Y/%
8	0	-1	1	0	9.46
9	0	-1	0	-1	7.87
10	0	1	0	1	7.72
11	0	0	1	-1	7.40
12	0	1	0	-1	7.13
13	0	0	0	0	10.71
14	0	0	0	0	10.86
15	1	1	0	0	9.53
16	-1	0	0	-1	5.72
17	1	0	0	1	10.52
18	0	1	1	0	8.85
19	0	-1	-1	0	9.12
20	-1	0	1	0	7.37
21	1	0	1	0	10.63
22	1	-1	0	0	9.56
23	0	0	0	0	10.69
24	-1	0	-1	0	6.65
25	1	0	-1	0	9.19
26	0	0	0	0	10.97
27	-1	-1	0	0	7.76
28	0	0	0	0	10.17
29	0	1	-1	0	8.09

根据表 5 试验结果,利用 Design - Expert8.0.6 软件进行多元回归方程拟合和方差分析。回归方程为: $Y = 10.68 + 1.65X_1 - 0.38X_2 + 0.35X_4 + 0.51X_6 + 0.60X_1X_2 + 0.18X_1X_4 + 0.72X_1X_6 + 0.10X_2X_4 + 0.27X_2X_6 - 0.15X_4X_6 - 1.46X_1^2 - 1.19X_2^2 - 0.68X_4^2 - 1.89X_6^2$ 。响应面试验模型方差分析见表 6。

表 6 响应面试验模型方差分析

项目	平方和	自由度	均方	F	P
模型	77.45	14	5.53	17.67	<0.000 1**
X_1	32.67	1	32.67	104.35	<0.000 1**
X_2	1.70	1	1.70	5.41	0.035 5*
X_4	1.46	1	1.46	4.67	0.048 5*
X_6	3.14	1	3.14	10.03	0.006 8**
X_1X_2	1.46	1	1.46	4.68	0.048 4*
X_1X_4	0.13	1	0.13	0.41	0.530 4
X_1X_6	2.10	1	2.10	6.72	0.021 3*
X_2X_4	0.04	1	0.04	0.14	0.713 1
X_2X_6	0.30	1	0.30	0.95	0.346 6
X_4X_6	0.09	1	0.09	0.28	0.606 3
X_1^2	13.89	1	13.87	44.36	<0.000 1**
X_2^2	9.18	1	9.18	29.32	<0.000 1**
X_4^2	2.97	1	2.97	9.50	0.008 1**
X_6^2	23.13	1	23.13	73.88	<0.000 1**
残差	4.38	14	0.31		
失拟项	4.01	10	0.40	4.24	0.088 1
纯误差	0.38	4	0.09		
总和	81.83	28			

由表 6 可知,回归模型具有极显著性($P < 0.01$),模型修正系数 $R^2 = 0.946 4$,说明模型拟合度好,能较好反应考察因素与响应值之间的关系。失拟项不显著($P > 0.05$),表明模型误差较小。 X_1 、 X_6 、 X_1^2 、 X_2^2 、 X_4^2 、 X_6^2 对响应值影响极显著($P < 0.01$), X_2 、 X_4 、 X_1X_2 、 X_1X_6 对响应值影响显著($P < 0.05$)。通过 Design - Expert8.0.6 软件对回归方程进一步分析得出最佳工艺条件为:粒度 88.05 目,浸提温度 44.72 °C,浸提时间 4 h,液料比 27.27:1,超声温度 41.72 °C,超声功率 320 W,超声时间 35 min。在最佳工艺条件下,牡丹籽油得率最大理论预测值为 11.22%。

2.4 验证试验

考虑实际可操作性,将工艺条件优化为:粒度 80 目,浸提温度 45 °C,浸提时间 4 h,液料比 27:1,

超声温度 42 °C,超声功率 320 W,超声时间 35 min。在优化工艺条件下进行 3 次验证性试验,牡丹籽油得率平均值为 11.15% ($RSD = 1.12\%$),与预测值的相对误差为 0.63%,说明 BBD 设计响应面法得到超声辅助提取模型准确可靠。

3 结论

采用超声波辅助提取牡丹籽饼中油脂,在单因素试验基础上,通过 PB 试验进行影响因素的显著性分析,进而通过 BBD 响应面法优化超声辅助提取工艺。结果表明,牡丹籽饼中油脂的最佳提取工艺条件为:粒度 80 目,液料比 27:1,浸提温度 45 °C,浸提时间 4 h,超声温度 42 °C,超声功率 320 W,超声时间 35 min。在最佳工艺条件下,牡丹籽油得率为 11.15%。

参考文献:

- [1] 雷载权. 中药学[M]. 上海:上海科技出版社,1995.
- [2] 毛善巧,李西俊. 牡丹籽油的研究进展及油用牡丹资源综合利用价值分析[J]. 中国油脂,2017,42(5):123-126.
- [3] 周海梅,马锦琦,苗春雨,等. 牡丹籽油的理化指标和脂肪酸成分分析[J]. 中国油脂,2009,34(7):72-74.
- [4] 饶鸿雁,王成忠,袁亚光. 牡丹籽油的研究进展[J]. 山东轻工业学院学报,2013,4(12):35-38.
- [5] 王顺利,任秀霞,薛璟祺,等. 牡丹籽油成分、功效及加工工艺的研究进展[J]. 中国粮油学报,2016,31(3):139-146.
- [6] 程安玮,孙金月,王维婷,等. 牡丹籽油的研究进展[J]. 食品科学技术学报,2016(3):79-84.
- [7] 朱献标,翟文婷,董秀勋,等. 牡丹籽油化学成分及功能研究进展[J]. 中国油脂,2014,39(1):88-91.
- [8] 吴静义,曹丹亮,刘永刚,等. 牡丹籽饼的化学成分研究[J]. 中医药学报,2014,42(1):9-11.
- [9] 刘柏华,殷钟意,郑旭煦. 超声波辅助提取牡丹籽饼中油脂的工艺研究[J]. 食品研究与开发,2016,37(8):40-44.
- [10] 李静,姚茂君,李俊,等. 响应面法优化牡丹籽油的水酶法提取工艺[J]. 中国油脂,2014,39(10):14-18.
- [11] 陆少兰,谭传波,郝泽金,等. 微波预处理-超临界 CO₂ 萃取牡丹籽油的工艺研究[J]. 中国油脂,2015,40(5):9-13.
- [12] 杨倩,祁颀,王金顺,等. 亚临界萃取牡丹籽油的工艺研究[J]. 中国油脂,2016,41(5):15-18.
- [13] 罗国平,梁宇柱,闫梦茹,等. 超声波辅助提取牡丹籽油的工艺优化研究[J]. 中国油脂,2017,42(5):1-4.