

紫苏饼粕蛋白粉复合纤维法脱臭工艺研究

冷进松^{1,2}, 朱珠^{1,2}, 孙国玉¹, 刘长虹³

(1. 吉林工商学院 食品工程学院, 吉林 长春 130062; 2. 粮油食品深加工吉林省高校重点实验室, 吉林 长春 130062;
3. 河南工业大学 粮油食品学院, 河南 郑州 450001)

摘要:以120℃压榨紫苏饼粕蛋白粉为试材,采用Plackett-Burman试验设计筛选了影响紫苏饼粕蛋白粉感官评分的重要因素;利用最陡爬坡试验结合Box-Behnken响应面分析法,对紫苏饼粕蛋白粉复合纤维法脱臭工艺进行优化,通过统计分析,得到最优条件。结果表明:紫苏饼粕蛋白粉最优工艺参数茶叶渣添加量、羊毛条添加量、木棉纤维添加量、玉米纤维添加量4种纤维用量分别为1.0%、0.5%、0.3%、1.0%。

关键词:Plackett-Burman设计;紫苏饼粕;复合纤维;脱臭

中图分类号:TS 255.36 **文献标识码:**B **文章编号:**1001-0009(2014)22-0136-05

紫苏(Peppermint)系唇形科1年生草本植物,是我国传统的药食两用植物。紫苏籽油含有丰富的 α -亚麻酸,可以维持大脑神经系统功能,提高记忆力和视力,具有降血压、降血脂、抑制血小板聚集、减肥,以及减少癌症患病率、抑制肿瘤转移、改变过敏体质等作用^[1-3]。目前对于紫苏籽的开发利用,主要是对紫苏籽油的开发。而紫苏籽脱脂后的副产品紫苏饼粕没有得到很好的利用。紫苏蛋白质的功效比值、净蛋白比值和真消化率分别为2.07%、2.87%、82.60%^[4]。紫苏籽蛋白质的氨基酸组成比较全面,种类达18种,含有人体所必需的8种氨基酸,除含硫氨基酸(蛋氨酸+胱氨酸)偏低外,其它氨基酸组成与一般油料蛋白的氨基酸组成相似^[5-6]。紫苏蛋白是一种比较好的植物蛋白资源,而紫苏饼粕蛋白本身

含有令人不愉快的气味,所以长期以来尚未得到很好的利用。因此,利用紫苏蛋白粉作为食品工业原料时,一定要对紫苏蛋白粉进行脱臭处理^[7]。

1 材料与方法

1.1 试验材料

材料与试剂:紫苏饼粕蛋白粉、茶叶渣,实验室自制;羊毛条、木棉纤维、玉米纤维、大豆纤维、蔗渣纤维,广州常明拓展贸易有限公司。

仪器与设备:电热恒温真空干燥箱(PVD-030,上海实贝仪器设备厂);恒温水浴锅(HH-S,江苏省金坛市环宇科学仪器厂);循环水多用真空泵(SHB-3,广州市深华生物技术有限公司);酸度计(PHS-802,北京华瑞博远科技发展有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 紫苏饼蛋白脱臭工艺 称取15 g干燥紫苏蛋白粉,加入150 mL H₂O,调节pH为8~9,在其它条件不变情况下,分别测定在茶叶渣添加量为0.8%、1.0%、1.2%、1.4%、1.6%、1.8%、2.0%,羊毛条添加量为

第一作者简介:冷进松(1981-),男,硕士,讲师,研究方向为粮食及油脂与植物蛋白。E-mail:lengjinsong@sina.com。

基金项目:吉林省科技厅科技支撑计划重大科技攻关专项资助项目(20130204044NY)。

收稿日期:2014-07-14

Abstract: Taking ‘Orin’ apple as material, the effect of storage temperature on the aroma components of ‘Orin’ apple, and the dynamic change of fruit aroma were examined by HS-SPME and analyzed by GC-MS methods. The results showed that aldehydes, alcohols and esters were the main aroma components of ‘Orin’ apple, which different under the different storage temperatures. Hexanal, 2-hexenal, 1-hexanol, ethyl butanoate, ethyl hexanoate and ethyl-2-methyl-butanoate were main aroma components of ‘Orin’ apple under room temperature; main chemical constituents storage under low temperature were hexanal, 2-hexanal, 1-hexanol, 6-methyl-5-heptene-2-ol, 2-methyl-butyl acetate, hexyl acetate and ethyl butanoate. As the extension of storage time, both the two storage temperatures showed alcohols and esters matter increased and aldehyde material decreased, refrigeration delayed the drop in aldehyde proportion and restrained the production of alcohols and esters.

Keywords: ‘Orin’ apple; temperature of storage; aroma components

0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%、3.0%，木棉纤维添加量为0.2%、0.4%、0.6%、0.8%、1.0%、1.2%，玉米纤维添加量为0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%、3.0%，大豆纤维添加量为0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%、3.0%，蔗渣纤维添加量为0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%、3.0%的条件下，搅拌使紫苏蛋白完全溶解，抽滤，分次以少量水洗涤，洗液并入母液，调节pH为4.5，得到紫苏饼蛋白沉淀，抽滤，即得紫苏蛋白，45℃以下减压干燥。紫苏饼蛋白带有特征性的异味，采用次氯酸钠进行紫苏蛋白粉脱臭。利用Plackett-Burman设计进行影响因素的筛选，并通过正交实验优化紫苏饼蛋白脱臭的工艺条件。

1.2.2 紫苏饼蛋白脱臭效果的确定 脱臭后的紫苏蛋白粉根据气味的浓淡评分，9分为最淡，1分为最浓^[8]。

1.2.3 试验设计 单因素试验：采用单次单因素法，假定各因素不存在交互作用，当其它因素保持不变，只改变其中一个因素，然后逐个进行考察分析^[9]。Plackett-Burman试验设计：在单因素试验基础上，对茶叶渣添加量（%）、羊毛条添加量（%）、木棉纤维添加量（%）、玉米纤维添加量（%）、大豆纤维添加量（%）、蔗渣纤维添加量（%）6个因素进行考察，每个因素取低水平“-1”和高水平“1”。另设1个虚拟列，设计试验次数N=12的Plackett-Burman试验，以感官评分Y为回应值，Plackett-

Burman试验因素及结果见表1。最陡爬坡试验设计：响应面的拟合方程须在紧接邻域内才近似真实情形，在其它区域，拟合方程与被近似的方程毫无相似之处，几乎无意义。因此，找出主要因素后，必须通过使主要因素同时朝向响应值的最大方向变化，逼近最大响应区间，找出峰值，才能建立有效响应面方程^[10]。最陡坡法是多因素序贯试验法中的一种方法，它是将多个需要考查的因素组合在一起同时试验，而不是一次只变动一个因素，因而有利于揭露各因素间的交互作用，可沿着试验指标变化最快的方向迅速找到最优条件。这种试验方法在选矿领域的潜在用途是很广泛的。尤其在最佳工艺条件的选择问题上更显示出了它的科学性和实用性^[11]。利用Plackett-Burman设计试验，确定以茶叶渣添加量(X_1)、羊毛条添加量(X_2)、木棉纤维添加量(X_3)、玉米纤维添加量(X_4)4个主要因素为自变量，以感官评分(Y)为回应值。Box-Behnken试验设计：根据Box-Behnken的中心组合试验设计原理，用来评价指标和因素间的非线性关系，估计一阶、二阶与一阶交互作用项的多项式模式，是一种有效的响应面设计法^[12]。利用Design-Expert 8.0.5b进行响应面法优化影响紫苏饼蛋白粉的4个主要因素试验，优化茶叶渣添加量(X_1)、羊毛条添加量(X_2)、木棉纤维添加量(X_3)、玉米纤维添加量(X_4)组合，考察目标为感官评分。

表1

Plackett-Burman试验设计表及结果

Table 1

Plackett-Burman design and experimental result

运行序	茶叶渣添加量/%	羊毛条添加量/%	木棉纤维添加量/%	玉米纤维添加量/%	大豆纤维添加量/%	蔗渣纤维添加量/%	虚拟项I	感官评分/分
1	-1(1.4)	1(2.0)	1(0.8)	1(1.5)	-1(0.5)	1(1.5)	1	7.9
2	-1	1	-1(0.4)	-1(0.5)	-1	1	1	7.8
3	1(1.8)	-1(1.0)	1	-1	-1	-1(0.5)	1	4.7
4	1	-1	1	1	-1	1	-1	6.8
5	1	1	-1	1	1(1.5)	-1	1	7.4
6	-1	-1	-1	1	1	1	-1	7.6
7	1	1	-1	1	-1	-1	-1	8.5
8	1	1	1	-1	1	1	-1	5.6
9	-1	-1	1	1	1	-1	1	6.5
10	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	7.5
11	1	-1	-1	-1	1	1	1	6.2
12	-1	1	1	-1	1	-1	-1	7.0

2 结果与分析

2.1 Plackett-Burman试验结果分析

从检验结果可以看出，主效应中，茶叶渣添加量(X_1)、羊毛条添加量(X_2)、木棉纤维添加量(X_3)、玉米纤维添加量(X_4)4个主要因素效应显著，P分别为0.031、0.035、0.014、0.019，均小于0.050，可以作为进一步优化的因素。其它因素对结果影响不大，在进一步研究中，取中间水平，对影响效果不进行分析^[13]。

表2 偏回归系数及影响因子的显著性分析

Table 2 Analysis of partial regression coefficient and significance of factor

项目	效应	系数	系数标准误	T	P	差异显著性
茶叶渣添加量/%	-0.8500	-0.4250	0.1299	-3.27	0.031	+
羊毛条添加量/%	0.8167	0.4083	0.1299	3.14	0.035	+
木棉纤维添加量/%	-1.0833	-0.5417	0.1299	-4.17	0.014	+
玉米纤维添加量/%	0.9833	0.4917	0.1299	3.78	0.019	+
大豆纤维添加量/%	-0.4833	-0.2417	0.1299	-1.86	0.136	
蔗渣添加量/%	0.0500	0.0250	0.1299	0.19	0.857	

注：+表示差异显著；P为差异显著性参数。

2.2 最陡爬坡试验结果分析

根据 Plackett-Burman 试验,确定以茶叶渣添加量(X_1)、羊毛条添加量(X_2)、木棉纤维添加量(X_3)、玉米纤维添加量(X_4)4个主要因素为自变量,以感官评分(Y)为回应值,其因素水平编码与结果见表3。

表3 最陡爬坡试验设计及结果

Table 3 The design and result of steepest ascent test

步骤	茶叶渣添 加量(X_1)	羊毛条添 加量(X_2)	木棉纤维添 加量(X_3)	玉米纤维添 加量(X_4)	感官评分 (Y)/分
-2	1.0	0.5	0.2	0.5	8.1
-1	1.2	1.0	0.4	1.0	8.8
0	1.4	1.5	0.6	1.5	7.4
1	1.6	2.0	0.8	2.0	7.7
2	1.8	2.5	1.0	2.5	8.3

由表3可知,第2组试验的感官评分最高。这说明最优试验在第2组试验附近。故以试验2的条件为响应面试验因素水平的中心点,茶叶渣添加量(X_1)、羊毛条添加量(X_2)、木棉纤维添加量(X_3)、玉米纤维添加量(X_4)分别为1.2%、1.0%、0.4%、1.0%进行下一步研究。

2.3 Box-Behnken 试验结果分析

基于单因素试验设计,对优化工艺条件进行了一系列的试验,在最陡爬坡试验的基础上,根据 Box-Behnken 的中心组合试验设计原理。利用 Design-Expert8.0.6 进行 Response Surface Methodology(RSM) 响应面法优化影响紫苏饼粕蛋白粉感官评分的4个主要因素试验,优化茶叶渣添加量(X_1)、羊毛条添加量(X_2)、木棉纤维添加量(X_3)、玉米纤维添加量(X_4)组合。考察目标为感官评分,试验因素水平安排以及根据以上水平编码设计试验表格并检测响应值结果见表4。

对表4数据进行二次多元回归拟合,可求出影响因素的一次效应、二次效应以及交互效应的关联方程并可绘制出响应面图。该模型通过二阶经验模型对变量的响应行为进行表征,即:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^3 \beta_{ij} x_i x_j.$$

式中, Y 代表响应值, β_0 、 β_i 、 β_{ii} 分别表示偏移项、线性偏移和二阶偏移系数, β_{ij} 是交互效应系数, X_i 是各因素的编码值。对表4试验数据进行多元回归拟合得到感官评分(Y)对编码自变量 X_1 、 X_2 和 X_3 的二次多项式回归方程: $Y=8.80-0.27X_1-0.52X_2-0.13X_3+0.18X_4+0.35X_1X_2+0.80X_1X_3-0.15X_1X_4+0.48X_2X_3+0.28X_2X_4+0.32X_3X_4-0.96X_1^2-0.64X_2^2-0.84X_3^2-0.69X_4^2$ 。

由表5可知,模型准确度和精密度都较高,用该模型进行分析和预测是合理的。单因素的影响顺序为 $X_2 > X_1 > X_4 > X_3$,即羊毛条添加量>茶叶渣添加量>

玉米纤维添加量>木棉纤维添加量;交互作用项 X_1X_3 显著,二次项 X_1^2 、 X_3^2 极显著。

表4 响应面分析方案及结果

Table 4 Design and result of response surface methodology

序列	X_1 茶叶渣添 加量/%	X_2 羊毛条添 加量/%	X_3 木棉纤维添 加量/%	X_4 玉米纤维添 加量/%	感官评分 Y /分
1	1.2	1.0	0.4	1.0	8.8
2	1.2	0.5	0.2	1.0	7.7
3	1.2	1.5	0.4	1.5	6.9
4	1.2	0.5	0.4	1.5	8.1
5	1.0	1.0	0.4	0.5	7.2
6	1.2	1.0	0.6	1.5	7.1
7	1.4	0.5	0.4	1.0	7.3
8	1.2	1.0	0.4	1.0	8.8
9	1.2	0.5	0.4	0.5	8.9
10	1.2	1.5	0.4	0.5	6.6
11	1.2	1.5	0.6	1.0	7.8
12	1.2	1.0	0.2	1.5	7.4
13	1.2	1.0	0.2	0.5	7.9
14	1.4	1.0	0.6	1.0	7.5
15	1.4	1.0	0.2	1.0	6.5
16	1.0	1.0	0.2	1.0	8.4
17	1.4	1.5	0.4	1.0	7.3
18	1.0	1.5	0.4	1.0	6.2
19	1.4	1.0	0.4	1.5	6.7
20	1.2	0.5	0.6	1.0	7.5
21	1.2	1.0	0.4	1.0	8.8
22	1.0	1.0	0.6	1.0	6.2
23	1.4	1.0	0.4	0.5	5.8
24	1.2	1.0	0.4	1.0	8.8
25	1.0	1.0	0.4	1.5	8.7
26	1.2	1.5	0.2	1.0	6.1
27	1.0	0.5	0.4	1.0	7.6
28	1.2	1.0	0.4	1.0	8.8
29	1.2	1.0	0.6	0.5	6.3

2.4 回应曲面分析

绘制三维响应面曲线模型是分析各自不同变量对某个指标影响最好的方法^[14-15]。图1分别表示茶叶渣添加量与羊毛条添加量、茶叶渣添加量与木棉纤维添加量、茶叶渣添加量与玉米纤维添加量、羊毛条添加量与木棉纤维添加量、木棉纤维添加量与玉米纤维添加量对紫苏饼粕蛋白粉脱臭效果的影响。由图1响应面分析图可以看出,Plackett-Burman 试验设计筛选出的4个因素对响应值感官评分的影响,最高点位于试验的设定值范围内。由响应面的规范分析可知,回归模型存在稳定点,稳定点为最大响应值。

2.5 最佳条件的确定

为了确定最佳工艺配方条件,对回归方程取一阶偏导数等于零解方程组,得 $X_1 = -0.50832238$ 、 $X_2 = -0.77809571$ 、 $X_3 = -0.56124387$ 、 $X_4 = -0.10233078$,此时 $Y=9$ 即紫苏饼粕蛋白粉脱臭的最佳加工配方参数

表 5

回归模型系数及显著性检验

Table 5

Variance analysis result of regression model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P-值期望值>F	显著性
模型	20.06695	14	1.433354	3.305016	0.0163	
X_1 -茶叶渣添加量	0.853333	1	0.853333	1.967609	0.1825	
X_2 -羊毛条添加量	3.203333	1	3.203333	7.38622	0.0167	
X_3 -木棉纤维添加量	0.213333	1	0.213333	0.491902	0.4946	显著
X_4 -玉米纤维添加量	0.403333	1	0.403333	0.930003	0.3512	
$X_1 X_2$	0.49	1	0.49	1.129838	0.3058	
$X_1 X_3$	2.56	1	2.56	5.902827	0.0292	显著
$X_1 X_4$	0.09	1	0.09	0.207521	0.6557	
$X_2 X_3$	0.9025	1	0.9025	2.080977	0.1711	
$X_2 X_4$	0.3025	1	0.3025	0.697502	0.4176	
$X_3 X_4$	0.4225	1	0.4225	0.974197	0.3404	
X_1^2	6.009122	1	6.009122	13.85578	0.0023	极显著
X_2^2	2.636149	1	2.636149	6.07841	0.0272	显著
X_3^2	4.549662	1	4.549662	10.49057	0.0059	极显著
X_4^2	3.065878	1	3.065878	7.069278	0.0187	显著
残差	6.071667	14	0.43369			
失拟项	6.071667	10	0.607167			
纯误差	0	4	0			
总回归	26.13862	28				

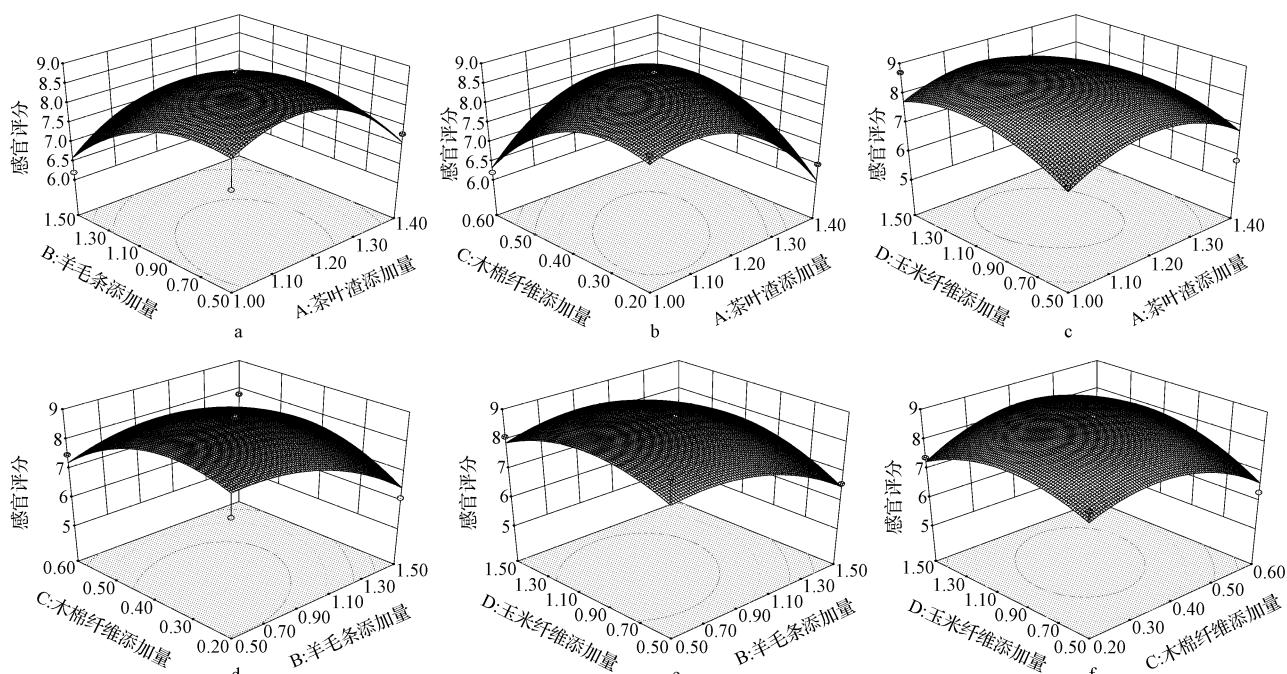


图 1 两因素交互作用对紫苏饼粕蛋白粉脱臭效果影响的响应曲面图

Fig. 1 Response surface and contour plots showing the interaction effect of tea residue amount, wool tops amount, kapok fiber amount, corn fiber amount on deodorization of perilla seed meal protein

为茶叶渣添加量 1.098336%、羊毛条添加量 0.610952%、木棉纤维添加量 0.287751%、玉米纤维添加量 0.948835%。为检验响应曲面法所得结果的可靠性,采用最佳提取工艺条件进行紫苏饼粕蛋白粉脱臭加工,考虑到实际操作的便利,将工艺配方参数修正为:茶叶渣添加量 1.0%、羊毛条添加量 0.5%、木棉纤维添加量 0.3%、玉米纤维添加量 1.0%,为进一步验证回归模型

的有效性,以优化结果进行 4 次重复试验,测得平均感官评分值为 8.6,接近于预测值,表明模型可靠,预测结果准确。

3 结论

采用 Plackett-Burman 试验设计可以从众多考察因素中快速有效地筛选出最为重要的几个因素。该研究

应用此方法快速筛选了对紫苏饼粕蛋白粉脱臭效果有影响的各个因素,既省时也可同时比较分析各因素之间的交互作用,保证了试验的精确性^[16]。并通过最陡爬坡试验以及 Box-Behnken 中心组合试验,建立了茶叶渣添加量、羊毛条添加量、木棉纤维添加量、玉米纤维添加量 4 个影响因素与紫苏饼粕蛋白粉感官评分相互作用的二阶多项式回归模型^[17]。对回归模型进行统计分析,获得最优化工艺。从试验结果看,响应面优化设计(PBD)找出了主要影响因素为茶叶渣添加量、羊毛条添加量、木棉纤维添加量、玉米纤维添加量,并用 Box-Behnken 设计对主要影响因素进行精确优化并建立了二阶经验数学模型。方差分析发现模型显著性($P < 0.05$),准确度和精密度均较高^[18]。响应曲面分析研究了各因素交互作用对响应值的影响。模型求解得最优工艺参数为茶叶渣添加量 1.0%、羊毛条添加量 0.5%、木棉纤维添加量 0.3%、玉米纤维添加量 1.0%。

参考文献

- [1] 刘秉和.要重视紫苏的利用与开发[J].湖南中医药导报,2000,6(2):16-17.
- [2] 张燕平,张虹,王维华.苏子的精炼及油中 α -亚麻酸的纯化研究[J].中国油脂学报,1999,14(3):2-4.
- [3] 张洪,黄建韶,赵东海.紫苏营养成分的研究[J].食品与机械,2006,22(2):41-43.
- [4] 张燕平,张虹,沈志扬.苏子油粕中蛋白质的提取研究[J].中国商办工业,2000(7):46-48.
- [5] 刘大川,王静,刘贵华,等.紫苏叶中色素及黄酮类化合物提取工艺研究[J].粮食与油脂,2000(5):36-39.
- [6] 林文群,陈忠,刘剑秋.紫苏子化学成分初步研究[J].海峡药学,2002,14(4):26-28.
- [7] 李晶.玉米蛋白粉的脱臭工艺研究[J].食品工业科技,2004,25(5):60-61.
- [8] 邱英华,孙卫东,王玉海,等.蚕蛹蛋白提取与脱臭工艺研究[J].中国食品添加剂,2012(3):133-136.
- [9] 赵伟,陈晨,刘倩,等.利用 Minitab 优化耐高温淀粉酶发酵培养条件[J].中南大学学报(自然科学版),2010,41(5):1652-1656.
- [10] Li C,Bai J H,Cai Z L,et al. Optimization of acultural medium for bacteriocin production by *Lactococcus lactis*using response surface methodology [J]. Journal of Biotechnology,2002,93(1):27-34.
- [11] 李正辉.用“最陡坡法”研究皮带溜槽选别难选锡矿泥的操作参数[J].云锡科技,1992,19(2):25-26.
- [12] Box G E P,Behnken D W. Some new three level designs for the study of quantitative variables[J]. Technometrics ,1960(2):455-467.
- [13] 冷进松,朱珠,周跃勇.乳清粉-玉米醇子馒头生产配方的优化设计[J].食品研究与开发,2014,35(2):57-63.
- [14] Wei Z J,Liao A M,Zhang H X,et al. Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of silkworm pupal oil applying the response surface methodology[J]. Bioresource Technology ,2009,100:4214-4219.
- [15] Xu X,Gao Y X,Liu G M,et al. Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of sea buckthorn (*Hippophae thamnooides* L.) oil using response surface methodology[J]. LWT-Food Science and Technology ,2008,41:1223-1231.
- [16] 陈合,李串娜,舒国伟. Plackett-Burman 法筛选保加利亚乳杆菌发酵培养基氮源[J].陕西科技大学学报,2012,30(6):73-74.
- [17] 钱森和,赵世光,魏明,等.响应面法优化芝麻粕发酵制备芝麻多肽的研究[J].中国油脂,2013,38(1):20-23.
- [18] 肖怀秋,李玉珍.海金沙草总黄酮提取工艺的回应面优化[J].氨基酸和生物资源,2010,34(3):68-72.

Study on Deodorization Process of Perilla Seed Meal Protein Powder by Composite Fiber Method

LENG Jin-song^{1,2}, ZHU Zhu^{1,2}, SUN Guo-yu¹, LIU Chang-hong³

(1. College of Food Engineering, Jilin Business and Technology College, Changchun, Jilin 130062; 2. Jilin Province Key Laboratory of Grain and Oil Processing, Jilin Business and Technology College, Changchun, Jilin 130062; 3. College of Cereal and Oils Food, Henan University of Technology, Zhengzhou, Henan 450001)

Abstract: Taking pressed perilla seed meal protein powder at 120°C as raw material, using Plackett-Burman experimental design to screen important factors for sensory score of perilla seed meal protein powder. Using steepest ascent experiment combined with the Box-Behnken response surface method to optimize the process of composite fiber deodorization of perilla seed meal protein powder, through statistical analysis, to obtain the optimal conditions. The results showed that perilla seed meal protein powder with sodium hypochlorite deodorization process as tea residue amount 1.0%, wool tops amount 0.5%, kapok fiber amount 0.3%, corn fiber amount 1.0%.

Keywords: Plackett-Burman design; perilla seed meal; composite fiber; deodorization