

乳酸压力法对鸡骨营养成分浸出效果的响应面分析

王华杰, 冉 然, 高 媛, 谭 薇, 卢晓黎*
(四川大学食品工程系, 四川 成都 610065)

摘 要: 研究了乳酸压力法对鸡骨营养成分浸出效果的影响, 采用响应面法进行试验设计, 优化出的工艺参数为: 浸提压力 0.11MPa, 浸提时间 62min, 液料比 5.6:1(W/W), 乳酸用量 12%, 在此条件下得到羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度的综合指标为 33.604。

关键词: 鸡骨营养成分; 乳酸加压浸提; 响应面分析

Study on Optimization of Lactic Acid-Pressurization Extraction Technology of Chicken Bone Nutritional Component by Response Surface Methodology

WANG Hua-jie, RAN Ran, GAO Yuan, TAN Wei, LU Xiao-li*
(Department of Food Engineering, Sichuan University, Chengdu 610065, China)

Abstract: In this study, lactic acid-pressurization extraction technology was used to extract chicken bone nutritional components, and the extraction conditions were optimized using response surface methodology. The results showed that the optimal conditions are as follows: extraction pressure 0.11 MPa, extraction time 62 min, material to liquid ratio 5.6:1 (W/W) and lactic acid amount 12%. Under these conditions, the comprehensive index on contents of hydroxyproline, calcium and phosphorous and degree of protein hydrolysis is calculated to be 33.604.

Key words: chicken bone nutritional component; lactic acid-pressurization extraction; response surface methodology

中图分类号: TS201.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)04-0136-06

畜禽骨中含有丰富的矿物元素、胶原蛋白、脂肪酸和黏多糖等营养成分, 但往往作为废弃物未得到合理的加工利用。不仅造成浪费, 还会因骨中富含的营养物质易于腐败而带来环境污染问题。充分利用骨类资源, 大力开发骨类食品, 制备骨味素等营养添加剂已成为肉类加工产业亟待解决的课题。本实验以鸡骨为原料, 以羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度为评价指标, 采用响应面法对乳酸加压浸提过程的浸提压力及时间、乳酸用量和液料比等工艺参数进行优化研究, 旨在为动物骨的加工利用提供理论依据和技术参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

颐康土鸡全骨由四川颐康实业有限公司提供, 其营养成分见表 1。使用时用 SC-380 型强力破骨机制成粒

径为 1~2mm 的骨泥并混合均匀。

乳酸为国产分析纯; 单蒸蒸馏水 自制。

表 1 颐康土鸡鸡骨营养成分
Table 1 Nutritional compositions of Yikang chicken bone

项目	蛋白质(g/100g)	钙(mg/100g)	磷(mg/100g)	羟脯氨酸(mg/100g)
含量	18.56	1480	790	923

1.2 仪器与设备

TU-1800PC 型紫外可见分光光度计; YA-ZD-5 型压力式浸提器; PHS-25 型数显 pH 计; BS224S 型电子天平; SC-380 型强力破骨机; 其他为实验室常用仪器、设备。

1.3 方法

1.3.1 羟脯氨酸、钙、磷、蛋白质水解度测定

羟脯氨酸含量参照文献[1]测定; 钙含量参照文献[2]测定; 磷含量参照文献[3]测定; 蛋白质水解度参照

收稿日期: 2009-01-16

作者简介: 王华杰(1985-), 女, 硕士研究生, 研究方向为食品加工与保藏应用技术。E-mail: jenniferwhj@gmail.com

* 通讯作者: 卢晓黎(1954-), 男, 教授, 研究方向为食品科学与工程技术。E-mail: lx18628@163.com

文献[4]测定。

1.3.2 综合指标定义

采用将多指标转化为单一指标的方法对浸提效果进行优化预试验研究表明,羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度的重要性呈一致性相关,并可用下式进行综合评价:

$$\text{综合指标} = Y_1/100 + Y_2/100 + Y_3/100 + Y_4$$

式中: Y_1 为羟脯氨酸含量(mg/100g); Y_2 为钙含量(mg/100g); Y_3 为磷含量(mg/100g); Y_4 为蛋白质水解度(%)。

1.3.3 试验设计

1.3.3.1 单因素试验

分别考察浸提压力、时间、乳酸用量和液料比(蒸馏水:鸡骨泥)对鸡骨乳酸加压浸提液中羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度大小及综合指标的影响。单因素试验因素水平见表2。

表2 乳酸加压浸提单因素试验因素水平

Table 2 Factors and levels of lactic acid-pressurization extraction in single-factor test design

因素	水平
浸提压力(MPa)	0.03, 0.06, 0.09, 0.12, 0.15
浸提时间(min)	20, 40, 60, 80, 100, 120
乳酸用量(%)	3, 6, 9, 12, 15
液料比(W/W)	2:1, 4:1, 6:1, 8:1, 10:1, 12:1

注:表中浸提压力为表压,下同。

1.3.3.2 优化试验

在单因素试验结果的基础上,以羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度定义的综合指标为响应值进行 Box-Behnken 试验设计^[5]。优化试验设计因素水平见表3。

表3 乳酸加压浸提优化试验设计因素水平

Table 3 Factors and levels of lactic acid-pressurization extraction in optimization test design

编码值	实际值			
	T 浸提时间 (min)	P 浸提压力 (MPa)	M 浸提液料比 (W/W)	S 乳酸用量 (%)
下水平(-1)	40	0.08	5:1	9
零水平(0)	60	0.10	6:1	12
上水平(1)	80	0.12	7:1	15
水平间隔(Δ)	20	0.02	1:1	3

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 浸提压力确定

选择不同浸提压力,在浸提时间 60min、液料比 6:1 (W/W)、乳酸用量 10% 条件下试验。结果见图1~3。

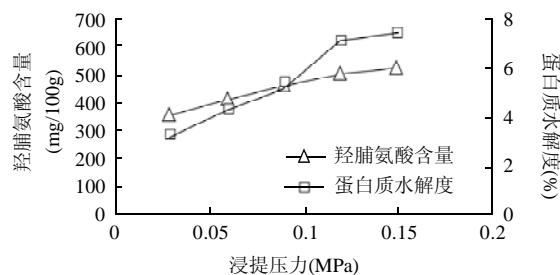


图1 浸提压力对羟脯氨酸含量和蛋白质水解度的影响

Fig.1 Effects of extraction pressure on content of hydroxyproline and degree of protein hydrolysis

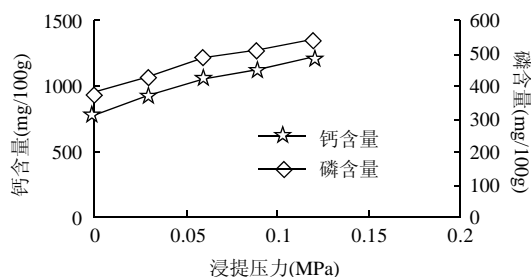


图2 浸提压力对钙和磷含量的影响

Fig.2 Effects of extraction pressure on contents of calcium and phosphorous

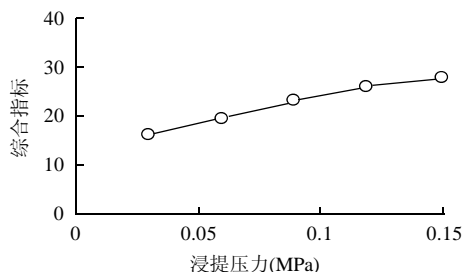


图3 浸提压力对综合指标的影响

Fig.3 Effects of extraction pressure on comprehensive index

分析图1~2可知,随着浸提压力的增加,浸提液中羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度均呈增加趋势,这主要是由于浸提压力高能有效软化骨质,促进鸡骨内营养物质的溶出。由图3可知,随着浸提压力的增加,综合指标呈平稳的增长趋势,当浸提压力超过0.12MPa后,综合指标增长速度减。缓综合以上分析,在优化试验中选取0.08、0.10、0.12MPa作为浸提压力的试验水平。

2.1.2 浸提时间确定

选择不同浸提时间,在浸提压力 0.10MPa、液料比 6:1 (W/W)、乳酸用量 10% 条件下试验。结果见图4~6。

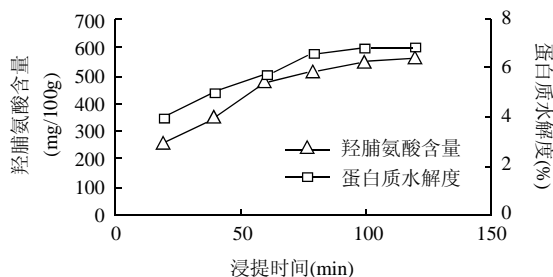


图4 浸提时间对羟脯氨酸含量和蛋白质水解度的影响

Fig.4 Effects of extraction time on content of hydroxyproline and degree of protein hydrolysis

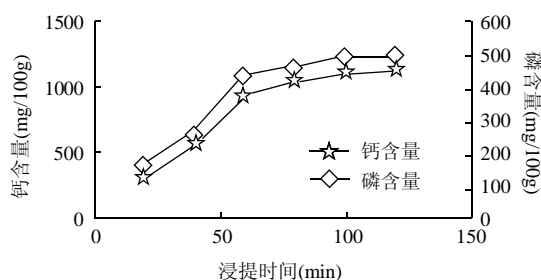


图5 浸提时间对钙和磷含量的影响

Fig.5 Effects of extraction time on contents of calcium and phosphorous

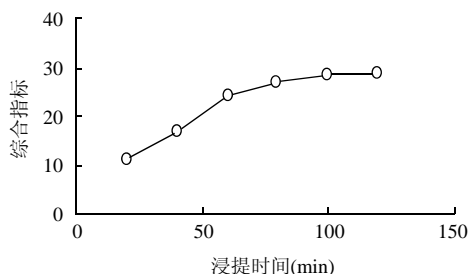


图6 浸提时间对综合指标的影响

Fig.6 Effects of extraction time on comprehensive index

分析图4~5可知,随着浸提时间的增加,浸提液中羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度均呈增加趋势。其中,羟脯氨酸、钙及磷含量在20~60min段增加较快,在60min后增加减缓;蛋白质水解度在20~80min段增加较快,在80min后增加减缓。这主要是由于随着浸提时间的增加,鸡骨内营养物质的溶出也增加,当浸提时间足够长时,营养物质已基本溶出。由图6可知,随着浸提时间的增加,综合指标在60min前呈明显的增长趋势,60min后增长趋势减缓。综合以上分析,在优化试验中选取40、60、80min作为浸提时间的试验水平。

2.1.3 乳酸用量的确定

选择不同乳酸用量,在浸提压力0.10MPa、浸提

时间60min、液料比6:1(W/W)条件下试验。结果见图7~9。

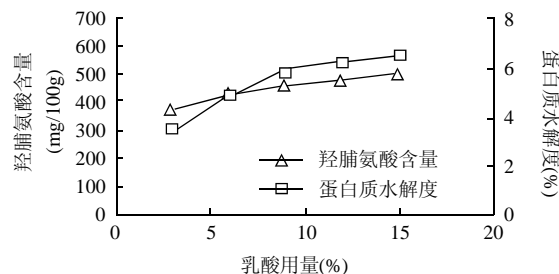


图7 乳酸用量对羟脯氨酸含量和蛋白质水解度的影响

Fig.7 Effects of lactic acid amount on content of hydroxyproline and degree of protein hydrolysis

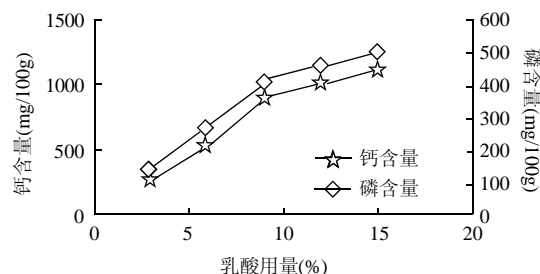


图8 乳酸用量对钙和磷含量的影响

Fig.8 Effects of lactic acid amount on contents of calcium and phosphorous

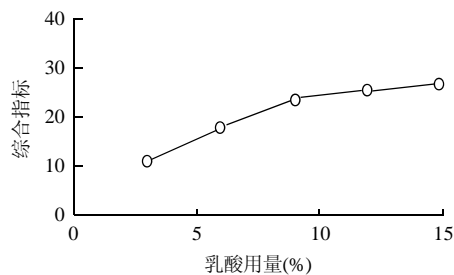


图9 乳酸用量对综合指标的影响

Fig.9 Effects of lactic acid amount on comprehensive index

分析图7~8可知,随着乳酸用量的增加,浸提液中羟脯氨酸含量呈平缓的增加趋势,钙及磷含量、蛋白质水解度在6%~12%范围内呈急促的增加趋势。这主要由于乳酸对羟脯氨酸的影响较小,且低浓度乳酸能促进钙、磷溶出及蛋白质水解。由图9可知,随着乳酸用量的增加,综合指标在6%~12%范围内呈增加趋势。综合以上分析,在优化试验中选取6%、9%、12%作为乳酸用量的试验水平。

2.1.4 液料比的确定

选择不同液料比,在浸提压力0.10MPa、浸提时间60min、乳酸用量10%条件下试验,结果见图10~12。

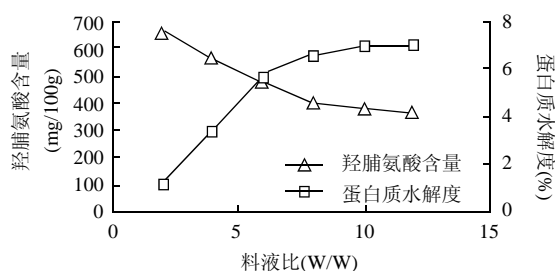


图10 液料比对羟脯氨酸含量和蛋白质水解度的影响

Fig.10 Effects of material to liquid ratio on contents of hydroxyproline and degree of protein hydrosis

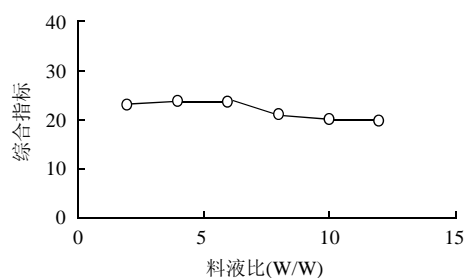


图12 液料比对综合指标的影响

Fig.12 Effects of material to liquid ratio on comprehensive index

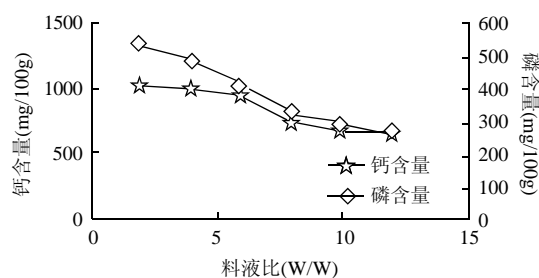


图11 液料比对钙和磷含量的影响

Fig.11 Effects of material to liquid ratio on contents of calcium and phosphorous

分析图10~11可知,随着浸提液料比的增加,浸提液中羟脯氨酸、钙及磷含量呈减少趋势,蛋白质水解度呈增加趋势,且在4:1~8:1(W/W)范围内变化明显。这主要是由于蛋白质水解需要水作为反应介质,液料比越大,蛋白质水解越充分。由图12可知,随着液料比的增加,综合指标呈先增后减趋势。综合以上分析,在优化试验中选取4:1、6:1、8:1(W/W)作为液料比的试验水平。

2.2 优化试验

以综合指标作为响应值,采用响应面回归(RSREG)

表4 乳酸加压浸提优化试验设计及试验结果

Table 4 Optimization test design and results of lactic acid-pressurization extraction

试验号	T 浸提时间	P 浸提压力	M 浸提液料比	S 乳酸用量	羟脯氨酸含量(mg/100g)	钙含量(mg/100g)	磷含量(mg/100g)	蛋白质水解度(%)	综合指标
1	-1(40)	-1(0.08)	0(6:1)	0(12)	544.523	990.778	485.099	7.784	27.988
2	-1	1(0.12)	0	0	615.998	1034.866	509.336	8.792	30.394
3	1(80)	-1	0	0	602.684	1006.810	482.406	8.011	28.930
4	1	1	0	0	626.025	1060.918	501.257	8.950	30.832
5	0(60)	0(0.10)	-1(5:1)	-1(9)	698.664	1086.970	536.266	7.790	31.009
6	0	0	-1	1(15)	732.093	1135.867	546.140	8.180	32.321
7	0	0	1(7:1)	-1	461.974	795.187	392.639	8.674	25.172
8	0	0	1	1	503.210	880.958	433.932	9.278	27.459
9	-1	0	0	-1	592.584	1019.234	491.382	7.920	28.952
10	-1	0	0	1	583.640	1077.350	519.210	8.364	30.166
11	1	0	0	-1	606.018	1027.651	511.131	8.102	29.550
12	1	0	0	1	613.820	1037.270	519.210	8.699	30.402
13	0	-1	-1	0	601.574	938.674	464.452	7.056	27.103
14	0	-1	1	0	451.877	743.484	354.039	8.443	23.937
15	0	1	-1	0	749.992	1171.138	573.070	8.356	33.298
16	0	1	1	0	559.187	1044.084	512.029	10.180	31.333
17	-1	0	-1	0	686.341	1088.172	528.187	7.589	30.616
18	-1	0	1	0	497.667	889.776	424.057	8.825	26.940
19	1	0	-1	0	698.711	1126.649	546.140	7.824	31.539
20	1	0	1	0	519.979	919.034	450.987	9.444	28.344
21	0	-1	0	-1	533.408	886.970	437.522	7.560	26.139
22	0	-1	0	1	541.224	991.980	485.996	7.710	27.902
23	0	1	0	-1	628.259	1064.124	516.517	8.822	30.911
24	0	1	0	1	638.419	1107.811	534.470	9.028	31.835
25	0	0	0	0	642.836	1157.510	540.754	8.934	32.345
26	0	0	0	0	641.740	1152.701	538.959	9.057	32.391
27	0	0	0	0	642.836	1153.903	538.061	9.137	32.485

进行数据分析。乳酸加压浸提优化试验设计及试验结果见表4, 分析结果见表5~8。

表5 回归方程的方差分析
Table 5 ANOVA of regression equation

方差来源	自由度	平方和	均方和	F 值	p 值
回归模型	14	138.3094	9.87924	7.668219	0.000557
误差	12	15.46003	1.288336		
总计	26	153.7694			

注: $F_{0.01}(14, 26) = 2.86$ 。

表6 回归方程各项的方差分析
Table 6 ANOVA of items of regression equation

回归方差来源	自由度	平方和	均方和	F 值	p 值
一次项	4	109.457067	27.36426675	21.24	< 0.001
二次项	4	27.923958	5.5847916	5.42	0.0100
交互项	6	0.928342	0.15472367	0.12	0.9918
失拟项	10	15.449844	1.554984	303.41	0.0033
纯误差	2	0.010184	0.005092		
总误差	12	15.460028	1.288336		

表7 二次回归模型参数
Table 7 Model parameters of quadratic regression

模型	非标准化系数	t	p > t
常数项	-105.166708	-2.51	0.0275
T	0.382408	1.32	0.2117
P	918.083333	2.77	0.0169
M	17.642750	2.47	0.0295
S	4.240361	2.06	0.0617
T ²	-0.002916	-2.37	0.0352
PT	-0.315000	-0.22	0.8280
P ²	-4182.291667	-3.40	0.0052
MT	0.006012	0.21	0.8358
MP	15.012500	0.53	0.6064
M ²	-1.864292	-3.79	0.0026
ST	-0.001508	-0.16	0.8760
SP	-3.495833	-0.37	0.7181
SM	0.081250	0.43	0.6752
S ²	-0.168991	-3.09	0.0093
复相关系数(%)		89.95	

表8 各因素的方差分析
Table 8 ANOVA of factors

因素	自由度	平方和	均方和	F 值	p 值
T	5	9.130199	1.826040	1.42	0.2865
P	5	74.507287	14.901457	11.57	0.003
M	5	62.137158	12.427432	9.65	0.007
S	5	18.596390	3.719278	2.89	0.0615

分析表5~6可知, 模型p值为0.000557, 远小于0.01, 表明模型的显著性较高。一次项和二次项的p值小于或等于0.01, 表明各因素对试验结果有极显著的影响, 交互项p值大于0.05, 表明其对结果的影响较

小。模型相关系数为89.95%, 表明模型拟合程度较好。对数据进行回归分析, 结果如表7所示, 得到回归方程为:

$$Y = -105.166708 + 0.382408T + 918.083333P + 17.642750M + 4.240361S - 0.002916T^2 - 0.315000PT - 4182.291667P^2 + 0.006012MT + 15.012500MP - 1.864292M^2 - 0.001508ST - 3.495833SP + 0.081250SM - 0.168991S^2$$

分析表8可知, 四个因素的p值相差较大, 对浸提结果的影响顺序为: 浸提压力>液料比>乳酸用量>浸提时间, 浸提压力和液料比的p值小于0.01, 对浸提结果有极显著影响, 浸提时间和乳酸用量的p值大于0.05, 对浸提结果的影响较小。

固定浸提时间和乳酸用量进行降维分析, 浸提压力和液料比对综合指标的响应面曲线见图13。分析图13可知, 浸提压力和液料比对浸提效果的影响呈一抛物曲面, 且曲面存在最高稳定点, 稳定点处综合指标估计值见表9。

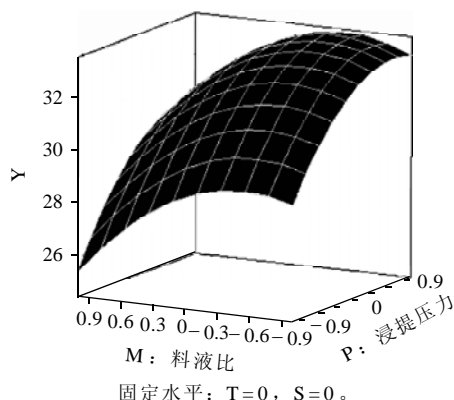


图13 浸提压力和液料比对综合指标的响应面曲线
Fig.13 Response surface plot for extraction pressure and material to liquid ratio versus comprehensive index

表9 稳定点处综合指标估计值
Table 9 Estimate value of comprehensive index at stable point

因素	标准化	非标准化	综合指标
T	0.100577	62.012	33.575
P	0.609578	0.112	
M	-0.445352	5.555	
S	0.148096	12.444	

根据乳酸加压浸提过程优化出的工艺参数为: 浸提压力0.112MPa, 浸提时间62.012min, 液料比5.555:1(W/W), 乳酸用量12.444%, 该点综合指标的最大估计值为33.575。对该点进行验证实验, 实际实验条件为: 浸提压力0.11MPa, 浸提时间62min, 液料比5.6:1(W/W), 乳酸用量12%, 结果见表10。由表10可知, 根

据方程模拟的综合指标值与实验值较吻合,同时优化结果也高于表4的全部综合指标值。对比表1可知,采用乳酸压力法能有效提取出鸡骨中的羟脯氨酸、钙及磷含量,同时也有利于提高蛋白质水解度。

表10 验证实验结果
Table 10 Results of validation experiment

羟脯氨酸含量 (mg/100g)	钙含量 (mg/100g)	磷含量 (mg/100g)	蛋白质水解度 (%)	综合指标
7.210	1144.685	575.763	9.189	33.604

3 结 论

采用乳酸压力法能有效提取出鸡骨中的羟脯氨酸、钙及磷含量,蛋白质水解度也有较好的效果。以羟脯氨酸、钙及磷含量、蛋白质水解度的综合指标为响应面值,用响应面分析法对鸡骨乳酸加压浸提工艺参数进行优化,得到的回归方程为:

$$Y = -105.166708 + 0.382408T + 918.083333P + 17.642750M + 4.240361S - 0.002916T^2 - 0.315000PT - 4182.291667P^2 + 0.006012MT + 15.012500MP - 1.864292M^2 - 0.001508ST - 3.495833SP + 0.081250SM - 0.168991S^2$$

优化出的浸提工艺参数为:浸提压力0.11MPa,浸提时间62min,液料比5.6:1(W/W),乳酸用量12%。在此条件下进行验证实验,得到综合指标为33.604,与方程模拟值相吻合。

参考文献:

- [1] 郭恒斌,曾庆祝,闫磊,等.分光光度法测定鱼皮中羟脯氨酸含量[J].现代食品科技,2007,23(7):81-83.
- [2] 李景梅,瞿庆洲,张勇.DBM-偶氮胂分光光度法测定食品中的钙[J].食品科学,2007,28(12):390-392.
- [3] 封悦科,史箴,何鸿治.钼酸铵分光光度法测定废水中的元素磷[J].中国环境检测,2005,21(2):28-30.
- [4] 郭兴凤.蛋白质水解度的测定[J].中国油脂,2000,25(6):176-177.
- [5] 潘丽军,陈锦权.试验设计与数据处理[M].南京:东南大学出版社,2008:221-232;239-318.