

响应面法优化桐粕残油的超声波辅助提取工艺* Optimization of the Ultrasonic Assisted Extraction Conditions for Residual Oil from Tung Meal by Response Surface Analysis and Simulation Method

黄 慨¹, 祝 亚^{1,2}, 冼学权¹, 黄华林¹, 黄日波^{1**}

HUANG Kai¹, ZHU Ya^{1,2}, XIAN Xue-quan¹, HUANG Hua-lin¹, HUANG Ri-bo¹

(1. 广西科学院, 非粮生物质酶解国家重点实验室, 国家非粮生物质能源工程技术研究中心, 广西生物质产业化工程院, 广西生物炼制重点实验室, 广西南宁 530007; 2. 广西大学, 广西南宁 530004)

(1. State Key Laboratory of Non-food Biomass Enzyme Technology, National Engineering Research Center for Non-food Biorefinery, Guangxi Biomass Industrialization Engineering Institute, Guangxi Key Laboratory of Biorefinery, Guangxi Academy of Sciences, Nanning, Guangxi, 530007, China; 2. Guangxi University, Nanning, Guangxi, 530004, China)

摘要:【目的】优化超声波辅助提取冷压榨桐粕中残余桐油的工艺条件。【方法】采用响应面法即中心组合(Box-behnken)实验设计, 建立超声波辅助提取残油的二次多项数学模型, 并分析液固比、提取温度、提取时间和超声功率等4个主要因素对残油得率的影响成分。【结果】响应面法统计分析预测的超声波辅助低温提取残油的较佳工艺条件为提取时间24.77 min, 提取温度37.18℃, 超声功率159.66 W, 液固比(mL/g)3:1, 预测残油得率为6.30%, 验证实验显示在较佳条件下残油得率为(6.45±0.2)%; 色谱分析结果显示, 超声波辅助提取的桐油与传统溶剂提取成分一致。【结论】响应面法实验设计统计分析能有效预测超声波辅助提取残余油脂的较佳工艺条件, 也进一步证明超声波辅助法提取的桐油品质良好。

关键词: 桐粕 残油 超声波 萃取 响应面法

中图分类号: TQ644.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-9164(2015)06-0651-07

Abstract:【Objective】The extraction conditions of residual Tung oil from cold pressing Tung meal by ultrasonic assistance were optimized.【Methods】Response surface analysis and simulation as a tool for design(Box-behnken) and optimization, and then quadratic multinomial mathematical model was established to optimize the process conditions of ultrasonic assisted extrac-

tion for residual Tung oil. Finally, the effects of four main factors were studied, such as ratio of liquid to solid, extraction temperature, extraction time and ultrasonic power.【Results】Through response surface analysis and simulation, the optimized conditions for extraction of residual Tung oil assisted by ultrasound were listed as follows: the extraction time of 24.77 min, the extraction temperature at 37.18℃, ultrasonic power of 159.66 W, liquid to solid ratio in 3:1(mL/g),

收稿日期: 2015-10-20

修回日期: 2015-12-08

作者简介: 黄 慨(1977—), 男, 博士, 主要从事生物质基化学品, 生物质基材料化学开发与应用, 生物质能源转化的研究。

* 广西科学研究与技术开发项目(桂科攻12118016-4C), 广西青年基金项目(2012GXNSFBFA053028)和广西科学院基金项目(11YJ24SW05)资助。

** 通讯作者: 黄日波(1958—), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事生物质能源开发研究, 生物质基材料化学品的研究, E-mail: rb-huang@gxas.ac.cn.

where the predictive yield was 6.30%. The validation experiment showed that the actual yield was (6.45±0.2)%. HPLC analysis showed that the ultrasonic assisted extraction of tung oil was consistent with the traditional solvent extraction. **【Conclusion】**Experiment design using response surface method and statistical analysis can effectively optimize the process conditions of ultrasonic assisted extraction of residual oil from Tung meal and well predict the results, which further proves that Tung oil extracted by the ultrasonic assisted method can maintain a good quality.

Key words: Tung meal, residual oil, ultrasonic, extraction, response surface method

0 引言

【研究意义】油桐 (*Vernicia fordii* Airy-Shaw) 属于大戟科 (Euphorbiaceae) 油桐属 (*Vernicia* Lour), 为亚热带落叶乔木, 原产于我国, 与油茶、乌桕、核桃并称作我国的四大木本类油料作物, 有着悠久的栽培历史, 是著名的经济植物之一^[1]。其主要产品是桐油, 是最佳干性油之一, 在工业上具有广泛用途。在桐油的生产过程中, 由于制油方法和桐果品种的差异, 使机械压榨法所生产的桐饼仍残留有 6%~8% 的残油, 而土榨法的饼中残油更是高达 10%, 造成很高的经济损失。**【前人研究进展】**目前桐油的提取方法基本上是沿用食用油的提取方法, 主要为浸渍法和压榨法, 采用浸渍法得到的产品放置一段时间后品质会大打折扣^[2], 所以压榨法是生产企业普遍采用的方法。通常优质的桐油含 70% 的 α -桐酸, 无 β -桐酸; β -桐酸是由于受光、热、含硫(部分硫化物)、硒、碘等化学试剂而诱导引发 α -桐酸的异构化而得到, 通常一周左右 α -桐酸会全部转化为 β -桐酸。近年来超声波技术也广泛应用于植物油脂的提取^[3~6]。超声波辅助油脂提取的优势在于加快质量传递, 促进溶剂进入细胞组织和空化效应。已有超声波辅助提取桐油的专利申请^[7], 通过超声波辅助作用可以将油脂快速地乳化浸出, 提高浸出效率。**【本研究切入点】**首先利用单因素实验选定工艺条件范围, 再采用响应面分析法 (RSM), 对影响超声辅助提取桐油的 4 个因素: 超声功率、提取温度、提取时间和液固比进行优化设计, 建立二次多项数学模型, 用于优化和预测该提取方法的最优工艺条件。**【拟解决的关键问题】**研究超声波辅助提取桐粕残油的最优工艺条件, 提高残余油脂的利用率, 保持桐油的品质。

1 材料与方法

1.1 材料

油桐果产地为广西博白县千年桐, 将 105℃ 烘干后的油桐籽脱壳后, 用榨油机压榨, 然后进行粉碎, 过

80 目筛, 得到实验用桐粕原料, 密封储存后备用。

1.2 主要仪器与试剂

正己烷, 分析纯; KQ-250DB 超声波仪 (江苏昆山超声仪器有限公司); SHB-III 循环水式多用真空泵 (郑州长城科工贸有限公司); DHG-9025A 电热鼓风干燥箱 (上海一恒科学仪器有限公司); RE-52AA 旋转蒸发仪 (上海亚荣生化仪器厂); 安捷伦 7890A-5977E 气质联用仪。

1.3 方法

传统溶剂提取法 (ME): 准确称取 10.00 g 桐粕, 装入锥形瓶中, 以正己烷为溶剂, 按照试验设计进行残油的提取, 提取一次。提取结束后, 过滤分离滤液与残渣, 洗涤残渣 2~3 次, 合并滤液, 在旋转蒸发仪上减压蒸馏 (40℃), 回收溶剂, 得到的残油在 85℃ 下干燥, 至前后 2 次称重差不超过 0.001 g。

超声波辅助低温提取法 (UAE): 准确称取 10.00 g 桐粕, 装入锥形瓶中, 以正己烷为溶剂, 用超声频率为 40 kHz 的超声辅助装置, 按照试验设计进行残油的提取, 提取一次。提取结束后, 过滤分离滤液与残渣, 洗涤残渣 2~3 次, 合并滤液, 在旋转蒸发仪上减压蒸馏 (40℃), 回收溶剂, 得到的残油在 85℃ 下干燥, 至前后 2 次称重差不超过 0.001 g。

以上每组试验重复 3 次, 计算平均值, 并计算残油得率。残油得率按照下式进行计算:

$$Y = \frac{W}{W_0} \times 100\%$$

其中, Y 表示超声辅助提取法残油得率, %; W_0 为索氏抽提冷压榨桐粕所得残油的质量, 即含残油量, g; W 为实验提取的残油量, g。

1.3.1 单因素实验

1.3.1.1 液固比

采取 5 组实验, 提取时间 40 min, 提取温度 40℃, 功率 200 W, 液固比 (mL/g) 分别为 3:1, 4:1, 5:1, 6:1, 7:1, 考察液固比对残油得率的影响。

1.3.1.2 提取温度

采取 4 组实验, 提取时间 40 min, 超声功率 200 W, 液固比采用 1.3.1.1 试验下所得的最佳比, 提取

温度分别为 30℃、40℃、50℃、60℃,考察提取温度对残油得率的影响。

1.3.1.3 提取时间

采取 5 组实验,功率 200 W,液固比和提取温度分别采用 1.3.1.1 和 1.3.1.2 试验下所得的最佳值,提取时间分别为 10 min、20 min、30 min、40 min、50 min,考察提取时间对残油得率的影响。

1.3.1.4 提取功率

采取 5 组实验,液固比、提取温度和提取时间分别采用 1.3.1.1、1.3.1.2 和 1.3.1.3 试验下所得的最佳值,功率分别为 100 W、125 W、150 W、175 W、200 W,考察提取功率对残油得率的影响。

1.3.2 响应面分析法优化工艺

1.3.2.1 响应面分析因素水平的选取

根据 Box-Behnken 的实验设计原理,结合 1.3.1 单因素影响实验结果,选取提取时间、提取温度、超声功率、液固比 4 个因素,采用四因素三水平的响应面分析方法,试验因素与水平设计见表 1。

表 1 超声波辅助提取残油响应面因素和水平

Table1 The levels of variables employed for the construction of Box-Behnken design

因素 Factors	水平 Levels		
	-1	0	+1
X ₁ 提取温度 Extraction temperature(°C)	30	40	50
X ₂ 提取时间 Extraction time(min)	20	30	40
X ₃ 超声功率 Output power(W)	125	150	175
X ₄ 液固比 Solvent to solid ratio (mL/g)	3	4	5

以 X₁、X₂、X₃、X₄ 为自变量,以桐油残油提取率为响应值(Y),利用 Design Expert 8 软件建立试验方案实验,然后根据实验结果建立回归方程模型并进行显著性检验。

1.3.2.2 响应面分析与优化

根据回归方程,作出响应面和等高线,考察拟合响应曲面的形状,分析提取温度、提取时间、超声功率和液固比对残油得率的影响。

1.3.2.3 验证实验

在由响应面法优化超声波辅助提取所得最佳工艺条件下进行 3 次平行实验,计算残油得率。

1.3.3 桐粕残余油脂分析

样品分析预处理^[8]:所得的残油分别进行甲酯化处理后,再进行脂肪酸组成分析。脂肪酸甲酯化方法:于 10 mL 具塞试管中称取约 60 mg 残油,加入 4

mL 异辛烷,溶解后再加入 200 μL,1 mol/L 氢氧化钾-甲醇溶液,振荡 30 s,静置分层。加入 1 g 硫酸氢钠振荡 30 s,静置 10 min,取上清液用于色谱分析。

气相色谱条件:HP-INNOWax 毛细管柱(30 m×0.32 mm×0.5 μm);进样温度 250℃;检测器温度 250℃;以氮气为载气;升温程序为 100℃,保持 2 min 后,以 5℃/min 升到 250℃,然后保持 5 min,进样量 1 μL,分流比为 20:1。质谱条件:70 eV;电子能量:灯丝发射电流 200 μA;离子源温度 200℃;接口温度 250℃;成分鉴定主要依据质谱数据库 NIST02 进行自动比对完成。

2 结果与分析

2.1 超声波提取残油的单因素试验

2.1.1 液固比对残油得率的影响

由图 1 可以看出,UAE 和 ME 具有相同的变化趋势,均是先随着液固比的增大,残油得率增加;后随着液固比的增大,残油得率基本恒定。桐粕量一定时,溶剂用量的增加对提高原料与溶剂中的油脂浓度差有利,因此加速了油脂扩散到溶剂中的速度,提高了目标产物的得率;但是当达到最优提取率后,溶剂用量继续增加,油脂不再溶出,原因是此时油脂的溶出达到最大量,其余的部分不会再溶出,故得率趋于恒定。且由图 1 可以看出,达到相同的残油得率,UAE 需要的溶剂较少,所以 UAE 能有效地减少提取所用的溶剂量;UAE 所得残油得率明显高于 ME,UAE 的残油得率最大值为 5.28%,而 ME 为 3.29%,比 UAE 低 1.98%。综合考虑,超声辅助提取的最佳液固比确定为 4:1(mL/g)。

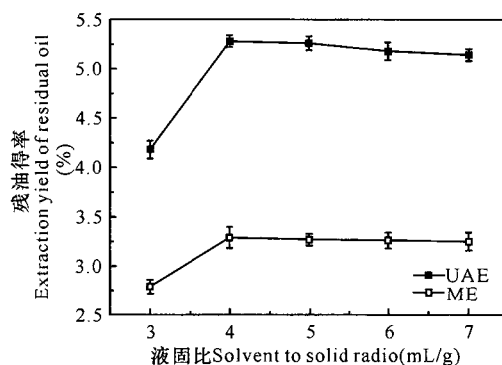


图 1 液固比对残油得率的影响

Fig. 1 The effect of solvent to solid ratio on the extraction yield of residual oil

2.1.2 提取温度对残油得率的影响

如图 2 所示,当提取温度从 30℃上升至 40℃时,两种方法残油得率呈现一致趋势,即均是伴随温度的升高,得率增加;当提取温度继续升高至 60℃时,得

率反而出现下降趋势,这主要是与溶剂的挥发度、实验温度有关。溶剂的挥发度与实验温度呈正相关的关系,温度升高,溶剂挥发,液固比下降,溶剂的量减少,油脂分子和溶剂之间的接触机会变小,油脂分子的扩散能力减弱,故而残油的得率下降,并且温度过高将会引起油脂的组分的变化^[2]。此外,UAE 明显优于 ME,在较低的温度下 UAE 的得率已经高于 ME,而且温度对 UAE 的影响也大于 ME。在提取温度为 30~40℃,UAE 的得率增加值为 0.98%,ME 的增加值为 0.42%,UAE 的得率增加量更大。综上所述,确定超声辅助提取的最佳提取温度为 40℃。

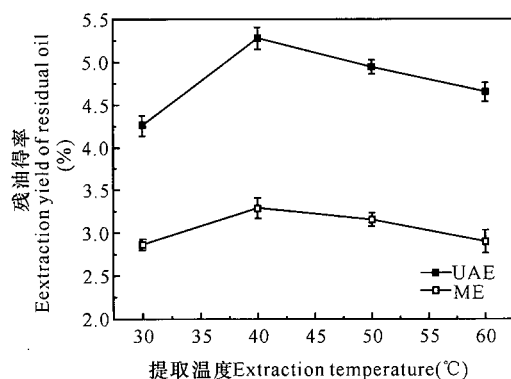


图 2 提取温度对残油得率的影响

Fig. 2 The effect of extraction temperature on the extraction yield of residual oil

2.1.3 提取时间对残油得率的影响

由图 3 可以看出,UAE 的残油得率明显高于 ME。UAE 的残油得率随时间的延长呈先增大后保持不变的趋势,而 ME 的残油得率却一直增加且未能看出最高点。在保证达到提取率最高点的情况下,UAE 所需提取时间比 ME 至少缩短 20%。在提取初期,桐粕中的油脂浓度与溶剂中的相差较大,存在较大的扩散驱动力,油脂能够很快地从油料中析出;伴随提取时间的延长,提取液和桐粕的油脂浓度差缩小,基本达到动态平衡,残油得率大致保持稳定^[3]。由于 UAE 加速了提取速率,率先达到动态平衡,所以随着时间的增加其得率基本保持不变,而 ME 还没达到平衡状态所以会继续增加。由此可见,超声波辅助不仅可以在相同条件下提高残油的得率,而且还可以加速反应的进行,有效地缩短提取时间。因此,确定超声波辅助提取的最佳提取时间为 30 min。

2.1.4 提取功率对残油得率的影响

如图 4 所示,超声波功率在 100~150 W 时,残油得率随功率的增大而上升,而在超声功率大于 150 W 时,得率和超声波功率之间呈现负相关关系。残油得率由超声波功率和残油的性质共同决定,在适合残油提取的功率值范围内,超声波的功率越大,由超

声波产生的空穴作用和机械作用就会越强烈,桐粕中的油脂分子扩散速率很快,所以残油得率才会持续不断地上升;但如果超出合适的功率值范围,超声功率的增加反而不利于油脂的浸出,导致桐油得率下降^[4]。因此,选定 UAE 最佳提取功率为 150 W。

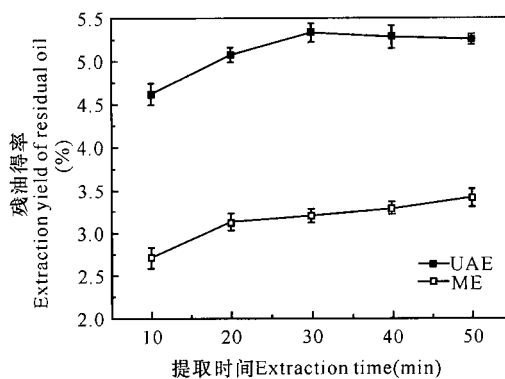


图 3 提取时间对残油得率的影响

Fig. 3 The effect of extraction time on the extraction yield of residual oil

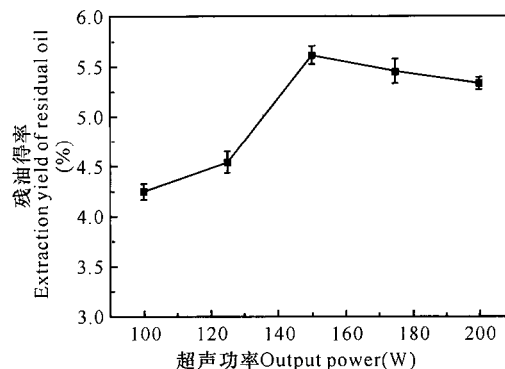


图 4 超声功率对残油得率的影响

Fig. 4 The effect of output power on the extraction yield of residual oil

2.2 响应面分析法优化工艺

2.2.1 超声辅助提取桐油工艺模型建立及其显著性检验

以 X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 为自变量,以桐油提取率为响应值(Y),利用 Design Expert 8 软件建立的试验方案及试验结果见表 2。这 29 个试验点分为两类:其一是析因点,自变量取值在各因素所构成的三维顶点,共有 24 个析因点;其二是零点,为区域的中心点,零点试验重复 5 次,用以估计试验误差。

表 2 Box-Behnken 设计实验及结果

Table 2 Response surface design and test results of residual oil extraction

实验编号 No.	X_1	X_2	X_3	X_4	Y (%)
1	1	0	-1	0	4.72
2	-1	-1	0	0	5.56
3	0	-1	-1	0	4.75

续表 2

Table 2 Continued

实验编号 No.	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Y (%)
4	-1	0	-1	0	4.70
5	0	0	0	0	5.98
6	0	-1	0	1	4.62
7	-1	1	0	0	4.78
8	-1	0	1	0	5.45
9	-1	0	0	-1	5.76
10	0	0	0	0	5.98
11	0	1	-1	0	4.20
12	0	0	1	1	5.02
13	0	0	0	0	5.01
14	-1	0	0	1	5.58
15	0	-1	1	0	5.23
16	1	1	0	0	4.71
17	0	0	-1	1	4.98
18	0	0	0	0	6.02
19	0	0	0	0	5.99
20	0	1	0	1	5.33
21	1	0	0	-1	5.57
22	1	0	0	1	5.13
23	1	-1	0	0	4.84
24	0	1	0	-1	4.71
25	1	0	1	0	5.12

表 3 回归方程系数显著性检验

Table 3 Regression coefficient and significance test

方差来源 Source of variation	平方和 Sum of squares	自由度 Degrees of freedom	均方 Mean square	F 值 F values	P 值 P values (Prob> F)	显著性 Significance
X ₁	0.25	1	0.25	32.83	<0.0001	**
X ₂	0.46	1	0.46	60.39	<0.0001	**
X ₃	0.80	1	0.80	103.53	<0.0001	**
X ₄	0.40	1	0.40	52.00	<0.0001	**
X ₁ X ₂	0.11	1	0.11	13.74	0.0023	**
X ₁ X ₃	0.031	1	0.031	3.98	0.0657	
X ₁ X ₄	0.017	1	0.017	2.20	0.1603	
X ₂ X ₃	2.5E-005	1	2.5E-005	3.25E-003	0.9533	
X ₂ X ₄	0.88	1	0.88	114.97	<0.0001	**
X ₃ X ₄	0.16	1	0.16	20.30	0.0005	**
X ₁ ²	0.80	1	0.80	104.67	<0.0001	**
X ₂ ²	3.00	1	3.00	389.89	<0.0001	**
X ₃ ²	2.48	1	2.48	322.78	<0.0001	**
X ₄ ²	0.15	1	0.15	19.87	0.0005	**

注: ** 代表非常显著。

Note: ** Means highly significant.

表 4 回归模拟方差分析

Table 4 Analysis of variance (ANOVA) and fit statistics analysis

方差来源 Source of variation	平方和 Sum of squares	自由度 Degrees of freedom	均方 Mean square	F 值 F values	P 值 P values (Prob> F)
模型 Model	7.90	14	0.56	73.42	<0.0001
残差 Residual	0.11	14	7.69E-003		
失拟项 Lack of fit	0.11	10	0.011	32.20	0.0546
纯误差 Pure error	1.32E-003	4	3.30E-004		
综合 Synthesize	8.01	28			

$R^2 = 0.9866$ $R_{adj}^2 = 0.9731$

续表 2

Table 2 Continued

实验编号 No.	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Y (%)
26	0	-1	0	-1	5.88
27	0	1	1	0	4.74
28	0	0	1	-1	5.88
29	0	0	-1	-1	5.05

对试验数据进行回归分析,可求出影响因素的一次效应、二次效应及其交互效应的相关方程^[9],由此可对超声波辅助提取残油的影响因素进行更深入地研究和条件优化,并做出响应面图。对表 2 中试验数据进行回归分析,得二次多元回归方程为

$$Y = 6.00 - 0.15X_1 - 0.20X_2 + 0.26X_3 - 0.18X_4 + 0.16X_1X_2 - 0.087X_1X_3 - 0.065X_1X_4 + 0.0025X_2X_3 + 0.47X_2X_4 - 0.20X_3X_4 - 0.35X_1^2 - 0.68X_2^2 - 0.62X_3^2 - 0.15X_4^2。$$

对该模型进行方差分析,结果见表 3,模型系数显著性检验见表 4。

由表 3 回归模型系数显著性检验结果可知,模型的一次项提取温度 X₁、提取时间 X₂、超声功率 X₃、液料比 X₄ 高度显著;二次项 X₁²、X₂²、X₃²、X₄² 高度显著;交互项 X₁X₂、X₂X₄、X₃X₄ 高度显著,其他交互项不显著,表明各影响因素对残油得率的影响不是简单的线性关系。

由表 4 可知,模型的 $F = 73.42 > F(14, 4) = 14.2$, $P < 0.0001$,表明回归模型极显著;失拟项 $P = 0.0546 > 0.05$,不显著;复相关系数 R 为 0.9866,说明该模型拟合程度良好,试验误差小,可用此模型来分析和预测超声辅助提取残油的工艺结果。

2.2.2 响应面分析与优化

等高线的形状可反映出交互效应的强弱,椭圆形表示两因素交互作用显著,而圆形则与之相反^[6]。由图5~7可以看出,提取温度和提取时间、提取时间和液固比、超声功率和液固比交互作用显著,其他因素间的交互作用较小。

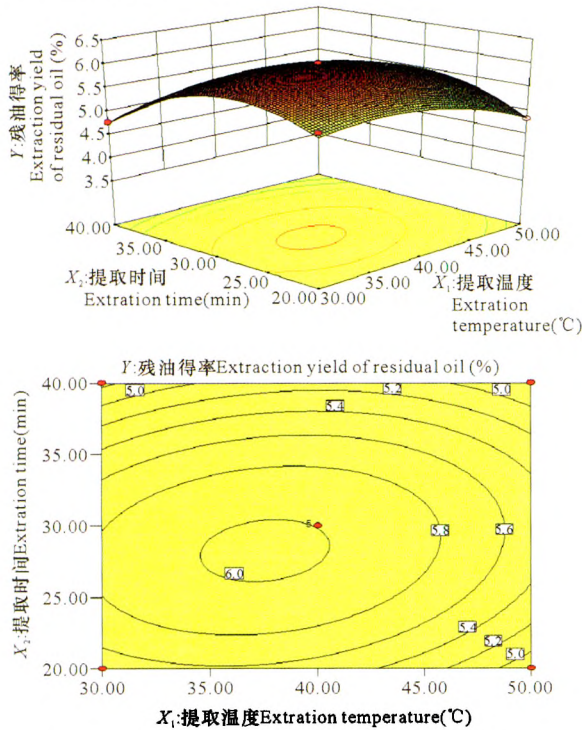


图5 提取温度、提取时间的等高线和响应曲面图

Fig. 5 Contour and response surface plots of $Y = f(X_1, X_2)$

根据所得到的模型,在稳定状态下的最优工艺条件为提取温度 37.18℃、提取时间 24.77 min、超声功率 159.66 W、液固比 3:1(mL/g),可预测残油得率约为 6.30%。为检验实验结果是否与真实情况相一致,根据上述结果进行近似验证实验,考虑到实际操作的便利,将最佳工艺条件修正为:提取温度 37℃、提取时间 25 min、超声功率 160 W、液固比 3:1(mL/g),在此条件下进行 3 次平行实验,残油得率为 $(6.45 \pm 0.20)\%$,表明重复性较好,说明响应面法优化超声波辅助提取残余油脂的结果可靠。

2.2.3 桐粕残余油脂分析

从表 5 中可以看出,两种方法所提取的桐油的脂肪酸多为不饱和酸,不饱和酸的成分多于 90%,饱和脂肪酸的含量较低。ME 和 UAE 这 2 种提取方法提取所得脂肪酸的成分一致,含量略有差别,这表明超声处理没有改变残油的脂肪酸组成,其中超声辅助提取残油的质谱图如图 8 所示。

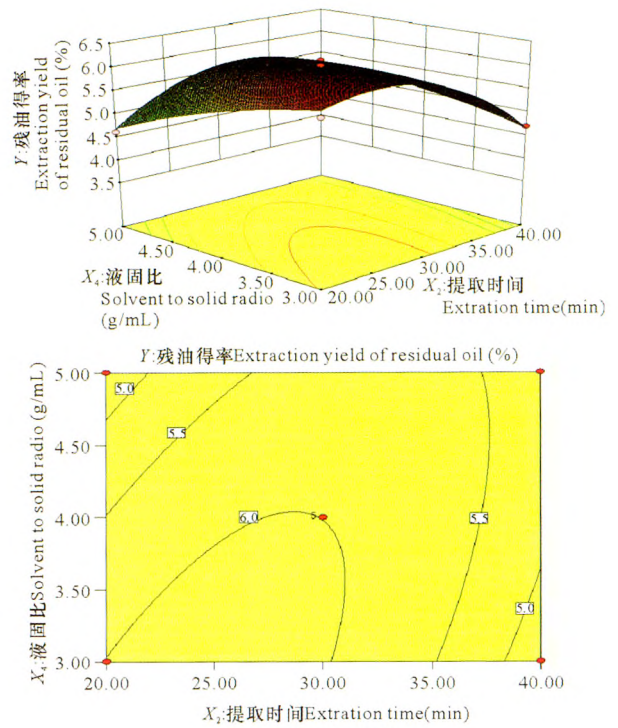


图6 提取时间、液固比的等高线和响应曲面图

Fig. 6 Contour and response surface plots of $Y = f(X_2, X_4)$

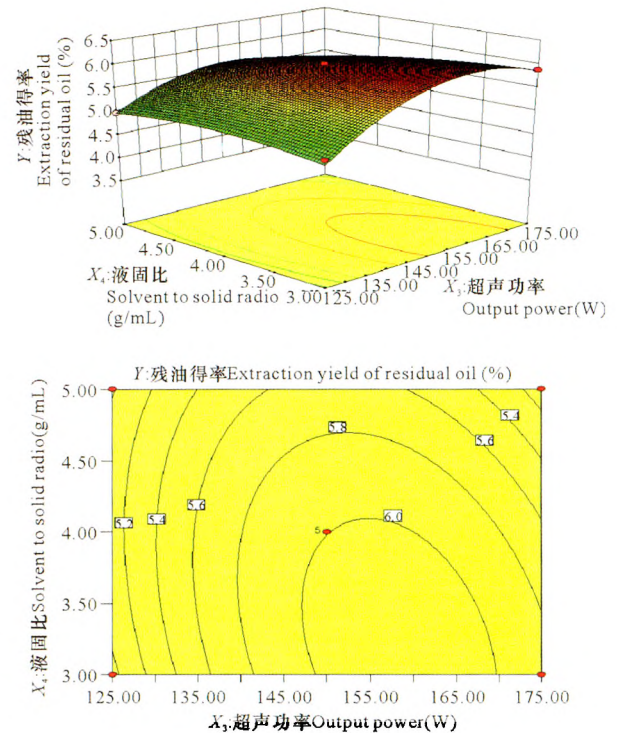


图7 超声功率、液固比的等高线和响应曲面图

Fig. 7 Contour and response surface plots of $Y = f(X_3, X_4)$

表 5 ME&UAE 法提取残油的脂肪酸组成

Table 5 Fatty acid composition of the residual oils extracted with ME&UAE

提取方法 Extraction method	脂肪酸 Fatty acid					
	棕榈酸 Palmitic acid	硬脂酸 Stearic acid	油酸 Oleic acid	亚油酸 Linoleic acid	花生一烯酸 A peanut acid	桐酸 Eleostearic acid
ME	3.7293	2.5247	9.5810	13.1113	1.0040	70.0493
UAE	2.8440	2.4363	8.7597	12.0527	1.1563	72.6907

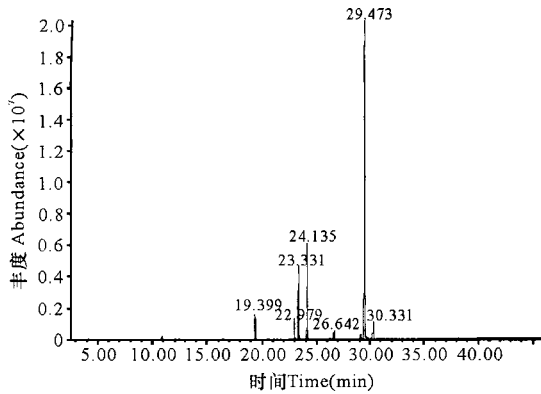


图 8 超声辅助提取残油的 GC-MS 图谱

Fig. 8 The GC-MS chromatograms of residual oil from Tung meal

3 结论

通过响应面法试验,建立响应值与各因素之间的数学模型,依据此模型可以预测残余油脂得率。根据此二次回归模型,确定残油提取最佳工艺条件为提取温度 37.18℃、提取时间 24.77 min、超声功率 159.66 W、液固比 3:1(mL/g)。验证实验表明在较佳工艺条件下:提取温度 37℃、提取时间 25 min、超声功率 160 W、液固比 3:1(mL/g),进行 3 次平行实验所得残油得率均值为(6.45±0.20)%,由此说明建立的数学模型可很好的预测各因素交互影响与得率之间的关系。

参考文献:

[1] 胡芳名,谭晓风,刘惠民,等. 中国主要经济树种栽培与利用[M]. 北京:中国林业出版社,2006.
Hu F M, Tan X F, Liu H M, et al. Cultivation and Utilization of Chinese Non-wood Product Forest Tress[M]. Beijing: China Forestry Publishing House, 2006.

[2] 聂幼华. 防止浸出桐油异构化的工艺研究[J]. 湖南化工, 1995, 25(2):29-33.
Nie Y H. An investigation into technique preventing extracted Tung oil from β - isomerization [J]. Hunan Chemical Industry, 1995, 25(2):29-33.

[3] 苏青峰,张淑蓉,廖兴茂. 拟南芥籽油超声波辅助提取工艺的响应面法优化[J]. 中国油脂, 2013, 38(11):10-13.
Su Q F, Zhang S R, Liao X M. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of *Arabidopsis thaliana* seed oil by response surface methodology[J]. China Oils and Fats, 2013, 38(11):10-13.

[4] Toma M, Vinatoru M, Paniwnyk L, et al. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2001, 8(2):137-142.

[5] Athanasios C, Nikolas G S, Dimitra J D, et al. Comparison of distillation and ultrasound - assisted extraction methods for the isolation of sensitive aroma compounds from garlic (*Allium sativum*) [J]. Ultrasound Sonochem, 2006, 13(1):54-60.

[6] 豆亚静, 张晓龙, 常丽新, 等. 响应面优化超声波法提取黑豆异黄酮的工艺研究[J]. 食品工业科技, 2013, 34(5):25-26
Dou Y J, Zhang X L, Chang L X, et al. Research of ultrasonic wave extraction of isoflavone from black soybean by response surface methodology[J]. Science and Technology of Food Industry, 2013, 34(5):25-26.

[7] 彭俊华, 陈英明, 陈晓东. 一种超声波辅助提取桐油的方法: 中国, 101892123A[P]. 2010-11-24[2015-08-10].
Peng J H, Chen Y M, Chen X D. A method of ultrasonic assisted extraction of Tung oil; China, 101892123A[P]. 2010-11-24[2015-08-10].

[8] GB/T 17376-2008 动植物油脂: 脂肪酸甲酯制备[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008
GB/T 17376 - 2008 Animal and Vegetable Fats and Oils—Preparation of methyl esters of fatty acids[S]. Beijing: China Standards Press, 2008.

[9] Kalil S J, Maugeri F, Rodrigues M I. Response surface analysis and simulation as a tool for bioprocess design and optimization [J]. Process Biochemistry, 2000, 35(6):539-550.

(责任编辑:米慧芝)