

柚皮膳食纤维微波辅助碱法提取工艺优化 及其功能特性研究

Functional properties and optimization of microwave assisted alkaline
extraction of dietary fiber from pomelo peel

闫荣玲^{1,2,3} 廖 阳^{1,2,3} 毛龙毅^{1,2,3} 何福林^{1,2,3}

YAN Rong-ling^{1,2,3} LIAO Yang^{1,2,3} MAO Long-yi^{1,2,3} HE Fu-lin^{1,2,3}

(1. 湖南科技学院化学与生物工程学院, 湖南 永州 425199; 2. 湘南优势植物资源综合利用省重点实验室,
湖南 永州 425199; 3. 湖南省银杏工程技术中心, 湖南 永州 425199)

(1. College of Life Sciences and Chemistry Engineering, Hunan University of Science and Engineering,
Yongzhou, Hunan 425199, China; 2. Key Laboratory of Comprehensive Utilization of Dominant Plant
Resources in Southern Hunan, Yongzhou, Hunan 425199, China; 3. Hunan Provincial Engineering
Research Center for Ginkgo biloba, Yongzhou, Hunan 425199, China)

摘要:以江永香柚柚皮为原料,优化柚皮膳食纤维微波辅助碱法提取的工艺条件,并对所提取膳食纤维的理化性质与抗氧化活性进行分析。结果表明:在优先保证可溶性膳食纤维提取得率条件下,江永香柚柚皮膳食纤维的最佳提取工艺为料液比1:10(g/mL)、碱液质量分数8%、微波时间40 s、微波功率350 W,该条件下,可溶性膳食纤维(SDF)与不溶性膳食纤维(IDF)的得率分别为40.8%、45.1%。2种膳食纤维均表现出良好持水力(SDF为5.3 g/g, IDF为3.5 g/g)、膨胀力(SDF为5.1 mL/g, IDF为2.4 mL/g)、持油力(SDF为4.6 g/g, IDF为2.1 g/g)。2种膳食纤维抗氧化活性显著,可清除DPPH自由基和抑制植物油脂的氧化;浓度达到2 mg/mL后, SDF对自由基清除率显著高于IDF与BHT($P<0.05$);相同质量分数条件下,对油脂POV抑制作用SDF>IDF>BHT。

关键词:江永香柚;膳食纤维;微波;碱法;理化性质;抗氧化

Abstract: The extraction technology of dietary fiber from Jiangyong pomelo peel by microwave assisted alkali method was established and

the physicochemical properties and antioxidant activity of dietary fiber were analyzed. The results showed that, ensuring the extraction rate of soluble dietary fiber preferentially, the optimum extraction process of dietary fiber were solid-liquid ratio of 1:10(g/mL), NaOH concentration of 8%, microwave time 40 s and microwave power 350 W. With the control of the optimal conditions, the maximum extraction yield rate of soluble dietary fiber (SDF) and insoluble dietary fiber (IDF) was 40.8% and 45.1%, respectively. Moreover, the dietary fiber showed fine water holding capacity (SDF: 5.3 g/g; IDF: 3.5 g/g), swelling capacity (SDF: 5.1 mL/g; IDF: 2.4 mL/g) and oil holding capacity (SDF: 4.6 g/g; IDF: 2.1 g/g). In addition, the a good antioxidant activity was also found in the dietary fiber, which could scavenge DPPH radicals and inhibit the oxidation of vegetable oil. The free radical scavenging rate of SDF was significantly higher than that of IDF and BHT (t -test, $P<0.05$) when these concentration reached 2 mg/mL. Finally, the inhibitory effect on POV of vegetable oil under the same mass fraction was SDF>IDF>BHT.

Keywords: Jiangyong pomelo; dietary fiber; microwave; alkali method; physicochemical properties; antioxidant activity

基金项目:湘南优势植物资源综合利用湖南省重点实验室研究项目(编号: XNZW15C10, XNZW15C18);湖南省教育厅科研项目(编号: 17XKY007, 17XKY010);湖南省大学生研究性学习与创新性实验项目(编号: [2016]283号第637项)

作者简介:闫荣玲,女,湖南科技学院讲师,硕士。

通信作者:廖阳(1983—),男,湖南科技学院副教授,硕士。

E-mail: liaoyang1127@163.com

何福林(1968—),男,湖南科技学院教授,硕士。

E-mail: hefulin0012@163.com

收稿日期:2017-09-18

柚子为芸香科柑橘属乔木,在中国广泛分布。湖南省江永县为柚子重要产区,所产“江永香柚”获得了国家地理标志证书。柚皮中富含挥发油、酚类、酮类、维生素以及膳食纤维等多种活性物质,但实际生产生活中常作为废弃物被舍弃而未得到充分利用^[1]。膳食纤维(Dietary fiber, DF)根据其水溶性差异可分为可溶性膳食纤维(Soluble dietary fiber, SDF)

和不溶性膳食纤维(Insoluble dietary fiber, IDF)两大类^[2]。由于膳食纤维具有较高的持水力、有机物吸附力、肠道微生物菌群调节能力以及类似填充剂的容积作用,使其表现出抗氧化、促肠胃蠕动及改善肠道菌落平衡等保健作用^[3-4]。利用江永香柚柚皮进行膳食纤维的提取与开发是一条有效可行的途径。

提取膳食纤维的主要方法有机械法、化学法以及生物酶法等,不同方法均各有其优缺点,因此,针对特定原料,往往对摸索建立的各种方法进行比较后再决定方法的取舍^[5]。研究表明,化学法中的碱法在杂质成分复杂的果渣、茶渣等原料的膳食纤维提取中效果良好,在提取过程中可以同时水解蛋白质和皂化脂肪^[6-7];而机械法中常采用的微波,由于其显著的穿透力与热效应,理论上可提高细胞壁的破碎程度和加快多糖的水解,有助于柚皮的膳食纤维提取^[6,8]。目前,关于柚皮膳食纤维的报道十分少见,且未见碱与微波结合进行柚皮膳食纤维提取工艺摸索的报道。由于不同产地、不同品种柚皮的成分组成、理化特征等可能存在差异。因此,摸索建立针对江永香柚果皮膳食纤维的提取工艺十分必要。

本研究以江永香柚果皮为原料,在单因素试验基础上,通过正交优化微波辅助碱法提取柚皮 SDF 与 IDF 的工艺条件,并对所获膳食纤维进行理化性质与抗氧化能力的测定,为江永香柚柚皮膳食纤维制备及其综合利用提供参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

香柚:新鲜成熟香柚购自湖南江永某香柚种植基地。

1.2 试验仪器与试剂

电热恒温鼓风干燥箱:WG-71 型,西安精大检测设备有限公司;

微波合成仪:XH-MC-1 型,祥鸽科技有限公司;

电子天平:BSA124S 型,赛多利斯科学仪器有限公司;

可见光分光光度计:722 型,上海光学仪器一厂;

pH 计:PHS-802 型,贵阳学通仪器仪表公司;

循环水真空泵:SHZ-D 型,巩义市予华仪器责任有限公司;

索氏提取器:BSXT 型,上海比朗仪器制造有限公司;

柠檬酸、氢氧化钠、无水乙醇、葡萄糖、氯化钠、甲醇、BHT(二丁基羟基甲苯)等:分析纯,天津恒兴化学试剂制造有限公司;

石油醚(30~60℃)、95%乙醇:天津恒兴化学试剂制造有限公司。

1.3 方法

1.3.1 柚皮准备 香柚洗净后剥离得到柚皮,切碎、烘干、粉碎,过 60 目筛,置塑料密封袋中备用。

1.3.2 膳食纤维的提取及除杂 柚皮粉末置于索氏提取器中,加入石油醚,回流 6 h,得到脱脂柚皮粉。称取 5.0 g 干燥至恒重的脱脂柚皮粉于烧杯中,微波辅助碱法(碱可有效促进蛋白水解与脂肪皂化)提取一定时间后,4 000 r/min 离心

5 min,分别得到上清液和滤渣。上清液减压浓缩后,加入 4 倍体积 95%乙醇过夜,沉淀用 95%乙醇洗至中性,50℃条件下真空干燥至恒重,粉碎得 SDF;对离心分离得到的滤渣,用蒸馏水洗至中性,50℃条件下真空干燥至恒重,粉碎得 IDF。对所得 SDF 及 IDF 进行称重作为所得产品质量,并按式(1)计算得率。

$$R = \frac{m \times 100}{5}, \quad (1)$$

式中:

R——得率,%;

m——所称产品质量,g^[9]。

1.3.3 单因素试验及正交优化 分别考察了料液比、氢氧化钠质量分数、微波时间、微波功率 4 个因素对柚皮 SDF 与 IDF 得率的影响,各因素水平设置:料液比 1:3,1:6,1:10,1:15,1:20,1:25 (g/mL),氢氧化钠质量分数 2%,4%,6%,8%,10%,15%,微波时间 10,20,40,60,80,110 s;微波功率 150,200,250,300,350,400 W。进行某一单因素试验时,其他因素固定且分别取料液比 1:15 (g/mL)、氢氧化钠质量分数 8%、微波时间 60 s、微波功率 300 W。根据单因素试验结果,选取各因素下 3 个较优水平按照 L₉(3⁴)正交优化得到最佳工艺。

1.3.4 理化性质分析

(1) 持水力测定:精确称取 1.0 g 所得膳食纤维于 50 mL 离心管中,加入 25 mL 蒸馏水,充分搅拌 1 h 后,以 3 000 r/min 离心 10 min,弃去上层清液,用滤纸将离心管内壁残留的水分吸干,称重,并按式(2)计算持水力。

$$W = \frac{m_1 - m}{m}, \quad (2)$$

式中:

W——持水力,g/g;

m——样品干质量,g;

m₁——样品吸水后质量,g^[9-10]。

(2) 膨胀力测定:准确称取 0.5 g 所得膳食纤维,置于 10 mL 量筒中,轻微振荡,保持表面平整,读取膳食纤维干品体积,准确移取 10 mL 蒸馏水加入其中,振荡均匀后放置 24 h,读取膳食纤维体积,按式(3)计算膨胀力。

$$S = \frac{V_1 - V_0}{m}, \quad (3)$$

式中:

S——膨胀力,mL/g;

m——样品干质量,g;

V₀——样品干样体积,mL;

V₁——样品膨胀后体积,mL^[9,11]。

(3) 持油力测定:精确称取 1.0 g 所得膳食纤维于 50 mL 离心管中,加入 20 g 植物油,室温静置 1 h,以 3 000 r/min 离心 20 min,去掉上层油并用滤纸将离心管内残留的植物油吸干称重,按式(4)计算持油力。

$$O = \frac{m_2 - m}{m}, \quad (4)$$

式中:

O ——持油力, g/g;

m ——样品干质量, g;

m_2 ——样品吸油后质量, g^[8]。

1.3.5 抗氧化性分析

(1) DPPH 自由基清除能力:分别准确称取 1, 5, 10, 15, 20 mg 的 SDF、IDF 以及 BHT(阳性对照)放入 10 mL 试管中,分别加入 5.0 mL DPPH-甲醇溶液(6.0×10^{-5} mol/L),混合后在室温条件下避光反应 25 min(在 10, 20 min 时分别振荡 3 min),然后 8 000 r/min 离心 5 min,取上清液于 517 nm 波长处测定吸光度 A_s ,同时以不加膳食纤维的 DPPH-甲醇溶液为空白对照,测定其吸光度记为 A_b 。按式(5) 计算 DPPH 自由基清除率。

$$D = \frac{A_b - A_s}{A_b} \times 100\%, \quad (5)$$

式中:

D ——DPPH 自由基清除率, %;

A_b ——空白对照组吸光度值, g;

A_s ——处理组吸光度值, g^[12-13]。

(2) 对植物油过氧化值的影响:称取 150 g 花生油置洗净的三角瓶中,按 0.1% 质量分数分别在不同的三角瓶中加入 SDF、IDF、BHT,搅拌均匀后移入 60 °C 恒温烘箱,分别在 5, 10, 15, 25, 40 d 按 GB/T 5538—2005 测定油样过氧化值(POV)。

1.4 数据处理

所有试验均重复 3 次,数据经 Excel 2003、SPSS 19.0 以及 Sigmaplot 10.0 分析与作图。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

料液比、碱液质量分数、微波时间、微波功率均对柚皮膳食纤维得率有明显影响。随各因素所设试验水平的增加, SDF 得率均表现出先增加后趋于稳定的变化趋势, IDF 得率则均表现为逐渐减少的趋势(图 1)。虽各因素下二者各自得率总变化趋势相似,但曲线特征不尽相同,如 SDF 得率随料液比增加的变化曲线相对于微波功率更为平缓。IDF 得率分别在料液比 1:10 (g/mL), 碱液质量分数 8%, 微波功率 300 W, 微波时间 60 s 时达到最高。

SDF 与 IDF 提取得率随各因素的变化趋势与人们在油橄榄果、酸枣渣上的研究结果类似^[9,14]。料液比、碱液质量分数、微波功率、微波时间在一定范围内分别通过提供溶剂介质、促进物质降解、破坏细胞结构、供能升温、促进物质释放等效应显著影响着膳食纤维的提取;提取过程中, IDF 中的纤维素、半纤维素、木质素等不溶性成分逐渐向 SDF 转化,因此各因素下均存在此消彼长的变化规律,且碱解促进了蛋白水解与脂肪皂化,从而减少二者的杂质含量。

2.2 正交优化及验证实验

基于单因素试验结果,以优先得到高 SDF 得率为前提,综合考虑 SDF 得率与提取成本,确定了各因素下的不同水平选值取见表 1。

以优先得到高 SDF 得率为前提,正交确定最优提取工艺。由表 2 可知,各因素对微波辅助碱法提取江永香柚柚皮膳食纤维的影响顺序为 $A > B > C > D$,最佳提取工艺组合为 $A_2 B_2 C_3 D_1$,即料液比 1:10 (g/mL), 碱液质量分数 8%, 微

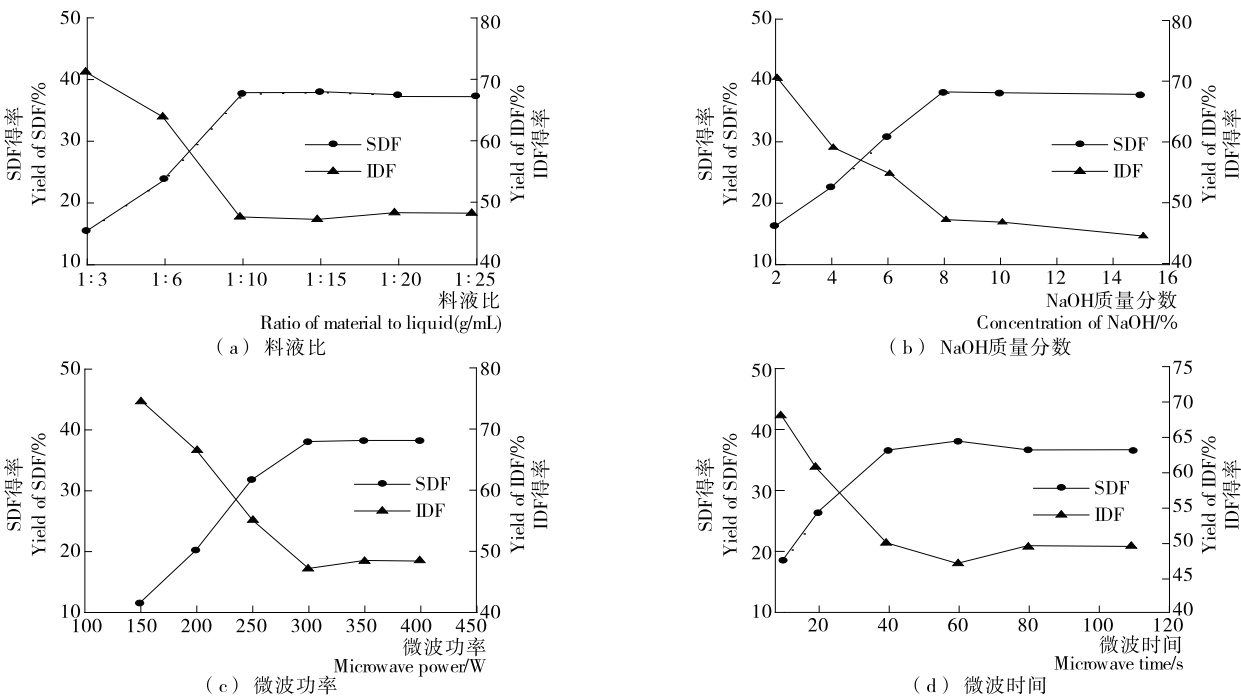


图 1 各因素对江永香柚柚皮膳食纤维得率的影响

Figure 1 Effect of various factors on the yield of dietary fiber from Jiangyong pomelo peel

表 1 各因素正交优化试验水平
Table 1 Factors and levels of orthogonal optimization experiment

水平	A 料液比 (g/mL)	B 碱液质量 分数/%	C 微波功率/ W	D 微波时间/ s
1	1 : 6	6	250	40
2	1 : 10	8	300	60
3	1 : 15	10	350	80

波功率 350 W,微波时间 40 s。以均方最小的微波时间为误差项进行方差分析(表 3)显示,料液比、碱液质量分数对 SDF 得率影响显著($P<0.05$),微波功率对 SDF 得率影响不显著。验证实验($n=3$)表明,在此最佳工艺条件下,SDF 平均得率为 $(40.8\pm0.26)\%$,IDF 的平均得率为 $(45.1\pm0.32)\%$ 。

正交优化试验得到的提取工艺条件温和、操作简单、可行性强,SDF 得率高于已有报道中未利用微波辅助的提取工艺^[9,14-15]。

2.3 膳食纤维的理化性质

由图 2 可知,柚皮膳食纤维中 SDF 的持水力、膨胀力、持油力分别为 5.3 g/g、5.1 mL/g、4.6 g/g;IDF 的持水力、膨胀力、持油力分别为 3.5 g/g、2.4 mL/g、2.1 g/g。可见,SDF 与

表 2 正交优化试验结果

Table 2 Results of orthogonal optimization analysis

序号	A	B	C	D	SDF 得率/%
1	1	1	1	1	13.2
2	1	2	2	2	21.8
3	1	3	3	3	22.1
4	2	1	2	3	27.5
5	2	2	3	1	40.5
6	2	3	1	2	33.8
7	3	1	3	2	30.1
8	3	2	1	3	34.2
9	3	3	2	1	35.5
k_1	19.0	23.6	27.1	29.7	
k_2	33.9	32.6	28.3	28.6	
k_3	33.2	30.4	30.9	27.9	
R	14.9	9.0	3.8	1.8	

表 3 正交试验结果方差分析[†]

Table 3 Variance analysis of orthogonal testing results

方差来源	离均差平方和	自由度	均方	F 值	显著性
A	425.042 2	2	212.521 1	106.202 1	*
B	123.428 9	2	61.714 5	30.840 3	*
C	23.068 9	2	11.534 5	5.764 1	
误差项(D)	5.002 2	2	2.001 1		
总变异	576.542 2	8			

[†] $F_{0.05(2,2)}=19$ 。

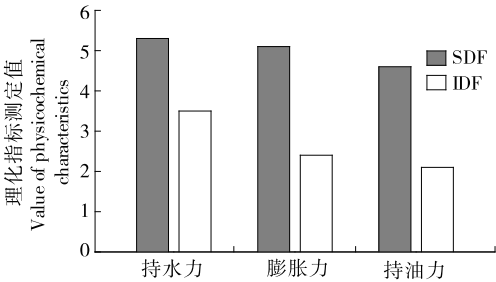


图 2 江永香柚柚皮膳食纤维理化指标值

Figure 2 Value of physicochemical indexes of dietary fiber from Jiangyong pomelo peel

IDF 的理化性质良好,且 SDF 优于 IDF。与其他研究比较可知,柚皮膳食纤维的持水力、膨胀力、持油力与其他原料如玉米皮^[9]、油橄榄果渣^[16]、茶渣^[17]等得到的膳食纤维相近或稍高。

由柚皮膳食纤维表现出的良好理化性质,推测其应该富含羧基、羟基等亲水性基团,且存在较大的比表面积和较多的空隙,从而表现出良好的吸水、纳油、增大体积等特征^[18]。因此,从二者上述理化指标测定值可知,微波辅助碱法得到的柚皮膳食纤维品质高,应用潜质明显。

2.4 膳食纤维的抗氧化性

由图 3 可知,在所设置浓度范围内,随着 SDF、IDF 以及 BHT 三者浓度的增加,DPPH 自由基清除率逐渐增加。低浓度时,三者的清除效果差异不明显,但随浓度增加,SDF 与 IDF 的自由基清除率较 BHT 更有优势,尤其是在浓度达到 2 mg/mL 后,SDF 对自由基清除率显著高于 IDF 与 BHT ($P<0.05$)。虽然相对葵花籽壳提取得到的 SDF 在 1.0 mg/mL 条件下即可达到 86.67% 的 DPPH 清除率来说,香柚柚皮膳食纤维的清除率较小,但清除效果已十分显著^[19]。

跟踪测定加入膳食纤维油样的过氧化值发现,随着处理天数的增加,各不同处理油样的 POV 均呈现增加趋势,但与对照相比,添加 SDF、IDF 与 BHT 油样的 POV 明显较低,且随着天数的增加差异越来越明显。添加 SDF、IDF 与 BHT 的 3 组油样之间也存在差异,POV 值顺序为 SDF 组<IDF 组<BHT 组,且差异随着时间的延长逐渐增加,具体见图 4。这说明 SDF、IDF 产生了与 BHT 一样的效应,可以显著降低

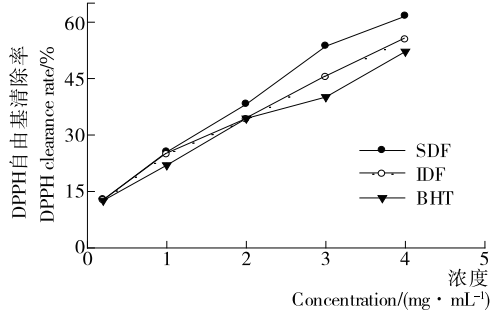


图 3 江永香柚柚皮膳食纤维对 DPPH 自由基清除作用

Figure 3 Scavenging effect of dietary fiber from Jiangyong pomelo peel on DPPH free radical

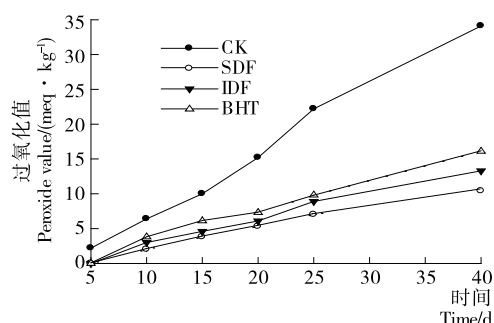


图 4 江永香柚柚皮膳食纤维对花生油 POV 的影响

Figure 4 Effect of dietary fiber from Jiangyong pomelo peel on POV of peanut oil

油样的 POV,减缓油脂的氧化进程,且抑制效果 $SDF > IDF > BHT$,与李新明等^[20]在麦麸等膳食纤维上的发现类似。

膳食纤维之所以表现出抗氧化性,是因为其含有多酚类、黄酮类、苷类等具有抗氧化活性的物质,且抗氧化能力的大小取决于抗氧化性物质的组成、含量、形态以及存在形式等因素^[18]。本研究中,SDF 抗氧化性优于 IDF 可能是由膳食纤维本身分子组成(如分子大小、单糖种类与比例等)差异,以及柚皮中抗氧化物质主要是水溶性物质等导致。

3 结论

本研究建立了江永香柚柚皮膳食纤维的微波辅助碱法提取工艺,最佳工艺条件为料液比 1:10 (g/mL),碱液质量分数 8%,微波时间 40 min,微波功率 350 W,在此工艺条件下,SDF 与 IDF 得率分别为 40.8%与 45.1%。得到的 SDF 与 IDF 均表现出良好理化特征,且 SDF 优于 IDF,其中 SDF 的持水力、膨胀力、持油力分别为 5.3 g/g、5.1 mL/g、4.6 g/g, IDF 的持水力、膨胀力、持油力分别为 3.5 g/g、2.4 mL/g、2.1 g/g。SDF 与 IDF 均可以很好地清除 DPPH 自由基和降低油样 POV,表现出良好的抗氧化能力,在二者达到一定浓度后效果较 BHT 更佳,且 SDF 的抗氧化性能优于 IDF。结果表明,利用微波辅助碱法提取江永香柚柚皮膳食纤维,工艺简单、高效、可行性强,得到的膳食纤维品质及保健效果较好。可见,基于江永香柚废弃果皮进行植物性膳食纤维的开发潜力显著,为江永香柚的资源利用以及在延长农业产业链、减少环境污染等方面均有重要意义。

参考文献

[1] 薛菲,陈燕. 膳食纤维与人类健康的研究进展[J]. 中国食品添加剂, 2014(2): 208-213.

[2] 潘文洁,薛正莲,周海留. 超声波辅助提取柚皮水溶性膳食纤维的研究[J]. 安徽农学通报, 2011, 17(15): 198-200.

[3] TANONGKANKIT Y, CHIEWCHAN N, DEVAHASTIN S. Physicochemical property changes of cabbage outer leaves upon preparation into functional dietary fiber powder[J]. Food and Bioproducts Processing, 2012, 90(3): 541-548.

[4] BROWNLEE I A. The physiological roles of dietary fiber[J]. Food Hydrocolloids, 2011, 25(2): 238-250.

[5] 赵二劳,王璐. 膳食纤维的保健功能及其制备研究进展[J]. 食品与机械, 2011, 27(3): 165-168.

[6] 丁莎莎,黄立新,张彩虹,等. 膳食纤维的制备、性能测定及改性的研究进展[J]. 食品工业科技, 2016, 37(8): 381-386.

[7] 唐鑫媛,夏延斌,文星昱,等. 超声波辅助碱法提取辣椒渣中蛋白质工艺研究[J]. 食品与机械, 2015, 31(2): 222-226.

[8] 张代佳,刘传斌,修志龙,等. 微波技术在植物胞内有效成分提取中的应用[J]. 中草药, 2000, 31(9): 5-6.

[9] 丁莎莎,黄立新,张彩虹,等. 油橄榄果渣膳食纤维碱法提取工艺优化及其理化性质研究[J]. 林产化学与工业, 2017, 37(1): 116-122.

[10] 张晶晶,张红建,李晓月,等. 超细水不溶性大豆皮膳食纤维理化特性的研究[J]. 食品工业科技, 2014, 35(20): 147-149.

[11] 黄晟,钱海峰,周惠明,等. 超微及冷冻粉碎对麦麸膳食纤维理化性质的影响[J]. 食品科学, 2009, 30(15): 40-44.

[12] 阙茗铭,叶发银,赵国华,等. 成熟度对甘蓝膳食纤维单糖组成及抗氧化活性的影响[J]. 食品科学, 2017, 38(5): 60-65.

[13] 邵金华,马永强,何福林. 虎舌红多糖超声波辅助提取工艺优化及其抗氧化活性评价[J]. 食品与机械, 2016, 32(12): 166-169.

[14] 张严磊,施欢贤,唐志书,等. 碱法同时提取酸枣渣可溶性与不溶性膳食纤维及其性能研究[J]. 纤维素科学与技术, 2015, 23(4): 43-48.

[15] 薛山. 柑橘皮渣中非水溶性抗氧化膳食纤维提取工艺优化[J]. 食品与机械, 2016, 32(8): 151-155.

[16] 李晶,张连富. 玉米皮水溶性膳食纤维的酶法制备[J]. 中国粮油学报, 2014, 29(10): 112-117.

[17] 陈仕学,王一帆,姚元勇,等. 响应面法优化茶渣水不溶性膳食纤维的提取及性能研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(10): 249-253.

[18] 周小理,钱韻芳,周一鸣,等. 植物性膳食纤维抗氧化活性的研究与应用[J]. 食品与机械, 2010, 26(3): 158-160.

[19] 臧延青,葛德鹏. 葵花籽壳水溶性膳食纤维的提取工艺优化及抗氧化活性[J]. 食品工业科技, 2015, 36(10): 307-310.

[20] 李新明,乐国伟,施用晖. 麦麸膳食纤维的提取和油脂抗氧化的研究[J]. 食品工业, 2006, 27(3): 3-5.