



## 油茶粕膳食纤维的超声辅助酶法提取工艺优化及理化性质分析

张智, 宋伟, 闫建英, 薛红洋

### Optimization of Ultrasonic Assisted Enzymatic Extraction Process and Analysis of Physicochemical Properties of Dietary Fiber from *Camellia oleifera* Meal

ZHANG Zhi, SONG Wei, YAN Jianying, and XUE Hongyang

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021100124>

## 您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 超声辅助酶法提取西番莲果皮可溶性膳食纤维及理化性质

Extraction of Soluble Dietary Fiber from *Passiflora edulis* Peel by Ultrasonic Assisted Enzymatic Method and Its Physicochemical Properties

食品工业科技. 2020, 41(7): 161–165,172

#### 油茶壳木质素理化性质及表征

Physicochemical Properties and Structural Characterization of Lignin from *Camellia oleifera* Shell

食品工业科技. 2021, 42(4): 33–38

#### 四种热带水果中膳食纤维的结构表征及单糖组成和理化性质分析

Structure Characterization,Monosaccharide Composition and Physicochemical Properties of Dietary Fiber in Four Tropical Fruits

食品工业科技. 2021, 42(5): 60–65,71

#### 蒜黄根膳食纤维提取工艺优化及其理化性质分析

Optimization of Extraction Conditions of Dietary Fiber from the Root of Blanched Garlic Leaves and Its Physicochemical Properties Analysis

食品工业科技. 2020, 41(23): 189–194,222

#### 复合酶法同步提取葡萄籽粕蛋白质和可溶性膳食纤维的响应面优化

Response Surface Optimization of Simultaneous Extraction of Protein and Soluble Dietary Fiber from Grape Seed Meal by Complex Enzymatic Method

食品工业科技. 2019, 40(3): 134–140

#### 红枣膳食纤维酶法提取工艺优化及其抗氧化研究

Optimization of Enzymatic Extraction of Dietary Fiber from *Zizyphus jujube* and Its Antioxidant Activity

食品工业科技. 2020, 41(18): 176–181,186



关注微信公众号，获得更多资讯信息

张智, 宋伟, 闫建英, 等. 油茶粕膳食纤维的超声辅助酶法提取工艺优化及理化性质分析 [J]. 食品工业科技, 2022, 43(18): 162–169. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2021100124

ZHANG Zhi, SONG Wei, YAN Jianying, et al. Optimization of Ultrasonic Assisted Enzymatic Extraction Process and Analysis of Physicochemical Properties of Dietary Fiber from *Camellia oleifera* Meal[J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(18): 162–169. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2021100124

· 工艺技术 ·

# 油茶粕膳食纤维的超声辅助酶法提取工艺 优化及理化性质分析

张 智, 宋 伟, 闫建英, 薛红洋

(东北林业大学林学院, 黑龙江哈尔滨 150040)

**摘要:** 膳食纤维 (Dietary Fiber, DF) 具有很多生理功能及突出的应用前景, 而可溶性膳食纤维 (Soluble Dietary Fiber, SDF) 的生理特性要优于不溶性膳食纤维 (Insoluble Dietary Fiber, IDF)。为提高油茶粕 DF 中 SDF 的得率, 以 SDF 得率作为评价指标, 采用超声辅助酶法, 通过单因素实验对酶添加量、超声时间、超声功率、料液比四个因素进行研究, 并在单因素实验的基础上进行响应面优化试验, 并对得到的 DF 进行理化性质及结构分析。结果表明, 最佳提取工艺为酶添加量 0.2%、超声时间 31 min、超声功率 210 W、料液比 1:23 g/mL, SDF 得率为 12.43%, 此时 IDF 得率为 68.39%。油茶粕总膳食纤维 (Total Dietary Fibre, TDF) 的持水力为 4.36 g/g、持油力为 3.67 g/g、膨胀力为 6.83 mL/g, 胆固醇吸附率在 pH2 时为 5.79 mg/g, pH7 时为 8.38 mg/g, 葡萄糖吸附率为 11.49 mg/g。通过结构表征的分析推测油茶粕 TDF 中含有木质素、纤维素、半纤维素及糖类物质, TDF 表面疏松多孔、凹凸不平, 粒径为 50.699 nm。本研究提高了 SDF 得率, 证明油茶粕 TDF 具有较好的理化性质及结构, 为提高油茶粕的附加价值提供了参考。

**关键词:** 油茶粕, 响应面优化, 膳食纤维, 理化性质, 结构表征, 超声辅助酶法

中图分类号: TS209

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2022)18-0162-08

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2021100124

本文网刊: 

## Optimization of Ultrasonic Assisted Enzymatic Extraction Process and Analysis of Physicochemical Properties of Dietary Fiber from *Camellia oleifera* Meal

ZHANG Zhi, SONG Wei, YAN Jianying, XUE Hongyang

(College of Forestry, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China)

**Abstract:** Dietary fiber has many physiological functions and outstanding application prospects, while the physiological characteristics of soluble dietary fiber are better than that of insoluble dietary fiber. In order to improve the camellia meal in DF SDF yield, SDF yield as evaluation index, the ultrasonic assisted enzymatic, through the single factor experiments of enzyme, ultrasonic time, ultrasonic power, material liquid than four factors were studied, and based on single factor experiments, response surface optimization experiment, and the DF of get the physical and chemical properties and structure analysis. The results showed that the optimal extraction conditions were as follows: Enzyme dosage 0.2%, ultrasonic time 31 min, ultrasonic power 210 W, solid-liquid ratio 1:23 g/mL, SDF yield was 12.43%, IDF yield was 68.39%. The total dietary fibre (TDF) holding capacity, oil holding capacity and swelling capacity were 4.36 g/g, 3.67 g/g and 6.83 mL/g, respectively. The adsorption rate of cholesterol was 5.79 mg/g at pH2 and 8.38 mg/g at pH7. The adsorption rate of glucose was 11.49 mg/g. Through the analysis of structure characterization, it was speculated that the TDF of *Camellia oleifera* meal contains lignin, cellulose, hemicellulose and sugars. The surface of TDF was porous and uneven, and the particle size was 50.699 nm. This study improved the yield of SDF and proved that TDF of *Camellia oleifera* meal had good physical and chemical properties and structure, which would provide reference for improving the added value of

收稿日期: 2021-10-14

基金项目: 黑龙江省“揭榜挂帅”科技攻关项目 (2021ZXJ03B01-1)。

作者简介: 张智 (1964-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 食品发酵、植物生物转化、功能食品, E-mail: idzhangzhi@nefu.edu.cn。

*Camellia oleifera* meal.

**Key words:** *Camellia oleifera* meal; response surface optimization; dietary fiber; physicochemical properties; structural characterization; ultrasound enzymatic method

膳食纤维(Dietary Fiber, DF)作为第七大营养素,有着突出的应用前景<sup>[1]</sup>。IDF 在自然界中的占比为 90% 以上,而 SDF 的生理特性要优于 IDF, SDF 含量在 10% 以上更好。油茶(*Camellia oleifera*)广泛分布于亚洲热带和亚热带地区,是世界四大木本油料树种之一<sup>[2-3]</sup>。油茶粕(*Camellia oleifera* meal)为油茶籽制油后的副产物,营养价值高,然而由于开发强度不足而造成了资源浪费<sup>[4-5]</sup>。从油茶粕中提取膳食纤维,不仅提高了油茶粕的附加价值,带来经济效益,还可以避免资源浪费和环境污染。

目前提高 SDF 含量的方法主要有物理法、化学法和生物法<sup>[6]</sup>。李怡杰等<sup>[7]</sup>使用微波法提取油茶粕 SDF 的得率为 12.55%,低于卢忠英等<sup>[8]</sup>用微波辅助酶法提取 SDF 的得率,陈晓媛<sup>[9]</sup>用突变菌株发酵提取油茶粕 SDF 得率为 3.81%,持水力和膨胀力分别为 2.50 g/g 和 0.88 mL/g,均低于李怡杰等<sup>[7]</sup>提取得到的 IDF。马力等<sup>[10]</sup>提取得到的油茶粕膳食纤维溶胀性与持水力最高,但都未对提取的油茶粕膳食纤维理化性质及结构表征进行综合分析。

酶法提取 DF 条件温和环保,纤维素酶可降低 DF 分子量,增加 SDF 含量<sup>[11]</sup>。超声波处理操作简单,可破坏多糖的化学键,影响聚合物的形态和结构,使组织疏松,活性成分更好的溶解<sup>[12]</sup>。在适当的条件下使用超声波处理可提高酶的活性,研究发现在 17.33 W/cm<sup>2</sup> 的超声条件下处理 30 min 后,纤维素酶活性比原来提高约 25%<sup>[13]</sup>。本实验采用超声辅助酶法对油茶粕进行处理来提高 SDF 得率,并对其提取工艺进行优化,获得高品质膳食纤维,之后对 TDF 的理化性质及结构表征进行综合分析。本实验酶用量少,提取时间较短,可减少经济与时间成本,为油茶粕的综合利用提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

油茶粕 重庆秀山提供(由实验室经脱茶皂素处理);纤维素酶( $1 \times 10^5$  U/g) 和氏璧生物科技有限公司;碱性蛋白酶(200 U/mg)、葡萄糖、胆固醇标准品、 $\alpha$ -淀粉酶(150 U/mg) 上海源叶生物科技有限公司;其它试剂均为国产分析纯;石油醚(沸程为 30~60 °C) 天津市富宇精细化工有限公司。

KQ-300DE 型数控超声波清洗器 昆山市超声仪器有限公司; JSM-7500F 扫描电镜 日本 JEOL 公司; Spectrum 400 傅里叶红外光谱 美国 Thermo Nicolet 公司; Zetapals 激光粒度仪 美国布鲁克海文仪器有限公司; UV-5500PC 型紫外可见分光光度计 上海元析仪器有限公司; SJ-3F 型 pH 计 上海圣科仪器设备有限公司; HY-200 标准筛(60 目) 北

京祥宇伟业仪器设备有限公司; JA2003 分析天平 上海良平仪器仪表有限公司; RE-52 旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器公司; RT-6000 型酶标仪 深圳雷杜生命科学有限公司。

### 1.2 实验方法

1.2.1 原料预处理 将油茶籽粕脱脂(浸泡于石油醚中 24 h)并蒸干溶剂,脱蛋白(料液比 1:10 g/mL; 碱性蛋白酶 1.0%; pH9; 1.5 h; 60 °C)脱淀粉( $\alpha$ -淀粉酶 1.0%; pH6; 1.5 h; 60 °C),浓缩后加入四倍 95% 乙醇醇沉 2 h 抽滤,将预处理后得到的固体烘干粉碎并过 60 目筛,储存在干燥器中备用。

1.2.2 膳食纤维制备工艺 将一定比例的纤维素酶加入经过预处理后的油茶粕粉,用蒸馏水调节超声酶解料液比,选择适宜的酶解条件进行超声酶解处理。处理一段时间后高温灭酶并离心,上清液加入 4 倍体积的乙醇醇沉 2 h 过滤干燥可得 SDF,沉淀用乙醇和丙酮洗涤并干燥可得 IDF,两者混合则为 TDF。

### 1.2.3 单因素实验

1.2.3.1 酶添加量的影响 在 pH5.5、温度 55 °C、超声时间 30 min、超声功率 240 W、料液比 1:25 g/mL 的条件下探究不同酶添加量(0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5%)对 SDF 得率的影响。

1.2.3.2 超声时间的影响 确定酶添加量为 0.2%,其他条件同上,探究不同超声时间(10、20、30、40、50 min)对 SDF 得率的影响。

1.2.3.3 超声功率的影响 确定酶添加量为 0.2%,超声时间为 30 min,其他条件同上,探究不同超声功率(150、180、210、240、270 W)对 SDF 得率的影响。

1.2.3.4 料液比的影响 确定酶添加量为 0.2%,超声时间为 30 min,超声功率为 210 W,其他条件同上,探究不同料液比(1:15、1:20、1:25、1:30、1:35 g/mL)对 SDF 得率的影响。

1.2.4 响应面试验 以酶添加量(A)、超声时间(B)、超声功率(C)、料液比(D)四个因素, SDF 得率为响应值进行响应面试验,采用 Design Expert 2018 软件建立四因素三水平试验,因素水平如表 1

表 1 响应面条件优化试验因素水平

Table 1 Response surface condition optimization test factor level

因素	水平		
	-1	0	1
A: 酶添加量(%)	0.1	0.2	0.3
B: 超声时间(min)	20	30	40
C: 超声功率(W)	180	210	240
D: 料液比(g/mL)	1:20	1:25	1:30

所示。

### 1.2.5 得率测定

#### 1.2.5.1 SDF 得率计算

$$\text{SDF得率}(\%) = \frac{M_0}{M_1} \times 100 \quad \text{式 (1)}$$

式中:  $M_0$  表示 SDF 干重, g;  $M_1$  表示样品干重, g。

#### 1.2.5.2 IDF 得率计算

$$\text{IDF得率}(\%) = \frac{M_0}{M_1} \times 100 \quad \text{式 (2)}$$

式中:  $M_0$  表示 IDF 干重, g;  $M_1$  表示样品干重, g。

### 1.2.6 理化性质测定

1.2.6.1 持水力测定 按料液比 1:25 g/mL 将 TDF 样品与水加入离心管中, 37 °C 搅拌 1 h 后于 4000 r/min 的条件下离心 15 min, 弃上清液并将离心管壁上多余水分吸干后称量其重量。

$$\text{WHC(g/g)} = \frac{M_1 - M_2}{M_0} \quad \text{式 (3)}$$

式中: WHC 表示持水力, g/g;  $M_1$  表示吸水后样品及离心管质量, g;  $M_2$  表示离心管质量, g;  $M_0$  表示样品质量, g。

1.2.6.2 持油力测定 按 TDF 样品质量与油的体积 1:25 的比例加入离心管中, 37 °C 搅拌 1 h 后于 4000 r/min 的条件下离心 15 min, 弃上层油后用吸干管壁多余油后称重。

$$\text{OHC(g/g)} = \frac{M_1 - M_2}{M_0} \quad \text{式 (4)}$$

式中: OHC 表示持油力, g/g;  $M_1$  表示吸油后样品及离心管质量, g;  $M_2$  表示离心管质量, g;  $M_0$  表示样品质量, g。

1.2.6.3 膨胀力测定 将 0.40 g TDF 样品加入 10 mL 量筒中并记录干样体积, 在量筒中加入 8 mL 蒸馏水并搅拌均匀, 于室温条件下静置 24 h, 记录膨胀后的体积。

$$\text{SC(mL/g)} = \frac{V_1 - V_0}{M} \quad \text{式 (5)}$$

式中: SC 表示持油力, mL/g;  $V_0$  表示膳食纤维干样体积, mL;  $V_1$  表示膳食纤维膨胀后体积, mL;  $M$  表示样品质量, g。

1.2.6.4 胆固醇吸附率测定 参照文献 [14] 中的方法绘制胆固醇标准曲线。取市售鸡蛋蛋黄加九倍体积去离子水后混合均匀, 在离心管中加入 50 mg 的 TDF 及 15 mL 蛋黄液, 使用 NaOH 和 HCl 溶液将 pH 分别调至 2.0 及 7.0 来分别模拟胃和肠道环境, 37 °C 搅拌 2 h 后 4000 r/min 离心 20 min, 取上清液检测并计算胆固醇含量, 实验做空白对照, 按式(6)计算胆固醇吸附率。

$$\text{胆固醇吸附率(mg/g)} = \frac{A_1 - A_0}{M} \quad \text{式 (6)}$$

式中:  $A_0$  表示膳食纤维吸附后胆固醇含量, mg;

$A_1$  表示膳食纤维吸附前胆固醇含量, mg;  $M$  表示样品质量, g。

1.2.6.5 葡萄糖吸附率测定 用 DNS 法制备葡萄糖标准曲线<sup>[14]</sup>, 配制浓度为 0.1 mmol/mL, pH 为 7 的葡萄糖溶液, 取 0.10 g TDF 样品加入 10 mL 葡萄糖溶液中, 37 °C 搅拌 6 h, 此后在 4000 r/min 的条件下离心 20 min, 取上清液按标准曲线的方法检测并计算葡萄糖溶液浓度, 实验做空白对照, 按式(7)计算葡萄糖吸附率。

$$\text{葡萄糖吸附率(mg/g)} = \frac{A_1 - A_0}{M} \quad \text{式 (7)}$$

式中:  $A_0$  表示膳食纤维吸附后葡萄糖含量, mg;  $A_1$  表示膳食纤维吸附前葡萄糖含量, mg;  $M$  表示样品质量, g。

### 1.2.7 结构表征分析

1.2.7.1 红外光谱(FT-IR)的测定 参考文献 [15] 的方法略作修改, 按干燥膳食纤维样品与溴化钾粉末 1:100 的比例充分研磨并进行红外光谱扫描, 扫描波数 400~4000 cm<sup>-1</sup>, 扫描分辨率 4 cm<sup>-1</sup>。

1.2.7.2 显微结构分析 将膳食纤维粉处理后进行电镜观察<sup>[16]</sup>, 放大 100、500 与 1000 倍, 拍照得到电镜图并进行分析。

1.2.7.3 粒径测定 参考文献 [17] 的方法略作修改, 将样品与水 1:20 使用超声混匀, 并用激光粒度仪对油茶粕膳食纤维的粒径分布情况进行测定。

## 1.3 数据处理

所有实验数据均平行测定 3 次, 基础数据采用 Excel 处理, 响应面试验由 Design Expert8.0.6 进行设计分析, 作图采用 Origin2018 软件。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素实验结果

2.1.1 纤维素酶添加量对 SDF 得率的影响 由图 1 可知, 随酶添加量的增加, SDF 的得率呈先增加后减小的趋势, 在酶添加量为 0.2% 时所得的 SDF 达到最高。这是因为纤维素酶可将 IDF 水解, 因此部分 IDF 转化为 SDF, SDF 得率增加, 而酶用量过高时酶达到饱和<sup>[18-19]</sup>, SDF 可能会被水解为小分子多糖、低

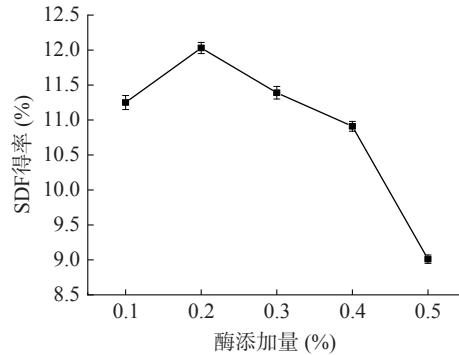


图 1 酶添加量对 SDF 得率的影响

Fig.1 Effect of enzyme addition amount on SDF yield

聚糖等物质, 这些物质不能被乙醇沉淀, 从而引起 SDF 的得率下降。因此确定 0.2% 为纤维素酶最佳添加量。

**2.1.2 超声时间对 SDF 得率的影响** 由图 2 可知, 超声时间在 10~30 min 期间 SDF 得率随时间的增加而增大, 超过 30 min 后 SDF 的得率开始迅速降低。这是因为超声波的机械震动可加快其内部分子运动, 提高了酶解效率, 当时间超过 30 min 后膳食纤维的结构可能遭到破坏<sup>[20]</sup>, 纤维素酶活性也随着时间的增加及超声导致的升温而降低, 故确定超声酶解的最合适时间为 30 min。

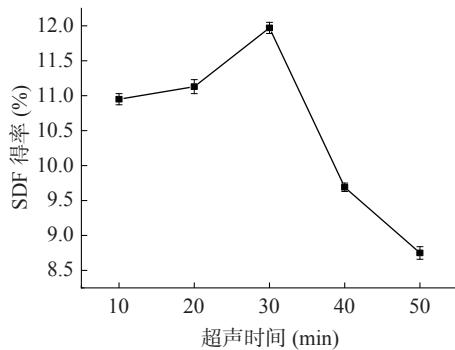


图 2 超声时间对 SDF 得率的影响  
Fig.2 Effect of ultrasonic time on SDF yield

**2.1.3 超声功率对 SDF 得率的影响** 由图 3 可知, 超声功率在 150~210 W 范围内, SDF 的得率随超声功率的增大而增大, 到 210 W 时达到最高值, 此后开始有所下降。超声可能会破坏细胞结构<sup>[21]</sup>, 随着超声功率增大, 超声波的机械效应与空化效应也会增强, IDF 中的化学键断裂形成小分子物质, 超声功率过大时可能会引起纤维素酶活性的降低, 破坏膳食纤维结构; 超声导致升温, 超声功率大, 温度上升快, 因此 SDF 得率迅速下降。综合考虑最适超声功率为 210 W。

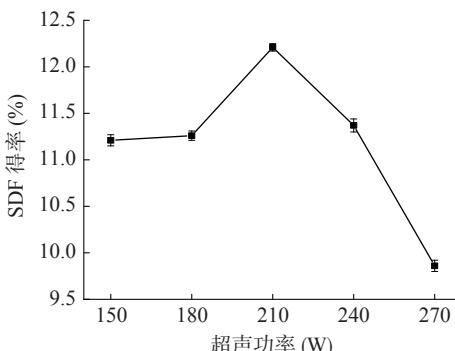


图 3 超声功率对 SDF 得率的影响  
Fig.3 Effect of ultrasonic power on SDF yield

**2.1.4 料液比对 SDF 得率的影响** 由图 4 可知, 当料液比为 1:25 g/mL 时 SDF 得率达到最高值, 当溶剂较少时, 原料在溶液中得率较高, 酶与底物不能充分接触, SDF 溶出受限。当溶剂升高, 原料也在溶液中充分扩散, 酶与底物接触充分, 因此 SDF 得率会有所升高。当溶剂过多时, 酶浓度降低, 此时 SDF 的得

率也会降低<sup>[22]</sup>。因此可得出最佳料液比为 1:25 g/mL。

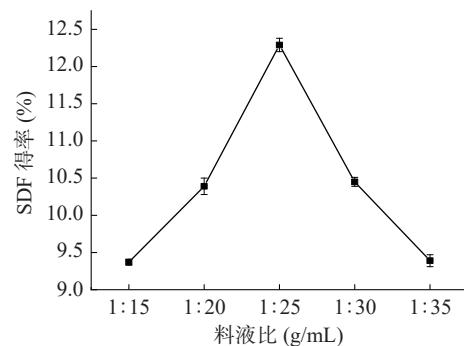


图 4 料液比对 SDF 得率的影响  
Fig.4 Effect of solid-liquid ratio on SDF yield

## 2.2 响应面优化试验

在单因素实验结果的基础上进行响应面优化试验, 以 SDF 得率(Y)为响应值, 考察酶添加量(A)、超声酶解时间(B)、超声功率(C)、料液比(D)4 个因素对 SDF 得率的影响, 试验方案及结果如表 2 所示。

表 2 中心组合试验设计方案及结果  
Table 2 Central combination experiment design scheme and results

实验号	A 酶添加量 (%)	B 超声时间 (min)	C 超声功率 (W)	D 料液比 (g/mL)	SDF 得率 (%)
1	0.3	30	210	1:20	11.29
2	0.2	40	240	1:25	10.43
3	0.2	30	210	1:25	12.56
4	0.2	40	210	1:30	10.41
5	0.1	30	240	1:25	11.17
6	0.2	30	210	1:25	12.03
7	0.2	20	180	1:25	8.37
8	0.1	30	180	1:25	8.54
9	0.2	30	180	1:20	10.86
10	0.1	30	210	1:30	8.98
11	0.1	20	210	1:25	10.79
12	0.2	20	210	1:20	11.03
13	0.2	30	210	1:25	12.19
14	0.1	30	210	1:20	11.98
15	0.2	30	210	1:25	12.46
16	0.2	30	240	1:30	11.13
17	0.2	40	210	1:20	11.24
18	0.2	30	180	1:30	8.46
19	0.2	30	240	1:20	10.32
20	0.3	30	240	1:25	11.38
21	0.3	30	180	1:25	9.67
22	0.2	40	180	1:25	9.33
23	0.3	30	210	1:30	10.45
24	0.3	20	210	1:25	9.96
25	0.1	40	210	1:25	10.18
26	0.3	40	210	1:25	11.79
27	0.2	20	240	1:25	9.93
28	0.2	30	210	1:25	12.14
29	0.2	20	210	1:30	9.31

**2.2.1 响应面试验设计及结果** 由表 3 可知, 该回归

模型  $P<0.0001$ , 说明此模型回归效果达到极显著, 失拟项  $P=0.1093>0.05$  不显著,  $R^2=0.9505$  线性关系较

表 3 回归模型的方差分析

Table 3 Results of variance analysis of regression model

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	39.62	14	2.83	19.22	<0.0001	**
A	0.70	1	0.70	4.76	0.0467	*
B	1.33	1	1.33	9.01	0.0095	**
C	6.95	1	6.95	47.17	<0.0001	**
D	5.31	1	5.31	36.03	<0.0001	**
AB	1.49	1	1.49	10.11	0.0067	**
AC	0.21	1	0.21	1.44	0.2506	
AD	1.17	1	1.17	7.92	0.0138	*
BC	0.053	1	0.053	0.36	0.5585	
BD	0.20	1	0.20	1.34	0.2656	
CD	2.58	1	2.58	17.49	0.0009	**
$A^2$	2.80	1	2.80	19.02	0.0007	**
$B^2$	7.61	1	7.61	51.70	<0.0001	**
$C^2$	14.23	1	14.23	96.59	<0.0001	**
$D^2$	3.62	1	3.62	24.59	0.0002	**
残差	2.06	14	0.15			
失拟项	1.86	10	0.19	3.7	0.1093	
纯误差	0.20	4	0.050			
总离差	41.68	28				
$R^2=0.9505$		$R^2_{\text{Adj}}=0.9011$				

注: \*表示差异显著( $P<0.05$ ); \*\*表示差异极显著( $P<0.01$ )。

好, 能够反应酶添加量、超声酶解时间、超声功率、料液比对 SDF 得率的影响, 可用于确定其最佳工艺。其回归方程为:

$$Y=12.28+0.24A+0.33B+0.76C-0.66D+0.61AB-0.23AC+0.54AD-0.11BC+0.22BD+0.80CD-0.66A^2-1.08B^2-1.48C^2-0.75D^2$$

经软件分析可得三维响应面及等高线图(图 5~图 7)。图 5~图 6 说明 AD 等高线比较圆润, 响应面坡度平缓, C(超声功率)与 D(料液比)之间交互作用对响应值的影响比 A(酶添加量)与 D(料液比)之间的交互作用显著, A(酶添加量)与 B(超声时间)的交互作用对响应值的影响( $P<0.01$ )与 A(酶添加量)与 D(料液比)的交互作用( $P<0.05$ )相比更为显著。图 7 可根据等高线及响应面坡度<sup>[23]</sup> 可直观得出 C(超声功率)与 D(料液比)之间的交互作用对响应值的影响最为显著( $P<0.01$ )。

2.2.2 最佳工艺参数及验证 通过 Design Expert8.0.6 软件进行实验分析, 得出最佳工艺条件为酶添加量 0.21%, 超声时间 31.42 min, 超声功率 214.86 W, 料液比 1:23.49 g/mL, 此时 SDF 得率可达 12.4732%。与实际结合将工艺条件修改为酶添加量 0.2%, 超声酶解时间 31 min, 超声功率 210 W, 料液比 1:23 g/mL, 在此条件下做 3 次平行实验, 得到 SDF 得率为

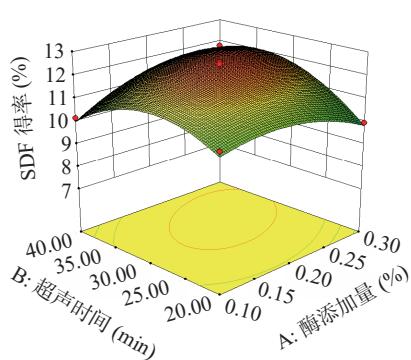


图 5 酶添加量与超声时间交互作用

Fig.5 Interaction between the amount of enzyme and ultrasonic time

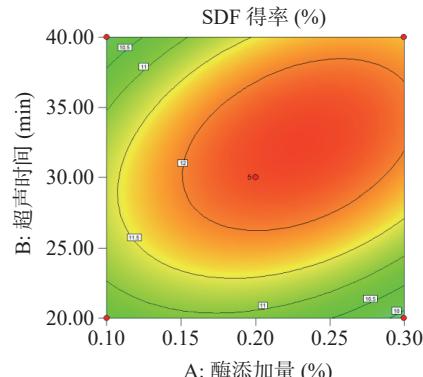


图 5 酶添加量与超声时间交互作用

Fig.5 Interaction between the amount of enzyme and ultrasonic time

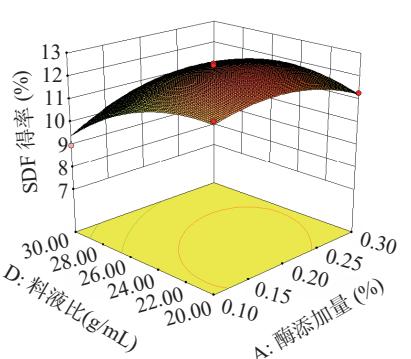
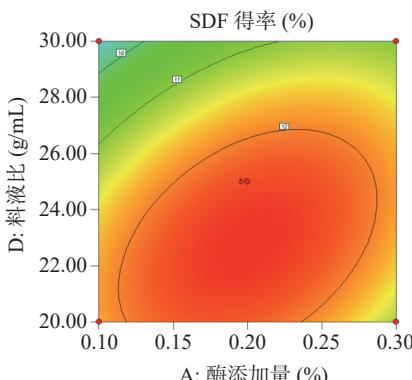


图 6 酶添加量与料液比交互作用

Fig.6 Interaction between the amount of enzyme and solid-liquid ratio



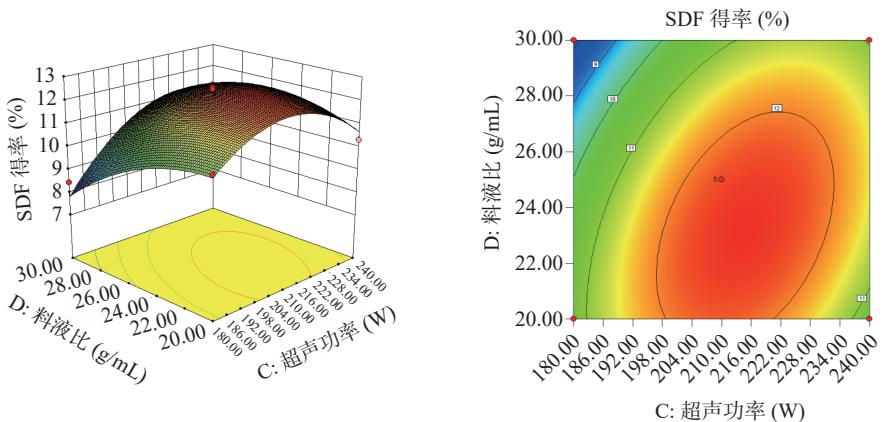


图 7 超声功率与料液比交互作用

Fig.7 Interaction between ultrasonic power and solid-liquid ratio

$12.43\% \pm 0.14\%$ , 此结果与理论值相近, 说明基于响应面优化所得到的模型参数真实可靠。当按最佳工艺条件进行实验时, IDF 得率为  $68.39\% \pm 0.27\%$ 。

### 2.3 理化性质分析

由 1.2.6 的方法制备标准曲线, 得到胆固醇标准曲线  $y=4.3555x+0.0843$ ,  $R^2=0.9991$ , 葡萄糖标准曲线  $y=38.614x+0.2315$ ,  $R^2=0.9993$ 。由表 4 所示, 油茶粕 TDF 的持水力为  $4.36 \text{ g/g}$ , 持油力为  $3.67 \text{ g/g}$ , 膨胀力为  $6.83 \text{ mL/g}$ , 由于 TDF 含有较多亲水集团, 可以与水分子结合, 从而膨胀, 可以有效减少肠炎及便秘的风险。TDF 在 pH 为 2 的条件下胆固醇吸附率为  $5.79 \text{ mg/g}$ , 小于 pH 为 7 时的胆固醇吸附率, 这与小米麸皮<sup>[24]</sup>所得到的结论相似, 而滇橄榄果渣<sup>[25]</sup>总膳食纤维的胆固醇吸附率 pH 为 2 时更高, 这可能是由于原料不同, 性质有所不同。油茶粕 TDF 的葡萄糖吸附率为  $11.49 \text{ mg/g}$ , TDF 可通过吸附胆固醇、葡萄糖等物质来预防高血糖、高血脂等疾病。

### 2.4 结构表征分析

2.4.1 红外光谱(FT-IR)的测定 TDF 的红外分析如图 8 所示, TDF 在  $3458 \text{ cm}^{-1}$  处有圆润且宽的吸收峰, 此处为 O-H 伸缩振动峰, 此处有处于缔合状态的氢键, 可推测油茶粕 TDF 含有纤维素与半纤维素<sup>[26-27]</sup>。在  $2928 \text{ cm}^{-1}$  左右处的吸收峰证明有 C-H 基团, 证明有糖类物质的存在。 $1615 \text{ cm}^{-1}$  处的吸收峰是由木质素中芳香苯基团产生的。 $1354 \text{ cm}^{-1}$  处的吸收峰证明有 C-H 的变角振动峰的存在,  $1000\sim1200 \text{ cm}^{-1}$  处有糖类 C-O 吸收峰的存在<sup>[28]</sup>, 这些吸收峰表明油茶粕 TDF 符合膳食纤维的结构特征。

2.4.2 显微结构分析 采用电子扫描显微镜观察

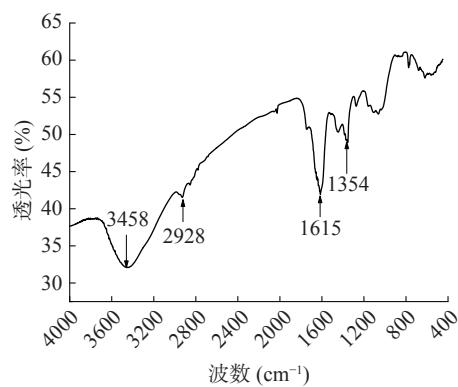


图 8 油茶粕 TDF 红外光谱

Fig.8 TDF infrared spectrum of *Camellia oleifera* meal

TDF 的表面特征, 如图 9 所示, 膳食纤维的孔隙特征与有效表面特征有关, 当放大倍数为 100 倍时, TDF 具有空腔且形状不规则的块状结构, 颗粒大小不均匀, 表面有孔状结构且凹凸不平。当放大倍数为 500、1000 倍时可观察到疏松的孔状结构<sup>[29]</sup>, 有蜂巢型的多孔网状结构特征, 表面粗糙且凹凸不平, 空间结构比较均匀, 由于蜂巢状的小孔使得 TDF 表面积更大, 造就了良好的亲水性, 因此有着更好的持水力和持油力。

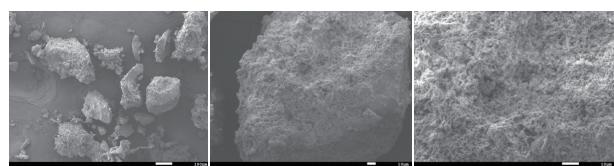


图 9 油茶粕 TDF 扫描电镜

Fig.9 TDF scanning electron microscopy of *Camellia oleifera* meal

表 4 油茶粕 TDF 理化性质

Table 4 Physicochemical properties of TDF of *Camellia oleifera* meal

理化性质	持水力(g/g)	持油力(g/g)	膨胀力(mL/g)	胆固醇吸附率(mg/g)		葡萄糖吸附率(mg/g)
				pH2	pH7	
测定结果	$4.36 \pm 0.11$	$3.67 \pm 0.16$	$6.83 \pm 0.13$	$5.79 \pm 0.25$	$8.38 \pm 0.19$	$11.49 \pm 0.28$

2.4.3 粒径测定 油茶粕 TDF 的粒度分布如图 10 所示, 其平均粒径为 50.699 nm, 由图可知膳食纤维呈现单峰分布的状态, 近似正态分布, 且峰波较窄, 膳食纤维颗粒尺寸比较均匀。这与李鹏冲等<sup>[30]</sup> 提取的可溶性膳食纤维结果相似, 均为单峰且近似正态分布。

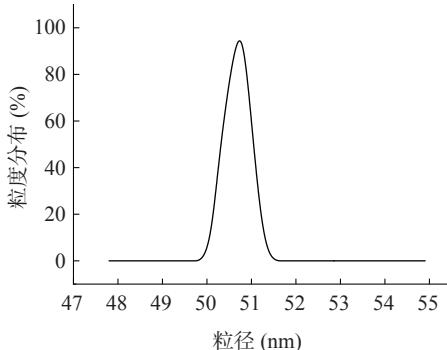


图 10 油茶粕 TDF 粒径分布

Fig.10 Particle size distribution of camellia oleifera meal dietary fiber

### 3 结论

以油茶粕为原料进行前处理后以 SDF 的得率为指标进行工艺条件优化, 确定最佳工艺条件为酶添加量 0.2%、超声酶解时间 31 min、超声功率 210 W、料液比 1:23 g/mL, 此时 SDF 得率为 12.43%, IDF 得率为 68.39%。此工艺条件用酶量少, 提取时间短, 减少了经济与时间成本。

对 TDF 的理化性质进行测定, 实验表明油茶粕 TDF 的持水力为 4.36 g/g、持油力为 3.67 g/g、膨胀力为 6.83 mL/g、胆固醇吸附率在 pH2 时为 5.79 mg/g, pH7 时为 8.38 mg/g, 葡萄糖吸附率为 11.49 mg/g。油茶粕 TDF 理化性质良好。在不同条件下胆固醇吸附率不同, 油茶粕 TDF 在肠道环境下更容易吸附胆固醇。通过对 TDF 的结构表征研究可知, 油茶粕 TDF 具有蜂巢型多孔网状结构且颗粒均匀, 含有糖类、木质素、纤维素及半纤维素, 结构表征结果表明油茶粕 TDF 具有膳食纤维的结构特征。

本实验采用超声辅助酶法对油茶粕 SDF 进行工艺优化, 并对油茶粕 TDF 进行了理化性质及结构表征分析, 为今后油茶粕膳食纤维的提取提供理论基础, 并对油茶粕的有效开发利用提供了理论参考。在今后的实验中可以对多种提取方法对比, 获得更加优质的油茶粕膳食纤维。

### 参考文献

- [1] 孙元琳, 李文多. 谷物膳食纤维制备及应用研究综述 [J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版), 2012, 27(1): 20–25. [SUN Y L, LI W D. Review on preparation and application of cereal dietary fiber [J]. Journal of Zhengzhou University of Light Industry (Natural Science), 2012, 27(1): 20–25.]
- [2] WANG Y P, YANG L, FEI X Q, et al. Effect of Camellia seed cake extract on *Aspergillus flavus* [J]. Journal of Food Protection, 2019, 82(3).
- [3] LIU F Z, LI C, JING L, et al. Two kaempferol glycosides separated from *Camellia oleifera* meal by high-speed countercurrent chromatography and their possible application for antioxidation [J]. Journal of Food Science, 2019, 84(10).
- [4] NI Z J, LIU X, XIA B, et al. Effects of sugars on the flavor and antioxidant properties of the Maillard reaction products of *Camellia* seed meals [J]. Food Chemistry, 2021, 11.
- [5] SHI Q Y, GUO Q L, XIN Q L, et al. Study on solubility, water-holding capacity and stability of polypeptide from *Camellia* seed meal [J]. Advanced Materials Research, 2014: 3514.
- [6] 张瀚文, 余秋文, 张一凡, 等. 膳食纤维的生理功能及改性方法研究进展 [J]. 农业科技与装备, 2021(1): 64–65, 68. [ZHANG H Y QIU W, ZHANG Y F, et al. Research progress on physiological functions and modification methods of dietary fiber [J]. Agricultural Science & Technology and Equipment, 2021(1): 64–65, 68.]
- [7] 李怡杰, 陆海南, 覃江克, 黎国庆, 叶高杰. 微波辅助提取油茶枯中膳食纤维的工艺优化 [J]. 食品科技, 2013, 38(5): 188–192. [LI Y J, LU H N, QIN J K, et al. Optimization of microwave-assisted extraction of dietary fiber from oil tea withered [J]. Food Science and Technology, 2013, 38(5): 188–192.]
- [8] 卢忠英, 姚元勇, 陈仕学, 等. 响应面微波辅助酶法提取油茶枯水溶性膳食纤维的工艺优化 [J]. 食品工业科技, 2015, 36(20): 289–292, 298. [LU Z Y, YAO Y Y, CHEN S X, et al. Optimization of response surface microwave-assisted enzymatic extraction of water-soluble dietary fiber from oil tea leaves [J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(20): 289–292, 298.]
- [9] 陈晓媛. 里氏木霉发酵制备油茶粕可溶性膳食纤维 [D]. 杭州: 浙江工商大学, 2018. [CHEN X Y. Preparation of soluble dietary fiber from oil tea meal by *Trichoderma reesei* fermentation [D]. Hangzhou: Zhejiang Gongshang University, 2018.]
- [10] 马力, 陈永忠. 油茶籽壳中高活性膳食纤维提取工艺研究 [C]// 国家林业局、广西壮族自治区人民政府, 中国林学会. 第二届中国林业学术大会—S9 木本粮油产业化论文集. 国家林业局, 广西壮族自治区人民政府、中国林学会, 2009: 550–558.
- [11] MA L, CHEN Y Z. Study on extraction technology of high active dietary fiber from camellia oil seed shell [C]// State Forestry Administration, Guangxi Zhuang Autonomous Region People's Government, Chinese Forestry Society. The second China Forestry Academic Conference-S9 Woody Grain and Oil Industrialization proceedings. State Forestry Administration, Guangxi Zhuang Autonomous Region People's Government, Chinese Forestry Society: Chinese Forestry Society, 2009: 550–558.]
- [12] 黄冬云. 米糠膳食纤维的酶法改性及功能性质研究 [D]. 无锡: 江南大学, 2014. [HUANG D Y. Study on enzymatic modification and functional properties of rice bran dietary fiber [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2014.]
- [13] GAN Jiapan, XIE Liang, PENG Guanyi, et al. Systematic review on modification methods of dietary fiber [J]. Food Hydrocolloids, 2021: 119.
- [14] PREETI B. SUBHEDAR, PARAG R GOGATE. Enhancing the activity of cellulase enzyme using ultrasonic irradiations [J]. Journal of Molecular Catalysis. B Enzymatic, 2014: 101.

- 青岛: 青岛科技大学, 2020. [ZHANG Liping. Study on lipid-reducing effect and mechanism of kelp dietary fiber [D]. Qingdao: Qingdao University of Science and Technology, 2020.]
- [15] WANG Z, YAN J Y, MA S, et al. Effect of wheat bran dietary fiber on structural properties of wheat starch after synergistic fermentation of *Lactobacillus plantarum* and *Saccharomyces cerevisiae* [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2021; 190.
- [16] ZHENG Y J, LI Y, TIAN H L. Effects of carboxymethylation, acidic treatment, hydroxypropylation and heating combined with enzymatic hydrolysis on structural and physicochemical properties of palm kernel expeller dietary fiber [J]. LWT, 2020; 133.
- [17] 尹立晨, 童群义. 改性豆渣膳食纤维的理化性质、结构及其益生活性研究 [J/OL]. 食品与发酵工业: 1–10 [2021-10-11]. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802.ts.028365>. [YINL C, TONG Q Y. Study on physicochemical properties, structure and probiotics activity of modified soybean dregs dietary fiber [J]. Food and Fermentation Industry: 1–10 [2021-10-11].<https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802.ts.028365>.]
- [18] 潘虹, 宋春钱, 刘和平, 等. 超声波辅助酶法提取莲藕渣可溶性膳食纤维的研究 [J]. 浙江农业科学, 2017, 58(3): 469–472.
- [19] PAN H, SONG C Q, LIU H P, et al. Study on ultrasonic assisted enzymatic extraction of soluble dietary fiber from Lotus root residue [J]. Zhejiang Agricultural Sciences, 2017, 58(3): 469–472. ]
- [20] 张孟凡, 岳丽, 敬思群, 等. 超声辅助-酶解协同作用提取红枣渣膳食纤维及其促消化作用 [J]. 食品工业科技, 2019, 40(7): 205–212. [ZHANGM F, YUE L, JING S Q, et al. Extraction of dietary fiber from Jujube residue by ultrasonic-assisted enzymatic hydrolysis and its effect on digestion [J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2019, 40(7): 205–212. ]
- [21] 徐彩红, 李莎怡静, 李桂杰, 等. 响应面法优化米糠水溶性膳食纤维酶法提取工艺研究 [J]. 粮食与饲料工业, 2017(5): 37–40, 54. [XUC H, LIS Y J, LIG J, et al. Optimization of enzymatic extraction technology of water-soluble dietary fiber from rice bran by response surface methodology [J]. *Food & Feed Industry*, 2017(5): 37–40, 54. ]
- [22] 陈丽, 饶杰, 赵永强, 等. 坛紫菜膳食纤维的响应面优化超声复合酶法提取及其对鱼糜凝胶强度的影响 [J/OL]. 大连海洋大学学报: 1–13 [2021-10-11]. <https://doi.org/10.16535/j.cnki.dlhyxb.2020-279>. [CHEN L, RAO J, ZHAO Y Q, et al. Extraction of dietary fiber from Radish laver with response surface optimization and its effect on gel strength of surimi [J/OL]. Journal of dalian ocean university: 1–13 [2021-10-11].<https://doi.org/10.16535/j.cnki.dlhyxb.2020-279>.]
- [23] 文攀, 裴志胜, 朱婷婷, 等. 黄皮果内可溶性膳食纤维制备工艺优化及单糖组成和结构表征 [J]. 食品工业科技, 2020, 41(21): 29–36. [WEN P, PEI Z S, ZHU T T, et al. Preparation process optimization and structure characterization of soluble dietary fiber from yellow skin flesh [J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2020, 41(21): 29–36. ]
- [24] BAO Z Y, ZHANG Z, DU Y F, et al. Microbial extraction of polygonatum polysaccharide and evaluation of its lipid-lowering function *in vitro* [J]. Journal of Central South University of Forestry and Technology, 201, 41(5): 142–151. ]
- [25] 吴婧, 刘祚祥, 吴杰, 罗秋君, 姜燕. 滇橄榄果渣膳食纤维的提取及其体外吸附性能研究 [J/OL]. 食品工业科技: 1–15 [2021-11-29]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021040269>. [W U J, LIU Z Z, WU J, et al. The extraction of Yunnan olive pomace dietary fiber and its adsorption properties *in vitro* studies [J/OL]. Food industry science and technology: 1–15 [2021-11-29].<https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021040269>. ]
- [26] 文攀, 裴志胜, 朱婷婷, 等. 黄皮果皮膳食纤维的物化性质及结构表征 [J]. 食品科技, 2020, 45(5): 254–260. [WEN P, PEI Z S, ZHUT T, et al. Physico-chemical properties and structural characterization of dietary fiber from yellow peel [J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2020, 45(5): 254–260. ]
- [27] MARWA C R, SOUHIR A, SABU T, et al. Use of green chemistry methods in the extraction of dietary fibers from cactus rackets (*Opuntia ficus indica*): Structural and microstructural studies [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2018; 116.
- [28] 林海晶. 麦麸水溶性膳食纤维的制备及改性研究 [D]. 哈尔滨: 东北农业大学, 2017. [LIN H J. Preparation and modification of water-soluble dietary fiber from wheat bran [D]. Harbin: Northeast Agricultural University, 2017. ]
- [29] 张艳, 何翠, 刘玉凌, 等. 超声波改性对方竹笋膳食纤维性能和结构的影响 [J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(1): 150–155.
- [30] ZHANG Y, HE C, LIU Y L, et al. Effects of ultrasonic modification on properties and structure of bamboo shoot dietary fiber [J]. Food and Fermentation Industries, 2017, 43(1): 150–155. ]
- [31] 李鹏冲, 李向力, 尹红娜等. 山楂水溶性膳食纤维提取工艺及结构研究 [J]. 食品研究与开发, 2019, 40(5): 118–122. [LI P C, LI X L, YIN H N et al. Study on extraction technology and structure of water-soluble dietary fiber from hawthorn [J]. *Food Research and Development*, 2019, 40(5): 118–122. ]