

柚皮不溶性膳食纤维提取工艺优化及其理化性质分析

谢建华, 张桂云, 李足环, 颜朝勇

Optimization of Extraction Conditions of the Insoluble Dietary Fiber from Pomelo Peel and Its Physicochemical Properties Analysis

XIE Jianhua, ZHANG Guiyun, LI Zuhuan, and YAN Chaoyong

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022110317>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

响应面优化绿豆皮不溶性膳食纤维超声辅助提取工艺

Optimization of Ultrasonic-assisted Extraction Technology for Insoluble Dietary Fiber from Mung Bean Skin by Response Surface Methodology

食品工业科技. 2019, 40(14): 203-207 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2019.14.035>

响应面优化黄精渣不溶性膳食纤维酶法提取工艺及其结构表征

Optimization of Enzymatic Extraction Process of Insoluble Dietary Fiber from *Polygonatum sibiricum* Residue by Response Surface Methodology and Its Characterization

食品工业科技. 2021, 42(20): 157-163 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021010094>

藕渣不溶性膳食纤维提取工艺及其理化性质分析

Extraction Process of Insoluble Dietary Fiber from Lotus Root Residue and Its Physicochemical Properties Analysis

食品工业科技. 2018, 39(20): 158-164 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2018.20.027>

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 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020030060>

物理改性对燕麦麸皮不溶性膳食纤维理化特性的影响

Effects of physical modification on physicochemical properties of insoluble dietary fiber from oat bran

食品工业科技. 2017(23): 35-39 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2017.23.008>

碳酸钠和盐酸法提取荞麦壳中水不可溶性膳食纤维的对比研究

Comparative Analysis of Insoluble Dietary Fiber from Buckwheat Hull Extracted by Sodium Carbonate and Hydrochloric Acid

食品工业科技. 2020, 41(14): 172-178,203 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020.14.028>



关注微信公众号，获得更多资讯信息

谢建华, 张桂云, 李足环, 等. 柚皮不溶性膳食纤维提取工艺优化及其理化性质分析 [J]. 食品工业科技, 2023, 44(20): 206–212.
doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2022110317

XIE Jianhua, ZHANG Guiyun, LI Zuhuan, et al. Optimization of Extraction Conditions of the Insoluble Dietary Fiber from Pomelo Peel and Its Physicochemical Properties Analysis[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(20): 206–212. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2022110317

· 工艺技术 ·

柚皮不溶性膳食纤维提取工艺优化及其理化性质分析

谢建华^{1,2,*}, 张桂云², 李足环², 颜朝勇²

(1.漳州职业技术学院食品工程学院, 福建漳州 363000;

2.漳州市食品产业技术研究院, 福建漳州 363000)

摘要:为提高柚果综合利用价值, 建立一种柚皮不溶性膳食纤维 (Insoluble Dietary Fiber, IDF) 的高效提取方法, 以柚皮为原料, 采用响应面优化碱法提取柚皮 IDF。以柚皮 IDF 得率为指标, 在单因素实验的基础上, 通过响应面优化碱法柚皮提取工艺参数, 对柚皮 IDF 进行理化性质分析。结果表明, 柚皮 IDF 提取最优工艺: 液料比为 15:1 mL/g, 碱解温度为 50 ℃、pH 为 9.0、碱解时间为 75 min, 此条件下柚皮 IDF 的得率最高, 可达 35.28%。红外光谱表明, 柚皮 IDF 有 1160 cm⁻¹ 处的羧基吸收峰, 而柚皮原样无此吸收峰, 表明 IDF 的亲水基团显著增加; 与柚皮原样相比, 柚皮 IDF 持水力、持油力、膨胀力分别增加了 4.52、0.32、0.41 倍。本研究优化了柚皮 IDF 碱法提取工艺, 为柚皮开发利用提供了理论基础。

关键词:柚皮, 不溶性膳食纤维, 响应面优化, 提取工艺, 持水力

中图分类号: TS255.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2023)20-0206-07

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2022110317



本文网刊:

Optimization of Extraction Conditions of the Insoluble Dietary Fiber from Pomelo Peel and Its Physicochemical Properties Analysis

XIE Jianhua^{1,2,*}, ZHANG Guiyun², LI Zuhuan², YAN Chaoyong²

(1. Department of Food Engineering, Zhangzhou Institute of Technology, Zhangzhou 363000, China;

2. Zhangzhou Food Industrial Technology Research Institute, Zhangzhou 363000, China)

Abstract: In order to improve the comprehensive utilization value of pomelo resources, to establish an efficient extraction method of the insoluble dietary fiber in pomelo peel. The insoluble dietary fiber (IDF) was extracted from pomelo peel by response surface alkali methodology. Taking the yield of pomelo peel IDF as an index, on the basis of single factor test, response surface methodology was used to optimize the alkali extraction process of insoluble dietary fiber from pomelo peel. The physicochemical properties of pomelo peel insoluble dietary fiber were evaluated. The results indicated that the optimum conditions of alkali extraction of pomelo peel IDF were as follows: liquid-solid ratio of 15:1 mL/g, alkaline hydrolysis temperature of 50 ℃, pH 9.0, alkaline hydrolysis time of 75 min. Under the optimal conditions, the yield of pomelo peel IDF was 35.28%. The infrared spectrum showed that the absorption peaks of pomelo peel IDF had 1160 cm⁻¹ carboxyl absorption peak, but there was no such absorption peak in the original pomelo peel. The results showed that the hydrophilic group of pomelo peel increased. Compared with original pomelo peel, the water holding capacity of pomelo peel IDF was increased by 4.52 times, the oil holding capacity was increased by 0.32 times, the swelling property was increased by 0.41 times. In this study, the alkaline extraction process of pomelo peel was optimized to provide a theoretical basis for the development and utilization of pomelo peel.

收稿日期: 2022-11-30

基金项目: 福建省自然科学基金 (2020J01132)。

作者简介/通信作者*: 谢建华 (1976-), 男, 硕士, 教授, 研究方向: 天然产物化学与应用研究, E-mail: xiejh2001@163.com。

Key words: pomelo peel; insoluble dietary fiber; response surface optimization; extraction process; the water holding capacity

膳食纤维是由淀粉多糖组成的一类物质,根据溶解性可分为可溶性膳食纤维(Soluble Dietary Fiber, SDF)和不可溶性膳食纤维(Insoluble Dietary Fiber, IDF)^[1]。它不被人体消化吸收,但因其对人体具有的诸多益处,被誉为“第七大营养素”。人体摄入不可溶性膳食纤维,可促进肠道蠕动,改善消化吸收;吸附油脂类有机物,调节体内血糖血脂;有效降低血液中胆固醇浓度^[2],在预防心脑血管疾病^[3],肠道癌症^[4]等疾病中起着重要作用。

柚子是漳州市平和县的一类特有果品,是一种芸香科柑橘属类植物的果实,按照果肉颜色可分为红柚和白柚,因其本身具有的清新、独特的香气和甘甜多汁的果肉而备受欢迎。柚子主要由柚皮与果肉组成,各占柚子本身重量的二分之一,目前柚子主要削除果皮,得到果肉,用于消费者直接食用或工厂酿酒。近年来国家对环境保护与资源浪费问题越来越看重,市场对于天然食品的呼声越来越高,越来越多的研究倾向于从天然食品中提取功能性物质,如黄酮类、膳食纤维类。市场上经过剥离果肉的柚皮果皮一般作为废弃物处理,但这些果皮的價值远没有被开发利用。据相关研究表明,柚皮含有丰富的黄酮类化合物^[5]和膳食纤维^[6],可作为不溶性膳食纤维提取的优良原料。

在国内外研究中,常常采用化学法^[7-9]、超声波法、膜分离法和酶法提取膳食纤维。其中,超声波法、膜分离法、酶法提取效果较好,但成本较高;化学法操作简便、成本低,提取效果较差。为改善化学法提取得率与品质,研究出一套低成本、适用于工厂化生产,解决本地资源浪费,增加果农收入的方法,采用碱法提取柚皮不溶性膳食纤维^[10],通过响应面法^[11]进一步优化工艺条件,运用红外光谱扫描、持水力、持油力、膨胀力等测试手段对制得的膳食纤维进行结构表征以及鉴定,为柚皮高值化开发利用提供理论基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

柚子 于 2020 年 10 月采摘自福建省漳州市平和县,挑选果径大小一致的柚果,常温条件下贮藏运输,削去黄色外表皮,剔除果肉,取白色囊层,切成 2 cm×2 cm 左右大小,60 ℃ 烘干至恒重,粉碎后过 1 mm 孔径筛子,置于密封袋中常温贮存备用;无水乙醇、氢氧化钠、氯化钾 分析纯,西陇科学有限公司;植物油 益海嘉里金龙鱼粮油食品股份有限公司;缓冲溶液(pH4.0, pH6.86) 上海雷磁创益仪器仪表有限公司;芦丁标准品(HPLC ≥ 98%) 上海素培生物科技有限公司。

PHS-3C 型酸度计 上海雷磁创益仪器仪表有限公司;PX-MFC90D 型超微粉碎机 德国维根(Wiggens)公司;AUY220 型分析天平 日本 SHIMADZU Corporation;N86KT18 小型真空泵 德国 KNF 公司;HH-S4 型数显水浴锅 上海-恒科学仪器有限公司;GFL-125 型干燥箱 天津市莱玻特瑞仪器设备有限公司;TD25-WS 型台式高速离心机 湖南沪康离心机有限公司;Thermo Fisher;Nicloet Is 10 型傅立叶变换红外光谱仪 赛默飞世尔科技(中国)有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 柚皮不溶性膳食纤维(IDF)提取工艺 称取 2.0 g 柚皮粉末,加入 90% 乙醇浸提,浸泡 1 h,然后真空抽滤,用蒸馏水洗涤,干燥得到脱脂样品。将干燥后的脱脂样品,以柚皮粉末质量按照一定液料比加入 NaOH 溶液,一定温度下水浴加热一定时间,抽滤,冲洗干净,干燥残渣,粉碎称重,得到柚皮 IDF。

1.2.2 柚皮 IDF 得率计算方法 柚皮 IDF 得率 P 按照公式(1)进行计算:

$$P = m/M \times 100 \quad \text{式 (1)}$$

式中:P 为 IDF 得率,%;m 为不溶性膳食纤维质量,即最终残渣质量,g;M 为称取柚皮粉末样品质量,g。

1.2.3 单因素实验设计 采用化学法提取柚皮不溶性膳食纤维,通过单因素实验研究液料比、碱解温度、pH、碱解时间的改变对柚皮 IDF 得率的影响。

1.2.3.1 液料比对柚皮 IDF 得率的影响 称取相同质量柚皮粉末,选定碱解时间 40 min, pH10、碱解温度 40 ℃,比较液料比为 10:1、15:1、20:1、25:1、30:1 mL/g 对 IDF 得率的影响。

1.2.3.2 碱解温度对柚皮 IDF 得率的影响 称取相同质量柚皮粉末,选定液料比 20:1 mL/g、pH10、碱解时间 40 min,比较碱解温度 20、30、40、50、60 ℃ 对 IDF 得率的影响。

1.2.3.3 pH 对柚皮 IDF 得率的影响 称取相同质量柚皮粉末,选定液料比 20:1 mL/g、碱解温度 40 ℃、碱解时间 40 min,比较 pH 为 8、9、10、11、12 对 IDF 得率的影响。

1.2.3.4 碱解时间对柚皮 IDF 得率的影响 称取相同质量柚皮粉末,选定液料比 20:1 mL/g、pH10、碱解温度 40 ℃,比较碱解时间 40、50、60、70、80 min 对 IDF 得率的影响。

1.2.4 响应面试验设计 在单因素实验基础上,采用 Design-Expert 软件中的 Box-Behnken 采用四因素三水平的响应面分析法进行响应面设计^[12],以液料

比(A)、碱解温度(B)、pH(C)、碱解时间(D)作为自变量,柚皮 IDF 得率为响应值,设计响应面试验表,因素水平表如表 1 所示。

表 1 响应面试验因素水平设计
Table 1 Factor level design of response surface test

水平	因素			
	A: 液料比(mL/g)	B: 碱解温度(℃)	C: pH	D: 碱解时间(min)
-1	15:1	30	9	60
0	20:1	40	10	70
1	25:1	50	11	80

1.3 柚皮 IDF 理化性质测定

1.3.1 红外光谱分析 参照曾心悦等^[13]的方法,取 1 mg 样品于研钵中,加入溴化钾 150 mg,研磨成粉末状,压片,用傅立叶变换红外光谱仪扫描。设置参数为波数范围 4000~400 cm⁻¹,扫描次数 16,分辨率 4 cm⁻¹。

1.3.2 持水力测定 参考孙静^[14]的方法稍作改动。取已知重量的 50 mL 离心管,称取 0.5 g IDF 样品于离心管中,再称取 0.5 g 柚皮粉作为对照组,加入 25 mL 蒸馏水,搅拌 1 h,静置 24 h,在 3500 r/min 的转速下,离心 25 min,除去上清液,用滤纸吸干多余水分,称重。

$$\text{持水力(g/g)} = \frac{\text{样品湿重} - \text{样品干重}}{\text{样品干重}}$$

1.3.3 持油力测定 参照 Kurek 等^[15]的方法。取已知重量的 50 mL 离心管,称取 0.5 g IDF 样品并倒入管中,称取 0.5 g 柚皮粉作为对照,加入 25 mL 食用油,搅拌 1 h,静置 24 h,在 3500 r/min 转速下,离心 25 min,除去上清液,滤纸吸干多余油分,称重。

$$\text{持油力(g/g)} = \frac{\text{样品湿重} - \text{样品干重}}{\text{样品干重}}$$

1.3.4 膨胀力测定 参照 Sangnark 等^[16]的方法,计算其膨胀力。取已知重量的 10 mL 量筒,称取 0.5 g IDF 样品放入管中,称取 0.5 g 柚皮粉末作为对照,读取样品体积;分别加入 6 mL 蒸馏水,震荡摇匀,静置 2 h,读取膨胀后体积。

$$\text{膨胀力(mL/g)} = \frac{\text{膨胀后体积} - \text{样品体积}}{\text{样品干重}}$$

1.4 数据处理

实验结果以平均值±标准差表示,单因素实验 SPSS 26.0 进行 ANOVA 单因素方差分析、Duncan's 多重比较,Origin 9.1 进行图片处理,响应面优化采用 Design-Expert 8.0 进行数据处理。

2 结果与分析

2.1 单因素实验结果

2.1.1 液料比对柚皮 IDF 得率的影响 料液比对柚皮 IDF 得率影响如图 1 所示,液料比 10:1 到 20:1 mL/g

范围内,随着液料比的增大,反应底物(柚皮粉末)与 NaOH 溶液的反应接触面积增大,柚皮 IDF 得率也随之上升;液料比高于 20:1 mL/g 后,柚皮 IDF 得率显著下降($P<0.05$),此时液料比过高,相当于起到稀释作用,导致反应底物浓度下降,降低了反应速率^[17],使得 IDF 得率下降。综合考虑选取液料比 20:1 mL/g 为最适液料比。

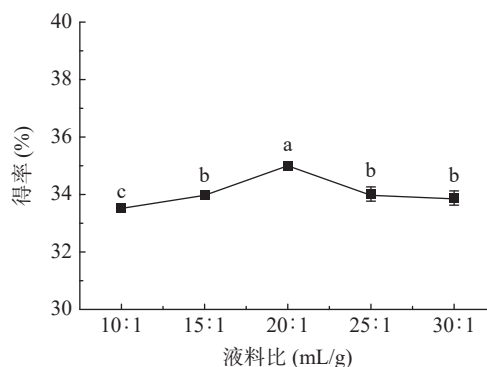


图 1 液料比对柚皮 IDF 得率的影响

Fig.1 Effect of liquid-solid ratio on yield of pomelo peel IDF

注:不同小写字母表示差异显著($P<0.05$);图 2~图 4 同。

2.1.2 碱解温度对柚皮 IDF 得率的影响 碱解温度对柚皮 IDF 得率影响如图 2 所示,20~40 ℃ 的范围内,由于温度升高,溶液内分子运动加剧,NaOH 与反应底物的反应速率逐步上升,柚皮 IDF 得率随着温度的升高而增大;温度高于 40 ℃ 后,柚皮 IDF 得率显著下降($P<0.05$),40~60 ℃ 的范围内,由于温度过高,半纤维素等物质发生水解反应,IDF 得率随着温度的升高而下降。综合考虑,选取碱解温度 40 ℃ 为最适温度。

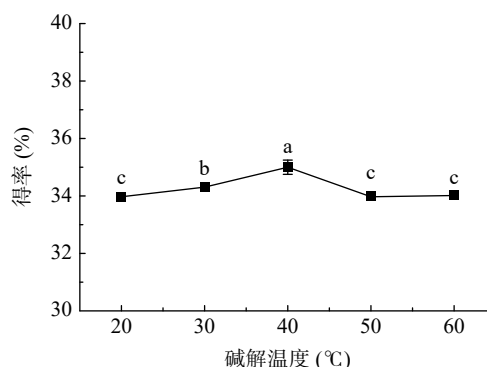


图 2 碱解温度对柚皮 IDF 得率的影响

Fig.2 Effect of alkaline hydrolysis temperature on yield of pomelo peel IDF

2.1.3 pH 对柚皮 IDF 得率的影响 pH 对柚皮 IDF 得率影响如图 3 所示,由图可知 pH 对柚皮 IDF 得率的影响显著。pH8~10 的范围内柚皮 IDF 得率随着 pH 的升高缓慢上升,此时 NaOH 浓度增大,有利于柚皮中蛋白质和淀粉等杂质的去除;pH 超过 10 以后,柚皮 IDF 得率开始显著下降($P<0.05$),主要原

因是 NaOH 具有氧化作用,浓度过高时可破坏膳食纤维中的木质素,碱性极强时还会脱除膳食纤维中的半纤维素^[18],导致柚皮 IDF 得率下降。综合考虑,选取 pH10 为最适 pH。

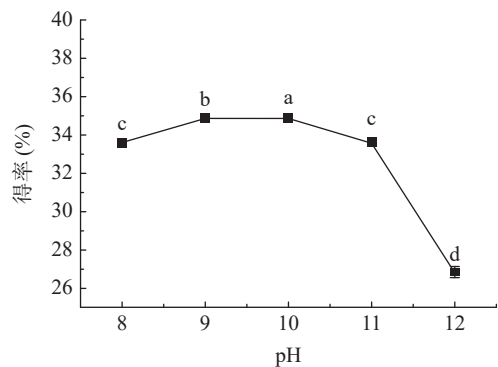


图3 pH对柚皮IDF得率的影响
Fig.3 Effect of pH on yield of pomelo peel IDF

2.1.4 碱解时间对柚皮 IDF 得率的影响 碱解时间对柚皮 IDF 得率影响如图 4 所示,由图可知碱解 40~50 min,由于时间过短,果胶等可溶性膳食纤维物质溶解性较差,还未完全溶于水中并去除,导致碱解 40 min 时出现 IDF 含有可溶性膳食纤维,得率比碱解 50 min 时略高的现象。碱解 50 min 以后,NaOH 与底物反应的反应速率也随时间增大,因此 IDF 得率上升。碱解时间超过 70 min 后,柚皮 IDF 得率开始显著下降($P<0.05$)。原因是 IDF 中的纤维素、半纤维素在碱液中浸泡时间过长,发生水解作用^[19],导致了得率随着时间增加而下降。综合考虑选取碱解时间 70 min 为最适时间。

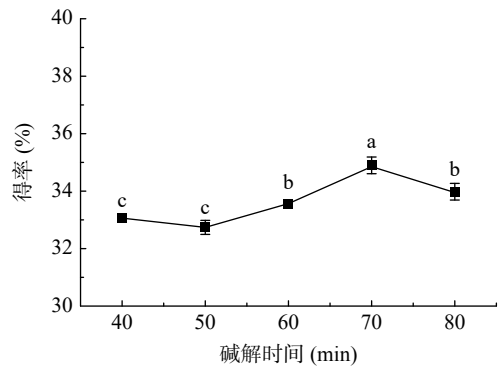


图4 碱解时间对柚皮IDF得率的影响
Fig.4 Effect of alkaline hydrolysis time on yield of pomelo peel IDF

2.2 响应面试验结果

2.2.1 响应面试验设计及结果 以液料比(A)、碱解温度(B)、pH(C)、碱解时间(D)为变量,以柚皮 IDF 得率为响应值,根据 Box-Behnken 设计得到 29 个试验方案,做三次平行实验取平均值,结果如表 2 所示。

2.2.2 回归方程拟合与方差分析 利用 Design-Expert 软件对表 2 进行数据分析,进行二次多元回

表 2 响应面分析的试验结果

Table 2 Experiment result of response surface analysis					
试验号	A 液料比	B 碱解温度	C pH	D 碱解时间	柚皮IDF得率(%)
1	1	0	0	1	34.73±0.49
2	0	0	0	0	35.85±0.21
3	-1	1	0	0	35.17±0.26
4	0	0	1	-1	34.17±0.19
5	0	0	0	0	35.71±0.25
6	1	-1	0	0	34.62±0.56
7	0	-1	0	1	34.51±0.29
8	0	0	-1	1	34.97±0.26
9	-1	0	0	-1	33.54±0.30
10	0	0	1	1	34.89±0.15
11	0	-1	0	-1	34.93±0.16
12	0	-1	-1	0	35.00±0.08
13	-1	0	1	0	33.18±0.07
14	0	0	0	0	35.19±0.20
15	1	0	-1	0	34.7±0.16
16	0	1	0	1	35.59±0.30
17	0	1	0	-1	34.14±0.23
18	0	0	0	0	35.39±0.24
19	1	1	0	0	35.58±0.10
20	1	0	1	0	36.33±0.17
21	-1	0	0	1	34.42±0.18
22	0	0	0	0	35.59±0.26
23	-1	-1	0	0	35.3±0.19
24	0	-1	1	0	34.52±0.19
25	0	1	-1	0	36.46±0.11
26	1	0	0	-1	35.06±0.09
27	-1	0	-1	0	36.45±0.32
28	0	0	-1	-1	35.53±0.23
29	0	1	1	0	35.21±0.21

表 3 二次响应面回归模型方差分析

Table 3 Variance analysis of quadratic response surface regression model						
方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型项	15.24	14	1.09	9.77	<0.0001	**
A液料比	0.73	1	0.73	6.55	0.0227	*
B碱解温度	0.89	1	0.89	7.99	0.0134	*
C pH	1.93	1	1.93	17.30	0.0010	**
D碱解时间	0.25	1	0.25	2.26	0.1547	
AB	0.30	1	0.30	2.66	0.1249	
AC	6.00	1	6.00	53.85	<0.0001	**
AD	0.37	1	0.37	3.28	0.0915	
BC	0.15	1	0.15	1.33	0.2681	
BD	0.87	1	0.87	7.84	0.0142	*
CD	0.41	1	0.41	3.67	0.0759	
A ²	0.78	1	0.78	6.98	0.0193	*
B ²	0.068	1	0.068	0.61	0.4469	
C ²	0.020	1	0.020	0.18	0.6807	
D ²	2.92	1	2.92	26.23	0.0002	**
残差	1.56	14	0.11			
失拟项	1.29	10	0.13	1.89	0.2822	
净误差	0.27	4	0.068			
总和	16.80	28				

注: $P<0.01$ 表示极显著,用**表示; $0.01<P<0.05$ 表示显著,用*表示。

归拟合,拟合得到柚皮 IDF 得率预测值(Y)与编码自变量液料比(A)、碱解温度(B)、pH(C)、碱解时间(D)的二次多项回归方程如下:

$$Y=35.55+0.25A+0.27B-0.40C+0.14D+0.27AB+1.22AC-0.30AD-0.19BC+0.47BD+0.32CD-0.35A^2-0.10B^2-0.055C^2-0.67D^2$$

实验结果由表 3 方差分析可知, 柚皮 IDF 提取的试验模型极显著($P<0.0001$), 失拟项($P=0.2822>0.05$)不显著, 说明模型可靠, 实验误差是由系统误差引起的。试验模型 R^2 为 0.9071, 说明该模型拟合效果良好^[20], 该方程适用于柚皮不溶性膳食纤维得率理论预测值; 模型调整决定系数 R^2 为 0.8142 说明该模型可以解释 81.42% 响应面值的变化; 本模型的 C.V.% 值为 0.95, 说明本模型是相对可靠的。

从回归方差分析可以看出一次项 A、B 均对柚皮 IDF 得率有显著影响($0.01<P<0.05$)^[21], 一次项 C 对柚皮 IDF 得率具有极显著影响($P<0.01$); 交互作用中的 BD 与二次项 A^2 对得率影响显著($0.01<P<0.05$), 交互作用 AC 与二次项 D^2 对得率影响极显著($P<0.01$)。A、B、C、D 各因素的 F 值分别是 6.55、7.99、17.30、2.26, 可见对柚皮 IDF 得率影响大小的顺序为: pH(C)>碱解温度(B)>液料比(A)>碱解时间(D)。

2.2.3 响应曲面分析 根据回归方程作出响应面分析图, 如图 5~图 6 所示, 可以通过响应曲面及等高线

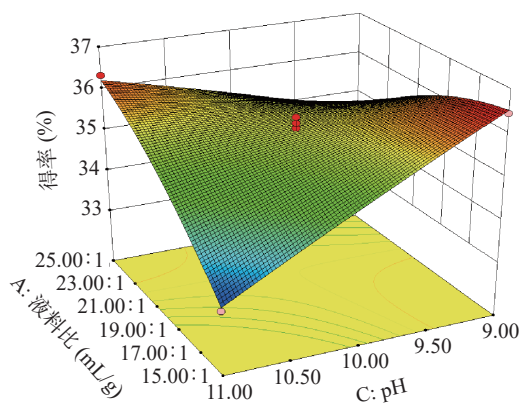


图 5 液料比与 pH 交互作用响应面曲面图

Fig.5 Response surface graph of liquid-solid ratio and pH interaction

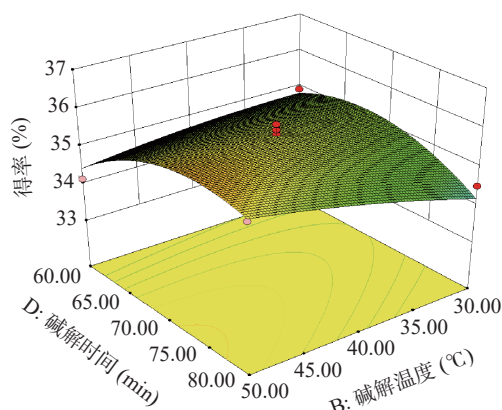


图 6 碱解时间与碱解温度交互作用响应曲面图

Fig.6 Response surface graph of alkaline hydrolysis temperature and alkaline hydrolysis time interaction

的形状来考察各因素对柚皮 IDF 得率的影响程度^[22-24]。交互作用的曲面坡度越大, 其影响程度越高。通过响应曲面及并结合回归模型方差分析可知, 交互作用 AC、BD 对柚皮 IDF 得率的影响, 二者的响应面陡峭程度大, 且 BD 的等高线呈现椭圆形, 说明交互作用 AC、BD 对柚皮 IDF 得率影响程度大。

2.2.4 验证实验 根据 Design 软件得到最佳方案条件为液料比 15:1 mL/g、碱解温度 50 °C、pH9、碱解时间 74.41 min。为了操作简便, 实际操作中采用液料比 15:1 mL/g、碱解温度 50 °C、pH9、碱解时间 75 min 作为最佳提取方案。得到三组平行实验平均得率为 35.28%, 与预测值 36.75% 仅相差 1.47% 左右, 说明该响应面模型对于柚皮 IDF 得率具有较好的预测能力。

2.3 理化性质分析

2.3.1 红外光谱分析 红外光谱图如图 7 所示, 可以明显地看出提取得到的柚皮 IDF 与柚皮原样具有以下几点明显的区别:

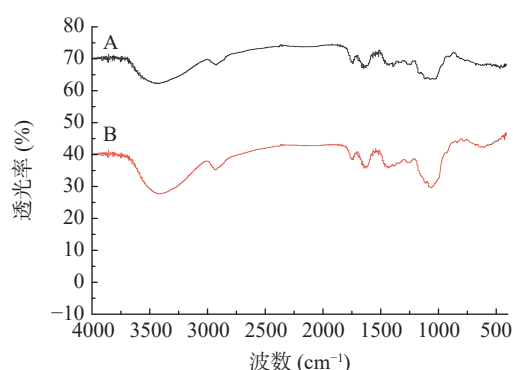


图 7 IDF 与柚皮原样红外光谱分析结果

Fig.7 Analysis of infrared spectra of IDF and pomelo samples
注: A 为柚皮 IDF, B 为柚皮原样。

第 1 处吸收波数约 3435 cm^{-1} 处的强吸收峰为 O-H 和酚类物质的伸缩振动, 柚皮 IDF 与柚皮原样在此处均有吸收, 表明二者均含有羟基^[25]; 第 2 处吸收波数约 3000~2850 cm^{-1} 的弱吸收峰为甲基、亚甲基 C-H 的伸缩振动, 此处对应纤维素、木质素中骨架碳链存在的甲基、亚甲基结构, 柚皮 IDF 在此处有 2850 cm^{-1} 与 2923 cm^{-1} 两个吸收峰且透过率较高, 柚皮原样仅在 2923 cm^{-1} 有一个吸收峰, 表明柚皮 IDF 纤维素、木质素含量更为丰富; 第 3 处吸收波数 1745 cm^{-1} 和 1632 cm^{-1} 两处弱吸收峰为乙酰基上的 C=O 伸缩振动, 对应半纤维素中木聚糖乙酰基结构, 表明二者均含有乙酰基结构; 第 4 处 1160 cm^{-1} 的吸收峰表明样品存在羧基结构, 柚皮 IDF 在此处有明显吸收, 而柚皮原样的红外光谱在此处吸收峰的缺失, 说明仅柚皮 IDF 含有羧基; 第 5 处吸收波数约 1056 cm^{-1} 为半纤维素中的阿拉伯糖吸收峰^[26], 其中比起柚皮原样, 柚皮 IDF 吸收强度增加, 说明柚皮 IDF 含有半纤维素含量更高; 第 6 处 843 cm^{-1} 为 α -

构型糖苷键吸收峰^[27],柚皮原样在此处存在尖峰,而柚皮 IDF 在此处无明显吸收,表明 α -糖苷键在提取过程中断裂,果胶类物质被去除。

通过上述分析可知,第一,柚皮原样含有羟基、乙酰基、 α -糖苷键,而柚皮 IDF 含有羟基、乙酰基及羧基三种基团。羟基、乙酰基、羧基均为亲水性基团^[28-30],而 α -糖苷键结构较稳定,于热水中溶解性较好,在室温条件下亲水性较差;基团含量及性质会影响到柚皮 IDF 和柚皮原样的理化性质。因此从红外分析可推断相比柚皮原样,柚皮 IDF 的持水力及膨胀力可能发生较大变化。第二,柚皮原样与柚皮 IDF 均含有甲基、亚甲基,这两种基团为亲油基团,由于柚皮 IDF 含有含量较多,柚皮原样含量较少,因此从红外分析推测二者的持油力可能会发生变化。

2.3.2 持水力、持油力及膨胀力 如图 8 所示,柚皮 IDF 和柚皮原样持水力分别为 13.91 和 2.52 g/g;柚皮 IDF 和柚皮原样持油力分别为 3.43 和 2.60 g/g;柚皮 IDF 和柚皮原样膨胀力分别为 10.94 和 7.75 mL/g。对比柚皮原样,柚皮 IDF 持水力增加了 4.52 倍,持油力增加了 0.32 倍,膨胀力增加了 0.41 倍。这说明通过化学法制备的不溶性膳食纤维亲水性基团增加,持水力、持油力和膨胀力都优于柚皮原样。

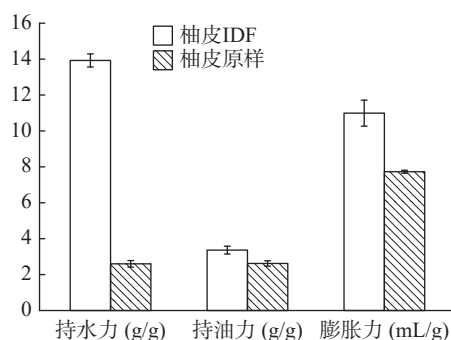


图 8 IDF 与柚皮原样理化性质分析结果

Fig.8 Analysis of physicochemical properties of IDF and pomelo samples

3 结论

本文在单因素实验基础上,通过响应面优化碱法提取柚皮 IDF,得到最佳提取方案为:液料比 15:1 mL/g、碱解温度 50 °C、pH9、碱解时间 75 min,在此条件下,最终实际得率为 35.28%,与预测值仅相差 1.47%。理化性质分析发现柚皮 IDF 含有的羟基、羧基及乙酰基等亲水性基团数量增多,亲油性基团含量也增多,推测柚皮 IDF 的持水力、持油力及膨胀力性能增强。进一步研究柚皮 IDF 理化性质,测得柚皮 IDF 的持水力、持油力、膨胀力,分别为 13.91 g/g、3.43 g/g、10.94 mL/g;发现相比柚皮原样,柚皮 IDF 的水合性能得到显著提升。提取的不溶性膳食纤维,理化性质较好,对于柚皮膳食纤维提取有一定的参考价值,为进一步挖掘柚皮营养价值提供理论基础。

参考文献

- [1] 徐燕,谭熙蕾,周才琼.膳食纤维的组成、改性及其功能特性研究[J]. *食品研究与开发*, 2021, 42(23): 211-218. [XU Y, TAN X L, ZHOU C Q. Composition, modification and functional properties of dietary fiber[J]. *Food Research and Development*, 2021, 42(23): 211-218.]
- [2] MCRORIE JOHNSON W, MCKEOWN NICOLA M. Understanding the physics of functional fibers in the gastrointestinal tract: An evidence-based approach to resolving enduring misconceptions about insoluble and soluble fiber[J]. *Journal of the Academy of Nutrition and Dietetics*, 2017, 117(2): 251-264.
- [3] YAMAGATA K Z. Prevention of cardiovascular disease through modulation of endothelial cell function by dietary seaweed intake[J]. *Phytomedicine Plus*, 2021, 1(2): 100026.
- [4] ZHANG L, WU X M, SUN Y J, et al. Experimental study of the pomelo peel powder as novel shale inhibitor in water-based drilling fluids[J]. *Energy Exploration & Exploitation*, 2020, 38(2): 569-588.
- [5] 宋彪,徐凯悦, MUNEEER MUHAMMAD ATIF, 等. 不同柚品种果实总酚、总黄酮及植酸的积累特征[J]. *中国农业大学学报*, 2022, 27(3): 158-171. [SONG B, XU K Y, MUNEEER MUHAMMAD ATIF, et al. Accumulation characteristics of fruits total phenolics, total flavonoids and phytic acid in various pomelo varieties[J]. *Journal of China Agricultural University*, 2022, 27(3): 158-171.]
- [6] 郑艺梅,陈婷,彭定利. 琯溪蜜柚囊衣膳食纤维超声辅助提取及特性分析[J]. *食品工业*, 2019, 40(10): 164-167. [ZHENG Y M, CHEN T, PENG D L. Ultrasonic-assisted extraction and properties of dietary fiber from layer of Guanxi honey pomelo[J]. *The Food Industry*, 2019, 40(10): 164-167.]
- [7] 杨妍,郭楠,哈益明,等. 氢氧化钠改性石榴皮渣(籽)膳食纤维及其组分分析[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(13): 3401-3409. [YANG Y, GUO N, HA Y M, et al. Alkaline modification of dietary fiber in pomegranate marcs (seed) and analysis of its compositions[J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2018, 9(13): 3401-3409.]
- [8] 李施瑶,代玲敏,范宜杰,等. 化学法提取红树莓果渣可溶性膳食纤维的工艺优化[J]. *食品工业科技*, 2019, 40(19): 180-186, 193. [LI S Y, DAI L M, FAN Y J, et al. Optimization of extraction process of soluble dietary fiber from raspberry pomaces by chemical method[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2019, 40(19): 180-186, 193.]
- [9] 王成成. 香菇柄膳食纤维的化学改性工艺及其性质研究[D]. 沈阳: 辽宁大学, 2020. [WANG C C. Study on technologies of chemical modification and properties of dietary fiber from lentinula edodes stem[D]. Shenyang: Liaoning University, 2020.]
- [10] 刘锐雯. 木薯膳食纤维的提取工艺及理化性质的研究[D]. 厦门: 厦门大学, 2014. [LIU R W. Studies on the preparation conditions and characteristics of dietary fiber from cassava dregs[D]. Xiamen: Xiamen University, 2014.]
- [11] 陈平清,李小玉,王春晓. 响应面优化柚叶水溶性膳食纤维的提取工艺[J]. *化工时刊*, 2020, 34(5): 5-9, 50. [CHEN P Q, LI X Y, WANG C X. Optimization of extraction process of water-soluble dietary fiber in pomelo leaves by response surface methodology[J]. *Chemical Industry Times*, 2020, 34(5): 5-9, 50.]
- [12] PINHEIRO E R, SILVA I M D A, GONZAGA L V, et al. Optimization of extraction of high-ester pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis* flavicarpa) with citric acid by using response surface methodology[J]. *Bioresource Technology*, 2008, 99(13): 211-218.]

5561-5566.

[13] 曾心悦, 黄嘉泳, 袁显和, 等. 梅州金柚柚皮膳食纤维的理化性质分析[J]. *现代食品科技*, 2020, 36(4): 73-81, 303. [ZENG X Y, HUANG J Y, YUAN X H, et al. Physical and chemical properties of dietary fiber of Meizhou golden pomelo peel[J]. *Modern Food Science and Technology*, 2020, 36(4): 73-81, 303.]

[14] 孙静. 香菇柄膳食纤维的提取、性质及应用[D]. 沈阳: 辽宁大学, 2019. [SUN J. Extraction, properties and application of dietary fiber from lentinus edodes stem[D]. Shenyang: Liaoning University, 2020.]

[15] KUREK M A, KARP S, WYRWISZ J, et al. Physicochemical properties of dietary fibers extracted from gluten-free sources: Quinoa (*Chenopodium quinoa*), amaranth (*Amaranthus caudatus*) and millet (*Panicum miliaceum*)[J]. *Food Hydrocolloids*, 2018, 85: 321-330.

[16] SANGNARK A, NOOMHORM A. Effect of particle sizes on in-vitro calcium and magnesium binding capacity of prepared dietary fibers[J]. *Food Research International*, 2003, 36(1): 91-96.

[17] 刘玉梅. 胡柚皮膳食纤维的提取及理化性质的研究[D]. 长沙: 中南林业科技大学, 2013. [LIU Y M. The study on the extraction and physicochemical properties of dietary fiber from Huyou peel[D]. Changsha: Central South University of Forestry and Technology, 2013.]

[18] 闫涛, 刘喆, 陈娟. 氢氧化钠改性花生壳性状研究[J]. *花生学报*, 2019, 48(4): 49-53. [YAN T, LIU Z, CHEN J. Study on properties of peanut shell modified by sodium hydroxide[J]. *Journal of Peanut Science*, 2019, 48(4): 49-53.]

[19] 刘红开, 李放, 张亚宏, 等. 不同品种蚕豆种皮中膳食纤维的提取工艺优化及其理化特性[J]. *食品科学*, 2016, 37(16): 22-28. [LIU H K, LI F, ZHANG Y H, et al. Optimized extraction conditions and physicochemical characteristics of dietary fiber from faba bean testa from different cultivars[J]. *Food Science*, 2016, 37(16): 22-28.]

[20] 高伟城, 王小平, 黄建军, 等. 响应面法优化云霄产枇杷叶三萜酸类成分的提取工艺[J]. *中国现代中药*, 2021, 23(12): 2132-2140. [GAO W C, WANG X P, HUANG J J, et al. Optimization of extraction of triterpenic acids in eriobotryae folium from Yunxiao by response surface methodology[J]. *Modern Chinese Medicine*, 2021, 23(12): 2132-2140.]

[21] 孙永杰, 冯佳乐, 张兴华, 等. 响应面法优化藜麦麸皮中可溶性膳食纤维提取工艺[J]. *食品工业*, 2020, 41(12): 37-39. [SUN Y J, FENG J L, ZHANG X H, et al. Optimization of extracting soluble dietary fiber from quinoa bran by response surface method[J]. *The Food Industry*, 2020, 41(12): 37-39.]

[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]. *大连海洋大学学报*, 2021, 36(5): 796-805. [CHEN L, RAO J, ZHAO Y Q, et al.

Optimization for ultrasonic assisted enzymatic extraction of soluble dietary fiber in laver *Porphyra haitanensis* and its effect on gel strength of surimi by response surface methodology[J]. *Journal of Dalian Ocean University*, 2021, 36(5): 796-805.]

[23] 陈法志, 翟敬华, 刘克华, 等. 响应面法优化微波提取牡丹果壳水溶性膳食纤维工艺[J]. *江汉大学学报(自然科学版)*, 2020, 48(6): 48-55. [CHEN F Z, ZHAI J H, LIU K H, et al. Optimization of microwave-assisted extraction of water-soluble dietary fiber from peony husk by response surface methodology[J]. *Journal of Jiangnan University (Natural Science Edition)*, 2020, 48(6): 48-55.]

[24] 李黎, 邢达杰, 王宇辉. 响应面法优化酶辅助提取枣渣中水不溶性膳食纤维工艺[J]. *现代食品*, 2020(22): 136-139. [LI L, XING D J, WANG Y H. Optimization of enzymatic extraction of insoluble dietary fiber from jujube residues by response surface methodology[J]. *Modern Food*, 2020(22): 136-139.]

[25] 许勇煌. 柚皮膳食纤维的制备及其功能活性研究[D]. 长春: 吉林大学, 2010. [XU Y H. Study on preparation and bioactivity of dietary fibre from pomelo peel[D]. Changchun: Jilin University, 2010.]

[26] 李娜. 番茄皮可溶性膳食纤维的改性与表征[D]. 上海: 上海交通大学, 2018. [LI N. The modification and characterization of soluble dietary fiber from tomato peels[D]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University, 2018.]

[27] 董磊. 青稞 β -葡聚糖理化性质、流变性质以及在化妆品中应用[D]. 上海: 上海应用技术学院, 2015. [DONG L. The physicochemical and rheological property of barley β -glucan and its application in cosmetics[D]. Shanghai: Shanghai Institute of Technology, 2015.]

[28] 刘琴华, 赵高凌, 翁文剑, 等. 羟基纤维素对二氧化钛薄膜亲水性和光催化性能的影响[J]. *硅酸盐学报*, 2004(10): 1299-1303. [LIU Q H, ZHAO G L, WEN W J, et al. influence of hydroxypropylcellulose on hydrophobicity and photocatalytic activity of TiO_2 films[J]. *Journal of The Chinese Ceramic Society*, 2004(10): 1299-1303.]

[29] 常宇阳, 戴小军, 龚波林. 羧基甜菜碱型亲水作用色谱柱的制备及性能研究[J]. *分析化学*, 2017, 45(5): 734-740. [CHANG Y Y, DAI X J, GONG B L. Preparation of carboxybetaine-based hydrophilic interaction chromatographic column and its performance exploration[J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 2017, 45(5): 734-740.]

[30] 蔡婉静, 刘少伟, 李苒, 等. 乙酰化降解海带多糖的抗氧化、吸湿/保湿性能探究[J]. *食品工业科技*, 2019, 40(10): 109-114, 121. [CAI W J, LIU S W, LI R. Antioxidant and absorption/retention activities of the acetylated degraded laminaria japonica polysaccharides[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2019, 40(10): 109-114, 121.]