

本文引用:田 星,曹丽杰,兰中贇,肖淑婷,于震强,谢梦洲.沅江芦笋膳食纤维提取工艺优化及其特性[J].湖南中医药大学学报,2018,38(11):1336-1340.

## 沅江芦笋膳食纤维提取工艺优化及其特性

田 星<sup>1,2</sup>,曹丽杰<sup>1</sup>,兰中贇<sup>1</sup>,肖淑婷<sup>1</sup>,于震强<sup>1</sup>,谢梦洲<sup>1,2\*</sup>

(1.湖南中医药大学 药学院,湖南 长沙 410208;2.湖南省药食同源功能性食品工程技术研究中心,湖南 长沙 410208)

**[摘要]** **目的** 以沅江芦笋为实验原料,探寻其可溶性膳食纤维(soluble dietary fiber,SDF)最佳提取工艺,研究 SDF 的理化特性。**方法** 使用酶解法对沅江芦笋 SDF 进行提取,利用 Box-Behnken 中心组合设计原理进行响应面设计优化提取工艺参数,并考察沅江芦笋 SDF 的理化性质。**结果** 沅江芦笋 SDF 得率最佳酶解提取工艺条件为:料液比 1:15,酶解温度 50 ℃,酶用量 0.9%,pH 值 4.5,酶解时间 2.0 h,在此工艺条件下沅江芦笋 SDF 得率为(5.20±0.05)%,各因素对 SDF 得率的影响大小顺序为酶解时间>pH 值>酶用量。各理化特性为:持水力 1.9 g/g,溶胀性 1.02 mL/g,水溶性 86.3%,持油力 2.15 g/g。**结论** 本实验使用响应面优化酶法提取沅江芦笋 SDF 工艺,产品特性良好。

**[关键词]** 沅江芦笋;可溶性膳食纤维;响应面;酶解法;理化特性

**[中图分类号]**R284.2;R281.5

**[文献标志码]**A

**[文章编号]**doi:10.3969/j.issn.1674-070X.2018.11.026

### Optimization of Extraction Process for Dietary Fibers from Yuanjiang Asparagus and the Physical and Chemical Properties of Dietary Fibers

TIAN Xing<sup>1,2</sup>, CAO Lijie<sup>1</sup>, LAN Zhongyun<sup>1</sup>, XIAO Shuting<sup>1</sup>, YU Zhenqiang<sup>1</sup>, XIE Mengzhou<sup>1,2\*</sup>

(1. School of Pharmacy, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha, Hunan 410208, China; 2. Hunan Engineering Research Center of Drug and Food Homology Functional Food, Changsha, Hunan 410208, China)

**[Abstract]** **Objective** To investigate the optimal extraction process for soluble dietary fibers (SDF) with Yuanjiang asparagus as the experimental material and the physical and chemical properties of SDF. **Methods** Enzymolysis was used for the extraction of SDF from Yuanjiang asparagus, and Box-Behnken central composite design was used for response surface design to optimize extraction parameters. The physical and chemical properties of SDF from Yuanjiang asparagus were measured. **Results** The optimal extraction parameters of SDF from Yuanjiang asparagus with the highest yield were a solid-liquid ratio of 1:15, a temperature of 50 ℃, an amount of enzyme of 0.90%, a pH value of 4.5, and an enzymolysis time of 2.0 hours. These process parameters achieved a yield of SDF of (5.20±0.05)%. Enzymolysis time had the greatest influence on the yield of SDF, followed by pH value and the amount of enzyme used. As for physical and chemical properties, SDF had a water-holding capacity of 1.9 g/g, a swelling property of 1.02 ml/g, a water solubility of 86.3%, and an oil-holding capacity of 2.15 g/g. **Conclusion** The response surface design is used to optimize the process of enzymolysis for the extraction of SDF from Yuanjiang asparagus, and SDF obtained has good physical and chemical properties.

**[Keywords]** Yuanjiang asparagus; soluble dietary fiber; response surface design; enzymolysis; physical and chemical properties

**[收稿日期]**2018-05-15

**[基金项目]**2016年湖南省教育厅一般项目(16C1244);2017年湖南中医药大学大学生创新课题(10220001019052)。

**[作者简介]**田 星,女,讲师,研究方向:功能性食品开发、食品微生物、营养工程、食品风味化学。

**[通讯作者]**\* 谢梦洲,女,教授,硕士研究生导师,E-mail:xiezm64@163.com。

沅江芦笋(*Triarrhena lutarioriparia* L. Liu, sp. nov.) 又名荻笋、南荻笋等,属禾本科荻属,洞庭湖多年生无性繁殖的水陆两生植物,是芦苇的嫩芽,是我国特有种属<sup>[1]</sup>,近年来,随着现代食品感官、营养、保健等需要,纤维素类物质以其作为人体第七大营养素,而成为了研究热点<sup>[2]</sup>。沅江芦笋生物量大,膳食纤维含量高,灰分含量低,抗逆性强,生产管理成本低,是纯天然无污染的保健野生植物资源<sup>[3]</sup>,具有很好的作为药食原料植物资源的开发和利用价值,在近些年备受关注。

膳食纤维是一类特殊的碳水化合物。根据其溶解性质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),可溶性膳食纤维在抗氧化、防治心血管疾病、糖尿病、癌症、肥胖<sup>[4-7]</sup>等方面效果显著,现已在食品工业有了较为广泛的应用<sup>[8-9]</sup>。但目前人们并没有对沅江芦笋的 SDF 进行研究,也没有将其作为一项重要药食原料作物充分利用。所以本实验采用响应面法优化沅江芦笋 SDF 酶法提取工艺,并测定其部分理化特性,为沅江芦笋作为药食原料作物及其相关功能产品的综合开发利用提供相关实验依据。

本实验使用酶解法<sup>[10]</sup>提取 SDF,酶具有极强专一性,生产出来的 SDF 具有很高纯度,且节约能源,操作方便,且对环境友好。实验选用酶为纤维素酶<sup>[11]</sup>,其可增加 SDF 的得率,改善膳食纤维的质量和生物活性。

## 1 材料与仪器

### 1.1 材料

沅江芦笋粉由湖南博大天能实业股份有限公司提供;纤维素酶[酶活力/(U/g)≥15 000.0](国药集团化学试剂有限公司);无水乙醇、盐酸、氢氧化钠均为国产分析纯;蒸馏水自制。

### 1.2 仪器

CP413 电子天平[奥豪斯仪器(上海)有限公司]; ZHWY-200D 恒温培养震荡器(上海智域分析仪器制造有限公司); STARTER3100/F 实验室 pH 计[奥豪斯仪器(上海)有限公司];800-1 离心机(江苏省金坛市荣华仪器制造有限公司);SHZ-DⅢ循环水真空泵(巩义市予华仪器有限责任公司);101-3AB 电热鼓风干燥箱(北京中兴伟业仪器有限公司)。

## 2 方法

### 2.1 提取操作流程

将沅江芦笋粉干燥、混匀过 40 目筛,取 5 g 试样于碘量瓶中,使蒸馏水与试样以 1:15 的比例溶解,将得到的溶液试样加入 0.9%纤维素酶,调解 pH 值为 4.5,置于恒温培养振荡器中于一定温度下以 250 r/min 振摇酶解 2 h,沸水浴加热 10 min 灭酶。趁热抽滤,使用四层纱布作为过滤介质。取上清液 4 倍体积的无水乙醇,室温下沉淀 1 h,絮状沉淀析出,再进行离心(5 500 r/min,5 min),取得出的固体,干燥至恒重称量,计算 SDF 得率<sup>[12-13]</sup>。

$$X = M_1 / M_0 \times 100\%$$

(X—沅江芦笋 SDF 得率/%;  $M_1$ —提取后干燥至恒重的沅江芦笋 SDF 质量/g;  $M_0$ —初始沅江芦笋质量/g)

### 2.2 单因素实验设计

设置 5 个因素的不同水平,分别以料液比(1:9、1:15、1:18、1:21、1:24)、酶用量(0.1%、0.5%、0.9%、1.3%、1.7%)、酶解温度(40 ℃、45 ℃、50 ℃、55 ℃、60 ℃)、pH 值(3.5、4.0、4.5、5.0、5.5)、酶解时间(1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 h),分析不同的提取条件对沅江芦笋 SDF 得率的影响。

### 2.3 二次通用旋转组合设计优化沅江芦笋的提取工艺

以单因素实验结果为依据,按 Box-Behnken Design 中心组合实验设计原理,以酶用量、pH 值、酶解时间为自变量,以沅江芦笋 SDF 得率为响应值,采用三因素三水平的响应面分析方法求取优化的工艺参数<sup>[14]</sup>,实验因素水平设计见表 1。

表 1 Box-Behnken 设计实验因素水平及编码

编码水平	因素		
	A 酶用量/%	B pH 值	C 酶解时间/h
-1	0.5	4.0	1.5
0	0.9	4.5	2.0
1	1.3	5.0	2.5

### 2.4 沅江芦笋 SDF 理化指标测定<sup>[14-15]</sup>

取“2.1”项下得到的沅江芦笋 SDF 过 40 目筛备用。

2.4.1 持水力的测定 精密称取 1.000 g SDF,置于 100 mL 三角烧瓶中,加蒸馏水 75 mL,置于 37 ℃下震荡 2 h,离心 15 min(4 000 r/min),除去

上清液称重,计算: $C=(M_1-M_0)/M_0$  ( $C$ —SDF 持水力/(g/g)、 $M_0$ —初始 SDF 质量/g、 $M_1$ —除去上清液后 SDF 湿重/g)。

2.4.2 溶胀性的测定 精密称取 1.000 g SDF,置于量筒中,用移液管准确移取 50.00 mL 蒸馏水加入其中。振荡均匀后室温 37 °C 放置 24 h,读取液体中纤维的体积。

$S=(V_1-V_0)/M_0$  ( $S$ —SDF 溶胀性/(mL/g)、 $V_1$ —溶胀后的体积/mL、 $V_0$ —干品体积/mL、 $M_0$ —样品干重/g)

2.4.3 水溶性的测定 精密称取 0.5 g SDF 于 200 mL 三角烧杯中,加入 50 mL 蒸馏水,在 37 °C 恒温振荡器中 200 r/min 震荡 30 min,3 000 r/min 离心 15 min,除去上清液,将沉淀于 70 °C 真空干燥至恒重,称重。

$W=(M_0-M_2)/M_0$  ( $W$ —水溶性/(g/g)、 $M_0$ —初始样品质量/g、 $M_2$ —沉淀质量/g)

2.4.4 持油力的测定 精密称取 1.000 g SDF 于烧杯中,加入食用调和油 8 g,于 37 °C 下振荡 2 h,然后在 4 000 r/min 离心 20 min,去掉上层油,残渣用滤纸吸干游离的油,称重。

$Y=(M_3-M_0)/M_0$  ( $Y$ —SDF 持油力/(g/g)、 $M_0$ —初始 SDF 质量/g、 $M_3$ —除去上层油后 SDF 湿重/g)。

## 2.5 数据统计分析

样品做 3 次平行实验,测定结果取“ $\bar{x}\pm s$ ”表示,使用 SPSS 18.0 和 Design-Expert.V8.0 进行统计分析。

## 3 结果与分析

### 3.1 单因素实验设计

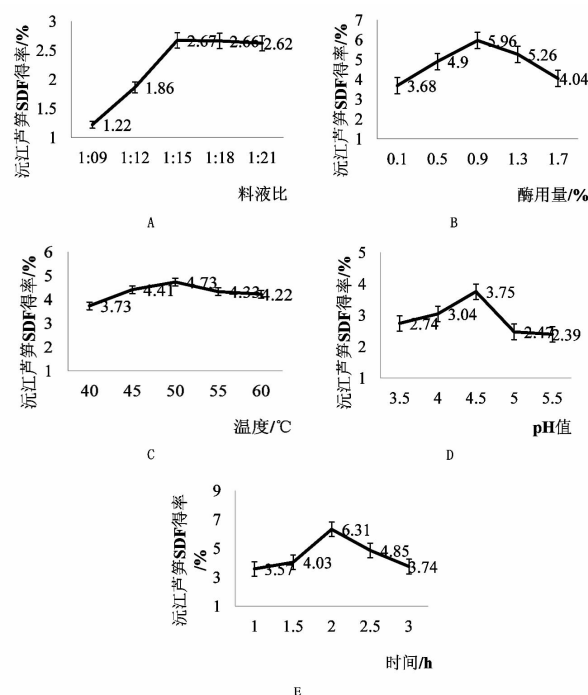
在各个单因素条件的影下,沅江芦笋 SDF 得率如图 1 所示。由图 1A 可知随着料液比的升高,沅江芦笋 SDF 得率先升高再趋近于平行,且在 1:15 处是趋势的转折点,此时底物与酶充分反应,且考虑方便与经济性,最佳料液比应选为 1:15。

由图 1B 可知,随着纤维素酶用量的增加,沅江芦笋 SDF 得率先上升后下降,酶用量在 0.9% 处达到峰值。使用纤维素酶,使反应底物中的 IDF 结构发生改变,降解为 SDF, SDF 得率上升,随着酶量增加,反应剧烈,IDF 被降解为不能被乙醇沉淀的小分子物质,导致 SDF 得率下降。因此实验最佳酶用量为 0.9%。

由图 1C 可知,随着酶解温度的升高,沅江芦笋 SDF 得率先上升后下降,但是趋势较为平稳,在 50 °C 处得率最高。纤维素酶的最适温度范围为 40~55 °C,随着温度的变化,酶活性和酶促反应都受到了不同程度的影响。则实验最佳酶解温度为 50 °C。

由图 1D 可得,随着 pH 值的升高,沅江芦笋 SDF 得率先上升后下降,在 pH4.5 处出现峰值。大部分酶的活力及酶促反应都会受到 pH 值的影响,纤维素酶的最适 pH 范围是 4.0-5.0,可知最佳 pH 值为 4.5。

由图 1E 可知,随着酶解时间的延长,沅江芦笋 SDF 得率先上升后下降,且在 2 h 处达到了峰值,此时底物与酶接触反应时间充分。但在后期,因底物浓度不断降低,而产物 SDF 被过度水解,生成不易被乙醇沉淀的小分子物质,导致 SDF 得率下降。由此可得,实验最佳酶解时间应为 2 h。



注:A.料液比;B.酶用量;C.温度;D.pH值;E.时间。

图 1 不同因素对沅江芦笋 SDF 得率的影响

### 3.2 响应面优化设计

3.2.1 回归模型的建立 以单因素实验数据分析为依据,选取酶用量(A)、pH 值(B)、酶解时间(C)3 个主要影响因素,以 SDF 得率为响应值  $Y(\%)$ ,采用 Design-Expert.V8.0 中的 Box-Behnken 设计,分析以便得到提取工艺最优组合。响应面实验设计以及 SDF 得率见表 2,回归方程分析见表 3。其中根据表 2 进

表 2 Box-Behnken 实验设计及结果

实验号	A	B	C	Y/%
1	1.682	0	1.682	3.52
2	0	0	0	3.03
3	0	0	0	4.83
4	0	0	0	5.51
5	0	1	-1	5.33
6	-1	0	-	3.45
7	0	-1	1.682	3.31
8	1	1	1	2.61
9	1	0	1	3.1
10	0	1	0	4.92
11	1	-	-1	3.42
12	0	1.682	0	3.12
13	-1	-1	-1	3.45
14	-1	-1	1	2.84
15	0	0	0	5.27
16	1.682	0	0	3.25
17	0	0	0	5.45
18	-1	1	1	3.28
19	1	-1	-1	3.43
20	0	1.682	0	3.39

表 3 回归方程方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	17.43	9	1.94	39.69	<0.0001
A-酶用量	0.061	1	0.061	1.25	0.2890
B-pH 值	0.14	1	0.14	2.83	0.1232
C-酶解时间	0.42	1	0.42	8.58	0.0151
AB	2.000E-004	1	2.000E-004	4.099E-003	0.9502
AC	0.016	1	0.016	0.33	0.5772
BC	0.11	1	0.11	2.26	0.1634
A <sup>2</sup>	5.88	1	5.88	120.42	<0.0001
B <sup>2</sup>	6.75	1	6.75	138.38	<0.0001
C <sup>2</sup>	7.36	1	7.36	150.80	<0.0001
残差	0.49	10	0.049		
失拟项	0.094	5	0.019	0.24	0.9286
纯误差	0.39	5	0.079		
误差和	17.92	19			

行多元回归拟合分析,得多元二次回归方程模型为:

$$Y = 5.22 - 0.067A + 0.10B - 0.18C + (5.000E - 003)$$

$$AB - 0.045AC + 0.12BC - 0.64A^2 - 0.68B^2 - 0.71C^2$$

表 2 数据显示,模型  $P$  值  $<0.0001$ , 相关系数  $R^2=0.9728$ , 说明该模型达到极显著水平,实验误差较小,同时失拟项  $P$  值为  $0.9286 > 0.1000$ , 说明模型的预测值和实际值拟合良好,可以用此数学模型来

推测实验结果。此外,各因素中二次项  $A^2$ 、 $B^2$ 、 $C^2$  对 SDF 得率表现出了差异极显著水平 ( $P < 0.01$ ), C-酶解时间表现出差异显著水平 ( $P < 0.05$ )。由  $F$  值可以得出,各因素对 SDF 得率的影响大小顺序为酶解时间  $>$  pH 值  $>$  酶用量。

3.2.2 模型双因素交互作用效应分析 回归方程进行编程运算,经软件分析得到各交互因素的响应面。各个交互作用响应面见图 2,图中 BC 响应面曲线较为陡峭,结合表 3 的显著性分析可知,模型中 pH 值和酶解时间交互作用显著,其余 AC、AB 次之。

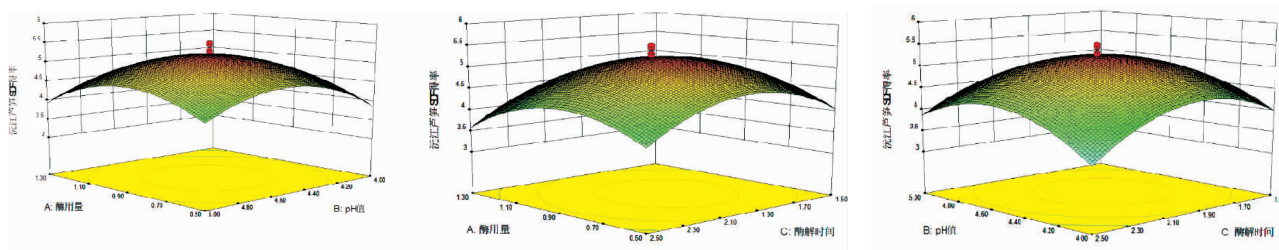


图 2 各两因素交互作用的响应面

### 3.3 工艺优化结果及验证

在单因素实验结果分析的基础上,确定了提取工艺中料液比为 1:15,提取温度为  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。再依据响应面实验设计及分析,确定影响沅江芦笋 SDF 得率的最佳条件为:酶用量  $0.88\%$ , pH 值为  $4.53$ , 酶解时间为  $1.94\text{ h}$ , 其沅江芦笋 SDF 得率为  $5.2\%$ 。为考虑实验操作的可行性以及响应面优化结果的可靠性,

分别取各因素的整数值:酶用量  $0.9\%$ , pH 值为  $4.5$ , 酶解时间为  $2.0\text{ h}$ , 在此条件下进行 3 次平行实验检验,沅江芦笋 SDF 得率达到  $(5.20 \pm 0.05)\%$ , 与理论值接近,表明其重复性好,此优化提取工艺参数较为准确可靠<sup>[16]</sup>。

### 3.4 沅江芦笋理化指标分析

在最佳提取工艺条件下提取到的沅江芦笋

SDF,测定其持水性为 1.9 g/g、膨胀力 1.02 mL/g、水溶性86.3%、持油力 2.15 g/g。

#### 4 结论

本实验采用酶法提取沅江芦笋 SDF, 并应用响应面法对提取工艺进行了优化, 得到最佳提取工艺为:料液比为 1:15、提取温度为 50 ℃、酶用量为 0.9%、pH 值为 4.5, 酶解时间为 2.0 h, 在此提取工艺条件下, 沅江芦笋 SDF 的得率达到(5.20±0.05)%。

实验测定了沅江芦笋 SDF 部分理化指标, 其中水溶性较好, 可应用于乳制品、饮料等食品工业中。其具有的持水力、持油力、溶胀性, 可以吸收食物中的水分和油脂成分, 且其膨胀后可增加饱腹感, 可减少过多热量的摄入。因此, 沅江芦笋膳食纤维是一种较优良的食物纤维。

#### 参考文献:

- [1] 刘 亮.中国特有造纸原料—南荻[J].植物杂志,1990(5):6-7.
- [2] 曹丽杰,钟祥健,陈 聪,等.沅江芦笋研究进展及其发展前景[J].饮食保健,2017,4(21):377-378.
- [3] 向明龙,易自力,郑 斌,等.环境因子和播种深度对南荻种子萌发及幼苗生长的影响[J].湖南农业大学学报(自然科学版),2018,44(1):45-50.
- [4] CRESCENTI A, SOLÀ R, VALLS R M, et al. Polymorphisms in LEP, and NPY, genes modify the response to soluble fibre *Plantago ovata*, husk intake on cardiovascular risk biomarkers[J]. *Genes & Nutrition*, 2013, 8(1):127-136.
- [5] SÁNCHEZTENA S, LIZÁRRAGA D, MIRANDA A, et al. Grape antioxidant dietary fiber inhibits intestinal polyposis in *Apc Min/+* mice: relation to cell cycle and immune response[J]. *Carcinogenesis*, 2013, 34(8):1881-1888.
- [6] SOHN V R, GIROS A, XICOLA R M, et al. Stool-fermented *Plantago ovata* husk induces apoptosis in colorectal cancer cells independently of molecular phenotype [J]. *British Journal of Nutrition*, 2012, 107(11):1591-1602.
- [7] DE LUIS D A, DE L F B, IZAOLA O, et al. Double blind randomized clinical trial controlled by placebo with an alpha linoleic acid and prebiotic enriched cookie on risk cardiovascular factor in obese patients.[J]. *Nutrición Hospitalaria*, 2011, 26(4):827-833.
- [8] 黄才欢,欧仕益,张 宁,等.膳食纤维吸附脂肪、胆固醇和胆酸盐的研究[J].食品科技,2006,31(5):133-136.
- [9] 卢忠英,王云洋,鲁道旺,等.响应面与酶法优化拐枣膳食纤维的提取工艺[J].食品研究与开发,2017,38(21):24-28.
- [10] 千春录,王兢业,戴露婷,等.水芹膳食纤维提取工艺优化及其特性[J].食品工业科技,2017,38(22):119-124.
- [11] 刘昊飞.豆渣水溶性膳食纤维酶法制备及其应用[D].哈尔滨:东北农业大学,2008.
- [12] 刘 铭,李秀婷,潘凌风,等.芒果皮可溶性膳食纤维的提取及性质研究[J].中国食品添加剂,2014(1):81-87.
- [13] DASILVALP, DECIO CCAM L S. Total, insoluble and soluble dietary fiber values measured by enzymatic-gravimetric method incereal grains[J]. *Journal of Food Composition and Analysis*, 2005, 18(1):113-120.
- [14] 方吉雷,葛 青,毛建卫,等.超微粉碎对竹粉膳食纤维功能特性的影响[J].食品工业科技,2017,38(17):50-55.
- [15] 李安平,谢碧霞,钟秋平,等.不同粒度竹笋膳食纤维功能特性研究[J].食品工业科技,2008,29(3):83-85.
- [16] 汪 泽,崔丽虹,唐 冰,等.响应面法优化菠萝叶纤维多酚提取工艺[J].食品工业科技,2017,38(1):219-223.

(本文编辑 苏 维)