

Research on Ultrasound-Assisted Extraction of Water Soluble Dietary Fiber from Bayberry Pomace

Juhong Yang^{1,2}, Lingxiao Zhou^{1*}, Xiaoxiang Han¹, Qing Chen¹

¹College of Food Science and Biotechnology Engineering, Zhejiang Gongshang University, Hangzhou

²Zhejiang Medical College, Hangzhou

Email: *smgg99@126.com

Received: Dec. 29th, 2011; revised: Jan. 9th, 2012; accepted: Jan. 14th, 2012

Abstract: Ultrasound-assisted extraction (UAE) of water soluble dietary fiber from Bayberry Pomace was studied. The effects of three factors on the yield of water soluble dietary fiber polysaccharides were investigated. Response surface methodology (RSM) was applied to optimize the process of extraction. Box-Behnken experimental design was used for experimental design and data analysis was conducted to obtain the optimum extraction conditions. **Results:** The obtained optimum conditions were ultrasonic time 20.5 min, ultrasonic temperature 71°C and ultrasonic power 60 W. Under the optimized conditions, the extraction yield of water soluble dietary fiber was up to 8.4%, in close agreement with values predicted by the mathematical model. Ultrasound-assisted extraction is a best method for extraction of water soluble dietary fiber from Bayberry Pomace.

Keywords: Bayberry Pomace; Water Soluble Dietary Fiber; Ultrasound-Assisted Extraction

超声辅助提取杨梅渣膳食纤维工艺研究

杨菊红^{1,2}, 周凌霄^{1*}, 韩晓祥¹, 陈青¹

¹浙江工商大学食品与生物工程学院, 杭州

²浙江医学高等专科学校, 杭州

Email: *smgg99@126.com

收稿日期: 2011年12月29日; 修回日期: 2012年1月9日; 录用日期: 2012年1月41日

摘要: 利用响应面分析法(Response Surface Method)对超声辅助提取杨梅渣水溶性膳食纤维(SDF)工艺进行优化。在单因素实验的基础上, 根据中心组合(Box-Behnken)实验设计原理, 采用三因素三水平的响应面分析法, 以杨梅渣 SDF 得率为响应值进行回归分析。结果表明杨梅渣 SDF 的最佳提取工艺条件为: 超声功率为 60 W、超声时间为 20.5 min、超声温度为 71°C 时, 杨梅渣 SDF 的提取率为 8.4%, 与模型预测值基本相符。超声波辅助提取法是一种较好提取杨梅渣膳食纤维的方法。

关键词: 杨梅渣; 水溶性膳食纤维; 超声提取

1. 引言

膳食纤维(Dietary Fiber, DF)是指在小肠中不能被消化和吸收, 在大肠中能部分或全部被微生物发酵利用的植物性食品成分、碳水化合物及其类似物质的总和^[1]。研究表明, 膳食纤维具有预防便秘和结肠癌, 降

*通讯作者。

低血糖, 预防糖尿病, 降低血清胆固醇, 预防冠状动脉硬化, 预防长胖等生理功能^[2-4]。将膳食纤维作为食品添加剂添加到食品、饮料中, 可改善食品饮料的口感、稳定性、韧性和柔软度等质构, 继而生产相应的功能性食品, 目前已成为食品加工的一个新的热点^[5-7]。

杨梅属亚热带水果, 广泛分布于我国长江中下游

地区和西南诸省, 含丰富的铁、镁和维生素等多种营养成分。但是杨梅鲜果难以保存, 常被加工成果汁、果酒或者蜜饯等产品。随着果蔬加工技术的发展, 杨梅汁、杨梅酒等已形成工业化生产规模, 由此产生大量未经利用的杨梅渣。目前, 加工企业普遍将杨梅渣当作垃圾倾倒, 造成资源浪费, 同时带来一定的环境污染。杨梅渣含有丰富的膳食纤维, 若能针对其性能特点, 研制开发杨梅渣膳食纤维, 既可以进一步提高杨梅深加工产品的附加值, 延长加工的产业链, 又能变废为宝, 满足人们对膳食纤维的要求, 还能解决环境污染问题。近年来发展的超声波辅助提取法是天然产物提取极具潜力的技术手段, 具有效率高、节省试剂、节省时间等优点。超声波辅助提取法在生化、食品和天然产物提取^[8-11]等领域得到广泛应用。本实验选用杨梅渣为材料, 应用超声波辅助提取法从杨梅渣中提取水溶性膳食纤维, 并利用响应面分析法对提取工艺进行优化, 为规模化提取杨梅渣中膳食纤维提供基础数据。

2. 材料与方法

2.1. 材料与设备

杨梅渣由浙江海通食品集团股份有限公司提供; 六偏磷酸钠: 天津市福晨化学试剂厂; 高速万能粉碎机: 天津市泰斯特股份有限公司; R-201 旋转蒸发器: 上海申科机械研究所; 2K-15 冷冻离心机: Sigma 公司; DKS-12 型电热恒温水浴锅: 上海经济区海盐中新电器厂; 透析袋: 上海生工生物技术服务有限公司; DZG-6050 真空干燥箱: 上海森信实验仪器有限公司。

2.2. 试验方法

2.2.1. 杨梅渣预处理

将杨梅渣冷冻干燥后粉碎, 再经过 80 目筛筛选, 得到大小均匀的杨梅渣粉。

2.2.2. 豆皮水溶性膳食纤维(SDF)的提取工艺流程

取一定量的杨梅渣粉, 按料液比为 1:35(W:V)的比例加入质量分数为 2% 的六偏磷酸钠溶液^[1], 用超声处理后, 在 80℃ 恒温水浴中反应 3 h, 冷却反应液, 抽滤、收集上清液。将所得上清液置于旋转蒸发器减压浓缩至原体积的 1/4, 再加入 3 倍体积的 95% 的乙醇, 待析出沉淀后在 3500 r/min 下离心 10 min, 收集、

真空干燥沉淀物, 用脱色素(H_2O_2)对干燥物除色。脱色后沉淀物透析 48 h 后真空浓缩, 再用 95% 的乙醇沉淀, 干燥所得的沉淀物即为 SDF 成品。

2.2.3. 豆皮水溶性膳食纤维(SDF)的理化性质试验

- 1) 溶解性: 将样品 SDF 分别加入蒸馏水、乙醇、丙酮、正丁醇中, 观察是否溶解。
- 2) 持水力、持油力、膨胀力等理化因素的测定^[12]。

2.3. 试验设计

分别以超声时间、温度以及功率为单因素, 考察各因素对 SDF 提取率的影响。在单因素试验的基础上, 确定中心组合试验的因素与水平, 以 SDF 提取率为响应值, 通过数据分析确定优化提取工艺, 每次称取的杨梅渣粉为 2.0 g。由下式来计算 SDF 提取率。

$$SDF = (\text{水溶性膳食纤维质量(g)}/\text{杨梅渣原料质量(g)}) \times 100\% \quad (1)$$

2.4. 数据分析

采用 Origin 7.5 软件绘制单因素实验图; 采用 Design 7.0 软件对实验数据进行多元回归拟合分析。

3. 结果与讨论

3.1. 超声时间对杨梅渣 SDF 提取的影响

称取 2.0 g 杨梅渣粉, 将处理后的样品混合溶液置于超声仪中, 在提取温度 70℃, 提取功率 60 W 条件下分别提取 5、10、15、20 和 25 min, 以考察提取时间对杨梅渣膳食纤维 SDF 提取率的影响(图 1)。由图 1 可知, 提取时间对 SDF 的提取有一定的影响,

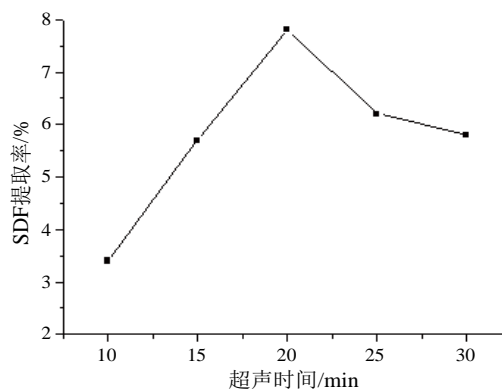


Figure 1. Effects of ultrasonic time on the yield of Bayberry Pomace SDF

图 1. 超声时间对提取率的影响

在 20 min 时 SDF 的提取率最大, 进一步增加提取时间, SDF 提取率出现明显的下降趋势。超声波促进了杨梅渣中 SDF 的释放, 并扩散到提取液中, 大部分存在于破碎杨梅渣中的 SDF 在最初的 20 min 内释放到提取溶剂中, 因而 SDF 提取率显著增长。当达到一定时间后, 再增加作用时间, 超声波的作用可能导致提取出来的 SDF 中部分多糖水解而不被无水乙醇沉淀, 所以处理时间再延长则提取率反而下降。据此初步确定 20 min 为较适宜的提取时间。

3.2. 超声温度对杨梅渣 SDF 提取的影响

称取 2.0 g 杨梅渣粉, 将处理后的样品混合溶液置于超声仪中, 在提取功率 60 W, 提取时间 20 min 条件下, 以考察提取温度对杨梅渣膳食纤维 SDF 提取率的影响, 结果见图 2。由图 2 可见, 随着提取温度的提高, 杨梅渣 SDF 的提取率随之增大, 70℃时 SDF 的提取率最大。由于 SDF 是一类溶于 100℃水的多糖类物质, 因此提取温度对 SDF 的提取具有重要的影响。提取温度过低, 溶剂分子和溶质分子的碰撞几率降低, 从而不利于提高杨梅渣 SDF 的提取率; 但过高温, 会造成提取出来的 SDF 中的多糖容易被分解成较小分子的糖, 这些糖不能被无水乙醇沉淀, 从而表现出提取率下降。因此, 选择提取温度为 70℃较为合适。

3.3. 超声功率对杨梅渣 SDF 提取的影响

称取 2.0 g 杨梅渣粉, 将处理后的样品混合溶液置于超声仪中, 在提取温度 70℃, 提取时间 20 min 条件下, 以考察提取功率对杨梅渣膳食纤维 SDF 提取率的影响, 结果见图 3。由图 3 可见, 超声功率的

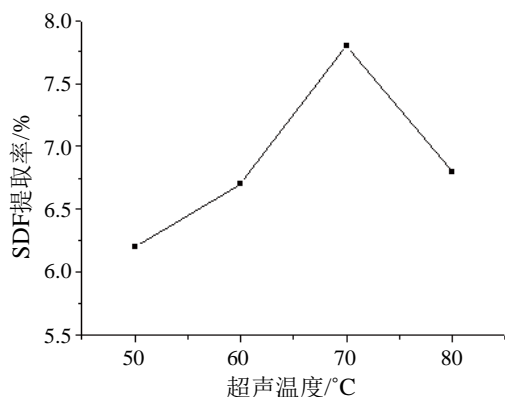


Figure 2. Effects of ultrasonic temperature power on the yield of Bayberry Pomace SDF
图 2. 提取温度对提取率的影响

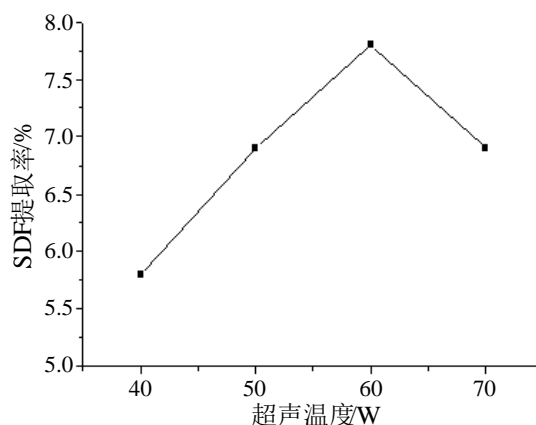


Figure 3. Effects of ultrasonic power on the yield of Bayberry Pomace SDF
图 3. 超声波功率对提取率的影响

改变对 SDF 的提取率有较大影响, 功率越高, SDF 含量越高, 两者呈线性正相关关系。功率越高, 对杨梅渣细胞的破坏作用越大, 溶剂扩散也越快, 越有利于 SDF 的浸出。当功率大于 70 W 时, 进一步增加提取功率, SDF 的提取率下降。因为过高的提取功率产生的瞬间高温会使许多活性成分遭到破坏^[13], 杂质溶出较多且操作不便, 所以选择 70 W 为适宜的提取功率。

3.4. 采用响应面法优化杨梅渣中 SDF 的提取

3.4.1. 分析因素的选取及分析方案

根据 Box-Benhnken 的中心组合试验设计原理, 综合单因素试验结果, 选取对提取率影响较大的 3 个因素, 即: 超声时间、超声温度、超声功率, 分别以 A、B 和 C 表示, 优化杨梅渣水溶性膳食纤维提取试验。试验因素和水平设计见表 1。

以 A、B 和 C 为自变量, 以杨梅渣水溶性膳食纤维提取率为响应值(Y), 试验方案及结果见表 2。试验 1~12 是析因试验, 13~17 是中心试验, 中心实验重复 5 次, 用于估计试验误差。

Table 1. Parameter levels and coded values used in the experimental design

因素	变量	编码水平		
		-1	0	1
超声时间(min)	A	15	20	25
超声温度(°C)	B	60	70	80
微波功率(W)	C	50	60	70

Table 2. Experimental design and response value
表 2. 响应面分析结果

试验号	变量水平			提取率/%
	超声时间/min	超声温度/℃	超声功率/W	
1	-1	-1	0	4.20
2	-1	0	-1	5.10
3	-1	0	1	4.40
4	-1	1	0	5.55
5	0	-1	-1	5.52
6	0	-1	1	4.90
7	0	1	-1	5.87
8	0	1	1	6.10
9	1	-1	0	5.40
10	1	0	-1	5.80
11	1	0	1	5.83
12	1	1	0	5.02
13	0	0	0	7.26
14	0	0	0	8.12
15	0	0	0	8.12
16	0	0	0	7.54
17	0	0	0	7.99

3.4.2. 模型的建立与显著性检验

以提取率为响应值，通过 RSM 软件对其进行方差分析，其结果见表 3。由表 3 可知，模型 F 值为 21.44， $F > F_{0.01}(9, 7) = 6.72$ 。模型显著水平远小于 0.01，表明二次回归模型极显著。失拟项值为 0.72，表示失拟项与纯误差没有显著相关性。实测值与预测值的相关系数为 0.9650，说明自变量与响应值之间线性关系显著，模型的预测值和实验值拟合较好。

Table 3. The table of variance analysis
表 3. 方差分析表

项目	平方和	自由度	均方	F 值	Prob > F	显著性
模型	25.63	9	2.85	21.44	0.0003	极显著
A-超声时间	0.98	1	0.98	0.48	0.0299	显著
B-超声温度	0.83	1	0.83	3.06	0.0414	显著
C-超声功率	0.13	1	0.13	9.33	0.3598	
AB	0.75	1	0.75	0.45	0.0493	显著
AC	0.13	1	0.13	0.31	0.3499	
BC	0.20	1	0.20	0.041	0.2567	
A ²	10.06	1	10.06	10.06	<0.0001	极显著
B ²	6.25	1	6.25	7.42	0.0002	极显著
C ²	4.03	1	4.03	71.20	0.0009	极显著
残差	0.93	7	0.13			
失拟项	0.33	3	0.11	3.72	0.5844	
净误差	0.60	4	0.15			
总离差	26.55	16				

回归方差显著性检验结果表明，该模型回归显著，失拟项不显著。另外，该模型的变异系数(C.V)为 5.01%，在可接受范围。变异系数是衡量每个平均值偏离情况的参数，其值越小，重复性越好。综合各参数，该实验方法可靠，各因素水平区间设计较合理，因此可用该回归模型预测膳食纤维的提取率。

三因素二次项均达到极显著水平($Pr < 0.01$)。超声时间一次项、超声温度一次项及两者的交互项达到显著水平($Pr < 0.01$)。由 F 值可以知道，各因素二次项对提取率的影响相差不大。由于各因素对提取率的影响不是简单的线性关系，为了明确各因子对响应值的影响，各因素(超声时间、超声温度和超声功率)经拟合得到二次多项回归方程如下：

$$Y = -112.98325 + 2.92930 A + 1.77532 B + 0.93048 C - 0.061820 A^2 - 0.012180 B^2 - 9.78000 \times 10^{-3} C^2 - 8.65000 \times 10^{-3} AB + 3.65000 \times 10^{-3} AC + 2.25000 \times 10^{-3} AD$$

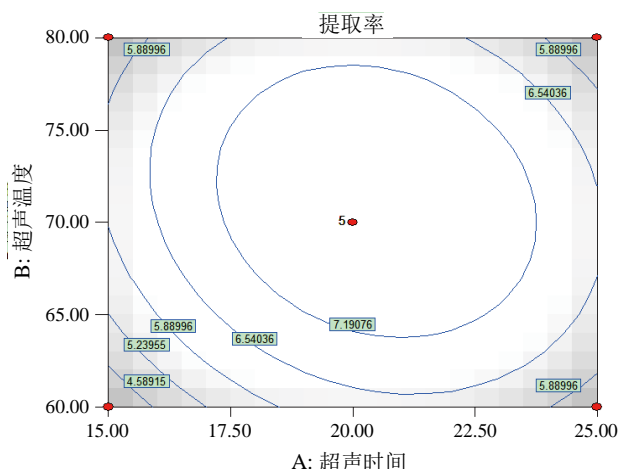
3.4.3. 因素间的交互影响

借助 Design Expert 软件，依据回归方程式来绘制分析图。RSM 的图形是响应值对各试验因子构成的等高线图和曲面图，见图 4 和图 5。响应面等高线可以较直观地反映各因素相互作用对响应值的影响。等高线若呈圆形，则交互作用不显著；若呈椭圆形，则交互作用显著^[14]。

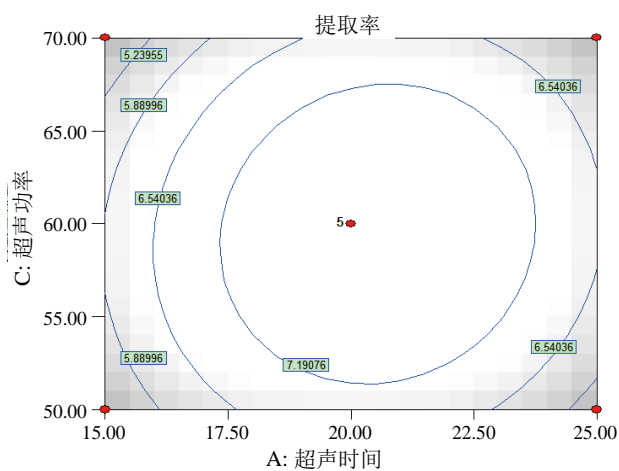
从图 4(a)中看出，等高线呈斜椭圆形，说明超声时间和超声温度两因素交互作用显著；从图 5(a)中看出，超声时间对提取率的影响比超声温度对其的影响要大，都与表 3 方差分析显著性相符。从图 4(b)和图 4(c)中得出，两者等高线均近圆形，说明各图中的两个因素交互作用不明显。从图 5(b)和图 5(c)中看出，超声功率一定时，膳食纤维提取率随着超声温度的升高和超声时间的延长先增加后减少的速率相差不大。

3.4.4. 最佳工艺条件

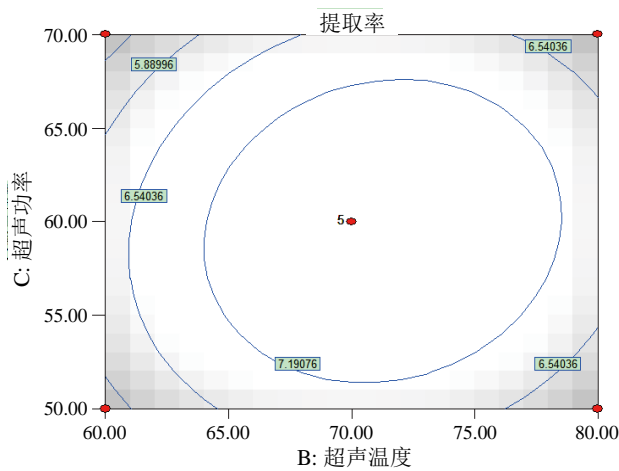
结合回归模型的数学分析可知，杨梅渣可溶性膳食纤维提取工艺参数为：超声时间是 20.48 min，超声温度是 71.10℃，超声功率 59.57 W，在此最佳工艺条件下膳食纤维的提取率为 8.34391。为检验 RSM 法的可靠性，采用上述最佳反应条件做膳食纤维的提取试验。考虑到实际操作便利，将最佳合成条件修正为超声时间 20.5 min，超声温度是 71℃，超声功率 60 W，



(a)

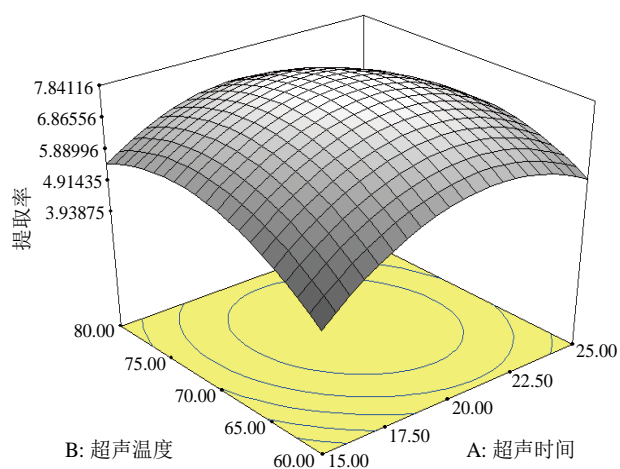


(b)

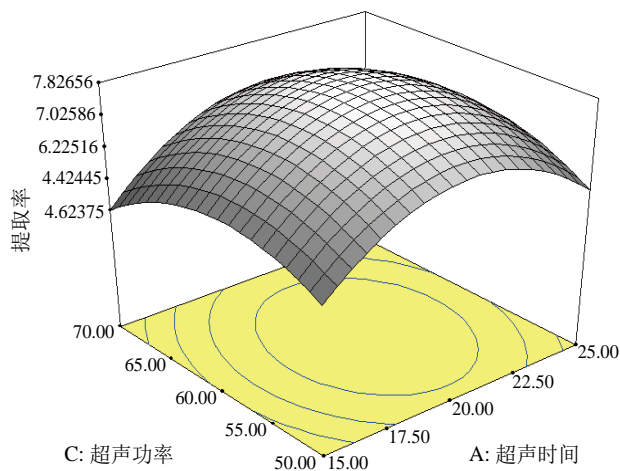


(c)

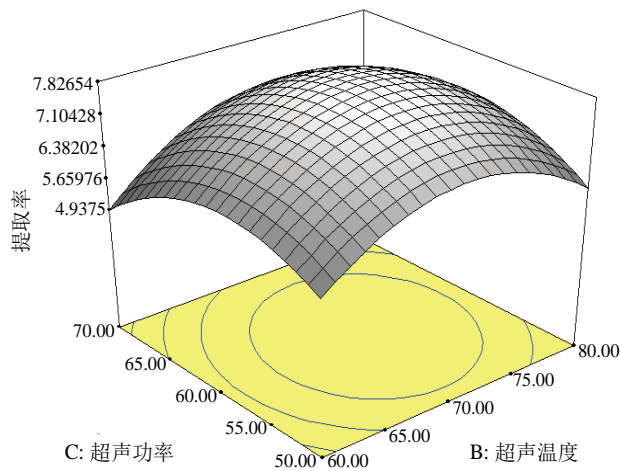
Figure 4. Contour plots showing the predicted values of yield of Bayberry Pomace SDF: effect of ultrasonic time and ultrasonic temperature (a), ultrasonic time and ultrasonic power (b), ultrasonic temperature and ultrasonic power (c), on yield of Bayberry Pomace SDF. Other variables are held at constant level
图 4. 两因素交互作用影响膳食纤维提取率的等高线图: (a) 超声时间和超声温度; (b) 超声时间和超声功率; (c) 超声温度和超声功率



(a)



(b)



(c)

Figure 5. Response surface plots showing the predicted values of yield of Bayberry Pomace SDF: effect of ultrasonic time and ultrasonic temperature (a), ultrasonic time and ultrasonic power (b), ultrasonic temperature and ultrasonic power (c), on yield of Bayberry Pomace SDF. Other variables are held at constant level
图 5. 两因素交互作用影响膳食纤维提取率的响应面图: (a) 超声时间和超声温度; (b) 超声时间和超声功率; (c) 超声温度和超声功率

在此条件下进行 3 次验证实验,测得的平均酯化率为 8.38%,与理论预测值基本相符,这说明回归方程能够真实地反映各因素对提取率的影响。

3.5. 超声波辅助提取与普通提取法的比较

采用超声波辅助提取法和普通提取法按照各自的工艺条件提取 SDF,结果见表 4。由表 4 可知,在相同的料液比、提取时间及提取温度下,超声波辅助提取法得到的 SDF 含量比普通提取法提高了 72%。超声波促进了杨梅渣中 SDF 溶解和扩散,从而使 SDF 得率大幅度提高,且超声波所需的能量并不高,因此,该研究具有工业可行性。实验所得结果是小批量生产下的实验结果,由于存在放大效应,相应放大的参数还需在此基础上重新优化,另外,放大后超声波性能对最终的工业应用也起着决定性影响。

3.6. 水溶性膳食纤维(SDF)的理化性质

由表 5 可知,在溶解性的试验中,膳食纤维在蒸馏水中几乎全部溶解,但在乙醇、丙酮、正丁醇中却几乎不溶。由此说明膳食纤维溶于水,但不溶于乙醇等有机溶剂。

膳食纤维不能被人类胃肠道消化酶消化。其主要生理功能为促进肠道蠕动,加速粪便排泄,使吸附的有害物质很快排出体外。因此吸水力、持油力及膨胀力是衡量膳食纤维吸附功能的常用指标。所得的杨梅渣膳食纤维的持水力(3.51~4.16 g 水/g DW),根据文献^[15],其持水力明显高于其他水果。杨梅渣膳食纤维的持油力(2.43~2.62 g 油/g DW)也好于其它水果副产品。杨梅渣膳食纤维的膨胀力(7.84~8.30 mL 水/g DW)介于其它果渣的报道值(6.11~9.19 mL 水/g)之间^[16]。上述结果表明,杨梅渣具有较好的吸附能力,其是一种较好的膳食纤维补充剂的来源。

Table 4. Comparison of ultrasound-assisted extraction and traditional extraction

表 4. 超声波辅助提取与普通提取法的效果比较

提取方法	料液比 (g/mL)	提取时间 (min)	提取温度 (°C)	提取功率(W)	SDF 提取率(%)
超声波辅助提取法	1:35	20.5	71	60	8.4
普通提取法	1:35	20.5	71	-	5.6

Table 5. The solubility of soluble dietary fiber

表 5. 膳食纤维的溶解性

项目	溶解性			
	蒸馏水	乙醇	丙酮	正丁醇
SDF 样品	+	-	-	-

4. 结论

超声波辅助提取杨梅渣中水溶性膳食纤维的最佳工艺条件为:提取时间 20.5 min,提取温度 70°C,提取功率 60 W, SDF 平均提取率为 8.4%,与模型预测值基本相符。此外,在相同的料液比及提取时间条件下,超声波辅助提取法得到的 SDF 提取率较普通提取法高。因此,超声波辅助提取法是一种快速经济实用的提取杨梅渣膳食纤维的新型工艺方法。

参考文献 (References)

- [1] 郑建仙. 功能性食品(第一卷)[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999: 180-187.
- [2] 刘静. 膳食纤维的生理功能及其在食品工业中的应用[J]. 内蒙古科技与经济, 2007, 26(5): 54-55.
- [3] 卢宏科, 王琴, 区子弁等. 膳食纤维的功能与应用[J]. 广东农业科学, 2007, 108(4): 67-69.
- [4] 宋欢, 石文娟, 孟祥燕等. 膳食纤维抗肿瘤作用研究[J]. 粮食与油脂, 2006, 19(5): 46-48.
- [5] 田志刚, 王勇, 马玉霞. 膳食纤维的生理功能及其在食品中的应用[J]. 农产品加工(学刊), 2007, 6(9): 94-95.
- [6] 曾顺德, 张迎君, 漆巨容. 膳食纤维开发利用现状[J]. 西南园艺, 2005, 33(B5): 99-101.
- [7] 潘雪峰, 杨明非, 赵长全. 柚皮提取膳食纤维[J]. 东北林业大学学报, 2005, 49(2): 110-111.
- [8] M. A. Rostagno, M. Palma and C. G. Barroso. Ultrasound-assisted extraction of soy isoflavones. Journal of Chromatography A, 2003, 1012: 119-128.
- [9] Z. Hromádková, A. Ebringerová. Ultrasonic extraction of plant materials investigation of hemicellulose release from buckwheat hulls. Ultrasonics Sonochemistry, 2003, 10(3): 127-133.
- [10] A. Tor, M. E. Aydin and S. Özcan. Ultrasonic solvent extraction of pesticides from soil. Analytica Chimica Acta, 2006, 559(2): 173-180.
- [11] 杨雪. 超声波法提取玉米皮中水溶性膳食纤维的工艺研究[J]. 农产品加工(学刊), 2008, 7(11): 68-70.
- [12] A. Femenia, C. Lefebvre, Y. Thebaudin, et al. Physical and sensory properties of model foods supplemented with cauliflower fiber. Journal of Food Science, 1997, 62(4): 635-639.
- [13] 安金双, 王迪, 马士淇等. 响应面法优化灰树花中多糖超声波提取工艺的研究[J]. 食品研究与开发, 2008, 29(6): 11-15.
- [14] 王允祥, 吕凤霞, 陆兆新. 杯伞发酵培养基的响应曲面法优化研究[J]. 南京农业大学学报, 2004, 27(3): 89-94.
- [15] 周劲桓, 成纪子, 叶兴乾. 杨梅渣抗氧化活性及其膳食纤维功能特性研究[J]. 中国食品学报, 2009, 1(9): 52-58.
- [16] M. P. Kahkonen, A. I. Hopia and M. Heinonen. Berry phenolics and their antioxidant activity. Journal of Agricultural Food Chemistry, 2001, 49(8): 4076-4082.