

超声辅助酶法制备沙棘果渣膳食纤维及其功能特性研究

吕孟玲, 唐祯玥, 张雨松, 邵美丽*

(东北农业大学食品学院 哈尔滨 150030)

摘要 以沙棘果渣为原料,通过单因素和响应面试验对超声辅助酶法制备沙棘果渣膳食纤维工艺进行优化,比较总膳食纤维(TDF)、可溶性膳食纤维(SDF)、不溶性膳食纤维(IDF)的理化性质、结构特性及功能性质差异。结果表明:最佳提取条件为料液比 10:1 (mL/g)、pH 9.2、酶解温度 48 ℃、蛋白酶添加量 11.40%、超声功率 280 W、超声时间 40 min,此时 TDF 得率达 60.74%。结构特性方面,3 种膳食纤维存在糖类的红外特征吸收峰,微观结构存在较大差异。理化性质和功能性质方面,SDF 表现出更好的膨胀性(19.57 mL/g)、阳离子交换能力(0.50 mmol/g)和对 NO₂⁻、脱氧雪腐镰刀菌烯醇的吸附能力;IDF 和 TDF 表现出更好的持水性、持油性以及对丙烯酰胺和玉米赤霉烯酮的吸附能力。结论:沙棘果渣膳食纤维具有较好的理化、结构和功能特性,研究结果可为提高沙棘果渣利用率及膳食纤维功能研究提供参考。

关键词 沙棘果渣; 膳食纤维; 提取; 结构特性; 功能特性

文章编号 1009-7848(2023)09-0149-11 DOI: 10.16429/j.1009-7848.2023.09.016

沙棘果渣是沙棘果经榨汁后的副产物,仅有少量用于饲料行业,大部分直接丢弃,造成资源浪费及环境污染。沙棘果渣含有氨基酸、维生素、黄酮类化合物及膳食纤维等多种营养素^[1],目前研究主要集中于黄酮类、沙棘油及花青素等方面,而膳食纤维尚未被开发利用。膳食纤维被誉为人类第七大营养素^[2],具有极强的水合性质,可以增加人体饱腹感,控制食物的摄取,促进排便,能有效预防肥胖和便秘等健康问题;同时膳食纤维具有多种活性基团,可以吸附 NO₂⁻、丙烯酰胺等物质,减少食品加工中有毒、有害物质对人体的危害^[3-4]。

膳食纤维提取方法主要有水提法、化学提取法、酶提法等。水提法工艺简单,提取率低;化学法使用大量的强酸和强碱,对环境造成污染;酶提法虽然操作条件温和、节约能源、无污染,但是提取效率低^[5-6]。近年来超声波技术已成功应用于各种活性物质的提取工艺中。研究发现超声辅助提取不仅能够改变植物多糖微观形态,增加抗氧化能力^[7-8],改善胶原蛋白的溶解性,提高体外消化过程的酶解效率^[9],还能够增加膳食纤维的提取效率,改善膳食纤维的理化性能^[10]。

本研究采用超声辅助酶法提取沙棘果渣膳食

纤维,对提取工艺进行单因素和响应面优化,提高膳食纤维得率。对总膳食纤维、不溶性膳食纤维及可溶性膳食纤维进行理化性质、结构特性和功能性质分析,为深入研究沙棘果渣膳食纤维功能及资源再利用提供理论参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

沙棘(品种:深秋红),黑龙江牡丹江;碱性蛋白酶,北京奥博星生物科技有限公司;丙烯酰胺,美国 Amresco 公司;玉米赤霉烯酮,大连美伦生物技术有限公司;脱氧雪腐镰刀菌烯醇,阿拉丁生化科技股份有限公司;无水乙醇、石油醚等均为国产分析纯。

1.2 设备与仪器

小型高速多功能粉碎机,浙江永康市红太阳机电有限公司;KQ-400KDB 数控超声波清洗器,昆山市超声仪器有限公司;S-3400N 扫描电子显微镜,日本日立;1260II Prime 高效液相色谱仪,美国安捷伦公司。

1.3 方法

1.3.1 沙棘果渣基本成分的测定 分别参照 GB 5009.3-2010《食品安全国家标准 食品中水分的测定》、GB 5009.4-2010《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》、GB 5009.5-2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》、GB 5009.6-2016《食

收稿日期: 2022-09-08

第一作者: 吕孟玲,女,硕士生

通信作者: 邵美丽 E-mail: shml0915@163.com

品安全国家标准《食品中脂肪的测定》、GB 5009.88-2014《食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》对沙棘果渣基本成分进行测定。

1.3.2 沙棘果渣膳食纤维制备

1.3.2.1 沙棘果渣预处理 将沙棘果渣置于60℃热风干燥箱中干燥24 h后,去除其中的沙棘籽等杂质,采用小型粉碎机粉碎,过60目筛得到粉末样品,称取定量的粉末样品用索式抽提装置脱脂8 h后干燥备用。

1.3.2.2 沙棘果渣膳食纤维制备工艺 称取一定量的脱脂沙棘果渣样品于烧杯中,设置不同的提取工艺参数(料液比、pH值、酶解温度、碱性蛋白酶添加量、超声功率和超声时间)进行膳食纤维提取,提取结束后,于100℃水浴中保温15 min。将提取液离心,然后分别用70℃去离子水、78%、95%乙醇清洗沉淀1次,得到沙棘果渣不溶性膳食纤维(IDF);同时向上清液中加入4倍体积的95%乙醇,4℃下醇沉4 h,收集沉淀,用78%、95%

乙醇各洗涤1次,即得到沙棘果渣可溶性膳食纤维(SDF),将IDF和SDF于60℃下烘干至恒重。IDF和SDF的总和为沙棘果渣总膳食纤维(TDF)。TDF得率按如下公式(1)计算:

$$\text{沙棘果渣 TDF 得率(以干基计, \%)} = \frac{\text{提取的 TDF 质量(g)}}{\text{沙棘果渣质量(g)}} \times 100\% \quad (1)$$

1.3.2.3 单因素试验 本试验以液料比[10:1~30:1 (mL/g)]、pH(7.0~11.0)、酶解温度(40~60℃)、碱性蛋白酶添加量(7%~15%)、超声功率(0~400 W)以及超声时间(10~50 min)进行单因素单验,考察各因素对TDF得率的影响。

1.3.2.4 响应面试验 根据单因素试验结果分析,按照Box-Behnken中心组合试验设计原理,以液料比(A)、pH值(B)、酶解温度(C)、碱性蛋白酶添加量(D)为自变量,以TDF得率为响应值,采用四因素三水平的响应面分析方法优化酶解条件。试验因素水平设计见表1。

表1 Box-Behnken设计试验因素水平及编码

Table 1 Four factors, levels and codes of Box-Behnken design

编码水平	A(液料比/mL·g ⁻¹)	B(pH值)	C(酶解温度/℃)	D(碱性蛋白酶添加量/%)
-1	10	8.0	40	9
0	15	9.0	45	11
1	20	10.0	50	13

1.3.3 理化性质 持水力、持油力、膨胀力参考Li等^[11]的方法测定;阳离子交换能力参考Qi等^[12]方法测定。

1.3.4 结构特性

1.3.4.1 扫描电镜 将待扫描的IDF、SDF及TDF样品经干燥处理后置于载物台上,表面喷金处理。通过扫描电镜观察待测样品微观形态。

1.3.4.2 傅里叶红外光谱 IDF、SDF及TDF样品用KBr压片法制样后,采用红外光谱仪测定纤维中基团的种类,波数测定范围400~4 000 cm⁻¹。

1.3.5 吸附特性

1.3.5.1 丙烯酸酯吸附能力的测定 参考Shen等^[13]的方法,稍作修改。将5.0 mg沙棘果渣膳食纤维加入到10 mL 50 μg/mL丙烯酸酯中,调节pH值,37℃,120 r/min避光振荡5 h,离心,用高效液

相色谱法测定上清中丙烯酸酯。以未加入膳食纤维的丙烯酸酯为空白对照组。丙烯酸酯吸附能力按照式(2)计算。

$$\text{丙烯酸酯吸附能力}(\mu\text{mol/g}) = \frac{(c_0 - c_e)V}{m} \quad (2)$$

式中: c_0 ——对照组丙烯酸酯浓度,μmol/L; c_e ——吸附平衡时丙烯酸酯浓度,μmol/L; V ——丙烯酸酯溶液体积,L; m ——样品质量,g。

1.3.5.2 NO₂⁻吸附能力的测定 参考Zhang等^[14]测定方法。称取0.1 g沙棘果渣膳食纤维加入到20 mL 100 μmol/L的亚硝酸钠中,调节pH值至2.0或7.0,120 r/min,37℃恒温振荡2 h,离心,参照GB 5009.33-2016《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》测定上清液中NO₂⁻含量。以未加入膳食纤维的亚硝酸钠为空白对照组。

NO₂⁻吸附能力按照式(3)计算。

$$\text{NO}_2\text{吸附能力}(\mu\text{mol/g}) = \frac{(c_0 - c_e)V}{m} \quad (3)$$

式中: c_0 ——对照组 NO₂⁻浓度, $\mu\text{mol/L}$; c_e ——吸附平衡时 NO₂⁻浓度, $\mu\text{mol/L}$; V ——NO₂⁻溶液体积, L; m ——样品质量, g。

1.3.5.3 玉米赤霉烯酮吸附能力的测定 参考 Sun 等^[15]的测定方法, 在 10 mL 棕色离心管加入 4.0 mg 沙棘果渣膳食纤维, 然后加入 2 mL 2 $\mu\text{g/mL}$ 玉米赤霉烯酮, 调节 pH 值至 2.0 或 6.8, 37 $^{\circ}\text{C}$, 180 r/min 振荡 5 h, 离心, 用高效液相色谱法测定上清液玉米赤霉烯酮含量。以未加入膳食纤维的玉米赤霉烯酮为空白对照组。玉米赤霉烯酮吸附能力按照式(4)计算。

$$\text{玉米赤霉烯酮吸附能力}(\mu\text{g/g}) = \frac{(c_0 - c_e)V}{m} \quad (4)$$

式中: c_0 ——对照组玉米赤霉烯酮质量浓度, $\mu\text{g/L}$; c_e ——吸附平衡时玉米赤霉烯酮质量浓度, $\mu\text{g/L}$; V ——玉米赤霉烯酮溶液体积, L; m ——样品质量, g。

1.3.5.4 脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附能力的测定 参考 Zhang 等^[16]的测定方法, 稍作修改。称取 4.0 mg 沙棘果渣膳食纤维于 10 mL 棕色离心管中, 加入 2 mL 10 $\mu\text{g/mL}$ 脱氧雪腐镰刀菌烯醇, 调节 pH

值至 2.0 或 6.8, 180 r/min, 37 $^{\circ}\text{C}$ 振荡 5 h, 用高效液相色谱仪测定上清液中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量。以未加入膳食纤维的脱氧雪腐镰刀菌烯醇为空白对照组。脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附能力按照式(5)计算。

$$\text{脱氧雪腐镰刀菌烯醇吸附能力}(\mu\text{mol/g}) = \frac{(c_0 - c_e)V}{m} \quad (5)$$

式中: c_0 ——对照组脱氧雪腐镰刀菌烯醇浓度, $\mu\text{mol/L}$; c_e ——吸附平衡时脱氧雪腐镰刀菌烯醇浓度, $\mu\text{mol/L}$; V ——脱氧雪腐镰刀菌烯醇溶液体积, L; m ——样品质量, g。

1.4 数据分析

所有测定均重复 3 次, 结果用平均数 \pm 方差 ($x \pm s$) 表示。采用 Statistix 8.1 和 Origin 2019 对数据进行分析处理, $P < 0.05$ 为差异显著。

2 结果

2.1 沙棘果渣基本成分分析

由表 2 可知, 沙棘果渣基本成分中含量最多的是总膳食纤维, 质量分数占比 47.16%, 可用作提取膳食纤维的原料。此外, 沙棘果渣中蛋白质、脂肪含量较多, 需要进行脱脂和除蛋白处理, 增加沙棘果渣膳食纤维纯度。

表 2 沙棘果渣基本成分质量分数(%)

Table 2 Mass fraction of basic components of sea-buckthorn pomace (%)

样品	水分	脂肪	蛋白质	可溶性膳食纤维	不溶性膳食纤维	总膳食纤维	灰分
沙棘果渣	4.33 \pm 0.08	17.83 \pm 0.07	23.61 \pm 0.54	12.37 \pm 0.06	34.78 \pm 0.20	47.16 \pm 0.15	1.58 \pm 0.09

2.2 沙棘果渣膳食纤维提取条件的优化

2.2.1 单因素实验

2.2.1.1 液料比对 TDF 得率的影响 如图 1 所示, 随着液料比的增加, TDF 得率呈下降趋势, 这是因为沙棘果渣中 TDF 含量有限, 当 TDF 在水中达到平衡后, 随液料比增加, 可能使其水解, 从而使 TDF 得率降低^[17]。液料比过高, 后续提取需要大量乙醇增加生产成本, 因此选定液料比 10:1, 15:1, 20:1 进行后续试验。

2.2.1.2 pH 值对 TDF 得率的影响 如图 2 所示,

在 pH 7.0~11.0 范围内, TDF 得率先随着 pH 值的增大而逐渐增加; 至 pH 9.0 时, TDF 得率达到最大值; 随着 pH 值的继续增大, TDF 得率开始降低。分析可能是 pH 9.0 最接近碱性蛋白酶的最适 pH 值。因此, 选定 pH 8.0、pH 9.0、pH 10.0 进行后续试验。

2.2.1.3 酶解温度对 TDF 得率的影响 如图 3 所示, 在 40~60 $^{\circ}\text{C}$ 范围内, TDF 得率随着温度增加, 先增加后降低。45 $^{\circ}\text{C}$ 时, TDF 得率最高, 此时为酶的最适温度; 当温度继续升高时, 蛋白酶活性降

低,使 TDF 得率下降。因此在后续试验中选定 40, 45, 50 ℃。

2.2.1.4 碱性蛋白酶添加量对 TDF 得率的影响

如图 4 所示,在 7%~15%范围,TDF 得率随着酶添加量增加,呈现先增加后降低的趋势。这是因为酶

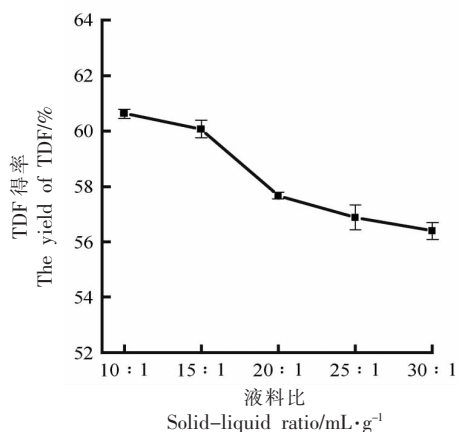


图 1 不同液料比对 TDF 得率的影响

Fig.1 Effect of different solid-liquid ratio on the yield of TDF

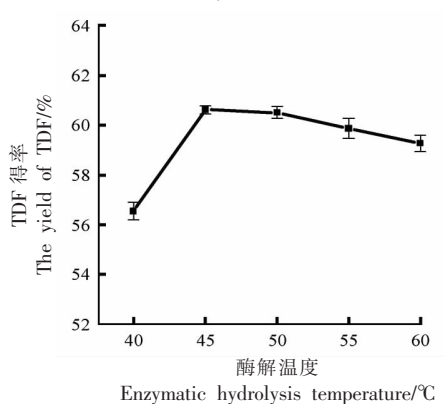


图 3 不同酶解温度对 TDF 得率的影响

Fig.3 Effect of different temperature on the yield of TDF

2.2.1.5 超声功率对 TDF 得率的影响 如图 5 所示,超声辅助法的 TDF 得率显著高于无超声辅助时的 TDF 得率 ($P < 0.05$)。在 240~400 W 范围内, TDF 得率随着功率增加,呈现先增长后降低趋势,但各组之间差异不显著 ($P > 0.05$),因此后续未将超声功率进一步优化,选定 280 W 为后续试验的最优功率。

2.2.1.6 超声时间对 TDF 得率的影响 如图 6 所示,随着超声时间的延长,TDF 得率呈先增加后降

添加量的不断增多,导致更多的蛋白质被酶解,进而释放出更多的 TDF;而当蛋白酶对样品已经达到饱和后,仍继续增加酶添加量时,会导致 TDF 得率有所降低^[18]。因此选定酶添加量 9%, 11%, 13%进行后续试验。

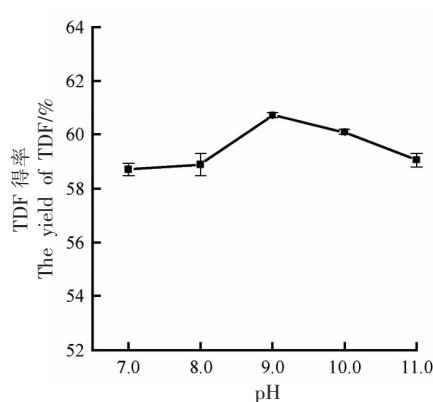


图 2 不同 pH 值对 TDF 得率的影响

Fig.2 Effect of different pH on the yield of TDF

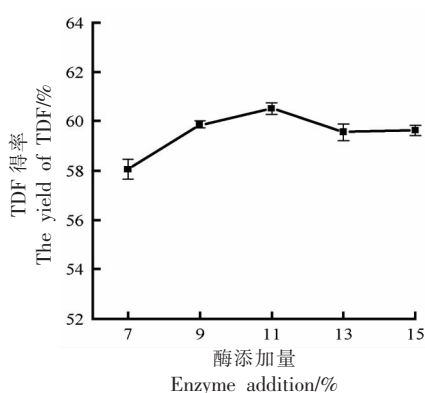


图 4 不同酶添加量对 TDF 得率的影响

Fig.4 Effect of different enzyme additions on the yield of TDF

低趋势,各组之间差异不显著 ($P > 0.05$)。后续试验对超声时间未作为进一步优化。在 40 min 时 TDF 得率最高,因此超声时间选定为 40 min。

2.2.2 响应面法优化

2.2.2.1 响应面优化结果 采用 Design-Expert.8.0.6 统计软件,对沙棘果渣膳食纤维提取进行 Box-Behnken 设计,试验结果见表 3。

将表 3 数据用 Design-Expert 8.0.6 软件进行拟合,得到如下回归方程:

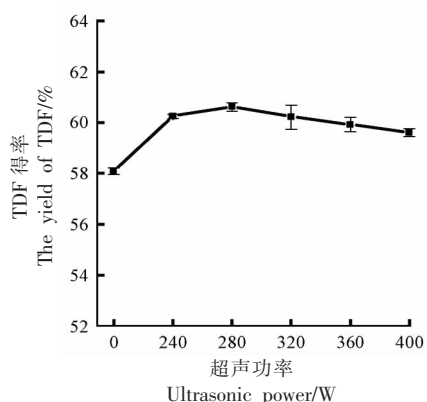


图 5 不同超声功率对 TDF 得率的影响

Fig.5 Effect of different ultrasonic power on the yield of TDF

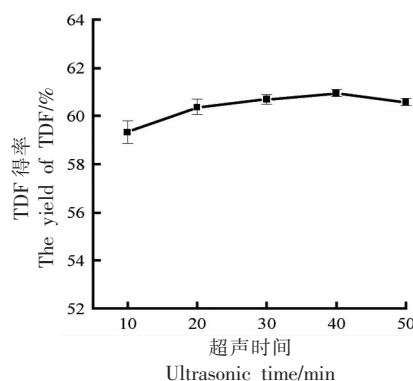


图 6 不同超声时间对 TDF 得率的影响

Fig.6 Effect of different ultrasonic time on the yield of TDF

表 3 响应面分析结果

Table 3 The results of response surface analysis

试验号	A(液料比/mL·g ⁻¹)	B(pH值)	C(温度/℃)	D(碱性蛋白酶添加量/%)	总膳食纤维得率/%	试验号	A(液料比/mL·g ⁻¹)	B(pH值)	C(温度/℃)	D(碱性蛋白酶添加量/%)	总膳食纤维得率/%
1	0	1	0	1	55.79	16	-1	0	-1	0	58.44
2	0	1	0	-1	56.65	17	0	0	1	1	58.36
3	-1	0	1	0	59.70	18	0	0	0	0	59.33
4	0	0	1	-1	55.94	19	0	-1	0	1	58.01
5	0	-1	1	0	56.71	20	-1	1	0	0	59.65
6	-1	0	0	1	60.64	21	0	0	0	0	58.44
7	0	-1	0	-1	55.79	22	1	0	1	0	54.89
8	1	-1	0	0	56.01	23	0	0	0	0	58.59
9	0	1	-1	0	55.88	24	0	0	0	0	59.33
10	1	1	0	0	54.05	25	1	0	0	1	56.61
11	0	0	0	0	58.96	26	1	0	-1	0	56.25
12	0	0	-1	1	56.63	27	0	0	-1	-1	57.50
13	-1	-1	0	0	59.42	28	0	1	1	0	57.73
14	-1	0	0	-1	59.85	29	0	-1	-1	0	57.60
15	1	0	0	-1	53.82						

$Y = 58.93 - 2.17A - 0.32B + 0.086C + 0.54D - 0.55AB - 0.66AC + 0.50AD + 0.68BC - 0.77BD + 0.82CD - 0.46A^2 - 1.22B^2 - 0.92C^2 - 0.93D^2$ 。该方程二次项系数均为负,说明该方程存在最大值。

2.2.2.2 回归模型建立与讨论 回归模型方差分析见表 4,整体模型极显著 ($P < 0.001$),且失拟项 $P > 0.05$, $R^2 = 0.9602$,表明模型拟合程度好。变异系

数 $C.V\% = 0.89 < 10$, R_{Adj}^2 为 0.9204,说明试验可靠性强、准确度高,TDF 得率可以用该模型进行分析和预测。模型一次项 A、D,二次项 B^2 、 C^2 、 D^2 及交互项 BD、CD 对 TDF 得率影响差异极显著 ($P < 0.05$, $P < 0.01$);一次项 B,二次项 A^2 及交互项 AB、AC、BC 对 TDF 得率影响差异显著 ($0.01 < P < 0.05$);该模型对于 TDF 得率的预测值和实际值拟合度很

表4 响应面试验方差分析

Table 4 Variance analysis of response surface method

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	87.56	14	6.25	24.11	<0.0001	**
A(液料比)	56.64	1	56.64	218.35	<0.0001	**
B(pH值)	1.20	1	1.20	4.61	0.0497	*
C(酶解温度)	0.088	1	0.088	0.34	0.5686	
D(酶添加量)	3.51	1	3.51	13.53	0.0025	**
AB	1.20	1	1.20	4.62	0.0495	*
AC	1.72	1	1.72	6.62	0.0221	*
AD	1.00	1	1.00	3.86	0.0698	
BC	1.88	1	1.88	7.24	0.0176	*
BD	2.37	1	2.37	9.14	0.0091	**
CD	2.71	1	2.71	10.43	0.0060	**
A ²	1.39	1	1.39	5.34	0.0366	*
B ²	9.61	1	9.61	37.04	<0.0001	**
C ²	5.55	1	5.55	21.38	0.0004	**
D ²	5.61	1	5.61	21.61	0.0004	**
残差	3.63	14	0.26			
失拟项	2.95	10	0.30	1.75	0.3111	不显著
误差	0.68	4	0.17			
总和	91.19	28				

$R^2 = 0.9602$ $R_{Adj}^2 = 0.9204$ Adeq Precisor=17.041 C.V.%=0.89

注:** 差异极显著(P<0.01);* 差异显著(P<0.05)。

好,可以用其确定最佳提取条件。由F值可知,影响TDF得率的主次因素为A>D>B>C。

2.2.2.3 响应面分析 各交互项对TDF得率的影响结果如图7所示,从3D模型图来看,随着酶添

加量、pH值、酶解温度的增加,TDF得率先增加后减小,这与单因素结果一致。等高线的疏密程度和形状可以反映各因素之间的相互作用^[19]。AB等高线为椭圆形,说明液料比和pH值交互作用显著;

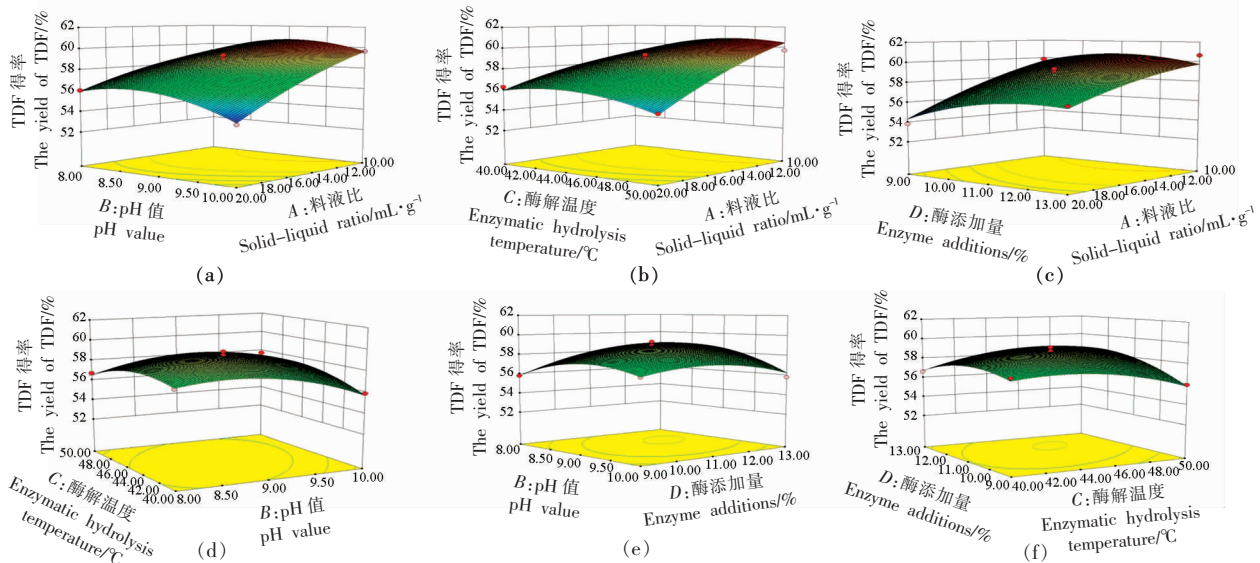


图7 交互作用的响应面图

Fig.7 Response surface plots

从 AC 等高线图可知,液料比对 TDF 得率的影响大于温度;BD、CD 等高线图分析可知,酶添加量对 TDF 得率的影响大于温度和 pH 值;BC 等高线沿着 pH 值方向相对密集,说明 pH 值对 TDF 得率影响更大。

2.2.2.4 确定最优条件及验证试验 通过模型分析,确定最优工艺条件为:液料比 10:1 (mL/g), pH 9.19, 温度 47.77 °C, 碱性蛋白酶添加量 11.38%。此条件下 TDF 得率为 60.87%。为了验证模型分析的准确性,综合单因素结果,选取料液比 10:1 (mL/g), pH 9.2, 温度 48 °C, 碱性蛋白酶添加量 11.40%, 超声功率 280 W, 超声时间 40 min,

进行验证试验,重复 3 次,所得沙棘果渣 TDF 得率为 $(60.74 \pm 0.33)\%$, 与理论预测值相近,该模型具有重现性、可行性。

2.3 理化性质测定结果

持水性、持油性和膨胀性是衡量膳食纤维生理功能的重要因素。由表 5 可知,沙棘果渣 IDF 的持水性和持油性优于 IDF 和 TDF, 有研究表明这与颗粒和比表面积大小有关^[20];SDF 的膨胀性显著优于 IDF 和 TDF ($P < 0.05$), 原因可能是 SDF 和水形成了凝胶态^[21];3 种膳食纤维阳离子交换能力大小依次为:SDF>TDF>IDF, 分析原因可能与 SDF 粒径小,可暴露更多的活性基团有关^[22]。

表 5 沙棘果渣膳食纤维理化性质

Table 5 Physicochemical properties of dietary fibers from sea-buckthorn pomace

膳食纤维种类	持水性/ $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	持油性/ $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	膨胀性/ $\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$	阳离子交换力/ $\text{mmol} \cdot \text{g}^{-1}$
SDF	7.36 ± 0.19^c	1.77 ± 0.10^b	19.57 ± 0.58^a	0.50 ± 0.04^a
IDF	8.98 ± 0.12^a	3.53 ± 0.07^a	7.56 ± 0.07^c	0.27 ± 0.01^c
TDF	7.95 ± 0.14^b	3.40 ± 0.34^a	15.13 ± 0.58^b	0.37 ± 0.00^b

注:同列小写字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$), 下同。

2.4 结构分析

2.4.1 扫描电镜 如图 8 所示,SDF、IDF、TDF 结构差异较大,SDF 的粒径较小、质地紧密、表面附着较多的颗粒;IDF 表面具有明显的片层结构,表

面褶皱较多,同时具有一定的孔洞;TDF 块状较大,形状不规则,表面褶皱较多,结构相对蓬松,同时有小团块出现。

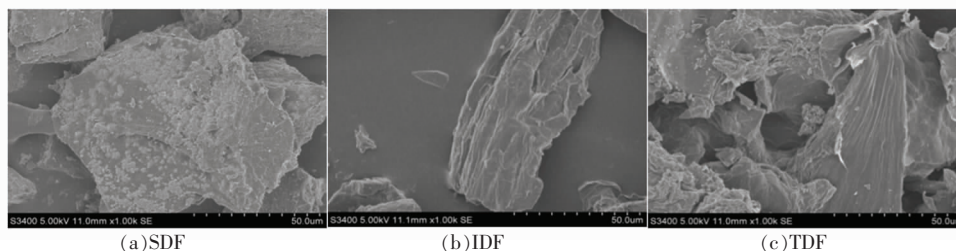


图 8 沙棘果渣膳食纤维微观结构

Fig.8 The micro-structure of dietary fibers from sea-buckthorn pomace

2.4.2 傅里叶红外光谱分析 3 种膳食纤维的红外光谱均具有多种典型的多糖特征吸收峰 (图 9),符合膳食纤维的红外基本结构。在 3436 cm^{-1} 和 2930 cm^{-1} 附近出现的吸收峰是纤维素、半纤维素分子间或分子内-OH 和甲基或亚甲基上 C-H 的收缩振动所致,SDF 在波数 3436 cm^{-1} 处吸收谱带相对较宽,说明 SDF 分子间氢键相互作用较

强^[23]。 1739 cm^{-1} 和 1614 cm^{-1} 左右的吸收峰是半纤维素 C=O 收缩振动产生,说明样品中存在半乳糖醛酸^[24]; 1244 cm^{-1} 处的尖峰是木质素强组分的特征性弯曲或拉伸导致的; 1017 cm^{-1} 附近的吸收峰是纤维素和半纤维素的醚键 C-O-C 和 C-O-H 中的 O-H 变形振动峰所致^[25]; 617 cm^{-1} 处是糖分子中 β 型 C-H 直立键的变角振动产生的^[26]。

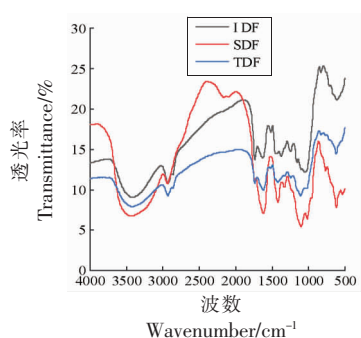


图9 沙棘果渣膳食纤维红外光谱图

Fig.9 The infrared spectrum of dietary fibers from sea-buckthorn pomace

2.5 膳食纤维吸附能力

丙烯酸胺、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、 NO_2^- 及玉米赤霉烯酮均为食源性污染物,具有潜在的健康危害。而利用吸附剂进行体内吸附,可有效抑制危害物的吸收,减缓其体内毒性。本试验结果表明,沙棘果渣膳食纤维对以上4种危害物均具有一定的

吸附能力。

由表6可知,pH 2.0(胃环境)时膳食纤维对丙烯酸胺、脱氧雪腐镰刀菌烯醇和 NO_2^- 的吸附能力显著高于pH 7.0(肠环境),这与阮传英等^[27]、Horke等^[28]和王志宏等^[29]研究结果一致,说明膳食纤维对这3种危害物的吸附主要发生在胃部。分析原因可能是酸性环境有利于膳食纤维吸附这3种危害物^[30]。但膳食纤维对玉米赤霉烯酮在肠环境的吸附优于胃环境,这可能是由于中性环境对玉米赤霉烯酮具有一定的破坏作用^[31]。

在相同pH值情况下,不同种类膳食纤维对4种毒素的吸附能力也有明显差异。其中,IDF对丙烯酸胺和玉米赤霉烯酮的吸附能力显著优于SDF($P<0.05$),这可能与IDF的片层结构有关^[32];而SDF对 NO_2^- 和脱氧雪腐镰刀菌烯醇的吸附能力显著优于IDF($P<0.05$),可能是因为SDF的粒径小,增加了分子间的吸引力所致^[33]。

表6 沙棘果渣膳食纤维吸附性能力

Table 6 Adsorption capacity of dietary fibers from sea-buckthorn pomace

样品	丙烯酸胺/ $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$		$\text{NO}_2^-/\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$		玉米赤霉烯酮/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$		脱氧雪腐镰刀菌烯醇/ $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$	
	pH=2.0	pH=7.0	pH=2.0	pH=7.0	pH=2	pH=6.8	pH=2	pH=6.8
SDF	14.66 ± 0.42 ^c	8.76 ± 1.88 ^b	17.45 ± 0.06 ^a	2.75 ± 0.29 ^a	13.67 ± 0.98 ^c	20.57 ± 1.82 ^b	1.26 ± 0.02 ^a	0.70 ± 0.00 ^a
	42.48 ± 4.79 ^a	22.56 ± 1.13 ^a	12.35 ± 0.26 ^b	1.19 ± 0.15 ^b	21.70 ± 2.86 ^a	22.86 ± 0.25 ^a	1.01 ± 0.08 ^b	0.25 ± 0.33 ^c
IDF	31.71 ± 1.25 ^b	20.80 ± 1.86 ^a	17.42 ± 0.23 ^a	1.59 ± 0.06 ^b	17.11 ± 0.59 ^b	21.80 ± 2.63 ^a	1.18 ± 0.00 ^a	0.30 ± 0.02 ^b

3 结论

本研究优化超声辅助酶解法提取沙棘果渣膳食纤维的最佳工艺条件是:液料比10:1(mL/g)、pH 9.2、温度48℃、蛋白酶添加量11.40%、超声功率280W、超声时间40min。此条件下TDF得率为60.74%。3种膳食纤维(TDF、IDF和SDF)具有相似的糖类红外特征吸收峰,而在微观结构、理化性质和功能性质方面存在一定差异。SDF粒径较小、质地紧密、表面附着较多的颗粒,有更好的膨胀性、阳离子交换能力和对 NO_2^- 、脱氧雪腐镰刀菌烯醇的吸附能力;IDF具有明显的片层结构,表面褶皱较多,表现出更好的持水性、持油性和对丙烯酸

胺和玉米赤霉烯酮的吸附能力;TDF块状较大,形状不规则,表面褶皱较多,结构相对蓬松,同时有小团块形成,由于IDF是TDF的主要成分,因此TDF具有和IDF相似的理化性质和功能性质。该研究结果可为沙棘果渣废弃资源综合利用和沙棘果渣膳食纤维功能研究提供理论依据。

参 考 文 献

- [1] CIESAROVA Z, MURKOVIC M, CEJPEK K, et al. Why is sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) so exceptional? A review[J]. Food Research Interna-

- tional, 2020, 133(7): 109170.1–109170.18.
- [2] GAN J P, XIE L, PENG G Y, et al. Systematic review on modification methods of dietary fiber[J]. Food Hydrocolloids, 2021, 119(9): 106872.
- [3] ZHUANG Z Q, CHEN M, NIU J H, et al. The manufacturing process of kiwifruit fruit powder with high dietary fiber and its laxative effect [J]. Molecules, 2019, 24(21): 3813.
- [4] WOO G H, SHHIBUTANI M, KUROIWA K, et al. Lack of preventive effects of dietary fibers or chlorophyllin against acrylamide toxicity in rats[J]. Food & Chemical Toxicology, 2007, 45(8): 1507–1515.
- [5] BAE I Y, JUN Y J, LEE S Y, et al. Characterization of apple dietary fibers influencing the *in vitro* starch digestibility of wheat flour gel[J]. LWT– Food Science and Technology, 2016, 65(1): 158–163.
- [6] LI C L, YU S Y, LU Y, et al. Study on extraction of dietary fiber from potato peel by acid–base chemical method [J]. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2019, 267(5): 052028.
- [7] ZHANG D Y, WAN Y, XU J Y, et al. Ultrasound extraction of polysaccharides from mulberry leaves and their effect on enhancing antioxidant activity[J]. Carbohydrate Polymers, 2016, 137(10): 473–479.
- [8] ZHU W L, XUE X P, ZHANG Z J. Ultrasonic–assisted extraction, structure and antitumor activity of polysaccharide from *Polygonum multiflorum*[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2016, 91(10): 132–142.
- [9] ZOU Y, XU P P, LI P P, et al. Effect of ultrasound pre–treatment on the characterization and properties of collagen extracted from soft–shelled turtle (*Pelodiscus sinensis*)[J]. LWT–Food Science & Technology, 2017, 82(9): 72–81.
- [10] 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(12): 321–330.
- [11] LI B, YANG W, NIE Y Y, et al. Effect of steam explosion on dietary fiber, polysaccharide, protein and physicochemical properties of okara [J]. Food Hydrocolloids, 2019, 94(9): 48–56.
- [12] QI J, YOKOYAMA W, MASAMBA K G, et al. Structural and physico–chemical properties of insoluble rice bran fiber: effect of acid–base induced modifications [J]. RSC Advances, 2015, 5(97): 79915–79923.
- [13] SHEN Y, ZHANG S J, LIU Q B, et al. Investigation on the interaction of acrylamide with soy protein isolate: Exploring the binding mechanism *in vitro*[J]. Journal of Food Science, 2021, 86(6): 2766–2777.
- [14] ZHANG F F, YI W R, CAO J, et al. Microstructure characteristics of tea seed dietary fibre and its effect on cholesterol, glucose and nitrite ion adsorption capacities *in vitro*: a comparison study among different modifications [J]. International Journal of Food Science & Technology, 2020, 55(4): 1781–1791.
- [15] SUN Z M, LIAN C, LI C Q, et al. Investigations on organo–montmorillonites modified by binary non-ionic/zwitterionic surfactant mixtures for simultaneous adsorption of aflatoxin B1 and zearalenone[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2020, 565(4): 11–22.
- [16] ZHANG Q, ZHANG Y L, LIU S S, et al. Adsorption of deoxynivalenol by pillared montmorillonite[J]. Food Chemistry, 2020, 343(1): 128391.
- [17] 卢忠英, 陈仕学, 鲁道旺, 等. 响应面法优化超声辅助法提取油茶枯非水溶性膳食纤维[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(21): 23–27, 62.
- LU Z Y, CHEN S X, LU D W, et al. Optimization of ultrasound assisted extraction of camellia insoluble dietary fiber by response surface method[J]. Food Research and Development, 2016, 37(21): 23–27, 62.
- [18] 吴非, 李钊, 周琪, 等. 超声波辅助水酶法提取米胚油及其成分分析[J]. 食品科学, 2020, 41(24): 233–241.
- WU F, LI Z, ZHOU Q, et al. Ultrasonic–assisted aqueous enzymatic extraction and chemical composition of rice germ oil[J]. Food Science, 2020, 41(24): 233–241.
- [19] 赖爱萍, 陆国权, 王颖. 超声波辅助酶法制备甘薯渣膳食纤维工艺研究 [J]. 中国粮油学报, 2015, 30(8): 99–104.
- LAI A P, LU G Q, WANG Y. Ultrasonic–assisted enzymatic extraction technology of dietary fiber from sweetpotato residue[J]. Journal of the Chinese Cereals

- and Oils Association, 2015, 30(8): 99–104.
- [20] GAN J P, HUANG Z Y, YU Q, et al. Microwave assisted extraction with three modifications on structural and functional properties of soluble dietary fibers from grapefruit peel[J]. *Food Hydrocolloids*, 2020, 101(4): 105549.
- [21] 魏国华. 香蕉果肉膳食纤维的制备、表征及对高脂喂养小鼠肠道菌群的影响研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2020.
WEI G H. Preparation and characterization of banana pulp dietary fiber and its effect on intestinal microorganisms in mice fed with high fat[D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2020.
- [22] ZHANG M Y, LIAO A M, THAKUR K, et al. Modification of wheat bran insoluble dietary fiber with carboxymethylation, complex enzymatic hydrolysis and ultrafine comminution[J]. *Food Chemistry*, 2018, 297(11): 124983.
- [23] ZHENG Y J, YAN L. Physicochemical and functional properties of coconut (*Cocos nucifera* L) cake dietary fibres; Effects of cellulase hydrolysis, acid treatment and particle size distribution[J]. *Food Chemistry*, 2018, 257(8): 135–142.
- [24] 万仁口, 李功景, 贺杨正, 等. 竹笋膳食纤维的结构特性及其功能性质[J]. *中国食品学报*, 2021, 21(5): 75–82.
WAN R K, LI G J, HE Y Z, et al. Structural and functional properties of dietary fiber from bamboo shoots[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2021, 21(5): 75–82.
- [25] ZHANG Y, QI J R, ZENG W Q, et al. Properties of dietary fiber from citrus obtained through alkaline hydrogen peroxide treatment and homogenization treatment[J]. *Food Chemistry*, 2020, 311(5): 125873.1–125873.8.
- [26] WANG H O, LIU S H, ZHOU X J, et al. Treatment with hydrogen peroxide improves the physicochemical properties of dietary fibers from Chinese yam peel[J]. *International Journal of Food Science & Technology*, 2019, 55(3): 1289–1297.
- [27] 阮传英, 涂宗财, 王辉, 等. 豆渣膳食纤维的体外吸附性能[J]. *食品科学*, 2014, 35(15): 109–112.
RUAN C Y, TU Z C, WANG H, et al. *In vitro* adsorption capacity of dietary fibers from soybean dregs[J]. *Food Science*, 2014, 35(15): 109–112.
- [28] HORKE P, VENUSOVA E, AULICHOVA T, et al. Usability of graphene oxide as a mycotoxin binder: *In vitro* study[J]. *PLoS One*, 2020, 15(9): e0239479.
- [29] 王志宏, 薛建斌, 平晓丽, 等. 陈皮膳食纤维对亚硝酸盐的吸附作用[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2012, 18(8): 4.
WANG Z H, XUE J B, PING X L, et al. Research on the absorption of pericarpium citri reticulatae dietary fiber on nitrite[J]. *Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae*, 2012, 18(8): 4.
- [30] HABERMEYER M, ROTH A, GUTH S, et al. Nitrate and nitrite in the diet: How to assess their benefit and risk for human health[J]. *Molecular Nutrition & Food Research*, 2015, 59(1): 106–128.
- [31] WANG G F, XU J, SUN Z M, et al. Surface functionalization of montmorillonite with chitosan and the role of surface properties on its adsorptive performance: A comparative study on mycotoxins adsorption[J]. *Langmuir*, 2020, 36(10): 2601–2611.
- [32] MAO J Q, LV G L, ZHOU R X. Effect of acid-treated and hexadecyltrimethylammonium bromide-modified montmorillonites on adsorption performance of mycotoxins [J]. *Environmental Science and Pollution Research*, 2020, 27(4): 4284–4293.
- [33] LUO X L, WANG Q, FANG D Y, et al. Modification of insoluble dietary fibers from bamboo shoot shell: Structural characterization and functional properties [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2018, 120(12): 1461–1467.

Studies on Extraction of Dietary Fiber from Sea-buckthorn Pomace by Ultrasonic Assisted Enzymatic Method and Its Functional Properties

Lü Mengling, Tang Zhenyue, Zhang Yusong, Shao Meili*

(College of Food Science, Northeast Agricultural University, Harbin 150030)

Abstract In this study, sea-buckthorn pomace was used as raw material, and the optimum process of ultrasonic assist-

ed enzymatic preparation of dietary fiber from sea-buckthorn pomace was determined by single factor and response surface methodology. The physical and chemical properties, structural properties and functional properties of total dietary fiber (TDF), soluble dietary fiber (SDF) and insoluble dietary fiber (IDF) were compared. The results showed that the optimum extraction conditions were as follows: solid-liquid ratio 10:1 (mL/g), pH 9.2, enzymatic hydrolysis temperature 48 °C, enzyme addition 11.40%, ultrasonic power 280 W and ultrasonic time 40 min. Under these conditions, the yield of TDF was 60.74%. In terms of structural characteristics, the three dietary fibers had infrared characteristic absorption peaks of sugars, and there were great differences in micro-structure. For physical and chemical properties and functional properties, SDF exhibited better swelling capacity (19.57 mL/g), cation exchange capacity (0.50 mmol/g) and adsorption capacity for NO₂⁻ and deoxynivalenol; IDF and TDF had better water holding capacity, oil holding capacity and adsorption capacity for acrylamide and zearalenone. In conclusion, the dietary fiber extracted from sea-buckthorn pomace had good physicochemical properties, structural properties and functional properties. This study will provide reference for improving the utilization rate of sea-buckthorn pomace and studying the function of dietary fiber from sea-buckthorn pomace.

Keywords sea-buckthorn pomace; dietary fiber; extraction; structural characteristics; functional properties