

沙果渣膳食纤维超高压处理条件优化及其微观结构表征

朱丹¹,朱立斌²,牛广财^{2,3*},苗欣月²,魏文毅^{2,3},王坤^{2,3}

¹黑龙江八一农垦大学生命科学技术学院;²黑龙江八一农垦大学食品学院;

³黑龙江省农产品加工工程技术研究中心,大庆 163319

摘要:为制备高品质的沙果渣膳食纤维,研究超高压处理对沙果渣中膳食纤维的影响。以沙果渣为原料,采用响应面法优化了超高压处理的料液比、压力和时间等条件,对优化后沙果渣膳食纤维的持水力、持油力、膨胀力和功能特性等理化性质进行了分析,并借助扫描电镜和红外光谱等方法分别对其微观结构与官能团进行表征。结果表明:最佳处理条件为处理压力 300 MPa,时间 15 min,料液比 1:19.30(g/mL),该条件下沙果渣膳食纤维的可溶性膳食纤维含量、持水力、持油力、膨胀力、阳离子交换能力、对胆固醇吸附量、吸附葡萄糖能力分别为 21.71%、7.81 g/g、8.03 g/g、7.20 mL/g、0.78 mmol/g、14.31 mg/g 和 8.20 mg/g,与未处理样品相比,均有了显著提高($P < 0.05$)。扫描电镜显示经超高压处理后的沙果渣膳食纤维样品与未经处理样品相比,呈现不规则形状,表面变得更加疏松多孔,网状及层状结构增多;红外光谱分析表明超高压处理后的沙果渣膳食纤维中有纤维素、半纤维素和木质素等的特征吸收峰。

关键词:沙果渣;膳食纤维;超高压处理;响应面法优化;结构表征

中图分类号:TS255.1

文献标识码:A

文章编号:1001-6880(2020)1-0118-09

DOI:10.16333/j.1001-6880.2020.1.017

Optimization on ultra high pressure processing conditions and microstructural characteristics of the dietary fiber from *Malus asiatica* Nakai residue

ZHU Dan¹, ZHU Li-bin², NIU Guang-cai^{2,3*}, MIAO Xin-yue², WEI Wen-yi^{2,3}, WANG Kun^{2,3}

¹College of Life Science and technology, Heilongjiang Bayi Agricultural University;

²Food College, Heilongjiang Bayi Agricultural University;

³Agri-Food Processing and Engineering Technology Research Center of Heilongjiang Province, Daqing 163319, China

Abstract: In order to prepare the high-quality dietary fiber, ultra high pressure (UHP) processing was used to study the effects on dietary fiber from *Malus asiatica* Nakai residue. These parameters such as ratio of solid to liquid, pressure and processing time were optimized by response surface methodology. The physical and chemical properties such as the water holding capacity (WHC), oil holding capacity (OHC), swelling capacity (SC) and functional properties of the dietary fiber processed by UHP were analyzed. And the microstructure and functional groups were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and infrared spectra. The results showed that the optimum preparation conditions were as follows: pressure was 300 MPa, processing time was 15 min and ratio of solid to liquid reached 1:19.30(g/mL). Under the optimum processing conditions, the SDF content, WHC, OHC, SC, cation exchanging capacity, cholesterol adsorption amount and glucose adsorption capacity of the dietary fiber processed by UHP were 21.71%, 7.81 g/g, 8.03 g/g, 7.20 mL/g, 0.78 mmol/g, 14.31 mg/g and 8.20 mg/g, respectively, compared with untreated samples, it had a significant improvement ($P < 0.05$). Meanwhile, the dietary fiber from *M. asiatica* residue processed by UHP was observed with SEM and showed that the microstructure was irregular shape, loose and porous surface with lattice-like and flake-like structure. The infrared spectra analysis showed that the characteristic absorption peaks of cellulose, hemicelluloses and lignin were found in the dietary fiber processed by UHP.

Key words: *Malus asiatica* Nakai residue; dietary fiber; ultra high pressure (UHP); response surface methodology optimization

收稿日期:2019-08-05 接收日期:2019-12-25

基金项目:黑龙江省大庆市科技计划(ZD-2016-153)

* 通信作者 E-mail:geniu@126.com

tion; microstructural characteristics

膳食纤维是指植物类食品中不被人体胃肠道消化酶消化,但能被人体胃肠道系统内定殖的部分微生物酵解或利用的,特指非淀粉性多糖类和木质素的总称。根据其溶解性的不同,一般分为可溶性膳食纤维(soluble dietary fiber, SDF)和不溶性膳食纤维(insoluble dietary fiber, IDF)^[1]。目前,制备膳食纤维食品的主要来源是各种农作物加工后的废弃物,如大豆皮渣、燕麦麸皮、米糠、麦麸和黑豆皮等^[2,3],膳食纤维中 SDF 含量是影响膳食纤维生理功能的重要因素。美国学者 Richard. E 和 Donald. J 建议平衡的 DF 组成要求 SDF 占 TDF 总量的 10% 以上,而一般的膳食纤维不具备较好的加工特性、生理活性和保健功能,其可溶性纤维比例都很低,只有 3%~4%。高品质膳食纤维中可溶性成分含量应该达到 10% 以上。因此,采用不同的方法对膳食纤维进行改性,使其 SDF 比例提高,具有更高的持水性、膨胀力和更强的吸附作用等成为研究的热点。常用的膳食纤维改性方法有化学方法、生物技术方法、物理方法以及多种方法组合等。化学法是利用酸碱等化学试剂处理膳食纤维,改变膳食纤维结构,使纤维类大分子转化为非消化性多糖,该方法虽方便快捷,但反应复杂、时间长、污染环境,已逐渐被其他方法所取代^[4];生物改性技术采用的方法有酶法和发酵法^[5],目前应用的膳食纤维改性的酶主要有木聚糖酶、纤维素酶等。生物改性条件温和,无化学溶剂污染,改性后产品中可溶性成分增多,持水力、膨胀力和吸附性等生物活性功能提高,但是,生物技术方法成本较高,仍需进一步优化工艺;物理方法是使纤维物质发生破碎、膨化,进而改变其理化性质,该方法操作简单,可用于开发新型功能性产品。主要有螺杆挤压技术、蒸汽爆破技术、超高压技术(ultra high pressure, UHP)、超声波处理(ultrasonic wave, UW)和超微粉碎技术等^[6,7]。其中,超高压技术处理是一个纯物理过程,是将物料用超高压(一般是 100~1000 MPa)处理,物料在液体介质中体积被压缩,超高压产生的极高的静压能使氢键、离子键和疏水键等非共价键发生变化,从而使大分子物质改性或变性^[3]。

沙果(*Malus asiatica* Nakai)为蔷薇科植物林檎的果实,是东北地区夏秋季节大量上市的地产水果。在企业生产浓缩汁时产生了大量的废渣,引起了严

重的环境污染与资源的浪费,已成为困扰浓缩汁生产企业的一大难题。目前,尚未见到有关超高压处理对沙果渣膳食纤维影响的研究。因此,本研究以沙果渣为原料,研究超高压处理对沙果渣中 SDF/TDF 的影响,并借助扫描电镜和红外光谱等方法分别对其微观结构与官能团进行表征,以期对沙果渣高品质膳食纤维的生产及应用奠定基础。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

沙果渣由黑龙江省大庆森阳果蔬食品科技有限公司提供,60℃烘干,粉碎;食用级大豆油,黑龙江九三油脂有限公司;无水乙醇、丙酮、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、邻苯二甲醛、盐酸、氢氧化钠、蒽酮、无水乙酸钠等均为国产分析纯试剂。

1.2 仪器与设备

FW80 型高速万能粉碎机,天津市泰斯特仪器有限公司;101-2AB 电热鼓风干燥箱,天津市泰斯特仪器有限公司;AR2140 电子天平,奥豪斯国际贸易(上海)有限公司;HPP600MPa 超高压设备,包头科发高压科技有限公司;电子扫描电镜, JSM-6490LV, 日本电子株式会社;Spectrum 2000 型傅立叶红外光谱分析仪,美国 PE 公司;TDL-S-A 离心机,上海安亭科学仪器厂。

1.3 方法

1.3.1 沙果渣膳食纤维(DF)的制备

将干沙果渣粉碎后过 60 目筛,以 1:15 料液比加入 80% 乙醇,对样品浸提 2 次,离心分离后,继续用丙酮洗涤沉淀,挥干后将沉淀在干燥箱中低温干燥。然后按一定料液比,用水将预处理后的沙果渣粉调成悬液,装入超高压包装袋,调整设备的压力和处理时间,进行超高压实验。处理结束后进行抽滤,滤渣经干燥得到 IDF;收集滤液,于 60℃下减压浓缩后,加入 4 倍体积无水乙醇密闭,静置过夜,再次抽滤,将抽滤后的沉淀物干燥得到 SDF^[8]。

1.3.2 单因素实验

超高压处理沙果渣在室温下进行,调节料水比后,装入超高压包装袋,设置设备的压力和处理时间,进行超高压处理实验。

1.3.2.1 压力对 SDF/TDF 的影响

将处理后的沙果渣以料液比 1:15 (g/mL) 浸润,常温下放置 2 h,分别在 100、200、300、400、500

MPa 压力下处理 15 min,干燥后测定 SDF/TDF。

1.3.2.2 料液比对 SDF/TDF 的影响

将处理后的沙果渣分别以不同料液比 1:10、1:15、1:20、1:25、1:30 (g/mL) 浸润,常温下放置 2 h,然后在 300 MPa 压力下处理 10 min,干燥后测定 SDF/TDF。

1.3.2.3 处理时间对 SDF/TDF 的影响

将处理后的沙果渣以料液比 1:20 (g/mL) 浸

润,常温下放置 2 h,在 300 MPa 压力下分别处理 5、10、15、20、25 min,干燥后测定 SDF/TDF。

1.3.3 响应面试验

在单因素试验结果基础上,采用中心组合 Box-Behnken 设计方案,以 SDF/TDF 为响应值 (Y 值/%),研究料液比、压力和时间各因素对沙果渣膳食纤维中 SDF/TDF 的影响,因素水平编码见表 1。

表 1 响应面试验设计因素水平编码

Table 1 Code of factor and level for response surface experimental design

水平 Level	A 料液比 Solid-liquid ratio (g/mL)	B 压力 Pressure (MPa)	C 时间 Time (min)
1	1:15	200	10
0	1:20	300	15
-1	1:25	400	20

1.3.4 膳食纤维理化性质测定

1.3.4.1 膳食纤维含量测定

不溶性膳食纤维 (IDF) 和可溶性膳食纤维 (SDF) 的测定:参照 AACC32-06 的方法测定。SDF 占 TDF 的比例按如下公式计算:

$$\text{SDF/TDF} = \text{SDF} / (\text{SDF} + \text{IDF}) \times 100\%$$

1.3.4.2 持水力 (WHC) 的测定

参照 Esposito 等^[9]方法,准确称取沙果膳食纤维干样 (m_1) 1.0 g 置于 50 ml 离心管 (m_0) 中,加入 10 mL 蒸馏水浸泡,摇匀,室温下静置 1 h,于 5000 rpm 离心 20 min,弃去上清液,离心管残留水分用滤纸吸干后,称量离心管与样品质量 (m_2),计算 WHC。

$$\text{WHC} (\text{g/g}) = (m_2 - m_0 - m_1) / m_1$$

式中, m_1 —样品干样质量 (g); m_2 为离心管与吸水样品的总质量 (g); m_0 为离心管质量 (g)。

1.3.4.3 持油力 (OHC) 的测定

参考 Wang 等^[10]方法略有改动,准确称取沙果膳食纤维干样 (m_1) 1.0 g 置于 50 ml 离心管 (m_0) 中,加入 10 mL 大豆油摇匀,室温下静置 1 h,于 5000 rpm 离心 20 min,小心弃去上层油后,称量离心管与样品质量 (m_2)。计算 OHC。

$$\text{OHC} (\text{g/g}) = (m_2 - m_0 - m_1) / m_1$$

式中, m_1 —样品干样质量 (g); m_2 为离心管与吸附油脂样品的总质量 (g); m_0 为离心管质量 (g)。

1.3.4.4 膨胀力 (SC) 测定

参考 Robertson 等^[11]方法略有改动,准确称取沙果膳食纤维干样 0.5 g 置 25 mL 刻度试管中,读

取样品干样体积 (v_0),加入 20 mL 蒸馏水,震荡摇匀,于室温下放置 24 h,测定其膨胀体积后体积 (v_1),计算 SC。

$$\text{SC} (\text{mL/g}) = (v_1 - v_0) / m$$

式中, v_1 为样品膨胀后体积 (mL); v_0 为样品干样体积 (mL); m 为样品干样质量 (g)。

1.3.5 膳食纤维功能特性的测定

1.3.5.1 膳食纤维阳离子交换能力的测定

参考 Zhang^[12]方法,称取 0.5 g 膳食纤维干样,加 0.1 mol/L 的盐酸 20 mL,摇匀,室温放置过夜,滤纸过滤后用蒸馏水反复清洗除去多余的盐酸。处理后的样品中加入 5% NaCl 溶液 100 mL,磁力搅拌 30 min,以 0.5% 的酚酞乙醇溶液为指示剂,用 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液滴定,用蒸馏水代替 HCl 做空白实验,重复测定 3 次。计算阳离子交换能力 (cation exchanging capacity, CEC)。

$$\text{CEC} = (V_0 - V_1) \times 0.1 / m$$

式中, V_0 为样品消耗的 NaOH 体积 (mL); V_1 为空白消耗的 NaOH 体积 (mL); m 为样品干样质量 (g);0.1 为 NaOH 浓度 (mol/L)。

1.3.5.2 膳食纤维对胆固醇吸附量的测定

参考 Huang^[13]方法,取市售鲜鸡蛋去蛋清留蛋黄,加入 9 倍质量的蒸馏水充分搅打成均匀乳液。分别称取 1.0 g 膳食纤维样品于 100 mL 的锥形瓶中,向每个锥形瓶中加入 25.0 g 稀释的蛋黄液并搅拌均匀,在 37 °C 下振荡 2 h,于 5 000 rpm 转速下离心 20 min,吸取上清液,采用邻苯二甲醛法测定胆固醇含量。计算膳食纤维对胆固醇吸附量。

膳食纤维对胆固醇的吸附量(mg/g) =

$$(W_2 - W_1) / W$$

式中, W 为膳食纤维干样质量(g); W_2 为吸附前蛋黄液中胆固醇含量(mg); W_1 为吸附后上清液中胆固醇含量(mg)。

1.3.5.3 膳食纤维吸附葡萄糖能力的测定

参考 Huang^[13] 方法, 称取 1.0 g 膳食纤维样品于 250 mL 的锥形瓶中, 加入 100 mL 质量浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的葡萄糖溶液, 混匀后在 37 $^{\circ}\text{C}$ 下振荡 6 h, 5 000 rpm 转速下离心 20 min, 吸取上清液, 采用蒽酮法测定上清液中葡萄糖含量。

膳食纤维对葡萄糖的吸附量(mg/g) =

$$(C_0 - C_1) \times V / M$$

式中, M 为膳食纤维干样质量(g); C_0 为吸附前葡萄糖质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$); C_1 为吸附后上清液中葡萄糖质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$); V 为吸附液体积(mL)。

1.3.6 沙果渣膳食纤维微观结构表征

1.3.6.1 扫描电镜

将超高压处理前后的沙果渣膳食纤维样品干燥至恒重, 取适量进行粘台, 采用离子溅射方法将其表面镀金, 在加速电压 12.5 kV 条件下对已制备好的样品进行扫描电镜观察。

1.3.6.2 傅里叶红外光谱扫描

称取超高压处理前后的沙果渣膳食纤维样品各 2.00 mg 于玛瑙研钵中, 分别与 200 mg KBr 粉末充分混合并研磨均匀压片, 立即进行红外光谱扫描, 扫描范围为 4 000 ~ 500 cm^{-1} 。

1.4 数据处理

采用 Microsoft Office Excel 2007 作图, 响应面实验的设计和析用 Design-Expert 8.0 软件进行处理。利用 SPSS 17.0 软件进行两个样本独立 T 检验并对实验数据进行处理和分析, 结果以平均值 \pm 标准差的形式表示。数据多重比较采用 Duncan 法分析 0.05 水平上均值的显著差异。

2 结果与分析

2.1 压力对沙果渣 SDF/TDF 的影响

由图 1 表明, 增加压力改变了可溶性膳食纤维在沙果渣总膳食纤维中的含量。但是, 在作用压力从 100 MPa 增加至 200 MPa 时, SDF/TDF 增加幅度较大, 沙果渣中可溶性膳食纤维的含量提高较快; 在由 200 MPa 增加至 300 MPa 时增加幅度变缓, 这可能是结构较致密的大分子组分如纤维素, 半纤维素, 木质素等的糖苷键在该压力下发生断裂, 使 SDF/

TDF 增加; 当压力超过 300 MPa 时, SDF/TDF 呈下降趋势。因此, 从实际情况考虑, 300 MPa 为适宜采用的压力。

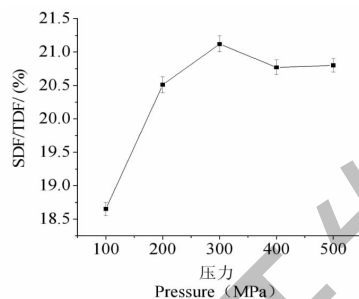


图 1 压力对 SDF/TDF 的影响

Fig. 1 Effect of pressure on SDF/TDF of *M. asiatica* residue

2.2 料液比对沙果渣 SDF/TDF 的影响

由图 2 可知, 当料液比为 1:20 时, SDF/TDF 达到最大, 之后呈下降趋势。这是因为料液比在 1:20 时, 由于 300 MPa 超高压处理产生的空穴作用、碰撞作用及剪切作用对物料的作用较强, 大分子变为小分子, 致密结构变得疏松, 使可溶性成分被释放出来。再继续增加料液比时, SDF/TDF 呈下降趋势, 说明料液比过大会导致单位体积底物含量偏低。

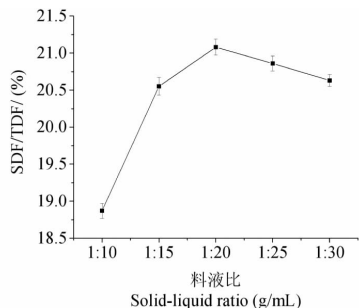


图 2 料液比对沙果渣 SDF/TDF 的影响

Fig. 2 Effect of solid-liquid ratio on SDF/TDF of *M. asiatica* residue

2.3 处理时间对 SDF/TDF 的影响

由图 3 可知, 随着超高压处理时间的延长, SDF/TDF 呈现上升趋势。在 15 min 的保压条件下, SDF/TDF 达到最大值 21.67%。之后随着时间的延长则开始下降, 可能是由于时间过长, SDF 组分中的部分果胶在水溶液中被氢离子分解而降低 SDF 的得率^[14]。表明一定时间的超高压处理, 能够在一定程度上使沙果渣总膳食纤维中 SDF 增加, 在料液比 1:20 的情况下, 300 MPa 压力下处理 15 min 时较为合适。

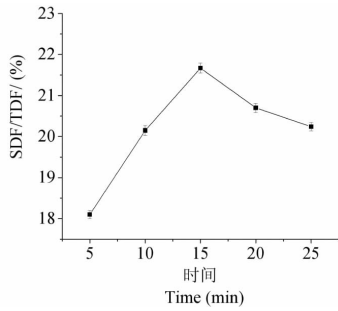


图3 处理时间对 SDF/TDF 的影响

Fig. 3 Effect of processing time on SDF/TDF of *M. asiatica* residue

2.4 响应面试验结果分析

应用 Design-Expert 8.0 软件,对表 2 中试验数

表 2 响应面试验结果与分析

Table 2 Result and analysis of response surface experiment

序号 No.	A 料液比 Solid-liquid ratio (g/mL)	B 压力 Pressure (MPa)	C 时间 Time (min)	Y 值 Value (%)
1	1:20	200	10	19.79
2	1:20	200	20	19.48
3	1:25	400	15	20.79
4	1:20	400	20	20.01
5	1:20	400	10	19.32
6	1:20	300	15	21.72
7	1:25	300	10	19.17
8	1:15	300	20	19.14
9	1:20	300	15	21.55
10	1:15	400	15	20.76
11	1:25	200	15	20.48
12	1:15	300	10	21.08
13	1:25	300	20	20.57
14	1:20	300	15	21.70
15	1:15	200	15	20.49

表 3 二次多项模型方差分析表

Table 3 Analysis of variance of quadratic regression model

方差来源 Source	平方和 Sum of squares	自由度 df	均方 Mean square	F 值 F value	P 值 P value	显著性 Significance
模型 Model	10.99	9	1.22	32.46	0.000 7	**
A	0.026	1	0.026	0.70	0.440 0	
B	0.051	1	0.051	1.36	0.296 0	
C	3.200E-003	1	3.200E-003	0.085	0.782 3	
AB	4.000E-004	1	4.000E-004	0.011	0.921 9	
AC	2.79	1	2.79	74.13	0.000 3	**

据进行二次多项拟合,得到的回归方程为:

$$Y = 21.66 - 0.058A + 0.080B - 0.020C + 0.010AB + 0.83AC + 0.25BC - 0.34A^2 - 0.68B^2 - 1.32C^2$$

由表 3 的方差分析可知,本试验所选用的二次多项模型具有极显著性 ($P = 0.0007 < 0.01$),失拟项不显著 ($P = 0.1345 > 0.05$)。本模型决定系数 $R^2 = 0.9832$,说明响应值 SDF/TDF 的测定值和预测值间拟合度良好,校正系数 $R^2_{Adj} = 0.9529$,说明模型能解释 95.29% 的响应值变化。可以用该模型对沙果渣膳食纤维中 SDF/TDF 值进行分析和预测,各因素影响顺序为 $B > A > C$,AC 间交互作用极显著,BC 间交互作用显著。

续表 3 (Continued Tab. 3)

方差来源 Source	平方和 Sum of squares	自由度 df	均方 Mean square	F 值 F value	P 值 P value	显著性 Significance
BC	0.25	1	0.25	6.64	0.049 6	*
A ²	0.44	1	0.44	11.57	0.019 2	*
B ²	1.72	1	1.72	45.83	0.001 1	**
C ²	6.47	1	6.47	171.86	< 0.000 1	**
残差 Residual	0.19	5	0.038			
失拟项 Lack of fit	0.17	3	0.057	6.60	0.134 5	
纯误差 Pure error	0.017	2	8.633E-003			
总和 Total	11.18	14				

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

Note: * shows significant differences ($P < 0.05$); ** means extremely significant differences ($P < 0.01$).

同时,利用 Design Expert 软件作出两因素交互作用的响应面图及其等高线图,结果见图 4。响应面的曲面开口向下,随着每个因素变量的增加,响应

值也增加,当响应值达到最大值后,随着各因素的继续增加,响应值则逐渐降低,说明最佳点在考察的范围内。等高线的形状可反映交互效益的强弱,椭圆

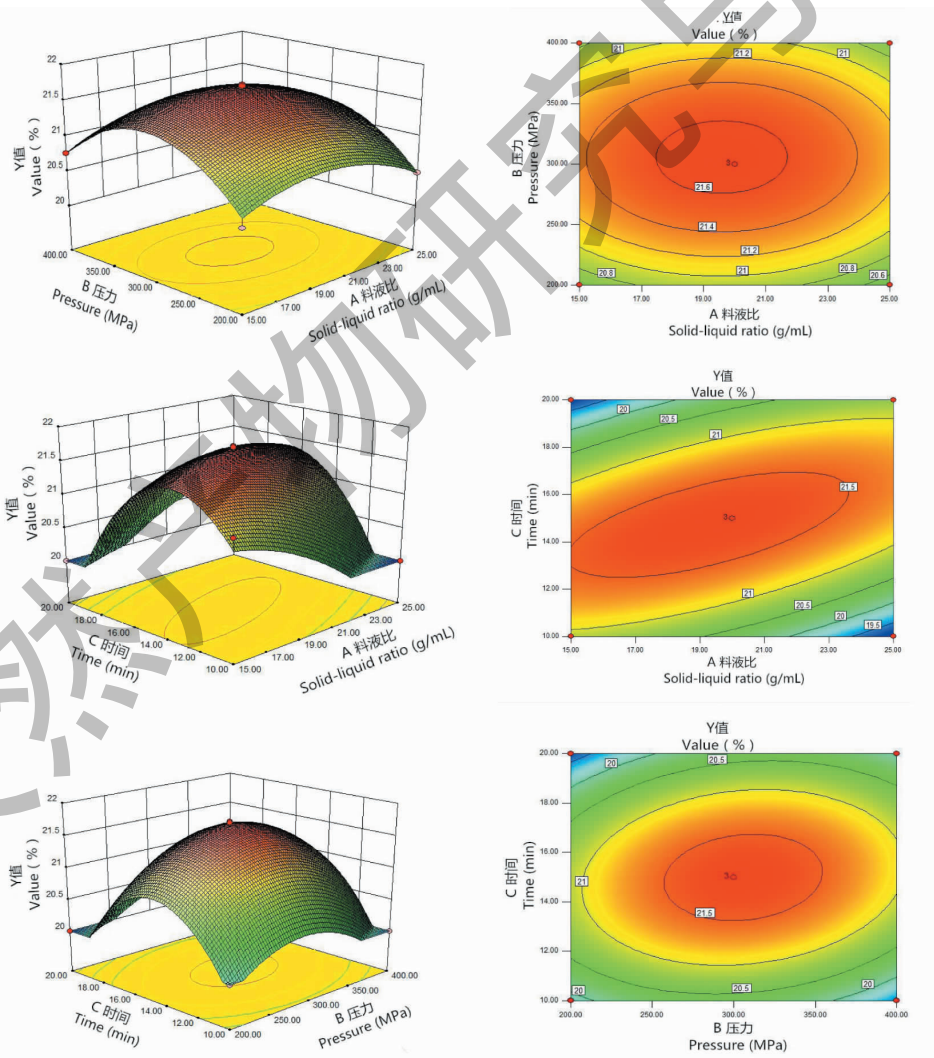


图 4 料液比、压力、时间交互作用对 SDF/TDF 值影响的响应面及等高线图

Fig. 4 Response surface plots and contour lines of effect of interaction of solid-liquid ratio, pressure and processing time on SDF/TDF

形表示两因素交互作用显著,而圆形则与之相反。由图4也可看出,AB交互作用不显著,AC、BC间交互作用显著。

根据 Design-Expert 8.0 软件优化分析,在料液比 1:19.30 g/mL,压力 304.93 MPa,时间 14.76 min 条件下,模型预测沙果渣膳食纤维中 SDF/TDF 值 21.66%。为验证响模型预测结果的可靠性,结合实际操作的方便性,在料液比 1:19.30 g/mL,压力 300 MPa,时间 15 min 条件下,进行 3 次重复验证试验,测得的 SDF/TDF 值分别为:21.76%、21.70% 和 21.67%,平均值为 21.71%。与理论预测值相比,

误差为 0.23%,即与预测值相符。

2.5 超高压处理前后沙果渣膳食纤维理化性质的变化

沙果渣膳食纤维超高压处理前后理化性质的变化见表4。由表4可知,经过超高压处理后,沙果渣膳食纤维的持水力、持油力和膨胀力均有了显著提高($P < 0.05$)。其中,持水力由 6.67 g/g 升至 7.81 g/g,提高了 17.09%;持油力由 7.34 g/g 升至 8.03 g/g,提高了 9.40%;膨胀力由 6.34 mL/g 升至 7.20 mL/g,提高了 13.56%。这可能与超高压处理后样品的内部结构发生变化有关。

表4 处理前后理化性质的变化

Table 4 Changes of physico-chemical properties before and after the treatment

样品 Sample	WHC (g/g)	OHC (g/g)	SC (mL/g)
未处理样品 Untreated sample	6.67 ± 0.03 ^a	7.34 ± 0.04 ^a	6.34 ± 0.05 ^a
超高压处理样品 Sample processed by UHP	7.81 ± 0.04 ^b	8.03 ± 0.03 ^b	7.20 ± 0.08 ^b

注:表中每列数据为 $\bar{x} \pm s, n=3$;不同字母表示差异性显著($P < 0.05$),下同。

Note: Each column data in the table were $\bar{x} \pm s, n=3$; Different letters indicated significant difference ($P < 0.05$), the same below.

2.6 超高压处理前后沙果渣膳食纤维功能特性的变化

膳食纤维结构中含有弱酸性的羧基、羟基等侧链基团,可以与阳离子可逆交换,类似阳离子树脂的作用。由表5可知,经过超高压处理后,沙果渣膳食纤维的阳离子交换能力为 0.78 mmol/g,显著高于处理前的样品($P < 0.05$);膳食纤维还具有吸附或包埋人体内胆固醇的能力,可降低血浆胆固醇水平,减少机体对胆固醇的吸收。超高压处理后沙果渣膳食纤维对胆固醇吸附的吸附量为 14.31 mg/g,显著高于处理前的样品($P < 0.05$),可能是超高压处理

后沙果渣膳食纤维中可溶性膳食纤维提高所致;膳食纤维也具有抑制葡萄糖扩散的功效,可降低血液中葡萄糖的含量,有效控制血糖指数^[15]。超高压处理的沙果渣膳食纤维吸附葡萄糖能力显著高于处理前的样品($P < 0.05$),表明膳食纤维的对葡萄糖吸收能力与其可溶性膳食纤维的含量及物理结构有关的结果相一致。主要是由于可溶性膳食纤维与水接触后产生的凝胶状物体将葡萄糖分子包裹其中,并且膳食纤维疏松的网状结构也会减缓葡萄糖分子在食品体系中的扩散速率^[16]。

表5 处理前后功能特性的变化

Table 5 Changes of functional properties before and after the treatment

样品 Sample	阳离子交换能力 Cation exchanging capacity (mmol/g)	对胆固醇吸附量 Cholesterol adsorption amount (mg/g)	吸附葡萄糖能力 Glucose adsorption capacity (mg/g)
未处理样品 Untreated sample	0.21 ± 0.03 ^a	8.72 ± 0.12 ^a	5.63 ± 0.10 ^a
超高压处理样品 Sample processed by UHP	0.78 ± 0.08 ^b	14.31 ± 0.15 ^b	8.20 ± 0.14 ^b

2.7 超高压处理前后沙果渣膳食纤维的微观结构分析

沙果渣膳食纤维超高压处理前后其结构的扫描电镜图见图5。由图5可知,经超高压处理后的沙果渣膳食纤维样品与未经处理样品相比,微粒呈现不规则形状,表面孔隙较多,组织结构变得更加疏松

多孔,沟壑、网状及层状结构增多。这与超高压处理后沙果渣膳食纤维的持水力、持油力、膨胀力增加的情况相符合。而未处理样品表现为微粒大小不一,表面光滑,结构紧凑,主要呈不规则形状的碎石状,结构较致密的排列在一起。这是由于超高压处理过程中产生了极高的静压及伴随的气穴、摩擦、冲击等

压力,不但能影响细胞的形态,还能使形成生物大分子立体结构的氢键、离子键和疏水键等非共价键发

生变化,这些结构的变化对膳食纤维的理化特性发挥着至关重要的作用^[17]。

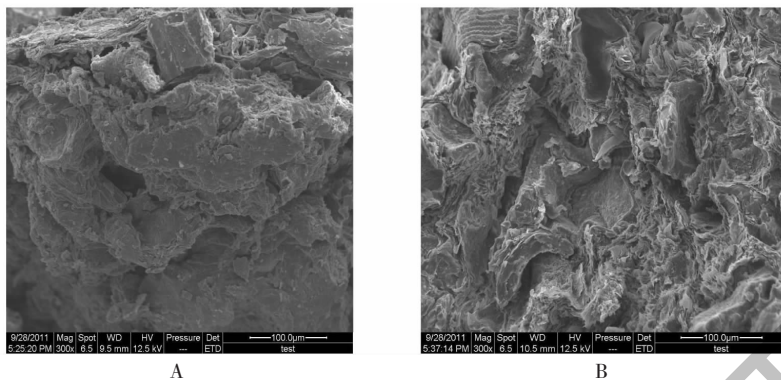


图5 超高压处理前(A)和处理后(B)沙果渣膳食纤维的SEM图(放大300倍)

Fig. 5 SEM graph of dietary fiber from *M. asiatica* residue of (A) before treatment, (B) after treatment by UHP(×300)

2.8 超高压处理前后膳食纤维的红外光谱分析

沙果渣膳食纤维超高压处理前后样品的红外光谱图见图6。由图6可以看出,在 $3\,425\text{ cm}^{-1}$ 附近出现较大的宽吸收峰,这是由O—H羟基的伸缩振动引起的,说明沙果渣膳食纤维可能存在着较多的羟基及结合水分子^[18]。 $2\,921.49$ 和 $2\,920.92\text{ cm}^{-1}$ 处的吸收峰为C—H的伸缩振动峰^[19]; $1\,734.61$ 和 1

735.81 cm^{-1} 处的吸收峰是半纤维素特征吸收峰,为木聚糖C=O伸缩振动引起的^[20];在 $1\,633.43$ 和 $1\,631.44\text{ cm}^{-1}$ 处的吸收峰是由C=O伸缩振动引起的,说明沙果渣膳食纤维中可能存在糖醛酸^[21]; 897.34 cm^{-1} 处的吸收峰表明沙果渣膳食纤维单糖含有 β 型吡喃糖C—H的弯曲振动^[22]。

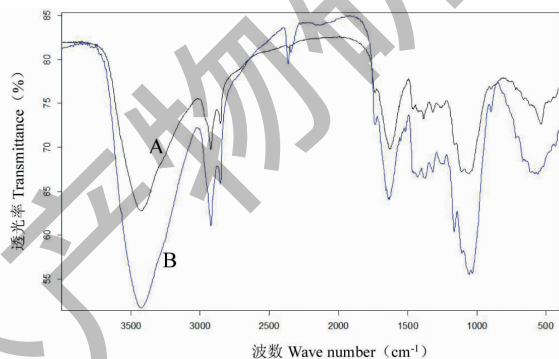


图6 超高压处理前(A)和处理后(B)沙果渣膳食纤维的红外光谱图

Fig. 6 The infrared spectra of dietary fiber from *M. asiatica* residue of (A) before treatment, (B) after treatment by UHP

图6的红外光谱分析表明,沙果渣纤维中有纤维素、半纤维素和木质素的特征吸收峰。在波长为 $3\,425.12$ 、 $2\,920.92$ 、 $1\,631.44$ 和 $1\,059.02\text{ cm}^{-1}$ 处有较大的区别, $1\,631.44\text{ cm}^{-1}$ 为木质素分子结构附近的吸收峰, $1\,059.02\text{ cm}^{-1}$ (C=O伸缩振动)处的吸收峰为纤维素的特征吸收峰。由于分子间氢键作用力的破坏,超高压处理后样品的谱带强度减小并变窄,这可能是因为超高压处理使部分木质素和纤维素转变为可溶性膳食纤维,而导致SDF含量增加所致。

3 结论

本试验利用Design Expert软件,采用响应面法建立了超高压处理沙果渣膳食纤维对SDF/TDF的数学模型,拟合性好。同时,优化了超高压处理的料液比、压力和时间等条件,最优条件为处理压力 300 MPa ,时间 15 min ,料液比 $1:19.30(\text{g/mL})$,该条件下沙果渣膳食纤维的可溶性膳食纤维含量、持水力、持油力、膨胀力、阳离子交换能力、对胆固醇吸附量、吸附葡萄糖能力分别为 21.71% 、 7.81 g/g 、 8.03 g/

g、7.20 mL/g、0.78 mmol/g、14.31 mg/g 和 8.20 mg/g,其理化性质均优于未经超高压处理的沙果渣膳食纤维。经过扫描电镜观察和红外光谱分析超高压处理后的沙果渣膳食纤维样品,呈现不规则形状,表面孔隙增多,组织结构变得更加疏松多孔,沟壑、网状及层状结构增多,与处理后其理化性质的改善完全吻合。

参考文献

- Burton Freeman B, Liyanage D, Rahman S, et al. Ratios of soluble and insoluble dietary fibers on satiety and energy intake in overweight pre- and postmenopausal women [J]. *J Nutr Health Aging*, 2017, 4:157-168.
- Shao Z. Research on improvement of soybean residue soluble dietary fiber content by physical treatment [D]. Tianjin: Tianjin University of Science & Technology (天津科技大学), 2016.
- Shen M, Kang ZY, Ge YF, et al. Research of enzymatic modification on the extraction and properties of soluble dietary fiber from black bean hulls [J]. *Nat Prod Res Dev (天然产物研究与开发)*, 2018, 30:1046-1053.
- Yangilar F. The application of dietary fibre in food industry structural features, effects on health and definition, obtaining and analysis of dietary fibre; a review [J]. *J Food Nutr Res*, 2013, 1:13-23.
- Li J, Zhang LF. The preparation of water-soluble dietary fiber from corn bran by enzymatic hydrolysis [J]. *J Chin Cereals Oils Assoc (中国粮油学报)*, 2014, 29:112-117.
- Yan J, Chi YJ. Effects of twin-screw extrusion on soluble dietary fibre and physicochemical properties of soybean residue [J]. *Food Chem*, 2013, 138:884-889.
- Li Y, Xiong MZ, Yin CL, et al. Modification of insoluble dietary fiber from sweet potato residue with ultra high pressure processing technology [J]. *T Chin Soc Agr Eng (农业工程学报)*, 2012, 28:270-278.
- Hou LJ, Mu JL, He SL, et al. Effect of different extraction methods on the quality of dietary fiber from apple pomace [J]. *Food Sci Tech (食品科技)*, 2016, 41:255-259.
- Esposito F, Arlotti G, Bonifati A M, et al. Antioxidant activity and dietary fiber in durum wheat bran by-products [J]. *Food Res Int*, 2005, 38:1167-1173.
- N. Wang, R. Toews. Certain physicochemical and functional properties of fibre fractions from pulses [J]. *Food Res Int*, 2011, 44:2515-2523.
- Robertson JA, Monredon FD, Dysseler P, et al. Hydration properties of dietary fibre and resistant starch: a European collaborative study [J]. *LWT-Food Sci Tech*, 2000, 33:72-79.
- Zhang JL, Zhang ZM, Zhang XR, et al. Effects of different extraction methods on chemical compositions and physicochemical properties of potato diet fiber [J]. *J Chin Cereals Oils Assoc (中国粮油学报)*, 2018, 33(11):33-38.
- Huang LR, Chen T, Li X, et al. Effect of modified methods on the functional properties of total dietary fiber from garlic straw [J]. *J Chin Inst Food Sci Tech (中国食品学报)*, 2018, 18(9):61-67.
- Chen SX, Yu JP, Yang J, et al. Optimization of microwave-assisted extraction of water-soluble dietary fiber from *Zingiber striolatum* diels fruits by response surface methodology [J]. *Food Sci (食品科学)*, 2014, 35:57-62.
- Ning Zhang, Caihuan Huang, Shiyi Ou. *In vitro* binding capacities of three dietary fibers and their mixture for four toxic elements, cholesterol, and bile acid [J]. *J Hazard Mater*, 2011, 186:236-239.
- Li Y, Hu M, Sun YF, et al. Effect of different extraction methods on physicochemical and functional properties of soybean dietary fiber [J]. *Food Sci (食品科学)*, 2018, 39(21):18-24.
- Eshak ES, Iso H, Date C, et al. Dietary fiber intake is associated with reduced risk of mortality from cardiovascular disease among Japanese men and women [J]. *J Nutr*, 2010, 140:1445-1453.
- Wen Y, Niu M, Zhang B J, et al. Structural characteristics and functional properties of rice bran dietary fiber modified by enzymatic and enzyme-micronization treatments [J]. *LWT-Food Sci Tech*, 2017, 75:344-351.
- Chang SC, Hsu BY, Chen BH. Structural characterization of polysaccharides from *Zizyphus jujuba* and evaluation of antioxidant activity [J]. *Int J Biol Macromol*, 2010, 47:445-453.
- Li N. Study on modification of *Cerasus humilis* dietary fiber and its tablet production process [D]. Changchun: Jilin Agricultural University (吉林农业大学), 2016.
- Liu ZG. Instrumental analysis [M]. Dalian: Dalian University of Technology Press (大连理工大学出版社), 2007.
- Fan HX. Studies on the process optimization and functional characteristics of high quality ginseng dietary fiber [D]. Changchun: Jilin Agricultural University (吉林农业大学), 2013.