

张文莉, 罗银, 顾瑶佳, 等. 柚子皮不溶性膳食纤维的提取工艺优化及特性分析 [J]. 食品工业科技, 2024, 45(8): 208–215. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023050336

ZHANG Wenli, LUO Yin, GU Yaojia, et al. Optimized Extraction Conditions and Characteristics Analysis of Insoluble Dietary Fiber from Pomelo Peel[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(8): 208–215. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023050336

· 工艺技术 ·

柚子皮不溶性膳食纤维的提取工艺优化及特性分析

张文莉, 罗 银, 顾瑶佳, 王 颖, 刘星雨, 蔡文博, 刘恩岐*
(徐州工程学院食品与生物工程学院, 江苏徐州 221018)

摘要: 为获得复合酶法制备柚子皮不溶性膳食纤维的制备工艺及其吸附特性, 实验以柚子皮为原料, 采用正交试验优化提取柚子皮不溶性膳食纤维 (IDF), 并对其特性进行研究。结果表明, 料液比 1:40 g/mL、淀粉酶的添加量 0.6%、淀粉酶的酶解时间 90 min、木瓜蛋白酶的添加量 0.2%、木瓜蛋白酶的酶解时间 30 min 为最佳提取条件, 该条件下柚子皮 IDF 得率为 55.07%。柚子皮 IDF 的膨胀力、持水力、持油力和阳离子交换能力分别为 2.84 ± 0.09 mL/g、 12.54 ± 0.11 g/g、 1.54 ± 0.02 g/g 和 0.36 ± 0.04 mmol/g。此外, 体外吸附研究表明, 柚子皮 IDF 对葡萄糖、胆固醇、胆酸钠的吸附能力分别为 0.13 ± 0.003 mmol/g、 12.27 ± 0.020 mg/g 和 53.25 ± 0.100 mg/g。FT-IR 分析表明, 柚子皮 IDF 具有纤维素类多糖的特征吸收峰, 符合膳食纤维的结构。综上, 优化工艺后提取的柚子皮 IDF 具有较好的特性, 这为进一步开发利用柚子皮 IDF 提供了理论依据。

关键词: 柚子皮, 不溶性膳食纤维, 工艺优化, 理化性质

中图分类号: TS255.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2024)08-0208-08

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023050336

本文网刊:



Optimized Extraction Conditions and Characteristics Analysis of Insoluble Dietary Fiber from Pomelo Peel

ZHANG Wenli, LUO Yin, GU Yaojia, WANG Ying, LIU Xingyu, CAI Wenbo, LIU Enqi*

(Xuzhou University of Technology, School of Food and Biological Engineering, Xuzhou 221018, China)

Abstract: In order to obtain the preparation process and adsorption characteristics of insoluble dietary fiber from pomelo peel using composite enzyme method, the orthogonal test was used to optimize the extraction of insoluble dietary fiber from pomelo peel, and its characteristics were studied. The results showed that the optimal extraction conditions were as follows, material-liquid ratio of 1:40 g/mL, amylase addition amount of 0.6%, amylase hydrolysis time of 90 min, papain addition amount of 0.2% and papain hydrolysis time of 30 min. Under these conditions, the yield of pomelo peel IDF was 55.07%. The swelling capacity, water holding capacity, oil holding capacity and cation exchange capacity of pomelo peel IDF were 2.84 ± 0.09 mL/g, 12.54 ± 0.11 g/g, 1.54 ± 0.02 g/g and 0.36 ± 0.04 mmol/g, respectively. In addition, *in vitro* adsorption capability test indicated that the adsorption capacity of pomelo peel IDF for glucose, cholesterol and sodium cholate was 0.13 ± 0.003 mmol/g, 12.27 ± 0.020 mg/g and 53.25 ± 0.100 mg/g, respectively. FT-IR results showed that pomelo peel IDF had characteristic absorption peaks of cellulose polysaccharides, which was consistent with the structure of dietary fiber. In summary, the extracted pomelo peel IDF exhibited good characteristics after optimizing the process. It can provide theoretical basis for the development and utilization of pomelo peel IDF.

Key words: pomelo peel; insoluble dietary fiber; process optimization; physical and chemical properties

收稿日期: 2023-05-31

基金项目: 江苏省自然科学基金青年项目 (BK20210078); 江苏省高等学校自然科学重大项目 (22KJA240003); 徐州市科技项目重点研发计划现代农业项目 (KC22091)。

作者简介: 张文莉 (1990-), 女, 硕士, 研究方向: 食品加工与分析, E-mail: zhangwl1990@126.com。

* 通信作者: 刘恩岐 (1964-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 食品科学, E-mail: leq@xzit.edu.cn。

柚子(*Citrus grandis*),别名文旦、雷柚,属芸香科柑橘属植物,在我国主要产于长江以南等地,种植历史悠久,资源丰富。柚子富含维生素 C 和其他营养素,具有养血润肺的功效^[1-2],是深受大家的喜欢的水果之一。通常人们食用或加工柚子的果肉,柚子果皮或作为垃圾直接扔掉,或用作动物饲料,这造成了资源浪费和环境污染。研究发现,柚子皮占柚子果实总质量的 15%,具有较厚的泡沫状多孔结构,富含丰富的纤维素、半纤维素、木质素和果胶等物质^[3-4],是生产膳食纤维的天然来源之一。因此,对柚子皮中的膳食纤维进行提取利用具有重要意义。

膳食纤维(dietary fiber, DF)是人体所需要的第七大营养素^[5]。根据溶解度的大小,可分为水溶性膳食纤维(water-soluble dietary fiber, SDF)和不溶性膳食纤维(insoluble dietary fiber, IDF)。IDF 主要是由纤维素、半纤维素和木质素等组成,其表面具有大量的活性基团,可吸附肠道内的脂质和糖类等有机物,同时还可以清除体内有毒物质,促进新陈代谢^[6-9]。此外, IDF 可增加人体饱腹感,有助于人们控制饮食,保持身体健康。目前,提取膳食纤维的方法有多种,比较常用的有化学法^[10-11]、酶法^[12-13]、物理法^[14]和生物发酵法等^[14]。上述提取方法中,化学法的生产成本低,提取效果差。生物发酵法的提取得率较高,但对环境因素要求较高。酶法提取工艺简单,条件温和且易控制,提取纯度高^[15]。此外,从柚子皮中提取膳食纤维也受到越来越多学者的关注。顾欣等^[16]通过乳酸菌发酵法提取了梁平柚皮的 IDF,提取率为 58.65%,并测定了 IDF 的理化性质。曾心悦等^[17]仅采用 α -淀粉酶制备了梅州金柚皮的 IDF,分析了其结构、理化性质和功能。范道春等^[18]使用淀粉酶和胰蛋白酶制备了柚子皮 IDF,且对制备工艺进行了优化。但目前专注于复合酶法提取柚子皮 IDF 的研究及特性测定仍然较少。

因此,本文采用复合酶法提取柚子皮 IDF,探究料液比、酶的添加量、酶解时间等单因素对柚子皮 IDF 得率的影响,并利用正交试验设计优化柚子皮 IDF 的提取条件。最后对柚子皮 IDF 的结构与特性进行表征分析,这为柚子皮的高值化利用和精深加工提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

柚子皮 市售新鲜沙田柚子剥皮制得; α -淀粉酶(≥ 50 U/mg)、糖化酶(≥ 100 U/mg)、木瓜蛋白酶(≥ 10 U/mg)、胆酸钠(BR)、胆固醇(纯度 $\geq 99\%$) 上海源叶生物科技有限公司;葡萄糖、盐酸、氢氧化钠 分析纯,上海阿拉丁生化科技股份有限公司。

BGZ-76 电热鼓风干燥 上海博讯实业有限公司;L550 型离心机 湖南湘仪离心机仪器有限公司;FA2104N 型电子天平 上海精密仪器有限公司;723C 型可见分光光度计 上海欣茂仪器设备有限

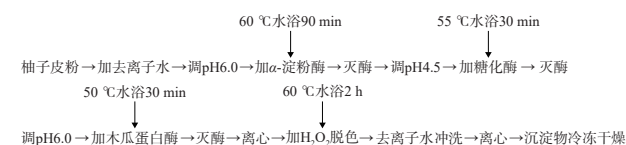
公司;HH-4 型数显恒温水浴锅 常州国华电器有限公司;pHS-3C 精密 pH 计 上海雷磁仪器厂;立式真空冷冻干燥机 北京松源华兴科技发展有限公司;Bruker V70 红外光谱仪 德国 Bruker 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 原料的预处理 将新鲜的柚子直接剥皮得柚子皮,然后用纯水洗净,切成约 2 cm×2 cm 的小块,放入石油醚(料液比 1:4)中浸泡 4 h 后取出,用蒸馏水反复清洗去除有机溶剂,放入烘箱,80 °C 干燥 24 h。用高速粉碎机将干燥后的柚子皮粉碎,过 100 目筛,得到脱脂柚子皮粉,备用。

1.2.2 柚子皮不溶性膳食纤维的提取方法 将柚子皮粉与水按一定比例混合均匀,用醋酸铵溶液调节溶液 pH 至 6,加入 α -淀粉酶,60 °C 水浴酶解 90 min,煮沸 5 min 灭酶。冷却后用醋酸铵溶液调节溶液 pH 至 4.5,加入一定量的糖化酶,55 °C 水浴 30 min,煮沸 5 min 灭酶。冷却后用醋酸铵溶液调节溶液 pH 至 6,加入木瓜蛋白酶,50 °C 水浴 30 min,煮沸 5 min 灭酶。冷却后用离心机以 4000 r/min 的转速离心 10 min,倒去上清液,加入 30% 过氧化氢,60 °C 水浴 2 h,用去离子水清洗,再用离心机以 4000 r/min 的转速离心 10 min 后收集沉淀,沉淀物冷冻干燥 48 h,得柚子皮 IDF。

1.2.3 柚子皮 IDF 的提取工艺流程



1.2.4 柚子皮不溶性膳食纤维的含量计算 不溶性膳食纤维的得率计算公式如下:

$$\text{IDF 得率}(\%) = m_1 / m_0 \times 100 \quad \text{式 (1)}$$

式(1)中: m_1 为提取的不溶性膳食纤维的质量; m_0 为样品的质量。

1.2.5 单因素实验设计 准确称取 1.0 g 脱脂柚子皮粉,控制淀粉酶的添加量为 0.6%,淀粉酶的酶解时间 90 min,木瓜蛋白酶的添加量 0.25%,木瓜蛋白酶的酶解时间 20 min,研究不同料液比(1:5、1:10、1:20、1:40、1:60 g/mL)对柚子皮 IDF 得率的影响;控制料液比 1:40 g/mL,淀粉酶的酶解时间 90 min,木瓜蛋白酶的添加量 0.25%,木瓜蛋白酶的酶解时间 30 min,研究淀粉酶的不同添加量(0.2%、0.4%、0.6%、0.8%、1.0%)对柚子皮 IDF 得率的影响;控制料液比 1:40 g/mL,淀粉酶的添加量 0.6%,木瓜蛋白酶的添加量 0.25%,木瓜蛋白酶的酶解时间 30 min,研究淀粉酶的不同酶解时间(30、60、90、120、180 min)对柚子皮 IDF 得率的影响;控制料液比 1:40 g/mL,淀粉酶的添加量 0.6%,淀粉酶的酶解时间 90 min,木瓜蛋白酶的酶解时间 30 min,研究木

瓜蛋白酶的不同添加量(0.10%、0.15%、0.20%、0.25%、0.30%)对柚子皮 IDF 得率的影响;控制料液比 1:40 g/mL,淀粉酶的添加量 0.6%,淀粉酶的酶解时间 90 min,木瓜蛋白酶的添加量 0.25%,研究木瓜蛋白酶的不同酶解时间(10、20、30、40、50 min)对柚子皮 IDF 得率的影响。

1.2.6 正交试验设计优化 在考察单因素实验结果的基础上,选取对柚子皮 IDF 得率影响程度较大的四个因素:料液比、淀粉酶的添加量、淀粉酶的酶解时间和木瓜蛋白酶的添加量。设计 4 因素 3 水平的正交实验,以柚子皮 IDF 得率为评价指标,研究上述因素对得率的影响,从而对提取工艺进行优化。正交因素水平设计如表 1 所示。

表 1 正交试验因素水平设计
Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment

水平	因素			
	A料液比 (g/mL)	B α-淀粉酶 添加量(%)	C淀粉酶酶解 时间(min)	D木瓜蛋白酶 添加量(%)
1	1:20	0.4	60	0.20
2	1:40	0.6	90	0.25
3	1:60	0.8	120	0.30

1.2.7 柚子皮中 IDF 的理化性质的测定

1.2.7.1 膨胀力(WSC)的测定 准确称取干燥样品 0.5 g 置于 25 mL 量筒中,读取此时样品自然堆积的体积,并记录。然后向量筒中加入 10 mL 蒸馏水,将量筒中的不溶性膳食纤维和蒸馏水轻轻混合均匀,室温静置 24 h,读取并记录样品吸水膨胀后的体积,IDF 的膨胀力计算如下^[19]:

$$\text{WSC}(\text{mL/g}) = \frac{V_1 - V_0}{m} \quad \text{式(2)}$$

式(2)中: V_1 , 样品吸水膨胀后测定的体积, mL; V_0 , 样品自然堆积的体积, mL; m , 样品的质量, g。

1.2.7.2 持水力(WHC)的测定 准确称取 0.5 g 干燥样品放入干燥的离心管中,称重。加入 20 mL 水,充分混合均匀。在 25 °C 恒温振荡器下振荡 1 h 后,4000 r/min 离心 10 min,取出,轻轻倒去上层清液,静置 5 min 后称重,IDF 的持水力计算如下^[19]:

$$\text{WHC}(\text{g/g}) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \quad \text{式(3)}$$

式(3)中: m_0 , 样品的质量, g; m_1 , 离心管的重量, g; m_2 , 离心管和含有水的样品的总重量, g。

1.2.7.3 持油力(OHC)的测定 准确称取 0.5 g 干燥样品放入干燥的离心管中,称重。加入 20 mL 大豆油,用旋涡混匀器混合均匀。在 25 °C 恒温振荡器下振荡 1 h 后,4000 r/min 离心 10 min,取出,轻轻倒去上层油脂,用吸油纸吸去离心管壁上多余的油脂,静置 5 min 后称重,IDF 的持油力计算如下^[20-21]:

$$\text{OHC}(\text{g/g}) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \quad \text{式(4)}$$

式(4)中: m_0 , 样品的质量, g; m_1 , 离心管的重量, g; m_2 , 离心管和含有油的样品的总重量, g。

1.2.7.4 阳离子交换能力(CEC)的测定 准确称取 0.5 g 干燥样品放入 10 mL 0.1 mol/L 的盐酸溶液中,室温下搅拌 24 h 后过滤,将残渣与 100 mL 15% NaCl 溶液混合,并用 0.1 mol/L 的 NaOH 溶液进行滴定,以酚酞作指示剂,记录滴定终点消耗的氢氧化钠溶液的体积。同时,用纯水代替上述的盐酸溶液,记录空白实验消耗 NaOH 溶液的体积。IDF 的阳离子交换能力计算如下^[16]:

$$\text{CEC}(\text{mmol/g}) = \frac{(V_1 - V_0) \times 0.1}{m} \quad \text{式(5)}$$

式(5)中: m , 样品的质量, g; V_1 , NaOH 滴定盐酸溶液消耗的体积, mL; V_0 , NaOH 滴定空白实验消耗的体积, mL。

1.2.8 柚子皮中 IDF 的体外吸附能力的测定

1.2.8.1 对葡萄糖吸附能力(GAC)的测定 取 0.5 g 干燥样品与 50 mL 100 mmol/L 的葡萄糖溶液混合,置于 37 °C 恒温振荡器中振荡 6 h 后取出。以 4000 r/min 的转速离心 10 min。倒出上清液,用 3,5-二硝基水杨酸比色法测定葡萄糖浓度。然后根据已绘制的标准曲线 $y=2.734x+0.3526$, $R^2=0.9902$, 测定吸附前后葡萄糖的浓度。IDF 对葡萄糖的吸附量的计算如下^[22-23]:

$$\text{GAC}(\text{mmol/g}) = \frac{(C_0 - C_1)}{m} \times 0.05 \quad \text{式(6)}$$

式(6)中: C_0 , 吸附前溶液中的葡萄糖浓度, mmol/L; C_1 , 离心后上清液中葡萄糖的浓度, mmol/L; m , 样品的质量, g。

1.2.8.2 对胆酸钠吸附能力(SAC)的测定 取干燥的样品 0.5 g 与 100 mL 0.15 mol/L NaCl 溶液和 0.2 g 胆酸钠混合均匀,放入 37 °C 的水浴锅中静置 3 h 后取出。以 4000 r/min 的转速离心 10 min 后,取 1 mL 上清液滴加到 10 mL 具塞比色管中,再加入 6 mL 45% H_2SO_4 和 1 mL 0.3% 糠醛,然后放入 65 °C 的水浴锅中静置 30 min,等待显色。用分光光度计测定 620 nm 处的吸光度,然后根据已绘制的标准曲线 $y=0.2648x-0.0545$, $R^2=0.9981$, 计算出残留的胆酸钠的浓度, IDF 对胆酸钠的吸附量计算如下^[24-25]:

$$\text{SAC}(\text{mg/g}) = \frac{m_1 - m_2}{m} \quad \text{式(7)}$$

式(7)中, m_1 , m_2 分别为吸附前后溶液中胆酸钠的量, mg; m_0 , 样品的质量, g。

1.2.8.3 对胆固醇吸附能力(CAC)的测定 将 10 mL 蛋黄液与 90 mL 蒸馏水混合,充分搅拌形成乳液。分别称取两份 1.0 g 柚子皮 IDF 于锥形瓶中,再各加入 25 mL 上述乳液混合均匀,将混合液的 pH 分别调节为 2.0(模仿胃环境)和 7.0(模仿小肠环境)。将

盛有混合液的锥形瓶置于 37 ℃ 的恒温振荡器上 180 r/min 振荡 2 h 后取出,再以 4000 r/min 的转速离心 20 min,取上清液,采用邻苯二甲醛法测定 550 nm 处的 OD 值,然后根据已绘制的标准曲线 $y=0.493x+0.0074$, $R^2=0.9988$, 计算上清液中残留的胆固醇的量。IDF 对胆固醇的吸附量计算如下^[24]:

$$\text{CAC}(\text{mg/g}) = \frac{m_1 - m_2}{m} \quad \text{式 (8)}$$

式(8)中, m_1 , m_2 分别是吸附前后溶液中胆固醇的量, mg; m , 样品的质量, g。

1.2.8.4 对 NO_2^- 吸附能力的测定 参照文献 [26-27] 的研究方法略作修改。绘制 NO_2^- 的标准曲线 $y=0.6385x+0.0265$, $R^2=0.9987$ 。准确称取柚子皮 IDF 0.5 g, 加入 30 mL、10.0 mg/L 的亚硝酸钠溶液, 调节溶液的 pH 至 2.0, 在 37 ℃ 的水浴振荡器上 180 r/min 恒温振荡, 在 10~90 min 时取样, 并测定溶液中剩余 NO_2^- 的量, IDF 对 NO_2^- 的吸附量的计算如下:

$$\text{NO}_2^- \text{ 吸附量 } Q(\mu\text{g/g}) = \frac{C_1 - C_2}{m} \times V \quad \text{式 (9)}$$

式(9)中: C_1 , C_2 分别是吸附前后溶液中 NO_2^- 的浓度, mg/mL; V , 溶液的体积, mL; m , 样品的质量, g。

1.2.9 傅里叶红外光谱 (FTIR) 的测定 将待测样品置于红外灯下充分干燥, 然后称取 1 mg 的待测样品与 100 mg 光谱纯溴化钾充分研磨至均匀的粉末, 用压片机压片备用, 以 4000~400 cm^{-1} 扫描, 设置扫描次数 64 次, 分辨率为 4 cm^{-1} 。

1.3 数据处理

所有试验均重复三次, 用软件 Excel 2016、SPSS 19.0 和 Origin 8.0 分析处理和作图。

2 结果与分析

2.1 柚子皮 IDF 得率单因素实验结果

2.1.1 料液比的选择 柚子皮 IDF 得率受料液比的影响如图 1 所示。随着料液比的逐渐增大, IDF 得率呈现先增大后逐渐减小的趋势。当料液比为 1:40 时, 提取率最高为 49.70%。这是由于料液比加大能够使样品与提取液充分接触, 利于 IDF 的溶出, 从而增加其得率。然而料液比继续增大, 柚子皮中

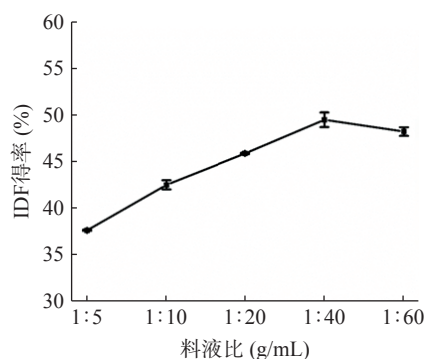


图 1 料液比对柚子皮 IDF 得率的影响

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

的 IDF 含量有限, 当其达到扩散平衡时, 可能会发生部分水解, 得率下降^[13]。因此, 选择料液比的优化范围是 1:20、1:40 和 1:60 g/mL。

2.1.2 α -淀粉酶添加量的选择 柚子皮 IDF 得率受 α -淀粉酶添加量的影响如图 2 所示。柚子皮 IDF 得率随 α -淀粉酶添加量的增大呈现先增大后减小的趋势。这是由于 α -淀粉酶的添加加快了柚子皮中的淀粉的水解, 利于 IDF 的溶出, 提高了其得率。当添加量为 0.6% 时, IDF 的得率最高为 52.16%。当添加量继续增加时, IDF 得率稍微降低, 这可能是由于 α -淀粉酶与底物的结合位点达到饱和的状态, 从而导致得率降低^[11]。综合各方面成本和得率考虑, 选择 α -淀粉酶的添加量 0.4%~0.8% 作为最佳优化范围。

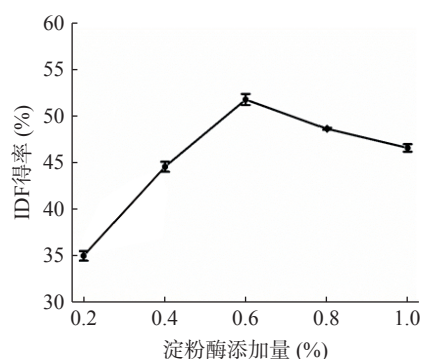


图 2 淀粉酶添加量对柚子皮 IDF 得率的影响

Fig.2 Effect of amylase addition amount on IDF yield of pomelo peel

2.1.3 α -淀粉酶酶解时间的选择 柚子皮 IDF 得率受 α -淀粉酶酶解时间的影响如图 3 所示, 呈现先升高后趋于平缓的趋势。这是由于随着酶解时间的增加, 柚子皮中的淀粉被充分酶解, 有助于 IDF 的析出, 得率达到最大值为 51.23%。时间继续延长, IDF 中其他物质可能会发生分解, 从而导致其得率降低^[28]。因此, 选择酶解时间的优化范围是 60、90、120 min。

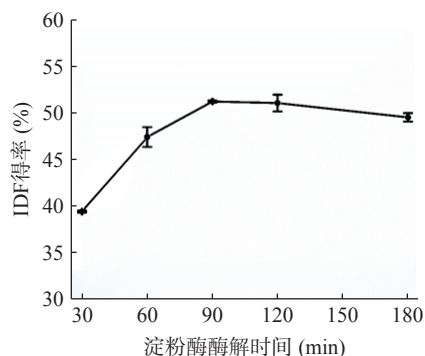


图 3 淀粉酶酶解时间对柚子皮 IDF 得率的影响

Fig.3 Effect of amylase hydrolysis time on IDF yield of pomelo peel

2.1.4 木瓜蛋白酶添加量的选择 柚子皮 IDF 得率受木瓜蛋白酶添加量的影响如图 4 所示。木瓜蛋白酶的添加量从 0.10% 增加到 0.25% 时, 柚子皮

IDF 得率大幅度增加,最大值为 49.27%,而后有所降低。这是由于木瓜蛋白酶添加量增加使得柚子皮中的蛋白质组分水解度增加,添加量过高会导致 IDF 中的半纤维素等组分溶解,从而使得 IDF 得率降低^[29]。因此,木瓜蛋白酶的添加量优化范围是 0.2%~0.3%。

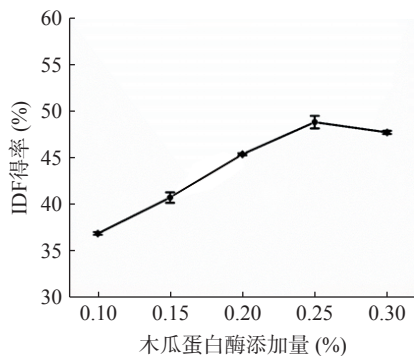


图 4 木瓜蛋白酶添加量对柚子皮 IDF 得率的影响

Fig.4 Effect of papain addition amount on IDF yield of pomelo peel

2.1.5 木瓜蛋白酶酶解时间的选择 柚子皮 IDF 得率受木瓜蛋白酶酶解时间的影响如图 5 所示。随着蛋白酶酶解时间的延长,柚子皮 IDF 得率呈先增大后减小的趋势,但总体变化差异不明显。当酶解时间为 30 min 时,柚子皮 IDF 得率最高为 43.70%。因此木瓜蛋白酶的酶解时间选为 30 min。

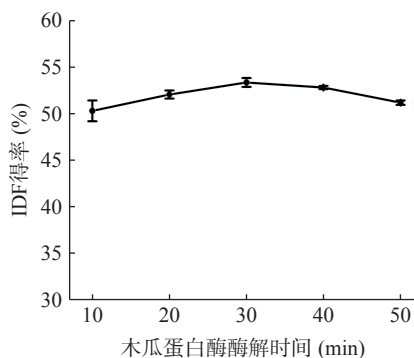


图 5 木瓜蛋白酶酶解时间对柚子皮 IDF 得率的影响

Fig.5 Effect of papain hydrolysis time on IDF yield of pomelo peel

2.2 优化工艺的正交试验结果

由单因素实验结果可知,料液比、 α -淀粉酶添加量、 α -淀粉酶酶解时间和木瓜蛋白酶添加量这 4 个因素对柚子皮 IDF 得率变化的影响较大。由表 2 可知,极差分析的结果 $R_B > R_D > R_C > R_A$,即对柚子皮 IDF 得率影响的程度依次为: B(α -淀粉酶添加量)>D(木瓜蛋白酶添加量)>C(α -淀粉酶酶解时间)>A(料液比)。从 k 值可以看出,提取柚子皮 IDF 的最佳工艺组合为 $A_2B_2C_2D_2$,即提取液的料液比为 1:40, α -淀粉酶添加量为 0.6%, α -淀粉酶酶解时间为 90 min,木瓜蛋白酶添加量为 0.25%。该试验条件并不包含在正交试验的 9 组试验中,因此需要对该条件进行单

表 2 柚子皮 IDF 得率的正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal experiment on IDF yield of pomelo peel

实验号	因素				IDF得率(%)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	39.56
2	1	2	2	2	54.93
3	1	3	3	3	43.74
4	2	1	2	3	40.15
5	2	2	3	1	52.76
6	2	3	1	2	45.83
7	3	1	3	2	40.50
8	3	2	1	3	44.73
9	3	3	2	1	47.08
K_1	138.23	120.21	130.12	139.40	
K_2	138.74	152.42	142.16	141.26	
K_3	132.31	136.65	137.00	128.62	
k_1	46.08	40.07	43.37	46.47	
k_2	46.25	50.81	47.39	47.09	
k_3	44.10	45.55	45.67	42.87	
R	2.14	10.74	4.01	4.21	

独试验操作。

2.3 验证试验结果

由正交试验结果可知,提取柚子皮 IDF 的最佳工艺条件为:料液比 1:40 g/mL, α -淀粉酶添加量为 0.6%, α -淀粉酶酶解时间为 90 min,木瓜蛋白酶添加量为 0.25%,木瓜蛋白酶酶解时间为 30 min。在此条件下进行试验,柚子皮 IDF 得率可达 $55.07\% \pm 1.03\%$,产品呈白色。

2.4 柚子皮 IDF 的理化性质

持水力和膨胀力反映出膳食纤维的水合能力。柚子皮 IDF 结构中含有大量的羟基和羧基等亲水基团,所以其水合能力较高。由表 3 可知,采用复合酶法提取的柚子皮 IDF 的持水力为 (12.54 ± 0.11) g/g,高于黄皮果皮 IDF 的持水力值 (3.18 ± 0.03) g/g^[30]。高持水力和膨胀力有利于促进人体排泄的速度。持油力的大小反映了膳食纤维对油脂吸附能力的强弱,柚子皮 IDF 的持油力为 1.54 ± 0.02 g/g,说明其对油脂具有一定的吸附能力。柚子皮 IDF 的阳离子交换能力为 0.36 ± 0.04 mmol/g,这是由于膳食纤维的分子结构中含有羧基和氨基,可实现与阳离子可逆交换^[31]。

表 3 柚子皮 IDF 的理化特性

Table 3 Physicochemical properties of pomelo peel IDF

理化特性	膨胀力 (mL/g)	持水力 (g/g)	持油力 (g/g)	阳离子交换 能力(mmol/g)
测定结果	2.84 ± 0.09	12.54 ± 0.11	1.54 ± 0.02	0.36 ± 0.04

2.5 柚子皮 IDF 的体外吸附特性结果分析

从表 4 可知,柚子皮 IDF 的网状结构具有吸附葡萄糖的能力,这有利于控制人的餐后血糖水平^[23,31]。研究表明,过量摄入胆固醇可诱发心血管

表 4 柚子皮 IDF 对葡萄糖、胆固醇和胆酸钠的吸附结果

Table 4 Results of IDF adsorption on glucose, cholesterol and sodium cholate of grapefruit peel

吸附特性	葡萄糖吸附能力(mmol/g)	胆固醇吸附能力(mg/g)(pH2)	胆固醇吸附能力(mg/g)(pH7)	胆酸钠吸附能力(mg/g)
测定结果	0.13±0.003	9.82±0.036	12.27±0.020	53.25±0.100

疾病。IDF 可通过调节脂质代谢的相关基因的表达, 从而影响人们对胆固醇脂质的代谢^[7]。通过实验发现, 柚子皮 IDF 对胆固醇具有一定的吸附能力, 但吸附能力的大小受 pH 的影响。在 pH 为 7 的条件下, 对胆固醇的吸附能力达 12.27±0.020 mg/g。亚硝酸盐可与仲胺、叔胺发生反应生成强致癌物亚硝胺, 而不溶性膳食纤维中含有的酚酸基团可与亚硝酸盐生成不可逆反应从而阻断了 N-硝基化合物的生成^[26,32], 因此达到清除体内亚硝酸盐的作用。由图 6 可知, 柚子皮 IDF 对 NO₂⁻的吸附量在 90 min 后达到平衡, 为 157 μg/g。

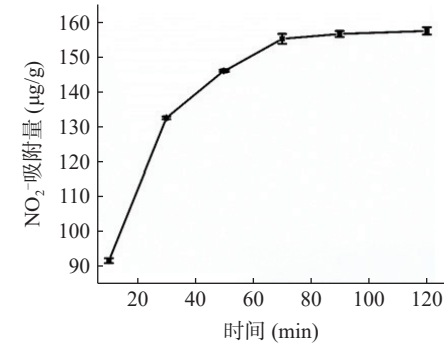


图 6 柚子皮 IDF 对亚硝酸盐吸附能力的影响

Fig.6 Effect of pomelo peel IDF on nitrite adsorption capacity

2.6 傅里叶红外光谱分析结果

柚子皮中 IDF 的红外光谱分析如图 7 所示。波数为 3430 cm⁻¹ 处宽的吸收峰归属为纤维素和半纤维素的 O-H 的伸缩振动峰, 2920 和 2850 cm⁻¹ 处的吸收峰归属为糖类甲基的 C-H 的收缩振动, 1740 和 1620 cm⁻¹ 处的吸收峰是 C=C 和 C=O 的伸缩振动^[19], 1290~1500 cm⁻¹ 处的吸收峰为木质素芳香骨架中的 CH₃-和 CH₂-的伸缩振动。1062 cm⁻¹ 处的吸收峰为纤维素和半纤维素中的 C-O-C 骨架的对称伸缩^[21,33], 符合膳食纤维的结构。

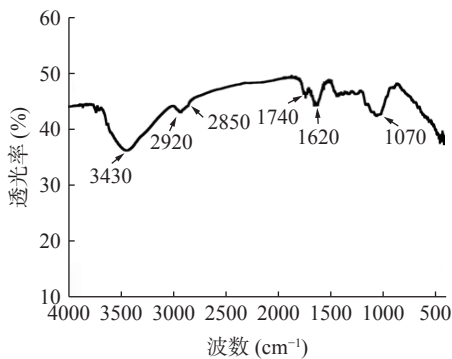


图 7 柚子皮 IDF 的红外光谱图

Fig.7 Infrared spectrum of pomelo peel IDF

3 结论

本试验以柚子皮为原料, 在单因素实验的基础上, 采用复合酶法提取柚子皮 IDF。通过正交试验确定提取的最佳工艺: 料液比 1:40 g/mL、淀粉酶的添加量 0.6%、淀粉酶的酶解时间 90 min、木瓜蛋白酶的添加量 0.2%、木瓜蛋白酶的酶解时间 30 min。在此工艺条件下做验证实验, 柚子皮 IDF 得率可达 55.07%±1.03%。柚子皮 IDF 的膨胀力 2.84±0.09 mL/g, 持水力 12.54±0.11 g/g, 持油力 1.54±0.02 g/g, 阳离子交换能力 0.36±0.04 mmol/g。由体外吸附实验可知, 柚子皮 IDF 可吸附葡萄糖 0.13±0.003 mmol/g, 胆固醇 12.27±0.020 mg/g (pH7), 胆酸钠 53.25±0.100 mg/g 和亚硝酸根离子 157 μg/g。以上试验结果表明, 采用复合酶提取的柚子皮 IDF 具有良好的吸附特性, 这为利用生物质废弃物柚子皮开发不溶性膳食纤维功能性产品提供了依据, 有助于推动膳食纤维的高效化应用。

© The Author(s) 2024. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

参考文献

[1] SANG J Q, LI L, WEN J, et al. Chemical composition, structural and functional properties of insoluble dietary fiber obtained from the Shatian pomelo peel sponge layer using different modification methods[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2022, 165: 113737.

[2] 陈欲云, 马清萍, 王涛, 等. 柚皮素止咳化痰平喘作用的研究[J]. *食品工业科技*, 2014, 35(19): 355-358. [CHEN Y Y, MA Q P, WANG T, et al. Experimental study on antitussive, expectorant and anti-asthmatic effects of Naringenin[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2014, 35(19): 355-358.]

[3] TOCMO R, PENA-FRONTERRAS J, CALUMBA K F, et al. Valorization of pomelo (*Citrus grandis* Osbeck) peel: A review of current utilization, phytochemistry, bioactivities, and mechanisms of action[J]. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2020, 19(4): 1969-2012.

[4] 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: 105549.

[5] 陈贵婷, 胡坦, 徐阳, 等. 柑橘膳食纤维理化性质、生理功能及其在食品中的应用研究进展[J]. *食品科学*, 2022, 43(23): 336-345. [CHEN G P, HU T, XU Y, et al. Physicochemical properties, physiological functions of citrus dietary fiber and its application in food science[J]. *Food Science*, 2022, 43(23): 336-345.]

- [6] 周新, 唐世英, 杨贺祺, 等. 不溶性膳食纤维的提取、表征及改性研究进展[J]. 食品工业科技, 2021, 42(3): 359–366, 372. [ZHOU X, TANG S Y, YANG H Q, et al. Research progress on isolation, characterization and modification of insoluble dietary fiber[J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(3): 359–366, 372.]
- [7] 赵广河, 张瑞芬, 董丽红, 等. 不溶性膳食纤维调节脂质代谢研究进展[J]. 中国食品学报, 2021, 21(11): 319–328. [ZHAO G H, ZHANG R F, DONG L H, et al. Research progress on insoluble dietary fiber in regulating lipid metabolism[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2021, 21(11): 319–328.]
- [8] LIU H F, ZENG X Y, HUANG J Y, et al. Dietary fiber extracted from pomelo fruitlets promotes intestinal functions, both *in vitro* and *in vivo*[J]. Carbohydrate Polymers, 2020, 252: 117186.
- [9] DENG M, LIN Y S, DONG L H, et al. Physicochemical and functional properties of dietary fiber from pummelo (*Citrus grandis* L. Osbeck) and grapefruit (*Citrus paradise* Mcfad) cultivars[J]. Food Bioscience, 2021, 40(1): 100890.
- [10] 林伟达, 李娜, 祝子坪, 等. 不同提取方法对青钱柳叶不溶性膳食纤维理化性质和抗氧化活性的影响[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(6): 93–98. [LIN W D, LI N, ZHU Z P, et al. Effects of different extraction methods on physicochemical properties and antioxidant activity of insoluble dietary fiber from *Cyclocarya paliurus* leaves[J]. Food Research and Development, 2022, 43(6): 93–98.]
- [11] 吴强, 陈韬, 朱姍, 等. 藕渣不溶性膳食纤维提取工艺及其理化性质分析[J]. 食品工业科技, 2018, 39(20): 158–164. [WU Q, CHEN T, ZHU S, et al. Extraction process of insoluble dietary fiber from lotus root residue and its physicochemical properties analysis[J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(20): 158–164.]
- [12] 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.]
- [13] 丁政宇, 张士凯, 何子杨, 等. 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[J]. 食品工业科技, 2021, 42(20): 157–163. [DING Z Y, ZHANG S K, HE Z Y, et al. Optimization of enzymatic extraction process of insoluble dietary fiber from *polygonatum sibiricum* residue by response surface methodology and its characterization[J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(20): 157–163.]
- [14] 宋康, 宋莎莎, 弓志青, 等. 水不溶性膳食纤维生理功能、制备工艺及应用研究进展[J]. 食品工业, 2020, 41(2): 258–262. [SONG K, SONG S S, GONG Z Q, et al. Properties, physiological function, preparation technology and application of insoluble dietary fiber[J]. The Food Industry, 2020, 41(2): 258–262.]
- [15] DONG W J, WANG D D, HU R S, et al. Chemical composition, structural and functional properties of soluble dietary fiber obtained from coffee peel using different extraction methods[J]. Food Research International, 2020, 136: 109497.
- [16] 顾欣, 刘梦雅, 李迪, 等. 发酵法提取梁平柚柚皮不溶性膳食纤维及理化性质研究[J]. 食品科技, 2021, 46(5): 186–192. [GU X, LIU M Y, LI D, et al. Extraction and physicochemical properties of insoluble dietary fiber from pomelo peel by fermentation[J]. Food Science and Technology, 2021, 46(5): 186–192.]
- [17] 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. Study on the physical and chemical properties of dietary fiber of Meizhou golden pomelo peel[J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(4): 73–81, 303.]
- [18] 范道春, 朱昊伟, 刘垒, 等. 酶法提取柚子皮中水不溶性膳食纤维的研究[J]. 食品工业, 2019, 40(2): 165–168. [FAN D C, ZHU H W, LIU L, et al. Study on extraction of water-insoluble dietary fiber from grapefruit skin by enzymatic extraction[J]. The Food Industry, 2019, 40(2): 165–168.]
- [19] 刘鸿斌, 樊红秀, 赵鑫, 等. 改性处理对绿豆皮膳食纤维结构及功能特性的影响[J]. 中国食品学报, 2022, 22(9): 82–91. [LIU H C, FAN H X, ZHAO X, et al. Effects of modification on the structure and functional properties of dietary fiber in mung bean skin[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2022, 22(9): 82–91.]
- [20] JIANG Z M, MU S N, MA C L, et al. Consequences of ball milling combined with high-pressure homogenization on structure, physicochemical and rheological properties of citrus fiber[J]. Food Hydrocolloids, 2022, 127: 107515.
- [21] XIAO Z Q, YANG X Y, ZHAO W W, et al. Physicochemical properties of insoluble dietary fiber from pomelo (*Citrus grandis*) peel modified by ball milling[J]. Journal of Food Processing and Preservation, 2021, 46(2): 15672.
- [22] HUANG H R, CHEN J J, CHEN Y, et al. Modification of tea residue dietary fiber by high-temperature cooking assisted enzymatic method: Structural, physicochemical and functional properties[J]. LWT-Food Science & Technology, 2021, 145(1): 111314.
- [23] NIU Y G, LI N, XIA Q, et al. Comparisons of three modifications on structural, rheological and functional properties of soluble dietary fibers from tomato peels[J]. LWT-Food Science and Technology, 2018, 88: 56–63.
- [24] 郭增旺, 马萍, 刁静静, 等. 超微型大豆皮水不溶性膳食纤维理化及吸附特性[J]. 食品科学, 2018, 39(5): 106–112. [GUO Z W, MA P, DIAO J J, et al. Physicochemical and adsorption properties of ultramicro insoluble dietary fiber from soybean hull[J]. Food Science, 2018, 39(5): 106–112.]
- [25] 胡国华, 黄绍华. 米糠膳食纤维对胆酸钠吸附作用的研究[J]. 中国食品添加剂, 2001(2): 10–12. [HU G H, HUANG S H. Study on rice bran dietary fiber binding bile sodium *in vitro*[J]. China Food Additives, 2001(2): 10–12.]
- [26] 刘静娜, 庄远红. 盐酸改性西瓜皮不溶性膳食纤维对亚硝酸盐的吸附作用[J]. 食品科学技术学报, 2019, 37(4): 72–77. [LIU J N, ZHUANG Y H. Adsorption of nitrite by hydrochloric acid modified insoluble dietary fiber in watermelon peel[J]. Journal of Food Science and Technology, 2019, 37(4): 72–77.]
- [27] 钟希琼, 胡文娥, 林丽超. 膳食纤维对油脂、胆固醇、胆酸钠和亚硝酸根离子吸附作用的研究[J]. 食品工业科技, 2010, 31(5): 134–136. [ZHONG X Q, HU W E, LIN L C. Study on the adsorption of dietary fiber for oil and fat cholesterol sodium cholate and NO_2^- [J]. Science and Technology of Food Industry, 2010,

31(5): 134-136.]

[28] 仲山民, 陈梦静, 仲恽. 常山胡柚不溶性膳食纤维的提取工艺研究[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(10): 48-52. [ZHONG S M, CHEN M J, ZHONG Y. Study on extraction technology of Changshan-huyou insoluble dietary fiber (IDF) [J]. China Food Additives, 2021, 32(10): 48-52.]

[29] 杜艳, 朱彩平. 酶法提取石榴皮不溶性膳食纤维的工艺条件优化[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(19): 6674-6678. [DU Y, ZHU C P. Optimization of process conditions for extracting pomegranate skin insoluble dietary fiber by enzymatic method [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2019, 10(19): 6674-6678.]

[30] 文攀, 裴志胜, 朱婷婷, 等. 黄皮果皮膳食纤维的物化性质及结构表征[J]. 食品科技, 2020, 45(5): 254-260. [WEN P, PEI Z S, ZHU T T, et al. Physicochemical properties and structural charac-

terization of clausenalanisium peel dietary fiber[J]. Food Science and Technology, 2020, 45(5): 254-260.]

[31] 赵健, 郑刚, 赵国华. 超高压处理对红薯渣膳食纤维理化性质的影响[J]. 食品科学, 2009, 30(17): 109-112. [ZHAO J, ZHENG G, ZHAO G H. Effects of ultra high pressure treatment on physico-chemical properties of dietary fiber prepared from residue of sweet potato after starch extraction[J]. Food Science, 2009, 30(17): 109-112.]

[32] CHU J X, ZHAO H Z, LU Z X, et al. Improved physico-chemical and functional properties of dietary fiber from millet bran fermented by *Bacillus natto* [J]. Food Chemistry, 2019, 294: 79-86.

[33] SU X J, YANG W H, LI K Q, et al. Fully organic and biodegradable super hydrophobic sponges derived from natural resources for efficient removal of oil from water[J]. Separation and Purification Technology, 2021, 277: 119411.