

响应面法研究 脱脂豆粕渣膳食纤维提取工艺

谢显华,李国基*

(华南理工大学轻工与食品学院,广东广州 510640)

摘要:以脱脂豆粕渣为原料,利用响应面法研究了碱浓度、提取温度、提取时间以及料液比对脱脂豆粕渣膳食纤维提取率的影响。结果表明,回归模型能很好地反映各因素水平与响应值之间的关系,同时得出最佳的提取条件为:提取温度 62℃,提取时间 60min,料液比为 1:8,碱浓度 0.68%。此时膳食纤维提取率为 59.48%,持水力为 5.3767g/g,溶胀性为 6.35mL/g。

关键词:响应面法,脱脂豆粕渣,膳食纤维

Optimization of extraction parameters of dietary fiber from defatted soybean meal residues by response surface method

XIE Xian-hua, LI Guo-ji*

(Light and Chemical Industry Institute, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: The dietary fiber was extracted from defatted soybean meal residues by sodium hydroxide immersion method. The effects on the dietary fiber extraction rate of temperature, time, alkali concentration and the ratio between material and solution were studied. The results indicated that the generated regression model reflected the relationship between the independent variables and the responses. From the regression model, the optimum conditions of enzymatic pretreatment were identified as follows: temperature 62℃, time 60min, the ratio between material and solution 1:8, and alkali concentration 0.68%. Under the optimum conditions, the dietary fiber extraction rate was 59.48%, the water holding capability and hydration capability were 5.3767g/g and 6.35mL/g, respectively.

Key words: response surface method; defatted soybean meal residues; dietary fiber

中图分类号: TS201.2⁺3

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2010)02-0220-04

膳食纤维(DF)是指一些既不能被小肠消化酶分解也不能被小肠吸收的多糖、木质素等植物性成分^[1]。根据其溶解性的差异可分为水溶性膳食纤维和水不溶性膳食纤维,后者具有吸收人体水分特性及预防便秘等效果^[2]。以豆粕、面粉为原料的酱油生产中,除了原料中的蛋白质、淀粉被部分利用以外,其他营养成分(如油脂、纤维、磷脂等)大多留在酱渣中。由于其数量多、水分含量高,运输困难,难以保存,生产厂家通常以低价售给当地农民作饲料或丢弃,从而造成了大量资源浪费,处理不当还会造成环境污染。研究表明,豆粕渣中的粗脂肪含 7.4%~8.6%,粗蛋白 19.5%~25.8%,还原糖 10.7%~12.3%^[3],但是,长期以来,受到经济、科技的制约,并没有得到充分利用。2005 年,日本熊本县工业技术

中心^[4]利用碱和过氧化氢处理,成功地从酱油渣中提取出了膳食纤维,产品为白色粉末,含纤维 80%,每吨酱渣可得 200kg 膳食纤维,可用于各种食品、保健品中,这一成果引起了世界各国的广泛关注。王忠合^[5]采用酶法辅助碱法研究了酱油渣不溶性膳食纤维的制备工艺及其功能特性。本文采用某酱油厂发酵后的脱脂豆粕渣为原料,研究膳食纤维的提取工艺。经测定该原料含蛋白质约 31%,为了得到较纯的膳食纤维,采用响应面法对该提取工艺进行优化,以为酱油渣的综合利用及实际生产需要提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

脱脂豆粕渣 取自广东省某酱油厂。

W201B 数显恒温水浴锅 上海申腾生物技术有限公司;离心机 TuL 5A 型,上海菲恰尔分析仪器有限公司;OLYMPUS BX51 型偏光显微镜 日本奥林巴斯公司;SHB-III 循环水式真空抽滤泵 郑州长城

收稿日期:2009-04-21 * 通讯联系人

作者简介:谢显华(1985-),男,在读硕士,研究方向:调味品工艺。

基金项目:广东省科技计划项目(2007B080401010)。

科工贸有限公司;高速万能粉碎机 北京市永光明医疗仪器厂;DHG-9070 型电热恒温鼓风干燥箱 上海精宏实验设备有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 膳食纤维的提取工艺流程 脱脂豆粕渣→烘干(80℃,5h)→粉碎→过筛→脱盐(用水浸泡数次)→脱蛋白(碱水解)→离心(4000r/min,30min)→滤渣漂洗至中性→脱色→干燥→粉碎→不可溶膳食纤维

1.2.2 操作要点

1.2.2.1 原料预处理 原料烘干(80℃,5h),粉碎,然后过40目筛。采用水浸提法脱盐,烘干备用。

1.2.2.2 脱蛋白 称取预处理过的干基(g)数克,首先进行单因素实验,研究碱浓度、提取温度、提取时间及料液比四个因素对提取率的影响,来确定响应的因素及水平。

1.2.2.3 后处理 将除蛋白外的物料漂洗至中性,然后加一定量的双氧水脱色,最后干燥,称得处理后膳食纤维的质量(g)。

$$\text{膳食纤维提取率} = \frac{\text{处理后膳食纤维的质量(g)}}{\text{干基总质量(g)}} \times 100\%$$

1.2.4 膳食纤维的显微结构研究 将提取的膳食纤维过300目筛,取适量均匀涂于玻璃片上,然后将玻片固定在偏光显微镜的载物台上进行观察,并拍摄具有代表性的样品颗粒形貌。

1.2.5 持水力的测定^[6] 准确称取1.000g过40目筛的食用纤维,置于100mL烧杯中,加蒸馏水75mL浸泡24h后,在3000~4000r/min的转速下离心分离30min,倾去上层清液,甩干水分称重。

$$\text{持水力(WHC)} = \frac{\text{样品湿重(g)} - \text{样品干重(g)}}{\text{样品干重(g)}}$$

1.2.6 溶胀性的测定 准确称取过40目筛的食用纤维0.1g,置于10mL量筒中,用移液管准确移取5.00mL蒸馏水加入其中,振荡均匀后放置24h,读取液体中食用纤维体积。

$$\text{溶胀性(SW)} = \frac{\text{溶胀后纤维体积(mL)} - \text{干品体积(mL)}}{\text{样品干重(g)}}$$

2 结果与讨论

2.1 单因素实验

2.1.1 碱浓度对提取率的影响 对脱盐、干燥、粉碎后的脱脂豆粕渣,选取NaOH质量分数分别为0.4%、0.5%、0.6%、0.7%、0.8%、0.9%,在料液比为1:10,提取时间为60min,提取温度为60℃条件下,研究NaOH质量分数对水不溶性膳食纤维提取率的影响见图1。

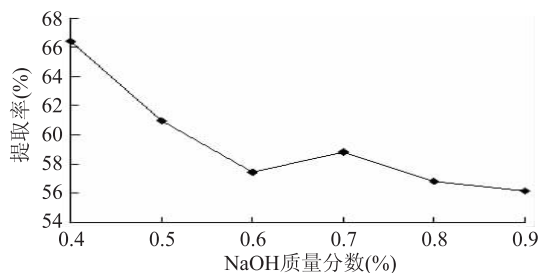


图1 NaOH质量分数对提取率的影响

由图1可知,随着氢氧化钠质量分数的升高,提取率先减少后增大,再缓慢减少。NaOH质量分数为

0.4%时膳食纤维提取率最大,这可能与蛋白质未分解完有关。随浓度的增加,纯度提高,在NaOH质量分数为0.7%时,得率又增高,此后得率减低可能是由于碱浓度过高使部分纤维素水解,因此选0.7%为宜。

2.1.2 提取温度对提取率的影响 对脱盐、干燥、粉碎后的脱脂豆粕渣,选取分别为提取温度为40、50、60、70、80℃,在料液比为1:10,提取时间为60min,NaOH质量分数为0.7%条件下,研究提取温度对水不溶性膳食纤维提取率的影响见图2。

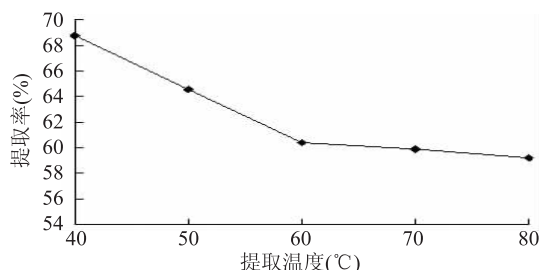


图2 提取温度对提取率的影响

由图2可知,随提取温度的提高,纤维素提取率先急速下降,到60℃后趋于平缓。这可能是由于温度过低蛋白质与碱不能充分作用,随温度的提高,蛋白质提取逐渐完全,膳食纤维的纯度提高,但60℃之后,也许有纤维素水解发生,因此,选60℃为宜。

2.1.3 提取时间对提取率的影响 对脱盐、干燥、粉碎后的脱脂豆粕渣,分别选取提取时间为40、50、60、70、80min,在料液比为1:10,提取温度为60℃,NaOH质量分数为0.7%条件下,研究提取时间对水不溶性膳食纤维提取率的影响见图3。

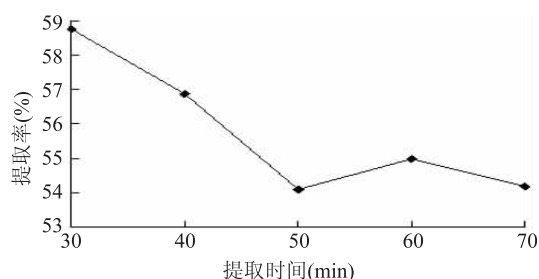


图3 提取时间对提取率的影响

从图3可看出,随着提取时间的增加,不可溶膳食纤维的得率先降低后增加,在30min时得率最大,这是因为提取时间过短,蛋白质水解不完全,造成得率出现假象最大值。而提取时间过长,膳食纤维软化,易造成纤维素和半纤维素发生轻度水解,也会导致不可溶膳食纤维的得率降低。因此,提取时间应选择60min为宜。

2.1.4 料液比对提取率的影响 对脱盐、干燥、粉碎后的脱脂豆粕渣,选取分别为料液比1:8、1:10、1:12、1:14、1:16,在提取时间为60min,提取温度为60℃,NaOH质量分数为0.7%条件下,研究料液比对水不溶性膳食纤维提取率的影响见图4。

从图4可以看出,随料液比的增加,膳食纤维的提取率逐步下降,但料液比1:10之前下降的坡度较之后大。这可能是由于料过多,使得料在溶液中不能充分溶胀,影响了与碱的作用,但料太少容易导致纤维素的水解。因此,料液比应选择1:10为宜。

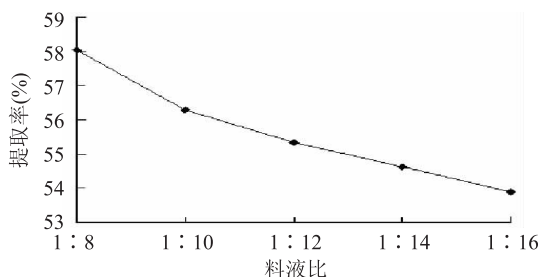


图4 料液比对提取率的影响

2.2 脱蛋白条件优化中心组合实验

2.2.1 模型的建立 根据单因素实验结果,对碱浓度、提取时间、提取温度、料液比4个因素分别在3个水平上对预处理实验进行中心组合设计,共有29个实验点。轴向点代表了每个独立变量的极值水平;中心点代表中心水平,重复5次以估计实验误差。响应面分析因素和水平见表1,实验结果见表2。

表1 响应面分析因素和水平

水平	因素			
	X ₁ 碱浓度 (%)	X ₂ 提取温度 (℃)	X ₃ 提取时间 (min)	X ₄ 料液比
-1	0.6	50	50	1:8
0	0.7	60	60	1:10
1	0.8	70	70	1:12

表2 中心组合实验设计与结果

实验号	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	膳食纤维提取率 Y (%)
1	-1	0	-1	0	51.5245
2	-1	-1	0	0	52.0710
3	-1	0	0	-1	50.7380
4	-1	0	0	1	52.9605
5	-1	1	0	0	52.7525
6	-1	0	1	0	52.0225
7	0	-1	-1	0	52.9275
8	0	0	-1	-1	52.9595
9	0	0	-1	1	54.0885
10	0	1	-1	0	54.9695
11	0	-1	0	-1	55.1885
12	0	-1	0	1	55.0155
13	0	0	0	0	58.9984
14	0	0	0	0	60.8725
15	0	0	0	0	60.3885
16	0	0	0	0	59.2523
17	0	0	0	0	59.5873
18	0	1	0	1	55.3855
19	0	1	0	-1	55.6135
20	0	-1	1	0	56.1210
21	0	0	1	-1	54.6150
22	0	0	1	1	54.0640
23	0	1	1	0	55.8100
24	1	0	-1	0	54.5235
25	1	-1	0	0	56.3710
26	1	0	0	-1	55.2950
27	1	0	0	1	55.3780
28	1	1	0	0	54.2785
29	1	0	1	0	54.8973

由 Design-Expert 软件对 31 个实验点的膳食纤维提取率进行回归分析得出二次模型方差分析表,见表3。

表3 响应面二次模型方差分析表

方差来源	平方和	自由度	方差	F 值	P>F
模型	177.65	14	12.69	26.29	<0.0001
X ₁	29.05	1	29.05	60.19	<0.0001
X ₂	0.81	1	0.81	1.68	0.2165
X ₃	3.57	1	3.57	7.39	0.0166
X ₄	0.51	1	0.51	1.06	0.3203
X ₁ X ₂	3.56	1	3.56	7.38	0.0167
X ₁ X ₃	0.19	1	0.19	0.39	0.5400
X ₁ X ₄	1.14	1	1.14	2.37	0.1459
X ₂ X ₃	1.38	1	1.38	2.87	0.1125
X ₂ X ₄	0.28	1	0.28	0.58	0.4603
X ₃ X ₄	0.11	1	0.11	0.24	0.6336
X ₁ ²	89.12	1	89.12	184.66	<0.0001
X ₂ ²	19.77	1	19.77	40.95	<0.0001
X ₃ ²	48.82	1	48.82	101.14	<0.0001
X ₄ ²	45.43	1	45.43	94.12	<0.0001
残差	6.76	14	0.48		
失拟性	4.27	10	0.43	0.69	0.7126
纯误差	2.48	4	0.62		
总离差	184.40	28			

由表3可知,碱浓度及其平方(P<0.0001)的影响显著,提取温度(P<0.05)影响较为显著。各因素经回归拟合后得到了膳食纤维提取率的回归方程:

$$Y(\%) = 59.82 + 1.56X_1 + 0.26X_2 + 0.55X_3 + 0.21X_4 - 0.94X_1X_2 + 0.22X_1X_3 - 0.53X_1X_4 - 0.59X_2X_3 - 0.26X_2X_4 - 0.17X_3X_4 - 3.71X_1^2 - 1.75X_2^2 - 2.74X_3^2 - 2.65X_4^2$$

通过数学分析方法^[7]及 MatLab 软件分析,得到最佳工艺为碱浓度 0.68%,提取温度 62.13℃,提取时间 61.09min,料液比 1:8.29,根据实际操作要求,选取最佳工艺条件为碱浓度 0.68%,提取温度 62℃,提取时间 60min,料液比 1:8,经过三组平行实验,由此得到的膳食的提取率为 59.48%。

2.2.2 响应面分析 固定提取温度为 60℃,形成了碱浓度、提取时间和料液比的响应面图,分别见图5~图7。从这3个图可知,在因素所考察的范围内膳食纤维提取率随着碱浓度、提取时间和料液比的变化都呈现先增大后降低的趋势,尤其是碱浓度的影响最为明显,与方差分析的结论相同。

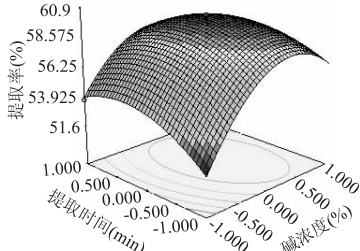


图5 Y=f(X₁,X₃)的响应面

2.3 膳食纤维偏光显微镜结构

最优工艺条件下提取的膳食纤维,经烘干,过300目筛后于 OLYMPUS BX51 型偏光显微镜拍摄。图8中的 a,b 分别为 200 倍、500 倍的偏光图片。根据文献[8]的纤维素环境扫描电镜图片,可初步判断,图8为膳食纤维的偏光显微镜结构,此图表明碱除蛋白质法能够提出较纯的膳食纤维,而且这种纤维具有一定的结晶性。

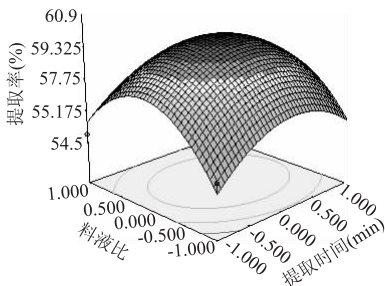


图6 $Y=f(X_3, X_4)$ 的响应面

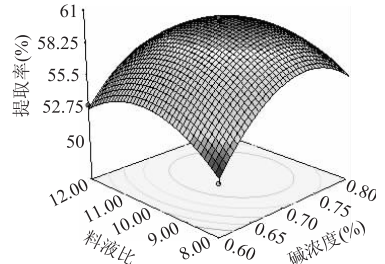


图7 $Y=f(X_1, X_4)$ 的响应面



图8 膳食纤维的偏光显微镜结构

3 结论

通过响应面法优化了脱脂豆粕渣膳食纤维的提取工艺。结果表明:最佳工艺条件为碱浓度 0.68% , 提取温度 62℃ , 提取时间 60min , 料液比 1:8 , 在此工艺条件下,膳食纤维的提取率可达 59.48% , 持水力为 5.3767 g/g , 溶胀性为 6.35 mL/g。

参考文献

[1] Theuwissen E, Mensink R P. Water-soluble dietary fibers and cardiovascular disease [J]. Physiology & Behavior, 2008, 94: 285-292.
[2] 冯志强, 李梦琴, 刘燕燕. 生物酶法提取麦麸膳食纤维的研究[J]. 现代食品科技, 2006(1): 9-10.
[3] 韩丽, 刘晓, 李国兴, 等. 酱油渣和醋渣的开发利用[J]. 粮食与饲料工业, 2005(3): 32-33.
[4] 阎杰. 酿造酱渣开发利用的研究进展[J]. 中国酿造, 2007(2): 5-8.
[5] 王忠合. 酱油渣不溶性膳食纤维的制备及其功能特性研究[J]. 中国酿造, 2009(2): 105-108.
[6] 曾庆梅, 杨毅, 殷匀旭, 等. 梨渣水不溶性膳食纤维的提取工艺研究[J]. 食品科学, 2008, 29(8): 275-278.
[7] 刘军海, 黄宝旭, 蒋德超. 响应面分析法优化艾叶多糖提取工艺研究[J]. 食品科学, 2009, 30(2): 114-118.
[8] 周晓宏, 陈洪章, 邵曼君, 等. 同步糖化发酵过程中纤维素降解的环境扫描电镜观察[J]. 电子显微学报, 2003, 22(5): 385-389.

(上接第 219 页)

表3 正交实验方差分析表

来源	平方和	自由度	均方和	F 值	显著性
A	5783.50000	3	1927.83333	3.91	NO
B	16179.00000	3	5393.00000	10.94	*
C	49433.50000	3	16477.83333	33.43	*
D	9381.50000	3	3127.16667	6.35	(*)
误差	1478.50000	3	492.83333		

注: * : $p < 0.05$; (*) : $p < 0.1$ 。

2.3 燕麦多糖分子量测定结果

燕麦麸皮所提出的燕麦多糖的分子量分为两部分, 出峰时间 5.5~8min 的为第一部分, 分子量为 400~600kDa, 后面对称的一部分出峰时间 9.5~12.5min, 分子量为 150kDa。其中, 分子量为 400~600kDa 的含量为 31.28% , 分子量为 150kDa 的含量为 68.72%。申瑞玲^[6]等发现不同条件提取的燕麦 β -葡聚糖分子

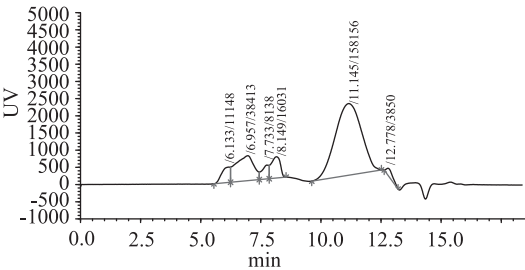


图5 燕麦多糖分子量分布

量分布在 340~2000kDa 之间, 本实验结果表明, 燕麦多糖中也包括有分子量为 150kDa 的组分。造成这种差异的原因可能是由于产地、提取条件和前处理方法的不同。

3 结论

燕麦多糖提取的最佳条件为: 温度 60℃ , 料液比 10 倍, 时间 1.5h, 提取次数 3 次。该条件下燕麦多糖的得率为 10.92 ± 0.03 g/100g; 燕麦多糖是由分子量为 400~600kDa 和 150kDa 两部分多糖组成的。

参考文献

[1] 李进. 燕麦的营养价值及保健功效[J]. 新疆农业科技, 1993(5): 38-39.
[2] Stacey Bell, Valerie M. Goldman. Effect of β -Glucan from Oats and Yeast on Serum Lipids [J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 1999, 39(2): 189-202.
[3] 马晓凤, 陕方, 刘森, 等. 膨化燕麦麸对大鼠血脂水平的影响及营养品质研究[J]. 营养学报, 1999, 21(2): 196-199.
[4] 刘森, 马晓凤, 陕方, 等. 改性燕麦麸的保健营养功效初探[J]. 粮油食品科技, 2002, 10(3): 14-16.
[5] 张娟, 杜先锋, 饶砚琴. 刚果红法测定燕麦中 β -葡聚糖含量的研究[J]. 安徽农业大学学报, 2007, 34(3): 23-26.
[6] 申瑞玲, 董吉林, 李宏全. 提取条件对裸燕麦 β -葡聚糖分子量分布的影响[J]. 麦类作物学报, 2007, 27(1): 143-145.