

# 响应面法优化猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取工艺

李加兴<sup>1</sup>, 刘 飞<sup>2</sup>, 范芳利<sup>3</sup>, 陈双平<sup>2</sup>, 秦 轶<sup>2</sup>, 李 伟<sup>2</sup>

(1. 吉首大学食品科学研究所, 湖南 吉首 416000; 2. 湖南省猕猴桃产业化工程技术研究中心, 湖南 吉首 416000;  
3. 吉首大学化学化工学院, 湖南 吉首 416000)

**摘 要:** 以猕猴桃皮渣为原料, 采用酸水解法从猕猴桃皮渣中提取可溶性膳食纤维。通过单因素试验和响应面分析法, 考察料液比、浸提液 pH 值、提取温度、提取时间对可溶性膳食纤维提取率的影响, 优化提取工艺参数。结果表明, 酸水解法提取猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维的最佳提取工艺条件为料液比 1:37(g/ml)、浸提液 pH2.5、提取温度 80℃、提取时间 100min, 在该条件下可溶性膳食纤维的得率为 47.74%。

**关键词:** 猕猴桃; 皮渣; 膳食纤维; 响应面分析

## Response Surface Methodology as An Approach to Optimize the Extraction of Soluble Dietary Fiber from Chinese Gooseberry Skin

LI Jia-xing<sup>1</sup>, LIU Fei<sup>2</sup>, FAN Fang-li<sup>3</sup>, CHEN Shuang-ping<sup>2</sup>, QIN Yi<sup>2</sup>, LI Wei<sup>2</sup>

(1. Food Science Research Institute of Jishou University, Jishou 416000, China;  
2. Hunan Provincial Chinese Gooseberry Industrialization Engineering Technology Research Center, Jishou 416000, China;  
3. College of Chemistry and Chemical Engineering, Jishou University, Jishou 416000, China)

**Abstract:** The acid-catalyzed hydrolysis method was adopted to extract soluble dietary fiber from Chinese gooseberry skin residue, a by-product from juice or pulp processing. Effects of four crucial parameters (i.e., material/liquid ratio, pH adjustment of water as extraction solvent, temperature and extraction duration) on extraction yield of soluble dietary fiber were investigated by one-factor-at-a-time method. Subsequently, a central composition experimental design leading to a set of 30 experiments with different combinations of the four variables was performed to attain the maximum extraction yield of soluble dietary fiber. Under the optimized conditions as follows: material/liquid ratio (g/ml) 1:37, pH 2.5, and 80 °C for an extraction duration of 100 min, the yield of soluble dietary fiber was found to be 47.74%.

**Key words:** Chinese gooseberry; skin; soluble dietary fiber (SDF); response surface analysis

中图分类号: TS201.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)14-0143-06

猕猴桃被誉为“水果之王”、“世界珍果”<sup>[1]</sup>, 不仅含有丰富的维生素、氨基酸、矿物质, 还富含膳食纤维、有机酸等。根据美国食品药品监督管理局(food and drug administration, FDA)颁布的优良和优秀营养含量的定义, 猕猴桃的膳食纤维含量达到优秀标准<sup>[2]</sup>。膳食纤维目前已被列为继蛋白质、脂肪、水、矿物质、维生素、碳水化合物之后, 能够改善人体营养状况, 调节机体功能的“第七类营养素”。研究表明<sup>[3-4]</sup>, 膳食纤维具有治疗肥胖症、缓解便秘、改善肠道菌群、降低血糖、降低血清胆固醇水平、防治高血压、抗肠胃

癌症、清除外源有害物质、抗氧化、清除自由基等功效。

猕猴桃皮渣是猕猴桃鲜果打浆榨汁过程中所产生的副产物, 国内绝大部分加工企业将其作为废弃物丢弃, 没有开展综合利用, 造成资源浪费和环境污染。目前, 可溶性膳食纤维的提取方法常用酸法、碱法和酶法<sup>[5]</sup>, 本研究采用酸水解法从猕猴桃皮渣中提取膳食纤维, 既可提高原料综合利用率, 又可减少环境污染, 经济效益和社会效益显著。

## 1 材料与方法

收稿日期: 2009-03-30

作者简介: 李加兴(1969—), 男, 教授, 硕士, 主要从事天然食物资源开发与利用研究。E-mail: jslijiaxing@sohu.com

### 1.1 材料与试剂

猕猴桃皮渣 湖南老爹农业科技开发股份有限公司。

无水乙醇、盐酸、NaOH 均为分析纯。

### 1.2 仪器与设备

DZF-6050 真空干燥箱; MP5002 电子天平; PHS-3C 精密 pH 计; TG16 台式离心机; HH-4 数显恒温水浴锅; RE-52AA 旋转蒸发仪; SHZ-D(III) 循环水式真空泵。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 工艺流程

猕猴桃皮渣→干燥→粉碎过筛→加水浸泡→调节 pH 值→搅拌→恒温水解→冷却→离心分离→上清液→减压浓缩→醇析→离心分离→真空干燥→可溶性膳食纤维

#### 1.3.2 操作要点

原料预处理: 新鲜猕猴桃清洗、去毛后, 采用双螺旋榨汁机进行压榨, 得到猕猴桃果汁与皮渣, 果汁用于加工饮料, 猕猴桃皮渣经 80℃ 干燥后备用。

粉碎过筛: 将猕猴桃皮渣采用粉碎机进行粉碎, 过 40 目筛。

加水浸泡: 将猕猴桃皮渣粉末按一定比例加水并搅拌均匀, 浸泡 30 min。

调节 pH 值: 用 1.0 mol/L 盐酸调节浸提液的 pH 值, 并恒温处理一段时间。

离心分离: 采用离心机进行固液分离, 速度 4000 r/min, 时间 15 min, 收集上层清液。

减压浓缩: 采用旋转蒸发仪对提取液进行浓缩, 控制加热温度 85℃、真空度 0.08 MPa 以上。

醇析: 边搅拌边向浓缩液中加入约 2 倍体积的无水乙醇, 静置, 使可溶性膳食纤维析出, 再进行离心处理, 分离出可溶性膳食纤维。

干燥: 用一定量的无水乙醇反复洗涤可溶性膳食纤维后, 放入真空干燥箱进行干燥, 控制加热温度 60℃、真空度 0.08 MPa 左右。

### 1.3.3 影响猕猴桃皮渣膳食纤维提取率的单因素试验

#### 1.3.3.1 料液比对提取率的影响

采用 pH2.0 的浸提液, 料液比分别为 1:10、1:20、1:30、1:40、1:50 (g/ml), 在 70℃ 下浸提 60 min, 以提取率为评价指标, 考察料液比对猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取率的影响。

#### 1.3.3.2 浸提液 pH 值对提取率的影响

采用料液比 1:30, 以盐酸调整浸提液的 pH 值分别为 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0, 于 70℃ 浸提 60 min, 以提取率为评价指标, 考察不同 pH 值对猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取率的影响。

#### 1.3.3.3 提取温度对提取率的影响

采用料液比 1:30、pH2.0 的浸提液, 分别于 60、70、80、90、100℃ 条件下浸提 60 min, 以提取率为评价指标, 考察提取温度对猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取率的影响。

#### 1.3.3.4 提取时间对提取率的影响

采用料液比 1:30、pH2.0 的浸提液, 于 80℃ 下分别以 30、60、90、120、150 min 的提取时间进行提取, 以提取率为评价指标, 考察提取时间对猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取率的影响。

### 1.3.4 猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取工艺的优化

在单因素试验的基础上, 以料液比、浸提液 pH 值、提取温度、提取时间为自变量, 可溶性膳食纤维提取率为响应值, 设计四因素五水平的二次回归方程拟合自变量和可溶性膳食纤维提取率之间的函数关系, 采用响应面分析方法优化提取工艺。试验设计因素水平见表 1。

表 1 响应面分析因素与水平表

Table 1 Factors and levels in four-factor and five-level response surface analysis

水平	X <sub>1</sub> 料液比(g/ml)	X <sub>2</sub> 浸提液 pH	X <sub>3</sub> 提取温度(℃)	X <sub>4</sub> 提取时间(min)
+2	1:50	3.0	90	120
+1	1:45	2.5	85	105
0	1:40	2.0	80	90
-1	1:35	1.5	75	75
-2	1:30	1.0	70	60

### 1.4 分析评价方法

#### 1.4.1 可溶性膳食纤维的测定

参照 AOAC.32—06<sup>[6]</sup> 进行。

#### 1.4.2 提取率的测定方法

猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取率按下式进行计算:

$$\text{提取率}(\%) = \frac{m_1(1-r_1)}{m_2(1-r_2)} \times 100$$

式中:  $m_1$  为提取物的质量(g);  $m_2$  为原料的质量(g);  $r_1$  为提取物含水量(%);  $r_2$  为原料含水量(%).

#### 1.4.3 试验设计与数据处理

采用辅助软件 Design-Expert 7.1 Trial。

## 2 结果与分析

### 2.1 猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取工艺单因素试验

#### 2.1.1 料液比提取率的影响

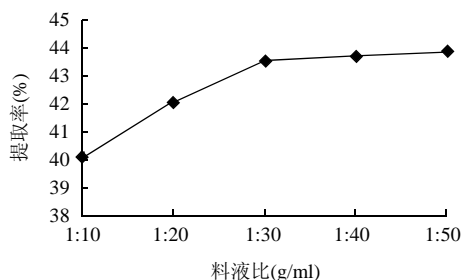


图1 料液比对可溶性膳食纤维提取率的影响

Fig.1 Effects of material liquid ratio on yield of SDF

由图1可知,随着料液比的增加,可溶性膳食纤维的提取率也随之升高。在料液比达到1:30前,可溶性膳食纤维提取率增幅较为明显。当料液比小于1:30时,可溶性膳食纤维提取率尽管增加,但增幅较小,且在醇析时会消耗大量乙醇。从经济角度考虑,选择料液比1:30左右较为适宜。

### 2.1.2 浸提液 pH 值对提取率的影响

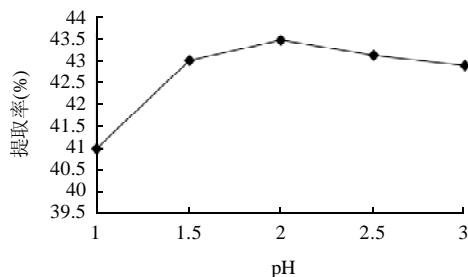


图2 浸提液 pH 值对可溶性膳食纤维提取率的影响

Fig.2 Effects of pH value of extraction solvent on yield of SDF

由图2可知,浸提液 pH 1.0~2.0 范围内,可溶性膳食纤维提取率随着 pH 值的升高而增加;当 pH>2.0 时,可溶性膳食纤维提取率随着 pH 值的升高而降低。由于果胶质的水解是在一定酸性条件下进行,酸性太弱,水解反应将进行得十分缓慢或者不发生反应;酸性太强,水解反应将会过于强烈,造成果胶脱酯裂解,产品提取率低<sup>[7-8]</sup>。因此,浸提液的 pH 值控制在 2.0 左右较为适宜。

### 2.1.3 提取温度对提取率的影响

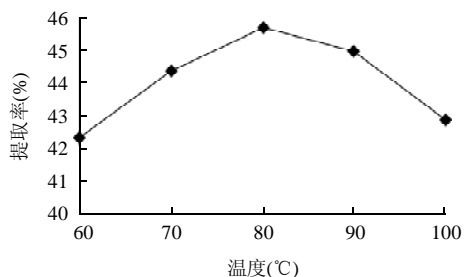


图3 提取温度对可溶性膳食纤维提取率的影响

Fig.3 Effects of temperature on yield of SDF

由图3可知,提取温度在 60~80℃ 时,可溶性膳食纤维提取率随温度的升高而升高;当提取温度高于 80℃ 时,可溶性膳食纤维提取率随着温度的升高而降低。这是由于可溶性膳食纤维主要成分为天然果胶和 β-葡聚糖,提取温度过高,会使其本身分子结构受到破坏,从而使提取率降低<sup>[9]</sup>。因此,提取温度控制在 80℃ 左右较为适宜。

### 2.1.4 提取时间对提取率的影响

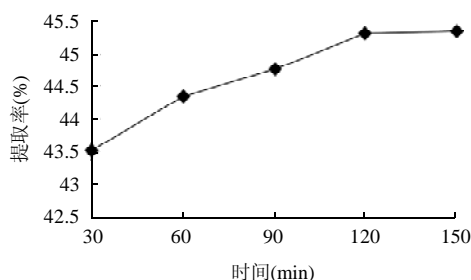


图4 提取时间对可溶性膳食纤维提取率的影响

Fig.4 Effects of extraction duration on yield of SDF

由图4可知,随着提取时间的延长,可溶性膳食纤维提取率也随之升高;但提取时间超过 120min,可溶性膳食纤维提取率上升幅度较小。这是因为可溶性膳食纤维主要成分为果胶,而果胶中的原果胶溶解性较差,如果提取时间过短,则原果胶不能充分溶解出来,故适当延长提取时间,有利于猕猴桃皮渣中的果胶质充分溶解,提高产量;但如果提取时间过长,会增加果胶被解酯裂解的量,并且果胶在水溶液中部分会被氢离子水解而降低果胶产量<sup>[9]</sup>。因此,提取时间选择在 120min 左右较为适宜。

## 2.2 猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取工艺的优化

### 2.2.1 数学模型的建立与检验

本试验利用 Design-Expert 7.1 Trial 软件中的中心组合设计(CCD)选项,可获得猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取的四因素五水平试验设计及结果(表2)。

对表2结果进行统计分析,可建立如下二次回归方程:

$$Y_1 = -358.12492 + 2.404X_1 + 20.125X_2 + 7.79683X_3 + 0.451X_4 - 0.0365X_1X_2 + 4.0 \times 10^{-4}X_1X_3 - 4.46667 \times 10^{-3}X_1X_4 - 0.0855X_2X_3 + 0.041833X_2X_4 + 1.73333 \times 10^{-3}X_3X_4 - 0.025675X_1^2 - 3.1725X_2^2 - 0.048425X_3^2 - 2.54722 \times 10^{-3}X_4^2$$

对二次回归方程进行方差分析,结果见表3。从表3可知,该二次回归方程的一次项、二次项及交互项中的  $X_1X_4$ 、 $X_2X_3$ 、 $X_2X_4$  均表现出了显著水平,该二次回归方程整体模型比较显著,并且失拟项不显著,该回归模型与实测值能较好地拟合。

表2 响应面分析方案及试验结果

Table 2 Response surface central composition design arrangement and the test results

试验号	X <sub>1</sub> 料液比	X <sub>2</sub> 浸提液 pH	X <sub>3</sub> 提取温度	X <sub>4</sub> 提取时间	提取率 (%)
1	-1	-1	-1	-1	41.80
2	-1	-1	-1	1	42.35
3	-1	-1	1	-1	42.00
4	-1	-1	1	1	43.75
5	-1	1	-1	-1	44.60
6	-1	1	-1	1	46.89
7	-1	1	1	-1	44.25
8	-1	1	1	1	46.80
9	1	-1	-1	-1	41.55
10	1	-1	-1	1	41.10
11	1	-1	1	-1	41.95
12	1	-1	1	1	42.05
13	1	1	-1	-1	43.95
14	1	1	-1	1	44.98
15	1	1	1	-1	43.90
16	1	1	1	1	45.00
17	-2	0	0	0	45.30
18	2	0	0	0	43.70
19	0	-2	0	0	41.15
20	0	2	0	0	46.64
21	0	0	-2	0	41.35
22	0	0	2	0	43.10
23	0	0	0	-2	43.75
24	0	0	0	2	45.80
25	0	0	0	0	47.03
26	0	0	0	0	46.83
27	0	0	0	0	47.00
28	0	0	0	0	46.75
29	0	0	0	0	46.74
30	0	0	0	0	46.89

表3 回归方程方差分析表

Table 3 Analysis of variance for the yield of SDF with various extraction conditions

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	Prob> F
模型	126.28	14	9.02	127.74	< 0.0001
X <sub>1</sub>	5.19	1	5.19	73.49	< 0.0001
X <sub>2</sub>	50.46	1	50.46	714.62	< 0.0001
X <sub>3</sub>	1.49	1	1.49	21.10	0.0004
X <sub>4</sub>	7.06	1	7.06	100.03	< 0.0001
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	0.13	1	0.13	1.89	0.1912
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	0.0016	1	0.0016	0.023	0.8825
X <sub>1</sub> X <sub>4</sub>	1.80	1	1.80	25.43	0.0002
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	0.73	1	0.73	10.35	0.0062
X <sub>2</sub> X <sub>4</sub>	1.58	1	1.58	22.31	0.0003
X <sub>3</sub> X <sub>4</sub>	0.27	1	0.27	3.83	0.0706
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	11.30	1	11.30	160.04	< 0.0001
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	17.25	1	17.25	244.35	< 0.0001
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	40.20	1	40.20	569.31	< 0.0001
X <sub>4</sub> <sup>2</sup>	9.01	1	9.01	127.59	< 0.0001
残差	0.99	14	0.071		
失拟项	0.92	10	0.092	5.63	0.0551
净误差	0.066	4	0.016		
总离差	127.58	29			

注: Prob&gt;F 值小于 0.05, 表示该指标显著。

## 2.2.2 响应面分析

为了考察交互项对提取率的影响, 在其他因素条件固定不变的情况下, 考察交互项对提取率的影响, 对模型进行降维分析。经 Design-Expert 7.1 Trial 软件分析, 所得的响应面及其等高线图见图 5~10。

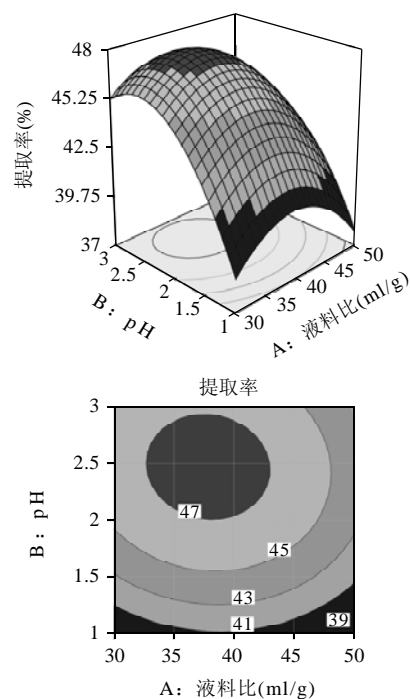


图5 液料比与浸提液 pH 值响应面及等高线图

Fig.5 Response surface plot and contour plot for the yield of SDF as a function of material/liquid ratio and pH value of extraction solvent

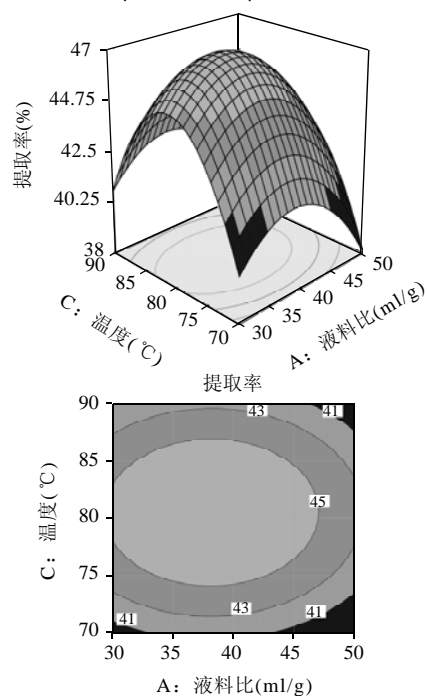


图6 液料比与提取温度响应面及等高线图

Fig.6 Response surface plot and contour plot for the yield of SDF as a function of material/liquid ratio and temperature

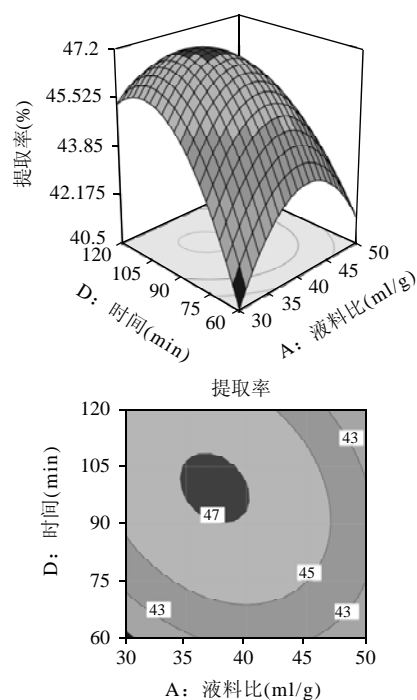


图7 液料比与提取时间响应面及等高线图

Fig.7 Response surface plot and contour plot for the yield of SDF as a function of material/liquid ratio and extraction duration

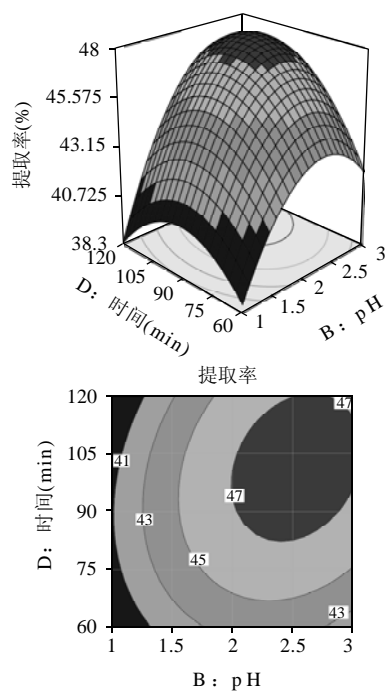


图9 浸提液 pH 值与提取时间响应面及等高线图

Fig.9 Response surface plot and contour plot for the yield of SDF as a function of pH value of extraction solvent and extraction duration

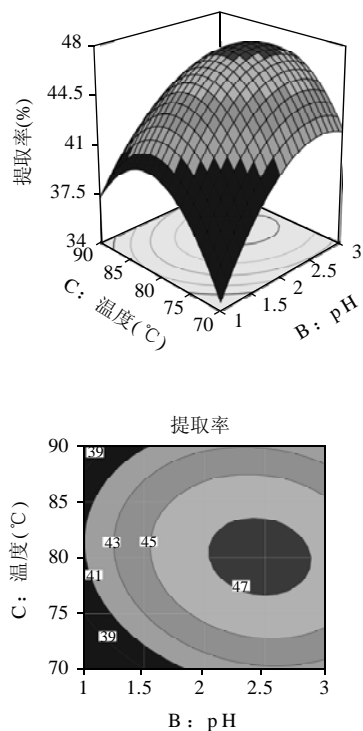


图8 浸提液 pH 值与提取温度响应面及等高线图

Fig.8 Response surface plot and contour plot for the yield of SDF as a function of pH value of extraction solvent and temperature

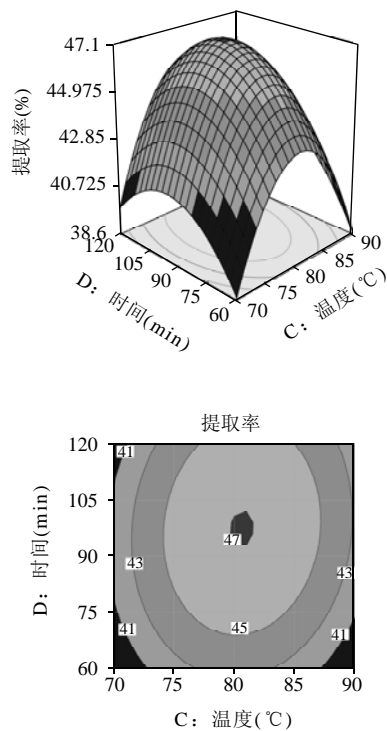


图10 提取温度与提取时间响应面及等高线图

Fig.10 Response surface plot and contour plot for the yield of SDF as a function of temperature and extraction duration

由图5~10可知,随着每个因素的增大,响应值增大;当响应值增大到极值后,随着因素的增大,响应值逐渐减小;在交互项对提取率的影响中,液料比与提取时间( $X_1X_4$ )、浸提液pH值与提取温度( $X_2X_3$ )、浸提液pH值与提取时间( $X_2X_4$ )对SDF提取率的影响较显著。另外,由图可知该模型在实验范围内存在稳定点,且稳定点是最大值。

### 2.2.3 提取工艺的优化与验证

为进一步确证提取工艺最佳点,对拟合的回归方程分别求4个变量的一阶偏导,并设其为0,得到四元一次方程组如下:

$$\begin{cases} 2.404 - 2 \times 0.025675X_1 - 0.0365X_2 + 4.0 \times 10^{-4}X_3 - 4.46667 \times 10^{-3}X_4 = 0 \\ 20.125 - 0.0365X_1 - 2 \times 3.1725X_2 - 0.0855X_3 + 0.041833X_4 = 0 \\ 7.79683 + 4.0 \times 10^{-4}X_1 - 0.0855X_2 - 2 \times 0.048425X_3 + 1.73333 \times 10^{-3}X_4 = 0 \\ 0.451 - 4.46667 \times 10^{-3}X_1 + 0.041833X_2 + 1.73333 \times 10^{-3}X_3 - 2 \times 2.54722 \times 10^{-3}X_4 = 0 \end{cases}$$

对上述方程组求解,并结合响应面图中的评价,可得到可溶性膳食纤维最佳提取工艺参数为:料液比1:36.7981、浸提液pH 2.5472、提取温度80.2202℃、提取时间101.2876min,在此最佳工艺条件下猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维的理论得率为48.1497%。考虑到可操作性,将最优提取条件定为料液比1:37、浸提液pH 2.5、提取温度80℃、提取时间100min。用此最优提取条件进行验证,得到猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维的得率为47.74%,与理论值较为接近,表明数学模型对优化猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维的提取工艺是可行的。

## 3 结 论

在单因素试验基础上,采用二次通用旋转组合设计,以料液比、浸提液pH值、提取温度、提取时间为试验因素,以可溶性膳食纤维提取率为响应值,得到猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维的四元二次数学回归模型。通过回归模型的分析可知,料液比( $X_1$ )、提取液pH值( $X_2$ )、提取温度( $X_3$ )、提取时间( $X_4$ )对猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维提取率的影响较显著,交互项中的 $X_1X_4$ 、 $X_2X_3$ 、 $X_2X_4$ 的影响也显著。对回归模型进行分析,得出猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维最佳提取工艺参数为料液比1:37(g/ml)、浸提液pH2.5、提取温度80℃、提取时间100min,在此条件下可溶性膳食纤维实际得率为47.74%,该数学模型对优化猕猴桃皮渣可溶性膳食纤维的提取工艺可行。

### 参考文献:

- [1] 左长清. 中华猕猴桃栽培与加工技术[M]. 北京: 中国农业出版社, 1996: 1-2.
- [2] 郑建仙. 功能性食品: 第1卷[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1995: 13-16.
- [3] 韩俊娟, 木泰华, 张柏林. 膳食纤维生理功能的研究现状[J]. 食品科技, 2008(6): 243-245.
- [4] 王彦玲, 刘冬, 付全意, 等. 膳食纤维的国内外研究进展[J]. 中国酿造, 2008(5): 1-4.
- [5] 屈浩亮, 顾小红, 汤坚, 等. 葡萄渣可溶性膳食纤维提取工艺的研究及单糖组分分析[J]. 食品与机械, 2008, 24(4): 73-78.
- [6] da SILVA L P, CIOCCA M de L S. Total, insoluble and soluble dietary fiber values measured by enzymatic-gravimetric method in cereal grains [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2005, 18: 113-120.
- [7] 魏丹. 荸荠果皮膳食纤维提取工艺的研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2007.
- [8] 姜亚东, 贾玉山, 格根图, 等. 苜蓿水溶性膳食纤维提取方法的研究[J]. 内蒙古草业, 2006, 18(3): 53-54.
- [9] 洪华荣. 胡萝卜渣膳食纤维提取工艺及其功能特性研究[D]. 福州: 福建医科大学, 2007.