

不溶性生姜膳食纤维改性的 工艺优化

张情亚^{1,2}, 雷登凤^{1,2}, 余德顺^{1,2*}, 马龙利^{1,2}

(1.贵州大学化学化工学院, 贵阳 550025;

2.中国科学院地球化学研究所, 环境地球化学国家重点实验室, 贵阳 550002)

摘要: 采用碱法化学改性生姜不溶性膳食纤维, 研究了碱液浓度、料液比、反应温度、反应时间4个因素对改性后的可溶性膳食纤维(SDF)得率以及不溶性膳食纤维(IDF)持水力的影响, 在单因素实验的基础上进行正交实验, 得到碱法改性生姜中不溶性膳食纤维的最优工艺条件为: 碱液浓度为6 g/100 mL、料液比为1:40、反应温度为60 °C、反应时间为60 min, 在最优工艺下得到的改性IDF持水力为19.13 g/g, SDF得率为42.1%。并通过扫描电镜对改性前后的生姜膳食纤维进行了表征, 实验结果表明通过化学改性可以明显改善生姜膳食纤维的品质。

关键词: 生姜; 化学改性; 不溶性膳食纤维; 可溶性膳食纤维

中图分类号: TS 255.36 文献标志码: A 文章编号: 1005-9989(2015)08-0086-05

DOI:10.13684/j.cnki.spkj.2015.08.019

Optimization on modification process for insoluble dietary fiber from ginger

ZHANG Qing-ya^{1,2}, LEI Deng-feng^{1,2}, YU De-shun^{1,2*}, MA Long-li^{1,2}

(1.College of Chemistry and Chemical Engineering, Guizhou University, Guiyang 550025;

2.State Key Laboratory of Environmental Geochemistry, Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guiyang 550002)

Abstract: The modification process of alkali treatment for insoluble dietary fiber from ginger was investigated in this paper. The effects of the ratio of material to solution, alkali concentration, extraction temperature, extraction time on the yield of soluble dietary fiber and the water holding capacity of modified

收稿日期: 2015-04-11

*通讯作者

基金项目: 科技部科技人员服务企业项目(2009GJF20039); 贵州省社发攻关项目(黔科合SY[2014]3080号)。

作者简介: 张情亚(1990—), 男, 安徽人, 硕士研究生, 研究方向为化工工艺。

insoluble dietary fiber were studied. After those, the optimal alkali modification process was obtained by orthogonal methodology as follows: alkali concentration was 6 g/100 mL, the ratio of material to solution was 1:40, temperature was 60 °C, time was 60 min, by which the water-holding capacity of insoluble was 19.13 g/g and the yield of soluble dietary fiber was 42.1%. The characterization for those ginger dietary fibers before and after modification was made by scanning electron microscope. The results showed that through alkali chemical modification could significantly improve the quality of dietary fiber of ginger.

Key words: ginger; chemical modification; insoluble dietary fiber; soluble dietary fiber

生姜不仅作为人们日常饮食生活中常用调味料,更是食品工业以及现代中医药的天然原料,具有十分重要的营养价值。生姜含有姜酚、精油、脂肪油、姜辣素、蛋白质、微量矿物质、戊聚糖、树脂等,也含有大量的膳食纤维^[1-2]。膳食纤维(Dietary Fiber, DF)^[3],主要指不能被人体内的消化道酶消化、吸收的多糖以及木质素等成分的总称,以溶解性分类可分为:可溶性膳食纤维(Soluble Dietary Fiber, SDF)、不溶性膳食纤维(Insoluble Dietary Fiber, IDF)^[4]。膳食纤维含量中SDF的含量是评价膳食纤维品质的一个重要因素,美国学者Leitz等^[5]认为,高品质膳食纤维应该是SDF含量在膳食纤维组成中达到10%以上的纤维。然而天然的膳食纤维大多数是不溶性膳食纤维,故对膳食纤维进行改性处理是提高其生理活性的重点。目前关于生姜膳食纤维改性研究及其结构与生物活性关系影响方面的研究鲜有报道。本研究对实验室制得的生姜不溶性膳食纤维进行化学改性工艺研究,并通过扫描电镜对改性前后的生姜膳食纤维进行了表征。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

实验室自制生姜不溶性膳食纤维^[6];氢氧化钠、无水乙醇、盐酸等:分析纯;实验用水:去离子水。

1.2 主要仪器

FW200A型高速万能粉碎机:北京科伟永兴仪器有限公司;FA2003B型电子精密天平:上海越平科学仪器有限公司;GZX-GF101-3-BS-II型电热鼓风恒温干燥箱:上海贺德实验设备有限公司;SHZ-型循环真空泵、RE-52A型旋转蒸发器:上海亚荣生化仪器厂;pHs-3C型pH计:上海鸿盖仪器有限公司;DZKW-4型电子恒温水浴锅:上海科析试验仪器厂;TDL-40B型离心机:

上海安亭科学仪器厂。

1.3 实验方法

1.3.1 生姜不溶性膳食纤维改性实验 称取一定量实验室制得的生姜不溶性膳食纤维,以一定浓度的氢氧化钠溶液为改性试剂,在一定的反应温度和料液比条件下,水解一定的时间,将混合物移至布氏漏斗,并用热水将残余物全部洗入漏斗中,抽滤至无滤液滴下。刮下滤布上的滤渣置于60 烘箱中烘干至恒重,得到改性后的IDF;滤液加热浓缩,用稀盐酸调pH至中性,加入4倍体积的95%乙醇,于离心机中3800 r/min离心20 min,倾去上清液,沉淀物于平皿中60 烘干,称重,即得改性后SDF。

$$\text{SDF得率}(\%) = \frac{\text{SDF干物质质量}}{\text{原料干物质质量}} \times 100$$

1.3.2 可溶性膳食纤维得率

1.3.3 持水力的测定^[6] 准确称取1 g过40目筛的食用纤维,置于100 mL烧杯中,加蒸馏水75 mL浸泡24 h后,在3000~4000 r/min的转速下离心分离0.5 h,倾去上层清液,甩干水分称重。

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

1.3.4 扫描电镜观察 利用扫描电子显微镜对IDF原料和改性后IDF进行形态观察。分别取已经粉碎过筛的膳食纤维样品,在100 烘干至恒重,放置于贴上双面胶洁净的载样台上。将待测样品固定好,进行镀金处理。把处理好的样品及载样台一起放到扫描电镜的样品室,进行形态观察,拍摄电镜照片。

1.3.5 实验设计 由单因素实验确定选择范围,筛选出影响化学法改性生姜不溶性膳食纤维效果的主要因素,确定其水平,以改性后可溶性膳食纤维得率以及不溶性膳食纤维持水力为考察指标,选择合适的正交表安排实验,确定最优工艺条件。



2 实验结果与分析

以改性后的SDF得率以及IDF持水力作为实验指标,考查碱液浓度、料液比、反应温度、反应时间4个工艺参数对实验结果的影响。

2.1 碱液浓度对改性效果的影响

以1:50料液比,反应温度60℃,处理时间为1 h不变的条件下,分别加入1、2、3、4、5、6、7、8 g/100 mL,考察碱液质量浓度处理生姜不溶性膳食纤维后对SDF得率及IDF持水力的影响,结果见图1。

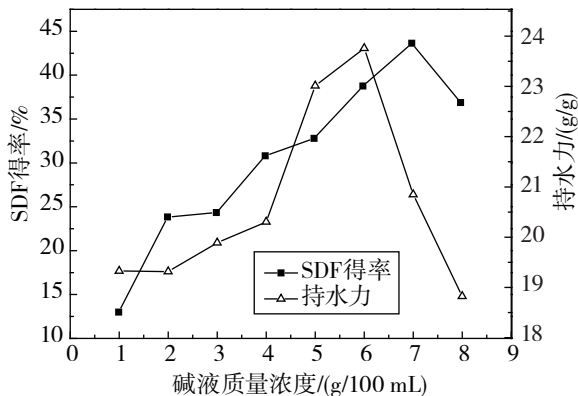


图1 碱液浓度对改性效果的影响

由图1可知,随着碱液浓度的增加,SDF得率先升高后降低,IDF的持水力也是呈先升高后降低的趋势。这可能是因为,碱液浓度较低时,反应程度较为温和,膳食纤维的改性反应较缓慢;而碱液浓度升高后,改性反应剧烈,大分子量的IDF被水解成小分子的SDF,但是当碱液浓度过高,强碱条件使纤维素和半纤维素发生剥皮反应时,产生的异变糖酸钠数量会制约不溶性膳食纤维向可溶性膳食纤维的转变,SDF得率降低^[7]。并且实验过程中碱液浓度过高使得过滤困难,综合考虑选5%、6%、7%为正交实验水平。

2.2 料液比对改性效果的影响

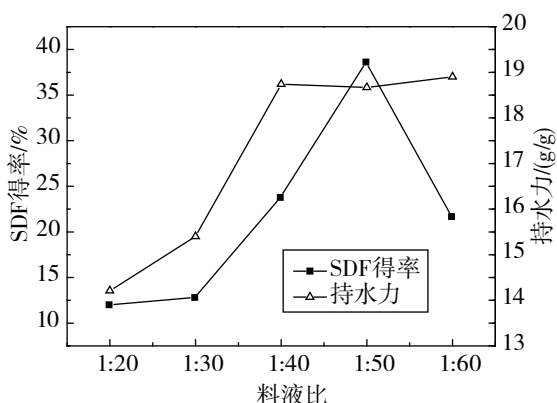


图2 料液比对改性效果的影响

以碱液质量浓度为5 g/100 mL,反应温度60℃,处理时间为1 h不变的条件下,料液比分别控制为:1:20、1:30、1:40、1:50、1:60,考察料液比处理生姜不溶性膳食纤维处理对SDF得率及IDF持水力的影响,结果见图2。

由图2可知,随着料液比的增大,SDF得率先增大后减小,而IDF的持水力先增加后趋于不变。适当的溶液量有利于溶出提取物,使生姜不溶性膳食纤维得到充分的溶解,料液比过小不利于反应的发生,料液比过大提取液浓度下降,会使改性反应变慢,并且提取液的量增大,进一步的浓缩后处理便会需要更长的时间,增加了能耗。选择1:40、1:50、1:60作为正交实验水平。

2.3 反应温度对改性效果的影响

以碱液质量浓度为6 g/100 mL,反应时间1 h,料液比为1:50不变的条件下,反应温度分别控制为:50、60、70、80、90℃,考察反应温度处理生姜不溶性膳食纤维后对SDF得率及IDF持水力的影响,结果见图3。

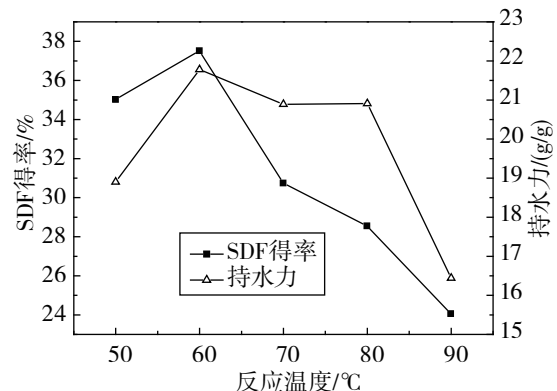


图3 反应温度对改性效果的影响

由图3可知,在反应温度范围为50~90℃时,随着反应温度的升高,SDF得率、IDF持水力均是先上升后下降,在温度为60℃时,二者出现峰值。这可能是因为,果胶的耐热性能比较差,若改性温度过高,会使得果胶的结构被破坏,变成半乳糖醛酸^[8]而损失掉,从而使SDF的产率下降,同时温度提高增加能耗。选择反应温度分别为50、60、70℃作为正交实验水平。

2.4 反应时间对改性效果的影响

以碱液质量浓度为5 g/100 mL,反应温度60℃,料液比为1:50不变的条件下,处理时间分别控制为:30、60、90、120、150 min,考察时间处理生姜不溶性膳食纤维后对SDF得率及IDF持水力的影响,结果见图4。

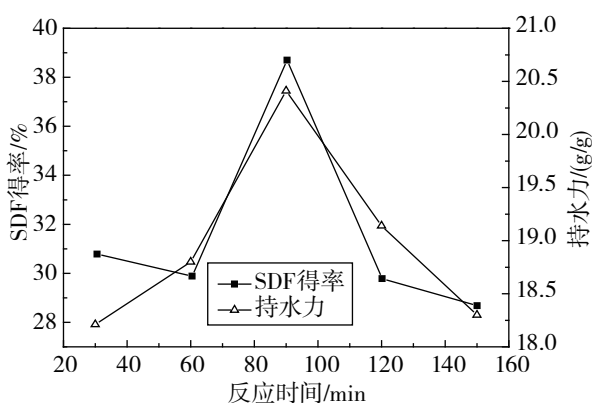


图4 反应时间对改性效果的影响

由图4可知，随着反应时间的增大，SDF得率和IDF持水力均是先上升后降低的趋势，在反应时间为90 min时，SDF得率和IDF持水力出现峰值。分析其原因可能是：可溶性膳食纤维主要成分为果胶，而果胶包含原果胶和果胶酸2部分，原果胶的溶解性比较差，若提取时间不够长，原果胶则不能够被充分地溶解出来，适当地增长反应时间，会有利于果胶质的充分溶解，从而有效地提高SDF得率^[9]。但是反应时间过长，果胶会被降解成更小分子的物质而不能被醇沉，使得SDF得率降低。选择60、90、120 min为正交实验水平。

2.5 最优工艺条件选择的正交实验结果

在单因素实验基础上，以反应温度、反应时间、料液比、碱液浓度为4个因素，采用L₉(3⁴)正交表进行正交试验，因素水平表见表1。

表1 正交实验因素与水平

水平	因素			
	提取温度/°C	提取时间/min	料液比/(g/mL)	碱液浓度/(g/100 mL)
	A	B	C	
1	50	60	1:40	5
2	60	90	1:50	6
3	70	120	1:60	7

以改性后生姜SDF得率以及IDF持水力为指标，探究改性的最优工艺条件，其正交实验结果分别见表2、表3。

由极差分析可知，以不溶性膳食纤维的持水力为考察指标时，各因素影响程度大小为C(料液比)>A(反应温度)>B(反应时间)>D(碱液质量浓度)，其最优的组合为A₂B₁C₃D₂，即：料液比1:60、反应温度60、反应时间60 min、碱液质量浓度6 g/100 mL。以可溶性膳食纤维的得率为考察指标时，各因素影响程度大小为A(反应温度)>D(碱液质量浓度)>C(料液比)>B(反应时间)，其最优组合为：A₂B₃C₁D₃，即：料液比1:40、反应温度60

表2 正交实验表

实验号	因素				SDF得率/%
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	35.6
2	1	2	2	2	29.8
3	1	3	3	3	35.9
4	2	1	2	3	38.1
5	2	2	3	1	39.9
6	2	3	1	2	40.4
7	3	1	3	2	31.3
8	3	2	1	3	42.6
9	3	3	2	1	37.3
k ₁	33.767	35.000	39.533	37.600	
k ₂	39.467	37.433	35.067	33.833	
k ₃	37.067	37.867	35.700	38.867	
R	5.700	2.867	4.466	5.034	

表3 正交实验表

实验号	因素				持水力/(g/g)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	17.81
2	1	2	2	2	16.59
3	1	3	3	3	18.9
4	2	1	2	3	17.76
5	2	2	3	1	18.84
6	2	3	1	2	17.71
7	3	1	3	2	18.79
8	3	2	1	3	15.95
9	3	3	2	1	16.18
k ₁	17.767	18.120	17.157	17.610	
k ₂	18.103	17.127	16.843	17.697	
k ₃	16.973	17.597	18.843	17.537	
R	1.130	0.993	2.000	0.160	

、反应时间120 min、碱液质量浓度7 g/100 mL。

综合IDF持水力和SDF得率2个指标分析，确定最优工艺为：料液比为1:40、反应温度为60

、反应时间为60 min、碱液质量浓度为6 g/100 mL。在此工艺下进行验证实验，IDF持水力为19.13 g/g，SDF得率为42.1%。

2.6 扫描电镜

对最优工艺下所得生姜IDF和改性后IDF样品进行电镜扫描，扫描图如图1、图2所示。从图1可以观察到IDF原料表面结构疏松，略有褶皱，观察图2可知，经过改性后的IDF表面粗糙有明显裂纹和沟壑。这可能是因为膳食纤维经过改性处理后，大分子量的分子降解，聚合度下降，分子量相对降低。颗粒变小，使得膳食纤维的微观结构

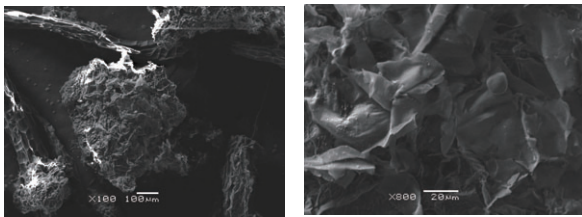


图1 改性前生姜IDF扫描电镜图

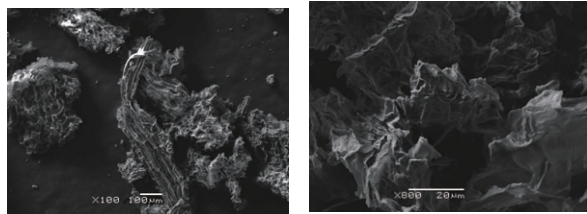


图2 改性后生姜IDF扫描电镜图

及分子大小发生变化^[10]。膳食纤维的微观结构与其功能性密切相关，改性处理后的IDF结构完整性被破坏，理化特性得到提高，从而改善了膳食纤维的生理功能。这与改性后的IDF持水力显著提高是相吻合的。

3 结论

在本研究中，以单因素实验以及正交实验得到碱法化学改性生姜不溶性膳食纤维的最优工艺条件为：碱液浓度为6 g/100 mL、料液比为1:40、反应温度为60、反应时间为60 min。

电镜扫描结果显示，经过化学改性处理后的生姜膳食纤维颗粒变小，表面更粗糙，并且有明

显的裂纹和沟壑，其表面微观结构和分子大小发生变化。

经过化学改性后的生姜膳食纤维的持水力为19.13 g/g，与改性前IDF持水力9.68 g/g^[6]相比有了显著提高，在此工艺下SDF的得率达到42.1%，说明碱法化学改性可以明显改善生姜膳食纤维的品质。

参考文献：

- [1] 杨涛.生姜的功能及其开发利用[J].现代农业科技,2009,(12):84-86
- [2] 贾之慎,邬建敏,唐孟成.比色法测定Fenton反应产生的羟自由基[J].生物化学与生物物理进展,1996,23(2):184-186
- [3] 吴丽萍,陈雪峰.酶法提取花生壳膳食纤维及其性能研究[J].食品工业科技,2008,(1):194-197
- [4] 闵锐,何云海,姚晓敏.膳食纤维的研究现状与展望[J].上海师范大学学报(自然科学版),1998,27(3):69-70
- [5] 郑晓杰,牟德华.膳食纤维改性的研究进展[J].食品工程,2009,(3):5-9
- [6] 雷登凤,范文垒,张情亚,等.化学法提取生姜中不溶性膳食纤维的工艺研究[J].食品科技,2014,39(12):273-276
- [7] 朱海兰.玉米种皮膳食纤维的提取及改性研究[D].郑州:河南工业大学硕士学位论文,2010
- [8] 魏丹.荸荠果皮膳食纤维提取工艺的研究[D].合肥:合肥工业大学硕士学位论文,2007
- [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:福建医科大学硕士学位论文,2007
- [10] 田成,莫开菊,汪兴平.水不溶性豆渣膳食纤维改性的工艺优化[J].食品科学,2010,(14):148-152

食品科技采编平台: <http://www.e-foodtech.net/>

食品科技认证博客:

<http://blog.sina.com.cn/shipinkj>

食品科技认证微博: <http://weibo.com/shipinkj/>

食品科技微信账号: shipinkj