

酸法制取大豆皮可溶性膳食纤维

李晓宁, 郭咪咪, 段章群

(国家粮食和物资储备局科学研究院, 北京 100037)

摘要:以大豆皮为原料,研究了酸法制取大豆皮可溶性膳食纤维的工艺条件。在单因素实验的基础上,通过正交实验优化工艺条件,得到的最优工艺条件为:pH 2.0,提取温度 90℃,料液比 1:20,提取时间 2.0 h,乙醇沉淀比例 1:4。在最优工艺条件下,大豆皮可溶性膳食纤维得率为 12.49%,纯度为 60.13%,蛋白含量为 18.33%。

关键词:大豆皮;酸水解;可溶性膳食纤维

中图分类号:TS229;TS210.9

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2020)11-0032-05

Preparation of soluble dietary fiber from soybean hull by acid hydrolysis method

LI Xiaoning, GUO Mimi, DUAN Zhangqun

(Academy of National Food and Strategic Reserves Administration, Beijing 100037, China)

Abstract:The process conditions of soluble dietary fiber from soybean hulls by acid hydrolysis method were studied. On the basis of single factor experiment, the optimal process conditions were optimized by orthogonal experiment as follows: pH 2.0, extraction temperature 90℃, solid-liquid ratio 1:20, extraction time 2.0 h, ethanol precipitation ratio 1:4. Under these conditions, the yield of soluble dietary fiber was 12.49%, the purity was 60.13% and the protein content in the product was 18.33%.

Key words:soybean hull; acid hydrolysis; soluble dietary fiber

我国是世界上大豆消耗大国,年消耗量已超亿吨,其中大豆榨油消耗量占 85%^[1],大豆皮作为油脂加工过程中的副产物,质量约占大豆质量的 8%^[2],产量也近 700 万 t。大豆皮细胞壁不溶性碳水化合物组分包含 50% 半纤维素、30% 果胶和 20% 纤维素^[3],可观的产量和丰富的纤维组成使得大豆皮成为理想的膳食纤维来源。

膳食纤维依据溶解性不同可分为水溶性和水不溶性两大类,天然的膳食纤维多为水不溶性的,而水溶性的含量较低。但是相较而言,水溶性膳食纤维具有更强的生理活性和保健功能,对于预防心脑血管疾病^[4-5]、结肠癌^[6],降低血糖^[7],减肥^[8]等具有重要作用。目前大豆可溶性膳食纤维多以豆渣为原

料进行研究开发^[9-11],而对于大豆皮中可溶性膳食纤维的研究和利用却很有限。从大豆皮中制取膳食纤维的方法有酶法^[12-13]、高压蒸汽法^[14]和微波辅助法^[15]。酶法提取条件温和,但是成本较高,存在提取时间长、得率不高等问题,高压蒸汽法和微波辅助法虽可以有效缩短提取时间,但均需添加特殊辅助设备,增加成本。酸法制取大豆皮可溶性膳食纤维提取剂成本低廉,操作简便,且不会在体系中引入新的离子。因此,本文采用酸法制取大豆皮可溶性膳食纤维,以期为大豆皮有益成分的开发利用和大豆皮深加工产品附加值的提升提供简便思路。

1 材料与方法

1.1 实验材料

1.1.1 原料与试剂

大豆皮,取自大豆油加工厂;总膳食纤维检测试剂盒、三羟甲基氨基甲烷(Tris)、2-(N-吗啉基)乙磺酸(MES);石油醚、95%乙醇、乙酸、盐酸,均为分析纯。

1.1.2 仪器与设备

JSP-100 型高速多功能粉碎机,AB204-S 电

收稿日期:2020-01-03;修回日期:2020-02-25

基金项目:中央级公益性科研院所基本科研业务费专项基金(ZX1905)

作者简介:李晓宁(1989),女,助理研究员,硕士,研究方向为油脂化学(E-mail)lxn@chinagrains.org。

通信作者:段章群,副研究员(E-mail)dzq@ags.ac.cn。

子天平, DHG-9076A型电热鼓风干燥箱, FE20实验室pH计, C-MAG HS 7加热磁力搅拌器, HPD-25无油真空泵, RJ-LD-II B低速大容量多管离心机, SOXTEC8000脂肪测定仪, Rapid N cube全自动杜马斯定氮仪。

1.2 实验方法

1.2.1 大豆皮基本成分的测定

水分的测定参照 GB 5009.3—2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》;脂肪的测定参照 GB/T 14488.1—2008《植物油料 含油量测定》;蛋白的测定参照 GB 5009.5—2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》;灰分的测定参照 GB 5009.4—2016《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》;总膳食纤维、可溶性膳食纤维、不溶性膳食纤维的测定参照 GB 5009.88—2014《食品安全

国家标准 食品中膳食纤维的测定》。

1.2.2 大豆皮可溶性膳食纤维的制取

大豆皮粉碎后过40目筛,称取10 g(m)加入去离子水,室温下使用1 mol/L盐酸调节pH,放入水浴中平衡15 min后计时提取。提取结束后冷却至室温,4 000 r/min离心15 min取上清液,按比例加入95%乙醇沉淀2 h,4 000 r/min离心10 min,将沉淀置于40℃烘箱中恒重,即得到大豆皮可溶性膳食纤维(m_1)。按下式计算可溶性膳食纤维得率(Y)。

$$Y = m_1/m \times 100\% \quad (1)$$

1.2.3 数据处理

采用Origin 8.5软件进行作图,SPSS22.0软件进行方差分析。

2 结果与讨论

2.1 大豆皮的基本成分(见表1)

表1 大豆皮的基本成分

水分	脂肪	蛋白	灰分	总膳食纤维	可溶性膳食纤维	不溶性膳食纤维
9.09 ± 0.02	3.02 ± 0.01	13.93 ± 0.31	4.18 ± 0.01	68.50 ± 0.13	3.10 ± 1.27	65.41 ± 1.15

由表1可知,膳食纤维是大豆皮最主要的组成部分,其中不溶性成分比例高达95.5%,可溶性成分不足5%。而高膳食纤维低蛋白的比例关系与大豆皮的获得方式有关,在预处理环节直接对大豆进行脱皮处理,极少混入高蛋白的子叶部分,使得大豆皮中蛋白含量较低^[16]。

2.2 酸法制取大豆皮可溶性膳食纤维单因素实验

2.2.1 pH的影响

在料液比1:16、提取温度80℃、提取时间1.0 h、乙醇沉淀比例1:4的条件下,考察pH对可溶性膳食纤维得率的影响。考虑到水溶性蛋白及与水溶性膳食纤维共价结合的蛋白在可溶性膳食纤维提取的过程中,也一同被溶解富集,对于可溶性膳食纤维的纯度有较大影响,一定程度上可以反映提取的可溶性膳食纤维的纯度,因此同时监测提取物中蛋白含量的变化。结果分别见图1、图2。

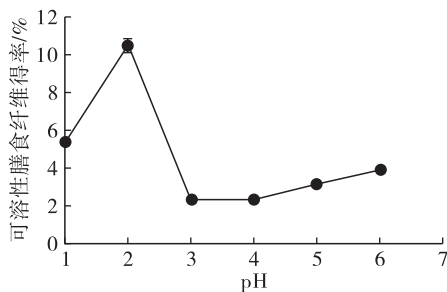


图1 pH对可溶性膳食纤维得率的影响

酸处理可以有效破坏分子间的部分氢键,暴露更多极性基团,从而增加膳食纤维的溶解性^[17]。由

图1可知,pH 2.0时可溶性膳食纤维得率最高,pH 3.0时可溶性膳食纤维得率最低。

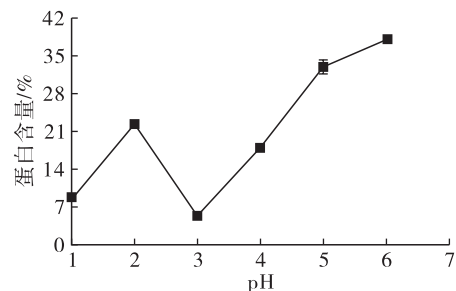


图2 pH对蛋白含量的影响

由图2可知,pH 3.0时可溶性膳食纤维中的蛋白含量最低。分析认为:pH 3.0时可能恰好处于豆皮蛋白的等电点附近,因此较多的游离蛋白沉淀下来;可能有部分纤维与蛋白处于共价结合状态^[18],因处于等电点附近而一并被沉淀下来,造成“双低”的结果。综合考虑,在pH 2.0进行可溶性膳食纤维的提取最为适宜。

2.2.2 提取温度的影响

在料液比1:16、pH 2.0、提取时间1.0 h、乙醇沉淀比例1:4的条件下,考察提取温度对可溶性膳食纤维得率的影响,同时监测提取物中蛋白含量的变化。结果分别见图3、图4。

由图3可知,随着提取温度的升高,豆皮可溶性膳食纤维得率逐渐提高,在70~90℃区间内可溶性膳食纤维得率升高缓慢。高温使得纤维分子间化学键更容易断裂,降低了纤维相对分子质量,

从而使其更易溶解。

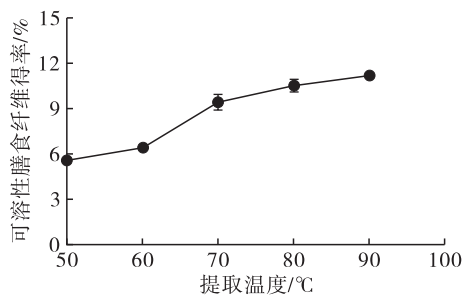


图3 提取温度对可溶性膳食纤维得率的影响

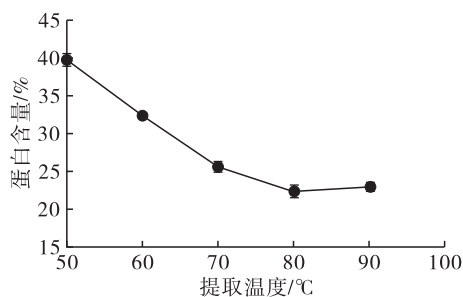


图4 提取温度对蛋白含量的影响

由图4可知,随着提取温度的升高,可溶性膳食纤维中蛋白含量显著减少。分析认为高温酸性环境可能在一定程度上破坏了纤维与蛋白的共价结合状态,因此在乙醇沉淀时膳食纤维-蛋白质共同沉淀的情况有所减少。综合考虑,80℃是适宜的提取温度。

2.2.3 料液比的影响

在提取温度80℃、pH 2.0、提取时间1.0 h、乙醇沉淀比例1:4的条件下,考察料液比对可溶性膳食纤维得率的影响,同时监测提取物中蛋白含量的变化。结果分别见图5、图6。

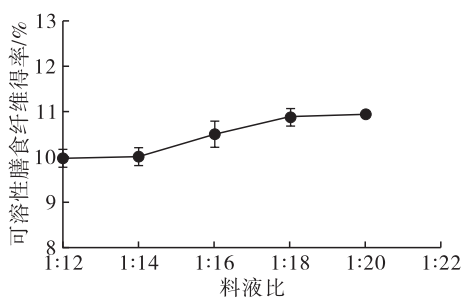


图5 料液比对可溶性膳食纤维得率的影响

由图5可知,随料液比增大,可溶性膳食纤维得率缓慢增加直至趋于平稳。提取剂体积增大时,表现为更多的可溶性膳食纤维溶于提取剂中;但是当可溶性膳食纤维溶解较为完全时,即使再加大提取剂体积也不会使得率有所提升,反而还会造成提取剂的浪费,进而造成后期乙醇沉淀时乙醇消耗量的增大。

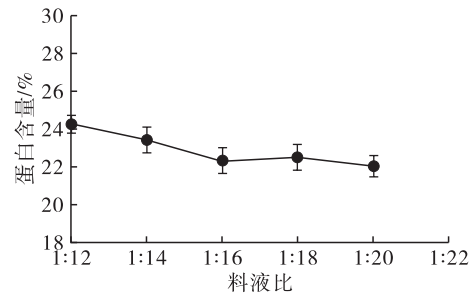


图6 料液比对蛋白含量的影响

由图6可知,随着料液比增大,蛋白含量缓慢下降直至趋于平缓。低料液比时,溶于水中的蛋白和可溶性膳食纤维量虽不高,但是浓度却都较高,乙醇沉淀时可能由于二者的间距较小,缠绕在一起而共同沉淀下来;而当料液比较大时,可溶性成分分子间距离较远,减少了共同沉淀的情况。综合考虑,1:18为适宜的料液比。

2.2.4 提取时间的影响

在料液比1:16、提取温度80℃、pH 2.0、乙醇沉淀比例1:4的条件下,考察提取时间对可溶性膳食纤维得率的影响,同时监测提取物中蛋白含量的变化。结果分别见图7、图8。

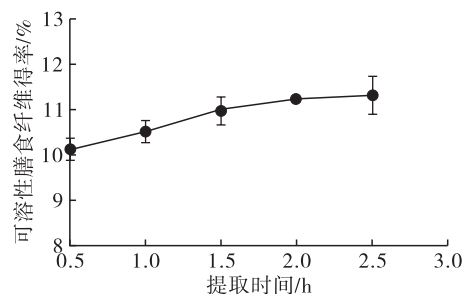


图7 提取时间对可溶性膳食纤维得率的影响

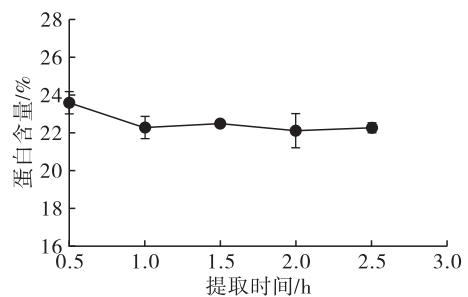


图8 提取时间对蛋白含量的影响

由图7可知,随提取时间延长,可溶性膳食纤维得率缓慢上升,1.5 h后趋于稳定。由图8可知,蛋白含量在提取时间自0.5 h延长到1.0 h时下降,之后变化不大。分析认为提取时间的延长为高分子质量纤维分子的化学键、纤维-蛋白共价键的断裂提供了机会,但较难断裂的化学键不会因为作用时间的延长而发生断裂,因此继续延长也不会再对得率有改善。因此,1.5 h为适宜的提取时间。

2.2.5 乙醇沉淀比例的影响

在料液比 1:16、提取温度 80℃、pH 2.0、提取时间 1.0 h 的条件下,考察乙醇沉淀比例对可溶性膳食纤维得率的影响,同时监测提取物中蛋白含量的变化。结果分别见图 9、图 10。

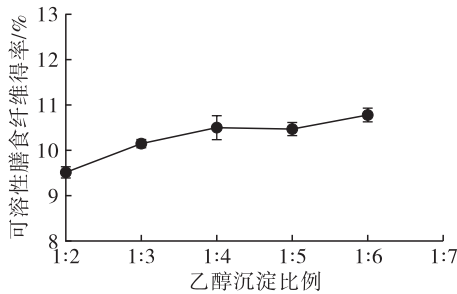


图9 乙醇沉淀比例对可溶性膳食纤维得率的影响

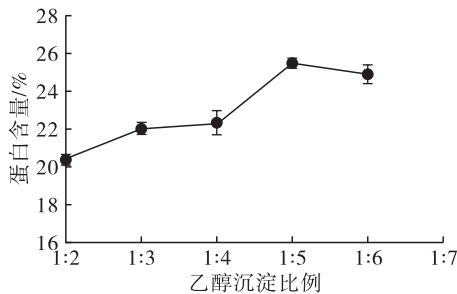


图10 乙醇沉淀比例对蛋白含量的影响

乙醇沉淀的原理在于通过降低多糖水溶液的介电常数,使多糖“脱水”从而形成聚合沉淀。由图 9 可知,随着乙醇沉淀比例增大,可溶性膳食纤维得率逐渐增大,当乙醇沉淀比例达到 1:4 后,可溶性膳食纤维得率没有明显提高。同时增大乙醇沉淀比例也会造成试剂的浪费。

由图 10 可知,随着乙醇沉淀比例的增大,蛋白含量增大,在乙醇沉淀比例为 1:5 时蛋白含量最大,之后变化不大。分析认为可能的原因为蛋白质因高比例乙醇造成变性而出现沉淀,造成可溶性膳食纤维中的蛋白含量升高。因此,1:4 为适宜的乙醇沉淀比例。

2.3 酸法制取大豆皮可溶性膳食纤维正交实验

根据单因素实验的结果,固定乙醇沉淀比例 1:4、pH 2.0,考察提取温度、提取时间、料液比对大豆皮水溶性膳食纤维提取的影响,正交实验因素水平见表 2,正交实验结果与分析见表 3,方差分析见表 4。

由表 3、表 4 可知,各因素对大豆皮可溶性膳食纤维得率影响由大到小排序为提取温度 > 提取时间 > 料液比,其中提取温度对可溶性膳食纤维得率有显著影响。最优工艺组合为 $A_3B_3C_3$,即提取温度 90℃、料液比 1:20、提取时间 2.0 h。在最优工艺条件下进行验证实验,大豆皮可溶性膳食纤维得率

为 12.49%,纯度为 60.13%,蛋白含量为 18.33%。

表2 正交实验因素水平

水平	A 提取温度/℃	B 料液比	C 提取时间/h
1	70	1:16	1.0
2	80	1:18	1.5
3	90	1:20	2.0

表3 正交实验结果与分析

水平	A	B	C	得率/%
1	1	1	1	9.39 ± 0.35
2	1	2	2	10.09 ± 0.14
3	1	3	3	10.39 ± 0.19
4	2	1	2	10.99 ± 0.32
5	2	2	3	11.01 ± 0.13
6	2	3	1	10.94 ± 0.04
7	3	1	3	12.21 ± 0.11
8	3	2	1	11.47 ± 0.30
9	3	3	2	11.63 ± 0.05
k_1	9.96	10.86	10.60	
k_2	10.98	10.86	10.90	
k_3	11.77	10.99	11.20	
R	1.81	0.12	0.60	

表4 方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
A	4.959	2	2.480	19.503	0.049	显著
B	0.032	2	0.016	0.126	0.888	不显著
C	0.546	2	0.273	2.147	0.318	不显著

3 结论

本实验通过酸法制取大豆皮可溶性膳食纤维,通过单因素实验结合正交实验得到最优的大豆皮可溶性膳食纤维制取工艺条件为:pH 2.0,提取温度 90℃,料液比 1:20,提取时间 2.0 h,乙醇沉淀比例 1:4。在最优工艺条件下,可溶性膳食纤维得率为 12.49%,纯度为 60.13%,蛋白含量为 18.33%。相较原料中的可溶性膳食纤维含量(3.10%)显著提高。

参考文献:

- [1] 孙君,舒坤良,庄巍,等.基于国际贸易的中国大豆供给需求分析[J].东北农业科学,2017(6):64-68.
- [2] 李红,武丽荣,史宣明.大豆皮利用的研究进展[J].中国油脂,2011,36(1):63-66.
- [3] GNANASAMBANDAM R, PROCTOR A. Preparation of soy hull pectin [J]. Food Chem, 1999, 65(4):461-467.
- [4] 吴占威,胡志和.大豆豆渣的生理功能及其在食品中的应用[J].食品科学,2012,33(19):358-362.
- [5] BURKITT D P, WALKER A R P, PAINTER N S. Dietary fiber and disease [J]. J Am Med Assoc, 1974, 229(8):1068-1074.

(下转第 51 页)

C16:0 的含量最高,变化也最为明显,差值在 30 个百分点左右,再结合胃脂肪酶(sn-3 位)和胰脂肪酶(sn-1,3 位)的作用位点特异性,可得到 C16:0 主要分布在 sn-2 位的结论,而 C10:0、C18:1n-7、C18:1n-9、C18:2n-6、C18:3n-3 以及 C20:3n-6 等脂肪酸的含量均明显低于其在母乳脂肪初始脂肪酸中的含量,即这些脂肪酸主要分布在 sn-1,3 位。

另外,结合图 3 和图 4 可知,消化时间不作为影响母乳脂肪在体内消化过程中释放出产物 FFA 或 2-MAG 的脂肪酸组成变化的主要因素,对于整个脂解过程,酶依旧是起主要调控作用的物质,与酶自身具有的特性一致,脂肪酶的专一性和特异性在该过程中尤为重要,不仅仅体现在作用物质上,还包括作用位点的绝对控制,即胃脂肪酶对 sn-3 位的作用和胰脂肪酶对 sn-1,3 位的作用。

3 结论

小肠是婴儿进行脂类物质消化的主要器官,从早产儿胃环境至小肠环境,母乳脂肪 120 min 时脂解程度从 (7.03 ± 0.15)% 增加至 (37.22 ± 1.43)%。母乳脂肪在胃肠消化过程中释放出 FFA 的主要成分是 C18:1n-9 和 C18:2n-6,其次是 C16:0,在小肠消化阶段释放出 2-MAG 的主要成分为 C16:0、C14:0、C18:1n-9 和 C18:2n-6。模拟早产儿胃肠道消化环境的体外消化模型的建立,有助于研究随着时间变化,早产儿胃肠道的消化进程以及相关物质组分及其含量,为更多针对性的早产儿配方食品的研发提供基础。

参考文献:

[1] 顾浩峰,张富新,张怡. 羊奶婴儿配方奶粉中蛋白质体外模拟消化研究[J]. 食品科学,2013,34(19):302-305.

(上接第 35 页)

- [6] BAGHURST P A, BAGHURST K J, RECORD S J. Dietary fiber, non-starch polysaccharides and resistant starch—a review [J]. Food Aust, 1996, 48(3):S3-S35.
- [7] 涂宗财,李志,陈钢,等. 大豆可溶性膳食纤维降血糖功效的研究[J]. 食品科学,2009, 30(17):294-296.
- [8] 华聘聘,刘忠萍. 可溶性大豆纤维部分生理功能的研究[J]. 中国油脂,2004,29(5):34-36.
- [9] 姜竹茂,陈新美,缪静. 从豆渣中制取可溶性膳食纤维的研究[J]. 中国粮油学报,2001,16(3):52-55.
- [10] 涂宗财,李金林,阮榕生,等. 利用豆渣生产高活性膳食纤维的研究[J]. 食品科学,2006,27(7):144-147.
- [11] 李杨,吴长玲,安然,等. 气流喷爆-复合酶解对豆粕中水溶性膳食纤维的提取优化[J]. 食品工业科技,2018,39(24):177-182,191.
- [12] 钟振声,江远玲. 以大豆皮为原料酶法制备水溶性膳

- [2] 龚凌霄,曹文燕,王静,等. 动态智能人体消化模拟体系及其在食品研究领域中的应用[J]. 中国食品学报,2018,18(10):258-268.
- [3] 陈贲,贾慧. 体外消化模型的研究进展[J]. 农产品加工,2017(9):61-64,68.
- [4] 梁丽. 乳脂肪球的体外消化特性及其影响因素研究[D]. 江苏无锡:江南大学,2019.
- [5] 徐亚华. 早产儿母乳脂肪酸组成及体外消化特性研究[D]. 江苏无锡:江南大学,2018.
- [6] OLIVEIRA S C D,BOURLIEU C,MENARD O,et al. Impact of pasteurization of human milk on preterm newborn in vitro digestion: gastrointestinal disintegration, lipolysis and proteolysis[J]. Food Chem,2016,211:171-179.
- [7] BOURLIEU C,MENARD O,BOUZERZOUR K, et al. Specificity of infant digestive conditions: some clues for developing relevant in vitro models[J]. Cri Rev Food Sci, 2014,54(11):1427-1457.
- [8] LEVI C S,LESME S U. Bi-compartmental elderly or adult dynamic digestion models applied to interrogate protein digestibility[J]. Food Funct, 2014, 5(10):2402-2409.
- [9] ELASHOFF J D,REEDY T J,MEYER J H. Analysis of gastric emptying data[J]. Gastroenterology,1982,83(6):1306-1312.
- [10] EWER A K,DURBIN G M,MORGAN M E I, et al. Gastric emptying in preterm infants [J]. Acta Paediatr Scand,1994,71:F24-F27.
- [11] MASON S. Some aspects of gastric function in the newborn [J]. Arch Dis Child,1962,37:387-391.
- [12] BARBANO D M,CLARK J L,DUNHAM C E. Comparison of Babcock and ether extraction methods for determination of fat content of milk: collaborative study[J]. J Assoc Off Anal Chem,1988,71(5):898-914.
- [13] 夏袁. 人乳脂化学组成及其影响因素的研究[D]. 江苏无锡:江南大学,2015.

食纤维工艺研究[J]. 中国油脂,2008,33(4):60-62.

- [13] 冯旌驰,王浩,杨阳,等. 大豆皮果胶的酶法提取及其理化性质研究[J]. 保鲜与加工,2016,16(5):26-30.
- [14] 亓盛敏,朱科学,彭伟,等. 大豆皮果胶不同提取方法的研究[J]. 食品工业科技,2012,33(12):306-308,313.
- [15] 刘贺,郭晓飞,高虹妮,等. 微波辅助提取大豆皮果胶工艺参数优化[J]. 食品与发酵科技,2010,46(5):37-40.
- [16] 汪勇,欧仕益,李爱军,等. 大豆皮制备膳食纤维的研究[J]. 食品科学,2003,24(5):110-113.
- [17] 谭静. 水溶性大豆多糖的生产工艺研究[D]. 上海:华东师范大学,2013.
- [18] 李杨,江连洲,张兆国,等. 大豆水酶法提取副产物——水溶性糖工艺优化及机理研究[J]. 中国粮油学报,2010,25(6):31-36.