

# 响应面优化高压均质法制备纳米竹笋膳食纤维

陈慕莹<sup>1</sup>,张可珺<sup>1</sup>,吴嘉豪<sup>1</sup>,郑炯<sup>1,2</sup>

(1.西南大学食品科学学院,重庆 400715;

2.重庆市特色食品工程技术研究中心,重庆 400715)

**摘要:**以大叶麻竹笋为原料,单因素试验的基础上,通过响应面法对高压均质技术制备纳米竹笋膳食纤维的工艺条件进行优化。结果表明:高压均质法制备纳米竹笋膳食纤维的最佳工艺条件为物料浓度2.1%、物料温度31℃、均质压力33 MPa。在此条件下,纳米竹笋膳食纤维得率为83.34%。

**关键词:**纳米竹笋膳食纤维;高压均质;响应面法

## Optimization of highpressure homogenization preparation of nano bamboo shoots dietary fiber by response surface methodology

CHEN Mu-ying<sup>1</sup>, ZHANG Ke-jun<sup>1</sup>, WU Jia-hao<sup>1</sup>, ZHENG Jiong<sup>1,2</sup>

(1. College of Food Science, Southwest University, Chongqing 400715, China;

2. Chongqing Engineering Research Center of Regional Food, Chongqing 400715, China )

**Abstract:** With ma bamboo shoots as raw materials, on the basis of single factors experiments, the parameters for the preparation of nano bamboo shoot dietary fiber with highpressure homogenization were optimized by response surface methodology. The results showed that the optimum preparation conditions were as follows: material concentration 2.1%, material temperature 31 °C and homogeneous pressure 33 MPa. The extraction rate of nano bamboo shoot dietary fiber was 83.34% under the conditions.

**Key words:** nano bamboo shoots dietary fiber; high pressure homogenization; response surface methodology

中图分类号: TS201.2

文献标识码: A

文章编号: 1008-9578(2017)03-0057-04

膳食纤维是人体第七大营养素,具有调节肠道菌群、防治冠心病、降低血压、降低血糖、抗癌、减肥等多种生理功能<sup>[1-2]</sup>。此外,膳食纤维作为一种重要的功能性食品基料,已引起世界各国营养学家的广泛关注。研究发现,膳食纤维的功能性质会随着粒度的变化而改变<sup>[3-4]</sup>。当膳食纤维的比表面积增大即粒径减小时,其中的苯酚和阿魏酸等抗氧化物质更多地被暴露出来,使膳食纤维的抗氧化能力增强<sup>[5]</sup>。研究表明,不同粒度的膳食纤维对金属离子、水分等物质的吸附能力不同,可溶性膳食纤维粒度越小,对各物质的吸附能力越强<sup>[6-7]</sup>。

高压均质技术是随着现代高能、高效均质技术和设备的开发而发展起来的一种合成纳米材料的新方法,它是应用纳米方法制备纳米材料最有效的生产技术之一,具有均质效果好、生产效率高、可控性强等优点<sup>[8-9]</sup>。目前,国内外主要将高压均质技术应用在化学、制药、食品科学以及生物工程等领域。Shi等<sup>[10]</sup>利用高压均质技术制备了淀粉纳米微球,其具有较好的球形形态,粒径分布范围为50~250 nm。

Davoudpour等<sup>[11]</sup>通过高压均质法制备得到直径为8 nm的纳米纤维素。Sonia等<sup>[12]</sup>采用高压均质联合超声技术制备出了稳定性较好的纳米乳液,其粒径分布范围达到90~121 nm。竹笋中含有丰富的膳食纤维,研究发现,竹笋膳食纤维具有较好的持水性、溶胀性、吸附性等理化特性,以及促消化、降胆固醇、改善肠道健康等生理活性功能<sup>[13]</sup>,是一种极具开发潜力的膳食纤维资源。因此,在竹笋膳食纤维提取工艺的前期研究基础上<sup>[14]</sup>,本文拟以大叶麻竹笋为原料,采用高压均质法制备纳米竹笋膳食纤维(Nano bamboo shoots dietary fiber, NBSDF),并对物料浓度、均质压力、物料温度等制备工艺进行优化,以期NBSDF的生产及应用奠定基础。

### 1 材料与方法

#### 1.1 材料与试剂

大叶麻竹笋:购于重庆市北碚区天生市场;木瓜蛋白酶(10 000 U/g)、纤维素酶(3 000 U/g):美国Sigma公司;HCl、NaOH:分析纯,成都市科龙化工试剂厂。

收稿日期:2016-03-23

基金项目:重庆市社会事业与民生保障科技创新专项(cstc2015shmszx80007);西南大学博士基金项目(SWU115051)

作者简介:陈慕莹(1995—),女,本科生,研究方向为食品化学与营养学。

通信作者:郑炯(1982—),男,博士,讲师,研究方向为果蔬加工与质量控制。

## 1.2 仪器与设备

JP-500B 高速多功能粉碎机: 永州市九品工贸有限公司; BL3100 电子天平: 北京赛多利斯天平有限公司; PHS-3C 精密 pH 计: 南京东迈科技仪器有限公司; GYS-200 高压均质机: 上海申鹿均质机有限公司; Zetasizer Nano ZS 纳米粒度分析仪: 英国马尔文仪器有限公司; DHG-101 电热鼓风干燥箱: 上海一恒科技有限公司。

## 1.3 试验方法

### 1.3.1 竹笋膳食纤维的提取

参考杨光等<sup>[14]</sup>的方法。将新鲜大叶麻竹笋清洗、去壳、切条、烘干, 粉碎后过 100 目筛, 得到竹笋粉末。准确称取 10 g 竹笋粉末, 以 40:1 (mL/g) 的水料比, 在 56 °C 的酶解温度下添加质量分数为 0.52% 的复合酶(蛋白酶:纤维素酶=3:1), 酶解 95 min, 在 95 °C 下灭酶 10 min, 抽滤, 然后用无水乙醇洗涤 3~5 次, 干燥粉碎后得到竹笋膳食纤维微粉。

### 1.3.2 NBSDF 的制备

为了将竹笋膳食纤维微粉纳米化, 选取高压均质处理。取适量的竹笋膳食纤维微粉分散于去离子水中, 浸泡 24 h, 使其充分吸水溶胀, 然后对浸泡后的竹笋膳食纤维混浊液进行调温, 再利用高压均质机将竹笋膳食纤维纳米化。选取物料浓度、物料温度及均质压力 3 个因素进行优化, 通过检测不同均质条件下所制备的 NBSDF 得率来确定最优工艺条件。最后, 将均质后的液体进行真空冷冻干燥, 得到 NBSDF 粉末。

### 1.3.3 单因素试验

考察不同物料质量百分浓度(0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%)、物料温度(20、25、30、35、40 °C)和均质压力(20、25、30、35、40 MPa)对 NBSDF 得率的影响。

### 1.3.4 响应面优化试验

参考相关文献<sup>[15-16]</sup>, 在单因素试验的基础上, 选取物料浓度、物料温度和均质压力为自变量, NBSDF 得率为响应值, 根据 Box-Behnken 试验设计方法, 进行 3 因素 3 水平的响应面分析试验, 因素与水平见表 1。通过 Design Expert 8.0.7 软件对试验数据进行回归分析, 预测高压均质法制备 NBSDF 的最佳工艺。进行 3 次平行试验, 以验证试验的可靠性。

表 1 响应面试验因素水平表

水平	A 物料浓度 / %	B 物料温度 / °C	C 均质压力 / MPa
-1	0.5	20	20
0	1.5	30	30
1	2.5	40	40

## 1.4 测定项目与方法

### 1.4.1 膳食纤维含量

参考 GB/T 5009.88—2008《食品中膳食纤维的测定》。

### 1.4.2 粒度测定

参照 Ding 等<sup>[17]</sup>的方法。取适量的 NBSDF 粉末, 用蒸馏水分散后配制成浓度为 0.1% 的溶液, 用纳

米粒度分析仪进行 NBSDF 的粒度分布和平均粒度的测定。

### 1.4.3 NBSDF 得率计算

$$X = \eta \times m \times 100\%$$

式中:  $X$  为 NBSDF 得率, %;  $\eta$  为粒度测定中粒度分布在纳米范围的颗粒数量比例, %;  $m$  为竹笋膳食纤维微粉中膳食纤维含量, %。

## 1.5 数据处理

使用 Origin 8.6、Excel 以及 Design Expert 8.0.7 进行相关图表的绘制和数据处理。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验

#### 2.1.1 物料浓度对 NBSDF 得率的影响

由图 1 可知: 当物料浓度在 1%~2% 时, NBSDF 得率快速上升; 当物料浓度超过 2% 时, NBSDF 得率开始下降。研究发现, 在一定均质压力下, 随着物料浓度的增加, 粒径有不断下降的趋势, 因为物料浓度增加, 微粒碰撞剪切的可能增大, 原先未被细化的大颗粒或小颗粒聚集体在多次均质后粒径减小<sup>[18]</sup>。但是, 当物料浓度超过 2% 以后, 可能细化的颗粒相互碰撞后又重新黏合聚集在一起, 增大了微粒的粒径。有研究证实, 当均质物料浓度过高时, 在高压均质过程中乳状液颗粒会重新聚集而使平均粒径增大, 分布变宽<sup>[19]</sup>。因此, 物料浓度选择 2% 左右为宜。

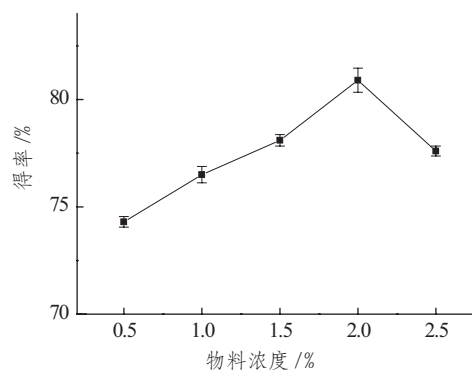


图 1 物料浓度对 NBSDF 得率影响

#### 2.1.2 物料温度对 NBSDF 得率的影响

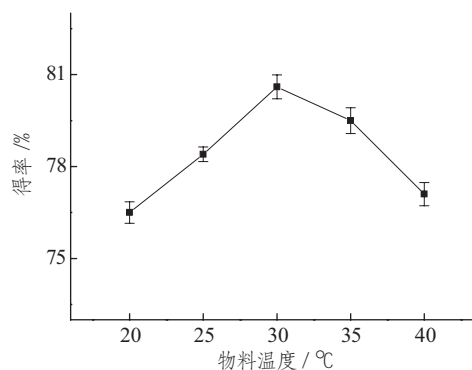


图 2 物料温度对 NBSDF 得率影响

由图2可知:当物料温度在20~30℃时,NBSDF得率随着物料温度的增加快速上升;当物料温度超过30℃时,NBSDF得率逐渐降低。这可能是因为随着物料温度的升高,竹笋膳食纤维溶液中的颗粒变软,更有利于均质。但温度过高时,竹笋膳食纤维溶液体系中的颗粒运动加剧,更容易相互碰撞而凝聚沉淀。因此,物料温度选择30℃左右为宜。

2.1.3 均质压力对NBSDF得率的影响

由图3可知:在均质过程中,当均质压力在20~30 MPa时,NBSDF得率随着压力的增加而逐渐上升;但在均质压力超过30 MPa以后,NBSDF得率随着压力的增加呈下降趋势。这可能是因为受到压力差的作用,物料颗粒离子键遭到严重破坏,使物料颗粒发生细化或膨化。但当颗粒小到一定程度时,分子间的碰撞作用加剧,范德华力、氢键在颗粒间起主要作用,细小的物料颗粒重新聚集形成大的颗粒<sup>[20]</sup>。因此,均质压力选择30 MPa左右为宜。

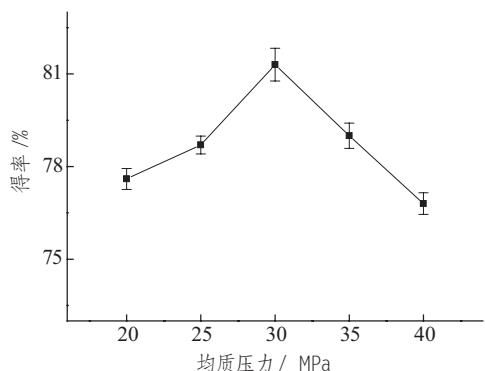


图3 均质压力对NBSDF得率影响

2.2 响应面优化NBSDF制备工艺

2.2.1 中心组合试验

根据单因素试验结果,以物料浓度、物料温度和均质压力为主要因素,设计3因素3水平响应面分析试验,共有15个试验点,其中12个为分析因子,3个为零点。试验方案及结果如表2所示。

表2 响应面试验设计和试验结果

试验次数	A	B	C	Y得率 / %
1	0	-1	1	79.6
2	-1	1	0	76.1
3	1	0	-1	77.8
4	-1	-1	0	75.3
5	0	-1	-1	79.3
6	1	1	0	78.5
7	-1	0	1	78.7
8	0	0	0	82.3
9	0	1	-1	79.3
10	0	1	1	80.3
11	-1	0	-1	73.7
12	1	-1	0	77.6
13	0	0	0	83.1
14	0	0	0	83.6
15	1	0	1	78.6

根据表2中的数据使用Design-Expert软件进行多元回归拟合分析,得到回归方程为  $Y=83.00+1.09A+0.30B+0.89C+0.025AB-1.05AC+0.18BC-4.27A^2-1.85B^2-1.53C^2$ 。

同时对模型进行了回归系数和方差分析,结果见表3。

表3 二次模型方差分析表

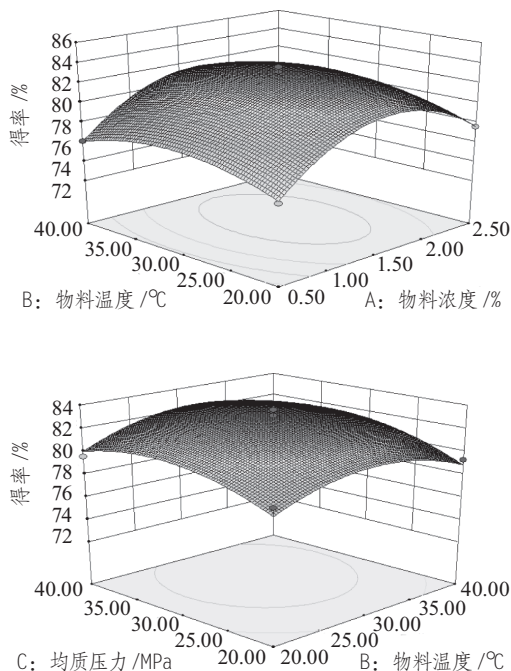
项目	平方和	自由度	均方	F值	P值
模型	101.51	9	11.28	15.76	0.0037**
A	9.46	1	9.46	13.22	0.0150*
B	0.72	1	0.72	1.01	0.3618
C	6.30	1	6.30	8.81	0.0312*
AB	0.003	1	0.003	0.003	0.9552
AC	4.41	1	4.41	6.16	0.0557
BC	0.12	1	0.12	0.17	0.6962
A <sup>2</sup>	67.48	1	67.48	94.31	0.0002**
B <sup>2</sup>	12.64	1	12.64	17.66	0.0085**
C <sup>2</sup>	8.59	1	8.59	12.00	0.0180*
残差	3.58	5	0.72		
失拟项	2.72	3	0.91	2.11	0.3380
纯误差	0.86	2	0.43		
总和	105.08	14			

注:\*\*表示极显著(P<0.01),\*表示显著(P<0.05)

由表3的方差分析可知,该模型回归极显著(P<0.01),失拟项不显著(P>0.05),试验误差较小,故可用此模型对制备NBSDF的最佳工艺结果进行分析和预测。

2.2.2 响应面分析因素之间的交互作用

为了考察各个交互项对NBSDF得率的影响,在其他因素固定不变的情况下,利用Design-Expert 8.0.7软件对回归方程进行运算,作出交互项的响应曲面图,结果如图4所示。



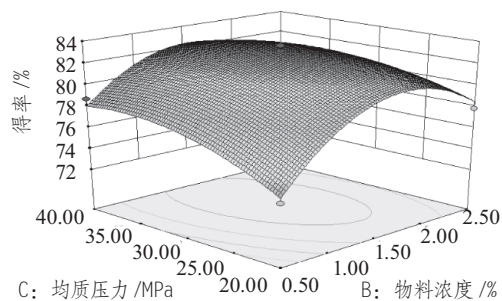


图4 交互影响的三维曲面图

由图4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。分析图4并结合表3可知:模型的一次项A ( $P<0.05$ )、C ( $P<0.05$ )和二次项 $C^2$  ( $P<0.05$ )对NBSDF得率的影响显著;二次项 $A^2$  ( $P<0.01$ )和 $B^2$  ( $P<0.01$ )对NBSDF得率的影响极显著;A、B和C 3个因素之间交互作用不显著( $P>0.05$ )。

### 2.2.3 最佳制备工艺的确定和验证

利用 Design Expert 8.0 软件,综合考虑 NBSDF 提取率和试验可操作性等因素,得到最优提取工艺为物料浓度 2.1%、物料温度 31 °C、均质压力 33 MPa。在此条件下,NBSDF 得率的预测值为 83.18%。采用上述最优工艺条件重复试验 3 次,实际测定 NBSDF 得率的平均值为 83.34%,与预测值接近,说明了响应面法优化的 NBSDF 最佳制备工艺条件的可靠性和准确性。

## 3 结论

以大叶麻竹笋为原料,对高压均质法制备 NBSDF 的工艺进行了研究,通过响应面法优化出最佳工艺条件为物料浓度 2.1%、物料温度 31 °C、均质压力 33 MPa,在该条件下,NBSDF 得率为 83.34%。该优化工艺条件科学可靠,能够为 NBSDF 的制备提供参考。

### 【参考文献】

[1] DEEPAK M, SHEWETA B. Composition, properties and health benefits of indigestible carbohydrate polymers as dietary fiber: A review [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2013, 61 (10): 1-6.

[2] 吴洪斌,王永刚,郑刚,等. 膳食纤维生理功能研究进展 [J]. *中国酿造*, 2012, 31 (3): 13-16.

[3] 涂宗财,李金林,刘成梅. 纳米膳食纤维的研制及特性初探 [J]. *食品科学*, 2006, 27 (12): 575-577.

[4] 张国真,何建军,姚晓玲,等. 超微粉碎麦麸及其不同组分基本成分和物化特性分析 [J]. *食品科技*, 2014, 39 (7): 147-152.

[5] NATALIA N R, CÉCIL B, CLAIRE G, et al. Ultra-fine grinding increases the antioxidant capacity of wheat bran [J]. *Journal of Cereal Science*, 2013, 57 (1): 84-90.

[6] 黄晟,朱科学,钱海峰,等. 超微及冷冻粉碎对麦麸膳食纤维理化性质的影响 [J]. *食品科学*, 2009, 30 (15): 40-44.

[7] ZHU K X, HUANG S, PENG W, et al. Effect of ultrafine grinding on hydration and antioxidant properties of wheat bran dietary fiber [J]. *Food Research International*, 2010, 43 (4): 943-948.

[8] TIAN C H, YI J N, WU Y Q, et al. Preparation of highly charged cellulose nanofibrils using high-pressure homogenization coupled with strong acid hydrolysis pretreatments [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2016, 136: 485-492.

[9] KULLASATRI S, NAIYASIT Y, THIDARAT N, et al. An environmentally friendly xylanase-assisted pretreatment for cellulose nanofibrils isolation from sugarcane bagasse by high-pressure homogenization [J]. *Industrial Crops and Products*, 2016, 82: 149-160.

[10] SHI A M, LI D, WANG L J, et al. Preparation of starch-based nanoparticles through high-pressure homogenization and miniemulsion cross-linking: Influence of various process parameters on particle size and stability [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2011, 83 (4): 1604-1610.

[11] DAVOUDPOUR Y, HOSSAIN S, KHALIL H P S, et al. Optimization of high pressure homogenization parameters for the isolation of cellulosic nanofibers using response surface methodology [J]. *Industrial Crops and Products*, 2015, 74: 381-387.

[12] SONIA C, STELLA P, FRANCESCA B, et al. Nanoemulsion preparation by combining high pressure homogenization and high power ultrasound at low energy densities [J]. *Food Research International*, 2016, 83: 25-30.

[13] SINGHAL P, BAL L M, SATYA S, et al. Bamboo shoots: A novel source of nutrition and medicine [J]. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 2013, 53 (5): 517-534.

[14] 杨光,吴嘉豪,郑炯. 响应面优化复合酶法提取竹笋膳食纤维工艺 [J]. *食品工业科技*, 2016, 37 (2): 213-216.

[15] DING Y B, ZHENG J, XIA X J, et al. Box-Behnken design for the optimization of nanoscale retrograded starch formation by high-power ultrasonication [J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2016, 67: 206-213.

[16] 王磊,袁芳,向俊,等. 响应面法优化高压均质提取椴柑渣中可溶性膳食纤维及抗氧化活性研究 [J]. *中国食品学报*, 2015, 15 (5): 82-89.

[17] DING Y B, ZHENG J, XIA X J, et al. Preparation and characterization of resistant starch type IV nanoparticles through ultrasonication and miniemulsion cross-linking [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2016, 141: 151-159.

[18] INNOCENTE N, BIASUTTI M, VENIR E. Effect of high-pressure homogenization on droplet size distribution and rheological properties of ice cream mixes [J]. *Journal of Dairy Science*, 2009, 92 (5): 1864-1875.

[19] TANGSUPHOOM N, COUPLAND J N. Effect of heating and homogenization on the stability of coconut milk emulsions [J]. *Journal of Food Science*, 2005, 70 (8): 466-470.

[20] 万婕,刘成梅,蓝海军,等. 动态瞬时高压作用对膳食纤维酶解速度的影响 [J]. *高压物理学报*, 2008, 22 (4): 439-444.