

响应面微波辅助酸法优化提取 西兰花茎果胶多糖

冯李院^{1,2}, 刘经伦^{1,2}, 杨梅福¹, 艾薇^{1,2}, 汪玉洁^{1,2}

(1. 保山学院 资源环境学院, 云南 保山 678000; 2. 云南省高校怒江河谷生物质资源高值转化与
利用重点实验室, 云南 保山 678000)

摘要: 试验以西兰花茎为原料, 通过微波辅助酸法研究料液比、提取液 pH 值、微波功率和微波时间对西兰花茎果胶多糖得率的影响, 并结合单因素试验和响应面分析法对提取工艺条件进行优化。结果显示 4 个因素对果胶多糖得率的影响均显著 ($p < 0.05$), 其中提取液 pH 值和微波功率为极显著因素, 影响因素大小顺序依次为提取液 pH 值 > 微波功率 > 料液比 > 微波时间; 响应面模型显著且可靠性高, 最佳工艺条件为料液比 1:21 (g/mL)、提取液 pH 1.7、微波功率 900 W 和微波时间 7.0 min, 果胶多糖得率为 $(4.88 \pm 0.00)\%$, 与预测值有 0.94% 的相对误差。该研究为西兰花副产物的综合利用和我国优质果胶来源的探究提供试验依据。

关键词: 西兰花茎; 果胶多糖; 响应面; 微波酸法; 提取优化

Optimization of Extraction of Pectin Polysaccharide from Broccoli Stalks by Response Surface Methodology Combined with Microwave-assisted Acid Method

FENG Li-yuan^{1,2}, LIU Jing-lun^{1,2}, YANG Mei-fu¹, AI Wei^{1,2}, WANG Yu-jie^{1,2}

(1. School of Resources and Environment Sciences, Baoshan University, Baoshan 678000, Yunnan, China;
2. Key Laboratory of High-value Conversion and Utilization of Biomass Resources in Nujiang River Valley for
Colleges and Universities of Yunnan Province, Baoshan 678000, Yunnan, China)

Abstract: The effects of solid-liquid ratio, extraction solvent pH, microwave time, and microwave power on pectin polysaccharide yield from broccoli stalks were investigated using the microwave-assisted acid method. In addition, the extraction conditions were optimized by performing single factor experiments and response surface analysis (RSM) based on Box-Behnken design. The results showed that the four factors had significant effects on pectin polysaccharide yield, with the extraction solvent pH and microwave power being the most significant factors. The order of factors influencing pectin polysaccharide yield was extraction solvent pH > microwave power > solid-liquid ratio > microwave time. The RSM was reliable, and the optimal extraction conditions were as follows: solid-liquid ratio of 1:21 (g/mL), extraction solvent pH of 1.7, microwave time of 7.0 min, and microwave power of 900 W. Pectin polysaccharide yield was $(4.88 \pm 0.00)\%$ under the optimal extraction conditions, with a relative error of 0.03% when compared with the predicted value. The present study provided an experimental basis for the comprehensive utilization of broccoli by products and the exploitation of high-quality pectin sources in China.

Key words: broccoli stalk; pectin polysaccharide; response surface; microwave acid method; extraction optimization

引文格式:

冯李院, 刘经伦, 杨梅福, 等. 响应面微波辅助酸法优化提取西兰花茎果胶多糖[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(8): 124-132.
FENG Liyuan, LIU Jinglun, YANG Meifu, et al. Optimization of Extraction of Pectin Polysaccharide from Broccoli Stalks by
Response Surface Methodology Combined with Microwave-assisted Acid Method[J]. Food Research and Development, 2022, 43
(8): 124-132.

果胶多糖是一种广泛存在于植物初生细胞壁和胞间层中结构复杂的天然高分子化合物,天然果胶类物质主要以原果胶、果胶和果胶酸三种形态存在于植物的果实、根、茎和叶中^[1-2]。其中不溶于水的原果胶在酸、碱、酶等的作用下,转变成水溶性果胶并可通过乙醇沉淀析出,故通常以酸、碱和酶等为萃取剂和以乙醇为沉淀剂提取果胶多糖。果胶多糖具有良好的增稠性、稳定性、凝胶性、乳化性和组织成型促进等特性^[3-9]以及具有降血糖^[10-12]、调节胃肠道菌群^[13-15]、抗氧化^[16-17]、抗肿瘤^[18-19]、免疫调节^[20-21]和吸附重金属^[22-23]等作用,被广泛应用于食品和医药等行业。目前全球果胶需求量预计以每年大约3%~6%的速度递增,而我国每年的果胶需求量有80%需要进口,当前商业果胶主要为柑橘皮果胶和苹果皮果胶,我国果胶资源物产丰富,但很多原料副产物被直接丢弃或利用率不足致使果胶生产能力和质量较差,若加以充分综合利用,将会产生极大效益^[24]。目前,果胶多糖的提取方法主要有酸提法、碱提法、酶提法、超声波辅助法和微波辅助法等^[25-26]。其中,微波是一种具有很强热效应和化学效应的高频电磁波,能使介质材料中的分子相互摩擦碰撞,提高物料温度和促进提取液中细胞破裂,使原果胶多糖物质能够更好地渗出于提取液中。微波辅助提取技术与其他传统单一的提取技术相比,具有耗时少、操作简便和得率高等优点,受到越来越多的关注。

西兰花(*Brassica oleracea* L.var *italic* Planch)又名青花菜、西蓝花、绿菜花、绿花菜等,富含硫代葡萄糖苷、多糖、维生素、矿物质和酚类等多种营养物质,是一种具有多种生理功效和享有“蔬菜皇冠”美誉的蔬菜^[27-28]。西兰花原产于地中海东部地区,全球范围内均有种植,19世纪末从意大利传入我国,根据2021年联合国粮食及农业组织统计数据库显示,从2005年至2019年间世界花椰菜和西兰花的产量吨数增长54%,中国的产量吨数增长45%。西兰花除花球以外的茎叶通常被当作废弃物大量丢弃,造成资源浪费和环境污染,其茎叶约占整棵植株重量的50%~70%,当前西兰花副产物主要用于发酵饲料^[29]。

目前有关西兰花茎果胶多糖提取工艺的研究较少,主要有田亚红等^[30]采用盐酸醇沉法并通过单因素和正交试验得出最佳西兰花茎叶果胶提取工艺条件,得率为0.68%(称重法);李妍等^[31]采用超声波结合三因素三水平响应面得出最佳西兰花茎多糖工艺条件,得率为5.69%(苯酚硫酸法);Petkowicz等^[32]先用乙醇预处理原料再经硝酸乙醇沉淀法提取西兰花茎果胶,得率为18%,同时果胶具有较好的理化性质,可考虑

作为一种商业果胶来源。

利用微波辅助酸法并结合响应面提取西兰花茎果胶多糖的研究尚未见报道。因此,该研究以保山当地种植的蔓陀绿西兰花茎为主要原料,采用微波辅助酸法提取果胶多糖,并用单因素试验(料液比、提取液pH值、微波功率和微波时间)和响应面分析法来优化提取工艺,不仅提高西兰花副产物的综合利用率,同时也为优质果胶多糖来源的探究提供试验依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

蔓陀绿西兰花:市售;食用酒精(经旋转蒸发仪提纯后使用);云南康丰糖业(集团)有限公司勐糯分公司;浓盐酸(分析纯):重庆川东集团有限公司;95%乙醇、无水乙醇(均为分析纯):重庆川东化工有限公司。

1.2 仪器与设备

鼓风干燥箱(DHG 9030A):上海一恒科学仪器有限公司;美的微波炉(QIMO-J1-8D):上海琪摩电子科技有限公司;循环水式多用真空泵(SHZ-D(Ⅲ)):郑州长城科工贸有限公司;离心机(TDL-5-A):上海安亭科学仪器厂;旋转蒸发仪(N100IDS210):上海泉杰仪器有限公司;超声清洗机(SK250HP):上海科导有限公司;分析天平(CP214):上海奥豪斯仪器有限公司;高速多功能粉碎机(CS-2000):武义海纳电器有限公司;80目标准检验筛:绍兴市上虞华丰五金仪器有限公司;pH计(PHS-3C):上海仪电科学仪器股份有限公司。

1.3 原料预处理

将新鲜蔓陀绿西兰花除去花球、病虫害和霉变部分,剩下的西兰花茎(含少量叶子)洗净切成大小和厚度大致相同的片状,放入沸水中热烫5 min之后用冷水冲洗(高温灭果胶酶和纤维素酶,防止果胶多糖被降解致使果胶多糖得率降低),挤去多余水分的原料均匀摊放在瓷盘中并置于50℃烘箱烘干,粉碎过80目筛,粉末于自封袋中密封避光保存备用。

1.4 提取工艺流程

称取一定量西兰花茎粉末,按一定料液比加入用盐酸调pH值为设定值的纯水,充分搅拌,测pH值后再次用盐酸调节整个提取液pH值至目标值。将调好pH值的提取液放入微波炉,设置一定微波功率和一段微波时间萃取后,4 500 r/min离心10 min,将上清液过滤,往滤液中加入与滤液等体积的提纯工业酒精,充分搅拌均匀,用保鲜膜盖住烧杯以防乙醇挥发,于25℃室温静置沉淀12 h,4 500 r/min离心20 min,将滤液通过已恒重的滤纸进行抽滤(分别用75%、85%、95%乙醇

和无水乙醇依次冲洗),弃其上清液,收集沉积物并置于空气中以挥发掉乙醇,50℃烘箱干燥2.5 h,称量并采用质量法计算西兰花茎的果胶多糖得率。

$$\text{果胶多糖得率}/\%=(G_1/G_2)\times 100$$

式中: G_1 为成品质量,g; G_2 为原料粉末质量,g。

1.5 单因素试验设计

1.5.1 料液比对果胶多糖得率的影响

固定提取液 pH2.0、微波时间 5.0 min 和微波功率 600 W 条件下,考察 1:10、1:15、1:20、1:25、1:30、1:35 (g/mL) 不同料液比对果胶多糖得率的影响。

1.5.2 提取液 pH 值对果胶多糖得率的影响

固定微波时间 5.0 min、微波功率 600 W 和料液比 1:20,考察 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 不同提取液 pH 值对果胶多糖得率的影响。

1.5.3 微波功率对果胶多糖得率的影响

固定微波时间 5.0 min、料液比 1:20 (g/mL) 和提取液 pH 值 1.5,考察 600、700、800、900、1 000 W 不同微波功率对果胶多糖得率的影响。

1.5.4 微波时间对果胶多糖得率的影响

分别取料液比 1:20 (g/mL)、提取液 pH 值 1.5 和微波功率 900 W 条件下,考察 5.0、6.0、7.0、8.0、9.0 min 不同微波时间对果胶多糖得率的影响。

1.6 响应面试验设计

以果胶多糖得率作为评价指标的单因素试验结果为基础,利用 Design-Expert V8.0.6 的箱线设计(Box-Behnken design,BBD)对西兰花茎果胶多糖提取工艺进行四因素三水平的响应面优化设计,具体见表 1。

表 1 响应面试验设计

Table 1 Design of response surface test

水平 编码	因素			
	X_1 料液比/(g/mL)	X_2 pH 值	X_3 微波功率/W	X_4 微波时间/min
-1	1:15	1.0	800	6.0
0	1:20	1.5	900	7.0
1	1:25	2.0	1 000	8.0

1.7 数据处理

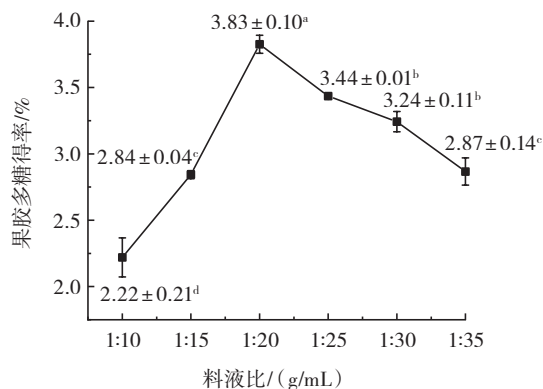
结果数值以平均值±标准差表示,标准误差在图中用误差线表示;运用 Design-Expert V8.0.6 软件进行响应面设计和方差分析,Origin 2018 软件和 SPSS 23 软件分别进行绘图及数据统计分析。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验结果分析

2.1.1 料液比对西兰花茎果胶多糖得率的影响

图 1 为料液比对西兰花茎果胶多糖得率的影响。



不同字母表示数据之间存在显著性差异($p<0.05$)。

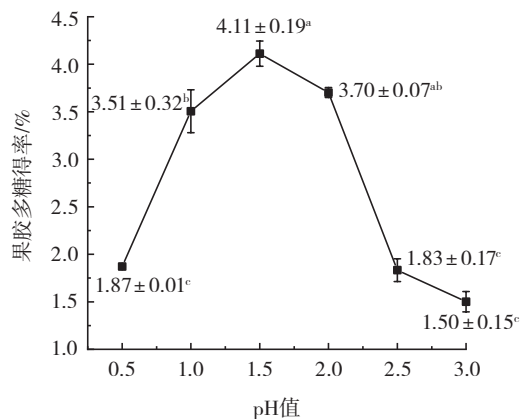
图 1 料液比对西兰花茎果胶多糖得率的影响

Fig.1 Effects of solid-liquid ratio on the yield of pectin polysaccharide from broccoli stalk

由图 1 可知,果胶多糖得率随着提取液的不不断增加呈先上升后下降的变化趋势,且总体上差异显著。其中料液比为 1:20 (g/mL) 时,果胶多糖得率最高,为 $(3.83\pm 0.10)\%$,与其他料液比组相比具有显著性差异。这可能是由于提取液添加量较小时,溶液黏度大,难以保证原料中的果胶多糖完全提取到提取液中,且相对浓度过大致使过滤困难如烧杯等仪器上的果胶多糖残留量较多,造成提取不完全,得率较低;而当提取液添加量超过 1:20 (g/mL) 时,原料被过度稀释且伴随其他物质的溶出,造成后续的离心、抽滤、沉淀和烘干等工艺提取不完全,致使果胶多糖的溶出率下降,同时果胶多糖在提取液添加量多时更易被水解,造成损失。因此,从得率、成本和操作性等方面考虑,拟定料液比 1:15 (g/mL)~1:25 (g/mL) 进行下一步试验研究。

2.1.2 提取液 pH 值对西兰花茎果胶多糖得率的影响

图 2 为提取液 pH 值对西兰花茎果胶多糖得率的影响。



不同字母表示数据之间存在显著性差异($p<0.05$)。

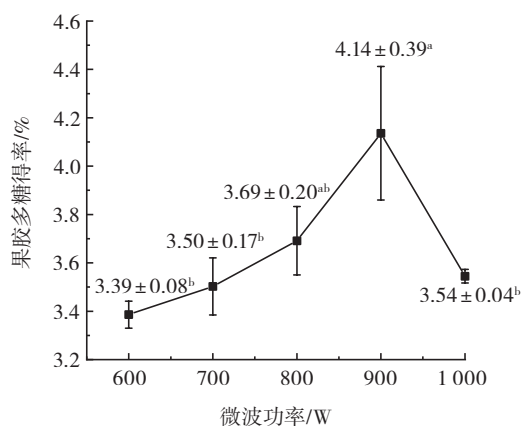
图 2 提取液 pH 值对西兰花茎果胶多糖得率的影响

Fig.2 Effects of pH value of extraction solution on the yield of pectin polysaccharide from broccoli stalk

由图2可知,果胶多糖得率随着提取液pH值不断增高呈先上升后下降的变化趋势,且总体上差异显著。其中提取液pH值为1.5时,果胶多糖得率最高,为 $(4.11 \pm 0.19)\%$,与pH值为2.0时相比差异不显著,而与其他pH值组相比具有显著性差异。这可能是由于酸性条件会破坏植物细胞结构,使果胶多糖溶出,但在过酸性条件下,部分果胶多糖分子会被降解成小分子量果胶多糖片段^[33],而乙醇很难将这部分小分子果胶多糖沉淀,导致果胶多糖得率较低;而当提取液pH值从1.5升至3.0时,由于提取液pH值不断升高,对植物细胞壁的破坏作用减弱,致使果胶多糖溶出量不断减少,得率下降。因此,拟定提取液pH值1.0~2.0进行下一步试验研究。

2.1.3 微波功率对西兰花茎果胶多糖得率的影响

图3为微波功率对西兰花茎果胶多糖得率的影响。



不同字母表示数据之间存在显著性差异($p < 0.05$)。

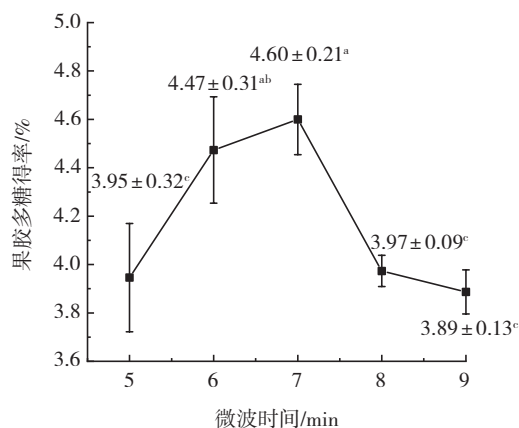
图3 微波功率对西兰花茎果胶多糖得率的影响

Fig.3 Effects of microwave power on the yield of pectin polysaccharide from broccoli stalk

由图3可知,果胶多糖得率随着微波功率不断提高呈先上升后下降的变化趋势,且总体上差异显著。其中当微波功率达到900W时,果胶多糖得率最高,为 $(4.14 \pm 0.39)\%$,与微波功率800W时相对差异不显著,而与其他微波功率组具有显著性差异。这可能是由于微波功率越大,对原料的穿透作用越强,温度上升越快,更容易使原料中的不溶性果胶多糖转变为水溶性果胶多糖,从而果胶多糖得率升高^[26];但当微波功率过大(超过900W),果胶多糖水解剧烈,同时温度过高致使果胶多糖降解,从而得率下降^[34]。因此,拟定微波功率800W~1000W进行下一步研究。

2.1.4 微波时间对西兰花茎果胶多糖得率的影响

图4为微波时间对西兰花茎果胶多糖得率的影响。



不同字母表示数据之间存在显著性差异($p < 0.05$)。

图4 微波时间对西兰花茎果胶多糖得率的影响

Fig.4 Effects of microwave time on the yield of pectin polysaccharide from broccoli stalk

果胶多糖得率随着微波时间不断延长呈先上升后下降的变化趋势,且总体上差异显著。其中当微波时间达到7.0min时,果胶多糖得率最高,为 $(4.60 \pm 0.21)\%$,与微波时间6.0min时相比差异不显著,而与其他微波时间组相对具有显著性差异。这可能是由于随着微波时间的延长,原料中的果胶多糖逐渐溶到提取液中,一些不溶性果胶多糖转变为可溶性果胶多糖;但微波时间过长(超过7.0min),果胶多糖中的半乳糖醛酸分解加剧,从而导致果胶多糖得率下降^[35]。因此,拟定微波时间6.0min~8.0min进行下一步试验研究。

2.2 响应面试验结果分析

2.2.1 响应面结果

响应面试验设计及结果见表2。

表2 响应面方案及其结果

Table 2 Response surface scheme and results

试验号	X_1 料液比	X_2 pH 值	X_3 微波 功率	X_4 微波 时间	果胶多糖 得率/%
1	-1	-1	0	0	3.32
2	1	-1	0	0	3.25
3	-1	1	0	0	4.13
4	1	1	0	0	4.55
5	0	0	-1	-1	3.81
6	0	0	1	-1	4.42
7	0	0	-1	1	4.34
8	0	0	1	1	4.62
9	-1	0	0	-1	3.89
10	1	0	0	-1	4.03
11	-1	0	0	1	3.92
12	1	0	0	1	4.62
13	0	-1	-1	0	3.42
14	0	1	-1	0	4.46

续表2 响应面方案及其结果

Continue table 2 Response surface scheme and results

试验号	X_1 料液比	X_2 pH 值	X_3 微波 功率	X_4 微波 时间	果胶多糖 得率/%
15	0	-1	1	0	3.98
16	0	1	1	0	4.21
17	-1	0	-1	0	3.52
18	1	0	-1	0	3.90
19	-1	0	1	0	4.07
20	1	0	1	0	4.06
21	0	-1	0	-1	3.46
22	0	1	0	-1	4.79
23	0	-1	0	1	4.11
24	0	1	0	1	4.36
25	0	0	0	0	4.76
26	0	0	0	0	4.64
27	0	0	0	0	4.83
28	0	0	0	0	4.90
29	0	0	0	0	4.84

2.2.2 方差分析

利用 BBD 对表 2 中的数据进行回归分析和多项式拟合,得到方差分析表 3 和西兰花茎果胶多糖得率的最终方程(编码因素)。方差分析见表 3。

表 3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	6.13	14	0.44	13.7	< 0.000 1	**
X_1 (料液比)	0.23	1	0.23	7.27	0.017 4	*
X_2 (pH 值)	1.87	1	1.87	58.56	< 0.000 1	**
X_3 (微波功率)	0.36	1	0.36	11.28	0.004 7	**
X_4 (微波时间)	0.22	1	0.22	6.92	0.019 7	*
X_1X_2	0.06	1	0.060	1.88	0.192 2	
X_1X_3	0.078	1	0.078	2.45	0.139 7	
X_1X_4	0.02	1	0.020	0.61	0.446 7	
X_2X_3	0.16	1	0.16	5.13	0.039 9	*
X_2X_4	0.18	1	0.18	5.78	0.030 6	*
X_3X_4	0.027	1	0.027	0.85	0.371 8	
X_1^2	2.03	1	2.03	63.50	< 0.000 1	**
X_2^2	1.15	1	1.15	35.91	< 0.000 1	**
X_3^2	0.71	1	0.71	22.19	0.000 3	**
X_4^2	0.18	1	0.18	5.49	0.034 4	*
残差	0.45	14	0.032			
失拟项	0.41	10	0.041	4.13	0.092 0	
纯误差	0.04	4	0.009			
总和	6.58	28				

注:**表示差异极显著($p < 0.01$);*表示差异显著($p < 0.05$)。

西兰花茎果胶多糖得率回归方程: $Y\% = 4.79 + 0.14X_1 + 0.39X_2 + 0.17X_3 + 0.14X_4 + 0.12X_1X_2 - 0.14X_1X_3 +$

$0.07X_1X_4 - 0.20X_2X_3 - 0.21X_2X_4 - 0.082X_3X_4 - 0.56X_1^2 - 0.42X_2^2 - 0.33X_3^2 - 0.16X_4^2$ 。

分析表 3 可知,响应面回归模型的 F 值为 13.7,达到极显著水平($p < 0.000 1$),表明该模型显著;由 F 值大小得知,各因素对果胶多糖得率的影响大小顺序为提取液 pH 值(X_2)>微波功率(X_3)>料液比(X_1)>微波时间(X_4),且均为显著因素,其中提取液 pH 值和微波功率为极显著因素; X_2X_3 、 X_2X_4 和 X_4^2 为显著因素, X_1^2 、 X_2^2 、 X_3^2 为极显著因素($p < 0.000 1$),说明以上显著因素和极显著因素与果胶多糖得率之间存在明显的数学关系;失拟项不显著($p = 0.092 0 > 0.05$),相关系数 $R^2 = 0.932 0$ 和校正系数 $R^2_{adj} = 0.863 9$,表明该模型拟合效果良好,86.39%的果胶多糖得率变化值可通过该模型解释,能较好地反映试验中 4 个影响因素与响应值的变化情况^[36];变异系数为 $4.27\% < 15\%$,信噪比为 $11.838\% > 4\%$,表明该模型试验误差小,可靠性高。

2.2.3 交互作用分析

为探究双因素交互作用对西兰花茎果胶多糖得率的影响,先固定 4 个因素中的任意两个因素在零水平,再分析另外两个因素的交互作用^[37],若响应曲面坡度越陡峭,说明因素影响越大,反之影响越小^[38]。

图 5 为料液比与提取液 pH 值交互作用对果胶多糖得率的影响。

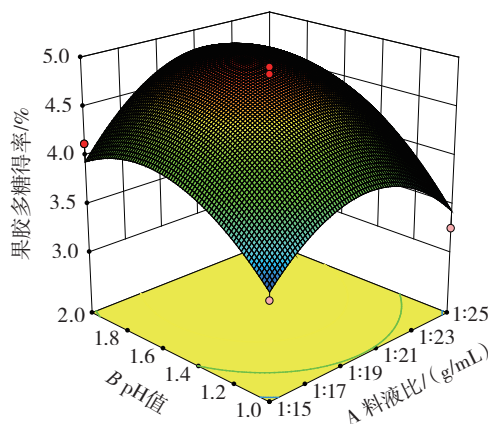


图 5 料液比与提取液 pH 值交互作用

Fig.5 The interaction between solid-liquid ratio and pH of the extraction solution

由图 5 可知,以微波时间和微波功率为定量,果胶多糖得率随着提取液添加量或提取液 pH 值的增大呈先增大后减小趋势,且变化幅度相对较小,曲面坡度较平缓,说明料液比与提取液 pH 值的交互作用对果胶多糖得率的影响不显著,这与方差分析结果一致。

图 6 为料液比与微波功率交互作用对果胶多糖得率的影响。

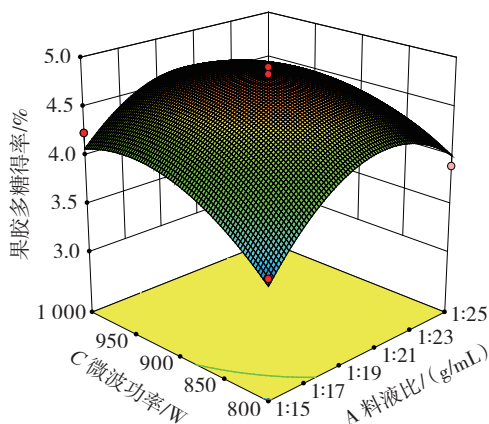


图6 料液比与微波功率交互作用

Fig.6 The interaction between solid-liquid ratio and microwave power

以微波时间和提取液 pH 值为定量,果胶多糖得率随着提取液添加量或微波功率的增大呈先增大后缓慢减小趋势,减小幅度小于增大幅度,曲面坡度相对于图 5 稍较陡,但坡度相对于后面两组仍较小,说明微波时间和提取液 pH 值的交互作用对果胶多糖得率的影响不显著,这与方差分析结果一致。

图 7 为料液比与微波时间交互作用对果胶多糖得率的影响。

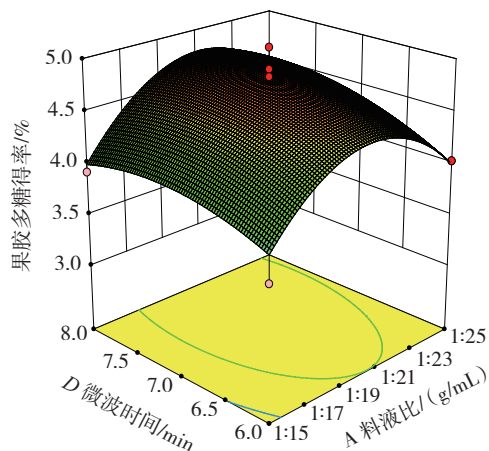


图7 料液比与微波时间交互作用

Fig.7 The interaction between solid-liquid ratio and microwave time

以提取液 pH 值和微波功率为定量,果胶多糖得率随着提取液添加量或微波时间的增大呈先增大后减小趋势,变化幅度较小,特别是微波时间,曲面坡度较平缓,说明料液比与微波时间的交互作用对果胶多糖得率的影响不显著,这与方差分析结果一致。

图 8 为提取液 pH 值与微波功率交互作用对果胶多糖得率的影响。

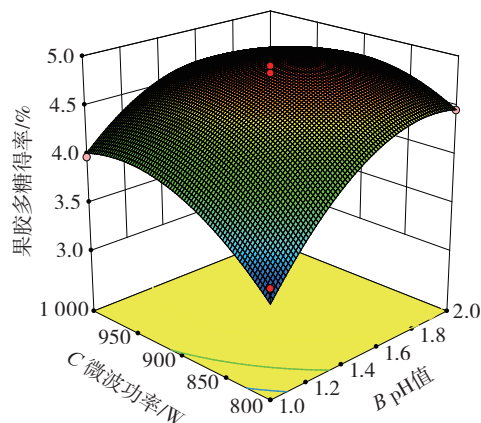


图8 提取液 pH 值与微波功率交互作用

Fig.8 The interaction between pH of the extraction solution and microwave power

以微波时间和料液比为定量,提取液 pH 值或微波功率处于低水平时,果胶多糖得率随微波功率或提取液 pH 值的增大呈先大幅增大后缓慢减小趋势;而当其逐渐处于高水平时,果胶多糖得率随微波功率或提取液 pH 值的增大呈先缓慢增大后大幅减小趋势。曲面坡度明显陡峭,说明提取液 pH 值与微波功率的交互作用对果胶多糖得率的影响显著,这与方差分析结果一致。

图 9 为提取液 pH 值与微波时间的交互作用对果胶多糖得率的影响。

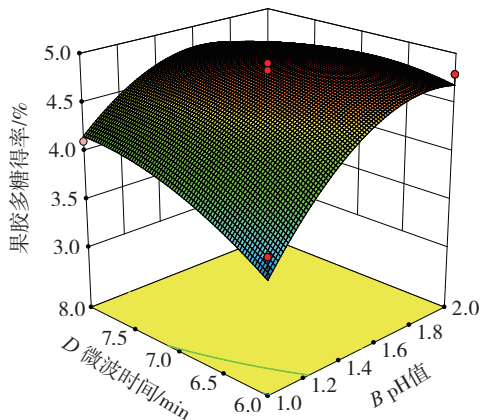


图9 提取液 pH 值与微波时间交互作用

Fig.9 The interaction between pH of the extraction solution and microwave time

以料液比和微波功率为定量,当提取液 pH 值或微波时间处于低水平时,果胶多糖得率随微波时间或提取液 pH 值的增大呈先大幅增大后趋于平缓的趋势;而当其逐渐处于高水平时,果胶多糖得率随微波时间或提取液 pH 值的增大呈先轻微增大后减小趋势。曲面坡度明显陡峭,说明提取液 pH 值和微波时间

的交互作用对果胶多糖得率的影响显著,这与方差分析结果一致。

图10为微波功率与微波时间交互作用对果胶多糖得率的影响。

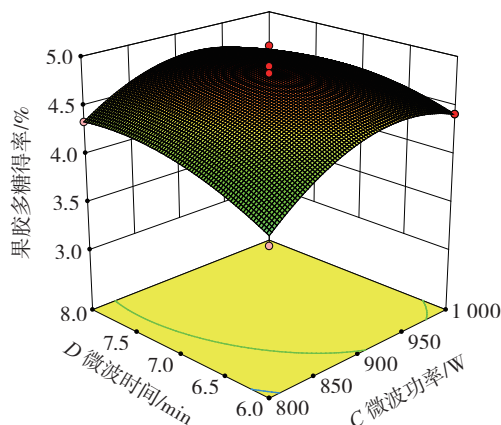


图10 微波功率与微波时间交互作用

Fig.10 The interaction between microwave power and microwave time

以料液比与提取液pH值为定值,果胶多糖得率随着微波功率或微波时间的增大呈先增大后减小趋势,低水平的变化幅度大于高水平变化幅度,但总体上变化幅度很小。曲面坡度平缓,说明微波功率与微波时间的交互作用对果胶多糖得率的影响不显著,这与方差分析结果一致。

2.2.4 最优参数及验证

响应面得到最佳西兰花茎果胶多糖提取工艺参数为料液比1:20.86(g/mL)、提取液pH值1.72、微波功率907.22W、微波时间7.14min。为验证结果的可靠性,结合实际条件将工艺参数修整为料液比1:21(g/mL)、提取液pH值1.7、微波功率900W、微波时间7.0min。在此条件下进行3次平行试验,得到西兰花茎果胶多糖得率为(4.88±0.00)%,与预测值4.91%的相对误差为0.94%,得率显著高于盐酸醇沉法(0.69%)^[30],但低于硝酸醇沉法(18%)^[32],这可能是由于不同提取方法、不同预处理和原料成分差距等原因造成,但仍可说明采用此响应面优化的西兰花茎果胶多糖提取工艺具有良好的可靠性和发展潜力。

3 结论

本试验采用微波辅助酸法提取西兰花茎果胶多糖,分别研究料液比、提取液pH值、微波功率和微波时间4个因素对西兰花茎果胶多糖得率的影响,以单因素试验结果为基础,通过Design-Expert V8.0.6 BBD进行响应面试验设计,分析出西兰花茎果胶多糖提取

的最佳工艺条件为料液比1:21(g/mL)、提取液pH值1.7、微波功率900W、微波时间7.0min,在此条件下西兰花茎果胶多糖得率为(4.88±0.00)%,与预测值仅有0.94%的相对误差。响应面模型显著且拟合度高,四个因素对果胶多糖得率的影响大小顺序:提取液pH值(X_2)>微波功率(X_3)>料液比(X_1)>微波时间(X_4),且均为显著因素,其中提取液pH值和微波功率为极显著因素,编码因素方程: $Y\%=4.79+0.14X_1+0.39X_2+0.17X_3+0.14X_4+0.12X_1X_2-0.14X_1X_3+0.07X_1X_4-0.20X_2X_3-0.21X_2X_4-0.082X_3X_4-0.56X_1^2-0.42X_2^2-0.33X_3^2-0.16X_4^2$ 。该试验不仅对西兰花的副产物进行综合利用,同时为西兰花茎果胶多糖的提取研究提供微波辅助酸法技术支持,以期探究我国优质果胶来源提供有价值的理论和试验依据。

参考文献:

- [1] FISSORE E N, ROJAS A M, GERSCHENSON L N. Rheological performance of pectin-enriched products isolated from red beet (*Beta vulgaris* L. var. conditiva) through alkaline and enzymatic treatments[J]. Food Hydrocolloids, 2012, 26(1): 249-260.
- [2] 许馨予,毛小雨,杨鹤隼,等.天然植物果胶的提取及其在食品工业中的应用现状[J].中国食品添加剂,2020,31(8):115-122.
XU X Y, MAO X Y, YANG H J, et al. Extraction of natural plant pectin and its application in food industry[J]. China Food Additives, 2020, 31(8): 115-122.
- [3] WANG M M, HUANG B H, FAN C H, et al. Characterization and functional properties of mango peel pectin extracted by ultrasound assisted citric acid[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2016, 91: 794-803.
- [4] 肖志刚,张权峰,陈革,等.甜菜果胶对淀粉凝胶调控形成机制的研究[J].食品科技,2019,44(10):283-288.
XIAO Z G, ZHANG Q F, CHEN G, et al. Study on the regulation mechanism of sugar beet pectin on starch gel[J]. Food Science and Technology, 2019, 44 (10): 283-288.
- [5] 梅新.甘薯膳食纤维、果胶制备及物化特性研究[D].北京:中国农业科学院,2010.
MEI X. Preparation and physicochemical properties of dietary fiber and pectin from sweet potato[D]. Beijing: Chinese Academy of Agricultural Sciences, 2010.
- [6] 李晓,李静雯,陈晔,等.豆腐柴叶低甲氧基果胶提取工艺优化及其加工特性和微观结构研究[J].食品工业科技,2020,41(13):14-21.
LI X, LI J W, CHEN Y, et al. Optimization of low-methoxy pectin extraction from Premna microphylla Turcz and study on its processing characteristics and microstructure properties[J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(13): 14-21.
- [7] 刘新新,杨永霞,刘钟栋.向日葵低酯果胶对搅拌型酸奶品质特性的影响[J].中国食品添加剂,2020,31(1):106-112.

- LIU X X, YANG Y X, LIU Z D. Effect of sunflower low methoxyl pectin on the quality of stirred yogurt[J]. *China Food Additives*, 2020, 31(1): 106–112.
- [8] 徐伟琴, 莫立丹, 刘生, 等. 鲜石斛果胶提取、结构改造及其物理特性研究[J]. *食品科技*, 2020, 45(5): 261–268.
- XU W Q, MO L D, LIU S, et al. Extraction, structural modification and physical properties of fresh *Dendrobium* pectin[J]. *Food Science and Technology*, 2020, 45(5): 261–268.
- [9] 刘少阳, 豆康宁, 卢培培, 等. 苹果果胶对面粉品质的影响研究[J]. *粮食与油脂*, 2020, 33(6): 38–40.
- LIU S Y, DOU K N, LU P P, et al. Study on the effect of apple pectin on flour quality[J]. *Cereals & Oils*, 2020, 33(6): 38–40.
- [10] JIAO L L, ZHANG X Y, WANG M Z, et al. Chemical and antihyperglycemic activity changes of ginseng pectin induced by heat processing[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2014, 114: 567–573.
- [11] LIU Y L, DONG M, YANG Z Y, et al. Anti-diabetic effect of Citrus pectin in diabetic rats and potential mechanism via PI3K/Akt signaling pathway[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2016, 89: 484–488.
- [12] MAKAROVA E, GÓRNAŚ P, KONRADE I, et al. Acute anti-hyperglycaemic effects of an unripe apple preparation containing phlorizin in healthy volunteers: a preliminary study[J]. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2015, 95(3): 560–568.
- [13] 朱晓振, 张茵茵, 孟现尧, 等. 短链脂肪酸改善2型糖尿病小鼠胰岛素抵抗和胰腺损伤[J]. *现代食品科技*, 2020, 36(8): 1–7.
- ZHU X Z, ZHANG H H, MENG X Y, et al. Short-chain fatty acids reduced insulin resistance and pancreatic damage in type 2 diabetic mice[J]. *Modern Food Science and Technology*, 2020, 36(8): 1–7.
- [14] LI W F, ZHANG K, YANG H Y. Pectin alleviates high fat (lard) diet-induced nonalcoholic fatty liver disease in mice: possible role of short-chain fatty acids and gut microbiota regulated by pectin[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2018, 66(30): 8015–8025.
- [15] FERREIRA-LAZARTE A, MORENO F J, CUEVA C, et al. Behaviour of Citrus pectin during its gastrointestinal digestion and fermentation in a dynamic simulator (simgi®)[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2019, 207: 382–390.
- [16] 董银萍, 李拖平. 山楂果胶的抗氧化活性[J]. *食品科学*, 2014, 35(3): 29–32.
- DONG Y P, LI T P. Antioxidant Activity of Haw Pectin *in vitro* and *in vivo*[J]. *Food Science*, 2014, 35(3): 29–32.
- [17] CHEN R Z, JIN C G, TONG Z G, et al. Optimization extraction, characterization and antioxidant activities of pectic polysaccharide from tangerine peels[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2016, 136: 187–197.
- [18] 张雪梅, 唐小海, 张光祥, 等. 果胶阿霉素的抗肿瘤活性研究[J]. *四川师范大学学报(自然科学版)*, 2016, 39(6): 905–910.
- ZHANG X M, TANG X H, ZHANG G X, et al. Study on anti-tumor activity of pectin-adriamycin conjugate[J]. *Journal of Sichuan Normal University (Natural Science)*, 2016, 39(6): 905–910.
- [19] FANG T, LIU D D, NING H M, et al. Modified Citrus pectin inhibited bladder tumor growth through downregulation of galectin-3[J]. *Acta Pharmacologica Sinica*, 2018, 39(12): 1885–1893.
- [20] 王伟, 布丽根·加冷别克, 陈恺, 等. 新疆芜菁果胶多糖组成分析及免疫活性评价[J]. *食品工业科技*, 2019, 40(24): 62–67.
- WANG W, BULIGEN·Jialengbieke, CHEN K, et al. College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Composition analysis and immunoactivity evaluation of pectic polysaccharide from *Brassica rapa* L. in Xinjiang uygur autonomous region[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2019, 40(24): 62–67.
- [21] ZAITSEVA O, KHUDYAKOV A, SERGUSHKINA M, et al. Pectins as a universal medicine[J]. *Fitoterapia*, 2020, 146: 104676.
- [22] 吴莎极. 佛手皮渣果胶提取、改性及其镉吸附能力的研究[D]. 无锡: 江南大学, 2018.
- WU S J. The extraction and modification of finger citron peel pectin and its cadmium adsorption capacity[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2018.
- [23] WANG R S, LIANG R H, DAI T T, et al. Pectin-based adsorbents for heavy metal ions: a review[J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2019, 91: 319–329.
- [24] 谢明勇, 李精, 聂少平. 果胶研究与应用进展[J]. *中国食品学报*, 2013, 13(8): 1–14.
- XIE M Y, LI J, NIE S P. A review about the research and applications of pectin[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2013, 13(8): 1–14.
- [25] 王承福, 陆廷祥, 张廷磊, 等. 果胶提取、生物活性及食品应用的研究进展[J]. *广东化工*, 2021, 48(16): 46–48.
- WANG C F, LU T X, ZHANG T L, et al. The research of pectin extraction, biological activity and food application[J]. *Guangdong Chemical Industry*, 2021, 48(16): 46–48.
- [26] 何子杨, 张士凯, 王雨心, 等. 果胶提取技术及功能应用研究进展[J]. *饮料工业*, 2021, 24(2): 73–80.
- HE Z Y, ZHANG S K, WANG Y X, et al. Research progress of pectin extraction technology and functional application[J]. *Beverage Industry*, 2021, 24(2): 73–80.
- [27] 张睿, 于建丽, 宋璇, 等. 西兰花萝卜硫苷提取物的抑菌及体外免疫活性探究[J]. *食品研究与开发*, 2021, 42(4): 1–7.
- ZHANG R, YU J L, SONG X, et al. Antibacterial and immunomodulatory activity *in vitro* of glucoraphanin extracted from broccoli[J]. *Food Research and Development*, 2021, 42(4): 1–7.
- [28] 吴广辉, 毕韬韬. 西兰花营养价值及深加工研究进展[J]. *农产品加工*, 2015(21): 61–63.
- WU G H, BI T T. Advances innutritional value and deep processing of broccoli[J]. *Farm Products Processing*, 2015(21): 61–63.
- [29] 田久东, 陈达, 于继英, 等. 我国西兰花资源分布和饲用新模式[J]. *饲料广角*, 2017(7): 48–51.
- TIAN J D, CHEN D, YU J Y, et al. Distribution of broccoli resources and new feeding patterns in China[J]. *Feed China*, 2017(7): 48–51.
- [30] 田亚红, 朱彭博. 西兰花茎叶果胶提取工艺的优化[J]. *食品工业*, 2013, 34(10): 44–46.
- TIAN Y H, ZHU P B. Optimization of extraction technology of pectin from *Brassica oleacea* stems and leaves[J]. *The Food Industry*,

- 2013, 34(10): 44–46.
- [31] 李妍, 常耀耀, 曹珂珂, 等. 响应面法优化超声提取西兰花多糖工艺[J]. 宿州学院学报, 2017, 32(3): 113–116.
- LI Y, CHANG Y Y, CAO K K, et al. Optimization of ultrasonic extraction of broccoli polysaccharide by response surface methodology [J]. Journal of Suzhou University, 2017, 32(3): 113–116.
- [32] PETKOWICZ C L O, WILLIAMS P A. Pectins from food waste: Characterization and functional properties of a pectin extracted from broccoli stalk[J]. Food Hydrocolloids, 2020, 107: 105930.
- [33] 杨金妹. 马铃薯渣中果胶的超声波—微波协同酸法提取工艺及乳化特性研究[D]. 北京: 中国农业科学院, 2018.
- YANG J S. Ultrasound–microwave assisted acid extraction and emulsifying properties of pectin from potato pulp[D]. Beijing: Chinese Academy of Agricultural Sciences, 2018.
- [34] 唐霞, 刘月英, 张子德. 正交试验优化山楂果中果胶微波–盐酸–盐析法提取工艺[J]. 食品科学, 2013, 34(6): 112–115.
- TANG X, LIU Y Y, ZHANG Z D. Orthogonal array design for the optimization of pectin extraction from hawthorn pulp by hydrochloric acid treatment, microwave heating and salting out[J]. Food Science, 2013, 34(6): 112–115.
- [35] 周旭, 罗思玲, 李远鹏, 等. 微波辅助提取江永香柚囊衣中果胶的工艺研究[J]. 广东化工, 2019, 46(2): 46–48.
- ZHOU X, LUO S L, LI Y P, et al. Optimization of microwave–assisted extraction of pectin from white layer of Citrus grandis[J]. Guangdong Chemical Industry, 2019, 46(2): 46–48.
- [36] 沈晓静, 黄璐璐, 聂凡秋, 等. 云南小粒咖啡花多糖提取工艺优化及其抗氧化活性分析[J]. 食品工业科技, 2022, 43(4): 238–245.
- SHEN X J, HUANG L L, NIE F Q, et al. Optimization of Extraction Process and Analysis of Antioxidant Activity of Polysaccharides from Yunnan Arabica Coffee Flower[J]. Food Industry Science and Technology, 2022, 43(4): 238–245.
- [37] 晋睿冲. 豆腐柴叶中果胶提取、理化性质表征及生物活性初步研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2018.
- JIN R C. Extraction, physicochemical properties, characterization and biological activity of pectin from *Premna microphylla* Turcz leaves[D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2018.
- [38] 白小东, 程超, 牛黎莉, 等. 响应面法优化超声波辅助提取南瓜皮中果胶的工艺[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(4): 50–56.
- BAI X D, CHENG C, NIU L L, et al. Response surface method to optimize the ultrasonic–assisted extraction process of pectin from pumpkin peel[J]. China Food Additives, 2021, 32(4): 50–56.

加工编辑: 孟琬星

收稿日期: 2021–11–04