

锁阳膳食纤维的制备及其物理性质

许海燕¹, 何小丽¹, 张麟¹, 赵敏¹, 杨勇智², 柴绍华³, 马超美^{*1}

(1. 内蒙古大学 生命科学学院, 内蒙古 呼和浩特市 010021; 2. 阿拉善盟万铭生物制品有限公司, 内蒙古 阿拉善盟 750300; 3. 阿拉善盟科技局, 内蒙古 阿拉善盟 750300)

摘要: 以锁阳为原料, 制备锁阳膳食纤维。锁阳粉碎成黄豆大小颗粒, 由体积分数 95% 乙醇提取去除脂溶性物质, 残渣分别由半胱氨酸加维生素 C 水溶液或纯水在 60 ℃ 下浸泡提取 48 h, 清洗残渣、烘干粉碎过 40 目筛, 测定制得的两种膳食纤维的物理特性。半胱氨酸酸溶液处理的膳食纤维其持水性为 9.20 g/g、溶胀性为 7.5 mL/g, 水处理的膳食纤维这两种性质分别是 5.83 g/g 和 4.4 mL/g; 半胱氨酸酸溶液处理后所得膳食纤维的明显质量优于水处理所得膳食纤维。半胱氨酸酸溶液可将大分子缩合鞣质降解为可溶性的小分子, 在水洗过程中被除去, 得到更纯的膳食纤维。

关键词: 锁阳; 膳食纤维; 半胱氨酸; 降解鞣质

中图分类号: TS 218 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673—1689(2015)01—0084—06

Preparation of *Cynomorium songaricum* Dietary Fibers and Investigation of Their Physical Properties

XU Haiyan¹, HE Xiaoli¹, ZHANG Lin¹, ZHAO Min¹, YANG Yongzhi², CHAI Shaohua³, MA Chaomei^{*1}

(1. College of Life Sciences, Inner Mongolia University, Hohhot 010021, China; 2. Alxa Wan Ming Biological Products Co.Ltd., Alxa 750300, China; 3. Science and Technology Bureau of Alxa League, Alxa 750300, China)

Abstract: Two kinds of dietary fibers were prepared from *Cynomorium songaricum*. Crushed stems of *C. songaricum* particles with diameters around 3 mm were defatted with ethanol. The defatted *C. songaricum* were divided into two portions. One portion was treated with cysteine and vitamin C solution and the other portion was treated with distilled water for 48 h at 60 ℃. Then the residues were collected by filtration and washed with distilled water. After being dried, physical properties of the dietary fibers were measured. The water retention capability and hydration capability of the dietary fibers pretreated with cysteine or without cysteine were 9.20, 5.83 gram and 7.5, 4.4 mL water per gram product, respectively. These data indicated that the dietary fiber pretreated with cysteine is better in quality than that pretreated without cysteine. High molecular weight condensed tannins could be degraded to small molecular derivatives by cysteine in acid solution. The small molecular derivatives could be washed out with water to obtain dietary fiber purer than the one

收稿日期: 2014-05-09

基金项目: 内蒙古自治区阿拉善盟科技局资助项目。

* 通信作者: 马超美(1962—), 女, 北京人, 教授, 博士研究生导师, 主要从事天然药物与功能食品研究。E-mail: cmma@imu.edu.cn

prepared without cysteine.

Keywords: *Cynomorium songaricum*, dietary fiber, cysteine, degradation of condensed tannin

膳食纤维也称食物纤维,是指人体内源酶难以消化吸收的可食用高分子多糖类的总称,包括食物中的纤维素、半纤维素、木质素、胶质等^[1]。已有大量研究表明膳食纤维摄入量不足会导致便秘、肥胖、糖尿病、肠癌、外源有害物质积累等症状^[2-6]。增加服用适当的膳食纤维对平衡膳食,预防癌症和非传染性疾病极为重要^[7]。因此,膳食纤维已经被列为继传统的六大营养素之后,能够改善人体营养状况,调节机体功能的“第七类营养素”^[8]。适量摄入膳食纤维有利于降低文明病的发病率,国际相关组织推荐的每日膳食纤维摄入量为:美国 30~40 g、欧洲各国 30 g、中国 25~35 g^[9]。目前我国人均膳食纤维日摄入量约为 13.3 g,明显低于世界粮农组织提出的最低警戒线(27 g)^[10],因此迫切需要补充膳食纤维。

锁阳是生长于我国北方半沙漠地带的寄生植物,其肉质茎是有名的强壮草药,也被当地人们当作食品和蔬菜食用。锁阳的三萜成分、酚类成分和可溶性多糖类成分已有不少研究报道^[11-14],但对锁阳膳食纤维的研究还未见报道,大部分生产锁阳酒及制剂的工厂将有效成分提取后,丢弃残渣,造成资源的严重浪费。作者采用不同溶液提取处理,制备高质量的锁阳膳食纤维,同时减少废弃物排放,变废为宝。除一般的制备方法外,作者还采用半胱氨酸酸溶液处理降解高分子缩合鞣质的方法,制备出纯度和物理性质更好的锁阳膳食纤维。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

锁阳:购自内蒙古呼和浩特伟康药店;食品级半胱氨酸:购自北京嘉康源科技发展有限公司;维生素 C:Sigma 公司产品。

1.2 仪器与设备

SC-04 低速离心机:安徽中科中佳科学仪器有限公司产品;SHA-B 双功能水浴恒温振荡器:江苏金坛市亿通电子有限公司产品;TP-602 电子天平:丹佛仪器(北京)有限公司产品;QE-100 万能粉碎机:浙江屹立工贸有限公司产品。

1.3 工艺流程

原料→预处理→乙醇提取→干燥→60 ℃(含或不含半胱氨酸酸溶液)浸泡提取→水洗→干燥→粉碎→半成品→指标测定

1.4 乙醇提取实验

预处理:将锁阳原料清理去杂,粉碎成黄豆大小的颗粒,加入 4 倍量体积分数 95%乙醇溶液,常温提取 24 h,每 6 h 搅拌 1 次,重复提取 3 次。

1.5 浸泡提取实验

上述乙醇提取后的锁阳残渣分别用半胱氨酸酸溶液和水,在完全相同的条件下进行处理。

1.5.1 半胱氨酸酸溶液处理提取的锁阳膳食纤维 1 号 在乙醇提取干燥后的残渣中加入 2 倍量的水,按半胱氨酸:维生素 C:锁阳残渣 12:6:211 的质量比加入试剂,60 ℃处理 18 h,每 2 h 搅拌一次。残渣用纯净水冲洗数次,直至无半胱氨酸气味后置 60 ℃烘箱干燥。

1.5.2 UPLC-ESIMS 检测条件 层析柱为 Agilent Eclipse Plus C18 (2.1 mm×50 mm;particle size:1.8 μm),柱温为 30 ℃,流动相分别为:含体积分数 0.1%甲酸的纯净水(A)、含体积分数 0.1%甲酸的乙腈(B)。流量为 0.4 mL/min。梯度洗脱程序为:0.00 min, 5% B;3.00 min, 12% B;4.00~5.50 min, 100% B。用负离子模式在裂解电压(fragmentor)10 的条件下全扫描。

1.5.3 水处理提取的锁阳膳食纤维 2 号 在乙醇提取干燥后的残渣中加入 2 倍量的水,60 ℃处理 18 h,每 2 h 搅拌一次,提取液用作其他,残渣同样用纯净水冲洗数次后置于 60 ℃烘箱干燥。

1.6 指标测定

干燥后的残渣粉碎过 60 目筛,用作指标的测定。

1.6.1 锁阳膳食纤维持水性的测定 精确称取 1 g 的锁阳膳食纤维粉,置于 100 mL 烧杯中,加入 75 mL 蒸馏水,25 ℃下磁力搅拌 24 h,在 604 g 的离心力下,离心 30 min,甩干水分,称重^[15]。

持水力=(样品湿重-样品干重)/样品干重

1.6.2 锁阳膳食纤维溶胀性的测定 精确称取 1 g

的锁阳膳食纤维粉,置于 10 mL 量筒中,精确量取 10 mL 蒸馏水,振荡均匀,在 (18 ± 3) °C下静置 24 h,读数。

溶胀性=(溶胀后体积-干品体积)/样品干重

1.7 数据处理

实验数据为 3 次测定的平均值。

2 结果与分析

乙醇脱脂后的锁阳颗粒,由水或半胱氨酸溶液处理制取膳食纤维。确定半胱氨酸溶液的处理

条件,水处理采用与之相同的温度、时间。

2.1 半胱氨酸溶液提取条件的确定

锁阳中含有较多的鞣质高分子聚合物,难溶于乙醇和水。作者采用的半胱氨酸溶液处理锁阳,使大分子鞣质降解生成易溶于水的小分子产物,主要包括儿茶素-半胱氨酸缩合物 (catechin-cysteine conjugate 1)、表儿茶素-半胱氨酸缩合物 (epicatechin-cysteine conjugate 2)、表儿茶素-没食子酸酯-半胱氨酸缩合物 (epicatechin-gallate-cysteine conjugate 3)。化学结构式见图 1。

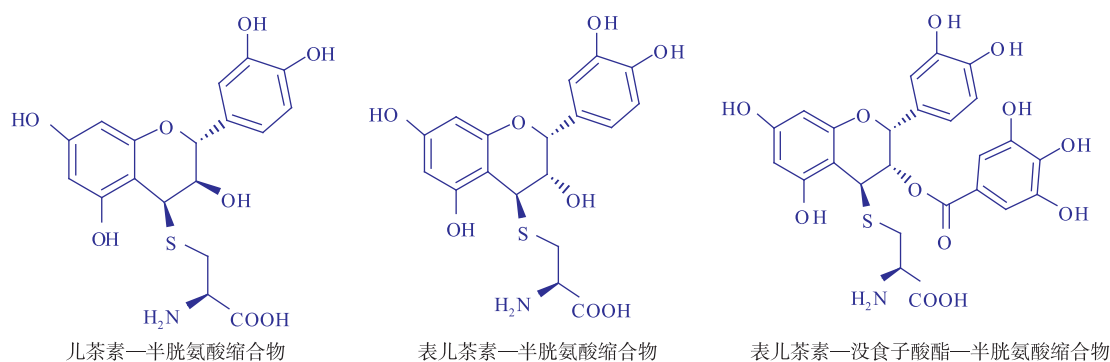


图 1 锁阳中鞣质大分子与半胱氨酸在酸性条件下的主要产物

Fig. 1 Main products of macromolecular tannins in *C. songaricum* tannin and cysteine under acid condition

2.1.1 提取温度的确定 锁阳中大分子鞣质与半胱氨酸溶液反应,反应完成后经 UPLC-ESIMS 检测主要产物的质量浓度,确定出有足够反应产物的提取温度,结果见图 2。

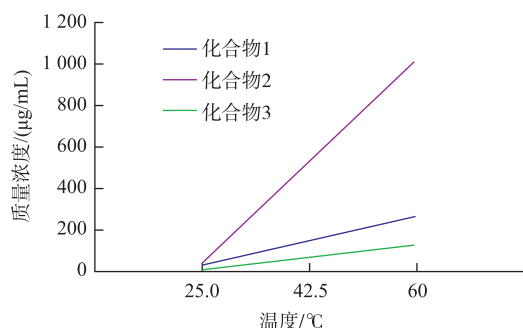


图 2 不同温度下鞣质与半胱氨酸溶液反应后产物的质量浓度

Fig. 2 Effect of temperature on the content of the products from macromolecular tannins in *C. songaricum* and cysteine

由图 2 可知,随温度升高,产物质量浓度越高,在 60 °C下锁阳中大分子鞣质与半胱氨酸在酸性条件下反应的产物量远远高于室温,并且 60 °C下已

经得到满意的产率,而对于一些化合物而言,温度太高会造成有效成分的破坏,说明 60 °C下会促进反应的进行,从而使得锁阳中大分子鞣质更加充分的裂解,因此,作者采用了 60 °C用于半胱氨酸反应处理的条件。

2.1.2 反应 pH 值的确定 60 °C下,锁阳中大分子鞣质与半胱氨酸溶液反应,生成锁阳低分子鞣质-半胱氨酸缩合物,经 UPLC-ESIMS 检测主要产物的含量,结果见图 3。

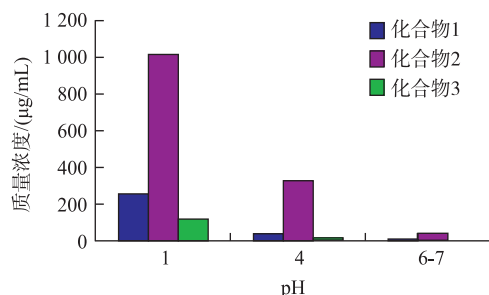


图 3 不同 pH 下鞣质与半胱氨酸溶液反应后产物的含量

Fig. 3 Effect of pH on the content of the products from macromolecular tanins in *C. songaricum* and cysteine

由图3可得,在酸性条件下锁阳大分子鞣质可与半胱氨酸发生反应,且pH值越低反应越充分,产物含量越高。考虑到锁阳综合利用时,可先制备抗氧化的黄烷-半胱氨酸结合物,因此采用了对人体有益的维生素C为酸性试剂,根据上述酸性强反应完全的原理,所使用的维生素C浓度比文献报道的葡萄籽缩合鞣质降解^[6],所使用维生素C浓度提高了50倍。图3数据也显示,若为了降低成本也可采用其他食用酸代替维生素C。

2.1.3 反应时间的确定 一定温度下,锁阳大分子鞣质可与半胱氨酸酸溶液发生反应,该处理可持续数小时至几天,优选2~5 d,为了使反应充分进行,参考文献报道葡萄籽缩合鞣质的降解条件^[6],作者采用的反应时间为48 h。

2.2 不同溶液提取对锁阳残渣颜色、适口性的影响

经预处理,乙醇提取后的锁阳颗粒,干燥后的颜色为深棕褐色,再由不同的溶液在60℃下对同

一来源的锁阳残渣经行提取处理,对残渣颜色、适口性的影响结果见表1。

表1 不同溶液制取对锁阳残渣色泽、适口性的影响

Table 1 Effect of color and taste on dietary fiber from different solution

序号	颜色	口感	适口性
1	棕褐色(浅)	入口绵	良好
2	棕褐色(深)	入口稍涩	一般

由表1可知:水提取后,锁阳残渣颜色没有发生明显变化,且口感发涩;而经半胱氨酸酸溶液处理后,其颜色发生了较为明显的变化,从深棕褐色转化为浅棕褐色,适口性良好。锁阳中含有大量鞣质类成分,口感发涩,大分子鞣质为棕褐色或更深的颜色,在酸溶液中可经半胱氨酸降解生成溶于水的降解物(图4)被纯净水洗出。因此,经半胱氨酸酸溶液提取处理后的锁阳残渣颜色变浅,口感较好。

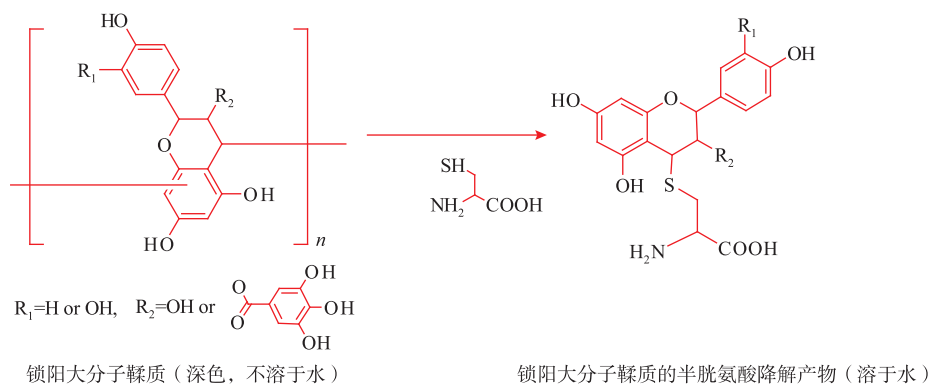


图4 锁阳大分子鞣质与半胱氨酸发生的降解反应

Fig. 4 Degradation reaction of macromolecular tannins and cysteine

2.3 两种膳食纤维物理特性的测定

2.3.1 两种锁阳膳食纤维的持水性 膳食纤维的持水性较高,有利于防止便秘与结肠癌的发生,它是衡量保健功能的重要指标之一。比较了不用和用半胱氨酸酸溶液处理的锁阳膳食纤维,测定其持水性,结果见表2。

表2 两种锁阳膳食纤维的持水性

Table 3 Water retention capability of the dietary fibers

序号	湿样品质量/g	干样品质量/g	持水力/(g/g)
1	10.20±0.121	1.00±0.004	9.20±0.112
2	6.83±0.113	1.00±0.007	5.83±0.104

注:1号为用半胱氨酸酸溶液处理的锁阳膳食纤维;2号为没有用半胱氨酸酸溶液处理的锁阳膳食纤维。

由表2可见,经半胱氨酸酸溶液处理提取处理的锁阳膳食纤维的持水性高于水提取处理,由此可见半胱氨酸酸溶液对锁阳膳食纤维的持水性影响较大。

2.3.2 2种锁阳膳食纤维的溶胀性 膳食纤维的溶胀性高,食用后可使人有明显的饱腹感,从而可抑制人们摄取过多食物。由表3结果可知,用和没有用半胱氨酸酸溶液处理所得的锁阳膳食纤维,溶胀性分别为7.5 mL/g,4.4 mL/g,半胱氨酸酸溶液预处理的锁阳膳食纤维1号溶胀性显著提高。

3 结语

通过自行探索,研制出两种锁阳膳食纤维。相

表 3 两种锁阳膳食纤维的溶胀性

Table 3 Hydration capability of the dietary fibers

序号	干品体积/mL	溶胀后体积/mL	溶胀性/(mL/g)
1	1.5±0.2	9.0±0.3	7.5±0.27
2	1.6±0.3	6.0±0.4	4.4±0.35

注:1号为用半胱氨酸溶液处理的锁阳膳食纤维;2号为没有用半胱氨酸溶液处理的锁阳膳食纤维。

同条件下由两种不同溶液处理锁阳残渣,对比所得膳食纤维的物理特性。结果表明,经乙醇提取后的锁阳残渣由半胱氨酸溶液处理,所得膳食纤维的持水性与溶胀性分别为:9.20 g、7.5 mL/g,而乙醇提取后的残渣直接用水处理,所得膳食纤维的持水性、溶胀性为 5.83 g、4.4 mL/g,均小于半胱氨酸溶液处理所得。我国膳食纤维资源丰富,约有 30 余种,但实际生产应用的仅 10 种左右,一些发达国家对膳食纤维的研究比较早且较为全面,而我国刚处于起步阶段,专门生产膳食纤维的企业寥寥无几,且产品较为单一,大多作为药物使用,在市场上供消费者选择的品种很少^[17]。市场上相关产品主要有大豆膳食纤维、苹果膳食纤维和玉米膳食纤维等。市售大豆膳食纤维,溶胀性和持水性一般,且其价格偏高,为 28 元/kg 左右;玉米膳食纤维,溶胀性和持水性较差,价格为 20 元/kg 左右;最近,美国开发

的苹果膳食纤维的溶胀性和持水性一般,价格较高,120 元/kg 左右。作者制作所得的两种锁阳膳食纤维以锁阳提取利用后的残渣制得,价格低廉,减少废弃物的排放,工艺简单、可行性强,尤其由半胱氨酸溶液处理后的锁阳膳食纤维,溶胀性与持水性良好。

经乙醇 3 次各 24 h 的提取处理,乙醇提取液中含有锁阳三萜等成分,锁阳三萜有抗丙型肝炎蛋白酶等活性^[18],可作为对化学性肝损伤有辅助保护作用的功能食品。乙醇提取后原料锁阳中的脂溶性成分基本被剔除,去脂后的锁阳残渣分别由水和半胱氨酸溶液提取处理。水提取处理,将锁阳中水溶性成分小分子糖,无机盐等去除,使锁阳膳食纤维 2 号中含有不溶于水的多糖与大分子鞣质类成分。半胱氨酸溶液会使大分子缩合鞣质降解成水溶性小分子物质-锁阳黄烷半胱氨酸结合物,具有很强的抗氧化活性及抗小肠二糖酶活性,可作为抗氧化及辅助降血糖的功能食品原料^[19]。半胱氨酸溶液处理后的锁阳进而用水冲洗,制得的锁阳膳食纤维 1 号杂质较少。同时大分子鞣质类被降解除去后可能在膳食纤维结构中形成空洞,使其具有更高的持水性和溶胀性。整体而言,半胱氨酸溶液处理所得膳食纤维的质量优于仅用水处理所得。

参考文献:

- [1] http://baike.baidu.com/link?url=92vAOz7MdyTR9LRL4LYr790NMI0i3AXq-T_nYsrUAZePZyfqxpPRBjkf8I1P30rv#1_1.
- [2] 陈培基,李刘冬,杨贤庆,等. 海带膳食纤维的功能活化及其通便作用[J]. 中国海洋药物,2004(2):5-8.
CHEN Peiji, LI Liudong, YANG Xianqing, et al. Functional activation of dietary fibers from *Laminaria japonica* and its laxative effect[J]. *Chinese Journal of Marine Drugs*, 2004(2):5-8. (in Chinese)
- [3] Charrondiere U R, Chevassus-Agnes S, Marroni S, et al. Impact of different macronutrient definitions and energy conversion factors on energy supply estimations[J]. *Journal of Food Composition and Analysis*, 2004, 17(3-4):339-360.
- [4] 张根义, 柴艳伟, 冷雪. 谷物膳食纤维与结肠健康[J]. 食品与生物技术学报, 2012, 31(2):124-133.
ZHANG Genyi, CHAI Yanwei, LENG Xue. Cereal carbohydrates and colon health [J]. *Journal of Food Science and Biotechnology*, 2012, 31(2):124-133. (in Chinese)
- [5] 肖安红, 陆世广. 超细大豆皮膳食纤维对糖尿病模型小鼠糖耐量的影响[J]. 食品科学, 2010, 31(21):329-331.
XIAO Anhong, LU Shiguan. Effect of superfine dietary fiber from soybean bran on blood glucose tolerance in diabetic mice[J]. *Food Science*, 2010, 31(21):329-331. (in Chinese)
- [6] 欧仕益, 高孔荣, 吴晖. 麦麸膳食纤维清除重金属离子的研究[J]. 食品科学, 1998, 19(5):7-10.
OU Shiyi, GAO Kongrong, WU Hui. Research of wheat bran dietary fiber to remove heavy metal ions[J]. *Food Science*, 1998, 19(5):7-10. (in Chinese)
- [7] CAI Yunqing, Keiko Aoshima, Terutaka Katoh, et al. The relationship between diet and mortality of cancer and non-

- communicable disease in Janpan[J]. **Journal of Nanjing Medical University**,2003,17(1):10-17.
- [8] 徐灵芝,黄亮,王平. 竹笋膳食纤维提取方法的研究进展[J]. 中国酿造,2013,32(3):16-18.
XU Lingzhi,HUANG Liang,WANG Ping. Research progress in extraction method of the dietary fiber from bamboo shoots[J]. **China Brewing**,2013,32(3):16-18.(in Chinese)
- [9] http://baike.baidu.com/link?url=XiZOF9utpqD0zB_fCcPq_OMgetAyB-Mo3_Eg91-8A11doejdtFHqezJ5y6jKA5oJ.
- [10] http://wenku.baidu.com/link?url=cDUR8UV-apv3ZXqMRwDeKQ2Q8vsJIsLTVb_tYy17F4giB7JRBxSeGIR6-U1Cq_TWrS8rVrpqZxjDK-yHkEqos0-N42JCI2ZHQleIq-Qeava.
- [11] Meng H C,Wang S,Li Y,et al. Chemical constituents and pharmacologic actions of *Cynomorium plants* [J]. **Chinese Journal of Natural Medicines**,2013,11(4):0321-0329.
- [12] WANG J,ZHANG J,Zhao B,et al. Structural features and hypoglycaemic effects of *Cynomorium songaricum* polysaccharides on STZ-induced rats[J]. **Food Chemistry**,2010,120(2):443-451.
- [13] ZHANG S J,ZHANG S Y,Hu J P. Studies on polysaccharide of *Cynomorium songaricum* Rupr [J]. **China Journal of Chinese Materia Medica**,2001,26(6):409-411.
- [14] Shi G,Jiang W,Cai L,et al. Molecular characteristics and antitumor capacity of glycan extracted from *Cynomorium songaricum*[J]. **International Journal of Biological Macromolecules**,2011,48(5):788-792.
- [15] 藏荣鑫,杨具田,马省强,等. 对生物-化学法分离豆渣中大豆膳食纤维工艺的研究[J]. 西北民族大学学报,2003,24(50):44-48.
ZANG Rongxin,YANG Jutian,MA Shengqiang,et al. Study on soluble technique of soybean dietary fibre [J]. **Journal of Northwest University for Nationalities**,2003,24(50):44-48.(in Chinese)
- [16] Fujii Hajime,Nakagawa Takashi,Nishioka Hiroshi,et al. Preparation,characterization,and antioxidative effects of oligomeric proanthocyanidin-L-cysteine complexes[J]. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**,2007,55(4):1525-1531.
- [17] 邵明攀,李焱,陶文亮. 功能性食品添加剂-膳食纤维[J]. 中国酿造,2013,32(9):17-20.
SHAO Mingpan,LI Yan,TAO Wenliang. Functional food additives-dietary fiber [J]. **China Brewing**,2013,32 (9):17-20.(in Chinese)
- [18] MA Chaomei,WEI Ying,WANG Zhigang,et al. Triterpenes from *Cynomorium songaricum*-analysis of HCV protease inhibitory activity,quantification,and content change under the influence of heating[J]. **Journal of Natural Medicines**,2009,63(1):9-14.
- [19] MENG Haocong,MA Chaomei. Flavan-3-ol-cysteine and acetylcysteine conjugates from edible reagents and the stems of *Cynomorium songaricum* as potent antioxidants[J]. **Food Chemistry**,141(3):2691-2696.

科 技 信 息

欧盟批准肌醇作为鱼和甲壳纲动物的饲料添加剂

据欧盟网站消息,2014年11月21日欧盟发布法规(EU)No 1249/2014,批准肌醇作为饲料添加剂,用于鱼和甲壳纲动物。新法规将自发布后20日起生效。

法规附件中的肌醇纯度最低为97%,检测方法:饲料添加剂中肌醇的鉴定:液相色谱和红外吸收分光光度法(欧洲药典01/2008:1805);饲料添加剂、预混合物中肌醇的定量测定以及饲料微生物活性分析。

[信息来源] 食品伙伴网. 欧盟批准肌醇作为鱼和甲壳纲动物的饲料添加剂 [EB/OL]. (2014-12-4). <http://news.foodmate.net/2014/12/286512.html>