

超声辅助酸性乙醇法制备高纯度魔芋葡甘聚糖的工艺优化及其理化分析

李思佳¹, 张祖丽¹, 黄才真¹, 张国栋^{1*}, 黄媚², 刘科²

(1. 西华大学食品与生物工程学院, 食品微生物四川省重点实验室, 四川成都 610039)

(2. 四川森态源生物科技有限公司, 四川乐山 614500)

摘要: 采用超声辅助酸性乙醇沉淀法制备高纯度白魔芋葡甘聚糖 (Konjac Glucomannan, KGM), 以白魔芋 KGM 纯度为评价指标, 通过单因素和响应面优化制备高纯度白魔芋 KGM 的最佳工艺条件, 并分析其理化性质和结构。结果表明, 超声辅助酸性乙醇法制备 KGM 的最佳条件为: 超声时间 28 min、溶剂 pH 值为 3.7、70% 体积分数的乙醇、料液比 1:75、超声温度为 60 °C, 在此条件下进行的验证试验 KGM 纯度为 97.08%, 与常规超声辅助乙醇提取法相比有较大提高。与白魔芋原粉相比, KGM 的持水力 (51.39 g/g)、膨胀力 (17.05 mL/g)、黏度 (34 600 mPa·s)、阳离子交换能力和色度均得到提高, 持油力 (2.69 g/g) 约为原粉的 1.5 倍。与 95 wt.% KGM 标品相比, 以上理化性质无显著差异。微观结构显示, KGM 表面杂质少, 有大量类似蜂窝状的细小孔隙结构; 傅里叶红外谱图显示 KGM 分子结构中具有多糖的特征吸收峰; 热重分析表明, 试验制备的样品纯度高, 热稳定性好。此法制备的 KGM 具有较好的理化功能特性, 研究结果可为高纯度魔芋葡甘聚糖的深入开发应用提供参考。

关键词: 魔芋; 葡甘聚糖; 超声辅助酸性乙醇法; 工艺优化; 理化性质; 结构表征

文章编号: 1673-9078(2024)08-199-210

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2024.8.0737

Optimization of the Preparation of High-purity Konjac Glucomannan Using the Ultrasound-assisted Acid-ethanol Precipitation Method and Analysis of Its Physicochemical Properties

LI Sijia¹, ZHANG Zuli¹, HUANG Caizhen¹, ZHANG Guodong^{1*}, HUANG Mei², LIU Ke²

(1. Sichuan Key Laboratory of Food Microbiology, School of Food and Bioengineering, Xihua University, Chengdu 610039, China)(2. Sichuan Sentiyuan Biotechnology Co. Ltd., Leshan 614500, China)

Abstract: High-purity white konjac glucomannan (KGM) was prepared using the ultrasound-assisted acid-ethanol

引文格式:

李思佳,张祖丽,黄才真,等.超声辅助酸性乙醇法制备高纯度魔芋葡甘聚糖的工艺优化及其理化分析[J].现代食品科技,2024,40(8):199-210.

LI Sijia, ZHANG Zuli, HUANG Caizhen, et al. Optimization of the preparation of high-purity konjac glucomannan using the ultrasound-assisted acid-ethanol precipitation method and analysis of its physicochemical properties [J]. Modern Food Science and Technology, 2024, 40(8): 199-210.

收稿日期: 2023-06-16

基金项目: 中央引导地方科技发展项目 (2022ZYD0170); 四川省科技成果转化示范项目 (2023ZHC0080); 西华大学“大学生创新创业训练计划”项目 (201710623017)

作者简介: 李思佳 (1999-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品营养与安全, E-mail: 2675747364@qq.com

通讯作者: 张国栋 (1968-), 男, 硕士, 副教授, 研究方向: 食品生物技术方面的研究, E-mail: 448634937@qq.com

precipitation method. The purity of KGM was used as the evaluation index, and single-factor experiments and the response surface methodology were used to optimize the process conditions. Furthermore, the physicochemical properties and structure of KGM were analyzed. According to the results, the optimum conditions for the preparation of KGM using the ultrasound-assisted acid-ethanol precipitation method are as follows: ultrasonic treatment duration, 28 min; solvent pH, 3.7; volume fraction of ethanol, 70%; solid-to-liquid ratio, 1:75; and ultrasonic treatment temperature, 60 °C. Under these conditions, the purity of KGM reached 97.08%, which is significantly higher than that of products obtained using conventional ultrasound-assisted ethanol extraction. Compared with raw white konjac powder, the high-purity KGM possessed improved water holding capacity (51.39 g/g), swelling power (17.05 mL/g), viscosity (34 600 mPa·s), cation-exchange capacity, and chroma. In particular, its oil holding capacity (2.69 g/g) was approximately 1.5 times that of raw white konjac powder. Compared with the 95% KGM standard, the experimentally obtained KGM exhibited no significant difference in the abovementioned physical and chemical properties. The microstructure analysis indicated that the surface of KGM had few impurities and a large number of small pore structures, similar to a honeycomb. Fourier-transform infrared spectroscopy revealed that the molecular structure of KGM had characteristic absorption peaks of polysaccharides. Thermogravimetric analysis indicated that the extracted sample was of high purity and had good thermal stability. Therefore, KGM prepared using the proposed method has good physical and chemical properties. These results provide a reference for the further development and application of high-purity KGM.

Key words: *Amorphophallus konjac*; konjac glucomannan; ultrasound-assisted acid-ethanol extraction; process optimization; physical and chemical properties; structural characterization

魔芋 (*Amorphophallus konjac*), 天南星科魔芋属, 是一类雌雄同株、药食同源的多年生草本植物, 又名雷公枪、蛇头草、花伞把等。魔芋葡甘聚糖 (*Konjac Glucomannan*, KGM) 作为魔芋粉的主要成分, 是一类天然高黏度的中性大分子多糖, 也是一种理想的水溶性膳食纤维。KGM 的分子式为 $(C_6H_{10}O_5)_n$, 在 C_6 位上通过酯键连接了与 KGM 溶解性和凝胶性有关的乙酰基^[1]。在普通魔芋原粉中 KGM 含量高低不一, 通常在 40%~80% 质量分数左右, 其中还含有很多杂质, 像淀粉、蛋白质和无机盐等, 这些杂质会阻碍 KGM 功能的发挥^[2]。近年来, 随着魔芋产业的发展, 国内外市场对魔芋产品品质的要求在大大提高, 包括高纯度、高黏度、高透明度等指标。现有研究表明, KGM 的纯度与其理化性质和生物活性显著相关^[3], 尤其是随着对其分子结构及构象的深入研究, 对 KGM 的纯度及品质提出了更高的要求。因此, 利用先进提取纯化技术, 生产高品质、高纯度的魔芋葡甘聚糖产品, 可极大提升魔芋产业价值、促进产业发展。

高纯度的魔芋 KGM 水溶液具有强大的持水性、稳定且极高的黏度性、极佳的凝胶性、成膜性以及多种生物保健功能, 使其广泛应用于食品、化工、医药和环保等行业^[4]。在食品行业, 利用其保水、

增稠、成膜、凝胶等性能, 可以生产加工成各种保健品、仿生类食品和日常餐桌上常见的魔芋食品^[6]。

目前关于 KGM 的分离纯化方法主要有: 有机溶剂沉淀法^[8,9]、化学试剂纯化法^[10]、生物酶法^[11]、酸水解法^[12]、微波和超声波辅助法^[13]。有机溶剂沉淀法的工艺流程繁琐, 使用成本大, 难以实现企业化量产; 化学试剂法常引入一些有毒元素, 如硫元素、铅元素等, 易污染环境, 不利于大规模生产, 产品缺乏可食用性; 酸水解法可能导致 KGM 水解, 影响 KGM 黏度和结构稳定; 生物酶法可能存在部分能分解 KGM 的酶, 使得该法纯化的 KGM 纯度不高, 品质较低。

目前乙醇沉淀法来纯化 KGM 的应用最为广泛, 但 KGM 分子内包裹着乙醇洗涤法难以去除的盐类物质, 通过超声波辅助打碎凝胶颗粒网络, 充分释放 KGM, 提高 KGM 提取率, 但由该法制得的 KGM 纯度仅有 86.97%^[14]。本研究以市售白魔芋粉为原料, 在综合对比前人分离纯化 KGM 的实验基础上, 对乙醇沉淀法和超声辅助法加以改进, 借助柠檬酸去除魔芋原粉中的三甲胺、生物碱等异味成分和抗营养因子, 采用超声辅助酸性乙醇沉淀法制备 KGM, 此法制得的 KGM 纯度较高。通过电镜扫描、傅里叶红外光谱和热重分析测定其结构, 为 KGM 的应用和后续研发提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

市售白魔芋粉(食品级),绵阳市均益农业科技开发有限公司;魔芋葡甘聚糖对照品(纯度 $\geq 95\%$),合肥博美生物科技有限公司;葡萄糖、3,5-二硝基水杨酸(分析纯),福晨(天津)化学试剂有限公司;无水乙醇、 $\rho=95\%$ 乙醇(分析纯),成都市科隆化学品有限公司;石油醚(分析纯),天津市富宇精细化工有限公司;浓硫酸、甲酸(分析纯),天津市津东天正精细化学试剂厂;柠檬酸(分析纯),天津市科密欧化学试剂有限公司。

TP-214 电子天平,北京赛多利斯仪器有限公司;HH-4 数显恒温水浴锅,常州普天仪器制造有限公司;SB-5200DTN 超声波清洗机,宁波新芝生物科技股份有限公司;UV-1900 双光束紫外分光光度计,上海棱光技术有限公司;pHs-320pH 酸度计,成都世纪方舟科技有限公司;NDJ-5S 旋转式黏度计,上海右一仪器有限公司;Waters 2695 高效液相色谱仪,美国沃特斯公司;WF32-16MM 色差仪,深圳市威福光电科技有限公司;Nicolet 380 傅里叶红外光谱仪,美国赛默飞公司;DTG-60 差示热重分析仪,梅特勒-托利多精密仪器公司;FEI-230 扫描电镜,FEI 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 高纯度白魔芋KGM制备工艺

1.2.1.1 白魔芋原粉预处理

称取一定量白魔芋原粉,置于粉碎机中粉碎 5 min,过 80 目筛,备用。称取过筛后白魔芋原粉 20.00 g 放入圆底烧瓶中,加入 100 mL 石油醚,60 °C 恒温水浴加热回流 30 min,抽滤回收石油醚,滤渣置于 60 °C 恒温鼓风干燥箱中烘干,即得到脱脂魔芋粉。

脱除游离还原糖:将上述脱脂魔芋粉加入盛有 100 mL 体积分数 90% 乙醇的圆底烧瓶中,70 °C 水浴加热回流 30 min,趁热抽滤,滤渣置于 60 °C 恒温鼓风干燥箱中干燥 1 h,即得到除杂的白魔芋粉。

1.2.1.2 白魔芋KGM的提取纯化

称取上述经过除杂的白魔芋粉 \rightarrow 超声波辅助酸性乙醇提取 \rightarrow 抽滤 \rightarrow 45 °C 烘干、称重 \rightarrow KGM 粗品 \rightarrow 磁力搅拌促进水溶胀(料液比 1:200, 60 °C, 1 h) \rightarrow 静置(2 h) \rightarrow 离心(4 000 r/min, 20 min) \rightarrow 浓缩(1/3 倍体积) \rightarrow 乙醇沉淀(依次用三倍体积 60% 体积分数的乙醇沉淀、适量的 95%

体积分数的乙醇和无水乙醇浸泡 1 h) \rightarrow 离心 \rightarrow 烘干 \rightarrow 研磨 \rightarrow 白魔芋 KGM

超声辅助酸性乙醇法具体操作步骤:称取 1.00 g 上述经除杂处理得到的白魔芋粉于 250 mL 的锥形瓶中,加入一定量的乙醇溶液(提前用一定质量分数的柠檬酸溶液调节 pH 值),在一定水浴温度中用 40 kHz 频率的超声波浸提一定时间,然后抽滤,干燥,得到 KGM 粗品。

1.2.2 白魔芋KGM提取单因素试验

超声辅助酸性乙醇沉淀法制备高纯度白魔芋 KGM 的试验,主要探究超声时间、超声温度、乙醇体积分数、溶剂 pH 值、料液比等因素对产品纯度的影响,表 1 为本试验的单因素水平表。

表 1 超声辅助酸性乙醇沉淀法制备KGM的单因素水平表
Table 1 Single factor level table for preparation of KGM by ultrasonic-assisted acidic ethanol precipitation

| 水平 | 因素 | | | | |
|----|----------|---------|----------|---------|------------|
| | 超声时间/min | 超声温度/°C | 乙醇体积分数/% | 溶剂 pH 值 | 料液比/(g/mL) |
| 1 | 10 | 40 | 50 | 2 | 1:40 |
| 2 | 20 | 50 | 60 | 3 | 1:60 |
| 3 | 30 | 60 | 70 | 4 | 1:80 |
| 4 | 40 | 70 | 80 | 5 | 1:100 |
| 5 | 50 | 80 | 90 | 6 | 1:120 |

1.2.3 高纯度白魔芋KGM制备工艺的响应面优化试验

在白魔芋 KGM 制备的单因素实验基础上,比较各因素对 KGM 纯度的影响,筛选出四个最显著的影响因素,利用 Design-Expert 10.0 软件进行四因素三水平的 Box-Behnken 实验设计和响应面分析,由此得出高纯度白魔芋 KGM 制备的最佳条件。

1.2.4 白魔芋KGM纯度的测定

白魔芋 KGM 纯度的测定参考行业标准 NY/T 494-2010《魔芋粉》。用 3 mol/L 的硫酸将魔芋粉中的葡甘聚糖完全水解为葡萄糖和甘露糖,与 3,5-二硝基水杨酸试剂进行显色反应,于 550 nm 波长处测定吸光度值。以葡萄糖毫克数为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制葡萄糖标准曲线为 $y=0.9784x-0.0559$,相关系数 $r=0.9999$ 。由回归方程计算出吸光度对应的葡萄糖毫克数,按下式计算 KGM 的纯度。每个样品进行三次平行实验,保证误差 $\leq 2\%$,以其平均值作为最终结果。

$$B = \frac{\varepsilon(5T-T_0) \times 50}{m \times (1-\omega) \times 1000} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

B —魔芋粉中葡甘聚糖的含量(KGM),以干基计, %;

ε —葡甘聚糖中葡萄糖和甘露糖残基分子质量与其水解后生成的葡萄糖和甘露糖分子质量之比, $\varepsilon=0.9$;

T —在标准曲线上查出的葡甘聚糖水溶液葡萄糖毫克数, mg;

T_0 —在标准曲线上查出的葡甘聚糖提取液葡萄糖毫克数, mg;

m —魔芋粉样品质量, g;

ω —样品含水量, %。

1.2.5 性能分析测定

1.2.5.1 测定黏度

称取 1.00 g 的纯化样品与对照品, 缓缓加入盛有 99 mL 30 °C 蒸馏水的烧杯中, 在 30 °C 恒温水浴锅内用直流调速翼形搅拌器以 150 r/min 的转速恒温连续搅拌 1 h 后, 立刻用 4 号转子以转速 60 r/min 进行第一次黏度测定, 测定完毕后又放入恒温水浴锅继续搅拌, 每隔 0.5 h 重复测定一次。重复测定直至黏度计读数达到最大值并明显开始下降为止。每个样品进行三次平行实验, 保证误差 $\leq 2\%$, 以其平均值作为最终结果^[15]。

1.2.5.2 测定色差

利用色差仪测定纯化样品与对照品的各项色度指标, L 代表亮度, L 值越高, 样品颜色越接近白色; a 和 b 代表色度指数, a 值为正表示偏红, a 值为负表示偏绿; b 值为正表示偏黄, b 值为负表示偏蓝^[16]。白色标准板的 L^* 值为 94.07, a^* 值为 -0.24, b^* 值为 2.06。用 L 、 a 、 b 表示样品的测试值, 每个样品均重复测定三次, 结果以总色差值 ΔE 计, 计算公式如下:

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (2)$$

式中:

ΔL^* 、 Δa^* 、 Δb^* —样品的 L 、 a 、 b 值与白色标准板的 L^* 、 a^* 、 b^* 值之间的差值。

1.2.5.3 测定阳离子交换能力

称取纯化样品和对照品各 0.50 g, 置于加入了 100 mL 质量分数 5% 氢氧化钠溶液的 150 mL 烧杯中, 用磁力搅拌器搅拌 5 min 后, 每次加入 1 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液, 用 pH 计测定溶液的 pH 值, 直至 pH 值变化小于 0.1 为止, 并根据得到的数据

作 $V_{\text{氢氧化钠}}-\text{pH}$ 关系图, 观察 pH 值随氢氧化钠体积变化而变化的趋势^[17]。

1.2.5.4 测定持水力

称取纯化样品和对照品各 0.25 g, 加入空白离心管中, 分别加入 20 mL 蒸馏水, 室温下静置 4 h, 每隔半小时震荡摇匀一次, 为保证其充分溶胀, 将其静置过夜。次日 4 000 r/min 离心 20 min, 用吸管吸出多余水分, 连带离心管一起称重。按下式计算持水力。每个样品进行三次平行实验, 保证误差 $\leq 2\%$, 以溶胀度平均值作为最终结果。

$$C = \frac{M_1 - M - M_0}{M_0} \quad (3)$$

式中:

C —持水力(WHC), g/g;

M_1 —吸水溶胀的样品和离心管的质量, g;

M —空白离心管的质量, g;

M_0 —样品粉末的质量, g。

1.2.5.5 测定膨胀力

称取纯化样品和对照品各 0.30 g, 置于 10 mL 带刻度的试管中并记录其体积。加入 6 mL 蒸馏水, 搅拌均匀后静置一夜, 记录样品吸水后的体积数, 按下式计算膨胀力。每个样品进行三次平行实验, 保证误差 $\leq 2\%$, 以其平均值作为最终结果。

$$P = \frac{V_2 - V_1}{M} \quad (4)$$

式中:

P —膨胀力, mL/g;

V_1 —样品粉末的体积, mL;

V_2 —样品膨胀后除去水层的体积, mL;

M —样品的质量, g。

1.2.5.6 测定持油力

准确称取待测样品 0.50 g, 分别加入空白离心管中, 各移入 20 mL 食用菜籽油, 室温下震荡摇匀, 静置 4 h, 保证充分吸附食用油。以 4 000 r/min 的速度离心 20 min, 用吸管吸出多余油液, 连带离心管称量质量, 按下式计算其持油力。每个样品进行三次平行实验, 保证误差 $\leq 2\%$, 以其平均值作为最终结果。

$$D = \frac{M_1 - M}{M_0} \quad (5)$$

式中:

D —持油力(OHC), g/g;

M_1 —吸油后的样品和离心管的质量, g;

M —空白离心管的质量, g;

M_0 —样品粉末的质量, g。

1.2.6 分子量

样品制备: 称取 50 mg 样品于 10 mL 容量瓶中, 用流动相溶解, 定容。

测定方法: 凝胶渗透色谱法 (GPC)。仪器: Waters 2695 高效液相色谱仪, 色谱柱: Ultrahydrogel TMLinear 300 mm×7.8 mm id, 检测器: 2410 示差折光检测器, 流动相: 0.1 mol/L NaNO_3 , 流量: 0.5 mL/min, 柱温: 40 °C。

1.2.7 微观结构观察

利用扫描电子显微镜 (SEM) 观察白魔芋 KGM 样品的微观结构。将干燥的样品粉末固定在样品台上, 喷金, 使用美国 FEI-230 电镜在分辨率为 1.0 nm 条件下进行 1 000、5 000 及 10 000 倍的微观结构拍照。

1.2.8 傅里叶红外光谱测定

称取 1.00 mg 干燥样品于研钵中, 按 1:100 的比例加入干燥的溴化钾, 混合均匀, 研磨后压制成透明的薄片。采用傅里叶红外光谱仪进行扫描分析, 设置分辨率为 4 cm^{-1} , 扫描 64 次, 波数范围为 $400\sim 4\,000 \text{ cm}^{-1}$ 。

1.2.9 热稳定性测定

使用 DTG 仪器对三种样品进行热稳定性分析, 设定升温速率为 $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, N_2 量为 $50 \text{ mL}/\text{min}$, 温度范围为 $30\sim 600 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

1.3 数据处理

上述实验过程每组重复三次, 采用 Design Expert 8.0.6、SPSS 16.0、Origin 9.0 软件进行实验数据处理、分析及绘图。

2 结果与讨论

2.1 白魔芋 KGM 提取单因素试验

2.1.1 pH 值对白魔芋 KGM 纯度的影响

pH 值对白魔芋 KGM 纯度的影响如图 1 所示。随着 pH 值的升高, 白魔芋 KGM 纯度随之升高; 但当 pH 值超过 4.0 后, pH 值与白魔芋 KGM 纯度呈负相关。研究表明, 适当的酸性条件 (柠檬酸溶液) 有利于提高 KGM 纯度, 其原因有两个: 其一, 柠檬酸能有效去除魔芋粉中的三甲胺、生物碱等物质的异味^[18], 降低魔芋粉中 SO_2 残留量, 提高

KGM 水溶胶黏度及稳定性, 同时增强抑菌性能^[19]; 其二, 适当的酸性条件有利于魔芋粉颗粒的破裂, 促进 KGM 分子内杂质的溶出。但过酸的环境易导致 KGM 分子链断裂, 降解成小分子链, 难以被乙醇沉淀而损失, 导致 KGM 含量降低。因此, 选择 pH 值为 4 的酸性乙醇溶液作为提取溶剂。

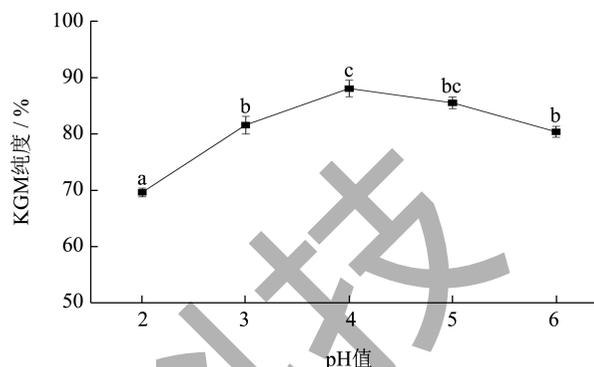


图 1 pH 值对白魔芋 KGM 纯度的影响

Fig.1 Effect of pH on KGM purity of white konjac

注: 不同字母表示显著差异性 ($P < 0.05$), 下同。

2.1.2 乙醇体积分数对 KGM 纯度的影响

乙醇体积分数对白魔芋 KGM 纯度的影响如图 2 所示。乙醇体积分数在 50%~60% 时, 提取的白魔芋 KGM 纯度随着乙醇体积分数的升高而升高; 当乙醇体积分数超过 60% 后, 白魔芋 KGM 的纯度出现下降趋势。其原因可能是一定浓度的乙醇有助于 KGM 分子链的展开, 促进杂质溶出。当浓度过小时, 乙醇体积分数不足以沉淀魔芋粉中所有的杂质; 而当浓度过大时, 会影响分子链的展开, 导致杂质被包裹其中而无法溶出。因此确定最佳的乙醇体积分数为 60%^[20]。

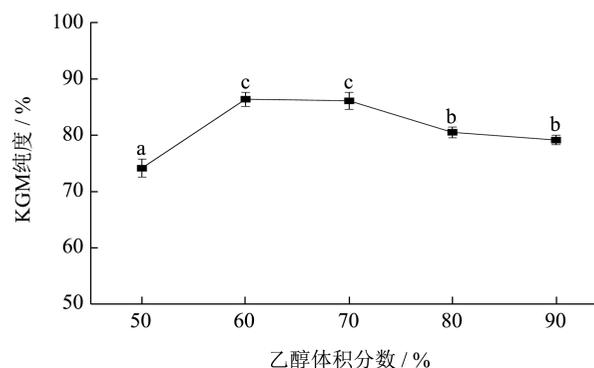


图 2 乙醇体积分数对白魔芋 KGM 纯度的影响

Fig.2 Effect of ethanol concentration on KGM purity of white konjac

2.1.3 超声温度对白魔芋 KGM 纯度的影响

超声温度对白魔芋 KGM 纯度的影响如图 3 所

示。KGM 大分子运动的程度与溶剂温度有关，超声处理温度升高，加剧了溶剂与溶质大分子的热运动，促进 KGM 的溶出，同时更有利于 KGM 分子主链和支链的舒展，释放出其中的杂质。随着超声温度的进一步升高，KGM 的纯度并未出现显著性差异。从降低能耗成本来看，初步选择 60 °C 作为最佳的超声处理温度。

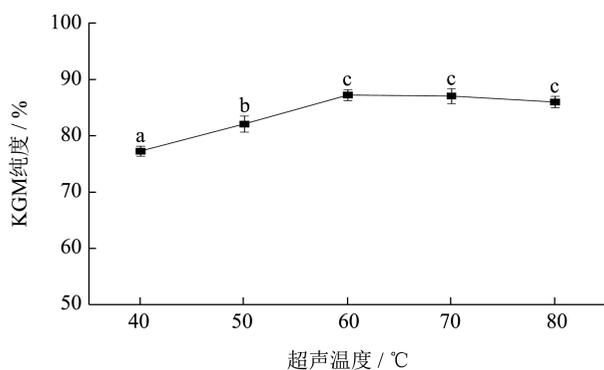


图 3 超声温度对白魔芋 KGM 纯度的影响

Fig.3 Effect of ultrasonic temperature on KGM purity of white konjac

2.1.4 超声时间对白魔芋KGM纯度的影响

超声时间对白魔芋 KGM 纯度的影响如图 4 所示，超声时间对白魔芋 KGM 纯度影响明显。在实验时间内，白魔芋 KGM 的纯度先上升后下降。在 10~30 min 内，KGM 大分子充分舒展开，向溶剂中扩散的速度加快，白魔芋 KGM 的纯度逐渐上升，最大值达到 88%；继续增大超声处理时间白魔芋 KGM 的纯度开始急剧下降。造成该现象的原因可能是长时间的超声波以及高温和酸性环境会引起 KGM 少量的降解成单糖或低聚糖，而后溶于乙醇丢失，致使纯度下降。因此，本试验的最佳超声处理时间为 30 min。

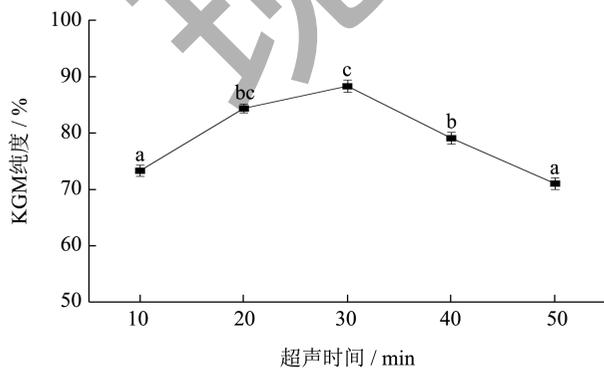


图 4 超声时间对白魔芋 KGM 纯度的影响

Fig.4 Effect of ultrasonic time on KGM purity of white konjac

2.1.5 料液比对白魔芋KGM纯度的影响

料液比对白魔芋 KGM 纯度的影响如图 5 所示。随着料液比的增大，白魔芋 KGM 的纯度先上升后下降。当料液比在 1:80 g/mL 时，KGM 纯度达到最大值。适当的料液比有利于促进魔芋粉颗粒中 KGM 分子的充分溶胀，提高 KGM 的纯度。料液比太大或太小都不利于 KGM 的纯化。这是因为料液比偏低时，魔芋粉颗粒中的 KGM 溶出不彻底，浸提液粘稠度大，影响后续过滤工序；而料液比偏大时，不仅容易导致已经溶出的 KGM 过度吸水膨胀，增大分子结构中的含水量，同时也会加大后续乙醇消耗，不利于实验操作。

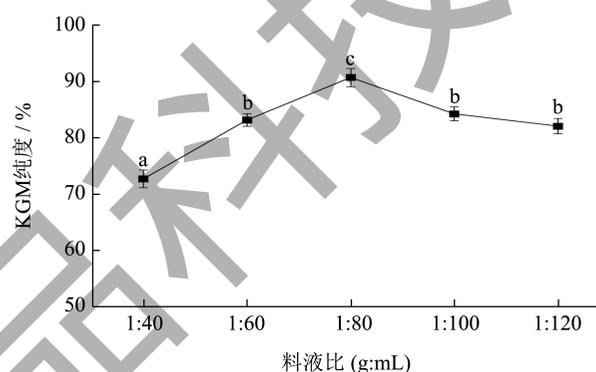


图 5 料液比对白魔芋 KGM 纯度的影响

Fig.5 Effect of solid-liquid ratio on KGM purity of white konjac

2.2 响应面试验结果分析

2.2.1 回归模型与方差分析

在单因素实验的基础上，选择 4 个对 KGM 纯度影响最显著的因素，分别为超声时间、溶剂 pH 值、乙醇体积分数、料液比，并确定各因素的 3 个最佳水平，以 KGM 纯度为响应值，进行四因素三水平的 Box-Behnken 实验设计，由此确定高纯度白魔芋 KGM 制备的最佳条件。实验设计因素与水平见表 2。

表 2 响应面实验设计因素与水平

Table 2 Design factors and levels of response surface experiments

| 水平 | 因素 | | | |
|----|------------|-----------|-------------|--------------|
| | A 超声时间/min | B 溶剂 pH 值 | C 乙醇体积分数 /% | D 料液比 (g/mL) |
| -1 | 20 | 3 | 60 | 1:60 |
| 0 | 30 | 4 | 70 | 1:80 |
| 1 | 40 | 5 | 80 | 1:100 |

具体试验设计及结果见表 3。

表 3 响应面试验结果

Table 3 Response surface test results

| 试验号 | A 超声时间/min | B 溶剂 pH 值 | C 乙醇体积分数/% | D 料液比/(g/mL) | KGM 纯度/% |
|-----|------------|-----------|------------|--------------|----------|
| 1 | 0 | 0 | 1 | 1 | 82.05 |
| 2 | 1 | 0 | 0 | 1 | 80.47 |
| 3 | 0 | 0 | 1 | -1 | 93.21 |
| 4 | 0 | 0 | -1 | -1 | 82.70 |
| 5 | 0 | 1 | 0 | -1 | 82.26 |
| 6 | -1 | 0 | 1 | 0 | 92.55 |
| 7 | 0 | 0 | 0 | 0 | 97.68 |
| 8 | -1 | 0 | 0 | 1 | 82.63 |
| 9 | 0 | -1 | 0 | -1 | 91.14 |
| 10 | 0 | 1 | -1 | 0 | 86.45 |
| 11 | 1 | 1 | 0 | 0 | 80.12 |
| 12 | 0 | 0 | 0 | 0 | 97.30 |
| 13 | 0 | 0 | -1 | 1 | 93.68 |
| 14 | 1 | 0 | -1 | 0 | 87.88 |
| 15 | 1 | -1 | 0 | 0 | 84.72 |
| 16 | 0 | 1 | 0 | 1 | 84.10 |
| 17 | -1 | -1 | 0 | 0 | 89.06 |
| 18 | 0 | 0 | 0 | 0 | 97.50 |
| 19 | -1 | 1 | 0 | 0 | 83.68 |
| 20 | -1 | 0 | -1 | 0 | 86.33 |
| 21 | 0 | 0 | 0 | 0 | 96.27 |
| 22 | 0 | 1 | 1 | 0 | 85.49 |
| 23 | 0 | 0 | 0 | 0 | 98.41 |
| 24 | 0 | -1 | 1 | 0 | 89.92 |
| 25 | 1 | 0 | 0 | -1 | 80.54 |
| 26 | 0 | -1 | 0 | 1 | 84.43 |
| 27 | -1 | 0 | 0 | -1 | 87.02 |
| 28 | 1 | 0 | 1 | 0 | 80.68 |
| 29 | 0 | -1 | -1 | 0 | 91.67 |

通过 Design-Expert 10.0 软件对表 3 的结果进行回归拟合分析, 得到 KGM 纯度对 A (超声时间)、B (溶剂 pH 值)、C (乙醇体积分数)、D (料液比) 的回归预测方程为: $KGM \text{ 纯度} = 97.43 - 2.24A - 0.024B - 0.4C - 0.79D + 0.19AB - 3.35AC + 1.08AD + 0.2BC + 2.14BD - 5.53CD - 7.71A^2 - 5.54B^2 - 3.09C^2 - 6.64D^2$ 。方程中二次项系数均小于 0, 可见回归方程图像开口向下, 有极大值点, 具有进一步优化的意义。此外, 方程各系数的绝对值大小

决定了各因素对 KGM 纯度的影响程度, 分析结果见表 4。

表 4 回归方程方差分析

Table 4 Regression equation analysis of variance

| | 平方和 | 自由度 | 均方 | F 值 | P 值 | 显著性 |
|----------------|--------|---------------------|--------|-----------|----------|-----|
| Model | 969.21 | 14 | 69.23 | 104.87 | <0.000 1 | ** |
| A- 超声时间 | 60.12 | 1 | 60.12 | 91.07 | <0.000 1 | ** |
| B- 溶剂 pH 值 | 69.31 | 1 | 69.31 | 104.99 | <0.000 1 | ** |
| C- 乙醇体积分数 | 1.93 | 1 | 1.93 | 2.92 | 0.109 5 | |
| D- 料液比 | 7.54 | 1 | 7.54 | 11.42 | 0.004 5 | ** |
| AB | 0.15 | 1 | 0.15 | 0.23 | 0.638 6 | |
| AC | 45.02 | 1 | 45.02 | 68.2 | <0.000 1 | ** |
| AD | 4.67 | 1 | 4.67 | 7.07 | 0.018 7 | * |
| BC | 0.16 | 1 | 0.16 | 0.24 | 0.634 4 | |
| BD | 18.28 | 1 | 18.28 | 27.68 | 0.000 1 | ** |
| CD | 122.54 | 1 | 122.54 | 185.63 | <0.000 1 | ** |
| A ² | 385.1 | 1 | 385.1 | 583.35 | <0.000 1 | ** |
| B ² | 198.73 | 1 | 198.73 | 301.04 | <0.000 1 | ** |
| C ² | 61.89 | 1 | 61.89 | 93.75 | <0.000 1 | ** |
| D ² | 285.68 | 1 | 285.68 | 432.74 | <0.000 1 | ** |
| 残差 | 9.24 | 14 | 0.66 | | | |
| 失拟值 | 6.85 | 10 | 0.69 | 1.15 | 0.486 4 | |
| 纯误差 | 2.39 | 4 | 0.6 | | | |
| 总和 | 978.45 | 28 | | | | |
| $R^2=0.990 6$ | | $R_{adj}^2=0.981 1$ | | C.V=0.92% | | |

注: “***” 表示差异极显著, $P < 0.01$, “*” 表示差异显著, $P < 0.05$ 。

由表 4 可知, 模型 P 值 $< 0.000 1$, 该模型差异极显著, 失拟项 P 值 $= 0.486 4 > 0.05$, 该试验结果与回归模型预测结果差异性不显著, R^2 和 R_{adj}^2 均大于 0.9, 说明该回归模型与实际预测值拟合程度较好。变异系数 C.V 反映模型的置信度, 本试验中 C.V 远小于 10%, 说明模型能很好的反应真实试验数据。由此可知, 该模型可用于预测魔芋 KGM 纯度的实际情况。另外, 从表 4 中也可以看出, 模型中的一次项 A、B、D、交互项 AC、BD、CD 以及二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 、 D^2 对 KGM 纯度影响都极显著, 交互项 AD 对 KGM 纯度的影响显著, 其余因素未表现出差异性。对比观察 F 值可知, 各因素对 KGM 纯度的影响程度依次为: B (溶剂 pH 值) $>$ A (超声时间) $>$ D (料液比) $>$ C (乙醇体积分数)。

2.2.2 等高线与响应面图分析

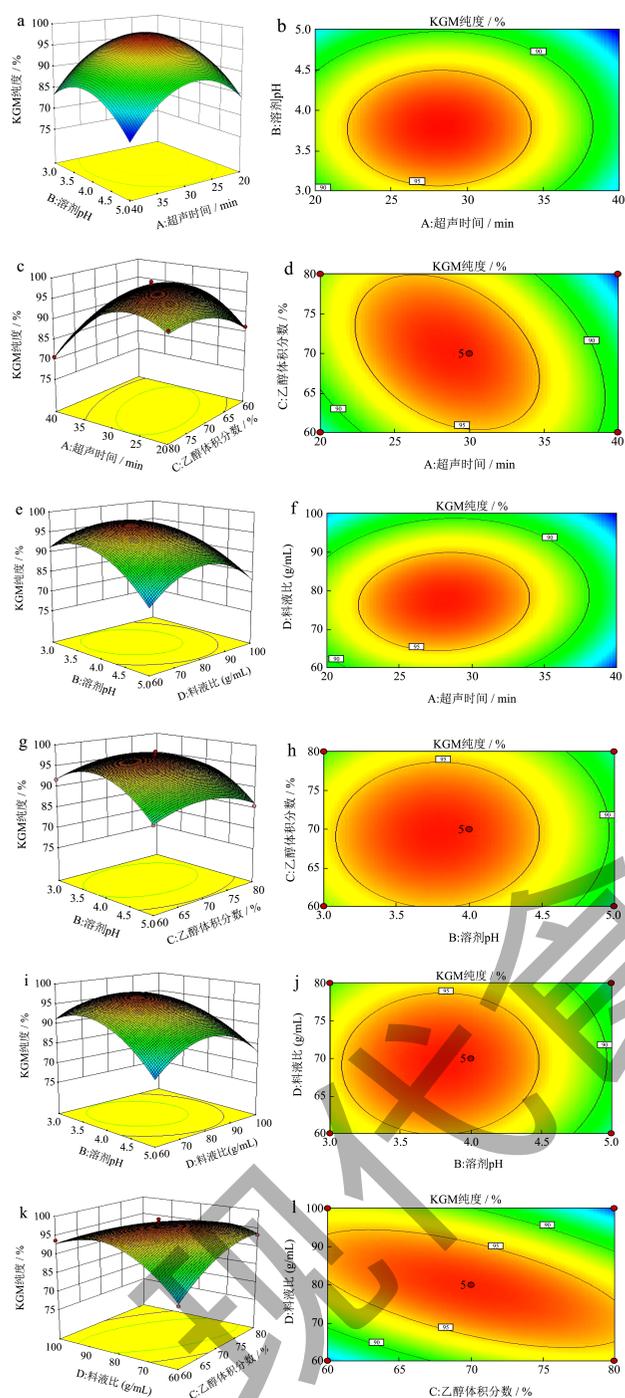


图6 各因素交互作用对KGM纯度影响的响应面图与等高线图

Fig.6 Response surface and contour map of influence of factors interaction on KGM purity

图6是各因素交互作用对KGM纯度影响的三张曲面图,通过Design-Expert 10.0软件进行对比分析,从响应面图的变化趋势和等高线图形状可以看出KGM的最佳制备条件以及交互作用的强度。在响应面中的坡面陡峭幅度越大,等高线图越接近椭圆,表明两因素之间的交互作用越显著^[21]。

从图6可知,各因素的两两交互作用对KGM纯度均有一定的影响,其中AC、BD、CD坡面陡峭幅度最大,等高线呈椭圆形,AD交互图中等高线近似圆形,表明B与D、C与A、D之间交互作用最显著,A与D之间存在较弱的交互作用,而AB、BC坡面陡峭幅度相对较小,等高线呈圆形,说明B与A、C之间无交互效应。此外,从等高线的密集程度可以看出,A、B、C、D之间的交互作用对魔芋KGM纯度的影响大小依次为CD>BD>AC>AD>BC>AB。对比各因素的交互响应面图,可以发现曲线的开口都是向下,各坡面均呈现由上升到下降的趋势,说明各图中均有KGM纯度的最佳值,进一步证实响应面设计初期的取值范围是合理的。

2.2.3 最佳提取条件工艺参数及验证试验

通过Design-Expert 10.0软件分析,确定白魔芋KGM制备的最佳工艺条件为:超声时间27.83 min、溶剂pH值为3.74、乙醇体积分数为72.42%、料液比为1:75.59 g/mL,预测的KGM纯度为98.02%。结合各因素的显著性程度,确定超声时间28 min、超声温度60℃、溶剂pH值为3.7、乙醇体积分数70%、料液比1:75为白魔芋KGM制备的最佳条件。在此条件下进行五次验证试验,得到KGM纯度的平均值为97.08%,与预测值的相对误差较小。作为对比,使用黑魔芋粉为原料,在相同条件下进行三次试验,测定黑魔芋KGM纯度为95.82%,对比结果证实本试验的最优工艺条件对高纯度魔芋KGM制备的有效性。可见,本次试验的响应面优化模型得到的高纯度KGM制备工艺条件准确可靠,模型预测值在实际应用中是可行的。

2.3 KGM样品与对照品理化特性分析

2.3.1 KGM样品与对照品的理化分析

对试验制得的白魔芋KGM样品与白魔芋原粉、95%的KGM标品的理化性能进行测定,包括黏度、持油力、持水力、膨胀力,结果分析见表5。

从表5可以看出,提取纯化的白魔芋KGM溶胶无色无味,质地透明,与白魔芋原粉相比,表现出优良的黏度、持油力、持水力和膨胀力。

持油力是用于评价膳食纤维对脂肪的吸附能力,优良的持油力,有利于避免高脂食品在加工过程中脂肪的流失,还可以增强肠道内胆汁酸的吸收以及降低血浆胆固醇^[22]。白魔芋KGM的持油力约

为白魔芋原粉的 1.5 倍，比标准品略低，这可能是由于酸性条件促使 KGM 原有的网络结构孔隙增加，因此对植物油的离心抵抗力变弱。

膳食纤维的水合能力一般用持水力和膨胀力表示。具有优良水合能力的 KGM，其网络结构能更好地与水分子结合，有利于改善 KGM 凝胶制品的弹性和质构性能。膨胀力指的是膳食纤维吸水能力，其能力越大，食用后更容易产生饱腹感，减少对主食的摄入，促进机体代谢，能预防肥胖和肠道癌的发生。由表中可以看出，白魔芋 KGM 样品的水合能力显著高于市售白魔芋粉，略高于与标准品。

表 5 KGM样品与对照品的理化性能结果

Table 5 Results of physical and chemical properties of KGM sample and control product

| 指标 | 白魔芋 KGM 样品 | 95% 的 KGM 标品 | 白魔芋原粉 |
|------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 黏度/(mPa·s) | 34 600±64 ^a | 35 708±712 ^a | 20 687±541 ^b |
| 持油力/(g/g) | 2.69±0.01 ^a | 2.72±0.003 ^a | 1.78±0.06 ^b |
| 持水力/(g/g) | 51.39±0.12 ^a | 49.88±0.87 ^a | 38.75±0.23 ^b |
| 膨胀力/(mL/g) | 17.05±0.31 ^a | 16.94±0.24 ^a | 13.72±0.17 ^b |

注：同一行内标注的不同小写字母表示显著差异性 ($P < 0.05$)。

2.3.2 KGM样品与对照品的阳离子交换能力分析

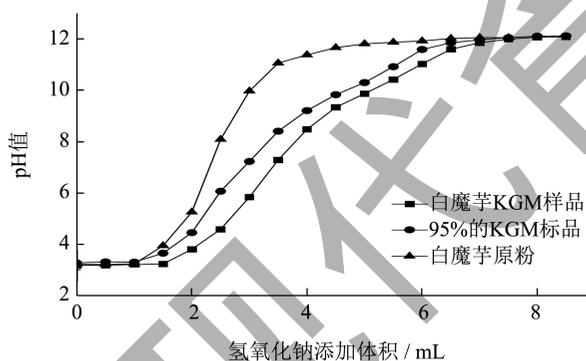


图 7 KGM 样品与对照品的阳离子交换能力

Fig.7 Cation exchange capacity between KGM sample and control product

KGM 样品与对照品的阳离子交换能力如图 7 所示。随着氢氧化钠添加量的增加，pH 值曲线由缓慢上升转变为迅速上升，最后趋于平缓的趋势。阳离子交换曲线坡度陡，说明阳离子交换能力越弱^[23]。在氢氧化钠添加量为 2~3 mL 时，白魔芋原粉的 pH 值增加幅度约为白魔芋 KGM 样品的两倍，白魔芋 KGM 样品的曲线与标品相似，较为平缓，可见阳离子交换能力较优。研究表明，阳离子交换能力与膳食纤维化学结构、粒径大小以及杂质含量

有关。纯化的白魔芋 KGM 样品纯度高、杂质少，其大分子链在溶液中能充分舒展，增大了内部侧链基团的暴露率，因而能结合更多的阳离子。此外，本试验中的超声辅助提取可能也有利于提高膳食纤维的阳离子交换能力。

2.3.3 KGM样品与对照品的色差分析

颜色是评价产品外观的重要指标之一，不同样品的色差结果如表 6 所示。白魔芋 KGM 样品与白魔芋原粉相比亮度有显著提高，而黄度则显著降低，可知经过纯化处理后的样品色泽由淡黄色变为白色。白魔芋 KGM 样品与 95% 的 KGM 标品相比，色泽更红。通过各样品与白色标准板的色差值可知，白魔芋 KGM 样品与 95% 的 KGM 标品色泽无明显差异，但均比白魔芋原粉的色泽更白。

表 6 KGM样品与对照品的色差

Table 6 Color difference between KGM sample and control product

| 样品 | ΔL^* | Δa^* | Δb^* | ΔE^* |
|--------------|-------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 白魔芋 KGM 样品 | 53.92±0.03 ^a | 1.27±0.02 ^a | 5.89±0.17 ^a | 54.25±0.02 ^a |
| 95% 的 KGM 标品 | 53.12±0.10 ^a | 0.53±0.01 ^b | 6.46±0.12 ^a | 53.52±0.10 ^a |
| 白魔芋原粉 | 43.59±0.80 ^b | 1.23±0.30 ^a | 11.72±0.09 ^b | 45.16±0.80 ^b |

注：同一列内标注的不同小写字母表示显著差异性 ($P < 0.05$)。

2.4 分子量及分子量分布的分析

表 7 KGM纯化前后的分子量 (u)

Table 7 Molecular weight of KGM before and after purification

| | M_w | M_n | PDI |
|---------|-----------|---------|------|
| 纯化前 KGM | 4 147 997 | 917 808 | 4.52 |
| 纯化后 KGM | 3 914 591 | 934 719 | 4.18 |

注： M_w (Weight-average of Molar Mass)：重均分子量； M_n (Number-average of Molar Mass)：数均分子量；PDI (Polydispersity)：多分散性指数。

纯化前后 KGM 的分子量及其分布如表 7 所示。从表中可以看出，超声辅助酸性乙醇法制备的 KGM 与纯化前的 KGM 相比，重均分子量 (M_w) 略有降低，其原因可能是柠檬酸处理破坏了分子内糖苷键，同时表明由超声辅助酸性乙醇法来制备 KGM 是可行的。多分散性指数 (PDI) 被用作显示分子量分布的工具，多糖的分子量分布受聚合方式和聚合因素的影响，PDI 值越大，表明分子量分布越

广；PDI 值越小，表明分子量分布越窄。由表可知，纯化前后的 KGM 均为分子量广泛分布的多分散多糖^[16]。

2.5 微观结构

纯化的 KGM 样品和白魔芋原粉的 SEM 图像如图 8 所示。从 1 000 倍放大的 A、B 和 C 图可以看出，白魔芋原粉和 95% 的 KGM 标准品均为表面光滑的大颗粒，而纯化后的高纯度 KGM 则呈现颗粒更小、形状不均匀的结构。进一步通过更大放大倍数（10 000 倍）视野来看，可以看出白魔芋原粉缺乏优良的吸水结构，95% 的 KGM 标准品颗粒表面呈现清晰、密集纤维链态。而纯化后高纯度的 KGM 呈现大量类似蜂窝状、更为密集的细小孔隙结构，颗粒中有较明显的孔洞和间隙，表面附着多个细小颗粒，颗粒比表面积加大。而这种结构有利于亲水基团曝露，对理化性质有显著影响，大量的孔隙能促使膳食纤维结合更多的水分子，形成的氢键或偶极作用可以增加膳食纤维的吸附能力，进而提高水合性质和持油力^[24]。

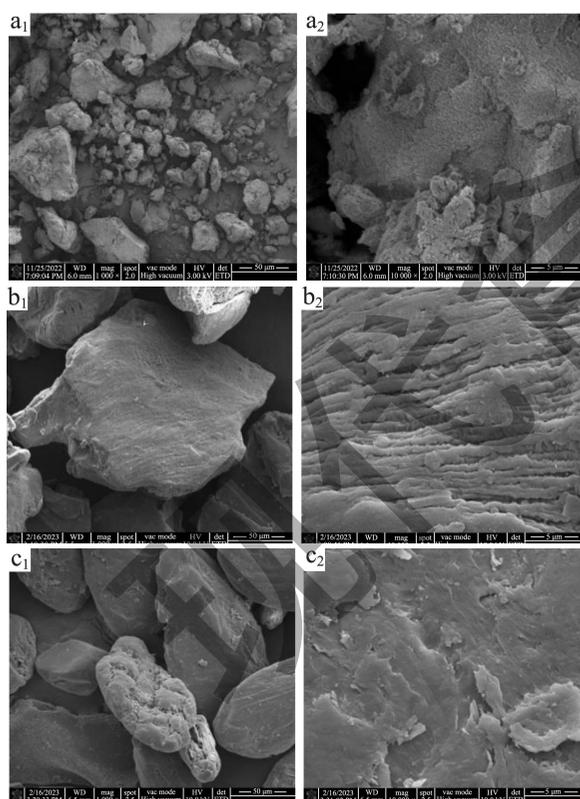


图 8 KGM 样品与对照品的扫描电镜图

Fig.8 SEM images of KGM sample and control product

注：a：高纯度白魔芋 KGM；b：95% 的 KGM 标准品；c：白魔芋原粉。1 为放大 1 000 倍，2 为放大 10 000 倍。

2.6 红外光谱图

利用傅里叶红外光谱对纯化的白魔芋 KGM 和

白魔芋原粉进行光谱扫描，可以分析其分子结构特征，根据不同基团特定吸收峰的位置差异，以及吸收峰的形状和强弱可以推测出相应的官能团和糖苷键构型。高纯度白魔芋 KGM 和白魔芋原粉的红外光谱如图 9，与相关文献测得的 KGM 红外谱图基本相同^[25]。可以看出白魔芋原粉经过超声波辅助酸性乙醇法纯化后，分子结构无明显变化，说明此方法可以应用于高纯度 KGM 的制备。

3 403 cm^{-1} 处出现较宽的单峰，为 O-H 伸缩振动峰，说明 KGM 分子内存在较多的羟基；2 891.57 cm^{-1} 处为 C-H 键的伸缩振动峰；1 732.27 cm^{-1} 处存在较弱的 C=O 特征峰，表明 KGM 中存在少量的乙酰基团；1 641.56 cm^{-1} 处为 KGM 分子内氢键的特征峰；1 379.28 cm^{-1} 处为 C-H 键特征峰，其左侧 1 251~1 307 cm^{-1} 范围内为 C-H 键变角振动吸收峰，也是糖类化合物的特征吸收峰之一；1 157.93 cm^{-1} 处为 C=O 酯键吸收峰，1 027 cm^{-1} 、1 062 cm^{-1} 处的小尖峰为糖环 C-O-C 键伸缩振动引起；810.07 cm^{-1} 和 894.92 cm^{-1} 处分别为甘露糖和多糖结构 β -糖苷键的特征吸收峰；612.93 cm^{-1} 处为 β -型糖环特征吸收峰。

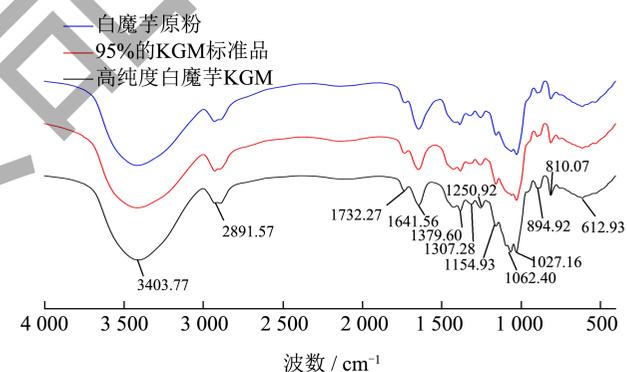


图 9 KGM 样品与对照品的红外光谱图

Fig.9 Infrared spectra of KGM sample and control product

2.7 热重分析

采用 TGA 分析膳食纤维的热稳定性是评价其应用范围的重要指标，纯化白魔芋 KGM 与对照组的 TG 和 DTG 如图 10 所示，高纯度白魔芋 KGM 和 95% 的 KGM 标准品的热重曲线无明显差异，均分为 3 个阶段。第一阶段为 30~200 $^{\circ}\text{C}$ ，TG 曲线较为平缓，高纯度白魔芋 KGM 含水量大于 95% 的 KGM 标准品，因此其失重率 8.19% 比后者略高，这是 KGM 中的结合水逐渐蒸发所致。第二阶段为 200~340 $^{\circ}\text{C}$ ，TG 曲线急剧下降，高纯度白魔芋 KGM 失重率为 63.18%，表明 KGM 在本阶段受热发生热降解反应，例如脱羟基作用、去羧基等^[26]。第三

阶段为 340~600 °C, KGM 基本热分解完成, 少量的 KGM 热降解残余物缓慢热分解成碳和灰分, 质量损失率减慢。而在白魔芋原粉的热重曲线中可以看出, 白魔芋原粉含水量较高, 因此第一阶段失重率明显大于高纯度白魔芋 KGM。此外, 第二、三阶段的下降均比较明显, 第二阶段开始温度为 150 °C 左右, 质量损失率为 43.60%, 可能是 KGM、蛋白质以及纤维素的热降解, 第三阶段开始温度为 300 °C 左右, 重量损失率为 41.60%, 淀粉、多糖类物质在此阶段开始灰化。可见, 白魔芋原粉中杂质降解残留物较多。因此, 此阶段的质量损失率下降幅度明显大于高纯度 KGM 的第三阶段。研究表明, 近似酸性的溶剂有利于增强多糖的热稳定性^[27]。从以上结果可看出, 本试验提取纯化的 KGM, 热稳定性好, 杂质含量低。

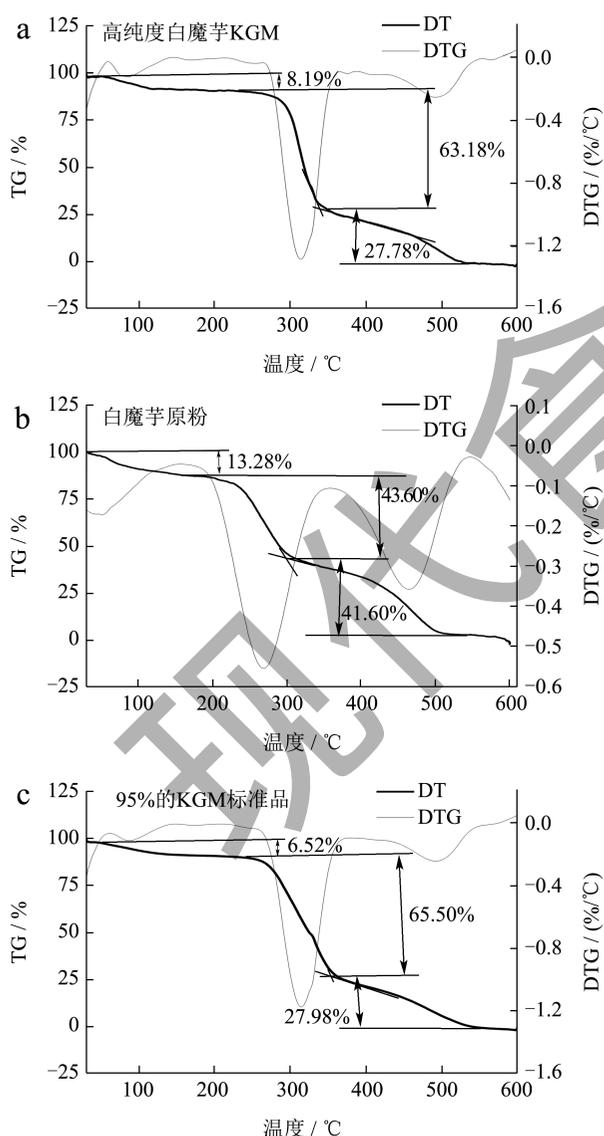


图 10 KGM 样品与对照品的热重分析图

Fig.10 Thermogravimetric analysis diagram of KGM sample and control product

3 结论

本文采用超声辅助酸性乙醇法制备白魔芋 KGM, 得到了高纯度的 KGM 样品。超声辅助酸性乙醇法制备白魔芋 KGM 的最佳条件为: 超声时间 28 min、溶剂 pH 值为 3.7、乙醇体积分数 70%、料液比 1:75、超声温度为 60 °C, 在此条件下, 得到的 KGM 纯度高达 97%。其中, 溶剂 pH 值和超声时间是影响 KGM 纯度最显著的两个因素, 其次是料液比。此外, 料液比与其他三个因素的交互作用对 KGM 纯度有显著影响。此法制备的 KGM 持水力为 51.39 g/g, 持油力为 2.69 g/g, 膨胀力为 17.05 mL/g, 黏度为 34 600 mPa·s, 以上理化性质和阳离子交换能力、色度等与白魔芋原粉相比均有提高, 但与 95% KGM 标品相比无显著差异。通过 TGA、傅里叶红外分析和电镜扫描结果显示, 白魔芋 KGM 样品纯度高, 热稳定性好, 分子结构中具有明显的多糖特征吸收峰, 分子表面有大量类似蜂窝状的细小孔隙结构。以上研究结果为白魔芋的开发应用以及深入理解其功能和作用, 提供了实际的和理论上的依据。

参考文献

- [1] LI J H, ZHU M, GU L P, et al. Freeze-thaw stability of konjac glucomannan hydrogels supplemented with natural tapioca/corn starch [J]. LWT, 2023, 182: 114841.
- [2] 周启武, 桂云霞, 李明灿, 等. 五种魔芋中主要营养成分及重金属元素分析 [J]. 食品工业科技, 2020, 41(14): 234-9, 48.
- [3] BEHERA S S, RAY R C. Konjacglucomannan, a promising polysaccharide of amorphophallus konjac K. Koch in health care [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2016, 92: 942-956.
- [4] LI X H, MUTHUKUMARAN J, XU B J. Antidiabetic effect of konjacglucomannan via insulin signaling pathway regulation in high-fat diet and streptozotocin-induced diabetic rats [J]. Food Research International, 2021, 149: 110664.
- [5] ZHANG Y, ALDAMARANY W A S, SONG G, et al. Influence of konjacglucomannan and its derivatives on the oral pharmacokinetics of antimicrobial agent in antibiotics cocktails: Keep vigilant on dietary fiber supplement [J]. Int J Biol Macromol, 2023, 251: 126306.
- [6] KYUNG K T, IN Y H, WON J H, et al. Effects of hydrocolloids on the quality characteristics of cold-cut duck meat jelly [J]. Journal of Animal Science and Technology, 2020, 62(4): 587-594.
- [7] 陈洁, 张科, 杜金平, 等. 魔芋葡甘聚糖及其衍生物对禽肉

- 重组火腿物性的影响[J].食品科学,2010,31(13): 36-39.
- [8] 温成荣.魔芋葡甘聚糖/变性淀粉复配性质及应用研究[D].福州:福建农林大学,2010.
- [9] 彭湘莲,付红军,李忠海,等.乙醇提纯魔芋葡甘聚糖的研究[J].食品科技,2010,35(5):248-251.
- [10] YE T, WANG L, XU W, et al. An approach for prominent enhancement of the quality of konjac flour: Dimethyl sulfoxide as medium [J]. Carbohydrate Polymers, 2014, 99(2): 173-179.
- [11] MUTIA R. Purification of glucomannan by enzymatic hydrolysis of konjac (*Amorphophallus oncophyllus*) flour [D]. Bogor: UT-Faculty of Agroindustrial Technology, 2011.
- [12] 刘跃华,肖龙云,夏小成,等.硫酸水解魔芋精粉过程的优化[J].江苏农业科学,2011,39(5):361-363.
- [13] 李小菊,张越非,钟玲,等.魔芋葡甘露聚糖的微波辅助纯化及其性能研究[J].食品科学,2013,34(12):22-26.
- [14] 袁忠海,吴道澄,吴红,等.超声提取法测定魔芋精粉葡甘露聚糖含量的实验研究[J].中国中药杂志,2003,4:39-42.
- [15] 唐兰兰,张世奇,卫子颜,等.红外烘烤对魔芋葡甘露聚糖表观黏度以及微观结构的影响[J].食品科学,2021, 42(17):98-105.
- [16] SU Y J, ZHANG M Z, CHANG C H, et al. The effect of citric-acid treatment on the physicochemical and gel properties of konjacglucomannan from *Amorphophallus bulbifer* [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2022, 216: 95-104.
- [17] 陈诗晴.不同粒径魔芋精粉性质及其应用研究[D].成都:西华大学,2018.
- [18] 李晴晴,朱新鹏,唐冬雪,等.柠檬酸去除魔芋飞粉中三甲胺的工艺优化[J].贵州农业科学,2015,43(1):146-148.
- [19] 陈清萍,何鑫磊,温成荣.酸法纯化魔芋多糖的探讨[J].广西热带农业,2008,1:3-5.
- [20] 聂娅娜.魔芋葡甘聚糖的纯化及在米饭中的应用研究[D].长春:吉林大学,2016.
- [21] 霍瑞,张美莉,张园园,等.挤压膨化结合微粉碎制备高纤维谷物代餐粉及其品质评价[J].中国食品学报,2022, 22(11):228-237.
- [22] TOSH S M, YADA S. Dietary fibres in pulse seeds and fractions: Characterization, functional attributes, and applications [J]. Food Research International, 2009, 43(2):450-460.
- [23] 顾欣,刘梦雅,李迪,等.发酵法提取梁平柚柚皮不溶性膳食纤维及理化性质研究[J].食品科技,2021,46(5):186-192.
- [24] 巫永华,刘梦虎,孙悦,等.超声微波辅助酶法提取黑豆皮水溶性膳食纤维及理化特性分析[J].食品工业科技, 2020,41(6):8-14.
- [25] ZHANG K G, GE F, TANG F K, et al. A structure-property study for konjacglucomannan and guar galactomannan: Selective carboxylation and scale inhibition [J]. Carbohydrate Polymers, 2023, 299: 120220.
- [26] WANG S Q, FANG Y Q, XU Y B, et al. The effects of different extraction methods on physicochemical, functional and physiological properties of soluble and insoluble dietary fiber from *Rubus chingii* Hu. fruits [J]. Journal of Functional Foods, 2022, 93 105081.
- [27] 张红运.不同提取工艺对大豆种皮多糖结构的影响[D].锦州:渤海大学,2019.