

欧柑橘皮果胶提取工艺条件研究

李卫林^{1,2,3}

1. 武夷学院 茶学与生物系, 福建 武夷山 354300;
2. 武夷学院 绿色化工重点实验室, 福建 武夷山 354300;
3. 郑州大学 材料科学与工程学院, 河南 郑州 450001)

摘要:采用酸提取法,以产率和褐变指数为指标,采用单因素实验和正交试验综合考察各种因素对欧柑橘皮果胶提取的影响.结果表明,提取液的pH值对产率和褐变指数的影响最强,提取温度的影响其次,随后分别是固液比和提取时间.最优提取条件是:pH=1,固液比1:16,提取温度为80℃,提取时间90min.此时果胶产率18.3%,褐变指数0.535.

关键词:欧柑橘;果胶;褐变指数

中图分类号:TS201.2 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.1004-1478.2012.04.012

Research on the technology conditions pectin extraction from citrus suavissima hort. et tanaka peel

LI Wei-lin^{1,2,3}

1. Dept. of Tea Sci. and Bioeng., Wuyi Univ., Wuyishan 354300, China;
2. Key Lab. of Green Chem. Eng. Tech., Wuyi Univ., Wuyishan 354300, China;
3. School of Mater. Sci. and Eng., Zhengzhou Univ., Zhengzhou 450001, China)

Abstract: In order to investigate the effects of various factors on the pectin extraction from citrus suavissima hort. et tanaka peel, single factor experiment and orthogonal experiment were applied to investigate the influence of factors with acidic solution and to precipitate with alcohol and the product yield and browning index as indicator. The result showed that the affecting order of factors was as follows: pH first on yield and browning index, and then temperature, and lastly solid-liquid ratio. The optimum condition of extraction pectin were pH = 1, solid-liquid ratio 1:16, temperature 80 °C, time 90 min. At this condition, the product yield is 18.3%, browning index is 0.535.

Key words: citrus suavissima hort. et tanaka peel; pectin; browning index (BI)

0 引言

果胶作为一种良好的食品添加剂,在食品加

工、医药工业、纺织、造纸、微生物学等领域有广泛的应用^[1].果胶是植物细胞中一种杂多糖,是组成植物细胞壁的重要成分.在果品加工后产生的大量

收稿日期:2011-12-09

基金项目:福建省教育厅课题(JA08247)

作者简介:李卫林(1974—),男,陕西省泾阳县人,武夷学院讲师,郑州大学在读博士研究生,主要研究方向为生物资源的开发利用.

果渣中果胶含量丰富,从果渣中提取果胶具有一定经济效益和环境效益.果胶的提取一般采用酸提取法、草酸胺提取法、离子交换法、微生物法和微波萃取法等^[2].酸提取法多用无机酸作为提取介质,该法较为常用;草酸胺提取法效率较低;离子交换提取法提取效率高,产品质量好,但是成本较高;微生物法可获得高质量产品,效果好,但是应用还不广泛;微波萃取法提取效率高,产品质量好,如果产生大功率微波能量的器件应用于生产并且微波产生器件损耗很小,那么该法将成为未来的应用主导.还有将反应体系置于具有一定电流强度的电场进行提取,最后用乙醇沉淀析出果胶的方法^[3].

植物组织中尤其果皮中,果胶通常都会相伴黄酮物质而存在^[4],而目前的果胶提取原料都是直接采用果皮^[5].酸提取法是目前应用最普遍的果胶提取法,本文采用该方法,以提取完活性物质黄酮的欧柑橘皮渣为原料来提取果胶,以果胶产率和果胶的褐变指数为评价指标,研究果胶提取的最佳工艺条件.

1 实验

1.1 材料与仪器

材料:鲜欧柑橘,购于福建南平市坎下果场,收集果皮,清洗,烘干,粉碎待用.95%乙醇(分析纯),天津市北方天医化学试剂厂产;浓盐酸(分析纯),三明市三元化学试剂厂产;柠檬酸钠(分析纯),郑州市中诚化工有限公司产;碳酸钠(分析纯),上海新华化工厂产;硫酸铜(分析纯),郑州华润化工有限公司产.

仪器:800C 低速大容量离心机,上海安亭科学仪器公司产;DS-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器,河南省予华真空设备公司产;SZH-D(Ⅲ)四表四抽循环水真空泵,河南省予华真空设备公司产;DGX-8073B 高温恒湿鼓风干燥箱,上海福玛实验设备公司产;UV-2550 紫外可见分光光度计,岛津仪器公司产.

1.2 提取及测定方法

1)果胶的提取.采用酸提取果胶用乙醇沉淀的方法.粉碎后的欧柑橘皮,先提取欧柑黄酮,所得产物为橘皮苷.提取后的残渣晾干,称取一定量的残渣,按照一定的固液比加入一定 pH 值的蒸馏水,在一定的温度下加热回流一段时间,然后进行抽滤.

所得滤液浓缩至少量,加入 95% 的乙醇,静置一段时间,抽滤,并用少量的乙醇进行洗涤,同时用斑氏试剂检验,直至滤液中不含单糖成分以防在果胶烘干过程中发生美拉德反应,造成果胶产品的褐变.所得产物 70 ℃ 烘干,即得欧柑橘皮粗果胶.

先进行单因素实验,确定 4 个影响粗果胶产率的主要因素,即 pH 值(A)、固液比(B)、提取温度(C)、提取时间(D),研究各种因素对果胶产率和褐变指数的影响情况.每个实验同时进行 3 个平行试验,实验结果取平均值,然后进行正交试验以确定最优提取条件,正交试验为 4 因素 3 水平,如表 1 所示.

表 1 正交试验因素水平表

A	B/(g: mL)	C/℃	D/min
1	1:14	70	80
3	1:16	80	90
5	1:18	90	100

2)果胶褐变指数(BI)的测定^[6].称取一定量的粗果胶,配制成 0.01 g/mL 的欧柑橘果胶溶液,测定其在 420 nm 处的吸光值,吸光值越大,褐变越严重.

2 结果与讨论

2.1 单因素对提取果胶的影响

2.1.1 pH 对粗果胶产率的影响 在温度 80 ℃,固液比为 1:12,水解时间为 90 min 条件,考察不同 pH 提取果胶的情况.pH 对果胶产率的影响见图 1.

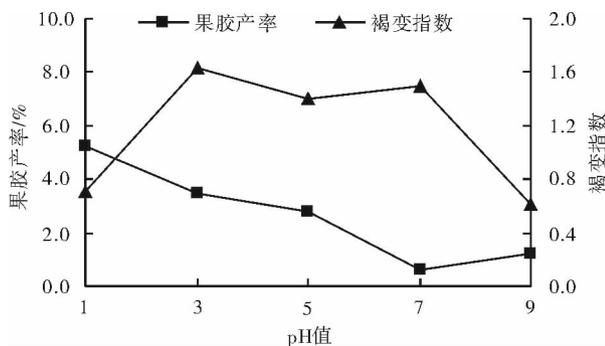


图 1 pH 值对果胶产率和褐变指数的影响

由图 1 可知,在 pH=1 处,粗果胶产率最高.粗果胶产率随 pH 的升高而降低,当 pH=9 时,产率有所回升.通过测定所得产品的褐变指数,可以看出,产率较高时,产品的色泽即褐变指数较低.这可能缘于:在酸性较强时,蛋白质形成沉淀;同时淀粉类

物质水解为单糖,经过随后的过滤和洗涤,在果胶中的含量降到较低水平;在随后的干燥阶段,发生美拉德反应的量也随之降低,进而表现出较好的色泽,即褐变指数也得以降低.从这一组实验得出结论,pH较低时果胶的产率较高,褐变指数也较低.但是酸度太强将会对提取设备提出更高的要求,因此在实际工艺设计中,应考虑产率和设备成本的最佳结合点,pH=1的选择比较好.

果胶提取过程中,应严格控制酸度,以保证果胶产率及质量.若酸液浓度过大,即pH值过低,原果胶水解程度过于强烈,果胶会脱脂裂解,从而使果胶产率降低;如果酸液浓度过小,即pH值过高,则会水解不完全或者反应缓慢,同样会降低产率.

2.1.2 固液比对粗果胶产率的影响 采用不同的固液比,在pH=1,温度为80℃,水解时间90min条件下提取果胶.固液比对粗果胶产率的影响见图2.

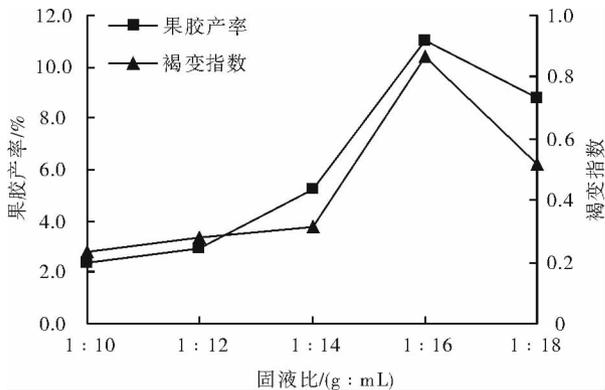


图2 固液比对果胶产率和褐变指数的影响

果胶提取时,固液比较大时会加大抽滤难度,原果胶不能充分水解,故会降低果胶的收率.但当固液比降低到一定程度时会降低抽滤难度,但却延长了浓缩时间.当向果渣中加入的酸液足够多时,才能保证果渣中的原果胶充分水解为果胶,转移至液相中.但在保证充分水解的条件下,还要保证获得较高浓度的提取液,提高果胶的产率,缩短提取时间,因此要选择合适的固液比.由图2知,随着固液比逐步降低果胶收率升高,当固液比达到1:16时,果胶产率达到最大,随后收率开始降低.同时可以发现当提取率取得最大时,褐变指数也达到最大,即产品色度较高时可能降低产品的品质.生产中要考虑产量、质量和效率问题,三者综合考虑.此处取1:16为最佳固液比,虽然产品质量稍有下降,

但是既可维持较高的效率又可达到最高的产量.

2.1.3 温度对粗果胶产率的影响 在pH=1,固液比为1:16,时间90min条件下,采用不同温度水浴加热提取果胶.温度对果胶产率的影响见图3.

由图3可知,当温度达到80℃时果胶产率取得最大,同时产品的褐变指数也最低,即在此条件下,所得产品的产率和色度质量最好,随后温度的升高会使产品产率降低且褐变指数维持较低水平.

由于植物组织中果胶质和纤维素共同形成植物细胞的细胞壁,从而起到保护细胞、屏蔽外来侵害的作用,因此两者之间具有较强的作用力.而在食品加工和生物工程中,都会通过提高温度即蒸煮过程破坏植物组织或者细胞的细胞壁.本组实验说明提取果胶必须达到一定的温度,达到80℃时即可获得高产率和很好的表观质量:温度太低,水解度太小,必然产率低且色度较差;而温度太高,水解度也高,同样会造成果胶产率的降低和色度的降低.因此合适的提取温度为80℃.

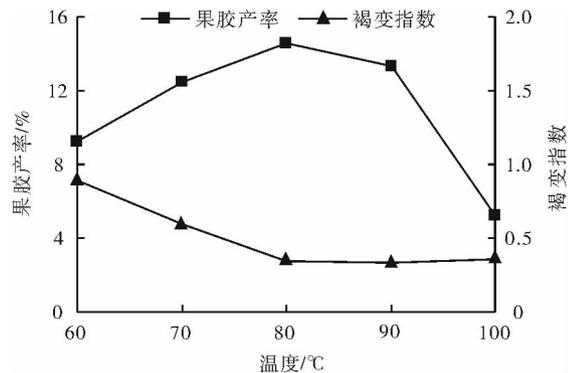


图3 温度对果胶产率和褐变指数的影响

2.1.4 提取时间对粗果胶产率的影响 在pH=1,温度为80℃,固液比为1:16的条件下水解不同时间提取果胶.不同提取时间对果胶产率的影响见图4.

由图4可知,果渣在一定温度下提取90min果胶产率最高.时间少于90min,果胶产率随时间的延长而增大;而时间多于90min,则果胶产率有下降的趋势.同时,从褐变指数的测定结果可以看出,该组实验的产品褐变指数最大不到0.4,最低不到0.3,中间波动幅度大约为0.1,因此认为果胶提取在其他条件保持一定时,提取时间对果胶的褐变指数影响不明显.原果胶充分水解需要一定的时间,如果在一定温度下水解时间越短,则会导致原果胶水解不完全,造成产率偏低;但如果水解时间过长,则会

使生成的果胶继续水解生成果胶酸,从而同样使果胶的产率降低.

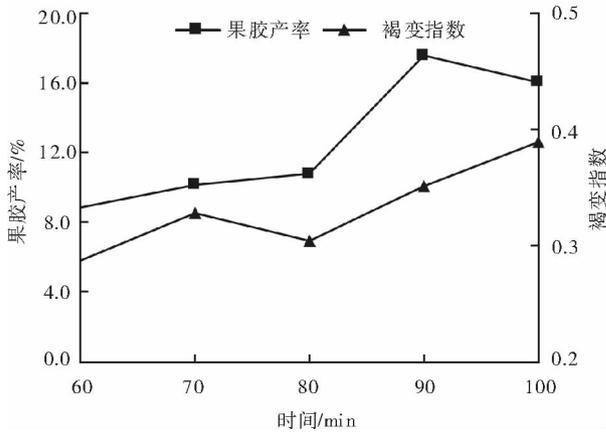


图4 提取时间对果胶产率和褐变指数的影响

2.2 正交试验

通过正交试验 $L_9(3^4)$ 确定出最佳工艺条件,以果胶产率和褐变指数作为衡量指标. 试验结果与分析见表2.

表2 $L_9(3^4)$ 正交试验结果与分析

项目	A	B/(g·mL ⁻¹)	C/℃	D/min	结果	
					产率/%	褐变指数
试验1	1	1	1	1	14.7	0.441
试验2	1	2	2	2	18.3	0.535
试验3	1	3	3	3	13.1	0.385
试验4	2	1	2	3	13.6	1.131
试验5	2	2	3	1	12.4	0.592
试验6	2	3	1	2	11.7	1.215
试验7	3	1	3	2	5.6	0.968
试验8	3	2	1	3	8.0	1.032
试验9	3	3	2	1	8.2	1.210
均值11	15.367	11.300	11.467	11.767		
均值12	12.567	12.900	13.367	11.867		
均值13	7.267	11.000	10.367	11.567		
极差	8.100	1.900	3.000	0.300		
主次序	ACBD					
优水平	A ₁	B ₂	C ₂	D ₂		
均值21	0.454	0.847	0.896	0.748		
均值22	0.979	0.720	0.959	0.906		
均值23	1.070	0.937	0.648	0.849		
极差	0.616	0.217	0.311	0.158		
主次序	ACBD					
优水平	A ₁	B ₂	C ₃	D ₁		

注:均值1表示以果胶产率为指标的均值;均值2表示以褐变指数为指标的均值,而褐变指数越小越好.

由表2可知,4个因素对粗果胶产率影响的强弱顺序为 pH(A) > 提取温度(C) > 固液比(B) > 提取时间(D);最优提取条件为 A₁B₂C₂D₂. 而4个因素对果胶质量指标褐变指数的影响强弱顺序为 pH(A) > 提取温度(C) > 固液比(B) > 提取时间(D),与对果胶产率影响强弱顺序相同,最优提取条件为 A₁B₂C₃D₁. 但是在用2种指标考苹果胶的提取时发现,温度对2种指标的影响出现差异,但是从单因素实验可知,温度高于80℃对果胶的褐变指数影响很小,因此最优提取温度选80℃;时间对2种指标的影响都较弱,选择时间较短的90min不会造成果胶的褐变指数显著的增加,同时可以保证果胶的产率. 因此从欧柑橘皮渣中提取果胶的最优方案为 A₁B₂C₂D₂. 该条件下的果胶产率为18.3%,褐变指数为0.535.

3 结论

本文考察了 pH 值、固液比、提取温度、提取时间等因素对果胶的产率和褐变指数的影响,发现:提取液的 pH 对产率和褐变指数影响最强,提取温度次之. 最优提取方案为:提取液 pH = 1, 固液比为 1:16, 温度为 80℃, 时间 90 min, 在此条件下,果胶的产率为 18.3%,可以维持果胶较好的色度,褐变指数为 0.535.

参考文献:

- [1] 阙建全. 食品化学[M]. 北京:中国农业大学出版社, 2002:49-55.
- [2] 徐怀德,仇农学. 苹果贮藏与加工[M]. 北京:化学工业出版社,2006.
- [3] 戴玉锦,王凤仙,张筱娟. 用离子交换法从柚皮中提取果胶的研究[J]. 安徽农业科学,2006, 34(3):562.
- [4] Berardini N, Kndler M, Schieber A, et al. Utilization of mango peels as a source of pectin and polyphenolics[J]. Innovative Food Sci & Emerging Tech,2005,6(4):442.
- [5] 蔡文,谭兴和,张喻,等. 柑橘果皮果胶提取与分离方法的研究进展[J]. 食品与机械,2011,27(2):161.
- [6] 范会平,彭凯,胡小松,等. 乙醇沉淀时间对苹果果胶性质的影响[J]. 食品与发酵工业,2009,35(10):49.