

超声波辅助提取塔罗科血橙皮中果胶的研究

阮尚全^{1,2}, 黄雀宏¹, 卓莉^{1,2}, 王志鹏¹

(1. 内江师范学院 化学化工学院, 四川 内江 641112;

2. 四川省高等学校 果类废弃物资源化重点实验室, 四川 内江 641112)

摘要: 为探讨采用超声波辅助提取血橙皮中果胶的工艺条件, 以新鲜血橙皮为原料, 应用超声波与酸处理方法提取其中的果胶, 采用单因素试验和正交试验研究了料液比、超声时间、提取温度以及提取液 pH 值对果胶提取率的影响。结果表明, 超声波条件下提取果胶的最佳工艺条件为: 用蒸馏水作为溶剂, 料液比为 1:20, 用盐酸调 pH 值为 1.5, 提取温度 60℃, 超声波提取时间 80 min, 该工艺条件下果胶提取率可达 15.89%。

关键词: 超声波; 血橙皮; 果胶; 提取工艺

中图分类号: S666.4 文献标志码: A 文章编号: 1004-3268(2013)01-0152-03

Study on Ultrasonic Assisted Extraction Technology of Pectin from Tarocco Blood Orange Peel

RUAN Shang-quan^{1,2}, HUANG Que-hong¹, ZHUO Li^{1,2}, WANG Zhi-peng¹

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Neijiang Normal University, Neijiang 641112, China;

2. Key Laboratory of Fruit Waste Treatment and Resource Recycling of Sichuan Provincial College, Neijiang 641112, China)

Abstract: The aim was to explore the extraction method of pectin with supersonic wave and acid treatment from blood orange peel. The effects of solid-liquid ratio, supersonic time, extraction temperature and pH on the extraction yield were studied by single factor experiment. The optimum condition for the extraction was obtained by orthogonal test design, which was: solid-liquid ratio of 1:20, the pH value of 1.50, the temperature of 60℃ and the time of supersonic wave of 80 min. Under the condition, the output ratio of pectin reached 15.89%.

Key words: supersonic wave; blood orange peel; pectin; extraction process

血橙是橙(*Citrus sinensis*)的变种, 因带有深红色似血颜色而得名, 较为有名的为原产意大利塔罗科血橙, 其肉质细软、多汁化渣、风味酸甜, 且有玫瑰香气^[1]。1965 年引入我国, 目前在四川、重庆等地均有大面积种植, 四川省资中县栽植塔罗科血橙已超过 6 600 hm², 年产量超过 5 万 t, 成为我国最大规模的血橙生产基地, 被命名为“中国塔罗科血橙之乡”^[2]。

果胶是植物中的一种亲水性植物胶, 为酸性多糖

物质, 主要是由 α -1,4 糖苷键连接的半乳糖醛酸与鼠李糖、阿拉伯糖、半乳糖等中性糖形成的聚合物, 以及一些非糖成分如甲醇、乙酸和阿魏酸等。资料显示: 我国每年消耗果胶量约 1 500 t, 进口约占 80%, 需求量在相当长时间内将以每年 15% 的速度递增, 在食品、轻工、医药领域早已大量并广泛应用, 是 FAO/WHO 联合委员会推荐的公认安全的食品添加剂^[3-8]。目前, 果胶的提取方法主要有酸水解法、离子

收稿日期: 2012-08-20

基金项目: 内江师范学院自然科学基金重点项目(12NJZ02); 四川省教育厅青年基金资助项目(11ZB022)

作者简介: 阮尚全(1963-), 男, 四川内江人, 高级实验师, 本科, 主要从事光谱分析及生物质提取研究。

E-mail: rsq2009nj@sina.com

交换树脂法、微生物提取法、微波提取法、酶提取法及超声波提取法等^[5,9]。内江市有数家包括亚洲最大的果蔬汁生产企业,塔罗科血橙为其主要生产原料之一,有大量的果皮渣废弃物产生。塔罗科血橙皮厚 0.33 cm,不可食率 22%左右^[10],如果能得到充分利用,不仅可以给企业带来不菲的收入,而且有利于环境保护。目前尚未见塔罗科血橙废弃物利用的研究报道。鉴于此,以资中塔罗科血橙皮为原料,研究和建立了超声波辅助提取果胶的工艺条件,以期对塔罗科血橙皮资源的综合利用提供依据。

1 材料和方法

1.1 主要仪器与试剂

KQ-400KDB 型超声波清洗器(昆山)、TD-5 台式低速离心机(四川蜀科)、AE240 电子分析天平(梅特勒-托利多)、DFT-100 型中药粉碎机(温岭)、pHS-3C 数字式 pH 计(上海理达)。无水乙醇(AR)、盐酸(AR),试验用水为蒸馏水。

1.2 试验材料

将新鲜塔罗科血橙皮洗净(采自于四川省资中县),煮沸 6~10 min 以除去其中的果胶酶,灭酶后再漂洗数次,进一步除去果皮中的色素、糖分等。洗净后放入电热鼓风干燥箱中烘干,粉碎后放入干燥器中备用。

1.3 果胶提取工艺流程

原料→预处理→烘干粉碎→超声波辅助酸提取→离心过滤→滤液冷却→沉淀→离心分离→洗涤干燥→称量。

1.4 果胶提取方法

称取预处理后的血橙皮粉 3.000 g 于碘量瓶中,与蒸馏水按一定比例混合,用盐酸调节 pH 值,在 280 W 超声功率和一定温度下提取果胶,离心分离提取滤液,待滤液冷却后,不断搅拌并加入 95% 的乙醇,沉淀 0.5 h 后离心分离,用 95% 乙醇洗涤 2~3 次,将所得胶状物在 50 °C 烘箱内烘干称质量,计算果胶提取率。

1.5 试验处理设置

以单因素试验分别考察料液比(1:15、1:20、1:25、1:30、1:35)、提取时间(40、50、60、70、80、90 min)、pH 值(0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0)、提取温度(30、40、50、60、70、80 °C)对果胶提取率的影响。在单因素试验的基础上,选取料液比、超声时间、提取温度、pH 值为研究对象,以 3 个水平按 $L_9(3^4)$ 设计正交试验(表 1),根据每次所得结果评判试验最佳提取条件。

表 1 不同因素对果胶提取率的影响正交试验因素水平 $L_9(3^4)$

水平	料液比 (A)/(g/mL)	提取时间 (B)/min	提取温度 (C)/°C	pH(D)
1	1:15	60	40	1.5
2	1:20	70	50	2.0
3	1:25	80	60	2.5

2 结果与分析

2.1 超声波辅助提取果胶工艺条件的单因素试验结果

2.1.1 料液比对果胶提取率的影响 从图 1 可以看出,料液比大于 1:20 时,果胶提取率随着料液比的减小而迅速增大;料液比小于 1:20 时,果胶提取率随着料液比的减小而减小,另外,溶剂量增大会增加提取成本,故本试验料液比选择 1:20。

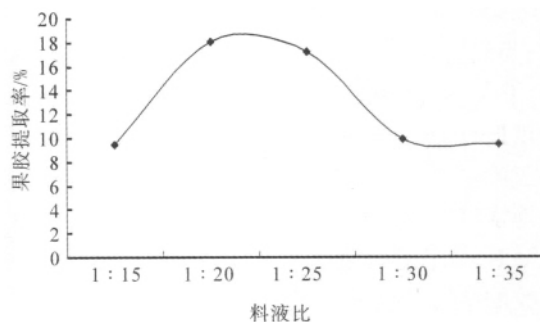


图 1 不同料液比对果胶提取率的影响

2.1.2 提取时间对果胶提取率的影响 从图 2 可以看出,随着提取时间的延长,果胶提取率增加,提取 70 min 时果胶提取率最大,继续延长时间,果胶提取率降低。提取时间太短,原料中的非水溶性果胶不能完全变成水溶性果胶,使得加醇沉淀后果胶提取率较低;当提取时间过长时,溶液中的果胶质容易降解,进一步解聚和脱脂,造成果胶提取率下降。

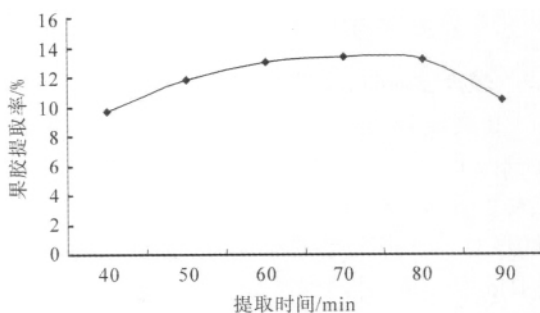


图 2 不同提取时间对果胶提取率的影响

2.1.3 pH 值对果胶提取率的影响 从图 3 可以看出,当提取液 pH 值为 2.0 时,果胶提取率达最大值;pH<2.0 时,果胶提取率随着 pH 值增大而增加;pH>2.0 时,果胶提取率迅速降低而后趋于稳定。这

是由于溶液的酸度过强时,水解下来的果胶进一步降解,且过滤时容易随滤液滤掉,使果胶提取率降低,同时果胶色泽加深;溶液的酸度较低时,酸的提取作用不明显,导致果胶水解不完全,提取率下降。

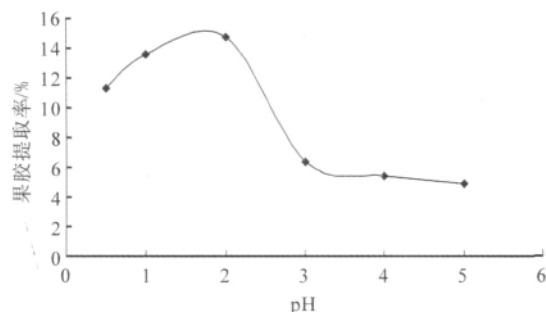


图3 不同 pH 值对果胶提取率的影响

2.1.4 温度对果胶提取率的影响 从图4可以看出,当提取温度低于50℃时,果胶提取率随温度的升高而迅速增大,说明提取温度升高有利于果胶的提取;当温度为50℃时,果胶提取率达最大值;温度高于50℃时,果胶提取率反而逐渐降低。原因是随着温度的升高,分子热运动加快,传质速率也随之加快,果胶的水解反应加快,促使血橙皮中的不溶性果胶更快地水解成水溶性果胶,使果胶提取率提高;但温度过高时,果胶容易发生脱脂反应和聚合物的降解,使果胶的结构发生破坏,且大于果胶的溶出速率,不利于果胶提取,导致果胶提取率降低。

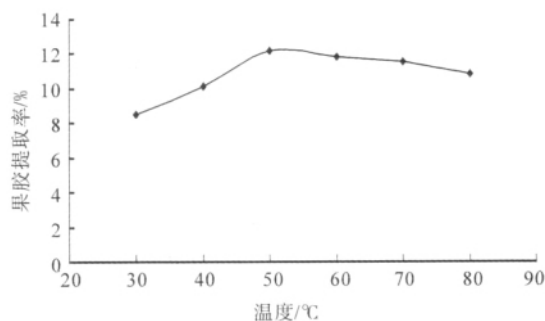


图4 不同温度条件对果胶提取率的影响

2.2 超声波辅助提取果胶工艺条件的正交试验结果

正交试验因素水平及结果见表2。通过极差分析(表2)可以看出,各试验因素对果胶提取率均有较大影响,影响主次顺序为D>A>C>B,即提取液pH值对果胶提取率的影响最大,其次为料液比和提取温度,超声时间对果胶提取率的影响较小。直观分析表明,各因素的最优水平组合为A₂B₃C₃D₁。

2.3 验证试验

为进一步验证正交试验的结果及重现性,在最佳提取工艺料液比1:20,超声波提取80 min,提取温度60℃,溶液pH值1.5条件下提取血皮果胶,进行5次平行试验,平均提取率为15.89%。

表2 不同因素对果胶提取率的影响 L₉(3⁴)正交试验结果

编号	因素				果胶提取率/%
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	11.51
2	1	2	2	2	7.71
3	1	3	3	3	5.27
4	2	1	2	3	4.84
5	2	2	3	1	15.67
6	2	3	1	2	12.32
7	3	1	3	2	12.05
8	3	2	1	3	4.80
9	3	3	2	1	14.50
均值1	8.163	9.467	9.543	13.893	
均值2	10.943	9.393	9.017	10.693	
均值3	10.450	10.697	10.997	4.970	
极差	2.780	1.304	1.980	8.923	

3 结论与讨论

本试验建立了超声波辅助提取塔罗科血橙皮中果胶的提取工艺:用蒸馏水作为溶剂,料液比为1:20,用盐酸调pH值为1.5,提取温度60℃,超声波时间80 min。该工艺条件下果胶提取率可达15.89%。超声波辅助提取血橙皮果胶的工艺稳定,合理可行,试验研究的4个因素对果胶提取均有较大影响,试验方案有较好的稳定性和重复性。超声波在介质中传播时产生的空化作用、机械效应、热效应、化学效应,降低了处理温度,缩短了工艺时间,提高了果胶提取效率并增加了安全性。血橙皮中含有丰富的果胶物质。作为食品工业的加工副产物,血橙皮被开发成果胶生产的新原料,既丰富了果胶生产的原料来源,又大大提高了血橙的附加值,具有重要意义。

参考文献:

- [1] 江东. 甜橙新品种塔罗科血橙新系[J]. 园艺学报, 2004(4): 60.
- [2] 陈伟. 关于资中塔罗科血橙产业在社会主义新农村建设中的思考[J]. 现代园艺, 2011(11): 13.
- [3] 黄来发. 食品增稠剂[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2000.
- [4] 田三德, 仝红涛. 果胶生产技术工艺现状及发展前景[J]. 食品科技, 2003(1): 53-55.
- [5] 陈熠, 熊远福, 文祝友, 等. 果胶提取技术研究进展[J]. 中国食品添加剂, 2009(3): 80-84.
- [6] 余映慧, 高雪. 果胶生产工艺及其在食品中的应用[J]. 现代农业科技, 2009(23): 351-352.
- [7] 涂国云, 王正武, 王仲妮. 果胶的制备与应用[J]. 食品与药品, 2007, 9(6): 50-55.
- [8] 赵蓓, 陈凯. 枳椇果胶的提取工艺[J]. 天津农业科学, 2012, 18(1): 165-168.
- [9] 岳贤田. 国内果胶提取方法研究进展[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(13): 6932-6933, 6960.
- [10] 李佩洪. 资中县塔罗科血橙发展现状与对策[J]. 四川农业科技, 2011(11): 50.