

不同时期苹果渣提取高甲氧基果胶的特性研究

禹 婷¹, 姚 丽¹, 阳 淑¹, 马 惠 玲²

(1. 成都农业科技职业学院, 四川 成都 611130; 2. 西北农林科技大学, 陕西 杨凌 712100)

摘要:以苹果渣为原料,采取酸提醇沉法,研究酸类选择、脱色方法及不同类型果渣对制取高甲氧基果胶特性的影响。结果表明:不同酸液中以柠檬酸提取的产品得率最高;各种常规脱色方法对果胶脱色的效果不明显。以不同时期、不同干燥方法的苹果渣为原料提取果胶并进行检测分析发现,早期果渣较其它各时期的果渣所提取的高甲氧基果胶得率高,是提取高甲氧基果胶的较好原料。

关键词:苹果渣;果胶提取;脱色;品质测定

中图分类号:TS 209 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2012)06-0161-03

果胶具有良好的乳化、增稠、稳定和胶凝作用,已在食品、纺织、印染、烟草、冶金等领域得到了广泛的应用。传统制取果胶,一般是以柑桔皮为主。苹果渣中含有较桔皮更丰富的果胶^[1]。目前,苹果渣只有少量用于深加工,造成巨大的资源浪费和环境污染,鉴于果胶富有巨大的增值潜力,因此,该研究试图系统探讨商品化果胶制备工艺,以期为产业化技术提供参考。

第一作者简介:禹婷(1980-),女,硕士,讲师,现从事果树学方面的研究和教学工作。

基金项目:国家科技攻关计划资助项目(2001BA901A19)。

收稿日期:2012-01-10

[20] Dbindsa R S. Inhibition of protein synthesis by products of lipid peroxidation[J]. Photochemistry, 1982, 2: 309-313.

[21] Rubio M C, James E K, Clemente M R, et al. Localization of superoxide dismutases and peroxide in legume root nodules[J]. Molecular Plant Microbe Interactions, 2004, 17(12): 1294-1305.

1 材料与方法

1.1 试验材料

苹果渣:早期果渣(取自合阳果汁厂);中期果渣(取自海升果汁厂);晚期果渣(取自眉县果汁厂)。

试剂:盐酸、硫酸、亚硫酸、柠檬酸、氢氧化钠、硝酸银、氧化钙、冰醋酸、硫酸钾、乙二胺四乙酸二钠盐、过氧化氢、质量分数为 95% 的食用酒精、食用蔗糖、氨水、活性炭、去离子水。

仪器设备:DZKW-4 型电子恒温水浴锅、R 系列旋转蒸发器、ZK-82B 型真空干燥箱、SHB-III 循环水式多用真空泵、XND-4 型粘度计、电子分析天平、pH 试纸、离心机、粉碎机、离子交换柱、酸式滴定管及各种常规玻璃

[22] Hu X S, Yu J, Xia H S, et al. Green synthesis and the environmental properties of ionic liquids[J]. Chemistry, 2005, 68(12): 906-910.

(该文作者还有邵晓琪、刘旭丹,单位同第一作者。)

Regulation of VC and GB on Senescence Physiology in Herbaceous Peony Petals

LIU Ping, WANG He-he, DING Yi-feng, HU Guang-yu, CHEN Kun-ran, LI An-qi, SHAO Xiao-qi, LIU XU-dan
(College of Life Science, Henan Normal University, Xinxiang, Henan 453007)

Abstract: Herbaceous peony 'Dafugui' were sprayed in the bud period by the solution of a certain concentration (100 mg/L) of vitamin C (VC) and different concentrations (60, 120, 200 mg/L) of Glycine betaine (GB). Some physiological and biochemical indexes were measured in petals of herbaceous peony in the entire florescence. The results showed that VC and different concentrations of GB could enhance the activity of SOD and POD and decrease MDA content, O_2^- production rate and relative electrical conductivity of petals exudate, and VC 100 mg/L+GB 120 mg/L were the best treatments.

Key words: herbaceous peony; VC; GB; senescence physiology

仪器。

1.2 试验方法

目前国内果胶生产多采用传统方法,其工艺技术路线为:原料预处理→粉碎→酸萃取→过滤→浓缩→沉析→低湿干燥→粉碎→检验→标准化处理→成品。

1.2.1 原料选择 分别对生产上不同时期不同干燥方法的苹果干渣(早期干果渣,中期自然干燥果渣,中期人工干燥果渣,晚期自然干燥果渣,晚期人工干燥果渣,晚期青贮干果渣)提取的果胶进行研究。

1.2.2 原料预处理 刚榨完汁的苹果渣含水量高,极易腐败变质,且苹果湿渣为粗渣,不易进行酸水解,故需先将苹果湿渣烘干粉碎后才能进行下一步操作。粉碎使表面积增大,便于脱色和水解萃取。

1.2.3 酸液萃取 果胶是原果胶经稀酸水解萃取而得,具体做法为:每次取处理好的苹果渣,先与调整到预定pH的酸液按设定比例混合,再用酸调整到设定pH,在一定温度下保持设定的时间。该试验酸萃取过程采用pH为2.2,在87~89℃条件下保温水解1 h^[1]。

1.2.4 过滤 使原果胶转变为可溶性果胶,趁热将得到的浆状液体倒入白布包压滤,经离心分离后得到色泽澄清的果胶液。

1.2.5 浓缩 将得到的果胶溶液在55~60℃下采用真空气度达0.085 MPa进行浓缩。浓缩后的果胶溶液必须迅速冷却并及时进行沉淀,否则其凝胶强度将随时间的延长而降低。

1.2.6 沉析 该研究采用酒精沉析法,即将果胶溶液浓缩后,向冷却的浓缩液中按1:1的比例加入95%的乙醇,此时果胶从溶液中呈絮状析出,待完全沉析后离心,脱去酒精,得果胶。

1.2.7 低温干燥 沉淀得到的果胶经离心或压滤后进行干燥,干燥温度在60℃以下,直至第3位有效数字不再变化。

1.2.8 检验 按GBn 246-85中方法进行分析检测^[2]。
性状鉴别:取果胶1 g加水40 mL,不断搅拌,即呈粘稠状液体;取果胶0.4 g加水30 mL,加热并不断搅拌,使果胶完全溶解,加食用蔗糖35.6 g,继续加热浓缩至54.7 g,倒入含有0.8 mL 12.5%柠檬酸溶液的烧杯中,冷却后即呈柔软而有弹性的胶冻。
pH的测定:称取样品1.25 g,用蒸馏水溶解,定容50 mL,在25℃下测定。
杂质含量:将10 g果渣得到的果胶烘干后溶于水,过滤后不溶水杂质烘干称重。

1.3 项目测定

果胶含量采用EDTA滴定法^[3]。

2 结果与分析

2.1 酸类的选择

为了筛选出更适宜的酸,取10 g苹果渣(早期干渣)

与pH 2.2的酸液混合,在87~90℃条件下保温1 h,进行水解。由表1可知,在其它条件相同情况下,选择柠檬酸萃取得到的果胶液在颜色和粘度方面都较其它酸效果好,且果胶提取率也较其它酸高,不过几种酸萃取得到的果胶中不溶水杂质含量无较大差异。故应选择柠檬酸来研究萃取工艺参数。

表1 不同酸对果胶提取率、果胶液
颜色、粘度的影响

酸	硫酸	亚硫酸	柠檬酸	盐酸
提取率/%	12.47	10.95	13.91	12.43
果胶液颜色	桔红	桔红	桔黄	桔黄
果胶液粘度/s	15	15	17	12
果胶中不溶水杂质/%	11.07	10.82	9.06	9.09

2.2 酸萃取过程中加热方法的选择

为了制备优质的果胶,在酸萃取过程中分别采用电子恒温水浴锅加热和微波炉加热,经过试验比较,用电子恒温水浴锅加热的酸萃取得到的果胶中含有不溶于水的杂质,而用微波炉加热的酸萃取得到的果胶中无不溶于水的杂质,相对来说果胶得率也高(表2)。故酸萃取过程中应选择微波炉加热法效果好。

表2 水浴和微波处理对果胶得率的影响

处理方法(酸)	水浴处理(盐酸)	微波处理(盐酸)
10 g果渣提取的果胶/%	12.43	11.69
果胶中不溶于水杂质/%	9.09	0

2.3 脱色方法的选择

2.3.1 活性炭脱色 酸萃取过滤的清亮果胶液,加入相对浓度梯度为0.1%、0.3%、0.5%的活性炭混匀,保持温度80℃,搅拌30 min后,过滤除炭,在理论上,活性炭用量少,利用率高,脱色效果差;活性炭用量大,可缩短脱色时间,但单位质量的活性炭脱色效率降低,一般采取分次脱色的办法^[3]。通过试验可知,用活性炭处理过的桔红色果胶液中的桔色变淡,且活性炭浓度越大,颜色越浅,但活性炭的颜色被溶解,处理后的果胶略带黑色,对活性炭预处理后再用亦差异不大,故用活性炭对果胶脱色理论是可以的,但需考虑实践中怎样除去活性炭的颜色。

2.3.2 双氧水脱色 酸性条件下:酸萃取过滤的清亮果胶液,在80℃,pH分别为2.2、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0,过氧化氢相对果胶液浓度为0.5%条件下,保温30 min后观察脱色效果。经试验可知,无论在上述哪种pH条件下,加入双氧水保温30 min后,果胶液颜色变为淡米黄色,待加入酒精后,却不见果胶沉淀析出,说明在酸性条件下用双氧水脱色会使果胶分解,从而不能使用。碱性条件下:酸萃取过滤的清亮果胶液,用氨水调至pH 8.0,加双氧水(相对果胶液浓度为0.5%),在水浴锅中37℃条件下保温12 h。经试验得出,用经过沉析脱去酒精后的果胶再溶回50%酒精按上述条件脱色,颜色很快变

浅,最终得到的果胶得率降至原来的一半,所得果胶颜色为乳白色(表3),而没经酒精沉析的清亮果胶液按上述条件脱色时,颜色变浅很慢,得到的物质颜色较原来更深,经EDTA滴定法测定后此物质中不含有果胶。说明果胶与大量水溶性杂质共存时碱性条件下亦很难脱色(原因有待进一步研究)。

表3 碱性条件下双氧水脱色处理后对果胶产品的影响

处理方法	果胶/g	颜色	果胶含量/%
未经脱色处理	1.387	深褐色	0.588
经过脱色处理	0.604	乳白色至米黄色	0.223
经过脱色的损失率	43.55%	—	37.92

2.3.3 离子交换柱脱杂脱色 准确称取4份5g早期果渣,其中2份用活性炭(0.5%)处理,2份不用活性炭处理,不同处理中其中1份经离子交换柱,另1份不经过离子交换柱处理,作为对照。试验表明,2种处理中经过离子交换柱后果胶得率并没有损失(表4),而且颜色变浅,说明离子交换柱既可除杂也可除色,但距标准规定的颜色还有很大差异,还需进一步研究。

表4 经过离子交换柱处理和未经离子交换柱处理比较

处理方法	脱色剂	果胶/%	颜色
未经离子交换柱	0.5%活性炭	10.67	深灰色
经离子交换柱	0.5%活性炭	11.16	灰色
未经离子交换柱	没使用脱色剂	11.48	深褐色
经离子交换柱	没使用脱色剂	11.26	褐色

2.4 不同类型果渣提取果胶特性的比较

2.4.1 不同原料提取的果胶颜色和提取率比较 取中期人工干燥果渣,中期自然干燥果渣,晚期人工干燥果渣,晚期自然干燥果渣,晚期青贮果渣各10g,对从其中提取出的果胶颜色和提取率进行比较。由表5可知,果胶提取率最高的是早期果渣,果胶颜色浅且提取率相对高的是中期人工干燥果渣。所以分别对早期果渣和中

表5 不同原料提取的果胶的颜色和提取率比较

原料	早期	中期(人)	中期(自)	晚期(人)	晚期(自)	晚期(青)
提取率/%	13.63	8.01	5.72	5.23	5.04	7.67
颜色	深褐色	浅褐色	浅褐色	浅褐色	浅褐色	褐色

期人工干燥果渣所得到的果胶产品进行检验分析。

2.4.2 不同原料提取的果胶的质量分析结果 对所得果胶产品的颜色、pH、干燥失重、粘度、果胶含量等方面进行分析测定。由表6可知,中期人工干燥果渣所得的果胶只是在颜色方面较早期果渣所得果胶好,综合各因素,在生产上应考虑早期果渣所提取的果胶,应在其脱色上进行深入的研究。

表6 不同原料提取的果胶的质量分析结果

果渣	原料/g	提取率/%	颜色	pH	粘度/s	果胶含量/%	干燥失重
早期	10	13.63	深褐色	3.2	8	42.40	无(恒重)
中期(人)	10	8.01	深褐色	3.2	6	12.91	无(恒重)

3 结论

利用苹果渣提取果胶是综合开发苹果资源的重要一环,可变废为宝,具有一定的经济价值。利用苹果渣提取果胶时,应选早期果渣作原料。

酸液萃取时选择柠檬酸在提取率和颜色等方面都较其它酸好,且萃取时选用微波加热可提高果胶纯度。

碱性条件下双氧水只对醇析后的果胶产品脱色成功,而对未经沉析的果胶溶液无效,但该法脱色操作复杂,而且产品损失较大,简便有效的脱色方法有待进一步深入研究。

参考文献

- [1] 李城威,陈成海.从橙皮等柑桔类果皮中提制高质量果胶的方法[P].中国专利:ZL91100783.0,2003.6.15.
- [2] 陈雪峰,詹雪英,杨大庆.苹果渣中提取果胶工艺研究[J].食品工业科技,2000(3):19-21.
- [3] 尤新.玉米深加工技术[M].北京:中国轻工业出版社,1998.

Study on the Character of Isolating Pectin from Apple Pomace

YU Ting¹, YAO Li¹, YANG Shu¹, MA Hui-ling²

(1. Chengdu Vocational College of Agricultural Science and Technology, Chengdu, Sichuan 611130; 2. Northwest Agricultural and Forestry University, Yangling, Shaanxi 712100)

Abstract: With apple pomace as materials, with aqueous acid and precipitating with ethanol, acid selected, bleaching method, different kinds of apple pomace that dealing with the quality and quantity of the product were prepared. The results showed that the yield with citric acid was the highest among all the acids tested. Common decolorants was not effective to blanch the product. The early stage pomace gave both the productive and qualified pectin when different kinds of pomaces were employed.

Key words: apple pomace; pectin isolating; blach; quality estimation