

从苹果渣中提取果胶工艺条件研究

刘少阳¹, 丁秀玲², 曾伟丽¹

(1. 漯河医学高等专科学校, 河南 漯河 462000; 2. 商丘市梁园区统计局, 河南 商丘 476000)

摘 要:以苹果渣为试材,在单因素试验基础上采用正交实验设计,利用醇沉工艺研究了料液比、pH 值、果渣粒径、浸提温度、浸提时间对果胶提取率的影响。结果表明:不同酸对果胶提取率影响差异不显著,综合考虑,选用硝酸为浸提用酸较适合。果胶提取的最佳工艺条件为料液比 1:30 g/mL、pH 1.3、果渣粒径 60 目、浸提温度 90℃、浸提时间 120 min,在此工艺条件下,果胶平均提取率为 12.45%。

关键词:果胶;苹果渣;提取

中图分类号:TS 255.36 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2013)20-0126-03

目前,我国浓缩苹果清汁产业已成为苹果深加工的主要手段之一。然而,果汁生产中产生的大量苹果渣仅用于初级加工作为饲料,甚至被作为垃圾废料处理,资源浪费严重。邓红等^[1]研究发现干苹果渣中含有 15%~18% 的果胶,将果胶从苹果渣中提取出来,可以变废为宝,延长苹果加工链,提高产品附加值,具有极大的经济效益。该试验以工业化生产角度研究从果渣中提取果胶的工艺参数,以期为今后果胶生产提供一定的技术参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

苹果渣由陕西礼泉通达果汁厂提供。

试剂:盐酸、硝酸、硫酸、磷酸、柠檬酸,均为分析纯;无水乙醇、75%乙醇。

仪器:101-2-5 型恒温干燥箱,上海跃进医疗器械厂;HH-S8 恒温水浴锅,北京科伟永兴仪器有限公司;FW-200 粉碎机,北京中兴伟业仪器有限公司;PL2002 电

子天平,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;RE-52 旋转蒸发仪,上海雅荣生化设备仪器有限公司;SHB-III 真空泵,郑州长城科工贸有限公司。分样筛、布氏漏斗、烧杯、玻璃棒、温度计等。

1.2 试验方法

1.2.1 果渣预处理 取果汁生产线适量湿果渣,称重计量后进行预处理,干燥后备用,计算果渣干燥得率。果渣干燥得率=(干燥后干果渣质量/干燥前湿果渣质量)×100%。详细流程见图 1^[2]。

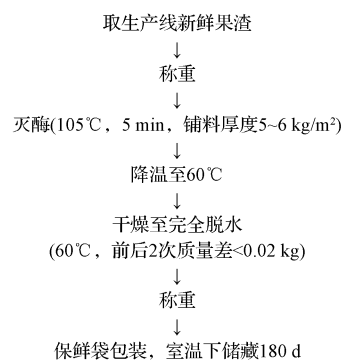


图 1 果渣预处理工艺流程

Fig. 1 Pomace pretreatment process flow diagram

第一作者简介:刘少阳(1983-),男,硕士,现主要从事食品加工技术等科研与教学工作。E-mail:liuhaoyang2018@163.com。

收稿日期:2013-05-20

Abstract: Taking chitosan (CTS) and carboxymethyl chitosan (CMC) as materials, and leaf mustard as research objective, effects of different concentration of CTS and CMC coatings on postharvest quality of leaf mustard were investigated via determining sensory evaluation, water loss rate, ascorbic acid, chlorophyll content and total phenols content. The leaf mustards were stored in refrigerator at 4℃ and 75% humidity. The results showed that 0.6% CMC treatments could retard the leaf mustards' transpiration effectively and reduce the loss of ascorbic acid, chlorophyll content and total phenols content. On the fifth day, the sensory evaluation of control group reached to a unacceptable level (under 7.0), whereas the 0.6% CMC treatments reached the same level after 4 days. On the ninth day, the water loss rate of 0.6% CMC and control group were 13.7% and 19.3%, respectively. The chlorophyll content of 0.6% CMC and control group were 0.23 mg/100gFW and 0.18 mg/100gFW respectively at that time. Also, the 0.6% CMC treatments had a good effect on retarding the ascorbic acid and total phenols content.

Key words: leaf mustard; chitosan coating; chitosan; carboxymethyl chitosan

1.2.2 工艺流程^[3] 果渣→预处理→粉碎→洗涤→酸浸提→过滤→浓缩→醇沉→干燥→粉碎→成品。

1.2.3 工艺要点 粉碎:采用多功能粉碎机对预处理后的果渣进行粉碎,分别采用 40、60、80、100 目的分样筛对粉碎果渣进行筛分,样品备用;洗涤:将果渣和 40℃ 的纯水按 1:20 的比例混匀,于 40℃ 条件下保温 1 h,持续搅拌,以脱去可溶性杂质;酸浸提:将酸调配成不同的 pH 值,与洗涤后的果渣按不同料液比混合,在一定的温度条件下浸泡设定时间,并持续搅拌;过滤:浸提结束后对上述浸提液进行过滤,滤液备用;浓缩:在 60℃ 和 0.09 MPa 的真空度条件下,将滤液浓缩至原浸提液 1/4~1/6;醇沉:将浓缩液缓慢倒入无水乙醇中,搅拌并充分沉降析后,过滤得粗果胶。而后用 75% 的医用酒精洗涤,重复 3 次,脱去部分色素;干燥:对分离得到的粗果胶均匀置于表面皿上,于恒温干燥箱 40℃ 条件下干燥至恒重;成品处理:干燥后的果胶,称重研磨,计算提取率。提取率=(果胶成品质量/该试验的干果渣质量)×100%。

1.2.4 单因素试验 不同酸对果胶提取率的影响:准确称取 40 目干果渣,经洗涤后,按料液比为 1:20 g/mL 加入 pH 值为 2.0 的柠檬酸浸提液,85℃ 水浴 1.5 h,之后经过滤、醇沉、干燥,计算果胶提取率,每组试验重复 3 次,试验结果取平均值。不同 pH 值对果胶提取率的影响:采用硝酸为浸提用酸,分别调整 pH 值为 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 进行试验。不同料液比对果胶提取率的影响:以硝酸为浸提酸, pH 1.5, 设 1:10、1:20、1:30、1:40 g/mL 不同料液比进行试验。

1.2.5 最佳工艺正交实验设计 李宏睿等^[4]研究表明,随温度的升高,果胶提取率逐渐增大,但当浸提温度过高时,会破坏果胶结构,使其得率降低,考虑浸提效果与能源消耗,选取 60、70、80、90℃ 4 个水平进行正交实验。另据报道,随浸提时间的延长,果胶提取率增大,但浸提时间过长时,果胶发生水解导致提取率降低^[5],综合考虑,选取 60、90、120、150 min 4 水平进行正交实验。根据单因素试验,设置正交实验 pH 值的 4 个水平为 1.3、1.5、1.8、2.0,料液比的 4 个水平为 1:20、1:25、1:30、1:35 g/mL。正交实验以硝酸为浸提用酸,选取料液比(A)、pH 值(B)、果渣粒径(C)、浸提温度(D)、浸提时间(E)5 个因素,并分别设定 4 个水平,选用 $L_{16}(4^5)$ 正交表。各因素水平参数设置见表 1。

表 1 正交实验因素与水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment

水平	A 料液比/g·mL ⁻¹	B pH 值	C 果渣粒径/目	D 浸提温度/℃	E 浸提时间/min
1	1:20	1.3	40	60	60
2	1:25	1.5	60	70	90
3	1:30	1.8	80	80	120
4	1:35	2.0	100	90	150

2 结果与分析

2.1 果渣干燥得率

果渣的预处理方法模拟果渣干燥生产线工艺,以保

证制备的果渣原料与实际生产的原料具有相同的物性。经试验测得果渣干燥得率为 11.3%,与果渣干燥生产线 10% 得率基本一致。

2.2 果胶提取单因素试验结果

2.2.1 不同酸对果胶提取率的影响 从图 2 可以看出,在相同提取条件下,各种酸对果胶提取率的影响差异不大,这是因为果胶质水解的主要条件是 H^+ 浓度,而与酸根关系不大^[6]。磷酸与盐酸的提取率略高于其它酸,但综合考虑工业生产中的经济性 & 盐酸对不锈钢容器的腐蚀性,该试验选择硝酸为浸提用酸。

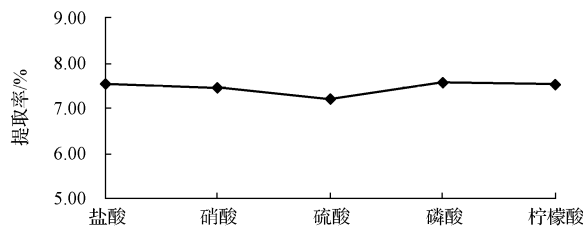


图 2 不同酸对果胶提取率的影响

Fig. 2 Effect of different kinds of acids on extraction efficiency of apple pectin

2.2.2 不同 pH 值对果胶提取率的影响 从图 3 可以看出,随 H^+ 浓度增加,即 pH 值降低,果胶提取率显著升高,当 pH 为 1.5 时,果胶提取率达到最大, pH 值继续降低,果胶提取率稍有下降,这主要是由于酸度增加后,果胶质会在强酸作用下发生分解,导致果胶提取率下降^[7]。因此设置正交实验 pH 值的 4 个水平为 1.3、1.5、1.8、2.0。

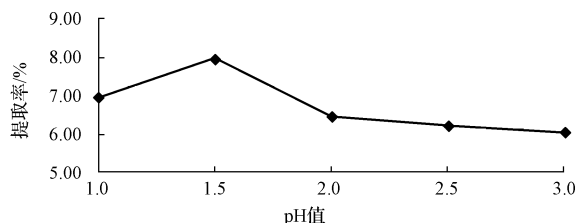


图 3 不同 pH 值对果胶提取率的影响

Fig. 3 Effect of pH value on extraction efficiency of apple pectin

2.2.3 不同料液比对果胶提取率的影响 从图 4 可以看出,随料液比增大,果胶提取率升高,当料液比增大到 1:30 g/mL 时,果胶提取率最高,料液比超过 1:

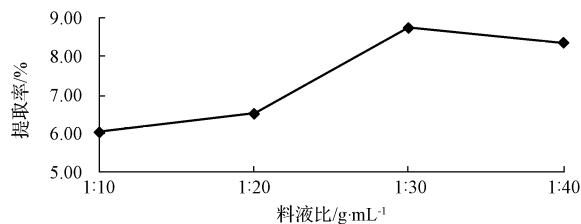


图 4 不同料液比对果胶提取率的影响

Fig. 4 Effect of solid-to-liquid ratio on extraction efficiency of apple pectin

30 g/mL后,随料液比增大,果胶提取率变化不显著。料液比为1:5、1:10 g/mL时,果胶液过滤十分困难,料液比增加有利于果胶液的过滤,但同时浓缩时的能源消耗上升。综合考虑,设置正交实验料液比的水平为1:20、1:25、1:30、1:35 g/mL。

2.3 正交实验最佳提取条件

由表3可知,5个因素对果胶提取率的影响顺序为:D>A>B>E>C,其中提取温度对提取率的影响极显

表2 正交实验结果

Table 2 Results of orthogonal experiment

试验号	A/g·mL ⁻¹	B	C/目	D/°C	E/min	提取率/%
1	1	1	1	1	1	3.56
2	1	2	2	2	2	6.52
3	1	3	3	3	3	7.16
4	1	4	4	4	4	7.12
5	2	1	2	3	4	9.64
6	2	2	1	4	3	10.32
7	2	3	4	1	2	4.84
8	2	4	3	2	1	5.16
9	3	1	3	4	2	12.48
10	3	2	4	3	1	8.32
11	3	3	1	2	4	6.92
12	3	4	2	1	3	5.68
13	4	1	4	2	3	7.28
14	4	2	3	1	4	6.00
15	4	3	2	4	1	9.20
16	4	4	1	3	2	6.20
k ₁	6.09	8.24	6.75	5.02	6.56	
k ₂	7.49	7.79	7.76	6.47	7.51	
k ₃	8.35	7.03	7.70	7.83	7.61	
k ₄	7.17	6.04	6.89	9.78	7.42	
R	2.26	2.20	1.01	4.76	1.05	
主次顺序	D>A>B>E>C					
最优组合	A ₃ B ₁ C ₂ D ₄ E ₃					

表3 正交实验方差分析结果

Table 3 Results by variance analysis of orthogonal experimental theory

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	Fa	显著水平
料液比	10.468	3	3.489	0.68	3.29	**
pH值	11.127	3	3.709	0.722	3.29	**
果渣粒径	3.359	3	1.120	0.218	3.29	*
浸提温度	49.264	3	16.421	3.198	3.29	***
浸提时间	2.799	3	0.933	0.182	3.29	*
误差	77.02	15				

Study on Technology of Extracting Pectin from Apple Pomace

LIU Shao-yang¹, DING Xiu-ling², ZENG Wei-li¹

(1. Food Engineering Department, Luohe Medical Collage, Luohe, Henan 462000; 2. Statistical Department of Liangyuan, Shangqiu, Henan 476000)

Abstract: Taking apple pomace as material, orthogonal experiment was adopted based on single factor experiment, the effect of different solid-to-liquid ratio, pH value, particle diameters, temperature and time on extraction of petin from apple pomace were studied and the ethanol precipitation was used. The results showed that the difference of acids on extraction technology of pectin was not obvious and nitric acid was selected. The optimal extraction parameters of pectin was: solid to liquid ratio 1:30 g/mL, pH value 1.3, particle diameter 60, extraction temperature 90°C and extraction time 120 minutes.

Key words: pectin; apple pomace; extraction

著。结果表明,最优参数组合为 A₃B₁C₂D₄E₃,即最佳提取工艺参数为料液比1:30 g/mL、pH 1.3、果渣粒径60目、浸提温度90°C、浸提时间120 min。采用该工艺参数进行验证试验,重复3次,果胶平均提取率为12.45%。

3 结论

该试验主要从工业化生产角度研究果胶制备工艺,为浓缩果汁生产企业的果渣深加工提供理论依据,进而达到充分利用资源,延长苹果加工产业链,增加企业效益,减轻环境压力的目的。结果表明,确定采用硝酸为浸提用酸,以减少盐酸使用过程中对不锈钢设备的腐蚀,降低生产成本。通过正交实验,获得最优参数组合,即果胶提取最佳工艺条件为料液比1:30 g/mL、pH 1.3、果渣粒径60目、浸提温度90°C、浸提时间120 min。在此条件下所得果胶提取率最高,有利于工业化生产。

该试验获得了从苹果渣中提取果胶的最佳提取工艺,获得了较高的提取率,但在利用最佳工艺进行提取时,果胶的色泽呈现褐红色,不能达到商业果胶色泽指标,同时试验中未考虑果胶纯度问题,后续试验中将进一步研究苹果果胶的脱色及除杂问题。

参考文献

- [1] 邓红,张宝善,李小平.从苹果渣中提取食用纤维和果胶的研究[J].食品科技,2002(5):62-63.
- [2] Kulkarni S G, Vijayanand P. Effect of extraction conditions on the quality characteristics of pectin from passionfruit peel (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa* L.)[J]. LWT-Food Science and Technology, 2010, 43: 1026-1031.
- [3] 禹婷,姚丽,阳淑,等.不同时期苹果渣提取高甲氧基果胶的特性研究[J].北方园艺,2012(6):161-163.
- [4] 李宏睿,邹立强,韩雅惠,等.芦柑皮果胶提取工艺的研究[J].保鲜与加工,2011,11(1):32-35.
- [5] 徐培娟,刘晶晶.柑橘皮中果胶的提取工艺研究[J].食品工业科技,2008(3):208-209.
- [6] 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,2000,21(3):19-21.
- [7] 王鸿飞,李和生,谢果凰,等.桔皮中果胶提取技术的试验分析[J].农业机械学报,2005,36(3):82-85.