

doi:10.11937/bfyy.20171572

微波辅助盐析法提取富川脐橙皮果胶的工艺

潘百明, 何彩梅, 梁昌祥, 唐施盈

(贺州学院 食品与生物工程学院, 广西 贺州 542899)

摘要:以富川脐橙皮为试材,采用微波辅助盐析法提取果胶。通过单因素试验和正交实验考察微波功率、微波时间、液料比、硫酸铝用量等因素对果胶得率的影响。结果表明:脐橙皮果胶提取工艺最佳微波时间为 5 min,功率为 400 W,液料比为 8:1 mL·g⁻¹,硫酸铝用量为 0.7 g,在此条件下,脐橙皮果胶得率为 22.33%。采用微波辅助盐析法得到的最佳脐橙皮果胶提取工艺参数,可为工业化生产提供必要的技术支持。

关键词:微波辅助;盐析法;富川脐橙皮;果胶

中图分类号:TS 255.43 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2017)24-0156-05

富川脐橙果实大而美观,色泽鲜艳,肉质脆嫩,化渣,多汁,芳香,无核,可溶性固形物含量(主要指含糖量)高达 13%~15%,风味极佳^[1],曾获“优秀产品”金奖、“中国名牌农产品”称号。富川脐橙营养丰富,不仅含有人体所必需的各类营养成分,还富含类黄酮、多酚、维生素 C、多种氨基酸等多种功能活性成分^[2]。随着富川脐橙知名度的提升,富川脐橙的种植面积和产量也在不断扩大,目前年种植面积已达 5.3 万 hm²,年产量超过 30 万 t。

果胶(pectin)是广泛存在于高等植物组织细胞壁之间的天然糖类高分子聚合物,属于亲水性植物胶。果胶的性质和功能使其在食品、纺织、医药、环境、生物等领域应用广泛^[3],大有供不应求之势。脐橘皮作为果实废弃物,果胶含量丰富,约占干质的 10%~30%^[2,4]。微波辅助提取法因具

有提取时间短、溶剂消耗量小、提取率高,且能够保留提取物的天然活性等优点,已广泛应用于天然有效成分的提取^[4-7]。

目前有关微波辅助盐析法提取脐橙皮果胶的研究报道不多。该研究以富川脐橙皮为原料,采用微波辅助盐析法提取果胶。通过单因素试验和正交实验考察微波功率、微波时间、液料比、硫酸铝用量等因素对果胶得率的影响。采用微波辅助盐析法得到脐橙皮果胶最佳的提取工艺参数,建立了一条成本低、提取率高的工艺路线,以减少资源浪费,提高富川脐橙产业的经济效益,为富川脐橙资源的开发利用提供参考价值。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试脐橙采摘于富川脐橙种植基地。

供试试剂:盐酸、硫酸、氨水、无水乙醇、硫酸铝、活性炭均为国产分析纯。

供试仪器:TDL-40B 台式离心机(上海安亭科学仪器厂)、水浴恒温振荡器(江苏省金坛市医疗仪器厂)、JJ 型精密增力电动搅拌机(江苏省金坛市佳美仪器有限公司)、101-1-BS 电热恒温鼓风干燥箱(上海跃进医疗器械厂)、QYYS-40A 微量元素型前沿实验室超纯水机(重庆前沿水处理

第一作者简介:潘百明(1960-),男,本科,教授,现主要从事生物工程的学与科研等工作。E-mail: shwjs@126.com.

基金项目:贺州学院科研资助项目(HZUJS201617);广西壮族自治区中青年教师基础能力提升资助项目(KY2016LX377);广西科学研究与技术开发计划课题资助项目(桂科能 14258003);贺州学院 2016 年大学生创新创业资助项目(201611838034);贺州市科学研究与技术开发计划资助项目(贺科攻 1707023)。

收稿日期:2017-07-14

设备有限公司)、G80F23CPS-Q5(R0)格兰仕微波炉(佛山市顺德区格兰仕微波炉有限公司)、pH-10精密酸度计(北京赛多利斯仪器系统有限公司)等。

1.2 试验方法

1.2.1 脐橙皮预处理

将脐橙皮于蒸馏水中浸泡 30 min;沸水煮沸 10 min(灭酶),沥干,水洗后用热水漂洗至无色。置 80 ℃烘箱烘干至恒重,切成 0.1~0.3 mm³ 粒状备用。

1.2.2 脐橙皮果胶的提取工艺

称取 5.0 g 脐橙皮,加入 60 mL 0.05 mol·L⁻¹ HCl,调 pH 至 2.0,300 W 微波提取 4 min 后,加入 3%提取液质量的活性炭,60 ℃脱色 30 min^[8],过滤。滤液在恒温水浴锅中恒温至 60 ℃,缓慢加入 0.6 g 硫酸铝,冷却至室温后,用浓氨水调 pH 至 5.0,放置 60 min 后,4 000 r·min⁻¹离心、水洗,得白色果胶酸铝。用 $V_{\text{HCl}}:V_{\text{乙醇}}:V_{\text{水}}=3:60:37$ 的脱盐液,按

$V_{\text{脱盐液}}:m_{\text{果胶酸铝}}$ 为 20:1(mL·g⁻¹),进行酸化乙醇脱盐^[9]。脱盐后的果胶放入 50 ℃烘箱中干燥,即可得果胶成品。

1.2.3 果胶得率的计算

$\eta=m_1/m$ 。式中, η 为果胶得率; m_1 为提取果胶的质量(g); m 为脐橙皮的质量(g)。

1.2.4 单因素试验

微波时间选取 3、4、5、6、7 min 共 5 个水平,微波功率选取 100、200、300、400、500 W 共 5 个水平,液料比选取 6:1、8:1、10:1、12:1、14:1 mL·g⁻¹ 共 5 个水平,硫酸铝用量选取 0.5、0.6、0.7、0.8、0.9 g 共 5 个水平,分别进行单因素试验。

1.2.5 正交实验

在单因素试验结果的基础上,以脐橙皮果胶得率为考察指标,选取微波时间、微波功率、液料比、硫酸铝用量,4 因素 3 水平进行 L₉(3⁴)正交实验,然后确定脐橙皮中果胶提取的最佳工艺条件,因素水平见表 1。

表 1

正交实验设计因素与水平

Table 1

Factor and level of orthogonal test design

水平 Level	因素 Factor			
	A 微波时间 Microwave time/min	B 微波功率 Microwave power/W	C 液料比 Solvent-solid ratio/(mL·g ⁻¹)	D 硫酸铝用量 Al ₂ (SO ₄) ₃ usage/g
1	4.0	300	8:1	0.6
2	4.5	350	10:1	0.7
3	5.0	400	12:1	0.8

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 微波时间对果胶得率的影响

在液料比 12:1 mL·g⁻¹,提取液 pH 2.0,微波功率 300 W,硫酸铝用量 0.6 g,盐析 pH 5.0,盐析温度 60 ℃,盐析时间 60 min 条件下,由图 1 可知,果胶得率先是随着微波时间的增加上升,5 min 后下降。主要的原因:随着微波加热提取时间的增加,脐橙皮内部温度增大,加速了细胞破裂,果胶快速溶出,提高了果胶得率^[6]。但随着微波时间的延长,温度逐渐增加,高温导致果胶降解,使果胶得率下降,因此选择微波时间为 5 min。

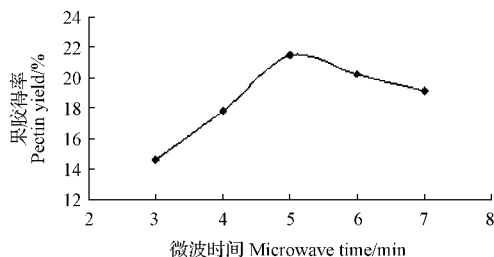


图 1 微波时间对果胶得率的影响

Fig. 1 Effect of microwave time on pectin yield

2.1.2 微波功率对果胶得率的影响

在液料比 12:1 mL·g⁻¹,提取液 pH 2.0,微波时间 4 min,硫酸铝用量 0.6 g,盐析 pH 5.0,盐析温度 60 ℃,盐析时间 60 min 条件下,由图 2 可知,随着微波功率的增大,果胶得率明显增加,

当微波功率达到 400 W 时,果胶得率达到峰值,随着微波功率的增大,果胶得率下降。微波功率增大会造成脐橙皮内部温度升高,导致其细胞快速破裂,易于果胶溶出。但微波功率过高会引起果胶变性、裂解,从而使果胶得率下降。因此选择微波功率为 400 W。

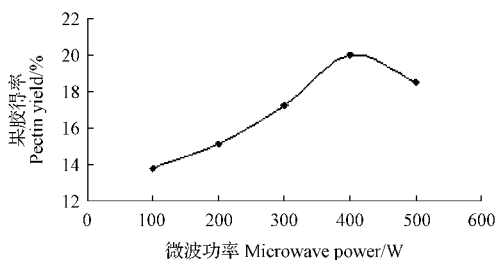


图2 微波功率对果胶得率的影响

Fig. 2 Effect of microwave power on pectin yield

2.1.3 液料比对果胶得率的影响

在提取液 pH 2.0,微波功率 300 W,微波时间 4 min,硫酸铝用量 0.6 g,盐析 pH 5.0,盐析温度 60 ℃,盐析时间 60 min 条件下,由图 3 可知,液料比低不利于脐橙皮中的果胶质水解成果胶,随着液料比的增加,果胶得率明显增大,当液料比为 10 : 1 mL · g⁻¹时,果胶得率达到最大。当液料比继续增大,溶液中果胶得率反而降低。液料比显著影响提取得率^[7,10],料液比小,相对稀释了提取物的浓度,果胶得率低,而料液比大,不利于果胶的溶出。果胶的提取既要使原果胶尽量多地转化为可溶性果胶,又要尽可能减少可溶性果胶的降解^[3]。因此选择液料比为 10 : 1 mL · g⁻¹。

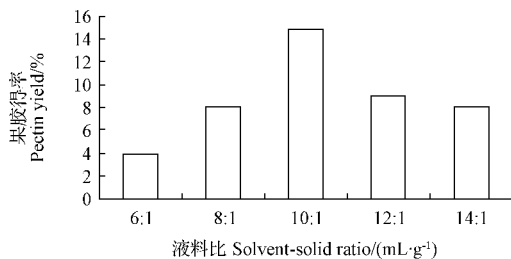


图3 液料比对果胶得率的影响

Fig. 3 Effect of solvent-solid ratio on pectin yield

2.1.4 硫酸铝用量对果胶得率的影响

在液料比 12 : 1 mL · g⁻¹,提取液 pH 2.0,微波功率 300 W,微波时间 4 min,盐析 pH 5.0,

盐析温度 60 ℃,盐析时间 60 min 条件下,由图 4 可知,硫酸铝用量的多少直接影响果胶的得率。硫酸铝用量在 0.5~0.8 g,随着盐用量的增加,果胶得率上升;盐用量在 0.8 g 时,达到峰值,继续增加反而下降。这是因为 Al³⁺ 浓度太低,果胶沉淀不完全,得率低。Al³⁺ 浓度过大,易形成 Al(OH)₃ 沉淀,此时生成的胶体是果胶酸铝和氢氧化铝的混合物,脱盐液中的酸仅能中和 Al(OH)₃,并不能将果胶酸铝中的铝置换出来,析出的果胶量减少,果胶得率下降^[4]。因此选择硫酸铝用量为 0.8 g。

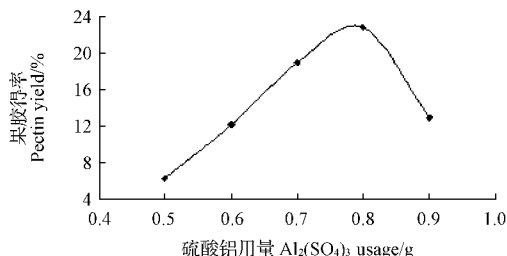


图4 硫酸铝用量对果胶得率的影响

Fig. 4 Effect of Al₂(SO₄)₃ usage on pectin yield

2.2 正交实验结果

由表 2 可知,影响脐橙皮果胶提取因素的主要顺序为 A>D>B>C,最佳组合为 A₃D₂B₃C₁,即微波时间为 5 min,功率为 400 W,液料比为 8 : 1 mL · g⁻¹,硫酸铝用量为 0.7 g,在此最佳提取条件下,脐橙皮果胶得率为 22.33%。

3 讨论与结论

采用微波辅助盐析法,通过单因素试验和正交实验得出影响脐橙皮果胶提取因素的主要顺序为 A>D>B>C,最佳组合为微波时间为 5 min,功率为 400 W,液料比为 8 : 1 mL · g⁻¹,硫酸铝用量为 0.7 g,在此最佳提取工艺条件下,脐橙皮果胶得率为 22.33%。

目前已有许多有关柑橘果皮果胶提取工艺方面的研究报道,如蔡定建等^[11]采用水浴浸提法提取脐橙皮中果胶,果胶得率为 9%。李春海^[12]采用酸提醇沉技术从脐橙皮中提取果胶,果胶得率为 5.8%。曾柏全等^[13]用乙醇沉淀法和混合盐析法从脐橙皮中提取果胶,发现用乙醇沉淀法果胶得

表 2

Table 2

正交实验结果

Result of orthogonal test

试验号	A 微波时间	B 微波功率	C 液料比	D Al ₂ (SO ₄) ₃ 用量	果胶得率
No.	Microwave time/min	Microwave power/W	Solvent-solid ratio/(mL · g ⁻¹)	Al ₂ (SO ₄) ₃ usage/g	Pectin yield/%
1	1(4, 0)	1(300)	1(8 : 1)	1(0. 6)	19. 78
2	1	2(350)	2(10 : 1)	2(0. 7)	20. 03
3	1	3(400)	3(12 : 1)	3(0. 8)	19. 31
4	2	1	2	3	19. 18
5	2	2	3	1	19. 56
6	2	3	1	2	22. 23
7	3	1	3	2	20. 87
8	3	2	1	3	20. 36
9	3	3	2	1	22. 11
K ₁	19. 71	19. 94	20. 79	20. 48	
K ₂	19. 35	19. 98	20. 44	21. 04	
K ₃	21. 11	21. 21	19. 91	19. 62	
极差 R	1. 76	1. 27	0. 88	1. 42	
因素主→次			ADBC		
最优组合条件			A ₃ D ₂ B ₃ C ₁		

率为 10. 15%，用混合盐析法果胶得率为 4. 28%。阮尚全等^[14]采用超声波辅助提取血橙皮中果胶，果胶得率为 15. 89%。魏秋红等^[4]分别采用微波辅助法和直接加热法提取脐橙皮果胶，与直接加热提取法相比，微波辅助法的提取时间由 90 min 缩短至 5 min，果胶得率由 17. 11% 提高到 25. 49%。因此应用微波辅助法提取脐橙皮中的果胶能有效的缩短提取时间，提高提取得率。

参考文献

[1] 肖文毅,唐坤宁. 富川县脐橙产业升级对策研究与分析[J]. 中国果业信息, 2010, 27(3): 19-21.

[2] 邱洁文,沈丽娟,王辑义. 富川脐橙果实品质改进与提高之要点[J]. 广西园艺, 2004(3): 26-27.

[3] 刘丽平,张淑华,及雪敏. 果胶的提取及应用研究进展[J]. 江苏农业科学, 2016, 44(8): 30-34.

[4] 魏秋红,张东军,贾娟. 微波辅助提取脐橙皮果胶的工艺研究[J]. 江苏调味副品, 2014(4): 17-19.

[5] 张秀芳,王克冰,闫晓霖. 微波辅助酸法提取柚子果胶的工

艺优化[J]. 南方农业学报, 2014, 45(11): 2041-2045.

[6] 马亚琴,吴厚玖,周志钦,等. 微波辅助提取柑橘鲜皮渣中果胶的工艺优化[J]. 食品科学, 2012, 133(24): 31-35.

[7] 刘焕云,李慧荔,顿博影. 微波加热法提取柚子果皮果胶的工艺[J]. 农业工程学报, 2008(8): 302-304.

[8] 汪海波,汪芳安,潘从道. 柑橘果皮果胶的改进提取工艺研究[J]. 食品科学, 2007, 28(2): 136-141.

[9] 刘玲玲,胡欣培,娄伦蛟,等. 对南瓜果胶提取工艺的改进[J]. 农产品加工, 2010(7): 87-90.

[10] 马亚琴,孙志高,吴厚玖,等. 响应面法优化提取甜橙皮渣中果胶的工艺[J]. 食品科学, 2010, 31(14): 10-13.

[11] 蔡定建,谢志鹏,罗六保,等. 脐橙皮中黄酮类化合物与果胶的分离和提取研究[J]. 分析测试技术与仪器, 2006, 12(4): 239-242.

[12] 李春海. 脐橙皮果胶的提取工艺研究[J]. 广东石油化工学院学报, 2012, 22(1): 8-9.

[13] 曾柏全,姚跃飞,刘虹,等. 冰糖脐橙皮中果胶提取方法研究[J]. 中国林副特产, 2006(2): 4-5.

[14] 阮尚全,黄雀宏,卓莉,等. 超声波辅助提取塔罗科血橙皮中果胶的研究[J]. 河南农业科学, 2013, 42(1): 152-154.

Processing Technology of Microwave-assisted Salting Out Method
Extracting Pectin From Fuchuan Navel Orange Peel

PAN Baiming, HE Caimei, LIANG Changxiang, TANG Shiyong
(Department of Food and Bioengineering, Hezhou University, Hezhou, Guangxi 542899)

Abstract: Using Fuchuan navel orange peel as test material, the pectin was extracted by microwave assisted salting out method. The effects of microwave power, microwave time, solvent-solid ratio and Al₂(SO₄)₃ usage on pectin extraction were studied using single factor and orthogonal tests. The

doi:10.11937/bfyy.20171150

杏花提取物抗氧化活性与其绿原酸含量的相关性

梁永锋, 王学峰, 马文霞, 李嘉会

(宁夏师范学院 化学化工学院, 宁夏 固原 756000)

摘要:以杏花提取物为试材, 维生素 C 和绿原酸标准品为对照品, 采用 $K_3Fe(CN)_6$ 测定其还原能力, D-脱氧核糖-铁体系法、二苯代苦味酰基自由基和邻苯三酚自氧化法测定杏花提取物中绿原酸的抗氧化活性。结果表明: 杏花提取物具有较强的还原性, 其抗氧化活性与绿原酸含量密切相关。其中杏花提取物抗羟基自由基活性高于维生素 C, 浓度为 $200 \mu g \cdot mL^{-1}$ 时, 其还原性可达到 64.90%; 抗超氧阴离子自由基活性略低于维生素 C, 浓度为 $200 \mu g \cdot mL^{-1}$ 时, 抗氧化活性为 95.26%; 抗二苯代苦味酰基自由基活性比维生素 C 略高, 当浓度为 $200 \mu g \cdot mL^{-1}$ 时, 抗氧化活性为 81.34%。该研究说明, 杏花提取物的还原性和抗氧化活性与绿原酸具有良好的数量关系, 杏花中的抗氧化活性物质主要是绿原酸。

关键词: 杏花提取物; 抗氧化; 绿原酸; 相关性

中图分类号: R 284.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2017)24-0160-05

杏花属蔷薇科杏 (*Prunus armeniaca*) 树的花, 是一种民间常用中药, 杏花亦称“中医之花”。杏花中含有绿原酸、多糖、黄酮等多种对人体有益的活性成分^[1-2]。

绿原酸具有清除自由基、抑制癌细胞突变、抗肿瘤等多种药理作用^[3]。自由基是人体代谢的产

物, 主要以超氧阴离子、羟基自由基和过氧化氢自由基等形式存在于人体内, 许多疾病与体内自由基含量过高有关, 如动脉粥样硬化、高血压、癌症、心肌缺血灌注损伤、关节炎和类风湿等^[4]。用人工合成的抗氧化剂来消除体内的自由基和治疗疾病, 往往效果不佳, 且产生毒副作用, 因此, 近年来关于中草药的抗氧化活性研究越来越引起自由基医学的重视^[5-6]。

该研究通过近年来普遍采用的中药抗氧化活性评价方法二苯代苦味酰基自由基法, D-脱氧核糖-铁体系法和邻苯三酚自氧化法^[7]对杏花提取物的抗氧化活性与其绿原酸含量的相关研究, 为进一步研究杏花的药理作用和开发其药用价值提供参考。

第一作者简介: 梁永锋(1963-), 男, 硕士, 教授, 研究方向为天然产物分析及应用。E-mail: qylyf338@163.com

基金项目: 宁夏回族自治区科技支撑计划资助项目(NXKJZC2015); 宁夏师范学院“六盘山资源开发与利用工程中心”资助项目(HG16-08); 宁夏师范学院科研资助项目(NXSFBY1789)。

收稿日期: 2017-07-10

results showed that the microwave time was 5 minutes, optimum pectin microwave power was 400 W, solvent-solid ratio was $8 : 1 mL \cdot g^{-1}$ and $Al_2(SO_4)_3$ usage was 0.7 g, and the extractive yield of the pectin in navel orange peel was 22.33%. The extraction technology of pectin from Fuchuan navel orange peel prepared by microwave assisted salting out method could provide necessary technical support for industrial production.

Keywords: microwave assisted; salting out method; Fuchuan navel orange peel; pectin