



橘皮果胶的提取及果胶膜制备工艺参数的优化

许 茹, 武文洁, 南 岳

(天津科技大学材料科学与化学工程学院, 天津 300457)

摘 要: 采用 3 种不同的方法从橘皮中提取果胶, 探讨果胶膜成膜因素对制备膜性能的影响, 研究制备膜的最佳工艺。结果表明: 酒石酸酸解盐析法提取果胶效果最好, 提取率达 10.35%; 果胶质量分数、变性淀粉质量分数及助膜剂质量分数均影响制备果胶膜的抗拉强度; 影响制备果胶膜抗拉强度的主要因素顺序为助膜剂质量分数 > 果胶质量分数 > 变性淀粉质量分数, 果胶质量分数 2.5%、助膜剂质量分数 3.0%、变性淀粉质量分数 10.0% 为制备膜的最佳工艺条件。

关键词: 橘皮果胶; 提取; 果胶膜

中图分类号: O69

文献标志码: A

文章编号: 1672-6510(2011)02-0021-03

Optimization of Process Parameters on Pectin Extraction from Orange Peel and Preparation of Pectin Film

XU Ru, WU Wen-jie, NAN Yue

(College of Material Science and Chemical Engineering, Tianjin University of Science & Technology,
Tianjin 300457, China)

Abstract: Pectin was extracted from orange peel by three different methods. The effects of pectin concentration, glycerol concentration and modified starch on the properties of pectin film were investigated and optimal process was studied. The results showed that the total pectin extraction efficiency is 10.35% by the tartaric acid hydrolysis and salting-out method. Finally, the results indicate the effects of glycerol concentration, pectin concentration, and modified starch addition on intensity of tension of the pectin film is significant. The main sequence of the factors affecting tensile strength of pectin film is as follows: glycerol concentration > pectin concentration > modified starch addition. The optimum concentrations of pectin, glycerol and modified starch are 2.5%, 3.0% and 10.0%, respectively.

Keywords: pectin from orange peel; extraction; pectin film

果胶是天然的高分子多糖聚合物, 是从植物材料中制备的一群复杂胶状多聚体^[1]。其基本结构为以半乳糖醛酸为单位且由 α -1, 4-糖苷键连接而成的酸性大分子多糖。柑橘皮中约含 20% 的果胶, 随着我国柑橘栽种面积的逐年增加, 柑橘皮来源的广泛, 对柑橘皮进行深加工, 将提高柑橘的附加值^[2-3]。

目前, 发达国家竞相研制环保生物可降解包装材料及可食性包装材料^[4-6]。虽然我国在这一领域中有一些研究成果^[7-8], 但是以果胶为基准物质在可食性和可降解性包装材料中的研究很少。

关于橘皮果胶提取研究的报道有酸解醇析法^[9]、酸解盐析法^[10]、酶提取法^[11]、微波提取法^[12]等。本实

验以橘皮为原料, 采用盐酸酸解醇析法、酒石酸酸解醇析法、酒石酸酸解盐析法从中提取果胶, 比较不同提取工艺提取果胶的效果, 并在果胶中添加不同添加剂制备果胶膜, 研究果胶的成膜特性, 分析成膜条件, 以期制备方便、新型、无公害、可食的固体包装材料。

1 材料与方法

1.1 原料与仪器

橘皮, 市售新鲜柑橘取皮后将皮风干; 体积分数为 95% 乙醇, 分析纯, 天津市北方天医化学试剂厂; 酒石酸, 分析纯, 天津市北方化玻采购销售中心; 变性

淀粉,分析纯,天津市北方天医化学试剂厂;丙三醇(助膜剂),分析纯,天津市化学试剂六厂.

JT302N 型电子天平,上海精天电子仪器有限公司;pHS-3C 型精密 pH 计,天津市盛邦科学仪器技术有限公司;RE-52A 型旋转蒸发仪,上海亚荣生化仪器厂;MZ-4102 型冲片机,江都市明珠试验机械厂;CH-1-BT 型百分台式测厚仪,上海六菱仪器厂;物性测试仪,深圳市新三思材料检测有限公司.

1.2 橘皮果胶的提取

1.2.1 橘皮预处理

将橘皮剪成小块,用沸水煮,以钝化果胶酶;然后用清水洗去糖分直到洗至无色为止,并挤压除去大部分水分.

1.2.2 不同方法提取果胶

盐酸酸解醇析法制备果胶:在处理好的橘皮中加入去离子水,用浓HCl调pH至2.5,在 85 ℃水浴加热;提取后过滤,旋转蒸发浓缩,用氨水调节 pH 到中性,加入体积分数 95%的乙醇,果胶呈絮状析出,静置,抽滤,干燥,称量并测定果胶含量^[13],回收乙醇.

酒石酸酸解醇析法制备果胶的方法同盐酸酸解醇析法,只是把盐酸换成酒石酸溶液.

酒石酸酸解盐析法制备果胶:在酒石酸提取的果胶液中按比例加入配制好的饱和硫酸铝溶液,搅拌,用浓氨水调 pH 到中性,静置 1 h,抽滤得果胶沉淀,加入脱盐液脱盐,过滤,干燥,称量,测定果胶含量.

1.3 果胶膜的制备

称一定量提取出的果胶溶于蒸馏水中,制成一定质量分数的果胶液,分别添加天然可食用助膜剂和变性淀粉^[14]. 上述液体置于恒温水浴中加热一段时间后,充分搅拌,再置于模具中自然干燥,揭膜置于容器中保存待用.

1.4 膜性能的测定

在被测膜上随机取 3 点,用百分台式测厚仪测量膜的厚度,读数时准确到 0.001 mm.

将膜裁成大小为中间段 0.5 cm×2.5 cm 的工型条,用物性测试仪测定膜的最大断裂张力、抗拉强度以及断裂伸长率^[15]. 测样湿度为 50%,每种膜测定 3 个样. 物性测试仪夹距设定为 25 mm,拉伸速度设定为 1 mm/s.

2 结果与讨论

2.1 橘皮果胶提取方法的确定

根据 1.2.2 实验方法取 30 g 风干的橘皮,分别采

用盐酸酸解醇析法、酒石酸酸解醇析法和酒石酸酸解盐析法提取橘皮中的果胶,实验结果见表 1.

表 1 不同方法提取橘皮中果胶提取率的比较

Tab.1 Comparison of pectin extraction yield by different methods

提取方法	提取率/%	果胶质量分数/%
盐酸酸解醇析	8.43	66.69
酒石酸酸解醇析	8.63	65.27
酒石酸酸解盐析	10.35	65.94

从表 1 中可以看出采用这 3 种方法提取出来的果胶其果胶质量分数都大于 65%,而果胶中最重要的成分为半乳糖醛酸,说明提取出来的果胶中半乳糖醛酸含量都大于 65%,符合 QB 2484—2000《食品添加剂·果胶》中的要求. 其中,酒石酸酸解盐析法提取果胶的效果最好,提取率可以达到 10.35%. 原因可能是酒石酸是有机酸,能更好地使橘皮中原果胶转化成水溶性果胶,使其提取率比其他方法更高. 后续实验采用酒石酸酸解盐析法提取的果胶制备果胶膜.

2.2 果胶膜性能的影响因素

2.2.1 助膜剂质量分数对果胶膜性能的影响

表 2 为果胶质量分数为 2.5%、变性淀粉质量分数 10%条件下,不同助膜剂质量分数对制备的果胶膜性能的影响.

表 2 不同助膜剂质量分数对膜性能的影响

Tab.2 Effects of different adding amount of glycerin on properties of pectin films

助膜剂/%	膜厚度/mm	抗拉强度/MPa	断裂伸长率/%
1	0.082	—	—
2	0.094	—	—
3	0.078	2.55	8.69
4	0.118	6.14	17.65
5	0.183	1.38	9.90
6	0.143	1.67	18.62
8	0.164	1.11	17.55
10	0.337	0.49	13.08
15	0.204	0.13	16.58

从表 2 中可以看出:在助膜剂质量分数低于 3%时,所成的膜开裂,成不了一张完整的膜,这是由于添加助膜剂少时,所保留的水分少,果胶分子间结合水过少,所成膜开裂故拉伸强度和断裂伸长率无法测得,而助膜剂质量分数高于 3%时,抗拉强度随着助膜剂质量分数的增大先增大后减小. 在助膜剂质量分数为 4%时,有最大抗拉强度. 其原因是助膜剂浓度高时,随着助膜剂质量分数增大,单位体积羟基数目增多,结合水分的能力增加,使膜中水的成分较多,从而降低了膜中果胶物质的相对含量,削弱了物质中分子间的相互作用,导致膜的致密性下降,结构变差,抗

拉强度下降。

2.2.2 果胶质量分数对果胶膜性能的影响

变性淀粉质量分数为 10.0%、助膜剂质量分数为 4.0%条件下, 改变果胶质量分数, 制备果胶膜, 膜的厚度、抗拉强度及断裂伸长率见表 3。

表 3 果胶质量分数对膜性能的影响
Tab.3 Effects of different concentrations of pectin on properties of pectin film

果胶/%	膜厚度/mm	抗拉强度/MPa	断裂伸长率/%
1.0	0.135	0.42	3.87
1.5	0.137	0.68	0.29
2.0	0.121	1.01	15.24
2.5	0.118	6.14	17.65
3.0	0.145	2.65	4.87
3.5	0.221	2.35	8.89

从表 3 可以看出, 果胶质量分数对抗拉强度有一定的影响。一般情况下, 抗拉强度随着果胶质量分数的增大而增大, 但实验表明果胶膜的抗拉强度随果胶质量分数的增大出现先升高后降低的趋势, 这可能是因为果胶质量分数过大时制备出的果胶膜发黏, 导致抗拉强度下降, 在果胶质量分数为 2.5% 时有最大的抗拉强度。

2.2.3 变性淀粉质量分数对果胶膜性能的影响

果胶质量分数为 2.5%、助膜剂质量分数 4.0% 下, 不同变性淀粉质量分数对可食性固体膜性能的影响见表 4。

表 4 变性淀粉质量分数对膜性能的影响
Tab.4 Effects of different concentrations of crossed starch on properties of pectin films

变性淀粉/%	膜厚度/mm	抗拉强度/MPa	断裂伸长率/%
2.0	0.121	1.01	15.24
4.0	0.138	1.02	19.13
5.0	0.121	1.22	10.43
6.0	0.184	1.43	7.85
8.0	0.100	1.67	29.20
9.0	0.142	3.74	20.15
10.0	0.118	6.14	17.65
11.0	0.151	4.81	16.85
12.0	0.190	2.26	12.28
14.0	0.174	—	—

从表 4 中可以看出, 随着变性淀粉质量分数的增大, 抗拉强度先增大后降低, 在 10% 处有最大抗拉强度, 但是变性淀粉质量分数超过 14% 时果胶质量分数和助膜剂质量分数过低, 使果胶膜中水分减少, 导致果胶膜开裂。

2.3 果胶膜性能影响因素正交实验

选用制膜果胶质量分数、助膜剂质量分数及变性

淀粉质量分数为影响因素(表 5), 分 3 水平进行正交实验, 通过测试制备膜的抗拉强度, 确定最佳制膜工艺参数。表 6 为正交实验结果。

表 5 正交实验因素水平表
Tab.5 Factors and levels of orthogonal test

水平	(A) 果胶 质量分数/%	(B) 助膜剂 质量分数/%	(C) 变性淀粉 质量分数/%
1	2.0	3.0	8.0
2	2.5	4.0	10.0
3	3.0	5.0	12.0

表 6 膜抗拉强度正交实验结果

Tab.6 Results of orthogonal test and range analysis

编号	A	B	C	抗拉强度/MPa
1	1	1	1	0.785 7
2	1	2	2	1.193 9
3	1	3	3	0.768 9
4	2	1	2	2.553 4
5	2	2	3	1.245 2
6	2	3	1	0.941 2
7	3	1	3	2.020 5
8	3	2	1	0.934 9
9	3	3	2	0.796 3
k_1	2.748 5	5.359 6	2.661 8	
k_2	4.739 8	3.374 0	4.543 6	
k_3	3.751 7	2.506 4	4.034 6	
R	0.663 7	0.951 0	0.627 2	

从表 6 中各影响因素的极差值可以看出, 影响果胶膜抗拉强度的主次顺序为 $B > A > C$, 这说明果胶膜的抗拉强度主要受助膜剂因素的影响。从表 6 可以看出, 各因素最优组合为 $A_2B_1C_2$, 其抗拉强度最大, 即果胶质量分数 2.5%、助膜剂质量分数 3.0%、变性淀粉质量分数 10.0% 为制备膜的最佳工艺参数。

3 结 论

(1) 实验采取 3 种方法从橘皮中提取的产物都为果胶, 果胶提取物中果胶质量分数都大于 65%, 符合 QB 2484—2000《食品添加剂·果胶》中的要求, 其中提取效果最好的方法是酒石酸酸解盐析法, 提取率达到 10.35%, 远远高于盐酸酸解醇析法提取率(8.43%)和酒石酸酸解醇析法提取率(8.63%)。

(2) 单因素和正交实验结果表明, 影响制备果胶膜抗拉强度的主要因素顺序为膜助剂质量分数 > 果胶质量分数 > 变性淀粉质量分数。可食用果胶膜制备最佳工艺条件为: 果胶质量分数 2.5%、助膜剂质量分数 3.0%、变性淀粉质量分数 10.0%。

(下转第 78 页)