

黄秋葵果胶提取及溶胶特性研究

Extraction of pectin from okra and its sol property

陈伟¹ 李加兴^{1,2}

CHEN Wei¹ LI Jia-xing^{1,2}

(1. 吉首大学化学化工学院, 湖南 吉首 416000; 2. 吉首大学食品科学研究所, 湖南 吉首 416000)

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Jishou University, Jishou, Hunan 416000, China;

2. Institute of Food Science, Jishou University, Jishou, Hunan 416000, China)

摘要:以黄秋葵为原料,研究其果胶的超声辅助法提取条件及其溶胶特性。采用单因素试验探讨了料液比、pH 值、提取温度、超声时间对提取果胶的影响,利用 4 因素 3 水平正交试验进行工艺条件优化,并采用理化检测方法分析果胶纯度、干燥失重、灰分含量、pH 值、持水性和酯化度等特性。研究结果表明,在 250 W 超声功率下,黄秋葵果胶提取的最佳工艺条件为料液比 1:15 (g/mL)、pH 值 4.0、超声温度 60 ℃、时间 40 min,果胶的得率为 20.45%;黄秋葵果胶的持水性为 10.22 mL/g,酯化度为 72.43%,且干燥失重、灰分、pH 值均符合 QB 2484—2000《食品添加剂 果胶》标准要求。研究表明,黄秋葵果胶采用超声波辅助法提取得率较高,是一种持水性较好的高酯化果胶。

关键词:黄秋葵;果胶;超声辅助提取;溶胶特性

Abstract: The extraction conditions and sol property of pectin from Okra were studied by ultrasonic assisted extraction. The effects of materials-liquid ratio, pH, extraction temperature and ultrasonic time value on the extracting efficiency of pectin were studied by single-factor experiments. Then the $L_9(3^4)$ orthogonal experiment was carried out to optimize the process conditions, based on single-factor experiments, finally the physical and chemical methods were used to analyze pectin purity, dry weight loss, ash content, pH value, water holding capacity and esterification degree. At 250 W ultrasonic power, the results showed that the optimum extraction conditions were as follows. Using the ratio of materials to liquid of 1:15 (g/mL) at pH 4.0, ultrasonic treated at 60 ℃ for 40 minutes, the yield of pectin was 20.45%. The water-holding capacity of okra pectin was 10.22 mL/g, and the degree of esterification was 72.43%. In addition, the weight loss, ash and pH value were in accordance

with QB 2484—2000 (food additive pectin) standard. The results showed that the yield of okra pectin extracted by ultrasonic wave was higher, and okra pectin was highly esterified.

Keywords: okra; pectin; ultrasonic assisted extraction; sol property

黄秋葵原产自非洲地区,现已成为各国喜食的一种蔬菜。中国从印度引进黄秋葵,至今已种植约 60 年。目前,中国湖南、广东、福建等省市均有黄秋葵的栽培与分布,部分城市还在周边少量栽培供园林观赏^[1]。黄秋葵主食其长于两侧的嫩果,矿物质、蛋白质与游离氨基酸富含于嫩果中,果实内的黏性物质主要成分为多糖和果胶^[2]。现有研究^[3-4]表明,作为新型蔬菜的黄秋葵具有多种保健功能与活性有益因子,尤其是果胶含量丰富,具有预防便秘、促进胃肠蠕动、促乳、调经等功效,因而是一种老少皆宜的营养保健型蔬菜。

国内外对黄秋葵的研究主要集中在制种栽培、种子生理等研究方面^[5],而对其果胶的提取方法及溶胶特性方面的研究相对较少。目前提取果胶主要运用酸解法^[6]、盐析法^[7]、微波提取法^[8]和超声提取法^[9]等,前两种是比较传统的提取技术,存在资源利用率与得率不高的缺陷。因此,本试验在现有研究^[10-11]的基础上,对提取黄秋葵果胶的工艺条件进行优化,并对果胶纯度、干燥失重、灰分含量、pH 值、持水性和酯化度等特性进行研究,旨在为黄秋葵精深加工及开发新的果胶资源提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

黄秋葵:湖南浏阳湘纯秋葵种植专业合作社;
95%乙醇:分析纯,天津市富宇精细化工有限公司;
无水乙醇:分析纯,成都科龙化工试剂厂;
硫酸铝:分析纯,北京化工厂;
酚酞:分析纯,上海化学试剂采购供应站;
NaOH:分析纯,天津市石英钟厂霸州市化工分厂;

基金项目:湖南省科技厅 2015 年重点研发计划项目(编号:2015NK3018)

作者简介:陈伟,男,吉首大学在读本科生。

通信作者:李加兴(1969—),男,吉首大学教授,博士。

E-mail: jsljiaxing@163.com

收稿日期:2017-02-22

HCl:分析纯,衡阳市凯信化工试剂有限公司。

1.1.2 主要仪器设备

电子天平:FA2004 型,上海舜宇恒平科学仪器有限公司;

微型植物粉碎机:YZ076 型,天津市泰斯特仪器有限公司;

数显电热鼓风干燥箱:GZX9-146MBE 型,上海博迅实业有限公司;

高速组织捣碎机:DS-1 型,上海标本模型厂;

数显恒温水浴锅:HH-2 型,金坛市富华仪器有限公司;

飞鸽牌离心机:LXJ-IB 型,上海爱奉机电设备有限公司;

超声波清洗器:KQ-250E 型,济南来宝医疗器械有限公司;

雷磁 pH 计:PHS-J4A 型,上海精密科学仪器厂。

1.2 试验方法

1.2.1 工艺流程

黄秋葵嫩果→预处理→超声波提取→水浴加热→搅拌→加入盐酸(调节 pH 值)→抽滤→加入饱和硫酸铝溶液→静置→过滤→再加入盐酸、乙醇溶液→过滤→溶解、加入碱性溶液(沉淀残余铝离子)→过滤→洗涤→干燥→果胶成品

1.2.2 操作要点 将新鲜黄秋葵嫩果洗净晾干,切去头尾部分,进行干燥,粉碎、过筛,在超声提取器中加入蒸馏水混合(超声功率为 250 W),在恒温水浴锅中沸水浴加热 30 min,加入盐酸调节 pH 为 3.0 左右,超声处理一段时间后进行抽滤,将滤液倒入烧杯后加热至 50 ℃左右时,边搅拌边加入已配好的饱和硫酸铝溶液,絮状沉淀析出,静置后过滤,再将滤渣加入 0.8 mL 盐酸、100 mL 95%乙醇溶液,搅拌 30 min 后,过滤得果胶,接着将果胶溶于蒸馏水中,加入碱性溶液以沉淀残余铝离子,过滤,最后用乙醇溶液洗涤滤液两次并凝聚分离出果胶,经 50.0 ℃左右干燥即得果胶产品^[12]。

1.2.3 影响黄秋葵果胶得率的单因素试验

(1) 料液比的影响:准确称取黄秋葵粉末 5 份,装入 500 mL 烧杯中,分别按照料液比 1:10,1:15,1:20,1:25,1:30(g/mL)加入蒸馏水,在提取温度 50 ℃、提取时间 40 min、浸提 pH 值为 3.0 的条件下放入超声波提取器内提取果胶,再经上述操作得果胶成品并计算得率,以考察料液比对果胶得率的影响。

(2) 浸提 pH 的影响:准确称取黄秋葵粉末 5 份,装入 500 mL 烧杯中,分别加入盐酸调节浸提 pH 值为 2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,在料液比 1:15(g/mL)、提取温度 50 ℃、提取时间 40 min 的条件下放入超声波提取器内提取其果胶,再经上述操作得果胶成品并计算得率,以考察浸提 pH 值对果胶得率的影响。

(3) 提取温度的影响:准确称取黄秋葵粉末 5 份,装入 500 mL 烧杯中,分别将超声波提取器的温度设定为 30,40,50,60,70 ℃,在料液比 1:15(g/mL)、提取时间 40 min、浸提 pH 值为 3.0 的条件下放入超声波提取器内提取其果胶,再经上述操作得果胶成品并计算得率,以考察提取温度对果

胶得率的影响。

(4) 提取时间的影响:准确称取黄秋葵粉末 5 份,装入 500 mL 烧杯中,分别在超声波提取器内提取 30,40,50,60,70 min,在料液比 1:15(g/mL)、提取温度 50 ℃、浸提 pH 值为 3.0 的条件下提取其果胶,再经上述操作得果胶成品并计算得率,以考察提取时间对果胶得率的影响。

1.2.4 黄秋葵果胶提取条件的正交优化试验 在单因素确定超声波辅助提取法提取黄秋葵果胶的料液比、pH 值、温度、超声时间等关键参数的基础上,再采用正交试验进行工艺条件优化,以果胶得率判定最佳提取工艺条件。

1.2.5 果胶得率的测定 按式(1)计算果胶得率^[13]。

$$R = \frac{m_1}{m_0} \times 100\%, \tag{1}$$

式中:
R——果胶得率,%;
 m_0 ——原料质量,g;
 m_1 ——果胶质量,g。

1.2.6 黄秋葵溶胶特性的测定

(1) 溶胶的干燥失重、灰分含量和 pH 值:按 QB 2484—2000 执行。

(2) 持水性的测定:根据文献[14],修改如下:取 1 g (w_0)黄秋葵果胶放入 25 mL 离心管中,称重 w_1 (g),加入 10 mL 的蒸馏水,振荡 3 min 后,在室温下放置 30 min,然后在 3 000 r/min 离心 30 min,除去上清液,将离心管倒置于滤纸上,3 min 后称取质量 w_2 (g),按式(2)计算其持水性。

$$X_2 = \frac{w_2 - w_1}{w_0 \rho}, \tag{2}$$

式中:
 X_2 ——持水性,mL/g;
 w_0 ——黄秋葵果胶的质量,g;
 w_1 ——果胶加上离心管的质量,g;
 w_2 ——离心后的质量,g;
 ρ ——水的密度,g/cm³。

(3) 酯化度的测定:参考文献[15]。

2 结果与分析

2.1 各因素对黄秋葵果胶提取效果的影响

2.1.1 料液比的影响 由图 1 可知,在料液比为 1:15 (g/mL)时,果胶的得率较高。当料液比≤1:15(g/mL)时,由于黄秋葵果胶为可溶性果胶,未能完全溶解在溶剂中,而导致果胶得率较小;当料液比提高时,原料与溶剂接触更为充分,有利于其果胶的浸出,所以果胶得率有所提高,但是当料液比≥1:20(g/mL)时,原料中的果胶与溶剂中提取的果胶的浓度差越来越小,导致果胶溶出量的增幅趋于平缓,相应地还会增加后续回收溶剂的操作难度与时间。因此,料液比宜取 1:15(g/mL)左右。

2.1.2 浸提 pH 值的影响 由图 2 可知,在 pH 值为 3.0 时,果胶的得率最高。当 pH 值≤3.0 时,由于酸既可促进果胶溶解,也可使果胶裂解或者出现脱脂的现象,所以随着 pH 值的上升,果胶溶解的效应大于酸裂解的,使得果胶得率上

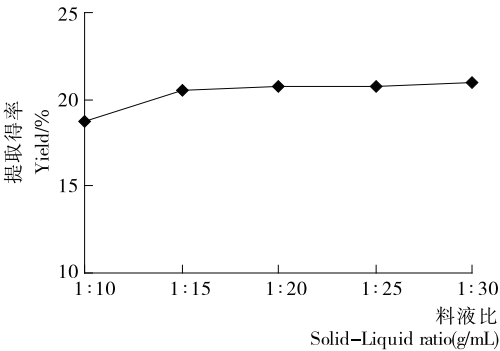


图 1 料液比对果胶提取效果的影响

Figure 1 Effect of solid-liquid ratio on extraction yield of okra pectin

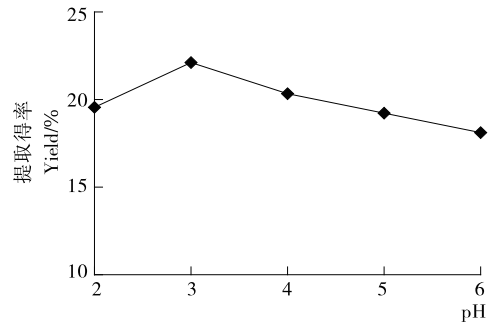


图 2 浸提 pH 值对果胶提取效果的影响

Figure 2 Effect of pH value on extraction yield of okra pectin

升;当 pH 值 ≥ 3.0 时,由于酸解程度比较小,果胶得率不断下降。因此,浸提 pH 值宜取 3.0 左右。

2.1.3 提取温度的影响 由图 3 可知,在提取温度为 50 ℃ 时,果胶的得率最高。较低温度下,由于果胶细胞未被完全破坏,果胶未完全浸出,导致果胶的得率较低,而随着提取温度的升高则有利于果胶变为水溶性果胶,故而果胶得率逐渐升高;但提取温度 ≥ 50 ℃ 后,由于浸出的果胶被高温破坏,导致果胶得率下降。因此,提取温度宜取 50 ℃ 左右。

2.1.4 提取时间的影响 由图 4 可知,在提取时间为 40 min 时,果胶的得率最高。当提取时间逐渐延长时,黄秋葵里的果胶细胞逐渐被完全破坏,促使果胶被释放出来成为水溶

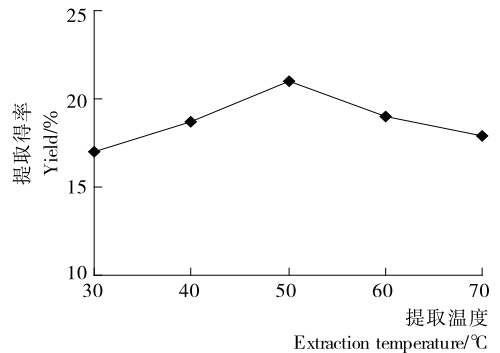


图 3 提取温度对果胶提取效果的影响

Figure 3 Effect of extraction temperature on extraction rate of okra pectin

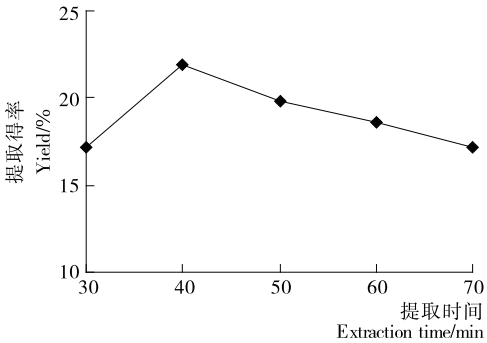


图 4 提取时间对果胶提取效果的影响

Figure 4 Effect of extraction time on extraction rate of okra pectin

性的果胶,故而果胶得率会随着提取时间的延长而逐渐提高;但当提取时间 ≥ 40 min 时,果胶得率呈下降趋势,这是由于提取时间过长容易破坏果胶,从而损失了这一部分的果胶。因此,提取时间宜取 40 min 左右。

2.2 黄秋葵果胶超声辅助提取工艺的优化

正交试验的因素与水平取值见表 1,试验设计及结果见表 2。

表 1 超声波辅助提取果胶的因素水平表

Table 1 Factors and levels of ultrasonic assisted extraction method

水平	A 料液比 (g/mL)	B 浸提 pH 值	C 提取温度/ ℃	D 提取时间/ min
1	1 : 10	2.0	40	30
2	1 : 15	3.0	50	40
3	1 : 20	4.0	60	50

表 2 最佳提取工艺条件正交试验结果与分析

Table 2 Orthogonal experiment results and analysis with optimum extraction conditions

水平	A	B	C	D	得率/%
1	1	1	1	1	17.95
2	1	2	2	2	19.78
3	1	3	3	3	19.43
4	2	1	2	3	19.21
5	2	2	3	1	19.55
6	2	3	1	2	20.05
7	3	1	3	2	19.63
8	3	2	1	3	19.80
9	3	3	2	1	19.18
k_1	18.98	18.93	19.06	18.76	
k_2	19.47	19.17	19.22	19.65	
k_3	19.30	19.66	19.50	19.35	
R	0.49	0.73	0.44	0.89	
较优水平	A ₂	B ₃	C ₃	D ₂	
因素主次	III	II	IV	I	

由表 2 可知,提取时间对黄秋葵果胶得率的影响最大,其次为浸提 pH 值,次之则是料液比,影响最小的是提取温度。最优工艺条件组合是 A₂B₃C₃D₂,即料液比为 1∶15(g/mL)、pH 值为 4.0、提取温度为 60℃、提取时间为 40 min。

由于此组合并未出现在正交试验表中,故而按照此最优工艺条件开展 3 次验证实验,黄秋葵果胶的平均得率为(20.45±0.43)%,高于正交试验表中的最高得率,表明 A₂B₃C₃D₂是最优工艺条件组合。

2.3 黄秋葵果胶的溶胶特性分析

由表 3 可知,黄秋葵果胶的干燥失重、溶胶灰分与 pH 值均符合果胶标准要求;持水性为 10.22 (mL/g),酯化度为 72.43%,是一种持水性较好的高酯果胶。

表 3 黄秋葵溶胶部分特性检测结果

Table 3 Detection results of soluble characteristics of okra Sol		
溶胶特性	QB 2484—2000 标准要求	试验检测结果
溶胶干燥失重/%	≤12	10.15
溶胶灰分/%	≤7	6.10
pH 值	2.80±0.20(高酯)	2.90
	4.75±0.25(低酯)	
溶胶持水性/ (mL·g ⁻¹)	/	10.22
溶胶酯化度/%	≥65	72.43

3 结论

在单因素试验条件下,探讨料液比、提取温度、提取时间以及 pH 值对黄秋葵果胶得率的影响,再利用正交试验进行提取工艺条件的优化。结果表明,在 250 W 超声波功率下,提取黄秋葵果胶的最优工艺组合为料液比 1∶15(g/mL)、pH 值 4.0、提取温度 60℃、提取时间 40 min,果胶平均得率为 20.45%;经分析检测,超声波辅助法提取所得的果胶酯化度为 72.43%,且干燥失重、灰分、pH 值均在果胶标准要求之内。因此,黄秋葵果胶采用超声波辅助方法提取的得率较

高,是一种持水性较好的高酯化果胶。下一步有待研究外界环境条件对黄秋葵果胶特性的影响,温度、金属离子、酸碱及食品体系可溶性固形物浓度等因素对黄秋葵果胶溶胶性能的影响,为其具体应用提供更为全面的理论依据。

参考文献

[1] 韩菊兰,李臻,胡韬,等.黄秋葵的功能特性及综合应用[J].现代农业科技,2013(3):105-106.

[2] 董彩文,刘长虹.黄秋葵食用胶的制备及应用研究进展[J].安徽农业科学,2008,36(13):5 687-5 688.

[3] 薛志忠,刘思雨,杨雅华.黄秋葵的应用价值与开发利用研究进展[J].保鲜与加工,2013,13(2):58-60.

[4] 李颖,曾俊美,郑启翔,等.黄秋葵功能成分提取技术的研究进展[J].现代食品,2015(19):72-75.

[5] 高玲,刘迪发,徐丽.黄秋葵研究进展与前景[J].热带农业科学,2014,34(11):22-29.

[6] 孙元琳,汤坚.果胶类多糖的研究进展[J].食品与机械,2004,20(6):60-63.

[7] 赵伟良.铁盐沉淀法从柑橘皮中提取果胶[J].化学世界,1995(4):215-217.

[8] 刘钟栋.微波技术在食品工业中的应用[M].北京:中国轻工业出版社,1998:154-156.

[9] 肖凯军,陈健,李巧玲,等.高频电磁场强化浸取果胶的研究[J].食品科学,2001,22(3):50-52.

[10] 黄剑波,孙哲浩,张英慧,等.黄秋葵果胶提取工艺的研究[J].现代食品科技,2007,38(12):24-28.

[11] 黄永春,马月飞,谢清若,等.超声波辅助提取西番莲果皮中果胶的研究[J].食品科学,2006,27(10):341-344.

[12] 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.

[13] 蒋平初,金继波,张锦花.果胶含量的测定[J].化学世界,2007,28(7):124-127.

[14] 董增,章建国,陈忆,等.黄秋葵籽粕分离蛋白理化性质及营养评价[J].安徽农业科学,2013,41(14):6 447-6 474.

[15] 梅新.甘薯膳食纤维、果胶制备及物化特性研究[D].北京:中国农业科学院农产品加工研究所,2010:67.

信息窗

加拿大就食品安全法规常见问题进行了解答

2017 年 4 月 13 日,加拿大食品检验署(CFIA)对加拿大食品安全法规(SFCR)提案征集到的常见问题进行了解答,明确了 SFCR 的适用范围:适合于人类消费的进出口及跨省贸易的食品(包括食品成分),同时也适用于可以供生产出口或跨省贸易的肉类产品的食用动物。不适用自用食品,在任何交通工具上(如火车、飞机、轮渡)供工作人员及旅客食用的食品,用于分析、评估、研究及贸易展示的食品,不用于人类食用或不予销售的食品

5 种情况。

此外,明确了该法规对有机食品的最新要求,如制造、加工、处理、屠宰、生产、存储、包装、标签和流通有机产品必须需要获得认证,相关主体已经获得该类有机认证的情况除外。同时就 SFCR 的许可、预防控制和预防控制计划(PCP)、产品追溯、从事进出口食品主体资质的相关要求进行了答复。

(来源:www.foodmate.net)