

# 山楂果胶提取工艺的研究

刘晓莉,姜少娟

(攀枝花学院 生物与化学工程学院,四川 攀枝花 617000)

**摘要:**为研究山楂果胶有效提取工艺方法,以干燥的山楂果粉为原料,采用传统的酸法(直接加热法)和微波辐射法提取果胶,通过单因素试验和正交试验确定果胶提取的最佳工艺参数。结果表明:山楂果胶提取的最佳工艺为微波辐射提取,功率 700 W,料液比为 1:30,提取液 pH 2.0,提取时间为 120 s,果胶提取率为 5.7%。与传统的酸法直接加热提取相比,微波提取果胶提取率增加了 1.0%,提取时间也缩短为传统酸法提取的 1/40 倍。

**关键词:**山楂;果胶;提取工艺

**中图分类号:**S661.5;TS255.3

**文献标识码:**A

**文章编号:**1002-2767(2014)10-0107-05

果胶是植物组织中提取的一种多糖,具有良好的凝胶性和乳化稳定性,被广泛应用于果酱、果冻、果脯、蜜饯、软糖、冰淇淋、焙烤食品及饮料等食品工业上<sup>[1]</sup>。目前国内规模较大的果胶生产厂家主要是以柑橘皮和苹果皮为原料。国内果胶生产能力不足,产品质量较进口果胶差,仍大量依赖进口<sup>[2]</sup>。因此从农副产品中提取果胶的技术具有极高的经济效益和社会效益。

山楂是蔷薇科植物山里红或野山楂的干燥成熟果实,其味酸甘、性微温,果、核、叶均可入药<sup>[3]</sup>。近年来,国内外学者对山楂中的化学成分、药理、炮制、制剂、组织培养、临床应用及山楂的品种鉴定和品质评价等做了大量的研究工作并取得了较大进展<sup>[4]</sup>。目前,对山楂的综合利用仅限于制作山楂制品<sup>[5]</sup>以及从山楂中提取黄酮类化合物<sup>[6]</sup>等。山楂中含有丰富的果胶物质,其含量居水果之首,鲜山楂中果胶含量达 6.4%<sup>[7]</sup>,是优质的果胶工业生产原料,应用山楂生产果胶是对山楂的综合利用,提高山楂多级精深加工。既增加了原料综合利用率、附加值和经济效益,又满足了现代企业的生产要求。

目前工业上生产果胶普遍采用传统酸提取技术,如枇杷<sup>[8]</sup>和苹果等。近年来,利用微波法从胡萝卜<sup>[9]</sup>和苹果<sup>[10]</sup>等原料中提取果胶的技术受到广泛关注。微波提取果胶设备简单、适用范围广、重现性好、萃取效率高、节省时间,已被广泛用于天然活性成分的提取,并逐渐朝着工业化方向发展。

有关山楂果胶提取的报道较多,王娜等<sup>[11]</sup>采用水提取乙醇沉淀的方法对新鲜山楂果胶进行提取,并对提取的果胶的理化性质进行了分析;刘月英<sup>[12]</sup>和唐霞<sup>[13]</sup>等采用微波-盐酸-盐析法对山楂残次果和山楂果心果胶的提取工艺进行了研究,结果表明在优化条件下果胶得率分别为 6.17% 和 5.87%。

鲜山楂由于其良好的养生保健作用备受老百姓青睐。新鲜山楂不易保存,虽然味道鲜美,但比较容易失去水分腐烂而造成浪费。现在市售山楂多为经过简单处理的泡水包装山楂。该研究以市售泡水山楂为提取原料,探索传统酸提取水浴加热法和微波提取法的最佳工艺参数,从而得到泡水包装山楂果胶提取的最佳工艺生产条件,为微波提取工艺的推广与应用打下基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

供试材料为泡水山楂(超市出售),经 50℃ 恒温干燥箱干燥后粉碎待用。试验所用仪器有 PHS-2C 精密酸度计(上海理达仪器厂);HC-TP11-10 架盘药物天平(上海天平仪器厂);DZ-KW-S-6 电热恒温水浴锅(北京永光明医疗仪器厂);MKJ-J1-8 实验室微波炉(青岛迈威机电);202 型电热恒温干燥箱(北京中兴伟业仪器有限公司);TDL-40B 离心分离机(上海安京科学仪器制造厂);电炉、纱布、烧杯等。

### 1.2 方法

**1.2.1 果胶提取过程** 称取 4 份山楂粉,每份 5 g,分别放入 250 mL 烧杯中,各加入 100 mL 蒸馏水,在 90℃ 恒温水浴槽中灭酶 8 min,取出自然冷却后按不同料液比补充加入蒸馏水,搅拌

收稿日期:2014-05-10

第一作者简介:刘晓莉(1981-),女,辽宁省凌源县人,硕士,讲师,从事天然产物提取研究。E-mail: lxxiaoli114@126.com。

20 min,调节 pH,恒温水浴下进行搅拌提取。滤液趁热用 8 层纱布挤压过滤,在  $4\,000\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$  下离心分离 10 min,取清液加入 2% 活性炭在  $40^{\circ}\text{C}$  恒温水浴锅中搅拌脱色 60 min,再用 12 层纱布过滤,滤液在搅拌下慢慢加入饱和硫酸铝溶液(体积比 2:3),再用 10% 氢氧化铵溶液在搅拌下调节 pH 至 4.0,  $40^{\circ}\text{C}$  下静置 1 h。滤布过滤后用蒸馏水冲洗至清亮,然后用 6 mL 脱盐液搅拌脱盐 20 min,在  $3\,000\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$  下离心 5 min,再用 10 mL 无水乙醇洗涤 2 次,  $3\,000\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$  离心 5 min,取出果胶产品置于培养皿中,并在  $55^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘干,即得果胶粉。

1.2.2 酸水解单因素试验 分别研究不同种类酸(盐酸、硫酸、硝酸和磷酸)、不同料液比(1:20、1:30、1:40、1:50)、提取液 pH(1.0、2.0、3.0、3.5)、提取温度(60、70、80、 $90^{\circ}\text{C}$ )、提取时间(60、80、100、120 min)对山楂果胶提取率的影响。

1.2.3 酸水解正交试验 根据单因素试验结果,确定提取液的 pH、提取温度和提取时间 3 个影响因素,按  $L_9(3^3)$  设计正交试验,因素水平见表 1。

表 1 正交试验  $L_9(3^3)$  因素水平

Table 1 Factors and levels of the orthogonal test  $L_9(3^3)$

水平 Levels	A pH	B 提取温度/ $^{\circ}\text{C}$ Temperature of extraction	C 提取时间/min Time of extraction
1	1.0	70	60
2	2.0	80	80
3	3.0	90	100

表 3 不同种类的酸对果胶提取率的影响

Table 3 The influence of different kinds of acid on pectin yield

项目 Items	0.5 mol·L <sup>-1</sup> 盐酸 0.5 mol·L <sup>-1</sup> hydrochloric acid	0.5 mol·L <sup>-1</sup> 硫酸 0.5 mol·L <sup>-1</sup> sulfuric acid	0.5 mol·L <sup>-1</sup> 硝酸 0.5 mol·L <sup>-1</sup> nitric acid	0.5 mol·L <sup>-1</sup> 磷酸 0.5 mol·L <sup>-1</sup> phosphate
果胶重量/g Pectin weight	0.56	0.57	0.47	0.54
果胶提取率/% Pectin yield	4.25	4.40	2.40	3.80

2.1.2 料液比对果胶提取率的影响 在提取温度  $80^{\circ}\text{C}$ ,提取时间 80 min, pH2.0 的条件下,不同料液比对山楂果胶提取率的影响见图 1。可知,提取时料液比 1:40 为好,料液比太大,很难保证山楂中的胶质部分全部转移到液相中,且物料粘度大,过滤困难,胶质部分残留多,提取不完全,提取率低。料液比过小,又使提取出来的山楂果胶在溶液中的浓度太低,虽过滤容易,但沉淀时饱和硫酸铝消耗量多,沉淀效果不理想,也使提取率降低。

1.2.4 微波提取单因素试验 将山楂果胶在额定 700 W 微波炉中辐射提取,分别研究不同料液比(1:20、1:30、1:40、1:50)、提取液的 pH(1.0、2.0、3.0、3.5)、不同微波提取时间(60、90、120、150 s)对山楂果胶提取率的影响。

1.2.5 微波提取正交试验 在单因素试验的基础上,按  $L_9(3^3)$  设计正交试验,因素水平见表 2。

表 2 正交试验  $L_9(3^3)$  因素水平

Table 2 Factors and levels of the orthogonal test  $L_9(3^3)$

水平 Levels	A 料液比/g·mL <sup>-1</sup> Material liquid ratio	B pH	C 辐射时间/s Microwave time
1	1:20	1.0	90
2	1:30	2.0	120
3	1:40	3.0	150

1.2.6 果胶提取率的计算方法 按公式求得:果胶提取率(%)=(果胶质量/原料质量)×100

## 2 结果与分析

### 2.1 酸水解单因素结果分析

2.1.1 酸的种类对果胶提取率的影响 在料液比为 1:40,提取温度  $80^{\circ}\text{C}$ ,提取时间 80 min 条件下,选择不同种类的酸调节 pH 至 2.0。由表 3 可知,无论选择何种酸,果胶的提取率均无较大差异。这可能是由于果胶的水解是在一定的酸性条件下进行,只要水解时达到一定的 pH,就能促进果胶质的水解,而与使用何种酸没有太大关系。为了便于取材,采用盐酸作为水解用酸。

2.1.3 提取液 pH 对果胶提取率的影响 在提取温度为  $80^{\circ}\text{C}$ ,提取时间 80 min,料液比 1:40,用 0.5 mol·L<sup>-1</sup> 的盐酸分别调不同的 pH,试验结果见图 2。当 pH 为 1 时,果胶提取率极低,是因为酸度过低,果胶脱脂裂解,使提取率降低。当 pH 在 2.0~3.5 时,随 pH 的增加,果胶提取率呈下降趋势。这是因为 pH 越高,水解速率越慢,且果胶不稳定,易水解。结果表明,果胶提取液以 pH2.0 为宜。

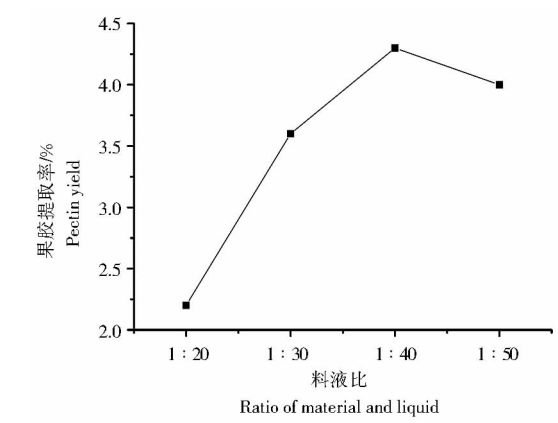


图 1 料液比对果胶提取率的影响  
Fig. 1 Effect of solid-liquid ratio on pectin yield

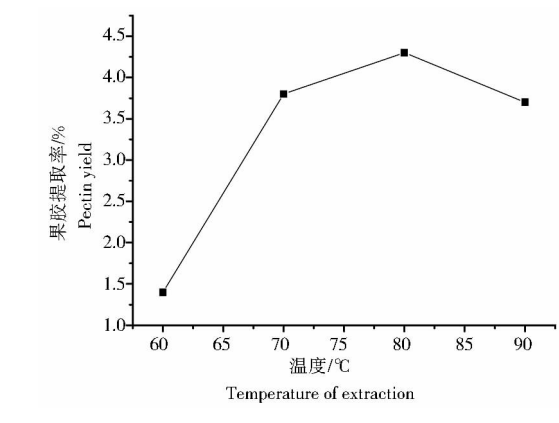


图 3 提取温度对果胶提取率的影响  
Fig. 3 Effect of extraction temperature on the pectin yield

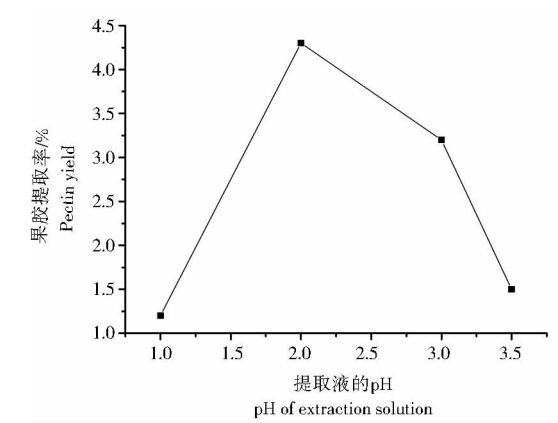


图 2 提取液的 pH 对果胶提取率的影响  
Fig. 2 Effect of pH of extraction solution on pectin yield

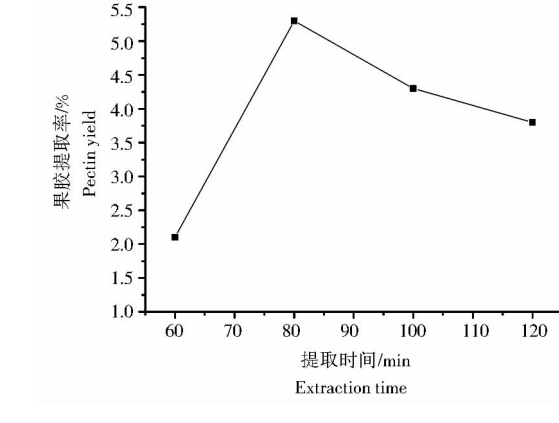


图 4 提取时间对果胶提取率的影响  
Fig. 4 Effect of extraction time on pectin yield

2.1.4 提取温度对果胶提取率的影响 在提取时间为 80 min,料液比 1:40,pH 2.0 的条件下,不同温度对山楂果胶提取率的影响见图 3。可知,60~80℃时,果胶的提取率随着提取温度的升高而增加的,在 80℃时果胶提取率最大。当温度高于 80℃时,果胶提取率呈下降趋势,是因为随温度的升高,山楂中原不溶性果胶水解为可溶性果胶,果胶提取率增加;但果胶耐热性较差,当温度过高时,果胶裂解为多糖分子,同时果胶结构破坏而糊化,使提取率下降。因此提取最适温度应控制在 80℃为宜。

2.1.5 提取时间对果胶提取率的影响 在提取温度为 80℃,料液比 1:40,pH2.0 的条件下,不同提取时间对山楂果胶提取率的影响见图 4。可知,果胶提取率随提取时间延长呈现先增加后降低的趋势,果胶的最佳提取时间为 80 min,是因为提取时间短,果胶不能充分水解;当时间过长时,果胶分子发生热解,使果胶提取率下降。

2.2 酸水解正交试验结果分析

由表 4 可知,影响果胶提取率的因素主次顺序为:A>B>C,即提取液的 pH 影响作用最大,其次是提取温度和提取时间。酸水解法提取山楂果胶的最佳提取工艺组合为 A<sub>2</sub>B<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, 即提取液

表 4 L<sub>9</sub>(3<sup>3</sup>)正交试验设计与数据处理结果分析  
Table 4 L<sub>9</sub>(3<sup>3</sup>)orthogonal test design and data processing

序号 No.	A pH	B 提取温度/℃ Temperature of extraction	C 提取时间/min Time of extraction	果胶提取率/% Pectin yield
1	1	1	1	1.1
2	1	2	2	3.7
3	1	3	3	3.5

续表 4

Continuing Table 4

序号 No.	A pH	B 提取温度/℃ Temperature of extraction	C 提取时间/min Time of extraction	果胶提取率/% Pectin yield
4	2	1	2	4.0
5	2	2	3	3.3
6	2	3	1	4.6
7	3	1	3	2.2
8	3	2	1	1.2
9	3	3	2	3.5
K1	8.3	7.3	6.9	
K2	11.9	8.2	11.2	
K3	6.9	11.6	11.0	
k1	2.8	2.4	2.3	
k2	4.0	2.7	3.7	
k3	2.3	3.9	3.6	
R	1.7	1.5	1.4	

pH2.0,提取温度 90℃,提取时间为 80 min。用优选的提取工艺条件进行验证试验,果胶提取率为 4.7%,大于任何一组正交试验值。

### 2.3 微波提取单因素影响及结果分析

2.3.1 料液比对果胶提取率的影响 在 pH 2.0,700 W 微波炉中辐射萃取 120 s 的条件下,不同料液比对山楂果胶提取率的影响见图 5。可知最适宜料液比为 1:30。

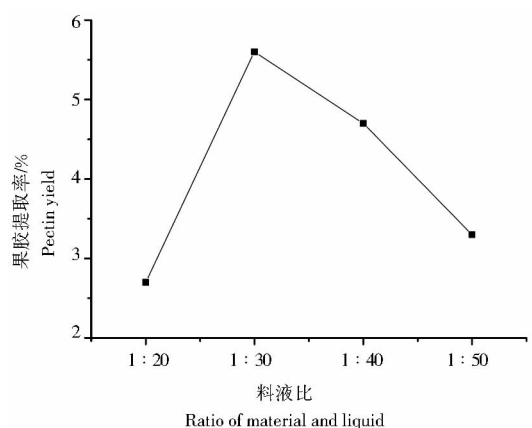


图 5 料液比对果胶提取率的影响

Fig. 5 Effect of material/liquid ratio on the pectin yield

2.3.2 提取液 pH 对果胶提取率的影响 在料液比 1:30,700 W 微波炉中辐射萃取 120 s 的条件下,不同 pH 对山楂果胶提取率的影响见图 6。可知 pH2.0 时果胶提取率最高。

2.3.3 微波提取时间对果胶提取率的影响 在料液比 1:30,pH2.0 的条件下,不同微波提取时间对山楂果胶提取率的影响见图 7。可知果胶提取率随微波辐射时间的延长而增加。当辐射时间大于 120 s 时,再延长辐射时间,果胶的提取率呈

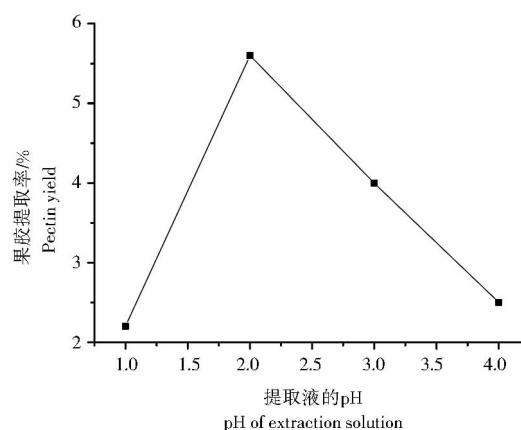


图 6 提取液的 pH 对果胶提取率的影响

Fig. 6 Effect of pH of extraction solution on the pectin yield

下降趋势,120 s 为最适宜的提取时间。这是因为辐射时间短时,果胶的水解不完全,提取率低。延长时,在酸性条件下部分果胶质发生降解,使果胶提取率降低。

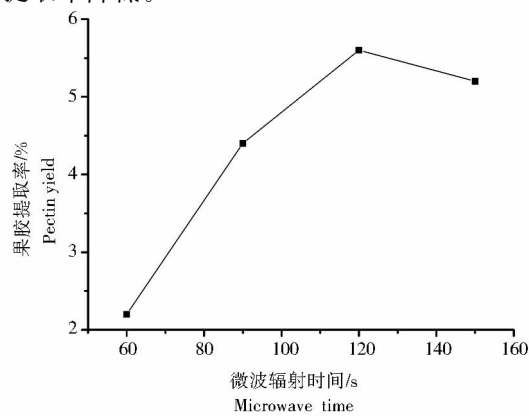


图 7 微波辐射时间对果胶提取率的影响

Fig. 7 Effect of microwave time on pectin yield

2.4 微波提取正交试验结果分析

由表 5 可知,影响微波提取果胶提取率的因素主次顺序为:B>A=C,即提取液 pH 的影响作用最大,其次是料液比和辐射时间。微波法提取

山楂果胶的最佳提取工艺组合为 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>,即料液比 1:30,提取液 pH2.0,辐射时间 120 s。用此优选的提取工艺条件进行验证试验,果胶提取率为 5.7%,大于任何一组正交试验值。

表 5 L<sub>9</sub>(3<sup>3</sup>)正交试验设计与数据处理

Table 5 L<sub>9</sub>(3<sup>3</sup>)orthogonal test design and data processing

序号 No.	A 料液比 Solid-liquid ratio	B pH	C 辐射时间/s Microwave time	提取率/% Pectin yield
1	1	1	1	2.2
2	1	2	2	5.2
3	1	3	3	2.2
4	2	1	2	3.2
5	2	2	3	5.5
6	2	3	1	3.0
7	3	1	3	1.2
8	3	2	1	3.8
9	3	3	2	3.6
K1	9.4	6.6	9.0	
K2	11.7	14.5	12.0	
K3	8.6	8.8	8.9	
k1	3.1	3.3	3.0	
k2	3.9	4.8	4.0	
k3	2.9	2.9	3.0	
R	1.0	1.9	1.0	

3 结论与讨论

该文研究了传统的酸法直接加热法和微波辐射法提取山楂果胶的最佳工艺,在单因素试验的基础上确立了传统的酸法直接加热法的最佳提取条件:提取液 pH2.0,提取温度 90℃,提取时间 80 min,该条件下果胶提取率为 4.7%;微波辐射法的最佳提取条件为料液比 1:30,提取液 pH 2.0,辐射时间 120 s,该条件下果胶提取率为 5.7%。传统的酸法直接加热提取山楂果胶成本低廉,操作简便,但提取率低,提取时间长。与传统的酸法直接加热提取相比,微波提取果胶提取率增加了 1.0%,提取时间也缩短为传统酸法提取的 1/40,说明微波提取果胶是一种省时高效的提取方法。

参考文献:

[1] 台建祥,范鸿雁,薛慧,等.菠萝蜜果皮果胶提取工艺的优化[J].食品科技,2014,39(1):236-239.  
[2] 谢明勇,李精,聂少平.果胶研究与应用进展[J].中国食品学报,2013,18(3):1-14.  
[3] 中国药典[S].一部.2010:29.

[4] 乔晓莉,吴士杰,祁向争,等.山楂中化学成分的 UPLC/ESI-TOF/MS 分析[J].现代药物与临床,2014,29(2):120-124.  
[5] 刘春芬,慕金超,张锋.山楂保健果酒的研制[J].中国酿造,2013,32(9):155-157.  
[6] 高文秀,杨艳艳,赵文卓,等.复合酶解法协同超声波法提取山楂中总黄酮的工艺条件优化[J].食品工业科技,2014,35(2):175-179.  
[7] 于铭章.果胶对山楂加工的影响[J].河北林果研究,2009,24(3):309-310.  
[8] 黄志鸿,檀东飞.枇杷果渣果胶最佳提取条件研究[J].福建医药杂志,2013,35(5):62-65.  
[9] 吴继红,彭凯,张燕.传统与微波辅助工艺提取苹果果胶品质比较[J].农业工程学报,2009,25(9):350-355.  
[10] 赵强,张敏,许雳,等.微波辅助提取胡萝卜果胶的工艺优化[J].食品研究与开发,2013,34(4):29-32.  
[11] 王娜,张陈云,戚雨姐,等.山楂果胶的提取及其食品化学特性[J].食品工业科技,2007,28(11):87-89.  
[12] 刘月英,李桂琴,刘焕云,等.山楂残次果果胶提取工艺的优化[J].食品与机械,2012,28(1):238-242.  
[13] 唐霞,刘月英,张子德.正交试验优化山楂果果胶微波-盐酸-盐析法提取工艺[J].食品科学,2013,34(6):112-115.