

大孔吸附树脂对琯溪柚汁中柚皮苷的动态吸脱附性能研究

董乃霞,王海鸥*

(江南大学食品学院,江苏无锡 214122)

摘 要:研究了大孔吸附树脂 R_5 对柚汁中柚皮苷动态吸附和解吸性能。结果表明:树脂最佳吸附条件为:流速 5BV/h (BV 为树脂体积倍数)、温度 25℃ 和柱高径比 10:1;树脂最佳解吸条件为:流速 2BV/h、洗脱温度 50℃ 和洗脱液为 70% 乙醇水溶液。

关键词:柚汁,大孔吸附树脂,柚皮苷,吸附,解吸

Study on the dynamic behavior of macroporous resin for naringin adsorption/ desorption

DONG Nai-xia, WANG Hai-ou*

(School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

Abstract: The dynamic adsorption and desorption of R_5 resin for naringin in pumelo juice were studied. The results showed the optimum column condition of adsorption were: 5BV/h, 25℃ and 10:1, and the ones of desorption were 2BV/h, 50℃ and 70% ethanol solution.

Key words: pumelo juice; macroporous resin; naringin; adsorption; desorption

中图分类号: TS255.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2010)01-0231-03

琯溪蜜柚原产福建省平和县琯溪河畔,为我国柚类第二大主栽优良品,仅平和县 2008 年产量近 70 万 t^[1]。但目前柚子深加工却很少,主要问题是柚子经加工后出现过度的苦味。柚子中的苦味主要是由于柚皮苷^[2]的存在,目前文献报道的脱除柚类果汁中苦味物质的方法有:吸附脱苦、 β -环糊精包埋脱苦、酶法脱苦等^[2]。而较为有效的、普遍的应对方法是利用吸附技术将苦味物质从果汁中除去^[4]。笔者已经完成了对苦味有较好吸附作用的 8 种国产和 4 种国外大孔吸附树脂的柚皮苷静态吸附研究,从中筛选出来一种国产 R_5 树脂。在此基础上,运用 R_5 树脂对柚皮苷的动态吸脱附实验,研究了不同工艺条件对 R_5 树脂吸附和解吸柚皮苷性能的影响,确定了该树脂吸脱附最佳生产工艺条件。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

琯溪蜜柚 福建省平和县; R_5 树脂 西安蓝晓科技有限公司; 无水乙醇、一缩二乙二醇、氢氧化钠、柠檬酸 均为分析纯。

WFZ UV-2100 型紫外可见分光光度计 尤尼

柯上海仪器有限公司; LXJ 离心沉淀机 上海医用分析仪器厂; 超级恒温器 上海实验仪器厂有限公司; WZS-I 型阿贝折光仪 上海。

1.2 实验方法

1.2.1 测定方法 柚皮苷测定: 戴维斯(Davis)法^[5]。

1.2.2 大孔吸附树脂对柚皮苷的动态吸附实验 取预处理过的 R_5 树脂湿法装柱(20 × 550mm), 在一定温度下, 将果汁以一定流速通过树脂柱, 分批收集流出液, 测定其柚皮苷含量, 计算吸附率, 以柚皮苷吸附率(%)对流出液体积(BV)作树脂动态吸附曲线, 研究柱操作流速、温度、高径比对树脂动态吸附曲线的影响。

吸附率(%) = (上柱液浓度 - 流出液浓度) / 上柱液浓度 × 100%

1.2.2.1 温度对树脂动态吸附的影响 固定床体积为 60mL, 流速为 7.5BV/h, 研究温度分别为 15、25、35、50℃ 时对树脂吸附率的影响。

1.2.2.2 流速对树脂动态吸附的影响 固定床体积为 60mL, 温度为 25℃, 研究流速分别为 2.5、5、7.5、10BV/h 时对动态吸附率的影响。

1.2.2.3 柱高径比对树脂动态吸附的影响 在 25℃ 和 5BV/h 下, 研究柱高径比为 5:1、10:1、15:1、20:1 时对树脂动态吸附率的影响, 选择最佳柱高径比。

1.2.3 大孔吸附树脂对柚皮苷的动态解吸实验

1.2.3.1 洗脱液的选择 根据相似相溶、安全性和经

收稿日期: 2009-03-30 * 通讯联系人

作者简介: 董乃霞(1984-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 农产品加工及贮藏工程。

济性的原则,选用乙醇作为洗脱剂。取 8mL 吸附饱和的树脂湿法装柱(10×150mm),控制洗脱流速为 3BV/h,温度为 25℃,用体积分数为 50%、70%、90% 的乙醇溶液分别洗脱树脂柱,分批收集流出液,测定其柚皮苷含量,以柚皮苷含量(mg/mL)对洗脱液体积(BV)作树脂动态解吸曲线,比较不同体积分数的乙醇溶液对树脂解吸曲线的影响,选择最佳洗脱剂浓度。

1.2.3.2 洗脱液流速的影响 洗脱剂为 80% 乙醇,在 25℃ 下,研究流速分别为 1、2、3、5BV/h 时对柚皮苷动态解吸曲线的影响。

1.2.3.3 洗脱液温度的影响 洗脱剂为 80% 乙醇,流速为 2BV/h,研究温度为 25、50、75℃ 时对树脂动态解吸曲线的影响。

2 结果与讨论

2.1 大孔吸附树脂对柚皮苷的动态吸附条件的研究

2.1.1 温度对树脂动态吸附的影响 如图 1 所示,流出液体积在 5BV 以下时,温度改变对吸附率没有影响;当大于 5BV 时,随着温度的升高,同一流出液体积下吸附率增大,说明柚皮苷在树脂上的吸附是吸热过程,升温有利于吸附。但 35℃ 时,特别有利于微生物的繁殖;50℃ 时,树脂床层中会有大量气泡产生,且果汁容易褐变。所以温度升高,不利于产品品质保证,同时考虑到原料产地 11 月份柚子收获季节平均温度为 25℃,故选 25℃ 温度为最佳温度。

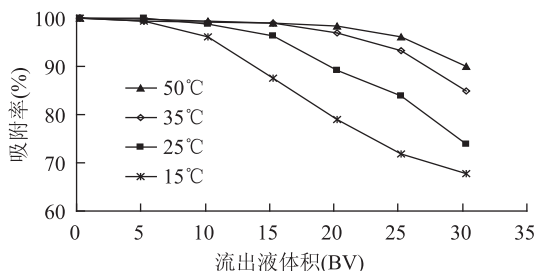


图 1 温度对柚皮苷吸附率的影响

2.1.2 流速对树脂动态吸附的影响 从图 2 可以看出,在 2.5BV/h 低速下,柚汁处理量高达 30BV 柚皮苷吸附率仍无明显的下降,可能是由于低速使果汁和树脂有充分的接触时间,从而柚皮苷在树脂柱中进行充分的粒扩散和膜扩散,使树脂吸附能力提高。而当果汁处理量为 30BV 时,5、7.5、10BV/h 时柚皮苷的吸附率分别下降了 13.5%、26.2%、42.9%,由此可见流速对吸附影响很大,流速增大,吸附率明显下降,这样会使树脂工作交换量下降,树脂的工作周期变短,从而降低了树脂的性能。因此在实际生产中,选择操作流速不宜过大,本实验采用 5BV/h 为最佳操作流速。

2.1.3 柱高径比对树脂动态吸附的影响 如图 3 所示,柱子直径一定,高径比不同时,当流出液体积小于 15BV 时,柱高径比对柚皮苷的吸附率没有影响;当流出液体积大于 15BV 后,高径比为 10:1 时,柚皮苷的吸附率最大,所以选择 10:1 为最佳高径比。

2.2 大孔吸附树脂对柚皮苷的动态解吸条件的研究

2.2.1 洗脱液浓度对柚皮苷解吸曲线的影响 从图 4 可以看出,随着乙醇体积分数的增加,洗脱峰增高,

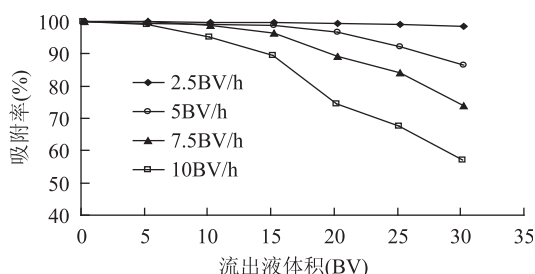


图 2 流速对柚皮苷吸附率的影响

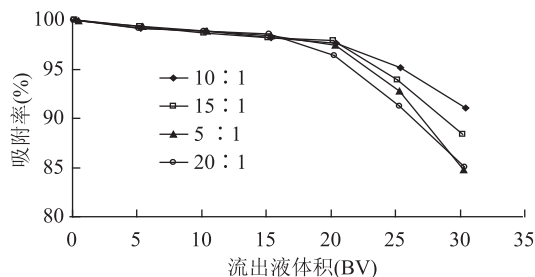


图 3 柱高径比对柚皮苷吸附率的影响

脱尾减弱;而 70% 和 90% 体积分数的乙醇对解吸曲线影响不是很大。综合考虑洗脱效果和生产成本,选择 70% 乙醇为最佳洗脱剂。

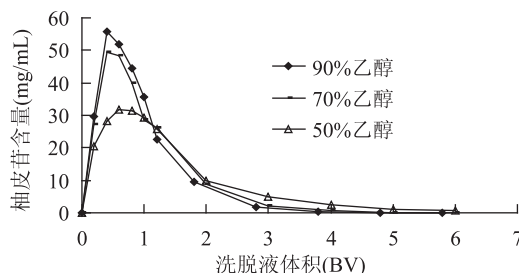


图 4 不同乙醇体积分数下树脂对柚皮苷的解吸曲线

2.2.2 洗脱流速对柚皮苷解吸曲线的影响 如图 5 所示,流速降低,解吸曲线的洗脱峰增高,收敛性增强,脱尾减弱,这说明低速有助于加快柚皮苷的解吸;但是速度过低(1BV/h),将导致整个生产周期的延长。通过对 0~3BV 区间的积分计算,2、3BV/h 解吸的柚皮苷量分别是 52.7mg/mL 和 46.6mg/mL。综合考虑实际生产效率,选择 2BV/h 为最佳洗脱流速。

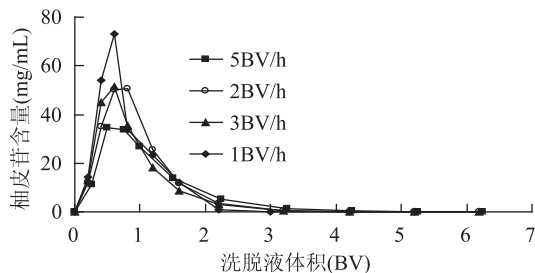


图 5 不同流速下树脂对柚皮苷的解吸曲线

2.2.3 温度对柚皮苷解吸曲线的影响 从图 6 可以看出,随着温度的升高,解吸曲线收敛性增强,洗脱峰升高,说明升温有利于柚皮苷的解吸。同时笔者还研究了 75℃ 下柚皮苷的洗脱效果,可能由于 75℃ 接近乙醇沸点的原因,流速无法控制。所以选择 50℃ 为最佳洗脱温度。

(下转第 236 页)

件下竹笋壳总黄酮的提取率预测值为 0.801%。

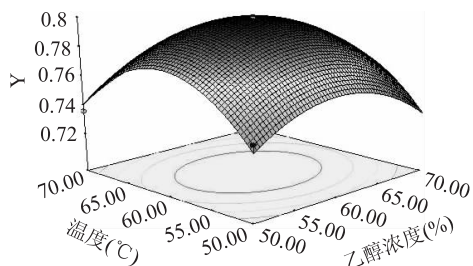


图7 $f(x_1, x_4)$ 响应面立体图

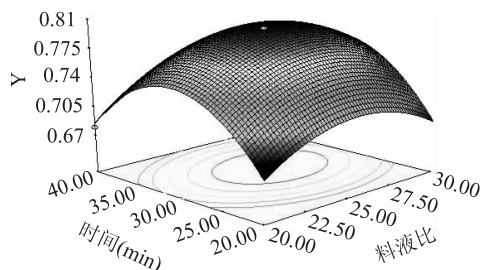


图8 $f(x_2, x_3)$ 响应面立体图

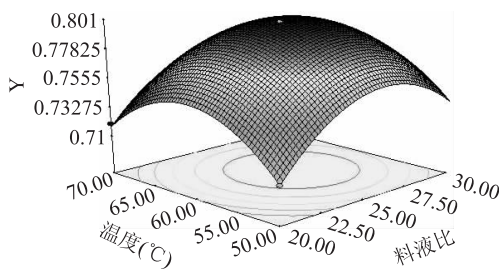


图9 $f(x_2, x_4)$ 响应面立体图

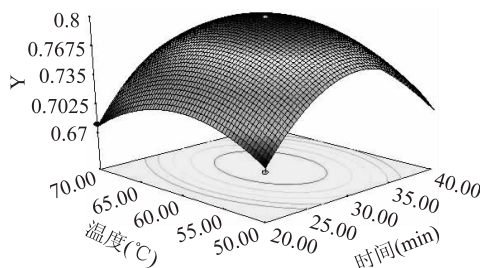


图10 $f(x_3, x_4)$ 响应面立体图

2.2.3 最佳工艺条件参数的验证 为检验响应曲面法所得结果的可靠性,采用上述优化提取条件:乙醇浓度 60%,料液比 1:25,提取时间 30min,提取温度 60℃,实际测得的平均提取率为 0.80%,与理论预测值相比,其相对误差约为 0.001%。

3 结论

采用超声波辅助提取技术对竹笋壳进行提取,通过单因素实验和 Box-Behnken 实验设计以及响应面分析对超声波提取工艺进行优化,得出较优工艺条件为:乙醇浓度 60%,料液比 1:25,提取时间 30min,提取温度 60℃,在此工艺条件下竹笋壳总黄酮提取率为 0.80%,并得到竹笋壳黄酮总提取率与超声波处理各因素变量的二次方程模型,该模型回归极显著,对实验拟合较好。

参考文献

- [1] 周兆祥,田荆祥,赖椿根.准笋壳的化学性质[J].浙江林学院学报,1991,8(1):54-59.
- [2] 江丽,蒋立科,陈科文.笋壳黄酮提取工艺及对油脂抗氧化研究[J].天然产物研究与开发,2009,21(1):146-151.
- [3] Yao L H, Jiang Y M, Shi J, et al. Flavonoids in food and their health benefits [J]. Plant Foods for Human Nutrition, 2004, 59:113-122.
- [4] 刘宁,仇农学,田玉霞.超声辅助提取紫苏叶黄酮及其清除自由基作用研究[J].西北林学院学报,2008,23(1):158-161.
- [5] 吴立军.天然药物化学[M].北京:科学技术文献出版社,2006:82.
- [6] 辛莉,黄桂东,钟先锋,等.生姜总黄酮提取工艺研究[J].中药材,2008,31(5):766-768.
- [7] 易军鹏,朱文学,马海乐.牡丹籽油超声波辅助提取工艺的响应面法优化[J].2009,40(6):103-108.
- [8] 王军,王敏,于智峰,等.基于响应曲面法的苦荞鼓皮总黄酮提取工艺优化[J].农业机械学报,2007,38(7):205-208.
- [9] 李亚娜,林永成,余志刚.响应面分析法优化羊栖菜多糖的提取工艺[J].华南理工大学学报:自然科学版,2004,32(11):28-32.

(上接第 232 页)

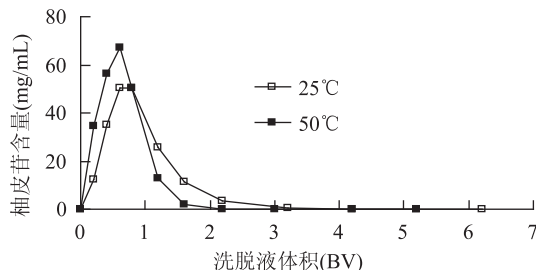


图6 不同温度下树脂对柚皮苷的解吸曲线

3 结论

R_5 树脂吸附最佳工艺条件为:吸附温度为 25℃,流速为 5BV/h,装柱高径比为 10:1; R_5 树脂解吸最佳工艺条件为:选择乙醇为洗脱液,体积分数为 70%,流速为 2BV/h,温度为 50℃。大孔吸附树脂

R_5 是一种理想的脱苦树脂,对于脱除柚类果汁中柚皮苷具有良好的应用前景。

参考文献

- [1] 赖文中.琯溪蜜柚将有国家标准[Z].<http://www.cric.cn/show-6362-1.html>.
- [2] 孙志高,黄学根,焦必宁,等.柑桔果实主要苦味成分的分布及橙汁脱苦技术研究[J].食品科学,2005,26(6):146-168.
- [3] 白卫东,刘晓艳.柑桔汁脱苦方法研究进展[J].食品工业科技,2006,26(9):202-206.
- [4] Lee H S, Kim J G. Effects of debittering on red grapefruit juice concentrate[J]. Food Chemistry, 2003, 82(2):177-180.
- [5] 李和生,王鸿飞,周石磊,等.柑橘类果汁中柚皮苷的分析[J].农业机械学报,2006,37(4):76-79.