

# 微波-超临界 CO<sub>2</sub> 萃取联用萃取柚皮果胶 工艺研究



YU Xian-chun

余先纯<sup>1</sup>, 李湘苏<sup>2</sup>, 龚铮午<sup>3</sup>

(1. 岳阳职业技术学院 基础部, 湖南 岳阳 414000; 2. 南华大学 教务科, 湖南 衡阳 421002;  
3. 中南林业科技大学 材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410004)

**摘要:** 采用超临界 CO<sub>2</sub> 萃取与微波处理技术相结合萃取柚皮果胶, 探讨了微波辐射功率、萃取时间、萃取压力、萃取温度、CO<sub>2</sub> 流量对柚皮果胶得率的影响, 并采用正交试验对实验方案进行优化。研究表明: 当原料用量 5 g、微波辐射功率 450 W、萃取时间 15 min、萃取压力 8.5 MPa、萃取温度 40 ℃ 和 CO<sub>2</sub> 流量 12 L/h 时, 果胶的平均得率 22.63%, 比相同条件下微波辅助水浴加热提取法的果胶得率高 6.52 个百分点。

**关键词:** 柚皮果胶; 微波; 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取

中图分类号: TQ351; O532.23

文献标识码: A

文章编号: 0253-2417(2011)05-0105-04

## Extraction of Pectin from Pomelo Peel with Microwave-supercritical CO<sub>2</sub> Technique

YU Xian-chun<sup>1</sup>, LI Xiang-su<sup>2</sup>, GONG Zheng-wu<sup>3</sup>

(1. Basis Department, Yueyang Vocational & Technical College, Yueyang 414000, China; 2. Academic Administration, University of South China, Hengyang 421002, China; 3. College of Material and Engineering, Central South University of Forestry and Technology, Changsha 410004, China)

**Abstract:** Pectin of pomelo peel was extracted with microwave-supercritical CO<sub>2</sub> extraction. The factors of microwave power, extraction time, extraction pressure, extraction temperature and CO<sub>2</sub> flow rate were discussed. The process was optimized with orthogonal experiment. The results showed that average yield of pectin was 22.63% under the conditions of pomelo peel 5 g, microwave power 450 W, extraction time 15 min, extraction pressure 8.5 MPa, extraction temperature 40 ℃ and CO<sub>2</sub> flow rate 12 L/h. The yield had been increased 6.50% compared with the methods of conventional water bath heating under the same conditions.

**Key words:** pectin of pomelo peel; microwave; supercritical CO<sub>2</sub> extraction

果胶广泛存在于高等植物的根、茎、叶、果的细胞壁中, 属于多糖类高分子化合物<sup>[1]</sup>。果胶的用途很广, 是膳食纤维的主要成分, 具有良好的胶凝性和乳化稳定性, 在食品工业以及医药和化妆品工业中应用广泛<sup>[2]</sup>。柚皮作为果实废弃物, 果胶含量丰富, 约占干质量的 20%~30%<sup>[3]</sup>。目前, 提取果胶的常用方法有: 酸提醇沉法、离子交换法、酸提盐沉法以及微生物法等<sup>[4]</sup>, 这些方法普遍存在着得率低、能耗高等不足。超临界 CO<sub>2</sub> 萃取技术具有许多独特的优点, 如萃取率高、操作参数容易控制、操作温度低、能保留香料的有效成分及不需要浓缩步骤等<sup>[5-6]</sup>。因此, 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取特别适合于不稳定产物和生理活性物质的分离精制, 在香料工业中具有广泛的应用前景<sup>[7]</sup>。微波辐射是一项用于提取植物成分的新技术, 具有反应快、产率高和能耗低等特点<sup>[8-9]</sup>。本研究采用微波联合超临界 CO<sub>2</sub> 萃取柚皮果胶, 以获取最佳的制备工艺, 改变传统提取方法中的不足。

收稿日期: 2010-12-30

基金项目: 湖南省教育厅科技项目(08D124)

作者简介: 余先纯(1969-), 女, 湖南岳阳人, 副教授, 硕士, 研究方向为高分子材料改性。

## 1 材料与方 法

### 1.1 原料与设备

沙田柚皮,市购,中国广西,2010年12月采样;去离子水,自制;盐酸、乙醇、活性炭均为分析纯。

MAS-I型常压微波辅助合成反应仪,上海新仪微波化学科技有限公司;HA121-50-01型超临界CO<sub>2</sub>萃取装置。

### 1.2 试验方法

**1.2.1 柚皮预处理** 将柚皮用蒸馏水洗净后放入鼓风干燥箱,在100℃恒温干燥2h,将干燥后的柚皮用高速组织捣碎机破碎至0.3mm,得柚皮粉末,备用。

**1.2.2 柚皮微波处理** 取5.0g经过预处理的柚皮粉末,加入无水乙醇,使无水乙醇与样品柚皮的比为14:1,用HCl调节pH值,置于MAS-I型常压微波辅助合成反应仪中,在一定功率的微波辐射120s后,冷却备用。

**1.2.3 柚皮果胶的提取** 将经过微波处理的样品与萃取液装入超临界CO<sub>2</sub>流体萃取仪中封闭,待温度恒定后,开启CO<sub>2</sub>钢瓶阀门,同时开启压力泵,将CO<sub>2</sub>气体压入萃取缸,调节设定温度和压力,达到要求后开始计时,满足时间要求后,从出料管中取出提取液,将提取液过滤,在滤液中加入0.8%的活性炭,于75℃下加热20min进行脱色,脱色后过滤,待滤液冷却后在不断搅拌下加入95%乙醇(用量约等于滤液体积)进行醇析10min,经过滤后放入真空干燥箱中干燥制得果胶产品。同时,在无超临界CO<sub>2</sub>而其它工艺条件相同的条件下,采用微波辅助水浴加热提取法进行对比实验。果胶的得率按照下式计算:

$$\text{果胶得率} = \frac{\text{果胶的质量}}{\text{干柚皮质量}} \times 100\%$$

## 2 结果与讨论

### 2.1 提取工艺条件的确定

通过一系列的探索性试验发现,微波辐射功率、萃取时间、萃取压力、萃取温度、CO<sub>2</sub>流量等因素对果胶得率有较大的影响,下面就根据探索性试验的基本数据对单因素进行分析。

**2.1.1 微波功率对得率的影响** 果胶的得率与微波功率有关,合适的功率能提高得率,但过高又容易使副产物增加而使得率降低。在柚皮粉末5g、萃取时间15min、萃取温度40℃、CO<sub>2</sub>流量12L/h、萃取压力8.5MPa条件下,采用不同微波功率提取柚皮果胶,其得率见图1所示。随着微波功率的提高,果胶得率增加显著,辐射功率为400W时,果胶得率达到最大。这是由于在固定时间内,辐射功率较低时,萃取液的温度也会比较低,果胶质的水化溶出不充分,使果胶得率降低,同时,如果辐射功率过高时,萃取液的温度也相应较高,但温度过高时,会使高分子多糖化合物降解,使果胶得率有下降趋势。

**2.1.2 萃取时间对得率的影响** 在微波功率450W、萃取温度40℃、CO<sub>2</sub>流量12L/h、萃取压力8.5MPa条件下进行萃取,萃取时间对果胶得率的影响如图2(a)所示。从图2(a)中可看出,果胶得率随着时间的延长而增大,萃取时间为15min时,果胶得率最高,再增加萃取时间,果胶得率曲线趋于平缓,这可以解释为时间少于15min,反应不完全;多于15min,反应趋于完全,因此,选择萃取时间为15min。

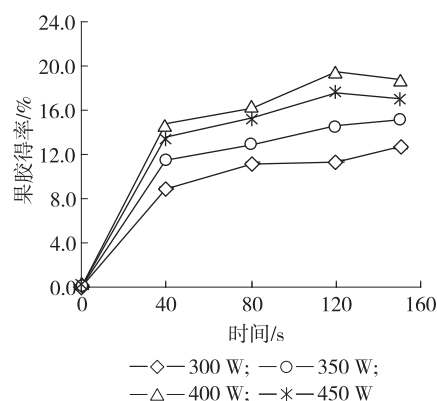


图1 微波功率对果胶得率的影响  
Fig. 1 Effect of microwave power on yield of pectin

**2.1.3 萃取压力对得率的影响** 在微波功率 450 W、萃取温度 40 °C、CO<sub>2</sub> 流量 12 L/h 及萃取时间 15 min 的条件下,分别在不同萃取压力下进行萃取,萃取压力对果胶得率的影响如图 2(b)所示。由图 2(b)可知,在萃取压力为 8.5 MPa 之前,果胶得率增加迅速,但之后呈现下降的趋势。这是因为溶剂 CO<sub>2</sub> 的密度随萃取压力的增加而增大,溶解柚皮果胶的能力明显提高<sup>[7]</sup>。当压力提高到一定程度后,因柚皮果胶的传质性而使得得率趋于下降,故选择萃取压力 8.5 MPa 较适宜。

**2.1.4 萃取温度对得率的影响** 在系统压力一定时,温度提高,溶剂密度下降,但溶质因分子的热运动加快,蒸汽压提高,因而对于一定的萃取压力,温度对萃取得率的影响受溶剂的密度和溶质的蒸汽压所占的优势而限制<sup>[7]</sup>。在微波功率 450 W、萃取压力 8.5 MPa、萃取时间 15 min 及 CO<sub>2</sub> 流量 12 L/h 的条件下,分别在不同萃取温度下进行萃取,萃取温度对果胶得率的影响如图 2(c)所示。由图 2(c)可知,当温度为 30~40 °C 时,随着萃取温度升高,果胶得率逐渐增加,并在 40 °C 时得率达到 20.55%,这是由于在该温度段,在试验萃取压力下,因溶剂密度的降低所减少的萃取得率低于因溶质蒸汽压的提高所增加的萃取得率。当温度高于 40 °C 时,随着温度升高,得率有降低的趋势,原因是溶质蒸汽压的降低所减少的萃取得率高于因溶质密度的提高所增加的萃取得率,所以萃取温度 40 °C 比较理想。

**2.1.5 CO<sub>2</sub> 流量对得率的影响** 在微波功率 450 W、萃取压力 8.5 MPa、萃取温度 40 °C、萃取时间 15 min 的条件下,分别在不同 CO<sub>2</sub> 流量下进行萃取,CO<sub>2</sub> 流量对果胶得率的影响如图 2(d)所示。由图 2(d)可知,CO<sub>2</sub> 流量对得率的影响是比较明显的。增大 CO<sub>2</sub> 流量,可以增大 CO<sub>2</sub> 与柚皮粉的接触面积,提高萃取速度,但是当 CO<sub>2</sub> 流量大于 12 L/h 时,得率曲线增幅平缓。考虑到生产成本,故萃取 CO<sub>2</sub> 流量的最佳选择值为 12 L/h。

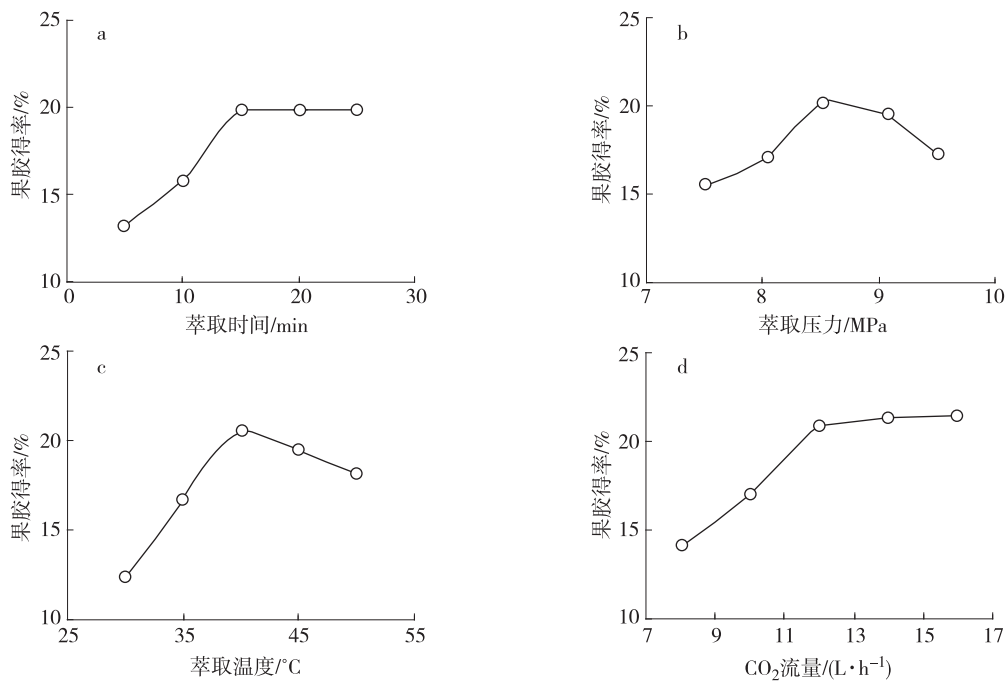


图 2 提取条件对果胶得率的影响

Fig. 2 Effects of different extraction conditions on the yield of pectin

## 2.2 正交试验优化

为了使提取工艺更加科学与合理,在进行单因素试验的基础上,采用  $L_{16}(4^5)$  正交试验对微波功率、萃取时间、萃取压力、萃取温度、CO<sub>2</sub> 流量 5 个有重要影响的因素进行设计。正交试验设计与极差分析见表 1 所示。

根据正交试验结果显示:影响果胶得率的因素顺序为  $B > A > D > C > E$ 。工艺的最佳组合为:

A<sub>4</sub>B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>D<sub>2</sub>E<sub>2</sub>。即微波功率 450 W, 萃取时间 15 min, 萃取压力 8.5 MPa, 萃取温度 40 °C 和 CO<sub>2</sub> 流量 12 L/h。按上述最优条件追加 3 次实验, 萃取柚皮果胶的平均得率为 22.63%, 比正交试验中最高的一组(第二组)22.52% 高 0.11 个百分点, 而比最低的一组 17.93% (第一组)高 4.7 个百分点。而在其它工艺条件相同, 但无超临界 CO<sub>2</sub> 的条件下, 采用微波辅助水浴加热提取法, 果胶的得率仅为 16.11%, 两者相差 6.52 个百分点。因此可见超临界 CO<sub>2</sub> 有利于提高果胶的得率。

表 1 提取柚皮果胶的正交试验设计与结果分析

Table 1 Orthogonal experiment result of pectin extraction

序号 No.	A 微波功率/W microwave power	B 萃取时间/min extraction time	C 萃取压力/MPa extraction pressure	D 萃取温度/°C extraction temperature	E CO <sub>2</sub> 流量/(L·h <sup>-1</sup> ) CO <sub>2</sub> flow rate	果胶得率/% yield of pectin
1	300	10	8.0	35	10	17.93
2	300	15	8.5	40	12	22.52
3	300	20	9.0	45	14	19.10
4	300	25	9.5	50	16	18.65
5	350	10	8.5	45	16	19.55
6	350	15	8.0	50	14	19.90
7	350	20	9.5	35	12	20.55
8	350	25	9.0	40	10	20.95
9	400	10	9.0	50	12	18.74
10	400	15	9.5	45	10	19.78
11	400	20	8.0	40	16	20.12
12	400	25	8.5	35	14	19.65
13	450	10	9.5	40	14	20.87
14	450	15	9.0	35	16	21.02
15	450	20	8.5	50	10	21.43
16	450	25	8.0	45	12	20.98
k <sub>1</sub>	19.55	19.27	19.73	19.78	20.02	
k <sub>2</sub>	20.24	20.81	20.79	21.12	20.70	
k <sub>3</sub>	19.57	20.30	19.95	19.85	19.88	
k <sub>4</sub>	21.03	20.06	19.96	19.68	19.84	
R	1.48	1.54	1.06	1.44	0.86	

### 3 结论

采用微波与超临界 CO<sub>2</sub> 萃取技术萃取柚皮果胶, 微波功率、萃取时间、萃取压力、萃取温度和 CO<sub>2</sub> 流量对果胶的得率有较大的影响。较为优化的工艺为: 柚皮质量 5 g、微波功率 450 W、萃取时间 15 min、萃取压力 8.5 MPa、萃取温度 40 °C 和 CO<sub>2</sub> 流量 12 L/h 时, 柚皮果胶的平均得率为 22.63%, 比相同条件下微波辅助水浴加热提取法的果胶得率高 6.52 个百分点。

#### 参考文献:

- [1] 刘贺, 朱丹实, 徐学明, 等. 低酯桔皮果胶凝胶的动力学分析及分形研究[J]. 食品科学, 2008, 29(2): 76-78.
- [2] 刘贺, 朱丹实, 徐学明, 等. 低酯桔皮果胶凝胶全质构参数及持水性响应面分析[J]. 食品科学, 2009, 30(3): 81-84.
- [3] 李秋红, 叶兴龙. 柑桔皮果胶提取工艺研究与桔皮糕制作[J]. 宜春学院学报, 2007, 29(4): 74-76.
- [4] 田辉, 马力. 果胶制备方法的研究进展[J]. 中国调味品, 2007(30): 17-20.
- [5] 汪焕林, 曹长年, 冯丽红. 超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取柑橘皮精油工艺的研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(19): 9132-9134.
- [6] 孙新超, 杨波, 许源, 等. 紫苏籽的超临界 CO<sub>2</sub> 萃取及β-环糊精包合一体化技术研究[J]. 林产化学与工业, 2010, 30(3): 73-77.
- [7] 于泓鹏, 吴克刚, 吴彤锐, 等. 超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取——分子蒸馏提取丁香精油的研究[J]. 林产化学与工业, 2009, 29(5): 74-78.
- [8] 张彬, 张志华. 微波辐射法提取桔皮中香精油的研究[J]. 广州化工, 2007, 35(6): 41-43.
- [9] 彭密军, 高中松, 朱焯波, 等. 微波辅助法提取栀子黄色素工艺研究[J]. 生物质化学工程, 2006, 40(2): 1-4.