



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101864000 A

(43) 申请公布日 2010. 10. 20

(21) 申请号 201010211210. 7

(22) 申请日 2010. 06. 25

(71) 申请人 彭胜良

地址 530031 广西壮族自治区南宁市白沙大道 35 号南国花园 E4 栋 -16 号

(72) 发明人 张东坡 彭胜良 黄振翠

(51) Int. Cl.

C08B 37/06 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种废剑麻渣的果胶提取方法

(57) 摘要

本发明公开了一种废剑麻渣的果胶提取方法,其实施步骤如下:1) 将废剑麻渣在高温酸性溶液中反应,然后将反应物进行离心沉降分离得到果胶粗滤液;2) 将果胶粗滤液进行澄清,得到果胶澄清液;3) 将果胶澄清液浓缩得到果胶浓缩液;4) 将果胶浓缩液进行醇沉析得到果胶絮状沉淀物;5) 将果胶絮状沉淀物进行低温真空干燥、脱色脱味得到果胶。本发明具有果胶质量好、乙醇可回收率高、节能环保的优点。

1. 一种废剑麻渣的果胶提取方法,其特征在于其实施步骤如下:

1) 将废剑麻渣在高温酸性溶液中反应,然后将反应物进行离心沉降分离得到果胶粗滤液;

2) 将果胶粗滤液进行澄清,得到果胶澄清液;

3) 将果胶澄清液浓缩得到果胶浓缩液;

4) 将果胶浓缩液进行醇沉析得到果胶絮状沉淀物;

5) 将果胶絮状沉淀物进行低温真空干燥、脱色脱味得到果胶。

2. 根据权利要求 1 所述的废剑麻渣的果胶提取方法,其特征在于所述废剑麻渣在高温酸性溶液中反应环境为:PH 值为 1.5 ~ 2.5,温度为 65 ~ 95℃,反应时间为 40 ~ 100 分钟,废剑麻渣与高温酸性溶液的固液比 15 ~ 25g/L。

3. 根据权利要求 2 所述的废剑麻渣的果胶提取方法,其特征在于:所述高温酸性溶液为高温硝酸溶液。

4. 根据权利要求 3 所述的废剑麻渣的果胶提取方法,其特征在于:所述离心沉降分离的分离因数为 2460 ~ 2950,差转速为 10 ~ 30r/min。

5. 根据权利要求 4 所述的废剑麻渣的果胶提取方法,其特征在于:所述浓缩是指将果胶澄清液在 0 ~ 0.09Mpa、温度为 45 ~ 75℃环境中直至果胶澄清液的浓缩比达到 2.5 ~ 9 为止。

6. 根据权利要求 5 所述的废剑麻渣的果胶提取方法,其特征在于:所述醇沉析是指将果胶浓缩液在浓度为 95%以上的乙醇溶液中沉淀 40 ~ 240 分钟。

7. 根据权利要求 1 ~ 6 任一所述的废剑麻渣的果胶提取方法,其特征在于所述步骤 4) 在得到果胶絮状沉淀物后还包括对果胶絮状沉淀物进行洗涤的步骤:首先将果胶絮状沉淀物和废乙醇用沉降离心机分离,然后把分离出的果胶絮状沉淀物投入 70%浓度的乙醇中洗涤除去水溶性色素和醇溶性色素,再用沉降离心机分离,最后把分离出的果胶絮状沉淀物投入 95%浓度的乙醇中醇化,用沉降离心机分离后即得洗涤后的果胶絮状沉淀物。

一种废剑麻渣的果胶提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种利用废剑麻渣提取果胶的提取方法。

背景技术

[0002] 果胶是一种高分子碳水化合物,广泛存在于植物细胞壁中间层。果胶是在许多不同果蔬中担当细胞黏合剂的多糖,它由长而复杂的链——主要是 10-20 万分量的聚合半乳糖醛酸单位组成,果胶的一个重要特点是随甲醇半乳糖醛酸的酯化。轻工部食品添加剂果胶标准 QB2464-2000 和美国使用化学品法典 FCC IV 中对果胶的定义是有不低于 65% 的半乳糖醛酸含量;美国药典 USP 24 中对果胶的定义是有不低于 74% 的半乳糖醛酸含量。商品果胶通常被分类成高酯(7-8% 甲氧基团)或低酯(3-5% 甲氧基团),目前低酯果胶的获取一般是在不同温度下,通过酸、碱或氨脱甲氧基化而达成的。果胶在食品中被用作凝胶剂、增稠剂、质构剂、乳化剂和稳定剂。另外,果胶在非食品领域的应用也日益增多。

[0003] 剑麻是亚热带地区的重要农业经济作物,在中国的广西、广东、海南等地区有大面积区域种植。据不完全统计,仅广西崇左、玉林、百色、来宾等地区剑麻种植面积约达 20 多万亩,剑麻加工年产剑麻废干渣大约 8 万吨。而剑麻废干渣中含有丰富的果胶,废弃即浪费了资源,而且还需要进行额外的运输和处理,浪费了较多的人力和物力。

发明内容

[0004] 本发明针对上述现有技术的缺点,提供一种果胶质量好、乙醇可回收率高、节能环保的废剑麻渣的果胶提取方法。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:一种废剑麻渣的果胶提取方法,其实施步骤如下:

[0006] 1) 将废剑麻渣在高温酸性溶液中反应,然后将反应物进行离心沉降分离得到果胶粗滤液;

[0007] 2) 将果胶粗滤液进行澄清,得到果胶澄清液;

[0008] 3) 将果胶澄清液浓缩得到果胶浓缩液;

[0009] 4) 将果胶浓缩液进行醇沉析得到果胶絮状沉淀物;

[0010] 5) 将果胶絮状沉淀物进行低温真空干燥、脱色脱味得到果胶。

[0011] 作为本发明的进一步改进:

[0012] 所述废剑麻渣在高温酸性溶液中反应环境为:PH 值为 1.5 ~ 2.5,温度为 65 ~ 95℃,反应时间为 40 ~ 100 分钟,废剑麻渣与高温酸性溶液的固液比 15 ~ 25g/L;所述离心沉降分离的分离因数为 2460 ~ 2950,差转速为 10 ~ 30r/min;

[0013] 所述高温酸性溶液为高温硝酸溶液;

[0014] 所述浓缩是指将果胶澄清液在 0 ~ 0.09Mpa、温度为 45 ~ 75℃环境中直至果胶澄清液的浓缩比达到 2.5 ~ 9 为止;

[0015] 所述醇沉析是指将果胶浓缩液在浓度为 95% 以上的乙醇溶液中沉淀 40 ~ 240 分

钟；

[0016] 所述步骤 4) 在得到果胶絮状沉淀物后还包括对果胶絮状沉淀物进行洗涤的步骤：首先将果胶絮状沉淀物和废乙醇用沉降离心机分离，然后把分离出的果胶絮状沉淀物投入 70%浓度的乙醇中洗涤除去水溶性色素和醇溶性色素，再用沉降离心机分离，最后把分离出的果胶絮状沉淀物投入 95%浓度的乙醇中醇化，用沉降离心机分离后即得洗涤后的果胶絮状沉淀物。

[0017] 本发明具有下述优点：本发明通过高温酸性溶液中反应、离心沉降分离、澄清、浓缩、醇沉析、真空干燥、脱色脱味得到果胶，得到果胶质量好，醇沉析过程中消耗的乙醇可重复利用，其乙醇理论回收率可达 99.7%以上，而且其原料采用废剑麻渣，整个生产过程中不会产生三废问题，离心沉降分离的废弃物还可以改良土壤，具有节能环保的优点。

具体实施方式

[0018] 本实施例的实施步骤如下：

[0019] 1) 将废剑麻渣在高温酸性溶液中反应，然后将反应物进行离心沉降分离得到果胶粗滤液；

[0020] 2) 将果胶粗滤液进行澄清，得到果胶澄清液；

[0021] 3) 将果胶澄清液浓缩得到果胶浓缩液；

[0022] 4) 将果胶浓缩液进行醇沉析得到果胶絮状沉淀物；

[0023] 5) 将果胶絮状沉淀物进行低温真空干燥、脱色脱味得到果胶。

[0024] 步骤 1) 中，酸性溶液可以采用硫酸、盐酸、乙酸等，考虑酸中 Cl、S 等离子对金属腐蚀作用造成设备投资和运行成本加大，本实施例的高温酸性溶液为高温硝酸溶液。本实施例中，针对不同的温度、pH 值和反应时间共进行了 6 组实验，实验数据如下所示：

[0025]

	温度	PH 值	时间 MIN	半乳糖醛酸含量 %	得率 %
第一组	50℃	1.5	150	59.7	2.6
第二组	65℃	1.6	100	68.3	7.8
第三组	75℃	1.7	80	72.6	8.7
第四组	80℃	1.8	60	74.9	9.4
第五组	85℃	2.0	50	74.5	9.5
第六组	95℃	2.5	40	75.4	9.2
第七组	110℃	2.5	30	78.9	3.4

[0026] 由上表可知,采用 65%浓度的硝酸溶液硝酸溶液的 PH 值为 1.5 ~ 2.5,高温酸性溶液保持温度为 65 ~ 95℃,反应时间为 40 ~ 100 分钟,废剑麻渣与高温酸性溶液的固液比 15 ~ 25g/L,果胶的得率相对较高。废剑麻渣在酸性高温溶液中反应后,植物细胞壁组织破

裂分解,加之高果胶含量溶液的粘度较大,因而渣液浓浆分离相对比较困难,因此我们利用离心沉降分离获取果胶粗滤液,分离因数控制在 2460-2950,差转速在 10-30r/min。

[0027] 步骤 2) 中,由于沉降分离所得果胶粗滤液中含有大量不溶性物质如絮状纤维、酸盐、灰分等以及一定比例低分子单糖,必须进行二次分离澄清得到果胶澄清液。步骤 2) 中澄清可以借助高速碟式离心、无机陶瓷膜滤、真空转鼓澄清、硅藻土过滤机等设备,通过优化选择过滤介质和调节流量、压力及转速等操作参数,可以实现 5% 以上固形物含量或 12% 以下粗滤液的澄清。

[0028] 步骤 3) 中,将果胶澄清液浓缩得到果胶浓缩液提高了溶液中的果胶浓度,这样不仅有利于果胶醇沉析时絮状组织的形成,同时合适浓度也会减少沉淀果胶的乙醇用量。但是浓缩浓度过高,也会出现诸如长时解聚、高温褐变等引发果胶颜色灰暗、产出得率下降等系列问题。采取刮板薄膜、多效降膜、超滤浓缩等手段,本实施例针对浓缩时不同的真空度、温度和浓缩比进行了多组实验,实验数据如下表所示:

[0029]

	真空度	温度	浓缩比	半乳糖醛酸含量%	得率%
第一组	0.09Mpa	70-75℃	2.5-3	68.9	7.7
第二组	0.09Mpa	65-70℃	4.3-5.1	70.6	8.1
第三组	0.09Mpa	60-65℃	5.7-6.6	69.4	8.4
第四组	0.09Mpa	55-60℃	6.9-7.5	72.8	9.2
第五组	0.09Mpa	50-55℃	7.6-8.2	75.2	8.6
第六组	0.09Mpa	45-50℃	7.8-9.0	74.3	8.9

[0030] 通过上表可得出将果胶澄清液在 0 ~ 0.09Mpa、温度为 45 ~ 75℃环境中直至果胶澄清液的浓缩比达到 2.5 ~ 9 为止,与理想条件下比照最终所得果胶各项指标变化最小。

[0031] 步骤 4) 中,果胶不溶于醇类物质,如甲醇、乙醇、异丙醇等,因而果胶溶液和醇结

合会形成絮状沉淀,本实施例中步骤 4) 中的醇沉析是将果胶浓缩液在浓度为 95% 以上的乙醇溶液中沉淀 40 ~ 240 分钟以得到果胶絮状沉淀物。为了去除水溶性和醇溶性色素和盐类,得到的果胶絮状沉淀物还需要对果胶絮状沉淀物进行洗涤:首先将果胶絮状沉淀物和废乙醇用沉降离心机分离,然后把分离出的果胶絮状沉淀物投入 70% 浓度的乙醇中洗涤除去水溶性色素和醇溶性色素,再用沉降离心机分离,最后把分离出的果胶絮状沉淀物投入 95% 浓度的乙醇中醇化,用沉降离心机分离后即得洗涤后的果胶絮状沉淀物。醇沉析法得到公斤果胶大约产出 100-150L 浓度 55-65% 的废乙醇,因而乙醇回收的蒸汽消耗和醇回收率也是影响果胶工业生产成本的攸关因素。不过如果精馏环节工艺设计合理,乙醇回收率可达 99.7% 以上,即吨果胶产出消耗 95% 乙醇应控制在 500-800KG 范围。

[0032] 步骤 5) 中,真空干燥可以采用转锥回转、耙式浆叶、盘式刮板等真空干燥机负压下低温干燥,把干燥物粉碎筛分后即得到乳白色粉状果胶。然后将乳白色粉状果胶进行脱色脱味,脱色脱味可采用淀粉裂解分离和蛋白凝结变性手段、辅助相应改变氧化和褐变环境等理化方法,借助诸如活性炭过滤及交换柱吸附等科学手段,从而可以脱去剑麻含有的大量的皂甙、叶绿素等染色物质和气味,最终得到的果胶外观清亮色白,1% 果胶溶液透光率超过 75%。

[0033] 本实施例中,在 5000L 搪瓷反应釜中用泵注入 4000L 去离子水,蒸汽夹套加热到水温 75℃,加入硝酸 4000ML,投剑麻干渣 200KG,在温度 65 ~ 95℃ 下搅拌反应 60min,采用离心沉降分离渣液得提取液 3500L,将硅藻土过滤器澄清后的清液用泵输送到蒸发器中,在 0.09Mpa 真空度下以低温浓缩,然后把得出的 600L 浓缩液加入盛有 900L 浓度 95% 乙醇的醇沉罐中反应 60min,再用 2000L 的乙醇反复洗涤使絮凝物脱色和纯化,最后将分离出的 900L 絮凝物投入真空干燥机在低温下干燥,取出干燥物冷却再用粉碎机粉碎得 60 目剑麻果胶 17.6KG。制成品经三门峡市质量技术监督局测试,半乳糖全酸含量平均 76.8%,酯化度 23.5%。其他指标均符合 GB2484-2000 轻工部食品添加剂果胶标准,同时各项指标也均符合美国药典 USP2000 果胶标准。

[0034] 以上所述仅为本发明的优选实施方式,本发明的保护范围并不仅限于上述实施方式,凡是属于本发明原理的技术方案均属于本发明的保护范围。对于本领域的技术人员而言,在不脱离本发明的原理的前提下进行的若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。