

菜籽饼粕中分离蛋白的制备

姜绍通, 蒋连平

(合肥工业大学生物与食品工程学院, 安徽 合肥 230009)

摘 要: 在传统的碱提酸沉工艺基础上结合超滤制备菜籽分离蛋白。通过正交试验结果分析得到菜籽分离蛋白碱提酸沉条件为: 在 pH13, 温度 40℃, 料液比(g/ml) 分别为 1:10、1:8 和 1:6 下提取 3 次, 每次 40min; 调 pH4.5 沉淀。上清液超滤工艺条件: 40℃, 流速 2m/s, 压力 0.1MPa。喷雾干燥后产品的粗蛋白含量为 70.5%, 蛋白得率为 54.7%。

关键词: 菜籽分离蛋白; 碱提酸沉; 超滤

Study on Preparation of Rapeseed Protein Isolate from Rapeseed Meal

JIANG Shao-tong, JIANG Lian-ping

(School of Biotechnology and Food Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: Rapeseed protein isolate was prepared on the basis of alkali-extraction and acid-precipitation combining with ultra-filtration. Through orthogonal tests, the best conditions of alkali-mulion and acid-isolation were: the pH13, the temperature 40℃, the time of extraction 40 minutes, the times of extraction 3, the proportion of the material to liquid (g/ml) 1:10, 1:8, 1:6 respectively and the rapeseed protein deposited at pH4.5. The conditions of the ultra-filtration to the separated liquid were: the temperature 40℃, the velocity of flow 2m/s and the pressure 0.1MPa. In the product gained through spray drying process, the content and recovery ratio of protein were 70.5%, 54.7% respectively.

Key words rapeseed protein isolate, alkali-extraction and acid-isolation, ultra-filtration

中图分类号: TQ93

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)12-0161-05

菜籽饼粕中粗蛋白含量一般为 35%~45%, 菜籽蛋白为全价优质的植物蛋白, 具有必需氨基酸平衡性强组成模式, 蛋白质生物价(BV)均高于其它植物蛋白, 与各油料蛋白质、禾谷类蛋白质相比具有明显营养互补优势, 一些功能指标优于大豆蛋白。菜籽蛋白可用于蛋白饮料、肉制品添加剂、面食添加剂、天然保鲜剂和

其他食品添加剂, 其酶解产物还可获得功能性多肽^[1-2]。

目前比较适用的菜籽蛋白提取方法主要是有机溶剂法^[3]和水相法^[4-6]。前者因工艺复杂、成本高及溶剂对蛋白质营养价值和食用安全性有一定影响, 工业化生产困难较大。而后者即碱提酸沉法, 其工艺简单、成本低, 易于工业化生产。单独采用等电点沉淀的方法只能将部

收稿日期: 2007-09-05

基金项目: 国家科技支撑计划项目(2006BAD05A00); 安徽省“十一五”攻关重点项目(06013046A)

作者简介: 姜绍通(1954-), 男, 教授, 主要从事农产品加工及贮藏研究。

参考文献:

- [1] 陈庆富. 五个中国荞麦(*Fagopyrum*)种的核型分析[J]. 广西植物, 2001(2): 107-110.
- [2] 尹礼国, 曾凡坤, 钟耕, 等. 荞麦生物类黄酮研究现状[J]. 粮食与油脂, 2002(12): 22-24.
- [3] QUETTIER-DELEU C, GRESSIER B, VASSEUR J, et al. Phenolic compounds and antioxidant activities of buckwheat (*Fagopyrum esculentum* Moench) hulls and flour[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2000, 72(1/2): 35-42.
- [4] 李丹, 丁肖霖. 荞麦生物活性成分的研究进展[J]. 西部粮油科技, 2000, 25(6): 38-41.
- [5] 赵刚, 唐宇, 王安虎, 等. 中国的荞麦资源及其药用价值[J]. 中国野生植物资源, 20(2): 31-32.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 246-247.
- [7] 阮桂海. SAS 统计分析实用大全[M]. 北京: 清华大学出版社, 2005.

分蛋白沉下来,得率低,而不经酸沉直接通过超滤获取蛋白同样存在弊端,即提取液中的蛋白很容易阻塞膜,影响膜的通透性。针对此,我们通过碱溶后进行一次酸沉,再与超滤相结合,可以进一步提高蛋白得率,氨基酸回收更加完全。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与设备

1.1.1 原料

传统热榨浸出制油工艺得到的菜籽饼粕。

1.1.2 试剂

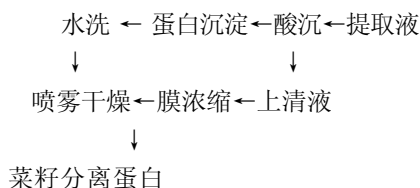
氢氧化钠、盐酸、硼酸、浓硫酸、硫酸铜、硫酸钾,均为分析纯。

1.1.3 仪器设备

数显恒温水浴锅、pH计、721型分光光度计、凯氏定氮装置、实验室用超滤装置、喷雾干燥机。

1.2 工艺流程

菜籽粕→粉碎过筛→碱溶→离心分离→残渣



1.3 方法

1.3.1 碱提

称取一定量的菜籽粕,加水并调节pH值,控制温度、提取时间和料液比,在水浴锅中搅拌提取,每次提取40min,将料液在1500r/min下离心10min得到蛋白提取液。

1.3.2 酸沉

利用盐酸调节上述蛋白提取液的pH到指定值,使菜籽蛋白在等电点沉淀,3000r/min下离心10min得到部分菜籽分离蛋白和上清液,上清液进入下面的超滤实验。

1.3.3 超滤

选用截留分子量1万的超滤膜,严格按照膜使用说明书操作,利用该装置配有的调压阀和变频器来调节系统压力和流速。根据各个单项实验的目的,实行全循环式进行浓缩,定时测定和记录膜滤速、料液流速、温度和压力差参数。

1.3.4 喷雾干燥

将沉降的部分菜籽蛋白和超滤后的蛋白浓缩液混合进行喷雾干燥,控制进口温度180℃,出口温度90℃。

1.3.5 产品基本成分分析

对喷雾干燥产品中的水分、灰分、粗蛋白、残油量、植酸、单宁和硫甙含量进行测定。

1.4 测定方法

1.4.1 水分及挥发物、灰分、粗蛋白和残油含量测定

参照国家相关标准。植酸含量测定(钒钼酸铵比色测磷法)^[7],硫甙含量测定(氯化钡快速检测法)^[8],单宁含量测定(Folin-Denis比色法)^[9]。

1.4.2 粗蛋白提取率

$$\text{蛋白提取率} = \frac{\text{提取液中粗蛋白含量}}{\text{原料中粗蛋白量}} \times 100\%$$

1.4.3 膜通量^[10]

单位膜面积、单位时间透过的液流量:

$$J_v = \frac{V}{S_m \times t}$$

式中, V 为透过液总体积(L); S_m 为膜有效面积(m^2); t 为过滤时间(h)。

1.4.4 蛋白截留率^[10]

$$R = 1 - \frac{C_f \times V_f}{C_0 \times V_0}$$

式中, C_f 为透过液中组分浓度; C_0 为初始液中组分浓度; V_f 为透过液体积; V_0 为初始液体积。

1.4.5 粗蛋白得率

$$\text{得率} = \frac{\text{菜籽分离蛋白质量} \times \text{蛋白纯度}}{\text{菜籽饼粕质量} \times \text{蛋白含量}} \times 100\%$$

2 结果与分析

2.1 原料预处理及成分分析

将菜籽饼粕粉碎后过32目筛,根据检测方法对饼粕中主要成分进行测定,测定结果见表1。

表1 菜籽饼粕成分
Table 1 Ingredients of rapeseed meal

水分 (%)	灰分 (%)	粗蛋白 (%)	残油 (%)	植酸 (%)	硫甙 ($\mu\text{mol/g}$)	单宁 (%)
10.2	8.0	35.0	1.1	2.32	43.72	1.2

2.2 正交试验研究菜籽蛋白提取工艺

在查看资料的基础上,选pH、温度、提取次数和料液比四因素,设计了 $L_{16}(4^5)$ 的正交试验。表头见表2,正交试验设计方案、结果及极差分析见表3。

表3结果表明,在所选试验范围内,对菜籽蛋白

表2 因素与水平表
Table 2 Level of orthogonal test factors

水平	因素			
	A pH	B温度(℃)	C提取次数(次)	D料液比(g/ml)
1	10	30	1	1:10
2	11	40	2	1:12
3	12	50	3	1:15
4	13	60	4	1:18

表3 正交试验方案及结果
Table 3 Scheme and result of orthogonal test

试验号	A	B	C	D	空列	蛋白提取率(%)
1	1	1	1	1	1	17.5
2	1	2	2	2	2	24.2
3	1	3	3	3	3	28.5
4	1	4	4	4	4	27.1
5	2	1	2	3	4	22.5
6	2	2	1	4	3	21.0
7	2	3	4	1	2	35.1
8	2	4	3	2	1	27.7
9	3	1	3	4	2	48.4
10	3	2	4	3	1	44.3
11	3	3	1	2	4	29.0
12	3	4	2	1	3	39.7
13	4	1	4	2	3	59.6
14	4	2	3	1	4	63.1
15	4	3	2	4	1	62.6
16	4	4	1	3	2	46.7
K ₁	97.3	148.0	114.2	155.4	152.1	
K ₂	106.3	152.6	149.0	140.5	154.1	
K ₃	161.4	155.2	167.7	142.0	148.8	
K ₄	232.0	141.2	166.1	159.1	141.7	
R	134.7	14.0	53.5	18.6	12.1	

提取效果的影响因素按主次顺序为: pH > 提取次数 > 料液比 > 温度, 通过对因素水平与考察指标之间关系的分析, 最佳工艺条件为 A₄B₃C₃D₄。

对正交试验结果进行方差分析, 见表4。

表4 方差分析结果
Table 4 Analysis of variance

变异来源	SS	df	MS	F	F _{0.01}
pH 值	2884.6725	3	961.5575	125.62(**)	
温度	28.2475	3	9.4158	1.23	
提取次数	463.2225	3	154.4075	20.17(*)	
料液比	65.9925	3	21.9975	2.87	F _{0.01} (3, 3)=29.46
误差	22.9625	3	7.6542		F _{0.05} (3, 3)=9.28
总变异	3465.0975	15			

由表4可知, pH对蛋白提取率的影响非常显著, 提取次数对蛋白提取率的影响比较显著, 料液比和温度对蛋白提取率的影响不显著, 最佳工艺条件为 pH13、提取次数为3次、料液比1:18、温度50℃。可以看出, 两种分析所得的结果具有一致性。由于温度和料液比影响不显著, 为了减少废液的产生及温度对蛋白的影

响, 三次提取的料液比分别选择1:10、1:8和1:6, 温度取40℃。在此条件下与最佳工艺条件做对比实验, 测得蛋白提取率分别为61.9%和64.2%。由于结果相差不大, 所以选择以下提取工艺: pH13, 提取次数为3次, 料液比分别为1:10、1:8和1:6, 温度40℃, 每次提取40min。

2.3 菜籽蛋白沉淀工艺研究

取定量菜籽蛋白, 在最佳条件下提取, 将提取液等分七等份, 分别调溶液pH为3.0、3.5、4.0、4.5、5.0、5.5、6.0进行沉降, 离心取上层液测定蛋白含量, 计算蛋白沉降率, 结果见图1。

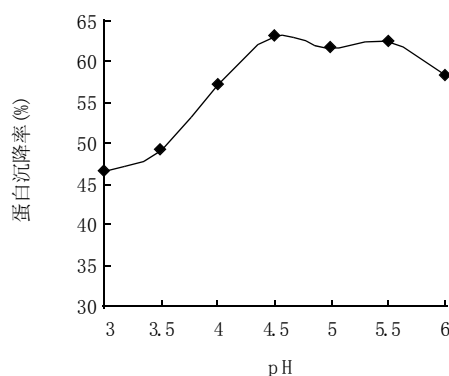


图1 蛋白沉降曲线
Fig.1 Curve of RPI precipitation

从图1可以看出, 蛋白在pH4.5时沉降率最高。将一次沉降分离后的上清液连续调节pH至2.0左右进行二次沉淀, 发现除了pH6.0的上述分离液在3.5左右出现轻微的浑浊外其它分离液并没有沉淀生成, 且3000r/min离心不分离, 可知量很少, 所以选择pH4.5一次沉淀, 离心后上清液进行超滤实验。

2.4 超滤工艺参数的确定

2.4.1 超滤过程中适宜的操作压力的确定

由于此超滤装置的工作压力须小于等于0.12MPa, 所以操作压力选取0.05、0.1、0.12MPa。料液温度为25℃, 流速为2m/s时, 30min时间内测试不同压力条件下的膜通量大小及蛋白截留率。三种压力下膜通量随时间的变化情况见图2, 蛋白截留率分别为61.9%、65.9%、66.1%。

由图2可知, 膜通量随压力的增大而增加, 随着时间的延长而下降, 20min后趋于稳定。蛋白截留率在0.1MPa与0.05MPa时相差不大, 但膜通量相差较大。膜通量大, 工作时间可以相对缩短, 因此蛋白截留率不降反升, 且0.12MPa时系统工作不太稳定, 所以0.1MPa比较合适。

2.4.2 超滤过程中流速的确定

操作温度为25℃, 压力0.1MPa下流速取1、2、3m/s, 每隔5min测试不同流速条件下的膜通量, 超滤

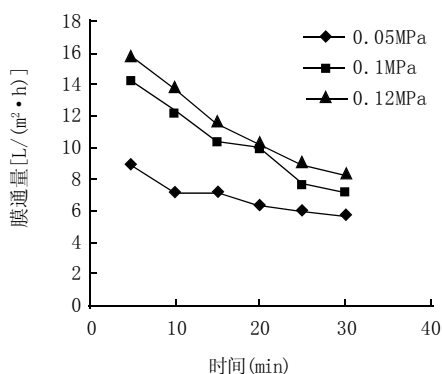


图2 不同压力下膜通量随时间的变化曲线

Fig.2 Curve of volume flow of solution through membrane with time at different pressures

30 min, 得出流速对平均膜通量的影响, 并计算蛋白截留率。三种流速下膜通量与时间的关系见图3, 蛋白截留率分别为63.6%、67.5%、62.0%。

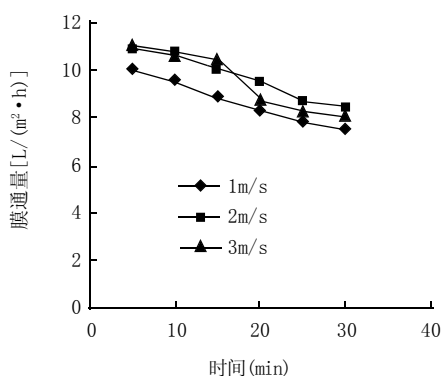


图3 不同流速下膜通量随时间的变化曲线

Fig.3 Curve of volume flow of solution through membrane with time in different flow velocity

由图3可知, 流速3 m/s时膜通量下降较大, 蛋白截留率较小, 主要是因为流速大, 料液在膜表面形成的剪切力大, 小分子蛋白通透性更强, 导致蛋白截留率小, 而流速较小时, 蛋白容易覆盖在膜表面, 阻止小分子蛋白透过, 膜通量也相应减小, 所以流速2 m/s比较合适。

2.4.3 超滤过程中适宜的操作温度的确定

操作压力0.1 MPa、流速2 m/s, 测试料液温度在20、30、40℃时膜通量随时间的变化, 结果见图4。三种温度蛋白截留率分别为66.5%。

由图4可知, 温度较高时膜通量较大, 因为料液黏度随温度的升高而降低, 温度高分子间运动加剧, 小分子更容易透过膜, 且不易形成浓差极化层。膜通量大, 工作时间可以相对缩短, 因此蛋白截留率不降反升, 所以选取40℃较适宜。超滤最佳工艺条件为: 压力0.1 MPa, 流速2 m/s, 料液温度40℃。在此条件下,

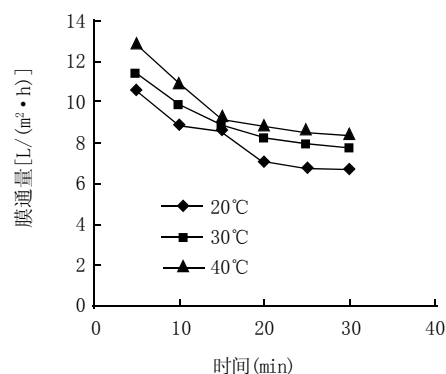


图4 不同温度下膜通量随时间的变化曲线

Fig.4 Curve of volume flow of solution through membrane with time in different temperature

蛋白截留率达到68.5%。

2.5 产品成分分析

将最佳工艺条件下得到的沉降蛋白和蛋白浓缩液混合喷雾干燥, 得到黄白色的菜籽分离蛋白。对得到的菜籽分离蛋白中主要成分进行分析, 结果见表5。

表5 菜籽分离蛋白成分
Table 5 Ingredients of RPI

水分 (%)	灰分 (%)	粗蛋白 (%)	残油 (%)	植酸 (%)	硫甙 (μmol/g)	单宁 (%)
4.0	9.8	70.5	0	0.02	0	0.02

3 结论

3.1 本实验提出了一种不同的菜籽分离蛋白制备工艺, 即碱提酸沉结合超滤工艺。通过正交试验并结合实际确定了pH、温度、提取次数和料液比四因素对菜籽蛋白提取率影响的显著性和最佳工艺条件。最佳工艺条件为: pH13、提取次数为3次、料液比分别为1:10、1:8和1:6, 温度40℃, 每次提取40 min。蛋白提取率为61.9%。

3.2 菜籽蛋白最佳沉降条件为在pH4.5下一次性沉降, 沉降率为63.2%。分离后上清液超滤的最佳工艺条件为: 操作压力0.1 MPa、流速2 m/s, 料液温度40℃。蛋白截留率为68.5%。

3.3 喷雾干燥产品色泽较淡, 蛋白含量70.5%, 蛋白得率54.7%。

参考文献:

- [1] 董加宝, 张长贵, 王祯旭. 食用菜籽蛋白研究及应用[J]. 粮食与油脂, 2005(12): 11-13.
- [2] 于炎湖. 双低菜籽粕的开发利用[C]//第二届中国粮油学会研讨会论文集, 2002: 353-358.
- [3] 严奉伟. 菜籽粕综合提取工艺研究[J]. 农业工程学报, 2004, 20(2): 209-212.

气流膨化菠萝脆片的工艺研究

陈传福, 李 坤, 张培正*

(山东农业大学食品科学与工程学院, 山东 泰安 271018)

摘 要: 以当年海南产的新鲜菠萝为原料, 采用气流膨化工艺, 从不同品种、切分、成熟度、温度、压力差、停滞时间、水分含量等几个方面对菠萝的膨化工艺进行了研究。得出膨化菠萝脆片最佳工艺参数: 膨化温度 75℃、停滞时间 2~4min、压力差为 70kPa、膨化时间为 30min、水分含量 20%。

关键词: 气流膨化; 菠萝脆片; 膨化度; 复水比; 停滞时间

Processing Study on Popping Explosion of Pineapple Chips

CHEN Chuan-fu, LI Kun, ZHANG Pei-zheng*

(College of Food Science and Engineering, Shandong Agricultural University, Taian 271018, China)

Abstract: The study made use of fresh pineapples of Hainan produce as raw materials and adopted popping explosion technology to manufacture a new type of instant pineapple chips. The major parameters including variety, different breeds, different sizes and thicknesses cutting maturation degree, operation temperatures, pressures, residence time and moisture contents were found through the single factor experiments. Educe the optimum craft parameters of the popping explosion of pineapple chips as follows: popping temperature 75 °C, residence time 2~4 min, pressure 70 kPa, residence time 30 min, moisture content 20%.

Key words popping explosion technology; pineapple chips; dilatibility; rehydration rate; residence time

中图分类号: TS255.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)12-0165-04

菠萝在我国水果生产中占有重要地位, 营养丰富, 据科学测定, 菠萝那金黄色诱人的鲜果肉中含有丰富的果糖、葡萄糖、氨基酸、有机酸、蛋白质、脂肪、粗纤维、钙、铁、磷、胡萝卜素多种维生素、烟酸等营养成分。而且菠萝汁所含的菠萝酶在医疗上用途很广。由于菠萝的种植、加工、运输、科研等方面不能协调发展, 深加工技术没有得到广泛的应用, 使满街的菠萝卖不动, 影响了市场的开发。

膨化技术具有原料利用率高, 占地面积小, 生产

能力高等特点。而膨化食品更以其风味好营养价值高, 易于消化吸收等独特的优势, 在食品行业中一枝独秀。气流膨化的菠萝片, 具有色泽好、口感酥脆、品质安全等特点, 为提高菠萝的附加值, 推动菠萝产业的发展指出了方向^[1]。

1 料材与方法

1.1 材料与设备

海南产菠萝购于泰安水果批发市场, 水分含量约为

收稿日期: 2006-10-09

*通讯作者

基金项目: 山东省科技攻关项目(011050101)

作者简介: 陈传福(1980-), 男, 硕士研究生, 研究方向为食品安全。

- [4] 郭兴凤, 周瑞宝, 汤坚, 等. 菜籽蛋白的制备[J]. 郑州工程学院学报, 2001, 22(1): 60-62.
- [5] 李顺灵, 严有兵, 李向珍. 食用菜籽蛋白的提取分离及其应用研究[J]. 广州食品工业科技, 1998(3): 12-14.
- [6] 王车礼, 史美仁. 菜籽粕脱毒提取菜籽蛋白研究进展II—菜籽分离蛋白的制取[J]. 中国油脂, 1997, 22(4): 53-57.

- [7] 何照范. 粮油籽粒品质及其分析技术[M]. 北京: 农业出版社, 1995.
- [8] 吴谋成. 植物生物物质常用分析方法[M]. 华中农业大学中心实验室分析检测教研室, 1987: 65-78.
- [9] 于炎湖, 吴谋成. 饲料毒物学附毒物分析[M]. 北京: 农业出版社, 1992: 242-243.
- [10] 严希康. 生化分离工程[M]. 北京: 化学工业出版社, 2001.