

杏浆中果酸吸附性能的研究

艾斯卡尔·艾拉提, 黄桂东, 姬中伟, 毛 健*

(江南大学食品学院, 江苏 无锡 214122)

摘 要: 杏浆营养价值高, 但杏浆销售利润很低, 制约了其被广泛应用。为了提高杏浆的附加值, 以新疆杏浆作为原料, 采用离子交换树脂对杏浆中天然果酸的吸附性能进行研究, 以期分离得到具有广泛应用价值的天然果酸, 达到提高杏浆附加值的目的。结果表明: SQD56可以作为提取分离果酸的最佳树脂材料。SQD56树脂吸附果酸的最佳条件为上样液质量浓度16g/L、温度20℃、流速3BV/h; 在该条件下, 其比吸附量为 (135.81 ± 1.33) mg/g。果酸解吸最佳条件为氨水体积分数4%、温度40℃、流速3BV/h, 洗脱体积6BV; 在该条件下, 果酸的洗脱回收率达 $(76.52 \pm 1.88)\%$ 。所提取的果酸主要是L-型果酸, 如苹果酸、乳酸和柠檬酸, 相对含量分别为62.12%、22.05%、14.21%。

关键词: 杏浆; 离子交换树脂; 果酸

Adsorption Properties of Alpha Hydroxy Acids from Apricot Sauce

AISIKAE Ailati, HUANG Gui-dong, JI Zhong-wei, MAO Jian*

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

Abstract: Apricot sauce has excellent nutritional value. However, the sale profit of apricot sauce is very low and its market demand is unstable so that the export has to suffer restriction. To solve the problem of production and market, the adsorption properties of alpha hydroxy acids (AHAs) from apricot sauce was investigated in the present study. The results showed that ion exchange resin SQD56 was selected as the optimal resin among seven resins. The adsorption quantity reached as high as up to (135.81 ± 1.33) mg/g of SQD56 under the conditions of 16 g/L, 20 °C and 3 BV/h for sample solution concentration, temperature and flow rate, respectively. Meanwhile, the optimal elution conditions were found to be 4%, 40 °C, 3 BV/h and 6 BV for ammonia concentration, temperature, flow rate and elution volume, respectively, resulting in a recovery of AHAs of $(76.52 \pm 1.8)\%$. Most of the obtained AHAs belonged to the L-type class with malic acid, lactic acid and citric acid accounting for 62.12%, 22.05% and 14.21% of the total amount, respectively.

Key words: apricot sauce; ion exchange resin; alpha hydroxy acid

中图分类号: TS255.3

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2013)08-0118-06

杏作为第3大核果在全球水果市场上占有重要地位, 且营养价值高^[1-2]。由于杏果实保质期短, 储运性差, 全球的杏制品主要以浓缩杏浆的形式进行贸易^[3]。近年来, 我国的杏浆出口量一直位于世界前列, 其中新疆地区浓缩杏浆的销量在杏销售市场上占有较大份额^[4]。但是, 我国杏浆销售利润很低, 且易受市场供求限制, 抗风险能力差^[5]; 另外, 由于传统思想认为“杏伤人”, 导致了国内消费者对杏浆接受度不高^[6]。为了从根本上解决杏浆的产销问题, 需要深入研究杏浆的深加工工艺, 以提高其附加值。苹果、桃是我国产量较大的两种水果, 其100g鲜果中总酸含量分别在0.27~1.05g^[7]和0.23~1.79g^[8]范围内。前期研究表明, 100g鲜杏中总酸含量为1.21~3.19g, 杏中总酸含量高于上述两种水果中总

酸的含量, 说明从杏浆中提取果酸具有可行性。

天然果酸且具有较强的生理活性, 对人体具有重要的代谢意义, 可广泛应用于食品、化妆品、医药等行业^[9-11]。因此, 本研究拟采用树脂分离技术分离提取果酸。通过比较不同树脂对果酸的静态吸附、洗脱效果, 筛选出最佳分离树脂。分别考察样品液浓度、温度和流速对该树脂的比吸附量的影响, 并通过正交试验确定其最佳吸附条件。采用氨水溶液对果酸吸附饱和的离子交换树脂进行洗脱, 通过单因素和正交试验, 考察洗脱剂体积分数、流速、温度以及洗脱体积4个因素对洗脱率的影响, 得到最佳洗脱条件, 以期通过从杏浆中提取果酸的办法解决杏浆滞销问题。

收稿日期: 2012-08-18

作者简介: 艾斯卡尔·艾拉提(1986—), 男, 硕士研究生, 研究方向为食品生物技术。E-mail: askr23@163.com

*通信作者: 毛健(1970—), 男, 教授, 博士, 研究方向食品生物技术。E-mail: maojiand417@163.com

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

浓缩杏浆 新疆中粮集团; 树脂D201、D380 西安蓝晓科技新材料股份有限公司; 树脂SQD56、SQD85、D301 江苏苏青树脂厂; 树脂312 浙江争光实业股份有限公司; 树脂AB-8 天津南开大学化工厂; 柠檬酸、L-苹果酸、L-乳酸、酒石酸、草酸、富马酸、琥珀酸、乙酸标准样品 美国Sigma公司。

1.2 仪器与设备

LXJ-IIIB型低速大容量多管离心机 上海安亭科学仪器厂; 722s分光光度计、UV751GD 型紫外-可见光度计、电子天平 上海精密科学仪器有限公司; HH-S₂系列恒温水浴锅 江苏金坛市环宇科技仪器厂; HB-III型循环水式多用真空泵 郑州市长城科工贸有限公司。

1.3 方法

1.3.1 果酸高效液相色谱法测定

采用高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)对新疆浓缩杏浆中有机酸进行定性定量分析测定^[12]。色谱条件为: 色谱柱: Ecomsil C₁₈(250×4.6mm, 5μm); 流动相: 5%甲醇, 0.05% H₃PO₄水溶液(pH2.3); 流速: 0.8mL/min; 柱温: 30℃; 进样量: 10μL; 运行时间: 20min; 紫外检测波长: 210nm。

1.3.2 吸附树脂的筛选

1.3.2.1 不同树脂吸附性能的研究

将树脂312、SQD56、SQD85、D301、D380、D201、AB-8除去水分, 各称取10g于500mL锥形瓶中, 分别加入200mL总酸质量浓度16.22g/L的杏汁, 于50℃水浴振荡12h至吸附饱和, 测定杏汁中果酸质量浓度, 按照式(1)计算各树脂的比吸附量。

$$\text{比吸附量}/(\text{mg/g})=(C_0-C_1)\times V/m \quad (1)$$

式中: C_0 为吸附前样品液中果酸质量浓度/(mg/mL); C_1 为吸附后样品液中果酸质量浓度/(mg/mL); V 为加入样品液的体积/mL; m 为树脂质量/g。

1.3.2.2 不同树脂解吸性能的研究

将上述吸附饱和的树脂抽滤除去水分, 用4%氨水溶液200mL洗脱, 振荡处理12h, HPLC法测定洗脱液中果酸含量, 按照公式(2)计算各树脂的解吸率。

$$\text{解吸率}/\%=(C_2\times V_2)\times 100/(C_0-C_1)\times V_1 \quad (2)$$

式中: C_0 为原脱色杏汁中总酸质量浓度/(mg/mL); C_1 为SQD56树脂吸附后脱色杏汁中总酸的质量浓度/(mg/mL); C_2 为洗脱液中总酸质量浓度/(mg/mL); V_1 为脱色杏汁的体积/mL; V_2 为洗脱液的体积/mL。

1.2.3 果酸吸附条件的优化

选取不同的样品液质量浓度、温度、上样流速进

行单因素试验, 采用GB/T 12456—2008《食品中总酸的测定》中酸碱滴定法, 测定不同条件下SQD56树脂的比吸附量, 考察各因素对SQD56树脂吸附果酸的影响。单因素试验的水平设置为: 样品液质量浓度 C (果酸含量): 4、8、16、24、32g/L; 温度 T : 20、30、40、50、60℃; 上样流速 v : 1、2、3、4、5BV/h。

根据上述单因素试验所确定的SQD56树脂的吸附条件, 以比吸附量为考察指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验研究不同条件下树脂吸附情况, 确定SQD56树脂吸附果酸的最佳条件。

1.2.4 SQD56树脂的解吸特性研究

采用SQD56大孔弱碱性阴离子交换树脂进行杏汁中的果酸吸附、洗脱, 当树脂饱和和吸附果酸后, 可通过选择合适的洗脱剂将果酸洗脱下来。洗脱剂的选择不仅影响到果酸的回收利用, 而且还关系到树脂的再生能力和工作质量^[13]。常用的洗脱剂一般包括NaOH、NH₄OH、Na₂CO₃等碱液以及H₂SO₄、HCl等低浓度的强酸溶液^[14-15], 如果选择NaOH、Na₂CO₃、H₂SO₄、HCl等溶液进行果酸的洗脱, 会将Na⁺、CO₃²⁻、SO₄²⁻、Cl⁻等离子带入果酸溶液中, 为后续分离纯化带来麻烦, 影响果酸纯品品质^[16-17]。而NH₄OH能够有效地将果酸洗脱下来, 并通过浓缩蒸馏的方法将氨水脱除并可以再次回收利用, 因此本研究采用NH₄OH作为洗脱剂。

果酸的洗脱受很多因素的影响, 本研究主要研究洗脱液质量浓度、温度、流速和洗脱体积对果酸洗脱性能的影响, 采用HPLC法测定不同条件下洗脱液中果酸含量, 计算各条件下树脂的洗脱率, 选取最佳洗脱条件。单因素试验的水平设置为: 洗脱液体积分数 C : 1%、2%、3%、4%、5%; 温度 T : 20、30、40、50、60℃; 上样流速 v : 1、2、3、4、5BV/h; 洗脱体积 V : 1、2、3、4、5、6、7、8、9、10BV。

根据单因素试验确定的解吸条件, 以洗脱液质量浓度、洗脱速度、洗脱温度和洗脱剂体积作为因素, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验进行优化, 确定最佳动态解吸条件。

1.2.5 统计学分析

本研究所有定量数据均采用SPSS 17.0 进行统计分析, 数据均以“均值±标准差”表示, 采用ANOVA检验进行组内和组间比较, $P<0.05$ 时, 认为有显著性差异。

2 结果与分析

2.1 吸附树脂的选择

工业上一般采用阴离子交换树脂或者大孔吸附树脂分离、回收有机酸根^[18-20], 故本研究选取的树脂包括: 强碱性阴离子交换树脂, 如树脂312和D380; 弱碱性阴离子交换树脂, 如树脂SQD56、SQD85和D301; 大孔吸附

树脂,如树脂DA201和AB-8。对7种不同树脂进行静态吸附和静态洗脱处理,分别计算各树脂的比吸附量和洗脱率,筛选最佳吸附树脂,结果如表1所示。

表1 不同树脂的吸附、洗脱能力
Table 1 Adsorption and desorption capacity of various types of ion exchange resin

树脂名称	树脂类型	比吸附量/(mg/g)	洗脱率/%
312	弱碱性阴离子交换树脂	112.68 ± 3.51^c	58.98 ± 0.83^b
SQD56	大孔弱碱性阴离子交换树脂	121.26 ± 1.91^d	67.44 ± 2.66^c
SQD85	大孔弱碱性阴离子交换树脂	123.61 ± 2.57^d	58.03 ± 1.46^b
D380	强碱性阴离子交换树脂	157.13 ± 5.15^e	51.36 ± 3.97^a
D301	大孔弱碱性阴离子交换树脂	107.83 ± 4.90^c	58.35 ± 1.95^b
D201	大孔强碱性阴离子交换树脂	77.19 ± 2.68^b	56.98 ± 3.77^b
AB-8	大孔吸附树脂	54.41 ± 5.86^a	50.01 ± 0.37^a

注:同列数据肩标不同字母表示有显著性差异($P < 0.05$)。

由表1可知,不同树脂的吸附能力和洗脱能力不同。树脂D380的吸附能力最强,比吸附量达 (157.13 ± 5.15) mg/g,但其洗脱率仅 $(51.36 \pm 3.97)\%$,洗脱效果较差;树脂SQD56的比吸附量为 (121.26 ± 1.91) mg/g,但其洗脱率达 $(67.44 \pm 2.66)\%$,洗脱效果好。为了最大程度的获取杏汁中的天然果酸,选取的树脂不仅要求吸附量高,还要求便于洗脱,且同时要考虑成本因素。综合考虑,本研究选择SQD56树脂进行果酸的分离纯化研究。

2.2 样品液质量浓度对SQD56树脂比吸附量的影响

称取一定量SQD56树脂,在总酸含量相同、温度 50°C 、静态吸附12h条件下,不同样品液质量浓度对树脂吸附能力的影响,结果如图1所示。

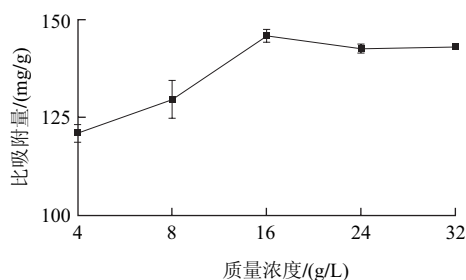


图1 上样液质量浓度对吸附量的影响

Fig.1 Effect of sample concentration on adsorption capacity

由图1可知,当果酸质量浓度较低时,SQD56树脂的吸附能力随着样品溶液质量浓度的增加而增大,当上样液质量浓度达16g/L时,单位质量的SQD56树脂吸附量最大,通过差异显著性分析,16g/L时树脂比吸附量与其他树脂有明显差异。但是当继续增加样品液的果酸浓度时,树脂的比吸附量反而降低。这是因为,当样品溶液质量浓度较低时,树脂与果酸根离子的接触几率小,增加溶液中果酸质量浓度可以提高酸根离子与树脂的接触机会;但是,当果酸质量浓度继续增大时,树脂表面的酸根离子浓度也会相应增大,这时表面的酸根离子会

阻碍其他酸根离子进入树脂内部进行离子交换,从而降低树脂的吸附能力;同时,样品液质量浓度的增加,也会增加其他杂质的含量,从而影响树脂对果酸的吸收,故本研究中果酸的质量浓度控制在16g/L左右较好。

2.3 温度对SQD56树脂比吸附量的影响

称取一定量SQD56树脂,在上样液质量浓度16g/L、上样液体积150mL、静态吸附12h的条件下,不同温度对树脂吸附效果的影响,结果如图2所示。

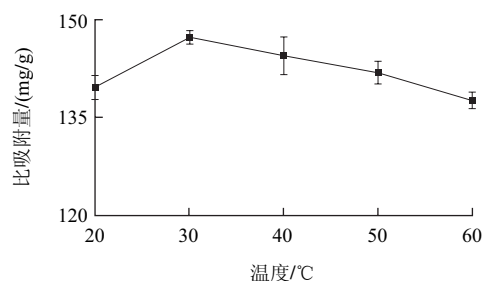


图2 温度对吸附能力的影响

Fig.2 Effect of temperature on adsorption capacity

由图2可知,在温度较低时,树脂吸附果酸的能力随温度的升高而增强,但当温度超过 30°C 时,SQD56树脂吸附果酸的能力逐渐降低。原因可能是,当温度较低时,随着温度的升高,样品溶液的布朗运动逐渐加快,增加了树脂与果酸根离子的接触机会,但是,当温度继续升高,样品溶液的布朗运动过快会导致果酸来不及与树脂充分接触、交换,从而降低树脂的吸附能力。综上所述,当温度为 30°C 时,SQD56树脂的吸附能力较好。

2.4 上样液流速对SQD56树脂吸附效果的影响

在上样液质量浓度16g/L、温度 30°C 的条件下进行上样处理,绘制不同流速下树脂的穿透曲线,不同流速对SQD56树脂吸附效果的影响,结果如图3所示。

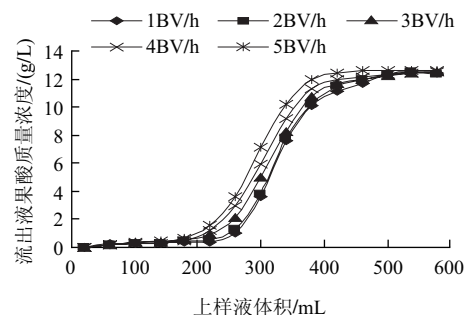


图3 不同流速下树脂SQD56的穿透曲线

Fig.3 Breakthrough curves of ion exchange resin SQD56 at different flow rates

由图3可知,不同流速条件下,SQD56树脂的穿透曲线不同。在上样液流速较低的情况下,随着上样液流速的增加,树脂对果酸的吸附量也增加,树脂出现泄漏点的时间较晚,但当上样液流速大于2BV/h后,随着上样液流

速的增加,树脂出现泄漏点的时间越来越早,果酸的吸附量逐渐降低,这是由于当上样液流速过大时,杏汁中的果酸物质还未来得及与树脂发生离子交换,就被溶液冲出柱子,从而造成泄漏点出现较早,树脂对果酸的吸附量下降。但流速过低,生产周期会相应延长,生产效率低,生产成本低。综合考虑,上样液流速以2BV/h为宜。

2.5 正交试验优化SQD56树脂动态吸附条件

由图3可知,不同流速下树脂的泄漏点都出现在上样液体积为300~400mL范围内,所以在正交优化SQD56树脂动态吸附试验时,上样液体积选400mL,以减少不必要的工作量。以上样液质量浓度、温度和流速为因素,采用树脂比吸附量作为指标,采用三因素三水平进行正交试验,采用SPSS 17.0对试验结果进行极差分析和方差分析。

表2 SQD56树脂动态吸附条件正交试验因素水平表
Table 2 Dynamic adsorption parameters and their coded levels for orthogonal array design

水平	A质量浓度/(g/L)	B温度/℃	C流速/(BV/h)
1	8	20	1
2	16	30	2
3	24	40	3

表3 SQD56树脂动态吸附条件优化正交试验设计及结果
Table 3 Orthogonal array design and results for optimization of the dynamic adsorption parameters

试验号	A	B	C	D(空列)	比吸附量/(mg/g)
1	1	1	1	1	100.59
2	1	2	2	2	94.89
3	1	3	3	3	99.39
4	2	1	3	2	136.43
5	2	2	1	3	130.29
6	2	3	2	1	128.01
7	3	1	2	3	111.29
8	3	2	3	1	122.99
9	3	3	1	2	97.48
k_1	98.29	116.103	109.453		
k_2	131.577	116.057	111.397		
k_3	110.587	108.293	119.603		
R	33.287	7.81	10.15		

表4 SQD56树脂动态吸附条件正交试验方差分析表
Table 4 Analysis of variance for the dynamic adsorption parameters

变异源	III型平方和	df	均方	F值	显著性
A	1699.790	2	849.895	19.606	*
B	121.268	2	60.634	1.399	
C	174.148	2	87.074	2.009	

注:*, $P < 0.05$, 差异显著。

在动态吸附的条件下,树脂SQD56的比吸附量与静态吸附相比均下降,这是因为动态吸附更为复杂,上样液的冲击对果酸的吸附有影响。由极差分析表中R值可以看出,影响SQD56树脂吸附果酸能力的因素主次顺序为

上样液浓度、流速、温度。由方差分析表可知,样品液浓度对SQD56树脂比吸附量有显著影响($P < 0.05$),温度和流速对树脂吸附能力影响不显著。并根据k值大小选择最佳的工艺条件为 $A_2C_3B_1$,即上样液质量浓度16g/L、温度20℃、流速3BV/h。在该最佳条件下进行重复实验,树脂的比吸附量达 (135.81 ± 1.33) mg/g。

2.6 SQD56树脂洗脱工艺的研究

2.6.1 洗脱剂质量浓度对SQD56树脂解吸能力的影响

取SQD56树脂装柱,采用最优吸附条件上柱,水洗,在温度30℃、洗脱体积5BV、流速3BV/h条件下,不同质量浓度洗脱液对果酸解吸效果的影响,结果如图4所示。

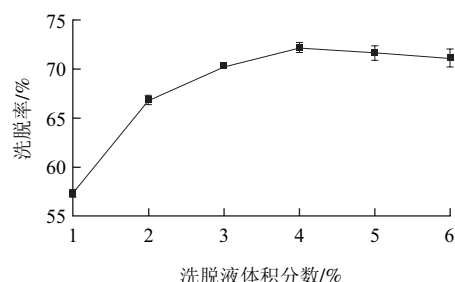


图4 洗脱剂体积分数对果酸洗脱能力的影响

Fig.4 Effect of eluent concentration on desorption capacity

由图4可知,随着洗脱剂体积分数的增大,果酸的洗脱回收率也相应增大,当洗脱剂体积分数为4%时,果酸的洗脱率达 $(72.27 \pm 0.49)\%$,此时洗脱效果最好。当洗脱剂体积分数过高,果酸的洗脱率反而降低。原因可能是,在一定范围内洗脱剂体积分数增大,溶液中离子浓度增大,可交换的离子浓度增大,洗脱剂在树脂表面扩散加快,树脂的再生效率提高,但浓度过高(如氨水体积分数超过4%)时,树脂收缩脱水,使树脂层坚固,洗脱剂在树脂内扩散困难,离子交换速度下降,果酸的解吸量降低。故选择氨水体积分数4%作为洗脱剂体积分数。

2.6.2 温度对SQD56树脂洗脱能力的影响

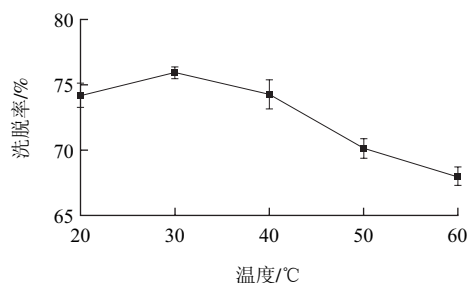


图5 温度对洗脱能力的影响

Fig.5 Effect of temperature on desorption capacity

取SQD56树脂湿法装柱,采用最佳吸附条件上柱,过水冲洗,在洗脱液4%氨水、洗脱体积5BV、流速3BV/h条件下,不同温度对树脂SQD56解吸效果的影响,结果如图5所示。

由图5可知,温度对果酸的解吸有较大的影响。当温度较低时,提高温度能够加快果酸离子在内扩散和膜扩散的速度,有利于交换,促进果酸从离子交换柱上解吸下来,但当温度超过30℃后,温度升高,果酸的解吸率反而降低,这是因为树脂在一定的温度范围内稳定,当温度过高,易使树脂的交换基团分解,促使交换树脂变性,影响其交换容量。

2.6.3 流速对SQD56树脂洗脱能力的影响

取SQD56树脂湿法装柱,采用最佳吸附条件上柱,过水冲洗,在洗脱液4%氨水、洗脱温度50℃、洗脱体积5BV条件下进行洗脱,不同流速对树脂解吸的影响,结果如图6所示。

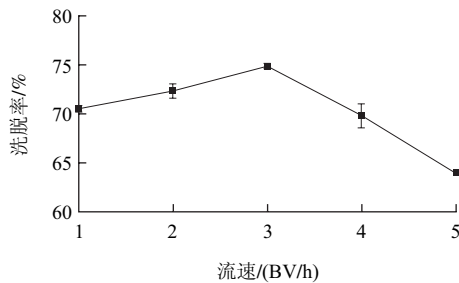


图6 流速对果酸洗脱率的影响
Fig.6 Effect of flow rate on desorption capacity

如图6所示,在低流速条件下,流速加快,果酸从树脂柱上解吸下来的量呈增大趋势,洗脱率增大,但当洗脱液流速大于3BV/h后,随着氨水流速的增加,果酸的洗脱率逐渐降低,这是由于当上样液流速过大时,洗脱剂还未来得及到达树脂内部,与果酸酸根发生离子交换,就被溶液冲出柱子,从而造成洗脱不完全,洗脱效率差。但流速过低,洗脱液与果酸离子充分接触、交换达到平衡,果酸根离子又会重新结合到离子交换树脂的功能基团上,从而导致洗脱率较低;同时,流速过低,生产周期会相应延长,生产效率低,生产成本低。综合考虑,上样液流速以3BV/h为宜。

2.6.4 洗脱剂体积对SQD56树脂解吸的影响

取SQD56树脂湿法装柱,采用最佳吸附条件上柱,过水冲洗,在洗脱液为4%氨水、洗脱温度50℃、洗脱流速3BV/h条件下进行洗脱,不同洗脱液体积对树脂解吸的影响,结果见图7。

由图7可知,当洗脱剂用量较少时,洗脱剂不能将果酸从离子交换柱上充分解吸下来,洗脱率较低,适当增加洗脱剂体积能够有效提高果酸的洗脱率,当洗脱体积6BV时,果酸的洗脱率已经达到(77.28±0.43)%,继续增加洗脱液体积,果酸的洗脱率增加不明显。综合考虑工业生产中生产成本和生产效率,本研究采用的洗脱体积为6BV。

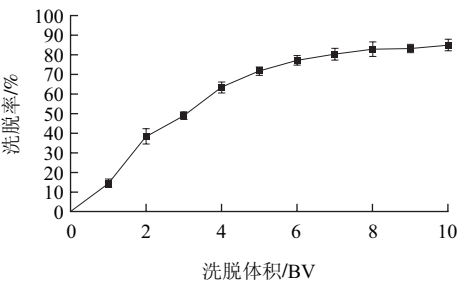


图7 洗脱体积对洗脱率的影响
Fig.7 Effect of elution volume on desorption capacity

2.6.5 正交试验优化SQD56树脂动态解吸条件

表5 SQD56树脂动态解吸条件优化正交试验因素水平表
Table 5 Dynamic desorption parameters and their coded levels for orthogonal array design

水平	A洗脱液体积分数/%	B温度/℃	C流速/(BV/h)	D洗脱体积/BV
1	3	20	2	5
2	4	30	3	6
3	5	40	4	7

表6 SQD56树脂动态解吸条件优化正交试验设计及结果
Table 6 Orthogonal array design and results for optimization of the dynamic adsorption parameters

试验号	A	B	C	D	洗脱率/%
1	1	1	1	1	66.40
2	1	2	2	2	71.22
3	1	3	3	3	69.27
4	2	1	3	2	73.11
5	2	2	1	3	74.53
6	2	3	2	1	76.91
7	3	1	2	3	72.11
8	3	2	3	1	71.84
9	3	3	1	2	74.50
k ₁	68.963	70.540	71.810	71.717	
k ₂	74.850	72.530	73.413	72.943	
k ₃	72.817	73.560	71.407	71.970	
R	5.887	3.020	2.153	1.226	

表7 SQD56树脂动态解吸条件优化正交试验方差分析表
Table 7 Analysis of variance for the dynamic desorption parameters

变异源	III型平方和	df	均方	F值	显著性
A	53.635	2	26.818	21.315	*
B	14.141	2	7.071	5.620	
C	6.760	2	3.380	2.687	

注:*.P<0.05,表示差异显著。

按照表5进行正交试验。对不同因素水平下洗脱率的试验结果进行极差分析,结果见表6。据表7中的R值,可以看出影响洗脱率的因素主次顺序为洗脱液体积分数、温度、流速、洗脱体积。其中,洗脱体积的R值为1.226,小于其他3个因素的R值,说明洗脱体积对果酸的洗脱率影响比较小,故本研究以洗脱体积一列作为误差列,进行方差分析,结果见表7。由表7可知,洗脱液体

积分数对洗脱率有显著影响($P<0.05$), 温度、洗脱流速对果酸洗脱率影响不显著。根据极差和方差分析结果, 确定最佳的洗脱条件为氨水体积分数4%、温度40℃、流速3BV/h、洗脱体积6BV。在最佳条件下进行洗脱实验, 测得果酸洗脱率为 $(76.52\pm 1.88)\%$ 。

2.7 果酸的制备

将通过上述实验得到的果酸铵盐溶液进行浓缩蒸发, 并在高温下将溶液烘干, 得白色晶体。测定果酸的酸种类及百分比含量, 结果见表8。

表8 果酸的种类及含量
Table 8 AHA composition and contents

果酸种类	苹果酸	乳酸	柠檬酸	乙酸	琥珀酸	草酸	富马酸	酒石酸
含量/%	62.12	22.05	14.21	1.20	0.17	0.11	0.11	0.03

通过离子交换树脂对杏浆中的果酸进行提取分离, 得到果酸混合物, 其中苹果酸含量62.12%, 乳酸含量22.05%, 柠檬酸含量14.21%, 占总酸含量的98.38%。杏浆中提取的天然果酸均是L-型果酸, 本研究能够较好的将果酸进行分离提取。

3 结 论

SQD56可以作为提取分离果酸的最佳树脂材料。SQD56树脂吸附果酸的最佳条件为: 上样液质量浓度16g/L、温度20℃、流速3BV/h。在该条件下, 其比吸附量为 $(135.81\pm 1.33)\text{mg/g}$ 。果酸解吸的最佳条件为: 氨水体积分数4%、温度40℃、流速3BV/h, 洗脱体积6BV。在该条件下, 果酸的洗脱回收率达 $(76.52\pm 1.88)\%$ 。所分离得到的果酸主要是L-型果酸、苹果酸、乳酸和柠檬酸, 它们的百分比含量分别为62.12%、22.05%和14.21%。

参考文献:

- [1] LECCESE A, BARTOLINI S, VITI R. Total antioxidant capacity and phenolics content in fresh apricot[J]. Acta Alimentaria, 2008, 37(1): 65-76.
- [2] KIN E, KARABULUT I, TOPUZ A. Some compositional properties of main Malatya apricot (*Prunus armeniaca*) varieties[J]. Food Chemistry, 2008, 107(2): 939-948.
- [3] 葛邦国, 刘志勇, 马超, 等. 杏产品加工研究现状与前景展望[J]. 中国果菜, 2012(3): 42-45.
- [4] 新疆自治区林果办. 2009年新疆新疆特色林果产品供销信息[J]. 新疆林业, 2009(5): 34-36.
- [5] 闫卫疆. 浓缩杏浆的工业化生产及设备[J]. 食品与机械, 2005, 22(4): 57-58.
- [6] 张君萍, 高疆生, 李疆, 等. 西部开发中新疆杏产业发展存在的问题[J]. 新疆农业科学, 2005, 42(增刊1): 57-59.
- [7] 梁俊, 郭燕, 刘玉莲, 等. 不同品种苹果果实中糖酸组成与含量分析[J]. 西北农林科技大学学报: 自然科学版, 2011, 29(10): 163-170.
- [8] 赵剑波, 姜全, 郭继英, 等. 不同来源桃种质果肉颜色与果实糖酸含量关系的研究[J]. 北方园艺, 2009(8): 61-63.
- [9] PENNISTON K, NAKADA S, HOLMES R, et al. Quantitative assessment of citric acid in lemon juice, lime juice, and commercially-available fruit juice products[J]. Journal of Endourology, 2008, 22(3): 567-570.
- [10] HENRY M, PESTI G. An investigation of calcium citrate-malate as a calcium source for young broiler chicks[J]. Poultry Science, 2002, 81(8): 1149-1155.
- [11] 李琳, 夏莉华, 李晓燕. 果酸换肤治疗痤疮的疗效观察[J]. 中国美容医学, 2011, 20(1): 105-106.
- [12] 赵剑波, 梁振昌, 杨君, 等. 三个类型桃及其杂种后代糖酸含量的差异[J]. 园艺学报, 2009, 36(1): 93-98.
- [13] 廖晓峰, 陈正行, 姚惠源, 等. 大孔树脂吸附分离栀子浸提液中的三萜酸及结构鉴定[J]. 食品科学, 2006, 27(8): 114-119.
- [14] 于荣, 廖晓峰. NKA大孔树脂分离纯化栀子中的熊果酸[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(9): 67-71.
- [15] 高振鹏, 袁亚宏, 岳田利, 等. 用离子交换法分离苹果汁中果酸的技术研究[J]. 农业工程学报, 2007, 23(7): 212-217.
- [16] 陈美霞. 杏果实发育过程中糖积累与蔗糖代谢相关酶的关系[J]. 果树学报, 2009, 26(3): 320-324.
- [17] 李贵文, 张明芮. 树脂吸附法分离纯化锁阳中熊果酸的工艺研究[J]. 中成药, 2011(9): 161-1615.
- [18] 高振鹏, 袁亚宏, 岳田利, 等. 用离子交换法分离苹果汁中果酸的技术研究[J]. 农业工程学报, 2007, 23(7): 212-218.
- [19] 易建华, 朱振宝, 常玉华, 等. 苹果汁中果酸(苹果酸)的分离[J]. 食品科技, 2003(12): 17-23.
- [20] HASIB A, JAOUAD A, MAHROUZ M, et al. HPLC determination of organic acids in Moroccan apricot[J]. Cienc Tecnol Aliment, 2002, 3(4): 207-211.