大孔吸附树脂对库尔勒香梨果汁脱色的研究

范爱军[1]，崔正涛[2]，谢晓霞[1]，王陈强[1,3]，赵长兰[3]，李应彪[3]
（1.新疆冠农果茸集团股份有限公司，新疆库尔勒 841000）
（2.新疆冠农股份绿原番茄制品有限公司，新疆库尔勒 841000）（3.石河子大学食品学院，新疆石河子 832003）

摘要：以可溶性固形物以及脱色率为考察指标，利用静态吸附实验对 7 种大孔树脂进行考察，并通过静态吸附和动态吸附的单因素影响实验，对筛选树脂的最佳脱色和再生工艺条件进行考察。结果表明：SA-900C 大孔树脂的脱色效果最好，脱色率为 80.37%，透光率为 95.3%。最佳脱色条件为：流速为 3.8 mL/min，温度 40 ℃，可溶性固形物 12.5 Brix，最佳再生条件：4%的 NaOH 溶液为再生剂，洗脱再生流速为 3.3 mL/min。

关键词：库尔勒香梨；树脂；脱色
文章篇号：1673-9078(2012)3-285-288

Macroporous Resin for Decolorization of Korla Pear Juice

FAN Ai-jun[1], CUI Zheng-tao[1], XIE Xiao-xia[1], WANG Chen-qiang[1,3], ZHAO Chang-lan[3], LI Ying-biao[3]
(1.Xinjiang Guannong Fruit & Antler Group CO., LTD, Korla 841000, China)
(2.Chlorogenic Tomato Products of Xinjiang Guannong Group CO., LTD, Korla 841000, China)
(3.Food College of Shihezi University, Shihezi 832003, China)

Abstract: Seven kinds of macroporous resin were selected by studying the soluble solids and the decolorization rate. Through the static and dynamic separateness factor experiments，the optimum conditions of decoloration of stevioside and resin regeneration were obtained. The results showed that LSA-900C macroporous resin was the best resin with decolorization rate being of 80.37% and transmission rate being of 95.3%. The best decoloration technology conditions were: the flow rate 3.8 mL/min, the temperature 40 ℃, and soluble solids 12.5 Brix. The best regeneration technology conditions were: 4.0% NaOH eluent as the regenerates and flow rate of 3.3 mL/min.

Key words: Korla pear; resin; decolorization

库尔勒香梨属白梨系统，原产新疆库尔勒地区，为瀚海梨和鸭梨的自然杂交品种[1]。具有止渴、生津、清心润肺、清热解毒等功效，深受广大消费者的喜爱。近年来，随着种植面积的扩大，香梨深加工已经成为新疆林果业发展的必然趋势。

果糖是最甜的天然营养型甜味剂，甜度是蔗糖的 1.2~1.8 倍，具有风味好、热值低、甜度高等特点；是 20 世纪 70 年代以来国外迅速发展起来的高级甜味剂[1]。目前国内外生产果糖方法有很多，大多以淀粉为原料，近几年，有的以苹果为原料生产液态果糖，以菊粉、蔗糖为原料生产果糖，这两种方法生产的果糖的产率较低，再加上淀粉和蔗糖的价格比较都在日渐飙升，生产出来的果糖成本也会水涨船高，因此，寻找一种富含果糖的而成本又低的原料来代替淀粉和蔗糖生产果糖，一直以来是研究人员寻求的目标，随着库尔勒香梨种植面积日渐扩大，而香梨有果糖含量高，皮薄的特点，在包装或卸载时极易容易划破梨皮而失去商业价值，所以选用残次库尔勒香梨为原料，生产浓缩果糖少见报道。传统的脱色方法一般采用活性白土吸附法[2]和活性炭脱色法[3]，双氧水法[4]以及大空树脂树脂脱色法[4]。白土脱色效果不显著，消耗量大，活性炭吸附效果虽然不错，但是再利用率低，污染环境，本试验选用大孔树脂吸附法对香梨清汁进行脱色。通过比较不同树脂对香梨汁的脱色效果，筛选出适合香梨汁脱色的树脂，并确定脱色最佳工艺参数。

收稿日期：2011-12-19
基金项目：国家科技部科技人员服务企业项目（2009GJG41012）
作者简介：范爱军(1966-)，高级工程师，主要从事果蔬深加工方面的管理与研究工作
通讯作者：李应彪(1964-)，教授，硕士生导师，主要从事农产品加工及食品机械方面的教学与研究

1 材料与方法

1.1 试验材料

香梨汁：冠农股份技术中心提供。

树脂：LKS-01 大孔吸附树脂，山东鲁抗立科药物化学有限公司；LSA-900B、LSA-900C、LSA-900D 大孔吸附树脂，西安蓝晓科技有限公司；D-900、

PHD-300L、PHD-200L，沧州宝恩化工有限公司。

1.1.1 试验试剂

异-VcNa、氢氧化钠、盐酸、酚酞指示剂、果胶酶(Pectinex Be XXL)、淀粉酶(AMYLASE AG 300L)、硫酸铜、酒石酸钾钠、亚甲基蓝、葡萄糖等（以上试剂均为分析纯）。

1.1.2 主要仪器与设备

THZ-82B 气浴恒温振荡器，江苏省金坛市医疗仪器厂；UV-7504 PC 紫外可见分光光度计，上海欣茂仪器有限公司；DZKW-S-4 电热恒温水浴锅。

1.1.3 试验指标测定方法

可溶性固形物测定：采用折光计法[5]；透光率(695 nm)：QB/T1687-93，但波长在 695 nm 处测定[6]；总酸（苹果酸计）：GB/T12456-1990[7]；pH 值：NY82.7-1988[8]；

1.2 试验方法

1.2.1 树脂的预处理

PHD-300L、PHD-200L、LSA-900B、LSA-900C、LSA-900D 大孔吸附树脂的预处理：称取一定量的树脂，用蒸馏水洗至树脂无泡沫后，用 2~3 倍，4%的碱液浸泡树脂 1.5~2 h，然后去除碱液，用大量的蒸馏水清洗至中性待用。LKS-01 大孔吸附树脂采用 2~3 倍、65~80 ℃、1%的氢氧化钠溶液清洗浸泡 1 h，弃除碱液，然后用蒸馏水清洗至 pH<8。然后加入 4~6%的硝酸溶液至 pH<3，停止加酸，静放 1 h 后用蒸馏水清洗至 pH 为 6~7 待用。D-900 是一种阴离子脱色树脂，采用水-酸-水-碱-水的顺序进行预处理，先用树脂体积的 2~3 倍的 4%的盐酸浸泡 2 h，蒸馏水洗至中性，再用 2~3 倍的氢氧化钠浸泡 2 h，蒸馏水洗至中性，循环 2 次待用。

1.2.2 脱色率的计算与检测波长的确定

本试验所用的香梨汁为经过酶解超滤过的香梨清汁，选择 400~670 nm 可见光区测定香梨汁吸光率，选择最大吸收波长。

$$脱色率\ (\%)=\frac{脱色前吸光度-脱色后吸光度}{脱色前吸光度}\times 100\%$$

1.2.3 静态吸附试验

准确称取树脂 2 g 于 250 mL 三角瓶中加入香梨汁 50 mL，85 r/min 20 ℃振摇 6 h，测定吸附后梨汁的透光率及吸光度，计算脱色率，筛选出最适合香梨汁脱色的大孔吸附树脂。并用于下一步动态吸附试验。

1.2.4 动态吸附试验

取一定量得LSA-900C装入层析柱中，梨汁以一定量得流速经过树脂柱，分批收集流出液，在固定的波长下测定流出液的吸光度，并考查不同流速、温度、pH值对梨汁脱色效果的影响。

1.2.5 静态解析试验[9,10]

取乙醇 20 mL 于 250 mL 三角瓶中，加入 1 g 反应后的树脂，在 105 r/min 振荡器振摇，每 5 min 测定试验结果。

2 结果与分析

2.1 最大吸收波长的确定

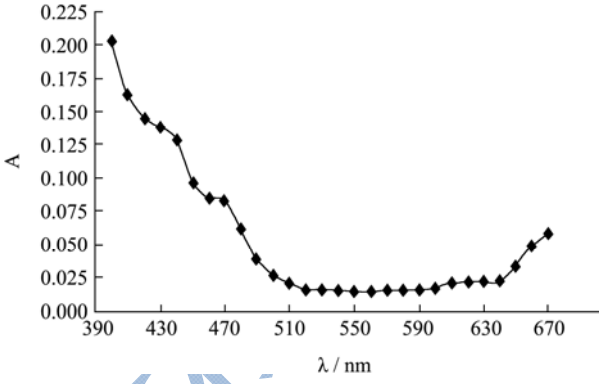


图1 香梨汁最大吸收波长图谱

Fig.1 The maximum absorption wavelength spectrum of fragrant pear juice

香梨汁在 200~400 nm 紫外光波段内无吸光值，所以选择在 400~700 nm 波段测定香梨汁的吸光值，吸光值越小，说明透光率越高，由图 1 可以看出，香梨汁最大波长检测图谱中，520~600 nm 之间吸光度偏差为 2%，该波段的吸光度无明显差异，本试验选用 550 nm 作为香梨汁最佳吸收波长。

2.2 静态吸附筛选树脂试验

表1 不同型号树脂吸附效果比较

Table 1 Different model resin adsorption effect comparison

树脂型号	可溶性固形物/Brix	吸光度	透光率/%	脱色率/%
原料	9.5	0.107	78.1	-
LKS-01	8.3	0.05	89.1	53.27
LSA-900B	8.3	0.057	87.6	46.73
LSA-900C	8.5	0.021	95.3	80.37
LSA-900D	8.3	0.03	93.3	71.96
PHD-300L	8.3	0.049	89.4	54.21
PHD-200L	8.5	0.058	87.6	45.79
D900	8.5	0.138	79.2	-

由表1可以看出，LSA-900C，LSA-900D两种型号的树脂吸附性能最好，D900阴离子树脂虽然是一种脱色树脂，但是它本身为阴离子游离胺型，带正电，能与溶液中带负电的离子基团发生交换，起到脱色的作用。但是香梨汁溶液为酸性溶液，所以对香梨汁并没有脱色效果。LSA-900C、LSA-900D两种树脂脱色效果都很好，具体选择哪种树脂，试验选用2 g树脂与三

角瓶105 r/min 20 ℃下振摇，每30 min测定一次溶液的透光率，对两种树脂进行了动力学曲线分析，确定最佳脱色树脂型号，结果见图2。

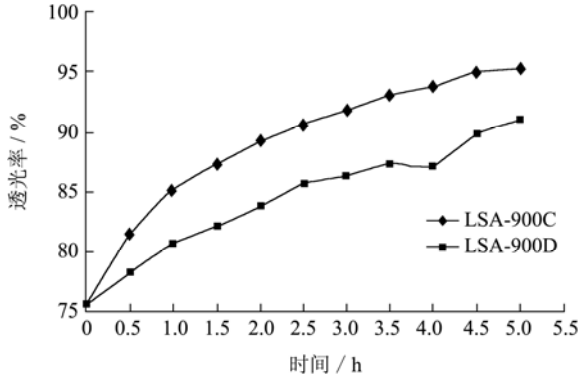


图2 LSA-900C，LSA-900D的动力学曲线

Fig.2 Dynamics curves of two kinds of resin (LSA-900C and LSA-900D)

由图2可以看出，LSA-900C吸附效果明显强于LSA-900D，相同条件下，前者的吸附速率比后者强，而且经反复试验发现，LSA-900D在充裕的时间范围内也能达到LSA-900C的脱色效果，但在实际生产效率上考虑，应该选择的是在最短的时间内脱色效果最好的树脂。所以本试验选用的脱色树脂为LSA-900C大孔吸附树脂为脱色树脂。

2.3 香梨汁温度对 LSA-900C 树脂的静态吸附率影响

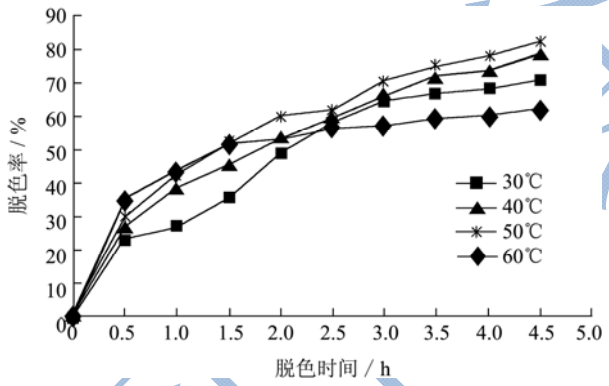


图3 香梨汁温度对LSA-900C树脂的静态吸附率影响

Fig.3 Effect of Fragrant pear juice temperature on static adsorption rate of LSA-900C resin

由图 3 可以看出，温度对脱色也有很大影响，40~50 ℃脱色效果最好。60 ℃脱色率不稳定，前期效果较好，后期脱色率逐渐下降，因为色素分子的扩散速率与温度成正比，温度高，扩散速率越大。吸附效果越好，由于实际生产中超滤清汁的温度在 30~35 ℃之间，为了节约成本，常常采用的超滤清汁的实际温度 30~35 ℃。LSA-900C 最高耐温 150 ℃，所以 30~60 ℃范围内，树脂的性质并不会发生改变。

2.4 不同流速对 LSA-900C 树脂的动态吸附影响

从图 4 可以看出当流速为 2.5 mL/min，3.8 mL/min，即蠕动泵转速为 1 r/min，1.5 r/min 时，吸附 5 h，两者的吸附率仍相差不大，而且吸附率仍然很高，并没有出现漏点。在达到品质要求的情况下，本试验选择处理量大的为本次试验的最佳流速。

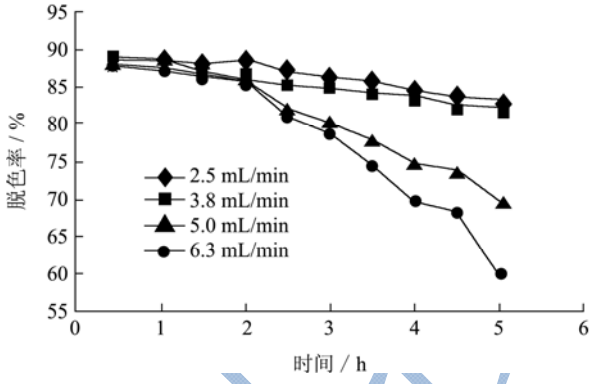


图4 流速对LSA-900C树脂的动态吸附影响窗体顶端

Fig.4 Effects of flow speed on dynamic adsorption of LSA-900C resin

2.5 LSA-900C 树脂对香梨果汁的最大处理量试验

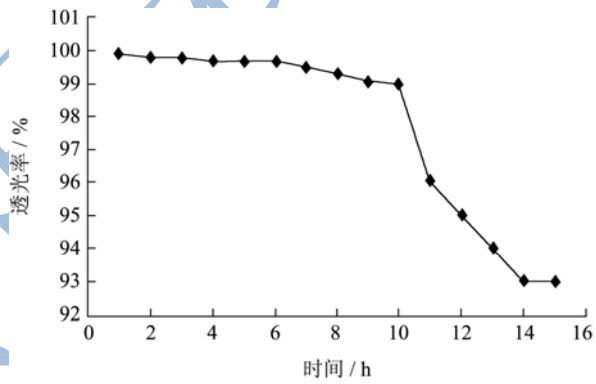


图5 LSA-900C树脂的最大处理量

Fig.5 The best processing load of LSA-900C resin

由图 5 可以看出，LSA-900C 树脂的吸附量很大，香梨果汁果糖的透光率要求 98%以上，所以本试验中透光率≤98%视为漏点。图 5 中在脱色 10 h 后透光率明显下降，并且透光率＜98%，所以在脱色 10 h 视为漏点，经计算得出，20 mL 树脂的梨汁处理量为 2280 mL，即每毫升树脂处理梨汁 114 mL。

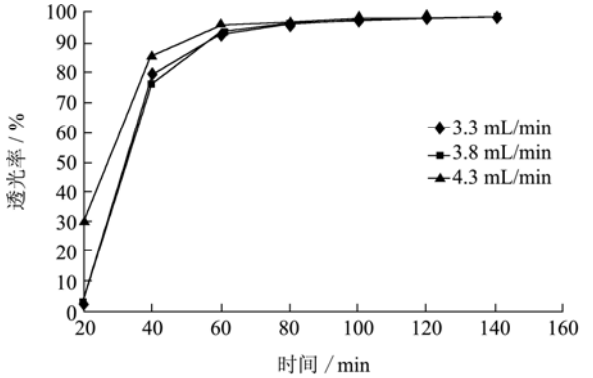


图6 洗脱流速对树脂再生效果的影响

Fig.6 Effect of elution speed of flow on resin regeneration

2.6 洗脱流速对树脂再生效果的影响

由图 6 得出，当洗脱 80 min 时曲线趋于平行，说明已经洗脱完全，4.3 mL/min 在 60 min 时已经达到洗脱效果，消耗碱液 258 mL，但流速为 3.3 mL/min，80 min，碱消耗量为 104 mL，所以，从成本角度考虑，洗脱速率选择 3.3 mL/min。

3 结论

通过以上试验得出，香梨果汁的最大吸收波长为 550 nm，最佳吸附树脂为 LSA-900C 大孔吸附树脂，静态脱色率 80.37%，透光率 95.3%。香梨汁动态吸附最佳流速为 3.8 mL/min，温度 40 ℃，可溶性固形物 12.5 Brix，1 mL LSA-900C 树脂对香梨果汁的最大吸附处理量为 114 mL。4%的 NaOH 洗脱液消耗量为：1mL 吸附饱和树脂消耗 5.2 mL，洗脱再生流速为 3.3 mL/min。

参考文献

[1] 高振鹏,岳田利,袁亚宏,等.果糖生产技术和应用研究进展[J].西北农林科技大学学报, 2003, 31(155):187-190.

[2] 梁芳慧,尹平河,赵玲,等.澥水油脱色工艺的研究.中国油脂, 2006, 31(2):15-17.

[3] 立本英机,安部郁夫.活性炭的应用技术-其维持管理及存在的问题.南京:东南大学出版社, 2002.

[4] 李瑞华,周小华.应用化学[J], 2004,21(3):309

[5] 范云鸽,史作清,路延龄.应用化学[M],2000,17(4):456

[6] Stitute of Food and fermentation dustry science Institute of Ministry of light industry.GB12143.1-89 The deterrnination of soluble solids in soft drink[S].Beijing: China standards Press, 1990

[7] QB/T1687-1993,浓缩苹果清汁[S]

[8] NY82.7-1988,pH 值的测定[S]

[9] 马彦梅,何艳熙,童得军,等.大孔树脂对沙枣黄酮吸附及解吸性能的研究[J].现代食品科技,2009,25(2):144-146

[10] 闫克玉,高远翔. 大孔吸附树脂法纯化槐米总黄酮的研究[J].现代食品科技,2009,25(6):596-599

现代食品科技