

# 甜叶菊水提取液的絮凝研究

张雪颖<sup>1</sup>, 徐仲伟<sup>1</sup>, 战宇<sup>2</sup>, 宁正祥<sup>1</sup>

(1. 华南理工大学轻工与食品学院, 广东 广州 510640) (2. 广州大学生物与化学工程学院, 广东 广州 510091)

**摘要:** 研究了絮凝剂在甜叶菊提取液的澄清过程中的作用, 选出最适絮凝剂, 并对其澄清效果进行实验, 确定了最佳的絮凝条件: 温度为 65~70 ℃, pH 值为 9~10, 添加絮凝剂用量为 4.5 g/L, 作用时间为 40 min 左右。

**关键词:** 甜叶菊; 提取液; 絮凝剂; 透光率

中图分类号: TS255.44; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)02-0008-03

## Study on Flocculation of Water Extracts of *Stevia rebaudiana* Bertoni

ZHANG Xue-ying<sup>1</sup>, XU Zhong-wei<sup>1</sup>, ZHAN Yu<sup>2</sup>, NING Zheng-xiang<sup>1</sup>

(1. College of Light Industry and Food Technology, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

(2. School of Biological and Chemical Engineering, Guangzhou University, Guangzhou 518051, China)

**Abstract:** The effect of flocculation on the clarifying treatment of *Stevia rebaudiana* Bertoni extracts and the selection of the most suitable flocculant were studied. The optimal temperature, pH value, flocculant dosage and time of the flocculation were 65~70 ℃, 9~10, 4.5 g/L and 40min, respectively

**Key words:** *stevia rebaudiana* Bertoni; extracts; flocculant; transparency

甜叶菊是菊科宿根多年生草本植物, 其叶片中含有的甜菊糖甙具有高甜度(为蔗糖的 200~300 倍)、低热量(仅为蔗糖的 1/300)的特性<sup>[1]</sup>, 并有一定的药理作用, 对糖尿病、肥胖症、心脏病、高血压有明显的药理作用和辅助疗效<sup>[2~4]</sup>, 因而日益引起人们的关注和重视, 现已广泛应用于保健饮料、低热量食品和医药工业中, 被誉为最有发展前途的新糖源。

通过热水浸提的甜叶菊原液里含有大量的蛋白质、有机酸、皂甙、叶绿素、无机盐等杂质, 这些杂质的含量是糖甙含量的 5~7 倍。如果在料液进入吸附树脂前对杂质不进行一定程度的处理, 杂质就会污染树脂, 使其功效降低, 使用寿命缩短, 因此, 对动态法提取的料液必须进行预处理除杂。

预处理的方法大致有以下两种: (1).物理处理法。主要是运用物理方法把料液中的色素、蛋白质等杂质同甜菊糖甙分开, 从而达到预处理除杂的目标, 其主要缺点是生产成本低。(2).化学处理法。该法是目前我国甜菊糖甙厂主要应用的方法, 其主要原理是絮凝剂能提供大量的络合离子, 强烈吸附胶体微粒, 通过粘

附桥架交联作用, 促使微粒凝聚; 同时, 其还可发生物理变化, 中和胶体微粒及悬浮物表面电荷, 降低胶团的电位。因而, 胶体粒子由原来的相斥变成相吸, 破坏胶团的稳定性, 使胶体微粒相互碰撞, 形成沉淀, 达到除杂的目的。运用此法处理的料液, 杂质离子及有机杂质 80% 可被除去<sup>[5]</sup>。

本文对几种常用的絮凝除杂剂的特性进行了研究和比较, 选出一种效果较佳的絮凝剂。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与设备

甜叶菊(黑龙江); 盐酸, 三氯化铁, 氯化亚铁, 硫酸亚铁, 氧化钙, 氢氧化钙, 碳酸钙均为分析纯。

752N 型紫外可见分光光度计; pH S-25 数显酸度计; JH-12 型 COD 恒温加热器; JB-2 型恒温磁力搅拌器。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 提取方法

取一定量的甜叶菊, 首先加入相当于甜叶菊重量 10 倍的沸水软化叶片组织 10 min, 之后在 60 ℃ 下浸提 30 min, 然后减压抽滤, 用同样的方法再浸提 3 次, 合并 4 次浸提液后用布氏漏斗抽滤, 得到黑褐色液体, 即为甜叶菊的提取液。

#### 1.2.2 提取液澄清工艺

收稿日期: 2006-09-19

作者简介: 张雪颖, 在读硕士, 研究方向为食品化学

通信作者: 战宇, 博士, 主要从事食品化学研究

基金项目: 广州市科技局项目(2006J1-C0251); 广东省科技计划支持项目(2005A20303002)

提取液→加入絮凝剂→搅拌→静置(65℃水浴)→减压抽滤→取清液检测

### 1.2.3 澄清效果测定

取上层清液,以蒸馏水作参比,用752N型分光光度计在670 nm处用1 cm比色皿测定,结果用透光率表示。

### 1.2.4 甜菊糖甙含量的测定

参考GB8270-1999中的碱容量法来测定。

## 2 结果与讨论

### 2.1 不同絮凝剂对絮凝效果的影响

为了比较不同种类的絮凝剂对甜叶菊提取液的絮凝效果,选取几种常用絮凝剂单独或复合对甜叶菊提取液进行絮凝试验。在25 mL比色管中各加入20 mL甜叶菊提取液,然后分别加入不同絮凝剂,以水定容,并调节pH至10,充分搅拌10 min后置于65℃水浴中静置60 min左右。用定性滤纸过滤,取清液在670 nm处测定透光率,结果见图1。

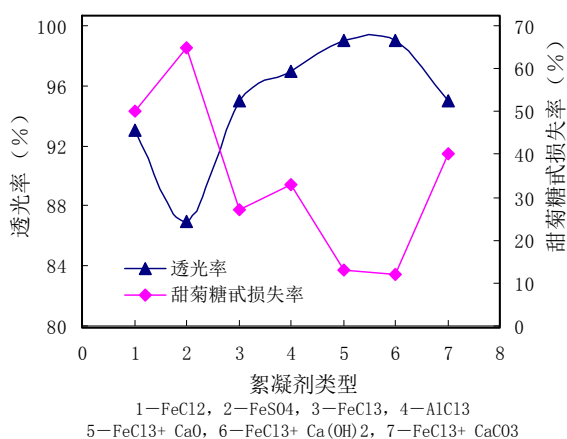


图1 不同絮凝剂对絮凝效果的影响

从图1可看出,FeCl<sub>3</sub>+Ca(OH)<sub>2</sub>和FeCl<sub>3</sub>+CaO的絮凝效果最好,絮凝后清液的透光率最大,而糖甙损失率最小。考虑到CaO比Ca(OH)<sub>2</sub>便宜,所以选择FeCl<sub>3</sub>+CaO做絮凝剂较合适。需注意的是,使用CaO时,将其配制成30%~35%的石灰乳,絮凝效果最好。此絮凝剂的作用原理:FeCl<sub>3</sub>+CaO(H<sub>2</sub>O)→Fe(OH)<sub>3</sub>↓+CaCl<sub>2</sub>,即酸碱反应产生更难溶的絮状沉淀,随着沉淀量增多使大分子如蛋白质、胶体、叶绿素、纤维等聚沉。另外,提取液中很多胶体带有负电荷,在中性条件下形成双电层,因而在胶体颗粒间形成静电排斥作用,使胶体能稳定地存在于液相当中。当加入石灰乳后,电离出来带正电荷的Ca<sup>2+</sup>离子使胶体赖以稳定存在的双电层减弱或消失。根据DLVO理论,胶体颗粒间的作用位能V可表示为由斥力引起的排斥位能V<sub>R</sub>

和由范德华力引起的吸引位能V<sub>A</sub>之和,即V=V<sub>R</sub>+V<sub>A</sub>。随着排斥位能的降低,吸引位能随胶体颗粒间距离的缩短而增加,最终导致凝聚。此外,加入的石灰乳还可凝聚相当一部分皂角甙和色素,并且具有杀菌作用,从而使提取液颜色变浅,微生物繁殖得到抑制<sup>[6]</sup>。

### 2.2 絮凝剂配比及用量对絮凝效果的影响

在65~70℃,pH 10,絮凝时间为60 min时,改变两种絮凝剂的配比对絮凝效果的影响见表1。

表1 絮凝剂的配比对絮凝效果的影响

$m(\text{FeCl}_3):m(\text{CaO})$	过滤	澄清液	透光率/%
2:1	难	深黄绿色不透明	60
1:1	难	黄绿色微浑	87
1:2	易	淡黄色澄明	95
1:2.5	易	浅淡黄色澄明	99
1:3	难	浅淡黄色微浑	90

表1可知 $m(\text{FeCl}_3):m(\text{CaO})=1:2.5$ 时絮凝效果最好。

在65~70℃,pH 10,絮凝时间为60 min时,按 $m(\text{FeCl}_3):m(\text{CaO})=1:2.5$ 配制复合絮凝剂,改变絮凝剂用量对絮凝效果的影响见图2。

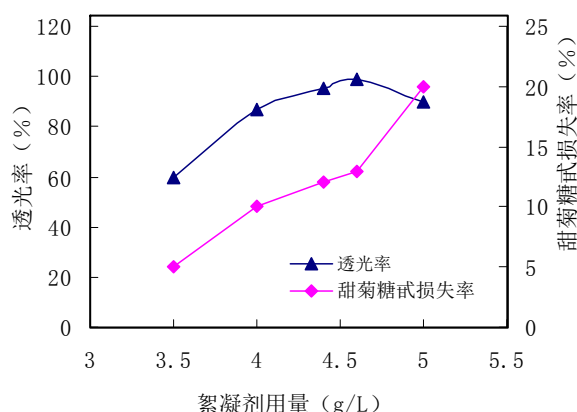


图2 絮凝剂用量对絮凝效果的影响

由图2可见,随絮凝剂用量的增加,澄清液透光率增大,甜菊糖甙损失率也提高,透光率在絮凝剂用量为4.5 g/L时达最大值,在絮凝剂用量4.4~4.6 g/L范围内澄清液透光率和甜菊糖甙损失率变化趋于平缓。但随絮凝剂用量的进一步增加,上层澄清液透光率降低,甜菊糖甙损失率继续增大。其原因可能为:当加入量较少时,絮凝剂不足以和蛋白质鞣酸等杂质分子发生较强的吸附架桥和电中和作用,不能将胶体颗粒充分絮凝;随着絮凝剂加入量的增加,吸附架桥和电中和作用增强,絮凝效果逐渐达到最佳值;但当加入量过高,提取液中的微粒易被絮凝剂包围,失去其在颗粒间发挥的架桥作用,胶体表面发生二次吸附,微粒处于再稳定状态,澄清液透光率降低<sup>[7]</sup>。因此,

絮凝剂用量为 4.5 g/L 时絮凝效果最好。

### 2.3 提取液的 pH 对絮凝效果的影响

在温度 65~70 °C、絮凝剂用量 4.5 g/L 时,加入絮凝剂后提取液的 pH 在 12 左右,改变絮凝溶液的 pH 值,考查其对絮凝效果的影响,见图 3。

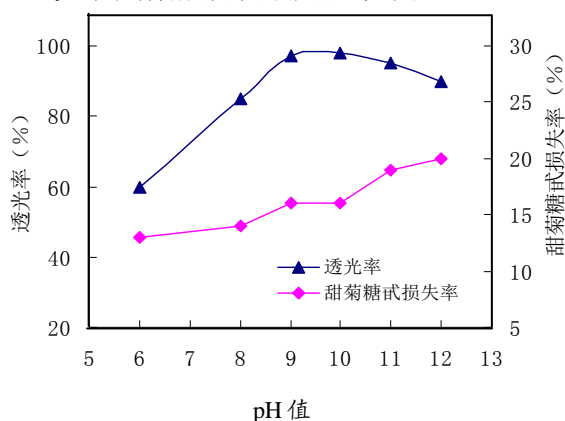


图 3 提取液的 pH 对絮凝效果的影响

结果表明随着提取液 pH 的增加,透光率逐渐增大,在 pH=9~10 时透光率达最大值,絮凝效果最佳,后又逐渐下降。而甜菊糖甙的损失率一直在增大,在 pH=8~10 范围变化较慢,当 pH>10 后,损失率增大较快。因此,提取液的 pH=9~10 时絮凝效果最好。

### 2.4 温度对絮凝效果的影响

在絮凝剂用量为 4.5 g/L、pH 为 9~10、絮凝时间为 60 min 时,改变絮凝温度对絮凝效果的影响见图 4。

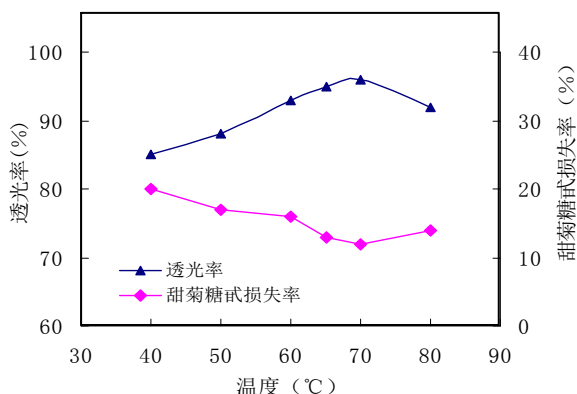


图 4 絮凝温度对絮凝效果的影响

图 4 可见随着温度的升高,澄清液的透光率增加,在 65~70 °C 达最大,其后有所下降。而甜菊糖甙的损失率在减小,温度超过 65 °C 后变化趋于平缓。因此,温度为 65~70 °C 时絮凝效果最好。

### 2.5 絮凝时间对絮凝效果的影响

为确定絮凝试验的最佳作用时间,在 70 °C、絮凝剂用量 4.5 g/L、絮凝溶液 pH 为 9~10 时,每隔 10 min 测定一次甜叶菊提取液的透光率,结果见图 5。

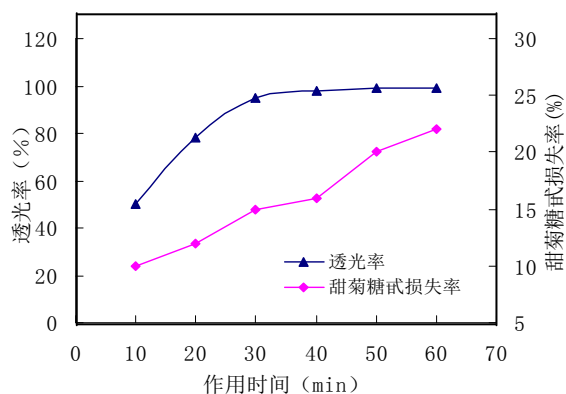


图 5 絮凝时间对絮凝效果的影响

由图 5 可见,在 30 min 内的沉淀很快,上清液透光率明显增加,在 30~40 min 变化趋缓,40 min 以后透光率几乎不发生变化。因此,可确定最佳沉淀时间为 40 min,在该时间内絮凝体可沉淀完全,且絮凝液稳定性高,过滤后放置 48 h 没有出现二次混浊现象。

## 3 结论

3.1 在甜叶菊提取液的絮凝处理中,选择  $\text{FeCl}_3 + \text{CaO}$  做絮凝剂较合适。

3.2 絮凝剂的适宜絮凝条件:温度 65~70 °C, pH 9~10,添加絮凝剂用量 4.5 g/L,作用时间 40min 左右。

3.3 采用此絮凝方法处理甜叶菊提取液,可使其透光率达到 95% 以上,甜菊糖甙损失率在 13% 左右。

## 参考文献

- [1] 胡献丽,董文宾,郑丹,杨兆艳.甜菊及甜菊糖甙研究进展[J].食品研究与开发,2005,(1):36-38.
- [2] Jeppesen P. B. Stevioside induces antihyperglycaemic, insulinotropic and glucagonostatic effects *in vivo*: studies in the diabetic Goto-Kakizaki (GK) rats[J]. Phytomedicine,2002,9,(1): 9
- [3] Chan, Paul. The effect of stevioside on blood pressure and plasma catecholamines in spontaneously hypertensive rats[J]. Life Science Including Pharmacology Letters, 1998,63,(19): 1679-1684
- [4] Toyoda,K. Assessment of the Carcinogenicity of Stevioside in F344 Rats[J]. Food and Chemical Toxicology, 1997,35(6): 597-603.
- [5] 卿石臣. 甜菊糖甙生产中絮凝剂的探索[J].中国食品添加剂,2003,(6).
- [6] 孙卫东,王双飞,李红,梁欣泉,宾飞.糖汁的气浮提纯分离[J].食品工业科技,2003,(6):31-33.
- [7] 刘祥义,徐晓军.元宝枫水提取液的絮凝研究[J].精细化工,2006,(1):47-49.