

包装材料

魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜的制备工艺

吕焱, 席丽敏, 蔡静蕊, 向怡纯, 谢琴妍, 高思玮

(北京林业大学, 北京 100083)

摘要: **目的** 研究得到魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜的成膜优化配比和工艺条件。**方法** 通过正交实验, 采用四因素(魔芋粉/卡拉胶配比、甘油添加量、聚乙二醇添加量、水浴温度)四水平法, 对膜进行拉伸强度、伸长率、透湿量的测试, 综合以上指标, 得到优化方案。**结果** 当魔芋粉和卡拉胶的质量比为4:1, 甘油添加量为0.375 mL, 聚乙二醇添加量为0.75 g, 水浴温度为75 ℃时, 膜的拉伸强度为51.07 MPa, 伸长率为81.4%, 透湿量为798.22 g/(m²·d)。**结论** 该实验的显著影响因素为魔芋粉/卡拉胶配比和聚乙二醇添加量。制备的包装膜拉伸强度接近普通PE的强度, 但透湿量仍然较大, 可考虑利用其较大透湿量的特点运用到其他领域。

关键词: 魔芋粉-卡拉胶; 可食性包装膜; 拉伸强度; 伸长率; 透湿量

中图分类号: TB484.9 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2017)09-0075-05

Preparation Technology of Edible Konjac Flour-Carrageen Packaging Film

LYU Yan, XI Li-min, CAI Jing-rui, XIANG Yi-chun, XIE Qin-yan, GAO Si-wei
(Beijing Forestry University, Beijing 100083, China)

ABSTRACT: The work aims to research and obtain the optimized mix proportion and technological conditions of edible konjac flour-carrageenan packaging film. Through orthogonal experiment with four factors (ratio of konjac flour/carrageenan, additive amount of glycerol and polyethylene glycol, water bath temperature) and four levels, the tensile strength, elongation and water vapor permeability of films were tested. The optimal scheme was achieved based on the indicators above. When konjac flour/carrageenan ratio was 4 : 1, volume of glycerol was 0.375 mL, mass of polyethylene glycol was 0.75 g, and water bath temperature was 75 ℃, the tensile strength of the film was 51.07 MPa, elongation was 81.4% and water vapor permeability was 798.22 g/(m²·d). The significant influencing factors are mix proportion of konjac flour and carrageenan and the additive amount of polyethylene glycol. The tensile strength of the packaging film prepared is close to that of PE; however, the water vapor permeability is still large. Given its large water vapor permeability, the proposed film can be applied to other fields.

KEY WORDS: konjac flour-carrageenan; edible packaging film; tensile strength; elongation; water vapor permeability

可食性包装膜是以天然可食性物质(如蛋白质、脂肪类、多糖、纤维素等)为原料, 添加小分子物质为增塑剂, 通过不同分子间的相互作用形成具有致密网络结构的可食性膜^[1]。与传统的用于食品包装的合成材料不同, 可食用性包装膜具有可降解、无污染、可增强食品风味甚至增加营养等作用。魔芋粉的主要成分是魔芋葡甘聚糖, 是从魔芋球茎中提取的一种水溶性可生物降解的高分子多糖, 具有良好的凝胶性、

增稠性和成膜性, 但是由于其粘度过高, 单独使用时稳定性及机械强度较差, 一般需经改性后制备成可食性的保鲜膜, 广泛应用于食品行业^[2-5]。卡拉胶是一种天然的水溶性非线性凝胶高分子多糖, 主要从角叉菜、麒麟菜等红藻中提取, 具有优良的热可逆凝胶性、溶解性、稳定性, 广泛应用于食品工业、日化工业及生化、医学研究等领域^[6-7]。

在一定情况下, 魔芋粉和卡拉胶均可单独成膜,

收稿日期: 2016-10-11

基金项目: 北京林业大学“北京市大学生科学研究与创业行动计划”(S201610022085)

作者简介: 吕焱(1995—), 女, 北京林业大学本科生, 主攻功能性包装材料。

通讯作者: 蔡静蕊(1977—), 女, 北京林业大学讲师, 主要研究方向为可食性包装材料和运输包装设计。

但魔芋粉单独成膜时膜的拉伸强度小、伸长率大,而卡拉胶单独成膜时膜的拉伸强度大、伸长率小。有研究表明,k-卡拉胶与魔芋胶共混后有明显的协同增效作用,适当调配制得的凝胶其硬度和粘弹性等性能优异,制得的可食性包装膜的力学性能相比于单一成分的膜有较大提高。目前已有学者对魔芋粉和卡拉胶的共混膜进行了研究,主要以甘油和明胶为增塑剂,制得的共混膜仍然存在力学性能较差、吸水性较强等缺点^[8-9]。为了改善魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜的综合性能,文中在前人研究的基础上,在共混膜中加入甘油和聚乙二醇2种增塑剂,采用正交实验方法优化配制方案和工艺参数,旨在为魔芋粉和卡拉胶可食性包装膜的研究提供理论基础。

1 实验

1.1 材料和仪器

实验材料:魔芋粉(食品级),纯度为95.00%,湖北天源协力魔芋生物科技有限公司;卡拉胶(分析纯),纯度为99.99%,北京康信思科技有限公司;聚乙二醇(分析纯),相对分子质量为190~210,天津市光复科技发展有限公司。

实验仪器:DH-101型电热恒温鼓风干燥箱,天津石中环实验电炉有限公司;XLW(L)-500N PC型智能电子拉力试验机,济南兰光机电技术发展公司;TSY-T1透湿性测试仪,济南兰光机电技术有限公司。

1.2 方法

文中首先通过预实验得到魔芋粉和卡拉胶共混液的浓度,并初步确定影响魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜力学性能的因素有魔芋粉和卡拉胶的质量比(因素A)、甘油添加量(因素B)、聚乙二醇添加量(因素C)和水浴温度(因素D)等,然后采用四因素四水平正交实验方法,选用因素水平表来安排实验^[10-11],见表1。根据各因素对包装膜力学性能(拉伸强度、拉伸率)和透湿性(透湿量)的影响,得到优化工艺参数,并进行验证性实验。

表1 因素水平
Tab.1 Factor level

因素水平	A	B/mL	C/g	D/℃
1	2:1	0.125	0.25	60
2	3:1	0.250	0.50	65
3	4:1	0.375	0.75	70
4	5:1	0.500	1.00	75

实验步骤:按比例称取魔芋粉和卡拉胶共混粉合计1.5 g,将其加入200 mL去离子水进行溶解,再加入聚乙二醇和甘油,水浴加热搅拌30 min,于玻璃皿中常温静置2 h消泡,然后置于烘箱中75℃干燥

4~5 h后揭膜,按要求裁剪试样进行测试^[12-15]。

1.3 性能测试

拉伸强度和伸长率的检测:根据GB 13022—91《塑料薄膜拉伸性能方法》、GB/T 6672—2001《塑料薄膜与薄片厚度的测定机械测量法》,试样的宽度为15 mm,长度不小于120 mm,设定上下探头的间距为 (100 ± 0.5) mm,拉伸速率为50 mm/min,进行测试,记录拉伸强度和伸长率的数值。

透湿量的检测:根据GB/T 21302—2007《包装用复合膜、袋通则》,将试样安装好放入水蒸气透过量测定仪中,参数选择温度为 (38 ± 1) ℃,相对湿度为 $(90 \pm 3)\%$,预热时间为90 min,记录实验数据。

2 结果与分析

2.1 拉伸强度

正交设计方案及实验结果见表2,其中空白列是未被考察的交互作用和其他影响因素的综合列。拉伸强度直观分析见表3,由表3可知,4个因素的影响程度从大到小依次为因素C>B>D>A。通过直观分析可得优水平组合为A₃B₃C₃D₄,即魔芋粉与卡拉胶的质量比为4:1,甘油添加量为0.375 mL,聚乙二醇添加量为0.75 g,水浴温度为75℃。该组合不包括在正交实验中,因此需进行验证实验,测得薄膜的拉伸强度为51.07 MPa,相较正交实验结果最大。

从表3可以看出,魔芋粉和卡拉胶的质量比、甘油添加量和聚乙二醇添加量这3个因素在取值范围

表2 正交设计方案及实验结果
Tab.2 Design and results of the orthogonal experiment

编号	水平					拉伸 强度/ MPa	伸长 率/%	透湿量/ (g·m ⁻² ·d ⁻¹)
	因素 A	因素 B	因素 C	因素 D	空白 列			
1	1	1	1	1	1	17.41	69.1	766.78
2	1	2	2	2	2	11.77	63.4	799.81
3	1	3	3	3	3	25.89	76.6	749.28
4	1	4	4	4	4	9.63	64.7	804.66
5	2	1	2	3	4	10.43	63.0	801.22
6	2	2	1	4	3	16.93	99.8	735.26
7	2	3	4	1	2	17.37	65.5	870.48
8	2	4	3	2	1	16.44	82.3	783.76
9	3	1	3	4	2	34.15	68.2	832.83
10	3	2	4	3	1	18.14	55.3	654.77
11	3	3	1	2	4	17.73	68.0	814.14
12	3	4	2	1	3	11.62	55.7	698.36
13	4	1	4	2	3	11.44	45.3	776.31
14	4	2	3	1	4	21.18	54.6	830.75
15	4	3	2	4	1	18.48	60.6	787.53
16	4	4	1	3	2	15.68	69.0	770.55

表 3 拉伸强度直观分析
Tab.3 Visual analysis of tensile strength

项目	因素 A	因素 B	因素 C	因素 D	空白列
指标均值	16.18	18.36	16.94	16.90	17.62
	15.29	17.01	13.08	14.35	19.74
	20.41	19.87	24.42	17.54	16.47
	16.70	13.34	14.15	19.80	16.47
极差 R	5.12	6.53	11.34	5.45	14.74
主次顺序	$C>B>D>A$				
优水平	A_3	B_3	C_3	D_4	
优组合	$A_3B_3C_3D_4$				

内都可以得到拉伸强度最大值,说明这 3 个因素的取值范围合理。拉伸强度随水浴温度的升高先减小后增大。在实验过程中发现,当水浴温度超过 75 ℃(文中实验采用 80 ℃)时,膜发生卷曲现象,且有研究表明,魔芋葡甘聚糖在 80 ℃以上性能变得不稳定,因此该实验水浴温度取在 75 ℃以下较为适宜。拉伸强度方差分析见表 4,由表 4 可得,因素 C(聚乙二醇添加量)对拉伸强度的影响显著,其他因素的影响不显著,说明该实验加入的聚乙二醇对膜的力学性能有显著的改善。

表 4 拉伸强度方差分析
Tab.4 Variance analysis of tensile strength

来源	平方和	自由度	均方和	F 值
因素 A	60.94	3	20.31	1.27
因素 B	93.44	3	31.15	1.95
因素 C	313.84	3	104.61	6.54
因素 D	60.36	3	20.12	1.26
误差 e	52.79	3	17.60	

注:查 F 分布的分位数表可得, $F_{0.90}(3, 3)=5.39$, $F_{0.95}(3, 3)=9.28$, 即自由度为 3 时,当某因素的 F 值大于 5.39 时,该因素在显著水平 0.1 上是显著的,即该因素影响显著;当某因素的 F 值大于 9.28 时,该因素在显著水平 0.05 上是显著的,即该因素非常显著;当某因素的 F 值小于 5.39 时,该因素影响不显著。

2.2 伸长率

伸长率的直观分析见表 5,由表 5 可见,4 个因素的影响程度从大到小依次为因素 $A>C>D>B$ 。通过直观分析可得优水平组合为 $A_2B_2C_1D_4$,即魔芋粉与卡拉胶的质量比为 3 : 1,甘油添加量为 0.25 mL,聚乙二醇添加量为 0.25 g,水浴温度为 75 ℃。该组合包含在正交试验中,即正交试验 6,薄膜的伸长率为 99.8%,相较正交实验结果该值最大。

从表 5 还可以看出,魔芋粉和卡拉胶的质量比和甘油添加量这 2 个因素在取值范围内都可以得到伸长率最大值,说明这 2 个因素的取值范围合理。聚乙二醇对伸长率的影响无明显规律,因为目前将聚乙二醇添加到魔芋粉-卡拉胶共混膜的研究较少,所以需要进行更深入的研究。伸长率与水浴温度之间呈正相

关,但魔芋粉不能长时间耐 80 ℃以上的高温,因此该实验水浴温度都取在 75 ℃以下。伸长率的方差分析见表 6,由表 6 可得,因素 A 和 C 对伸长率的影响非常显著,因素 D 影响显著,因素 B 影响不显著。说明魔芋粉和卡拉胶的质量比和聚乙二醇添加量对膜的力学性能有显著改善。

表 5 伸长率的直观分析
Tab.5 Visual analysis of elongation

项目	因素 A	因素 B	因素 C	因素 D	空白列
指标均值	68.45	61.40	76.48	61.23	66.83
指标均值	77.65	68.28	60.68	64.75	66.53
指标均值	61.80	67.68	70.43	65.98	69.35
指标均值	57.38	67.93	57.70	73.33	62.58
极差 R	20.27	6.88	18.78	12.1	
主次顺序	$A>C>D>B$				
优水平	A_2	B_2	C_1	D_4	
优组合	$A_2B_2C_1D_4$				

表 6 伸长率的方差分析
Tab.6 Variance analysis of elongation

来源	平方和	自由度	均方和	F 值
因素 A	933.40	3	311.13	19.45
因素 B	129.76	3	43.25	2.70
因素 C	904.58	3	301.53	18.85
因素 D	310.45	3	103.48	6.47
误差 e	94.01	3	31.34	

2.3 透湿量

透湿量直观分析见表 7,由表 7 可见,4 个因素的影响程度从大到小依次为因素 $D>B>A>C$ 。通过直观分析可得优水平组合为 $A_3B_2C_1D_3$,即魔芋粉与卡拉胶的质量比为 4 : 1,甘油添加量为 0.25 mL,聚乙二醇添加量为 0.25 g,水浴温度为 70 ℃。该组合不包括在正交实验中,因此需进行验证实验,验证实验得到其透湿量为 795.40 g/(m²·d)。

表 7 透湿量直观分析
Tab.7 Visual analysis of water vapor permeance

项目	因素 A	因素 B	因素 C	因素 D	空白列
指标均值	780.13	794.29	771.68	791.59	748.21
指标均值	797.68	755.15	771.73	793.51	818.42
指标均值	750.03	805.36	799.16	743.96	739.80
指标均值	791.29	764.33	776.56	790.07	812.69
极差 R	47.65	50.21	27.48	49.55	78.62
主次顺序	$D>B>A>C$				
优水平	A_3	B_2	C_1	D_3	
优组合	$A_3B_2C_1D_3$				

由表 7 还可以看出,4 个因素对透湿量的影响没有明显的变化规律。透湿量数值较大,可考察透湿量的波动范围(极差/平均值)。计算得魔芋粉和卡拉胶

的质量比对透湿量的影响变化范围是 6.1%，甘油用量对透湿量的影响变化范围是 6.4%，聚乙二醇添加量对透湿量的影响变化范围是 3.5%，水浴温度对透湿量的影响变化范围是 6.4%，可知数值波动范围较小，可忽略不计。透湿量方差分析见表 8，由表 8 可以看出魔芋粉和卡拉胶的质量比、甘油添加量、聚乙二醇添加量和水浴温度对透湿量的影响非常显著。

表 8 透湿量方差分析

Tab.8 Variance analysis of water vapor permeance

来源	平方和	自由度	均方和	F 值
因素 A	5353.04	3	1784.35	111.52
因素 B	6839.96	3	2279.99	142.50
因素 C	2064.65	3	688.22	43.01
因素 D	6868.90	3	2289.63	143.10
误差 e	20 683.82	3	6894.61	

2.4 制备优化工艺

考虑到透湿量的基数较大，其变化范围最大为 6.4%，数值波动范围很小，可忽略 4 个因素对透湿量的影响，因此以拉伸强度和伸长率的分析结果为主。综合分析各因素对魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜力学性能（拉伸强度、伸长率）的影响因素顺序和优化水平组合，选取可行的优化方案 $A_3B_3C_3D_4$ ， $A_2B_3C_3D_4$ ， $A_2B_3C_1D_4$ ，并进行验证实验，实验结果见表 9。由实验结果可得，拉伸强度和伸长率都较好的因素水平组合是 $A_3B_3C_3D_4$ ，最终选取的优化工艺方案为魔芋粉和卡拉胶的质量比为 4 : 1，甘油添加量为 0.375 mL，聚乙二醇添加量为 0.75 g，水浴温度为 75 ℃，制得的魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜的拉伸强度为 51.07 MPa，伸长率为 81.4%，透湿量为 798.22 g/(m²·d)。

表 9 验证实验结果

Tab.9 Results of verification experiment

因素水平组合	拉伸强度/MPa	伸长率/%	透湿量/ (g·m ⁻² ·d ⁻¹)
$A_3B_3C_3D_4$	51.07	81.4	789.22
$A_2B_3C_3D_4$	45.00	63.0	841.13
$A_2B_3C_1D_4$	41.36	72.6	761.73

3 结语

采用四因素四水平的正交实验方法，研究了制备工艺参数对魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜的拉伸强度、伸长率、透湿量的影响。通过综合分析及验证性实验，得到优化工艺条件为魔芋粉和卡拉胶质量比为 4 : 1，甘油添加量为 0.375 mL，聚乙二醇添加量为 0.75 g，水浴温度为 75 ℃，制得的魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜的拉伸强度为 51.07 MPa，伸长率为 81.4%，透湿量为 798.22 g/(m²·d)。该研究所得可食性膜的力学性能有明显提高，拉伸强度接近普通 PE

的拉伸强度，但是透湿量仍然较大，因所有成分均为可食性材料，共混膜具有良好的可食性，因此建议将魔芋粉-卡拉胶可食性包装膜应用于含水量较低的油性食品或不易受潮的食品的包装中。

参考文献:

- [1] 秦培军. 大豆分离蛋白可食膜制备工艺研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2010.
QIN Pei-jun. Research on Preparation of Soy Protein Isolated Edible Film[D]. Tianjin: Tianjin University of Science & Technology, 2010.
- [2] 庞杰, 吴春华, 温成荣, 等. 魔芋葡甘聚糖凝胶研究进展及其问题[J]. 中国食品学报, 2011, 11(9): 181—187.
PANG Jie, WU Chun-hua, WEN Cheng-rong, et al. The Research Progress and Problem of Konjac Gluco- mannan[J]. Chinese Journal of Food Science, 2011, 11 (9): 181—187.
- [3] PLACKETT D. Bio-polymers: New Materials for Sustainable Films and Coatings[M]. Chichester: John Wiley and Sons, Ltd, 2011.
- [4] STEPHEN A M, PHILLIPS G, LEWIS B A, et al. Food Polysaccharides and Applications[M]. Boca Raton: CRC Press, 2009.
- [5] 袁超, 桑璐媛, 刘亚伟. k-卡拉胶特性及其应用研究进展[J]. 河南工业大学学报, 2016, 37(4): 118—123.
YUAN Chao, SANG Lu-yuan, LIU Ya-wei. The Characteristics and Research Progress in Application of k-Carrageenan[J]. Journal of Henan University of Technology, 2016, 37(4): 118—123.
- [6] 李荣荣, 王素珍. 卡拉胶植物淀粉复合膜制备及其相关性能研究[J]. 食品工业科技, 2016, 37(11): 253—258.
LI Rong-rong, WANG Su-zhen. Preparation and Characteristics of Modified Starch-Carrageenan Complex Film[J]. Science and Technology of Food Industry, 2016, 37(11): 253—258.
- [7] 张莉琼, 李新芳, 刘晓艳, 等. 魔芋葡甘聚糖-卡拉胶可食性包装复合膜性能影响研究[J]. 食品工业科技, 2013, 34(16): 114—116.
ZHANG Li-qiong, LI Xin-fang, LIU Xiao-yan, et al. Study on Performance Influencing Factors of Konjac Glucomannan-Carrageenan Edible Composite Packaging Film[J]. Science and Technology of Food Industry, 2013, 34(16): 114—116.
- [8] 王元兰, 魏玉. k-卡拉胶与魔芋胶复配胶体系的流变特性[J]. 食品科学, 2011, 32(5): 92—95.
WANG Yuan-lan, WEI Yu. Rheological Properties of k-Carrageenan-Konjac Gum Mixed Gel and Their Influence Factors[J]. Food Science, 2011, 32(5): 92—95.
- [9] 蒋明峰. 魔芋葡甘聚糖/可待然胶流变学特性的研究[D]. 武汉: 湖北工业大学, 2016.
JIANG Ming-feng. The Research of Rheological Properties of Konjac Gum/Curdlan[D]. Wuhan: Hubei Uni-

- versity of Technology, 2016.
- [10] 宋明顺, 黄佳. 多指标正交试验设计去量纲准则及方法研究[J]. 工业工程与管理, 2014, 19(1): 41—46.
SONG Ming-shun, HUANG Jia. The Research on the Dimensionless Criterion and Methods about the Design of Multi-index Orthogonal Experiment[J]. Industry Engineering and Management, 2014, 19(1): 41—46.
- [11] 刘明磊. 正交试验设计中的方差分析[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2011.
LIU Ming-lei. Variance Analysis in Orthogonal Experimental Designing[D]. Harbin: Northeast Forestry University, 2011.
- [12] 沈阅. 魔芋葡甘聚糖与可得然胶成膜过程中分子组装结构研究[D]. 武汉: 湖北工业大学, 2015.
SHEN Yue. Assembly of Konjac Glucomannan and Curdlan in the Film-forming Process[D]. Wuhan: Hubei University of Technology, 2015.
- [13] 温成荣, 傅丽群, 谢丙清, 等. 基于稳定体系的魔芋葡甘聚糖与卡拉胶作用位点的研究[J]. 食品科学技术学报, 2014, 32(5): 21—26.
WEN Cheng-rong, FU Li-qun, XIE Bing-qing, et al. Studies on Konjac Glucomannan and Carrageenan Interaction Sites Based on the Stable System[J]. Journal of Food Science and Technology, 2014, 32(5): 21—26.
- [14] 胡盛, 胡卫兵. 魔芋葡甘聚糖/凹凸棒石纳米复合材料的制备及性能[J]. 硅酸盐学报, 2012, 40(1): 154—159.
HU Sheng, HU Wei-bing. The Performance and Preparation of Konjac Glucomannan/Palygorskite Nanometer Composites[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2012, 40(1): 154—159.
- [15] 林好, 吴显辉. 魔芋葡甘聚糖/明胶流变特性及其成膜研究[J]. 中国粮油学报, 2014, 29(10): 28—34.
LIN Hao, WU Xian-hui. Study on Rheological Properties and Film Formation of Konjac Gum/Gelatin[J]. Cereals and Oils Association, 2014, 29(10): 28—34.