

橘皮中天然黄色素的提取条件优化

高文, 郑伟, 王学芬, 吴正景, 李秀珍

(河南科技大学 林学院, 河南 洛阳 471003)

摘要:为探索提取橘皮黄色素的最佳工艺条件,以橘皮为试材,采用单因素和 $L_9(3^4)$ 正交试验设计研究了提取剂浓度、料液比、提取时间和提取温度 4 个因素对橘皮黄色素提取效果的影响。结果表明:各因素对橘皮黄色素提取影响的主次顺序为:提取剂浓度>提取温度>提取时间>料液比。最佳提取工艺参数为乙醇浓度 80%,提取温度为 70℃,提取时间 90 min,料液比 1:14。

关键词:橘皮;黄色素;提取条件;优化

中图分类号:TS202.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1002-2767(2015)03-0111-03 DOI:10.11942/j.issn1002-2767.2015.03.0111

柑橘(*Citrus reticulata* Blanco)为芸香科柑橘属植物,其产量为全球第一,超过了葡萄和香蕉,我国柑橘产量位居全球第二^[1]。柑橘果肉鲜嫩、酸甜适度、纤维素含量高。除鲜食外,还可加工成罐头和果汁等产品。橘皮、橘络等可入药^[2]。据测定,柑橘不仅含蛋白质、脂肪、苹果酸、柠檬酸、葡萄糖、果糖、尼克酸和维生素 B₂、B₆ 等有机营养成分,还含有钙、铁等矿物质。其 VC 含量是苹果的 7 倍,梨的 10 倍^[3]。与其它水果相比,其可食部分少,在加工过程中会产生约 40%~50% 的皮渣^[4]。传统加工业大多是将这些皮渣进行填埋或加工成饲料,这不仅造成资源浪费,而且对环境还有一定的污染。

目前,国内外开始对橘皮中有生物活性的成分进行开发,主要是皮渣中的黄酮、果胶和天然色素等有效成分,它们是食品、饮料、医药和化妆品等的重要原料^[5]。然而许多食品仍使用人工合成的色素,合成色素虽然色泽鲜艳,性质稳定,但对人体健康有害也是不争的事实。随着科学技术的发展和人类对自身健康的重视,合成色素被天然色素取代是大势所趋,因为天然色素不但安全可靠,而且因其具有相当的营养和医疗保健作用而倍受人们的推崇^[6]。多方面开发、研究和应用天然色素,对保证人类的健康和发展绿色食品工业都是十分重要的^[7]。本试验在前人研究的基础上,探讨橘皮黄色素提取的最佳工艺条件,不仅能使废弃的天然有机资源得到合理的开发利用,进

一步增加柑橘皮渣的附加值,而且还利于环保,具有重要的经济价值和广阔的市场前景。

1 材料与方法

1.1 材料

供试橘子皮取自从超市购买的新鲜橘子,清洗、取皮、晾干表面水分;放入干燥箱内,55℃干燥 10 h,测其失水率为 66.7%。将烘干的橘皮粉碎,过 40 目筛,装入纸袋内放在干燥器内备用。

供试试剂有无水乙醇、丙酮、石油醚、乙酸乙酯,均为国药生产分析纯试剂。供试仪器有 1011-2-BS 型电热恒温鼓风干燥箱(上海跃进医疗器械厂);电子天平($d=0.001$ g,瑞士普利赛斯公司);FZ102 型微型植物试样粉碎机(北京中兴伟业仪器有限公司);HH-W420 型数显恒温水箱(江苏省金坛市荣华仪器制造有限公司);722s 分光光度计(上海精密仪器仪表有限公司)。

1.2 方法

1.2.1 吸光度值的选择 准确称取 28 份备用原料,各 1.0 g 烘干的橘皮粉分别装入 50 mL 三角瓶中,按料液比 1:10($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)加入 60% 不同提取剂,室温下浸提 60 min。然后将浸提液过滤,吸取 1 mL 滤液装入 50 mL 容量瓶中,定容,上下颠倒摇匀,室温下测定 340~400 nm 处吸光度值 A,并记录。重复 3 次,取平均值。

1.2.2 不同因素对橘皮黄色素提取的影响 ①提取剂的确定:准确称取 1.0 g 烘干的橘皮粉 4 份,放入 50 mL 三角瓶中,分别加入 10 mL 无水乙醇、丙酮、乙酸乙酯和石油醚,在 40℃ 条件下浸提 2 h,过滤,静置,分别取 1 mL 滤液定容至 50 mL,测定各提取液在最大吸收波长处的吸光度值。重复 3 次,取平均值。

收稿日期:2014-10-13

第一作者简介:高文(1973-),男,内蒙古自治区赤峰市人,博士,讲师,从事植物生物技术与繁育研究。E-mail:gaowen@haust.edu.cn。

②提取试剂浓度的确定:准确称取 1.0 g 烘干的橘皮粉 5 份,分别加入 10 mL 60%、70%、80%、90%和 99.9%乙醇溶液,在 40℃条件下浸提 2 h,过滤,静置,取 1 mL 滤液定容至 50 mL,测定各乙醇浓度在最大吸收波长处的吸光度值。重复 3 次,取平均值。

③料液比的确定:准确称取 1.0 g 烘干的橘皮粉 6 份,分别按 1:8、1:10、1:12、1:14、1:16 和 1:20 的料液比加入 70%乙醇溶液,在 40℃条件下浸提 2 h,过滤,静置,取 1 mL 滤液用 70%乙醇溶液定容至 50 mL,测定不同料液比的提取液在最大吸收波长处的吸光度值。重复 3 次,取平均值。

④提取时间的确定:准确称取 1.0 g 烘干的橘皮粉 5 份,分别加入 12 mL70%乙醇溶液,在 40℃条件下分别浸提 30、60、90、120 和 150 min,过滤,静置,取 1 mL 不同提取时间的滤液用 70%乙醇溶液定容至 50 mL,分光光度计测定不同提取时间的提取液在最大吸收波长处的吸光度值。重复 3 次,取平均值。

⑤提取温度的确定:准确称取 1.0 g 烘干的橘皮粉 5 份,分别加入 12 mL 70%乙醇溶液,在 20℃、40℃、60℃、70℃和 80℃不同温度下,浸提 90 min,过滤,静置,取 1 mL 不同提取温度的滤液用 70%乙醇溶液定容至 50 mL,分光光度计测定不同提取温度的提取液在最大吸收波长处的吸光度值。重复 3 次,取平均值。

1.2.3 正交试验设计 通过单因素试验确定了提取剂浓度、料液比、浸提时间和浸提温度对橘皮黄色素的影响。在单因素试验基础上进行 $L_9(3^4)$ 正交试验(见表 1),重复 4 次,以确定橘皮黄色素的最佳提取工艺条件。

表 1 提取橘皮黄色素的正交试验因素与水平
Table 1 The factors and levels of the orthogonal design for extracting yellow pigment from orange peel

| 水平 Levels | 因素 Factors | | | |
|--------------|---------------|---------------------------------|----------------|--------------|
| | A 乙醇浓 度/% | B 料液比/ (g·mL ⁻¹) | C 提取时 间/min | D 提取温 度/℃ |
| | Ethanol | Solid-liquid | Extraction | Extraction |
| | concentration | ratio | time | temperature |
| 1 | 60 | 1:12 | 60 | 40 |
| 2 | 70 | 1:14 | 90 | 60 |
| 3 | 80 | 1:16 | 120 | 70 |

2 结果与分析

2.1 吸光度值的确定

由表 2 可知,乙酸乙酯和石油醚相对极性较小,黄色素提取效果较差,吸光度值均较小。另外,虽然丙酮的提取液吸光度值较大,但丙酮价格较高且有毒,不适合作为提取剂。从经济和安全方面考虑,乙醇是适宜的提取剂,乙醇不仅经济、安全、无毒副作用,而且吸光度值也较大。

各提取剂提取的黄色素溶液均在 340 nm 处吸光度值最大,根据朗伯-比尔定律,吸光度值与浓度成正比,吸光度值越大,提取液中黄色素浓度越大,提取效果越好,故本试验选择在 340 nm 处测其吸光度值。

表 2 橘皮黄色素在不同提取剂和不同波长下的吸光度值

Table 2 The absorbance of extracting yellow pigment from orange peel with different extractants and wavelengths

| 波长/nm Wavelength | 吸光度 Absorbance | | | |
|---------------------|-----------------------------------|---------------|---------------------------|--------------------------|
| | 无水乙醇 Absolute ethyl alcohol | 丙酮 Acetone | 石油醚 Petroleum ether | 乙酸乙酯 Ethyl acetate |
| 340 | 0.530 | 0.675 | 0.191 | 0.161 |
| 350 | 0.508 | 0.595 | 0.162 | 0.134 |
| 360 | 0.414 | 0.450 | 0.134 | 0.101 |
| 370 | 0.321 | 0.346 | 0.123 | 0.076 |
| 380 | 0.247 | 0.281 | 0.121 | 0.056 |
| 390 | 0.190 | 0.244 | 0.095 | 0.027 |
| 400 | 0.148 | 0.222 | 0.086 | 0.011 |

2.2 不同因素对橘皮黄色素提取效果的影响

2.2.1 乙醇浓度 由图 1A 可见,在其它条件均确定时,吸光度值随乙醇浓度增大先升后降,当乙醇浓度为 70%时,吸光度值达最大,提取效果最好。之后随着乙醇浓度增大吸光度值降低。因此适宜的乙醇浓度为 70%。

2.2.2 料液比 由图 1B 可知,橘黄素提取液吸光度值随料液比的减小呈先增大后减小的趋势,当料液比为 1:12 时,提取效率最大,吸光度值最大。因此适宜的料液比为 1:12。

2.2.3 提取时间 由图 1C 可知,90 min 为最佳浸提时间,此时吸光度值最大,提取效果最好。而时间过短,黄色素浸提不完全,所提取黄色素的相对含量就会减少,吸光度值减小;当超过 90 min,随着浸提时间的延长,吸光度值随之下落。

2.2.4 提取温度 由图 1D 可知,浸提温度为 60℃时,吸光度值达到最大,提取效果最好。高于或低于

60℃时黄色素的相对含量均降低,从而吸光度值也

下降。因此适宜的提取温度为 60℃。

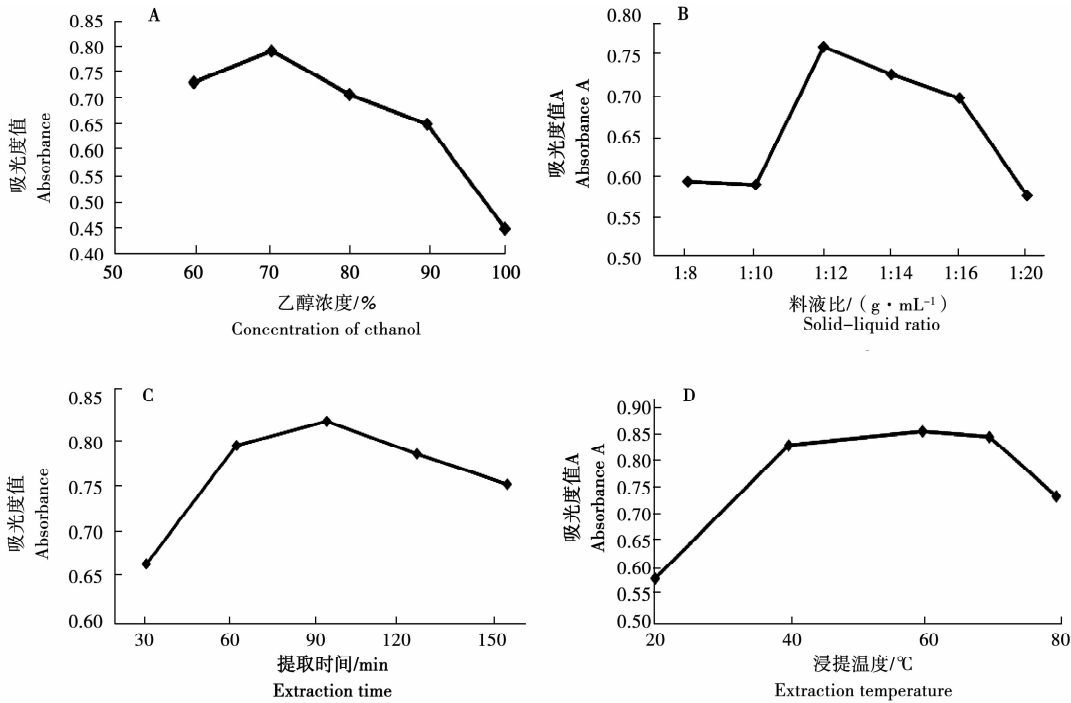


图 1 不同因素对橘皮黄色素提取效果的影响

Fig. 1 Effect of different factors on yellow pigment extracting from orange peel

2.3 提取橘皮黄色素的最佳工艺

由表 3 可知,影响橘皮黄色素提取因素的主次顺序为乙醇浓度>提取时间>提取温度>料液比,从吸光度值看最优组合应为 A₂B₁C₂D₃,而从 K 值看最佳提取工艺组合为 A₃B₂C₂D₃,故进行验

证试验,取 3 次重复的平均值进行比较,结果表明 A₃B₂C₂D₃ 的吸光度值(0.803)高于 A₂B₁C₂D₃,最终确定 A₃B₂C₂D₃ 为最优组合,即乙醇浓度为 80%、提取时间为 90 min、提取温度为 70℃、料液比为 1:14。

表 3 正交试验结果分析

Table 3 Analysis on the orthogonal results

| 序号 No. | A 乙醇浓度/% Ethanol concentration | B 料液比/(g·mL ⁻¹) Solid-liquid ratio | C 提取时间/min Extraction time | D 提取温度/℃ Extraction temperature | 吸光度值 A Absorbance A |
|-----------|-----------------------------------|---|-------------------------------|------------------------------------|------------------------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 0.549 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 0.605 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | 0.607 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | 0.638 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | 0.613 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | 0.601 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 | 0.623 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 | 0.635 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | 0.635 |
| K1 | 0.587 | 0.603 | 0.595 | 0.599 | |
| K2 | 0.617 | 0.618 | 0.626 | 0.610 | |
| K3 | 0.631 | 0.614 | 0.614 | 0.627 | |
| R | 0.044 | 0.015 | 0.031 | 0.028 | |

3 结论与讨论

试验以橘皮为试材,以乙醇为提取剂,得出最佳提取工艺条件为:乙醇 80%,料液比 1:14,提取温度 70℃,提取时间 90 min。影响橘皮黄色素提

取的主次顺序为乙醇浓度>提取时间>提取温度>料液比。

目前色素提取常用的方法有浸提法、微波辅助提取法、超声波辅助法^[9]和索氏萃取法^[10]等,

豆渣酱粉的调味研究

赵贵兴¹,陈 霞¹,刘丽君¹,刘昊飞¹,李进荣¹,赵春杰²,谭 懿³

(1. 黑龙江省农业科学院 大豆研究所,黑龙江 哈尔滨 150086;2. 长春大成集团,吉林 长春 130062;3. 哈尔滨市滨江车站公安派出所,黑龙江 哈尔滨 150020)

摘要:为延长豆渣酱粉保质期,节约运输成本,以豆渣为原料,通过不同霉菌发酵制成豆渣酱,采用单因素试验,以调味后豆渣酱粉的感官评价结果为指标,经一系列工艺加工成不同口味的豆渣酱粉。结果表明:辛辣口味的豆渣酱粉需添加 15% 的辣椒粉;麻辣味豆渣酱粉需添加 10% 的花椒和 10% 的辣椒;香甜味豆渣酱粉需添加 15% 的白砂糖;蒜香味豆渣酱粉需添加 10% 的蒜粉。

关键词:豆渣酱粉;调味;配方

中图分类号:TS264.2⁺4 文献标识码:A 文章编号:1002-2767(2015)03-0114-03 DOI:10.11942/j.issn1002-2767.2015.03.0114

豆渣是豆制品加工最大的副产物。近年来,由于豆制品产量的增加,豆渣也大量增加。豆渣含有丰富的营养成分,从营养角度看,豆渣与豆乳几乎含等量的蛋白质和脂类,因此豆渣的利用具有很大的经济价值。目前豆渣主要用作饲料,有的甚至废弃,造成浪费及环境污染。因此,开发研究豆渣产

品,使豆渣得以更合理、更有价值的利用,变废为宝,具有重要的现实意义^[1-4]。

豆渣酱的风味独具特色,赋予菜肴独特的美味,深受消费者喜爱,其生产在我国历史悠久。随着世界多元化的发展,中国传统美食正以惊人的速度影响着世界各地,国内外关于豆渣酱制品和营养功能的研究日益增多,各种不同用途,不同口味的豆渣酱相继面世,进入千家万户的厨房^[5-8]。随着生活水平的提高,生活节奏的加快,人们对食品的便捷要求使得食品日益趋于多元化、多样化,将豆渣酱制成豆渣酱粉丰富了豆渣酱产品的种类,方便了消费者的使

收稿日期:2014-11-16
基金项目:“十二五”国家科技支撑计划资助项目(2012BAD84B03)
第一作者简介:赵贵兴(1978-),男,吉林省永吉县人,在读博士,副研究员,从事大豆加工及品质分析研究。E-mail:zhaoguixing@163.com。

后 3 种提取色素的方法虽然能不同程度地提高提取色素产量,但同时橘皮细胞也都有不同程度的破坏,提取色素后的滤渣对后期开发有一定的影响。尽管直接浸提法色素产量相对较低,但对橘皮渣的影响也相对较小,对橘皮渣的后续开发更有利。因此,本试验采用直接浸提法,所选溶剂不与被测组分发生化学反应,在测定波长范围内有明显吸收峰,对被测组分有较好的溶解能力,且被测组分在所选溶剂中有良好的吸收峰。试验中丙酮的提取效果要高于乙醇,但丙酮有毒,考虑到经济适用性和安全性最终选乙醇作提取剂。

参考文献:

[1] 高彦祥,方政. 柑橘类果汁加工副产品综合利用[J]. 饮食工

业,2005,8(1):2-8.
[2] 贺学礼. 植物学[M]. 北京:科学出版社,2009:326.
[3] 胡炳民. 柑橘满身是宝[J]. 中国保健营养,2004,8(11):48.
[4] 黄筱雄,张玉蓉. 桔皮的综合利用[J]. 中国林副特产,2004,68(1):40-43.
[5] 乔海鸥,丁晓雯,张庆祝. 柑橘皮的综合利用[J]. 浙江柑桔,2003,20(3):31-35.
[6] 凌关庭. 天然食品添加剂手册[M]. 北京:化学工业出版社,2000:214-217.
[7] 臧玉红. 柑橘皮的综合利用[J]. 食品与发酵工业,2005,31(7):145-146.
[8] 孟宪昌,王孟歌,康永胜,等. 桔皮黄色素提取及性能研究[J]. 化学世界,2001,20(3):138-141.
[9] 张露,陈豆弟,代红灵. 橘皮色素提取工艺的研究进展[J]. 辽宁化工,2012,41(5):472-474.
[10] 贾长英,唐丽华,李卫华,等. 桔皮黄色素提取工艺研究[J]. 化工技术与开发,2004,33(1):41-44.

Optimization of Extracting Yellow Pigment from Orange Peel

GAO Wen, ZHENG Wei, WANG Xue-fen, WU Zheng-jing, LI Xiu-zhen
(Forestry College of Henan University of Science and Technology, Luoyang, Henan 471003)

Abstract: In order to explore the optimal extraction of yellow pigment from orange peel, taking orange peel as experimental material, the effect of extraction concentration, solid-liquid ratio, extraction time and extraction temperature on yellow pigment extraction was studied by single factor and the orthogonal design. The results showed that the influence degree of four factors affecting yellow pigment extraction was extraction concentration>extraction temperature>extraction time>solid-liquid ratio. The optimum extraction parameters respectively were 80% ethanol, 70℃ extraction temperature, extraction for 90 min, solid-liquid ratio by 1:14.

Keywords: orange peel; yellow pigment; extraction condition; optimization