

微波法提取橘皮中类胡萝卜素的工艺研究

廖春燕, 磨文龙 (广西工学院生物与化学工程系, 广西柳州 545006)

摘要 [目的]探讨微波萃取法提取橘皮中类胡萝卜素的工艺条件。[方法]采用微波辅助萃取法提取橘皮类胡萝卜素,以 β -胡萝卜素为标准品,用紫外分光光度计测定类胡萝卜素含量并计算提取率。[结果]单因素试验表明,以三氯甲烷为提取剂的提取率最高,石油醚次之;微波功率为560 W时,提取率最高;微波作用55 s后提取率增加缓慢;当固液比(g/ml)大于1:25时,提取率变化不大;微波萃取2次的提取率明显高于1次。各因素对橘皮中类胡萝卜素提取率的影响依次为:微波功率>提取次数>提取时间>固液比。最佳工艺条件为:微波功率560 W,固液比1:20,提取2次,每次60 s;在此工艺条件下橘皮类胡萝卜素的提取率为7.51 mg/100 g。[结论]该研究降低了类胡萝卜素的生产成本,增加了类胡萝卜素的来源。

关键词 橘皮;微波;类胡萝卜素;提取率

中图分类号 TS201.2 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)32-15981-03

Microwave Extraction of Carotenoid from Orange Peel

LIAO Chun-yan et al (Department of Biological and Chemical Engineering, Guangxi University of Technology, Liuzhou, Guangxi 545006)

Abstract [Objective] The study aimed to explore the process conditions of extracting carotenoid from orange peel with microwave extraction. [Method] The carotenoid was extracted from orange peel by using microwave-assisted extraction, with β -carotene as standard sample, the carotenoid content was determined with ultraviolet spectrophotometer and the extraction rate was calculated. [Result] The single-factor experiment showed that the extraction rate was the highest when chloroform was taken as extractant, and the next was petroleum ether. The extraction rate was the highest when microwave power was 560 W, and extraction rate was increased slowly after 55 s. The extraction rate was only increased slightly with the rising up of solid-liquid ratio when the solid-liquid ratio was more than 1:25. The extraction rate of the 2nd time microwave extraction was obviously higher than that of the 1st time extraction. The effect of each factor on extraction rate of carotenoid from orange peel was in the order as: microwave power > extraction times > extraction time > solid-liquid ratio. The optimal process conditions were: microwave power was 560 W, solid-liquid ratio was 1:20, extracted for twice and 60 s per time, under these technological conditions, the extraction rate of carotenoid from orange peel was 7.51 mg/100 g. [Conclusion] The study was reduced the production cost of carotenoid, and increased the sources of carotenoid.

Key words Orange peel; Microwave; Carotenoid; Extraction rate

我国是柑橘的主要原产地之一,柑橘资源丰富,广泛分布在浙江、福建、广东、广西等地,其产量居世界前列。橘皮中含有丰富的类胡萝卜素^[1],类胡萝卜素中最具生物活性的为 β -胡萝卜素。研究发现,类胡萝卜素不仅具有抗氧化、抗癌、防癌等多种保健、医疗功能,而且可以作为食品添加剂和膳食添加剂,具有广阔的应用前景^[2]。随着罐头和果汁加工业的发展,产生的大量柑橘皮为类胡萝卜素的提取提供了丰富的原料。在我国,大部分橘皮未做任何处理就被作为废物丢弃,既污染了环境,又浪费了资源。因此,研究柑橘皮中类胡萝卜素等物质的提取技术将为综合利用柑橘资源、提高果品的商品性、增加柑橘产业的经济效益提供理论依据^[3]。

目前,类胡萝卜素的人工合成虽然取得了很大进展^[4],但由于人工合成的类胡萝卜素多残留各种有毒的化学试剂,从而影响人体健康。为此,笔者采用微波萃取法^[5]提取橘皮中类胡萝卜素,并对其工艺进行了初步探讨,旨在为工业化生产提供参考。

1 材料与方

1.1 材料和仪器 新鲜柑橘,市售。 β -胡萝卜素标准品,上海市友思生物技术公司;其他试剂均为分析纯。

UV-2000(722型)紫外分光光度计,上海精密科学仪器有限公司;G80F23CSP-Q5(R0)型格兰仕微波炉,佛山市格兰仕微波炉电器有限公司;ZKD-6090B真空干燥箱,上海智

城分析仪器有限公司;FW135型中草药粉碎机,天津市泰斯特仪器有限公司;MP200B电子天平,上海第二天平仪器厂。

1.2 方法

1.2.1 样品预处理。将柑橘皮洗净、干燥、粉碎后,过60目筛,密封保存待用。

1.2.2 类胡萝卜素含量的测定。以类胡萝卜素中的 β -胡萝卜素为计算标准,准确称取 β -胡萝卜素12.5 mg,用少量三氯甲烷溶解后,再用石油醚定容至50 ml,摇匀,配成 β -胡萝卜素标准溶液。然后按比例稀释标准溶液,在最大吸收波长450 nm处测吸光度,绘制标准工作曲线。根据标准曲线和样品所测得的吸光度值,求得各处理样品的浓度。

$$\text{类胡萝卜素的提取率}(\text{mg}/100\text{ g}) = \frac{CV}{m} \times 100$$

式中,C为类胡萝卜素浓度(mg/ml),V为提取液定容后的体积(ml),m为橘皮质量(g)。

1.2.3 橘皮类胡萝卜素的提取。准确称取柑橘皮粉末1.000 g置于锥形瓶中,加入一定量的石油醚,搅拌均匀,静置30 min使其充分浸润后,放入微波炉中进行微波提取。提取结束后,将提取液减压抽滤,滤液定容至50 ml,以石油醚作空白对照,在波长450 nm处测吸光度并计算提取率。

2 结果与分析

2.1 不同提取剂对橘皮类胡萝卜素提取率的影响 准确称取1.000 g的柑橘皮,按固液比为1:20分别用无水乙醇、三氯甲烷、正己烷、石油醚20 ml浸泡30 min,在微波功率560 W下作用30 s后,处理并计算提取率,结果如图1所示。

由图1可知,以三氯甲烷作为提取剂提取率最高,石油醚次之,两者提取率相差不多;而正己烷、乙醇的提取率较

基金项目 广西工学院资助项目。

作者简介 廖春燕(1979-),女,广西北海人,硕士,讲师,从事生物催化研究。

收稿日期 2009-07-20

低。由于三氯甲烷的价格比石油醚贵得多,考虑到成本问题,笔者选择石油醚作为提取剂。

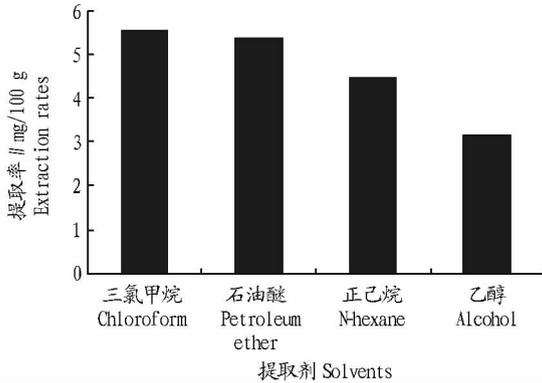


图1 不同提取剂对橘皮类胡萝卜素提取率的影响

Fig.1 Effect of different solvents on the extraction rates of citrus carotenoids

2.2 不同微波功率对橘皮类胡萝卜素提取率的影响 准确称取 1.000 g 柑橘皮,用 20 ml 石油醚浸泡 30 min 后,分别在微波功率为 160、240、320、400、480、560、640、720、800 W 下作用 30 s,处理后计算提取率,绘制曲线如图 2。

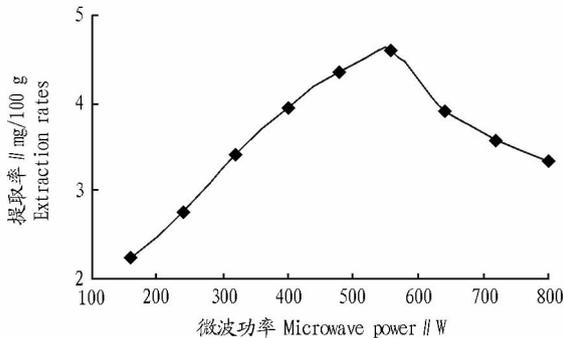


图2 不同微波功率对橘皮类胡萝卜素提取率的影响

Fig.2 Effect of the different microwave powers on the extraction rates of citrus carotenoids

由图 2 可知,微波功率为 560 W 时提取率最高;微波功率小于 560 W 时,提取率随着微波功率的增大而提高;大于 560 W 后,提取率随微波功率的增大而降低。原因可能是随着微波功率的增大,柑橘皮中各种杂质溶出的速率也不断增大,杂质的溶出,对类胡萝卜素的溶出产生抑制作用,且功率过大可能会引起类胡萝卜素的分解,使得提取率下降。

2.3 不同微波作用时间对橘皮类胡萝卜素提取率的影响 准确称取 1.000 g 柑橘皮,用 20 ml 石油醚浸泡 30 min 后,在微波功率 560 W 下分别作用 25、30、35、40、45、50、55、60、65、70、75 s,处理后计算提取率,绘制曲线如图 3。

由图 3 可知,随着微波作用时间的延长,类胡萝卜素的提取率越来越大,但在微波作用时间大于 55 s 后,类胡萝卜素的提取率随时间的延长变化缓慢。而且,提取时间过长,溶解的杂质成分也随之增加,给后续提纯精制造成困难。

2.4 不同固液比对橘皮类胡萝卜素提取率的影响 准确称取 1.000 g 柑橘皮,分别用 10、15、20、25、30 ml 提取剂浸泡 30 min 后,用微波作用 30 s,处理后计算提取率并绘制曲线如图 4。

由图 4 可知,当固液比 (g/ml,下同) 小于 1:25 时,橘皮

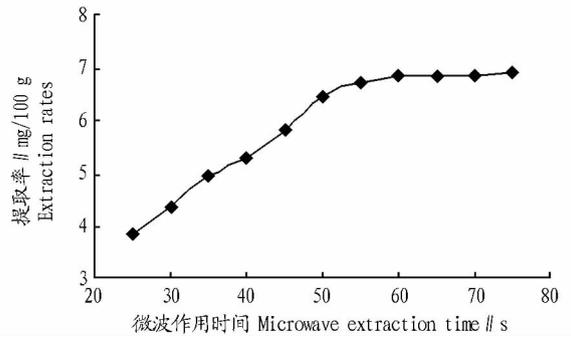


图3 不同微波作用时间对橘皮类胡萝卜素提取率的影响

Fig.3 Effect of the different microwave extraction time on the extraction rates of citrus carotenoids

类胡萝卜素的提取率随着固液比的增大而增大,这是由于溶液体积增大时,能加快物质的溶出速率,使得物质能从细胞内充分溶解出来;而固液比大于 1:25 时,提取率变化不大,这是由于一定比例的提取剂已经将有效成分基本溶出。由此可见,固液比为 1:25 时,体系接近平衡,柑橘皮中的类胡萝卜素已基本溶出。

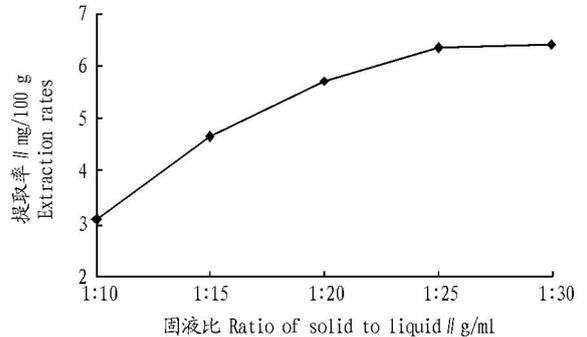


图4 不同固液比对橘皮类胡萝卜素提取率的影响

Fig.4 Effect of different ratios of solid to liquid on extraction rates of citrus carotenoids

2.5 不同提取次数对橘皮类胡萝卜素提取率的影响 准确称取 5 份 1.000 g 的柑橘皮,用 20 ml 石油醚浸泡 30 min,在微波作用下分别进行 1、2、3、4、5 次提取,分别收集各次提取液,处理后计算提取率,结果如图 5。

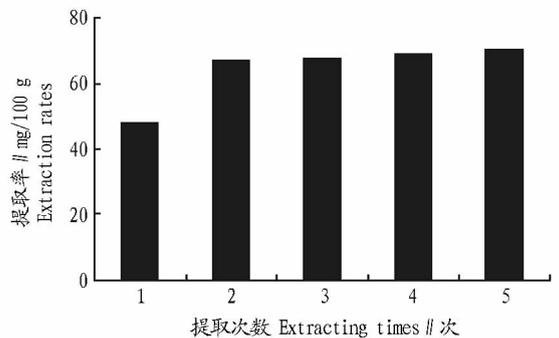


图5 不同提取次数对橘皮类胡萝卜素提取率的影响

Fig.5 Effect of different extracting times on the extraction rates of citrus carotenoids

由图 5 可知,橘皮用微波提取 2 次后的提取率比提取 1 次明显提高,而经过 3、4、5 次提取,提取率提高得不明显,这是由于橘皮中大部分类胡萝卜素在前 2 次微波作用下已经浸出,因此再增加提取次数意义不大。

2.6 正交试验 由单因素试验可知,微波功率、微波时间、料液比、提取次数均会影响橘皮类胡萝卜素的提取。笔者在单因素试验的基础上,设计4因素3水平的正交试验,具体因素和水平见表1,数据处理及直观分析结果见表2。

表1 正交试验的因素和水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平 Level	因素 Factor			
	提取次数(A) Extracting times	微波功率(B) Microwave power//W	提取时间(C) Extraction time//s	固液比(D) Ratio of solid to liquid//g/ml
1	1	480	50	1:20
2	2	560	55	1:25
3	3	640	60	1:30

由表2可知, $R_B > R_A > R_C > R_D$,说明影响橘皮中类胡萝卜素提取率的因素的主次顺序为微波功率>提取次数>提取时间>固液比。由于因素D对提取结果影响很小,为节约成本,提高经济效益,选择 D_1 水平。因此,正交试验确定的最佳组合为 $A_2B_2C_3D_1$,即微波功率为560 W,提取次数为2次,微波作用时间60 s,固液比为1:20。

3 结论

通过正交试验得出微波法提取橘皮中类胡萝卜素的最佳条件,即以石油醚为提取剂,微波功率为560 W,提取次数为2次,微波作用时间60 s,固液比(g/ml)为1:20。在最佳条件下,橘皮类胡萝卜素提取率为7.51 mg/100 g。

表2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

序号 NO.	A	B	C	D	提取率//mg/100 g Extraction rates
1	1	1	1	1	6.95
2	1	2	2	2	7.29
3	1	3	3	3	7.18
4	2	1	2	3	7.29
5	2	2	3	1	7.51
6	2	3	1	2	7.24
7	3	1	3	2	7.25
8	3	2	1	3	7.45
9	3	3	2	1	7.38
K_1	21.42	21.49	21.64	21.84	
K_2	22.04	22.25	21.96	21.78	
K_3	22.03	21.80	22.01	21.92	
R	0.66	0.76	0.37	0.14	

参考文献

- [1] 孙旭东,黄燕德.柑橘皮渣中功能性物质综合利用研究[J].安徽农业科学,2008,36(19):8295-8296.
- [2] 王业勤,李勤生.天然类胡萝卜素——研究进展、生产、应用[M].北京:中国医药科技出版社,1996:264-273.
- [3] 关海宁,刁小琴,张润光.柑橘皮功能性成分研究现状及发展前景[J].食品研究与开发,2008,29(9):169-174.
- [4] 王伟杰,徐昌杰.天然类胡萝卜素生物合成与生物技术应用[J].细胞生物学杂志,2006,28(6):839-843.
- [5] 王艳,张铁军.微波萃取技术在中药有效成分提取中的应用[J].中草药,2005,36(3):470-473.

(上接第15976页)

度7% (V/V),接种量20%,装液量30 ml,摇床转速200 r/min,发酵温度30℃。由于转酸率的试验最佳组合为 $A_1B_1C_1$,与极差分析得出的理论最佳组合 $A_2B_1C_1$ 不一致,因此,对 $A_1B_1C_1$ 和 $A_2B_1C_1$ 进行验证性试验,其结果见表5。

表5 正交试验结果的验证

Table 5 Test of the orthogonal experiment results

组合 Combination	产酸量//g/100 ml Acid yield	转酸率//% Acetic acid conversion rate
$A_1B_1C_1$	3.99	76.50
$A_2B_1C_1$	4.17	79.95

由表5可知,理论最佳组合 $A_2B_1C_1$ 比试验最佳组合 $A_1B_1C_1$ 的转酸率高,因此, $A_2B_1C_1$ 为转酸率的组合。即影响酒精转酸率的主次因素是初始酒精度>装液量>接种量,最佳发酵条件为:初始酒精度5% (V/V),接种量20%,装液量30 ml,摇床转速200 r/min,发酵温度30℃。

3 结论

该试验采用摇瓶液态发酵研究了苹果醋的发酵工艺条件,通过苹果汁的酒精发酵和醋酸发酵两个阶段的研究,确定了苹果醋发酵的最佳条件。

在酒精发酵阶段,确定了以苹果汁为原料发酵产酒精的最佳条件为:发酵培养基的起始糖度为12%,发酵温度为30℃,活化的酒精酵母接种量为15%,发酵周期4 d。以此条件下进行酒精发酵,发酵液中的酒精度可达6.5%。

在醋酸发酵阶段,以考查产酸量和酒精转酸率2个指标,确定了醋酸发酵的最佳条件。试验结果表明,影响醋酸产酸量的主次因素是初始酒精度>装液量>接种量,最佳发酵条件为:初始酒精度7% (V/V),接种量20%,装液量30 ml,摇床转速200 r/min,发酵温度30℃;影响酒精转酸率的主次因素是初始酒精度>装液量>接种量,最佳发酵条件为:初始酒精度5% (V/V),接种量20%,装液量30 ml,摇床转速200 r/min,发酵温度30℃。

参考文献

- [1] 乔旭光.果醋的发酵及其酿制[J].农产品加工,2008(6):27-29.
- [2] 陈春香.苹果醋的功能和工艺探讨[J].中国调味品,2007(11):65-74.
- [3] 李晶.HACCP系统在苹果醋生产中的应用[J].大众标准化,2008(11):42-46.
- [4] 李燕,陈义伦.苹果醋醋摇床发酵试验条件研究[J].中国食品与营养,2006(5):36-38.
- [5] 薛桂新.苹果梨果醋发酵工艺条件的研究[J].中国调味品,2007(12):47-50.
- [6] 张永凤,卢红梅.优良醋酸菌的分离纯化[J].食品研究与开发,2007(10):89-91.