

# 响应曲面法优化超声提取辣椒中辣椒红色素的工艺研究

乐龙, 覃艳, 王志祥\*

(中国药科大学制药工程教研室, 南京 210009)

**摘要** 以辣椒红色素的色价为考察指标, 对超声提取辣椒红色素的工艺进行优化。应用 Design-Expert 7.0 统计分析软件, 设计 Box-Behnken 中心组合实验, 并结合 SAS 软件得到超声提取辣椒红色素的优化工艺条件: 提取功率 441 W、提取温度 41 °C、超声时间 23 min、料液比 9.4 mL/g、乙醇浓度 97%、粒径 40 目, 在此条件下辣椒红色素的色价为 83.27。经实验验证, 在上述优化条件下提取得到的辣椒红色素色价为 86.7, 与预测值接近。因此, 采用响应曲面法优化得到的工艺条件具有一定的实际应用价值。

**关键词** 超声提取; 辣椒红色素; 色价; 响应曲面法; 工艺; 优化

中图分类号 TS201.2 文献标识码 A 文章编号 1000-5048(2011)06-0573-05

## Optimization of ultrasound-assisted extraction capsicum red pigment from *Capsicum frutescens* L. via response surface methodology

YUE Long, QIN Yan, WANG Zhi-xiang\*

Department of Pharmaceutical Engineering, China Pharmaceutical University, Nanjing 210009, China

**Abstract** Ultrasound extraction of capsicum red pigment from *Capsicum frutescens* L. was carried out by Box-Behnken center-united experiment design to evaluate the color value of capsicum red pigment in this paper. By Microsoft SAS the optimal conditions of ultrasound power (441 W), extraction temperature (41 °C), extraction time (23 min), the ratio of solid to liquid (9.4 mL/g), concentration of ethanol (97%) and particle size (40 mesh) were obtained. The calculated value of color value of capsicum red pigment was 83.27, which was not much lower than the experimental datum of 86.7. So the optimal condition obtained by response surface methodology can be used in the process of extraction of capsicum red pigment with practical value.

**Key words** ultrasound-assisted extraction; capsicum red pigment; color value; response surface methodology; process; optimization

辣椒红色素是一种存在于成熟红辣椒果实中的四萜类橙红色天然色素, 属类胡萝卜素类色素, 占辣椒干重的 0.2% ~ 0.5%。辣椒红色素是深红色黏性油状液体, 具有特殊气味, 无辣味。辣椒红色素以其良好的乳化分散性, 几十倍于其他天然色素的着色性、耐光、耐热、抗氧化性能以及无不良反应, 被英美等发达国家以及联合国粮农组织 (FAO) 列为 A 类食品色素, 在使用中不加以限量, 被广泛应用于食品、保健品、医药和化妆品生产领域的着色过程<sup>[1-6]</sup>。

辣椒红色素的提取方法主要有: 有机溶剂提取

法<sup>[7]</sup>、超临界萃取法<sup>[8]</sup>、超声波溶剂提取法<sup>[9]</sup>、溶剂微波提取法<sup>[10]</sup>、酶法提取<sup>[11]</sup>以及分子蒸馏法<sup>[12]</sup>等, 其中超声提取法因其提取效率高、操作简便和设备投资低等优点吸引了众多研究者的关注。

国内对于超声提取辣椒红色素的研究报道较多, 但多是简单的单因素和正交试验, 未获得各影响因素与响应值之间的函数表达式, 从而未得到各因素的最佳组合及最佳响应值。本文通过 Design-Expert 7.0 统计分析软件及 SAS 软件, 采用响应曲面法 (RSM) 优化了超声提取辣椒红色素的工艺条件, 建立了超声提取条件与辣椒红色素色价之间的

数学模型,以期得到超声提取辣椒红色素的优化工艺条件。

## 1 材料

### 1.1 材料和试剂

市售干红辣椒,粉碎后筛分成20,40和60目的辣椒粉末,密封置阴暗处保存,备用;95%乙醇(南京化学试剂有限公司);丙酮(分析纯,江苏汉邦科技有限公司)。

### 1.2 仪器

FW100高速万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司);DZF-6020型真空干燥箱(上海精宏实验设备有限公司);DCTZ-2000三频多用途恒温超声波提取机(北京弘祥隆生物技术开发有限公司);752N紫外可见分光光度计(上海菁华科技仪器有限公司)。

## 2 方法

辣椒中的色素成分主要存在于辣椒果实的纤维组织中,如采用传统的有机溶剂提取法需要消耗大量溶剂和时间才能将辣椒红色素提取完全。利用超声波在溶液中传播过程中产生的空化作用、机械作用、热学作用和连续不断地高压冲击辣椒颗粒表面,使辣椒细胞壁破裂而将有效成分更快地释放、溶解到提取液中,可大大减少提取时间、能耗和有机溶剂的用量,是一种有效的提取方法。实验利用响应曲面法(RSM)和SAS软件确定超声提取辣椒红色素的最佳工艺条件。

### 2.1 辣椒红色素色价的测定

色价是考察辣椒红色素的重要指标,按照国标GB10783-1996规定的方法采用紫外可见分光光度计测定辣椒红色素色价<sup>[13]</sup>。

准确称取试样0.1 g,精确至0.000 2 g,用丙酮稀释于100 mL量瓶中,再精确吸取稀释液10 mL,稀释至100 mL,用紫外可见分光光度计于460 nm波长处,用丙酮作为参比液,于1 cm比色皿中测定其吸收度,按公式(1)计算色价:

$$E_{1\text{cm}}^{1\%}(460\text{ nm}) = \frac{A \times f}{10 \times m} \quad (1)$$

其中: $E_{1\text{cm}}^{1\%}(460\text{ nm})$ 表示辣椒红色素色价; $A$ 表示样品吸收度; $f$ 表示稀释倍数; $m$ 表示所称取

的样品的质量。

### 2.2 响应曲面法优化超声提取辣椒红色素的工艺条件

准确称取辣椒粉10 g,加入相应体积及浓度的乙醇溶液,根据Box-Behnken的中心组合试验设计原理<sup>[14]</sup>,以辣椒红色素色价为响应值( $Y$ ),选取超声功率 $X_1$ 、超声温度 $X_2$ 、超声时间 $X_3$ 、料液比 $X_4$ 、乙醇浓度 $X_5$ 和粒径 $X_6$ 6个因素,采用六因素三水平的响应面分析方法。实验因素与水平设计见表1。提取物减压过滤、浓缩,将浓缩物置真空干燥箱中烘干至恒重,得辣椒红色素,测定色价。

Table 1 Variables and their levels used for Box-Behnken

Independent variables	Levels		
	-1	0	1
$X_1$ , Ultrasound power/W	200	400	600
$X_2$ , Temperature/°C	25	35	45
$X_3$ , Time/min	20	25	30
$X_4$ , Ratio of solid to liquid/(mL/g)	9	10	11
$X_5$ , Concentration of ethanol/%	90	95	100
$X_6$ , Particle size/mesh	20	40	60

## 3 结果与分析

### 3.1 响应曲面法实验结果

利用Design-Expert 7.0软件对实验数据进行多元回归拟合,得到辣椒红色素色价( $Y$ )对超声功率( $X_1$ )、温度( $X_2$ )、时间( $X_3$ )、料液比( $X_4$ )、乙醇浓度( $X_5$ )和粒径( $X_6$ )的二次多项式回归模型公式(2):

$$Y = 72.67 + 5.92X_1 + 4.92X_2 + 6.92X_3 - 1.96X_4 + 7.92X_5 + 3.00X_6 - 3.00X_1X_2 - 1.13X_1X_3 + 0.81X_1X_4 + 5.88X_1X_5 - 7.38X_1X_6 - 5.13X_2X_3 - 8.25X_2X_4 + 4.25X_2X_5 - 2.13X_2X_6 + 0.25X_3X_4 - 12.88X_3X_5 + 4.56X_3X_6 - 7.13X_4X_5 - 5.50X_4X_6 + 2.88X_5X_6 - 10.71X_1^2 - 3.62X_2^2 - 1.92X_3^2 - 4.33X_4^2 - 12.25X_5^2 - 12.92X_6^2 \quad (2)$$

### 3.2 超声提取辣椒红色素响应曲面分析与优化

3.2.1 超声功率和温度的交互作用对辣椒红色素色价的影响 超声功率和温度的交互作用对辣椒红色素色价的影响见图1。由图可知,在温度一定的条件下,辣椒红色素的色价随着超声功率的增加先增大后减小;超声功率不变,辣椒红色素的色价随着温度的升高逐渐增大,而超声功率对辣椒红色素的色价具有更大的影响。

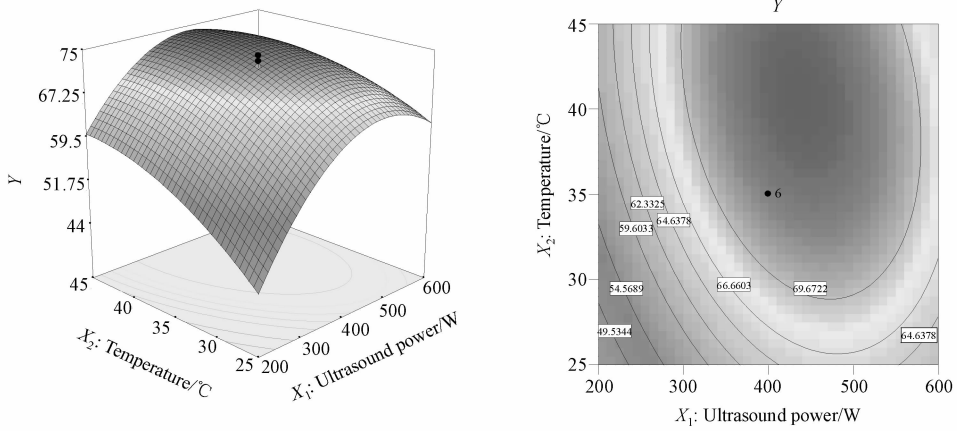


Figure 1 Effect of interaction between ultrasound power and temperature on color value of capsicum red pigment

3.2.2 温度和料液比的交互作用对辣椒红色素色价的影响 由图2可知,在料液比一定的条件下,随着温度的增加,辣椒红色素的色价逐渐增大,当料液比超过10.5,色价随着温度先增大后减小。

温度不变,辣椒红色素的色价随着料液比的逐渐增大,当温度超过35℃时,色价随着料液比的增加先增大后减小。

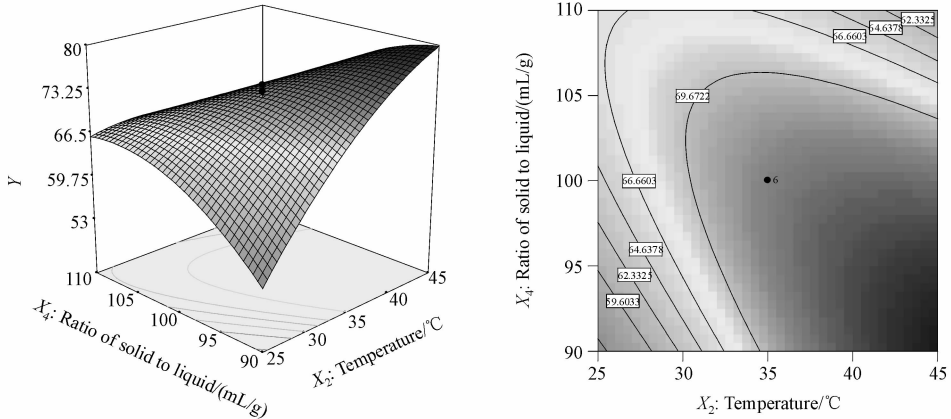


Figure 2 Effect of interaction between temperature and ratio of solid to liquid on color value of capsicum red pigment

3.2.3 时间和乙醇浓度的交互作用对辣椒红色素色价的影响 由图3可以看出,在提取时间一定的条件下辣椒红色素的色价随着乙醇浓度的增加逐渐增大,当提取时间超过22.5 min后,色价随着乙醇浓度的增加先增大后减小。在乙醇浓度为90.5%~97.5%之间变化时,辣椒红色素的色价随着提取时间的延长逐渐增大;当乙醇浓度大于97.5%时,色价随着时间的增加先增大后减小。

辣椒红色素的影响明显大于时间。

3.2.5 料液比和乙醇浓度的交互作用对辣椒红色素色价的影响 由图5知,料液比一定,随着乙醇浓度的增加,辣椒红色素色价逐渐增大,当料液比超过9.8左右时,色价随着乙醇浓度的增加先增大后减小。当乙醇浓度不变时,随着料液比的增加,色价逐渐增大,当乙醇浓度超过93%时,色价随着料液比的增大先增大后减小。很明显,乙醇浓度对辣椒红色素的影响要大于料液比。

3.2.4 时间和粒径的交互作用对辣椒红色素色价的影响 时间和粒径的交互作用对辣椒红色素色价的影响见图4。时间一定,辣椒红色素的色价随着粒径的增加先增大后减小。粒径不变,色价随着时间的延长逐渐增大。从图4可以看到,粒径对辣

3.3 岭脊分析  
由回归方程(2)的典型分析可以看出,6个因素的特征值有正有负,表明此二次响应面是一个鞍面,无极值存在,因此不能直接从此二次响应面上找出最佳工艺参数,需要做进一步的岭脊分析。

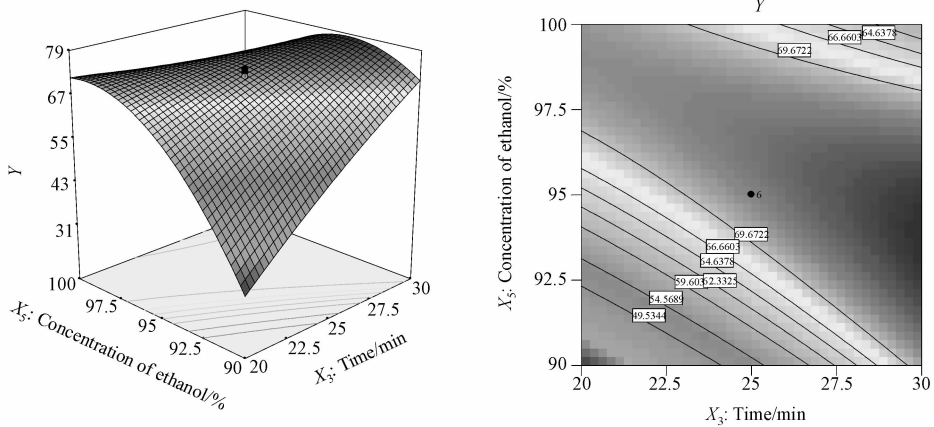


Figure 3 Effect of interaction between time and concentration of ethanol on color value of capsicum red pigment

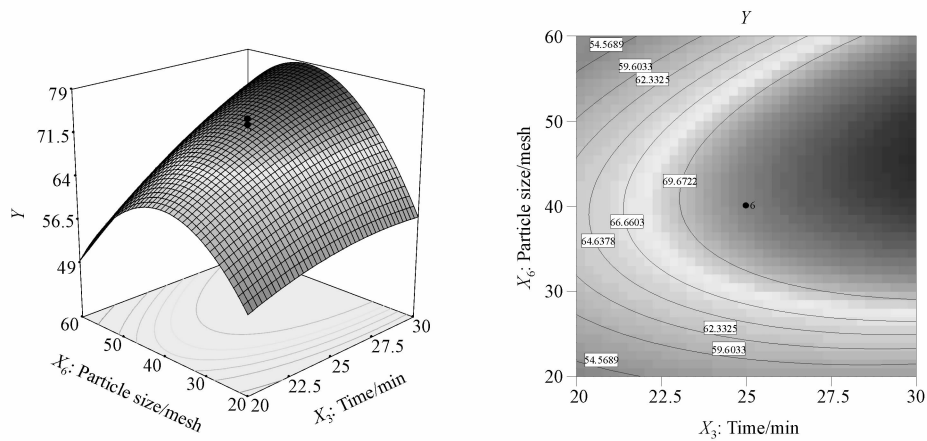


Figure 4 Effect of interaction between time and particle size on color value of capsicum red pigment

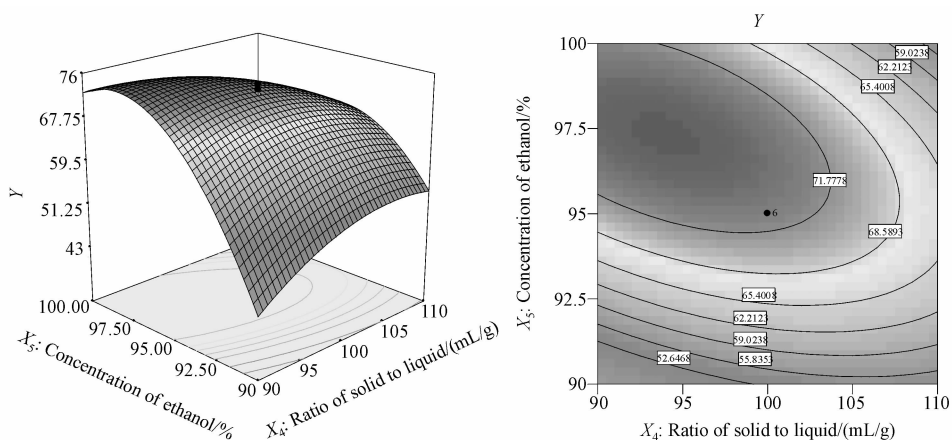


Figure 5 Effect of interaction between ratio of solid to liquid and concentration of ethanol on color value of capsicum red pigment

由岭脊分析表 2 可以看出,最大响应值的编码半径为 1.0,此时,功率  $X_1 = 0.2053$ ,温度  $X_2 = 0.5669$ ,时间  $X_3 = -0.3001$ ,料液比  $X_4 = -0.5661$ ,乙醇浓度  $X_5 = 0.4644$ ,粒径  $X_6 = -0.1010$ 。由此可

以确定超声提取辣椒红色素的优化工艺条件为:功率 441 W,温度 41 °C,时间 23 min,料液比 9.4 mL/g,乙醇浓度 97%,粒径 40 目。

**Table 2** Ridge analysis of the quadratic polynomial regression model

Radius of code	Dependent value	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	$X_5$	$X_6$
0.0	72.67	0	0	0	0	0	0
0.1	73.84	0.046 7	0.042 8	0.046 5	-0.030 1	0.053 8	0.005 4
0.2	74.85	0.087 3	0.094 8	0.082 2	-0.076 4	0.103 5	0.009 4
0.3	75.76	0.118 8	0.156 8	0.094 0	-0.138 9	0.152 0	0.008 5
0.4	76.62	0.140 8	0.224 5	0.071 6	-0.210 1	0.201 2	0.000 2
0.5	77.51	0.156 4	0.290 4	0.023 7	-0.279 6	0.249 5	-0.013 8
0.6	78.47	0.168 5	0.351 7	-0.036 1	-0.343 8	0.295 7	-0.030 2
0.7	79.51	0.178 9	0.409 1	-0.100 4	-0.403 4	0.339 9	-0.047 6
0.8	80.66	0.188 2	0.463 6	-0.166 5	-0.459 8	0.382 4	-0.065 4
0.9	81.91	0.197 0	0.516 0	-0.233 2	-0.513 8	0.423 9	-0.083 2
1.0	83.27	0.205 3	0.566 9	-0.300 1	-0.566 1	0.464 4	-0.101 0

### 3.4 模型验证

为验证响应曲面法的准确性,采用上述优化条件进行验证试验,测得辣椒红色素的色价为 86.7,与模型计算值相差不大,因此采用响应曲面法得到的提取参数准确可靠,具有实际应用价值。

## 4 结 论

采用响应曲面法(RSM)和 SAS 软件确定超声提取辣椒红色素的优化工艺条件为:超声功率 441 W、温度 41 ℃、超声时间 23 min、料液比 9.4 mL/g、乙醇浓度 97% (可用 95% 乙醇代替)、粒径 40 目。经实验验证,在最佳条件下辣椒红色素色价为 86.7,与模型计算值相差不大。因此,采用响应曲面法优化得到超声提取辣椒红色素的优化工艺条件具有一定的实际应用价值。

### 参 考 文 献

- [1] 张甫生(Zhang FS),庞 杰(Pang J),李文东(Li WD). 辣椒红色素在仿真食品中的应用[J]. 食品与机械(*Food Mach*), 2002(5):34-35.
- [2] 钟建华(Zhong JH),孙成东(Sun CD),陈家威(Chen JW). 辣椒红色素的粗提取[J]. 湖北大学学报(*J Hubei Univ*), 1992, 14(2):164-166.
- [3] 马 英(Ma Y),田 凯(Tian K),肖玉川(Xiao YC),等. 辣椒色素的最新制法的研究[J]. 河北化工(*Hebei Chem Eng Indus*), 1992(1):8-10.
- [4] 夏邦旗(Xia BQ). 水溶性辣椒红色素制备及其应用研究[J]. 西部粮油科技(*China Western Cereals & Oils Technology*), 1998, 23(6):49-51.
- [5] 王明轩(Wang MX),赵淑琳(Zhao SL). 辣椒红色素在医药和食品业中的应用[J]. 西北大学学报(*J Northwest Univ*), 1995, 25(6):645-647.
- [6] 李晓双(Li XS). 辣椒红色素的改性及在饲料中的应用研究[J]. 饲料研究(*Feed Res*), 2001(4):20-22.
- [7] 彭子模(Peng ZK),李 进(Li J),时德红(Shi DH),等. 辣椒红色素提取方法的初步研究[J]. 新疆教育学院报(*J Xinjiang Edu Inst*), 1997, 13(3):91-92.
- [8] 廖传华(Liao CH),黄振仁(Huang ZR). 超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取技术[M]. 北京:化学工业出版社, 2004:167.
- [9] 王 博(Wang B),王建中(Wang JZ),赵良成(Zhao LC),等. 超声波提取辣椒红色素工艺的响应面法优化[J]. 食品科学(*Food Sci*), 2008, 24(6):96-101.
- [10] 孟 晓(Meng X),徐 坤(Xu K),谷 绒(Gu R). 微波辅助法提取辣椒红色素的工艺研究[J]. 高等教育研究(*J Higher Educ Res*), 2007, 24(3):85-87.
- [11] 肖 麟(Xiao L),万会师(Wang HS). 酶在植物有效成分提取中的应用[J]. 安徽农业科学(*J Anhui Agric Sci*), 2006, 34(8):1551-1552.
- [12] 王芳芳(Wang FF),江 英(Jiang Y),苏丽娜(Su LN). 应用分子蒸馏法分离提纯辣椒红色素[J]. 食品科技(*Food Sci Technol*), 2009, 34(2):196-199.
- [13] 中华人民共和国国内贸易部食品检测科学研究所. GB10783-1996 食品添加剂 辣椒红[S]. 北京:中国标准出版社, 1996, 2-3.
- [14] 汪仁官(Wang RG),陈荣召(Chen RS). 实验设计与分析[M]. 北京:中国统计出版社, 1998:620-622.