

时 伟,常 明,俱卫秀,等. 脐橙果皮色素提取工艺条件研究[J]. 江苏农业科学,2013,41(9):241-243.

脐橙果皮色素提取工艺条件研究

时 伟¹,常 明²,俱卫秀²,左彩虹²,马亚南²,于宏伟²

(1. 石家庄学院科研处,河北石家庄 050035; 2. 石家庄学院化工学院,河北石家庄 050035)

摘要:通过正交试验研究纽荷尔脐橙果皮色素提取的工艺。研究表明:60% 乙醇与水料液比为 1 g : 20 mL,提取温度 60 ℃、提取时间 0.5 h 条件下,色素收率可达 55.4%。橙皮色素结构经过红外光谱及二阶导数红外光谱进行了表征。

关键词:脐橙;果皮色素;提取工艺

中图分类号: TS264.4 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2013)09-0241-02

甜橙为芸香科柑橘属植物,是一类具有重要经济及食用价值的水果,在我国秦岭以南各地广泛种植,西北限约在陕西西南部洋县、甘肃东南部城固一带,西南至西藏东南墨脱一带海拔约 1 500 m 以下地方也有种植^[1]。Swingle 把甜橙分为 3 大类,即普通甜橙、脐橙和血橙^[1]。我国具有丰富的甜橙资源,而每年占甜橙水果重量 20% ~ 30% 的果皮除了极少量作为中药材(陈皮)外,大部分作为废弃物丢弃,不但浪费了宝贵资源,而且还会污染环境。甜橙果皮色素的主要成分是天然类胡萝卜素^[2],广泛应用于食品色素^[3-6]、食品抗氧化剂^[7]、杀菌剂^[8]、蚕丝纤维染料^[9]等众多领域中。国外在 20 世纪 80 年代就开展了橙皮色素提取及应用研究工作^[3-6],我国此项工作开展较晚。纽荷尔脐橙(脐橙中的一种)个体较大、外型美观、肉质甜美且果皮颜色鲜艳,具有重要的经济价值和食用价值。本研究参考文献报道^[10-13],以石家庄市场上采购的纽荷尔脐橙果皮为材料,进行果皮色素提取工艺条件筛选与优化试验,以促进国内橙皮色素的研究与开发利用。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

红外光谱仪,Spectrum 100 型(美国 Perkin Elmer 公司);电子天平,YP202N 型(上海精密科学仪器有限公司);高速万能粉碎机,FW-100 型(天津市泰斯特仪器有限公司);旋转蒸发器,RE-52A 型(上海亚荣生化仪器厂);循环水式真空泵,SHZ-D(Ⅲ)型(巩义市英峪予华仪器厂);精密定时电动搅拌器,JJ-1 型(江苏省金坛市荣华仪器制造有限公司)。纽荷尔脐橙购于石家庄高新技术开发区北国超市长江店,其他试剂均为市售分析纯。

1.2 试验方法

1.2.1 样品制备方法 采用压片法。橙皮粉 2 mg 与溴化钾

200 mg 混合,研磨均匀,压片。

1.2.2 红外光谱仪操作条件 每次试验对信号进行 32 次扫描累加,测定范围 4 000 ~ 400 cm⁻¹。

1.2.3 脐橙果皮干燥方法 纽荷尔脐橙果皮洗净,室温通风干燥至恒重,高速万能粉碎机粉碎(120 目),装入保鲜袋避光密封保存。

1.2.4 脐橙果皮色素提取方法 10.0 g 脐橙果皮粉加入一定体积溶剂,加热搅拌反应至一定时间后,过滤,滤液经过无水硫酸钠干燥 12 h 后,过滤,滤液浓缩,真空干燥至恒重,得到暗红色胶状或粉末状产品。

1.2.5 正交试验 橙皮色素的提取溶剂常见有石油醚、丙酮、乙醇、氯仿等^[10-13],本试验选择提取效果好、毒性较低的乙醇-水作为提取溶剂。采用正交试验考察乙醇浓度(40%、60%、80% 和 100%)、料液比(1 g : 5 mL、1 g : 10 mL、1 g : 15 mL 和 1 g : 20 mL)、提取温度(50、60、70 ℃ 和回流温度)、提取时间(0.5、1.0、1.5、2.0 h)等工艺条件因素对橙皮色素提取率的影响(表 1)。

表 1 脐橙果皮色素提取正交试验因素水平

因素	水平			
	A:乙醇浓度 (%)	B:料液比 (g : mL)	C:提取温度 (℃)	D:提取时间 (h)
1	40	1 : 5	50	0.5
2	60	1 : 10	60	1.0
3	80	1 : 15	70	1.5
4	100	1 : 20	回流温度	2.0

1.3 数据获得

1.3.1 红外光谱数据 红外谱图数据获得采用 Perkin Elmer 公司 Spectrum 6.3.5 操作软件。

1.3.2 二阶导数红外谱数据 二阶导数红外谱数据获得用 Perkin Elmer 公司 Spectrum 6.3.5 操作软件,平滑点数为 13。

1.4 图形处理

图形处理采用 Origin 8.0。

2 结果与讨论

2.1 正交试验结果

乙醇浓度、料液比、浸提温度、浸提时间等 4 个因素按照 4 因素 4 水平设计,完成 16 组正交试验(表 2)。试验发现,不

收稿日期:2013-03-11

基金项目:河北省科学技术研究与发展计划(编号:10215687);河北省石家庄市科学技术研究与发展指导计划(编号:121070981)。

作者简介:时 伟(1979—),男,山东日照人,硕士,讲师,主要从事天然产物化学的研究工作。E-mail:61121472@qq.com。

通信作者:于宏伟,博士,副教授,主要从事红外光谱的教学与研究工
作。Tel:(0311)66617320;E-mail:yhw0411@163.com。

同的工艺对橙皮色素的收率影响很大,其中最少的收率为 28.3%(试验号 16),最高的收率为 51.0%(试验号 13)。

表 2 脐橙果皮色素提取正交试验结果

试验号	因素				粗收率(%)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	30.0
2	2	2	1	2	48.1
3	3	4	1	3	49.0
4	4	3	1	4	35.0
5	3	2	2	1	43.0
6	4	1	2	2	30.5
7	1	3	2	3	40.0
8	2	4	2	4	49.7
9	4	4	3	1	50.0
10	3	3	3	2	35.4
11	2	1	3	3	30.4
12	1	2	3	4	36.3
13	2	3	4	1	51.0
14	1	4	4	2	35.0
15	4	2	4	3	34.5
16	3	1	4	4	28.3

为了进一步研究工艺中 4 个因素对于脐橙果皮色素提取率的影响,以色素的粗收率为考核指标,对正交试验结果进行极差分析。由表 3 可知,果皮色素提取效果的工艺条件影响顺序为:B>A>D>C,即料液比>乙醇浓度>浸提时间>浸提温度。最佳工艺条件为 A₂B₄C₂D₁,即选择 60% 乙醇-水混合溶剂作为提取溶剂,料液比 1 g:20 mL,提取温度 60℃,提取时间 0.5 h,在此最佳工艺条件下,纽荷尔脐橙果皮色素的收率可达到 55.4%。

表 3 脐橙果皮色素提取正交试验结果分析

因素	A	B	C	D
K ₁	141.3	119.2	162.1	174.0
K ₂	179.2	161.9	163.2	149.0
K ₃	155.7	161.4	152.1	153.9
K ₄	150.0	183.7	148.8	149.3
k ₁	35.3	29.8	40.5	43.5
k ₂	44.8	40.5	40.8	37.3
k ₃	38.9	40.4	38.0	38.5
k ₄	37.5	45.9	37.2	37.3
R	9.5	16.1	3.6	6.2
因素主次	B>A>D>C			
最佳条件	A ₂ B ₄ C ₂ D ₁			

2.2 脐橙果皮色素的结构表征

2.2.1 脐橙果皮色素的红外光谱 纽荷尔脐橙果皮色素的红外光谱图中的吸收峰都是宽峰或重叠峰,并不能提供有效的官能团信息(图 1)。这主要由于果皮色素的化学成分过于复杂,许多官能团红外吸收峰叠加,降低了红外谱图的分辨率。

2.2.2 脐橙果皮色素的二阶导数红外光谱 由于纽荷尔脐橙果皮色素红外光谱的分辨率较低(图 1),因此,进一步开展了相对应的二阶导数红外光谱的研究(图 2)。

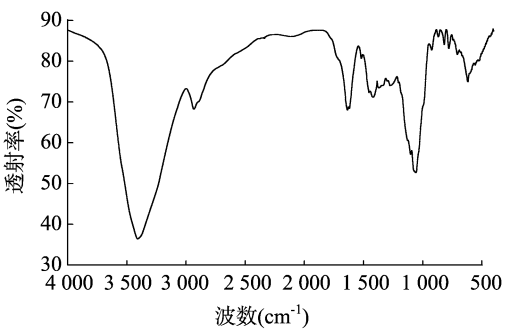


图 1 纽荷尔脐橙果皮色素的红外光谱图

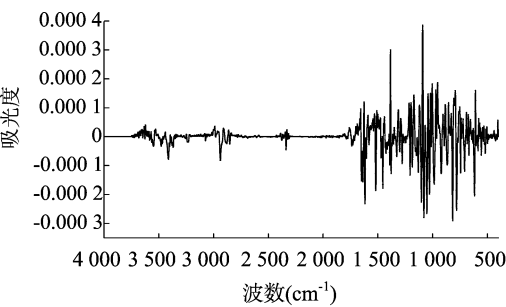


图 2 脐橙果皮色素的二阶导数红外光谱图

将红外光谱的一阶导数光谱再求一次一阶导数,所得到的光谱就是原光谱的二阶导数光谱。二阶导数光谱的波峰位置对应于原光谱的峰尖位置,可以增加谱图的分辨率,增大信息量,突出谱图的特征性,能够更好地分辨图中的重叠峰,它的半峰宽只有原谱图半峰宽的 1/3,能够容易地分辨强峰上的小肩峰,这对测定峰位及确定肩峰位置非常有效^[14-16]。通过测定纽荷尔脐橙果皮色素二阶导数红外光谱,可以有效地增加原红外谱图的分辨率(图 2)。

进一步参照文献[17-18]的方法,对于纽荷尔脐橙果皮色素结构进行表征,数据见表 4。研究发现:纽荷尔脐橙果皮色素结构非常复杂,主要含有芳环化合物、糖类化合物、烯烃等系列化合物等。

表 4 脐橙果皮色素二阶导数红外光谱解析

红外吸收峰频率(cm ⁻¹)	归属解释
3086	烯烃 CH ₂ 反对称伸缩振动
2989	烯烃 CH ₂ 对称伸缩振动
1650,1636,1618	脂肪链 C=C 伸缩振动
1604,1470,1378	芳环 C=C 伸缩振动
1454	烷基 CH ₃ 不对称变角振动
1414,1403	烯烃 CH ₂ 变角振动
1378	烷基 CH ₃ 对称变角振动
1102,1079,1052,1028,1011	糖和多糖 C—OH 伸缩振动
985	烯烃 CH ₂ 扭曲振动
892	烯烃 CH ₂ 面外摇摆振动
734,726	烯烃 CH ₂ 面内摇摆振动

3 结论

纽荷尔脐橙果皮色素的提取最佳工艺条件是:以体积分数为 60% 的乙醇-水溶液为提取溶剂,当液料比为 1 g:20 mL、提取温度为 60℃、浸提时间为 0.5 h 时,色素最

江 珊,刘 焰,赵 斌,等. 猪苓中多酚、黄酮、多糖和蛋白质提取工艺的优化[J]. 江苏农业科学,2013,41(9):243-246.

猪苓中多酚、黄酮、多糖和蛋白质提取工艺的优化

江 珊,刘 焰,赵 斌,李俊丽

(武汉理工大学理学院,湖北武汉 430070)

摘要:为了探究猪苓的保健作用,研究用水煮浸提法提取猪苓药用成分,并分别测定浸提液中的多酚、黄酮、多糖及蛋白质的提取量,通过正交试验对提取工艺中的温度、料液比、浸提时间等因素进行优化,用综合评分法确定最佳提取条件。结果表明:在提取温度为 80 ℃、料液比 1 g : 40 mL 的条件下浸提 4 h 时,浸提液中多酚、黄酮和多糖总量最高,此组合最优。

关键词:猪苓;多酚;多糖;黄酮;蛋白质;提取工艺;单因素试验;正交试验

中图分类号:0629.9 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2013)09-0243-04

猪苓 [*Polyporus umbellatus* (Pers.) Fries] 在分类学上属于无隔担子菌亚纲无褶菌目多孔菌科多孔菌属,它的干燥菌核称为猪苓,是常用中药,主要分布在亚洲(主要包括中国、日本及东南亚国家)、欧洲及北美洲^[1]。猪苓的药用价值始载于《神农本草经》,如今已具 2 500 多年的药用历史。它具有利尿、抗癌和抗菌的作用^[2],其主要功能是利尿渗湿。相

关药理研究表明,猪苓中的甾体化合物是其利尿作用的主要有效成分,其多糖具有增强机体免疫力、抗癌、预防和治疗肝炎等多种药效^[3]。许多利水复方制剂中含有猪苓,在临床应用中均显示了很好的疗效,而且至今未见文献报道它的毒性反应^[4]。随着研究的进展,猪苓的药用价值越来越受到人们的青睐,尤其是可作为免疫增强药的猪苓多糖的提取研究。且随着多糖等浸提新技术的日益改善,研究者发现,超声波、微波、酶解等辅助处理技术也能卓有成效地促进植物细胞内多糖的浸出^[5]。猪苓多糖的研究已取得了良好的进展,而其他药用成分的研究则相对较少。本研究拟对热水煎提猪苓药用成分(多糖、多酚、黄酮和蛋白质)提取量的工艺进行改良,借助正交试验,探讨浸提过程中各种工艺条件对猪苓药用成分得率的交互作用,以期获得猪苓药用成分多糖、多酚、黄酮及蛋白质的最佳提取工艺,并为药典修订以及该药材的质量评价、资源开发提供更加有效的科学依据。

收稿日期:2013-06-12

基金项目:湖北省武汉市青年科技晨光计划(编号:201271031391);

武汉理工大学自主创新研究基金(编号:whut-2013-1a-013);

国家级大学生创新创业训练计划(编号:20121049714006)。

作者简介:江 珊(1992—),女,河北邯郸人,主要从事天然产物化学研究。E-mail:435022156@qq.com。

通信作者:李俊丽,博士,副教授,主要从事植物化学研究。E-mail:lijunli0424@sina.com。

高收率达 55.4%。通过红外光谱及二阶导数红外光谱对组荷尔脐橙果皮色素结构进行了表征。

参考文献:

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志:第四十三卷第二册[M]. 北京:科学出版社,1997:184-209.
- [2] 吕绪佳,于宏伟. 红橘果皮中色素提取研究[J]. 河北化工, 2011,34(11):44-46.
- [3] Johnson J D, Viale H E, Wait D M. Method for extracting carotenoid pigments from citrus oils; US,4126709[P]. 1978-11-21.
- [4] Howell T M, Huffman C F. Citrus oil containing a high concentration of carotenoid pigments and method for producing same; US,4377520 [P]. 1983-03-22.
- [5] Epperson D E, Curley O B, Swisher H E. Process for forming a citrus juice extender; US,4608266[P]. 1986-08-26.
- [6] Lee H S, Coates G A. Pigment extraction system and method; US, 20040258809[P]. 2004-12-23.
- [7] 李 佳,蒋家新,朱丽云,等. 橘皮色素的微波辅助提取及其抗氧化活性研究[J]. 中国计量学院学报,2009,20(2):154-157.
- [8] 李凌绪,曲亮亮,孟昭礼. 橘皮色素的抑菌活性[J]. 湖北农业科学,2010,49(1):80-82.

- [9] 梁菊红. 橘皮色素对蚕丝纤维的染色性能[J]. 毛纺科技,2010, 38(6):18-20.
- [10] 陈炼红,伍 红,廖 幸. 血橙橙皮色素最佳提取工艺及稳定性的研究[J]. 西南民族大学学报:自然科学版,2011,37(6): 924-930.
- [11] 张熊禄,谢生辉,赖俊杰. 微波法辅助提取脐橙皮色素工艺优化 [J]. 食品科学,2010,31(22):286-288.
- [12] 汪 葵,周 阳,彭 鹏. 超声波法提取赣南脐橙皮色素工艺 [J]. 食品研究与开发,2009,30(12):182-185.
- [13] 曾柏全,李 伟,邓子牛,等. 冰糖橙皮色素的提取及稳定性研究[J]. 食品研究与开发,2008,29(1):14-17.
- [14] 于宏伟,韩卫荣,王 宝,等. 苯甲酸温度效应的 FT-IR 光谱研究[J]. 化工中间体,2012,8(08):50-52.
- [15] 赵瑶兴,孙祥玉. 有机分子结构光谱测定[M]. 北京:科学出版社,2004:38-41.
- [16] 翁诗甫. 傅里叶变换红外光谱分析[M]. 2 版. 北京:化学工业出版社,2010:254-258.
- [17] 陈 衡. 红外物理学[M]. 北京:国防工业出版社,1985: 135-137.
- [18] 谢晶曦. 红外光谱在有机化学和药物化学中的应用[M]. 2 版. 北京:科学出版社,1987:23-36.