

慕金超,刘春芬. 紫茄皮中花青素的提取研究[J]. 江苏农业科学,2014,42(4):227-229.

紫茄皮中花青素的提取研究

慕金超, 刘春芬

(徐州工业职业技术学院,江苏徐州 221140)

摘要:以紫茄皮为原料,以 1.5% 盐酸-无水乙醇为提取溶剂,采用超声波辅助溶剂对其中的花青素进行提取,通过单因素和正交试验确定最佳提取工艺为:超声波功率 210 W,浸提温度 60 ℃,料液比 1 g : 8 mL,提取时间 40 min。

关键词:紫茄子皮;花青素;超声波辅助溶剂提取法;正交试验

中图分类号: TS201.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)04-0227-03

茄子属茄科一年生草本植物,夏秋开花结果,浆果球形或椭圆形,果皮紫红色,也有其他颜色的品种,全国各地均有栽培^[1]。茄子营养均衡,含丰富的蛋白质、脂肪、糖类化合物、维生素以及钙、磷、铁等多种营养成分,其果皮富含天然红色素,主要成分是花色苷衍生物,不仅色泽亮丽,而且具有安神、镇神之功效。关于茄皮色素的提取工艺、稳定性已有研究报道^[2-3]。本研究以紫茄子皮为原料,对其中的花青素进行提取^[4-6],为茄皮的综合开发利用提供參考。

1 试验材料

1.1 原料

市购新鲜的紫色长茄子。

1.2 试剂

原花青素对照品:产品批号 100085-200807,南京泽朗

医药科技有限公司。

无水乙醇、盐酸、90% 甲醇、2% $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 、酸性正丁醇等,均为国产分析纯。

1.3 主要仪器设备

数显恒温水浴锅、电子天平、手提式粉碎机、紫外可见分光光度计、酸度计、超声波清洗机;其他实验室常用仪器。

2 试验方法

2.1 最大吸收波长的选择

原料→预处理→浸提→过滤→3 次浸提→合并滤液→滤液定容到 50 mL→扫描滤液中色素的最大吸收波长。

2.2 原花青素标准曲线的制作

步骤一:配制 2% $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液:准确称取 2.015 5 g $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶解于 2 mol/L 盐酸溶液中,定容到 100 mL。

步骤二:配制酸性正丁醇溶液:量取 95 mL 正丁醇,加入 5 mL 浓盐酸,混匀备用。

步骤三:精确称取原花青素对照品 0.020 0 g 于 100 mL 容量瓶中,用 30% 甲醇溶解,定容到刻度,摇匀。此对照品溶液浓度为 0.2 mg/mL。

步骤四:精确吸取对照品溶液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、

添加任何防腐剂。

参考文献:

- [1] 张大凤,朝 懿,车振明,等. 泡菜厂高盐废水中嗜盐菌的分离鉴定[J]. 中国调味品,2012,37(3):105-108.
- [2] 李燕群,冉 丹,杨 坪,等. 关于四川泡菜行业废水排放的几点思考[J]. 环境科学与管理,2012,37(2):19-22.
- [3] 金宗濂. 功能性饮料的市场发展趋势与管理对策[J]. 中国食品学报,2007,7(6):1-5.
- [4] 徐丽丹,邹积宏,袁杰利. 乳酸菌的降血压作用研究进展[J]. 中国微生物学杂志,2009,21(4):366-369.
- [5] 罗 魏,刘学文,王 毅,等. 莴笋泡菜护绿护脆工艺研究[J]. 中国调味品,2011,36(6):59-62.
- [6] 刘智梅,吴荣书,冀智勇,等. 低盐香蕉花泡菜的研制[J]. 现代食品科技,2006,22(1):80-83.
- [7] 胡 杨,项松涛,杨宇清,等. 泡菜中产细菌素的乳酸菌分离研究[J]. 西南大学学报:自然科学版,2012,34(3):144-149.

收稿日期:2013-08-06

作者简介:慕金超(1978—),男,安徽亳州人,硕士,讲师,主要从事食品营养与检测及毒理学方面的研究。E-mail: mujc@mail.xzcit.cn。

通信作者:刘春芬,讲师,主要从事食品微生物与发酵工程方面的研究。E-mail: liucf@mail.xzcit.cn。

们考虑采用木糖醇代替白砂糖作为泡菜饮料的甜味剂。对成品泡菜饮料中加入 2%、4%、6%、8% 的木糖醇,感官评定结果表明,6% 左右的木糖醇添加量可赋予产品较好的甜度和口感。

3 结论

通过以上试验,得到了制作活性乳酸菌泡菜风味饮料的最佳加工工艺和调配工艺。(1) 泡菜汁发酵条件:盐 4%、糖 4%、米酒 60%、醋 0.225%、干红辣椒 3%、姜和蒜各 2%、花椒 0.2% (其中青花椒占花椒总量的 60%,红花椒占 40%)、红皮红心萝卜 4%、紫苏 0.27%、甘草 0.02%、茶叶 0.02%、蒜头若干,25 ℃ 发酵 5 d。若接种发酵,则 5% 接种量较为合适。(2) 调配工艺:0.25% 黄原胶+甜橙香精 0.1%+草莓香精 0.02%+木糖醇 6%,调配后原汁稀释 40%。得到的活性乳酸菌泡菜饮料富含活性乳酸菌和多种营养成分,产品口感酸甜,具有甜橙的清香和泡菜的酸香,乳酸菌体均匀悬浮,饮料外观为清亮的红色,冷藏后口感更佳,4 ℃ 存放 1 个月无需

1.0 mL 分别于 10 mL 具塞试管中,加入 0.2 mL 2% $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液和 6 mL 酸性正丁醇溶液,定容到刻度线,摇匀,于 95 ℃ 水浴加热反应 40 min,冰水迅速冷却,以空白管作对照,于最大吸收波长处测定其吸光度。

2.3 技术路线

原料→预处理→浸提→过滤→3 次浸提→合并滤液→滤液定容 50 mL→在指定的波长下测定吸光度→对照标准曲线查找花青素的浓度。

2.3.1 原料预处理 紫色长茄子洗净晾干,削皮切碎,粉碎,过筛备用。

2.3.2 最大吸收波长的选择 准确称取 1.000 0 g 茄皮粉末样品,置于 50 mL 小烧杯中,加入 20 mL 蒸馏水,充分溶解,过滤定容到 50 mL 棕色容量瓶中,于 480 ~ 620 nm 波长范围内测定其吸光度,确定该色素的最大吸收波长。

2.3.3 溶剂的选择 准确称取 4 份 1.000 0 g 紫茄皮粉末样品,分别置于 4 个 50 mL 烧杯中,依次加入 20 mL 蒸馏水、20 mL 90% 甲醇、20 mL 无水乙醇、20 mL 1.5% 盐酸-无水乙醇,置于 60 ℃ 恒温水浴浸提 1 h,取出冷却,过滤,定容到 50 mL 棕色容量瓶中,在最大吸收波长处测定吸光值,对照标准曲线计算花青素的浓度。

2.3.4 提取方法——超声波辅助溶剂提取法 准确称取 1.000 0 g 茄皮粉末样品,置于 50 mL 小烧杯,烧杯中加入 6 mL 的 15% 盐酸-无水乙醇,超声波清洗机功率 150 W、温度 50 ℃、时间 10 min 进行浸提,取出冷却,过滤定容到 50 mL 棕色容量瓶,测定吸光值,对照标准曲线计算花青素浓度。

2.4 最佳工艺参数研究

以花青素浓度为指标,先进行单因素试验,初步确定各主要因素和水平,然后采用 $L_9(3^4)$ 正交试验对工艺参数进行优化,试验因素水平见表 1。

表 1 花青素提取最佳工艺参数正交试验因素水平

因素水平	A:料液比 (g : mL)	B:浸提时间 (min)	C:功率 (W)	D:浸提温度 (℃)
1	1 : 6	20	150	70
2	1 : 8	30	180	60
3	1 : 10	40	210	50

3 试验结果

3.1 花青素最大吸收波长确定

由图 1 可知,茄皮中花青素吸光度在 543 nm 处趋于稳定并有最大吸收峰。

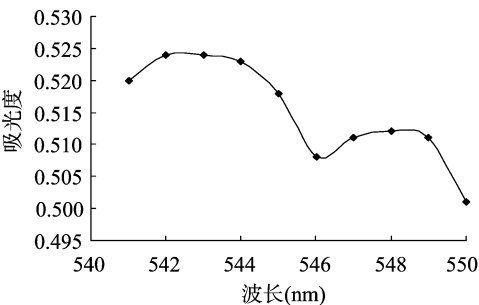


图1 紫茄皮中花青素的波长扫描图形

3.2 原花青素标准曲线

图 2 表明原花青素标准品在 0 ~ 0.02 mg/mL 浓度范围内呈良好的线性关系。

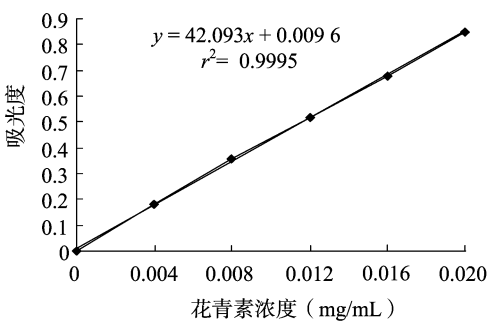


图2 原花青素的标准曲线

3.3 提取溶剂的选择

由表 2 可知,花青素易溶于蒸馏水、甲醇、乙醇、稀酸等极性溶剂中,在同条件下,以吸光度为判定指标,当浸提溶剂为 1.5% 盐酸-无水乙醇时,花青素的浓度最大,所以本试验选用 1.5% 盐酸-无水乙醇作为提取溶剂。

表 2 不同浸提溶剂的提取效果

浸提溶剂	吸光度	花青素浓度 (μg/mL)	颜色
蒸馏水	0.455	10.58	紫红色
甲醇	0.462	10.74	浅红色
无水乙醇	0.483	11.25	红褐色
1.5% 盐酸-无水乙醇	0.511	11.91	红色

3.4 单因素试验结果

3.4.1 料液比对提取效果的影响 由图 3 可知,当原料与浸提溶剂的比值越小时,其花青素的浓度也随着增大,当料液比为 1 g : 8 mL 时,花青素浓度最大,当料液比 < 1 g : 8 mL 后,花青素浓度开始下降,这可能是由于紫茄子皮花青素被稀释的原因;而当料液比 > 1 g : 8 mL 时,色素提取又不完全。因此选择料液比为 1 g : 8 mL 进行后续试验。

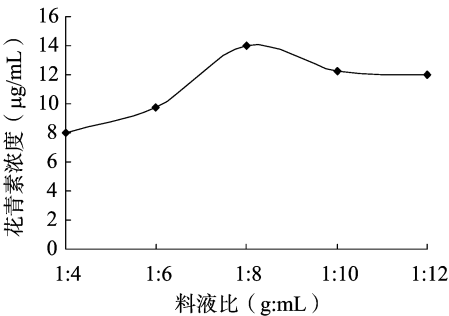


图3 不同料液比对花青素提取效果的影响

3.4.2 浸提温度对提取效果的影响 由图 4 可知,提取温度升高,花青素的浓度也随着增加;当温度上升到 60 ℃ 时,花青素浓度达到最高值;温度继续升高时,花青素浓度反而下降,这可能是花青素本身不耐热,在高温下容易发生分解,因此最佳浸提温度为 60 ℃。

3.4.3 提取时间对提取效果的影响 由图 5 可知,提取时间延长,花青素浓度随着增加;当时间上升到 30 min 时,花青素浓度达到最高值,提取时间继续增加时,花青素浓度反而下

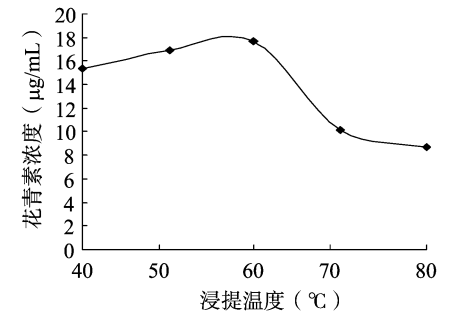


图4 不同浸提温度对花青素提取效果的影响

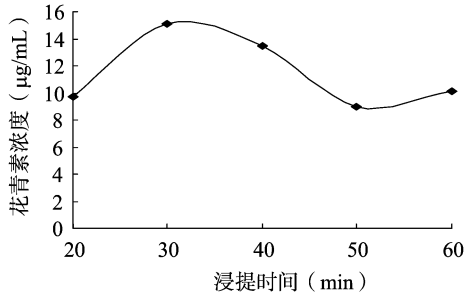


图5 不同浸提时间对花青素提取效果的影响

降,这可能是花青素在一定温度下提取一段时间后,容易发生分解,因此最佳提取时间为 30 min。

3.4.4 超声波功率对提取效果的影响 由图 6 可知,超声波功率升高花青素浓度也随着增加,当功率上升到为 180 W 时,花青素浓度达到最高值,提取功率继续增加,花青素浓度下降,这说明当超声波功率 >180 W 时对花青素有极大的影响,特别容易发生分解,因此最佳提取功率为 180 W。

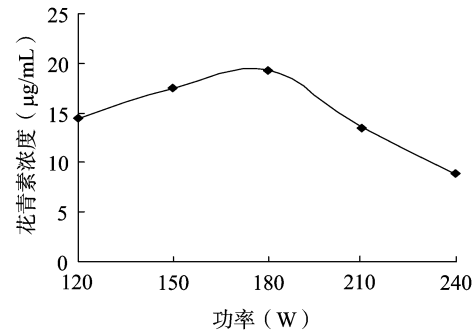


图6 不同功率对花青素提取效果的影响

3.5 正交试验结果

3.5.1 正交试验结果及极差分析 由表 3 可知,超声波辅助溶剂提取紫茄子皮中花青素提取各因素的主次顺序是 A > C > B > D,即料液比 > 超声波功率 > 提取时间 > 提取温度,因此,最佳组合方案为 A₂B₃C₃D₂,即料液比为 1 g : 8 mL,功率为 210 W,提取时间为 40 min,提取温度为 60 ℃。

因为最佳组合方案没有在正交试验中出现,所以根据正交试验所得到的最佳条件因素做验证试验。经过试验测定结果为吸光度 0.825,对照标准曲线查的花青素的浓度为 19.37 µg/mL,大于正交试验 6 号的 19.23 µg/mL。结果证明,料液比 1 g : 8 mL、功率 210 W、提取时间 40 min、提取温度 60 ℃ 是最佳工艺参数。

表 3 花青素提取的正交试验结果与分析

试验号	因素				吸光度	花青素浓度 (µg/mL)
	A	B	C	D		
1	1	1	1	1	0.746	17.49
2	1	2	2	2	0.73	17.11
3	1	3	3	3	0.776	18.21
4	2	1	2	3	0.792	18.59
5	2	2	3	1	0.805	18.90
6	2	3	1	2	0.819	19.23
7	3	1	3	2	0.797	18.71
8	3	2	1	3	0.667	15.62
9	3	3	2	1	0.742	17.40
k ₁	17.603	18.263	17.447	17.930		
k ₂	18.907	17.210	17.700	18.350		
k ₃	17.243	18.280	18.607	17.473		
R	1.664	1.070	1.160	0.877		

3.5.2 方差分析 对正交试验结果进行方差分析,结果见表 4。

表 4 花青素提取正交试验的方差分析

方差来源	偏差平方和	自由度	F 比	F	显著性
料液比	4.595	2	2.059	3.982	**
提取时间	2.255	2	1.010	1.954	
超声波功率	2.232	2	1.000	1.934	
提取温度	1.153	2	0.517	1.000	
误差	2.230	2			

结合方差和极差分析,最后的最佳工艺为:料液比 1 g : 8 mL,功率 210 W,提取时间 40 min,提取温度 60 ℃。

4 小结

目前大多数研究表明,花青素一般来自比较昂贵的蓝莓、葡萄、越橘、酸果蔓、紫甘蓝等果蔬中,而紫茄子在我国种植面积广,来源广泛,并且茄子皮是农副产品,价格低廉。由本试验可知,紫茄子皮中的花青素的提取工艺简单、提取量高,也具有一定的稳定性,因此从茄子皮中提取天然花青素具有广阔的应用前景。

参考文献:

[1] 中国科学院植物研究所. 中国高等植物图鉴[M]. 北京:科学出版社,1983:725.

[2] 许 琼. 茄子皮天然红色素的提取及稳定性的研究[J]. 安康师专学报,2004,16(1):85-86.

[3] 贺文英,张秀芳,常彦景,等. 紫茄子皮红色素提取技术研究[J]. 内蒙古农牧学院学报,1998,19(1):73-76.

[4] 付 莉,王丽颖,顾 英. 紫茄皮红色素超声波提取工艺及其性质的研究[J]. 安徽农业科学,2010,38(15):8167-8169.

[5] 陈海华. 茄子皮红色素稳定性研究[J]. 粮油食品科技,2009,17(3):47-49.

[6] 李晓燕,胡红伟. 紫苏叶原花青素的超声波辅助提取工艺优化[J]. 食品工业,2012,33(11):71-73.