

徐 飞,钮福祥,孙 建,等. 冷冻对甘薯紫色花青素提取的影响[J]. 江苏农业科学,2018,46(24):214-216.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2018.24.059

冷冻对甘薯紫色花青素提取的影响

徐 飞,钮福祥,孙 建,朱 红,岳瑞雪,张 毅,张文婷

(江苏徐淮地区徐州农业科学研究所,江苏徐州 221121)

摘要:以甘薯常规打浆方法为对照,研究甘薯切细丁并置于 $-18 \sim -22\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下冷冻处理 18~24 h 对甘薯花青素提取的影响。结果表明,甘薯料液比为 1 g : 6 mL 条件下,切丁冷冻法、常规打浆法对甘薯花青素的提取率分别是标准对照样品的 92.04%、78.68%,切丁冷冻法的提取率高于常规打浆法;冷冻法对甘薯花青素的提取效果优于常规打浆法,比较合理的料液配比为 1 g : 8 mL;甘薯切丁冷冻有利于汁液分离,淀粉、粗颗粒、可溶性膳食纤维等杂质含量相对较少,便于分离和纯化。

关键词:甘薯;花青素;冷冻;常规打浆法;提取率;料液比

中图分类号:TS210.4 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2018)24-0214-03

花青素具有抗氧化、抗肿瘤、降血压、降血糖和增强免疫力等众多医疗和营养保健价值^[1-2],而从紫薯中提取花青素是途径之一。花青素的提取方法有多种多样,既有水提取,也有有机溶剂提取和超临界 CO_2 萃取等,如采用 0.8% 柠檬酸水溶液、柠檬酸-磷酸二氢钠缓冲液和 1% 盐酸、95% 酸化乙

醇等作溶剂,采用高速逆流色谱、微波、酶法、超声波、超高压等手段提取,并采用大孔树脂、超滤膜、有机溶剂沉淀,且通过纸层析、薄板层析、柱层析、高效液相、膜分离技术等进行纯化分析^[3-8]。工业生产中,用乙醇提取花青素时会造成环境污染、有机溶剂残留及乙醇回收成本高等问题。用水提取时,为提高色素的浸出率,对原料一般采用破碎方法进行处理,破碎越充分浸提效果越好,花青素得率越高,但破碎越细,汁液分离越困难,不仅需要多级多次粗滤、精滤等,过滤速度缓慢,工作量大而复杂,而且耗水量很大,造成成本提高、水资源浪费、效率低下。目前,我国在花青素提取方面受到技术和装备的

收稿日期:2017-06-06

基金项目:国家甘薯产业技术体系建设项目(编号:CARS-11-B-20)。

作者简介:徐 飞(1965—),江苏新沂人,副研究员,从事农产品加工研究。Tel:(0516)82028151;E-mail:xuifei_11@126.com。

范围较为局限和单一,仅限于 400~1 100 nm,在下一步工作中,考虑在多种高光谱波长范围内进行试验对比,确定 1 种最佳建模的波长范围。

参考文献:

- [1] 思振华. 基于高光谱图像技术的羊肉表面污染及病变快速检测方法研究[D]. 银川:宁夏大学,2014.
- [2] 张雷蕾,彭彦昆,刘媛媛,等. 冷却肉微生物污染和肉色变化的 Vis/NIR 光谱无损检测[J]. 农业机械学报,2013,44(增刊1):159-164.
- [3] 周 钧,尹建军,侯玉柱,等. 食品中细菌总数快速检测技术的研究进展[J]. 食品研究与开发,2010,31(12):276-280.
- [4] 郑彩英,郭中华,金 灵. 高光谱成像技术检测冷却羊肉表面细菌总数[J]. 激光技术,2015,39(2):284-288.
- [5] Qiao J, Ngadi M O, Wang N, et al. Pork quality and marbling level assessment using a hyperspectral imaging system[J]. Journal of Food Engineering,2007,83(1):10-16.
- [6] Qiao J, Wang N, Ngadi M O, et al. Prediction of drip-loss, pH, and color for pork using a hyperspectral imaging technique[J]. Meat Science,2007,76(1):1-8.
- [7] Naganathan G K, Grimes L M. Partial least square analysis of near-infrared hyperspectral images for beef tenderness prediction[J]. Sensing and Instrumentation for Food Quality and Safety,2008,2(3):178-188.

- [8] Naganathan G K, Grimes L M, Subbiah J, et al. Visible/near-infrared hyperspectral imaging for beef tenderness prediction[J]. Computers and Electronics in Agriculture,2008,64(2):225-233.
- [9] U. K. Seafish Industry Authority. Innovative sensors to rapidly and non-destructively determine fish freshness, CMS/REP/110284/1[R]. Chipping Campden Gloucestershire; U. K. CCFRA,2009.
- [10] 吴建虎,彭彦昆,高晓东,等. 基于 VIS/NIR 高光谱散射特征预测牛肉的嫩度[J]. 食品安全质量检测技术,2009,1(1):20-26.
- [11] 吴建虎,彭彦昆,江发潮,等. 牛肉嫩度的高光谱法检测技术研究[J]. 农业机械学报,2009,40(12):135-138.
- [12] 高晓东. 基于高光谱成像技术的牛肉大理石花纹的评估[D]. 北京:中国农业大学,2009.
- [13] 文东东. 基于光谱技术的牛肉新鲜度监测模型维护方法研究[D]. 武汉:华中农业大学,2013.
- [14] 中华人民共和国卫生部. 食品微生物学检验 菌落总数测定:GB 4789.2—2010[S]. 2010.
- [15] Huang G B, Zhu Q Y, Siew C K. Extreme learning machine: a new learning scheme of feed forward neural networks [C]//In Proceedings of the International Joint Conference on Neural Networks (IJCNN 2004). Budapest, Hungary, July 2004:985-990.
- [16] Huang G B, Zhou H, Ding X, et al. Extreme learning machine for regression and multiclass classification[J]. IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics (Part B: Cybernetics),2012,42(2):513-529.

制约,不仅生产成本低,产品纯度较低,且在国际市场上仅作为初级原料出口,没有任何价格优势和市场竞争力。

花青素在紫色甘薯组织内以游离状态分散、溶解于组织液中,属于水溶性物质,可通过冷冻方法破坏组织细胞,将溶有色素的组织液释放出来,并经溶解、洗脱、分离来提取色素,而其他大部分非水溶性物质则残留在果肉组织中。目前,用新鲜甘薯进行冷冻处理提取花青素的研究鲜见报道。本试验在借鉴现有方法的基础上,采用冷冻提取的方法,即对原料进行冷冻处理后再进行提取和汁液分离,比较其与常规打浆方法对甘薯花青素的提取效率,以期高纯度花青素的制备提供思路和借鉴,同时达到保证提取率的前提下,能简化工艺、节约溶剂和水资源的目的。

1 材料与方法

1.1 试验仪器与材料

UV-2450 型近红外分光光度仪、用于离心沉淀和汁液分离的高速离心机、低温冰箱、烘箱、破碎机;100 目的尼龙滤布;pH 值为 3.0 的 95% 酸化乙醇。徐紫薯 3 号,由江苏徐州甘薯研究中心提供。

1.2 甘薯花青素提取与含量测定

1.2.1 提取工艺流程

1.2.1.1 打浆提取法 紫薯→清洗→切块→打浆→浸提→过滤→稀释→离心→上清液→测定

↓
滤渣 沉淀物

1.2.1.2 冷冻提取法 紫薯→清洗→切丁→冷冻→浸提→过滤→稀释→离心→上清液→测定

↓
滤渣 沉淀物

1.2.2 标准样品制作及试验样品处理

1.2.2.1 标准对照样品的制作 准确称取徐紫薯 3 号 10 g,置于加有 500 mL 酸化乙醇的破碎机中,充分打浆,移液管吸取 10 mL 浆液,200 mL 酸化乙醇稀释(相当于甘薯总稀释比为 1:1 000),离心沉淀,上清液即为标准对照样品。

1.2.2.2 样品的处理 甘薯样品采取 2 种处理。冷冻法:准确称取徐紫薯 3 号若干,切成边长 3~10 mm 的丁状,酸化乙醇浸泡 5 min,滤出薯丁,置于 -18~-22℃ 条件下冷冻 18~24 h,过滤,滤液待用。常规打浆法:准确称取徐紫薯 3 号若干,加入适量的酸化乙醇,用破碎机打浆。

1.2.3 花青素的提取

1.2.3.1 不同样品处理方法 将甘薯分别进行切丁冷冻法、常规打浆法提取花青素,料液比为 1 g:6 mL,滤液稀释至 1:1 000,3 000 r/min 离心 5 min;取上清液,待测。

1.2.3.2 不同料液比 分别将标准对照样品、冷冻法及常规打浆法处理的样品加入酸化乙醇,使料液比(g:mL)分别为 1:2、1:4、1:6、1:8、1:10、1:12、1:14、1:16;60℃ 水浴锅中缓慢搅拌 60 min 以加速溶解,冷冻样品须去除解冻时间;用 100 目尼龙布过滤,残渣用离心机 3 000 r/min 离心 5 min,分别合并 2 次滤液;折算料液比,用酸化乙醇将滤液调整至总稀释比为 1:1 000,摇匀;3 000 r/min 离心 5 min;取上清液,待测。

1.2.4 花青素提取率的测定 采用近红外分光光度仪测定上清液波长为 525 nm 处的吸光度。测定前,用 95% 酸化乙醇调零。根据吸收峰值,也有采用相近的波长进行测定^[3,5-7]。标准对照样品的吸光度(*D*)视作试验材料中花青素的绝对含量,花青素提取率视作 100%。由于吸光度与样品中花青素浓度或含量呈等比正相关^[9-10],因此,提取液样品与标准样品的吸光度比值可表示相对提取率。

1.3 样品不同方法处理的滤液得率

分别将冷冻法及常规打浆法处理的样品加入酸化乙醇,使料液比(g:mL)分别为 1:1、1:2、1:3、1:4、1:5、1:6、1:7、1:8、1:9,以不添加提取剂为对照;离心机 3 000 r/min 离心 5 min,统计滤液得率。

1.4 粗提液杂质含量分析

在不加提取溶剂的条件下,分别对冷冻法和常规打浆法处理的样品用 100 目滤布进行汁液分离,3 000 r/min 离心 5 min,得粗提取液;分别采用自然沉淀法静置 2 h、3 000 r/min 高速离心法离心 5 min、乙醇沉淀法等进行分离,分别得到淀粉、粗颗粒、可溶性膳食纤维等固形物;采用烘干法测定固形物含量。

2 结果与分析

2.1 样品不同处理方法对花青素提取的影响

由图 1 可知,甘薯标准样品的花青素含量相对最高,冷冻法次之,常规打浆法提取的花青素含量相对最低,与标准对照样品相比,冷冻法、常规打浆法对花青素的提取率分别是标准对照样品的 92.04%、78.68%,冷冻法对花青素的提取率相对较高,这一方面是由于物料在 -18~-22℃ 冷冻 18~24 h,组织内形成的大小均匀且数量多的冰晶足以破坏细胞壁,使组织细胞破坏更加彻底^[11],组织液自由流出,花青素得以充分释放和溶解出来,另一方面,冷冻在彻底破坏组织细胞的同时,由于组织细胞的物质框架结构没有遭到破坏,物料的宏观组织形态保持完整^[12],没有产生细碎的组织颗粒,汁液易于过滤和分离,滤渣中残留量较少,分离彻底;采用打浆方法分离花青素,色素的溶出也比较彻底,但由于组织固形物微细化,汁液分离比较困难,分离不彻底,从而导致汁液得率相对减少,影响了对色素的提取。

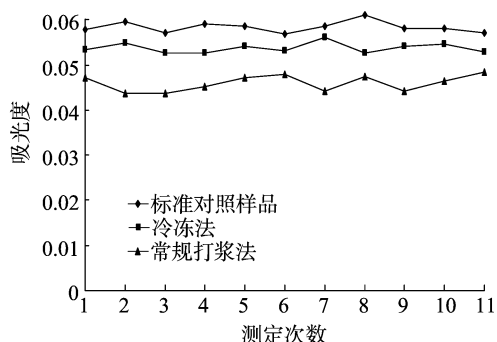


图1 样品不同处理方法提取的花青素溶液吸光度

2.2 不同料液比对花青素提取的影响

由图 2 可见,相同料液比条件下,甘薯冷冻法对花青素的提取率高于传统打浆法;随着料液中溶剂的增加(料液比减小),冷冻法与传统打浆法对甘薯花青素的提取率呈增大趋

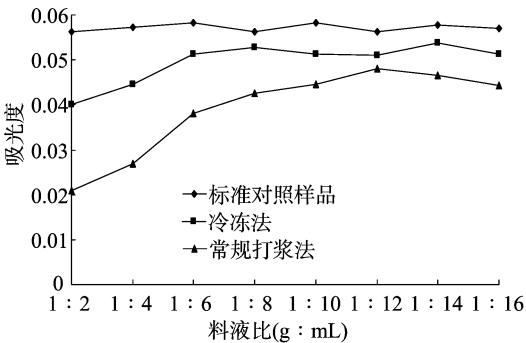


图2 样品不同料液比花青素提取液的吸光度

势,而相互间差距逐渐缩小,并在料液比为 1 g : 8 mL 时出现拐点,逐渐趋于平缓。因此,冷冻法提取甘薯花青素用较少的

表 1 样品不同料液比、不同方法处理的滤液得率

样品处理方法	不同料液比下的滤液得率(%)									
	不添加提取剂	1 g : 1 mL	1 g : 2 mL	1 g : 3 mL	1 g : 4 mL	1 g : 5 mL	1 g : 6 mL	1 g : 7 mL	1 g : 8 mL	1 g : 9 mL
冷冻法	55.3	78.5	83.7	85.5	88.8	91.1	92.6	93.6	94.4	95.4
常规打浆法	38.3	72.6	77.2	81.3	84.5	87.6	89.7	91.1	92.3	93.7

2.4 粗提液杂质含量分析

由表 2 可知,甘薯样品打浆法处理,其淀粉、粗颗粒、可溶性膳食纤维含量高于冷冻法处理的样品,分别是冷冻法处理的 4.17、3.56、3.71 倍,冷冻处理的杂质含量相对较少,这可能是由于冷冻处理只是细胞壁被冰晶穿透,使组织液自由释放,而整个宏观组织保持完整,除部分游离物质外,淀粉、果胶、纤维等物质与细胞壁结合依然比较紧密,从而导致提取液中杂质含量较少,利于过滤、分离和进一步纯化,而常规打浆处理主要通过机械的剪切作用,使构成组织细胞的各种物质被彻底分离和微细化,进而导致提取液的组成多元化、复杂化。

表 2 不同处理方法粗提液中杂质含量情况

样品处理方法	杂质含量(%)		
	淀粉	粗颗粒	可溶性膳食纤维
冷冻法	3.0	0.84	0.024
常规打浆法	12.5	2.99	0.089

3 结论与讨论

在提取甘薯花青素过程中,为使花青素充分溶解出来,通常采用鲜薯打浆方法,也有采用紫薯粉末^[13]的,但试验的准确性不如鲜薯样品^[14]。甘薯样品经冷冻处理,实现了组织细胞微观上的破坏,而宏观组织结构保持完整,既有利于组织液自由释放和溶解,又有利于其过滤分离,滤液得率提高。试验结果表明,相同的料液比条件下,冷冻法较常规打浆法可获得较高的花青素提取率,其经济合理的料液比为 1 g : 8 mL,且冷冻法提取液杂质含量相对较少、纯度高。

须说明的是,冷冻处理时切丁不宜过细小,适当的颗粒度既有利于冷冻,也有利于提取和过滤分离;理论上讲,料液比越小,提取率越高^[3-5],但料液比越小,消耗的溶剂越多,浓缩分离的成本也越高,效率越低,实际生产中要兼顾科学性与合理性。另外,冷冻破坏了组织细胞,增加了组织的通透

溶剂便可获得较高的提取率,而传统打浆法则需要更多的溶剂才能够获得与之相同的提取率,这也导致在提取剂用量上,前者比后者更节约。另外,提取甘薯花青素比较合理的料液比为 1 g : 8 mL。

2.3 样品不同料液比、不同方法处理的滤液得率

由表 1 可知,相同离心、同一料液比条件下,经过冷冻法处理的样品滤液得率高于常规打浆法;不同样品处理方法下,料液比越小(溶剂量越大),样品滤液得率越高;不添加提取溶剂条件下,甘薯样品冷冻法、常规打浆法的滤液得率分别为 55.3%、38.3%,两者相差较大。因此,对冷冻法处理的样品,在提取前进行高速离心分离,可将大部分溶有色素的汁液分离出来,再用少量提取剂进行二次提取,可获得较高的花青素得率,同时提取剂用量减少,可大大节约用水,降低能耗。

性^[11-12],更有利于水提取,降低工业产生成本。为能彻底破坏甘薯组织细胞,适宜采用 -18 ~ -22 ℃ 的缓冻条件而不宜采用速冻或过缓冻结方式。

参考文献:

[1] 赵 璇,金素娟,李占军,等. 紫心甘薯的利用价值与开发前景[J]. 河北农业科学,2012,16(5):84-86.

[2] 贾正华,贺海燕,苏爱国,等. 紫红薯的营养保健功能及其烹饪加工[J]. 中国食物与营养,2010(4):69-71.

[3] 阳 翠,秦廷豪,李晓梅,等. 紫甘薯花青素提取工艺参数优化[J]. 西南师范大学学报(自然科学版),2013,38(7):69-72.

[4] 李治华,谢 江,黄 驰,等. 紫甘薯花青素提取纯化技术研究进展[J]. 中国农学通报,2013,29(27):192-194.

[5] 田其英. 紫色甘薯花青素的提取工艺研究[J]. 农产品加工·学术刊,2011,247(6):48-51.

[6] 孙 健,王洪云,钮福祥,等. 不同品种紫甘薯花青素含量及抗氧化活性差异[J]. 江苏农业科学,2013,41(12):323-324.

[7] 孙 健,岳瑞雪,钮福祥,等. 紫甘薯花青素的大孔树脂动态吸附工艺优化[J]. 江苏农业科学,2013,41(6):227-229.

[8] 钮福祥,孙 健,岳瑞雪,等. 溶剂结合超声波提取紫甘薯花青素的研究[J]. 江苏农业科学,2011,39(6):102-105.

[9] 张允刚,房伯平. 甘薯种质资源描述规范和数据标准[M]. 北京:中国农业出版社,2006:89-90.

[10] 曹恒霞,赵士明,彭文博,等. 紫甘薯花青素的提取纯化工艺研究[J]. 食品与发酵科技,2016,52(1):39-42.

[11] 郭卫芸,杜 冰,程燕锋,等. 冷冻处理对果蔬的影响及其应用[J]. 食品与机械,2007,23(2):118-121.

[12] 徐 飞. 果汁生产新方法:冷冻离心取汁工艺[J]. 农村新技术,2008,255(20):48-49.

[13] 毛建霏,周 虹,雷绍荣,等. 高效液相色谱法测定紫甘薯花青素含量[J]. 西南农业学报,2012,25(1):123-127.

[14] 李乾坤,韦璐阳,梁立娟,等. 紫甘薯花青素测定分析方法概述[J]. 农业研究与应用,2013(6):47-51.