

干辣椒中辣椒红色素提取工艺的优化

周书栋^{1,2,3}, 杨博智^{1,2,3}, 张竹青^{1,2,3}, 陈文超^{1,2,3}, 戴雄泽^{1,2,3*}

(1.农业部华中地区蔬菜科学观测实验站, 湖南 长沙 410125; 2.湖南省蔬菜研究所, 湖南 长沙 410125; 3.湖南省蔬菜工程技术研究中心, 湖南 长沙 410125)

摘 要: 以干辣椒中所含辣椒红色素色价为考察指标, 确定适宜的辣椒干制温度、干椒取样量和辣椒粉末粒径。采用响应面分析法优化振荡法提取辣椒红色素的主要影响因素(转速、温度和时间)。结果表明, 适宜的辣椒干制温度为60 ℃, 干辣椒取样量为20个, 辣椒粉末粒径为380 μm; 辣椒红色素提取的适宜条件为转速230 r/min, 温度50 ℃, 时间4 h。验证试验结果表明, 用振荡法按适宜提取条件提取辣椒(干椒)红色素操作简便, 提取率(辣椒红色素色价为10.68)高, 方法易于推广。

关 键 词: 辣椒; 辣椒红色素; 色价; 振荡提取法; 响应面优化法

中图分类号: TS201.1

文献标志码: A

文章编号: 1007-1032(2013)04-0382-05

Extraction technology of capsanthin from dry pepper

ZHOU Shu-dong^{1,2,3}, YANG Bo-zhi^{1,2,3}, ZHANG Zhu-qing^{1,2,3}, CHEN Wen-chao^{1,2,3}, DAI Xiong-ze^{1,2,3*}

(1.Observation Experiment Station for Vegetable Science in Central China, Ministry of Agriculture, Changsha 410125, China; 2. Hunan Vegetable Research Institute, Changsha 410125, China; 3. Vegetable Research and Development Center of Hunan, Changsha 410125, China)

Abstract: With color value of capsanthin as index, dried temperature, sample size as well as chili powder size were thus determined. Response surface methodology was applied to optimize extraction technology through vibration. The main extraction factors, such rotative speed, temperature and time used were optimized. Results showed that the best dried temperature was 60 ℃, and the optimal number of dry pepper was 20 while the most desired particle size of chill powder was 380 μm. The optimum conditions for capsanthin extraction were as follows: rotative speed was 230 r/min, temperature 50 ℃, and time consumed 4 h. Proven experiments have indicated that extraction through vibration under above-mentioned conditions is easy to operation with high extracting rate and ready extension.

Key words: pepper; capsanthin; color value; extraction through vibration; response surface methods

辣椒红色素色泽鲜艳, 安全无毒, 具有抗癌、美容的功效, 是目前国际上公认最好、销量最大的红色素, 主要应用于食品、饮料、饲料、保健食品和化妆品等领域^[1-3]。中国既是辣椒生产大国, 也是辣椒红色素消费大国, 因此, 提取辣椒红色素对开发和利用中国丰富的辣椒资源具有十分重要的意义。目前辣椒红色素提取方法主要包括溶剂法^[4]、

超临界CO₂流体萃取法^[5-6]、超声波法^[7-9]、微波法^[10-11]、超声波-微波协同法^[12-13]等, 其中, 超临界CO₂萃取法所需设备昂贵, 成本高, 技术难以推广应用; 超声波法、微波法以及超声波-微波协同法对操作技术的要求较高, 还停留于实验室研究阶段; 溶剂法因其提取工艺简单, 成本低, 目前为工业化生产辣椒红色素的主要方法。传统溶剂法(回流

收稿日期: 2013-05-12

基金项目: 国家公益性行业(农业)科研项目(200903025)

作者简介: 周书栋(1982—), 男, 湖南醴陵人, 助理研究员, 主要从事辣椒栽培与育种研究, zhoushudong@sina.com; *通信作者, xiongzedei@126.com

法及索氏提取法)提取辣椒红色素的提取率不理想^[14-17]。笔者采用振荡法提取干椒中的红色素,在确定辣椒干制温度、干椒取样量和粉末粒径大小的基础上,采用响应面分析法对溶剂法提取辣椒红色素进行改进,并与传统的溶剂法进行比较,以优化干椒中辣椒红色素的提取条件,为开发低能耗、易于推广的辣椒红色素提取方法提供参考。

1 材料与方 法

1.1 供试辣椒、主要试剂及设备

红辣椒博辣红牛由湖南省蔬菜研究所提供。

主要试剂为丙酮(分析纯,购于衡阳市凯信化工试剂有限公司)和辣椒红色素标准样品(购买于百灵威化学技术有限公司)。

主要仪器设备为 DGG-9123A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海森信实验仪器有限公司)、LH-08A 型台式连续投料式中药粉碎机(新昌县城关红利数控制造厂)、AL104 型分析天平(上海梅特勒-托利多仪器有限公司)、UV2600 型紫外可见分光光度计(上海尤尼柯仪器有限公司)、T2-2DH 恒温振荡培养箱(北京沃德电子实验设备厂)。

1.2 方 法

1.2.1 仪器精密度试验

取一定量辣椒红色素标准样品,用丙酮溶解,得红色素提取液。调整溶液浓度,使其光密度值位于紫外扫描分析的线性范围(0.3~0.7)内。取提取液,在分光光度计 460 nm 处测定光密度。连续 5 次取提取液进行测定,考察仪器精密度是否良好。

1.2.2 辣椒适宜干制温度、适宜取样量、适宜粉末粒径的确定

辣椒红色素色价的测定:取 1.000 g 干辣椒粉,加入 100 mL 丙酮,常温下浸提 6 h,按文献[18]方法测定色价,重复 3 次,结果取平均值。

于大田中取新鲜红椒,湿纱布拭去表面灰尘后放入电热恒温鼓风干燥箱中,分别于不同的温度(50、60、70、80 °C)烘至恒重后去柄,去籽,粉碎成粒径 380 μm 的粉末,测定辣椒红色素色价,以确定辣椒适宜干制温度。

取干椒,设定样本个数梯度(10、15、20、25 个)。将每个梯度的样品去柄,去籽,分别粉碎为粒径 380 μm 的粉末,测定辣椒红色素色价,确定辣椒的适宜取样量。

取干椒,去柄,去籽,通过控制粉碎机粉碎时间,将其粉碎成不同粒径(830、380、250、180 μm)的粉末,测定辣椒红色素色价,确定适宜辣椒粉末粒径。

1.2.3 辣椒红色素提取条件的确定

1.2.3.1 单因素试验

以干椒中辣椒红色素色价为考察指标,针对转速(50、100、150、200、250 r/min)、温度(30、35、40、45、50、55、60 °C)、时间(1、2、3、4、5、6、7、8 h)进行单因素试验。

1.2.3.2 响应面分析

根据 Box-Behnken 试验设计原理,选取转速、温度、时间进行 3 因素 3 水平的响应面分析(表 1)。采用 Design-Expert 8.0.7.1 软件,进一步优化辣椒红色素提取工艺。

表 1 辣椒红色素提取工艺响应面分析法的因素和水平

Table 1 Factors and levels of response surface methods			
水平	A(转速/(r·min ⁻¹))	B(温度/°C)	C(时间/h)
-1	150	40	3
0	200	50	4
1	250	60	5

1.2.4 3 种提取方法提取效果的比较

取 1.000 g 干辣椒粉,加入 100 mL 丙酮,分别采取回流提取法、索氏提取法和振荡提取法提取辣椒红色素,测定干椒中红色素色价。重复 3 次,结果取其平均值。

2 结果与分析

2.1 仪器精密度

5 次重复试验所测得的光密度分别为 0.667、0.667、0.665、0.667 和 0.668。对数据进行分析,得标准偏差为 0.001 2,变异系数为 0.173%,说明试验仪器的精密度良好。

2.2 适宜干制温度

由表 2 可知,干制温度对干椒红色素色价有一

定影响,色价随干制温度的升高而降低。温度为 50 ~ 60 °C 时的色价基本保持不变;温度超过 60 °C 时,色价随着温度的升高而下降。由于 60 °C 时烘干辣椒所需时间远小于 50 °C 的时间,且在 50 °C 和 60 °C 条件下干椒中辣椒红色素色价的差异不明显,故选择 60 °C 为最佳干制温度。

表 2 不同干制温度下干椒的红色素色价

Table 2 Color value of capsanthin of dry pepper with different dried temperature

温度/°C	色价		变异系数/%
	平均值	标准偏差	
50	10.79	0.53	4.91
60	10.62	0.48	4.52
70	10.02	0.42	4.20
80	9.02	0.40	4.43

2.3 适宜取样量

由表 3 可知,取样量为 10 个时,干椒红色素色价变异系数大于 5%,试验数据精确度不高,应予以排除;取样量大于等于 15 个时,变异系数均小于 5%;取样量为 20 个和 25 个时的变异系数较小,且两者对应的色价差异不大。综合考虑,选取 20 个辣椒作为适宜取样量。

表 3 不同取样量下干椒的红色素色价

Table 3 Color value of capsanthin of dry pepper with different sample sizes

取样量/个	色价		变异系数/%
	平均值	标准偏差	
10	10.98	0.66	5.96
15	11.83	0.36	3.05
20	11.89	0.21	1.73
25	11.88	0.20	1.68

2.4 适宜辣椒粉末粒径

由表 4 可知,所测得的干椒红色素色价随着辣椒粉末粒径的减小而增大,以粉末粒径 180 μm 时红色素的提取效果最好。粉末粒径为 830 μm 时色价变异系数大于 5%,精确度不高,应予以排除;粉末粒径为 380、250、180 μm 时的变异系数均小于 3%,三者的精确度均较好。考虑到实际操作的难易程度及工价成本,选取 380 μm 为适宜辣椒粉末粒径。

表 4 不同粒径干椒的红色素色价

Table 4 Color value of capsanthin of dry pepper with different particle sizes

粒径/μm	色价		变异系数/%
	平均值	标准偏差	
830	6.50	0.36	5.54
380	8.74	0.26	2.97
250	9.14	0.25	2.74
180	10.04	0.28	2.79

2.5 适宜提取条件

2.5.1 单因素试验结果

2.5.1.1 提取转速

由表 5 可知,所测得的干椒红色素色价随转速的增加而升高。转速为 50 ~ <150 r/min 时,色价的上升幅度较大;转速为 150 ~ 200 r/min 时,色价的上升幅度变小;转速为 250 r/min 时的色价与转速为 200 r/min 时的色价相差不大。考虑到能耗因素,故选取 200 r/min 作为适宜转速。

表 5 辣椒红色素提取条件优化的单因素试验结果

Table 5 Results of single factor experiment of optimum extraction condition of capsanthin

因素	转速/(r·min ⁻¹)	温度/°C	时间/h	色价	
转速	50	40	6	7.51	
	100	40	6	8.20	
	150	40	6	8.82	
	200	40	6	9.07	
	250	40	6	9.12	
	温度	200	30	6	8.91
		200	35	6	9.06
		200	40	6	9.18
		200	45	6	9.25
		200	50	6	9.30
200		55	6	9.26	
200		60	6	9.22	
时间		200	50	1	8.93
	200	50	2	9.24	
	200	50	3	9.56	
	200	50	4	9.59	
	200	50	5	9.64	
	200	50	6	9.68	
	200	50	7	9.72	
	200	50	8	9.71	

2.5.1.2 提取温度

由表 5 可知,干椒红色素色价随温度的升高呈先升高后降低的趋势,温度为 30 ~ 50 °C 时色价逐

渐增大；当温度超过 50 ℃时，色价略微降低，故以 50 ℃作为适宜提取温度。

2.5.1.3 提取时间

由表 5 可知，所测得的干椒红色素色价随着时间的延长而升高，提取前 3 h，色价上升幅度大；提取 4 h 后，色价趋于稳定。为减少能耗，选择 4 h 作为适宜提取时间。

2.5.2 响应面分析结果

对表 6 中的试验数据进行逐步回归拟合，得回归方程 $Y = -41.07875 + 0.11957A + 0.92713B + 8.43500C - 1.30000 \times 10^{-4}AB - 3.05000 \times 10^{-3}AC - 0.018750BC - 2.95000 \times 10^{-4}A^2 - 8.52500 \times 10^{-3}B^2 - 0.83500C^2$ 。式中： Y 为色价； A 为转速； B 为温度； C 为时间； $R^2 = 0.9678$ 。

表 6 响应面分析结果 表中数据对齐

试验号	A(转速/(r·min ⁻¹))	B(温度/℃)	C(时间/h)	色价
1	0	1	1	10.27
2	1	0	1	9.66
3	-1	1	0	10.15
4	0	1	-1	10.16
5	0	-1	-1	9.12
6	-1	-1	0	9.92
7	-1	0	1	10.68
8	1	1	0	10.17
9	1	0	-1	9.62
10	-1	0	-1	10.03
11	0	-1	1	9.98
12	1	-1	0	9.68
13	0	0	0	11.54
14	0	0	0	11.68
15	0	0	0	11.49

由表 7 可知，回归方程极显著 ($P < 0.01$)，失拟检验不显著 ($P > 0.05$)，信噪比为 12.592，远大于 4，说明该方程拟合度和可信度均较高，可以对不同条件下的干椒红色素色价较好地预测。标准偏差为 0.23，变异系数为 3.87%，说明该试验重复性较好。温度、时间、转速对红色素提取效果的影响依次减小，温度和时间的一次项均达显著水平，二次项均达极显著水平。

采用 Design-Expert 8.0.7.1 软件处理回归方程，得到用振荡法提取辣椒红色素的最佳工艺参数为转速 233.71 r/min，温度 51.71 ℃，时间 4.04 h，预测辣椒红色素色价理论值为 11.12。为检验该方法的可靠

性，在上述最佳条件下进行辣椒红色素提取试验，考虑到实际操作的局限性，将提取工艺参数修正为转速 230 r/min，温度 50 ℃，时间 4 h，提取到的辣椒红色素色价为 10.68，与理论预测值的相对误差约为 3.96%，说明该模型较为可靠。

表 7 回归方程的方差分析及其系数的显著性检验

	平方和	自由度	均方和	F	P
模型	7.760	9	0.860	16.67	0.0032**
A	0.340	1	0.340	6.58	0.0504
B	0.530	1	0.530	10.15	0.0244*
C	0.340	1	0.340	6.66	0.0409*
A-B	0.017	1	0.017	0.33	0.5924
A-C	0.093	1	0.093	1.80	0.2377
B-C	0.140	1	0.140	2.72	0.1602
A ²	2.010	1	2.010	38.81	0.0016**
B ²	2.680	1	2.680	51.86	0.0008**
C ²	2.570	1	2.570	49.75	0.0009**
残差	0.260	5	0.052		
失拟检验	0.240	3	0.080	8.22	0.1103
纯误差	0.019	2	9.700×10 ⁻³		
总误差	8.020	14			

**示差异有高度统计学意义；*示差异有统计学意义。

2.6 3 种提取方式的提取效果

由表 8 可知，采用相同的提取工艺参数(时间、温度)，振荡提取法所测得的干椒红色素色价要高于回流提取法和索氏提取法，且振荡提取法红色素色价的误差更小，重复性更好。

表 8 3 种提取方式的提取效果

提取方法	转速/(r·min ⁻¹)	温度/℃	时间/h	色价
回流提取	-	50	4	8.67±0.69
索氏提取	-	50	4	9.03±0.57
振荡提取	230	50	4	10.56±0.36

3 结论与讨论

采用振荡法提取干椒中辣椒红色素，以辣椒红色素色价为考察指标，确定辣椒最佳干制温度为 60 ℃，干椒取样量为 20 个，粉末粒径为 380 μm；采用响应面法优化干椒红色素提取工艺，得最佳提取条件为转速 230 r/min，温度 50 ℃，时间 4 h。

用传统溶剂法所测得的色价为浓缩纯化后的

辣椒红色素色价^[19-21],而本试验中测定色价为干椒红色素色价,所以,本试验结果无法与前人的测定结果直接相比较。本试验中以干椒红色素色价为考察指标,设定相同的提取工艺参数,对回流提取法、索氏提取法和振荡提取法的提取效果进行比较,结果表明,振荡提取法操作简单,红色素提取率高,重复性好,是一种低能耗、易于推广的辣椒红色素提取方法。

参考文献:

- [1] 丁春瑞,元辉,李静.辣椒红色素提取方法的研究进展[J].食品工程,2012(3):10-12.
- [2] 颜健,芦梢,张怡,等.辣椒红色素的研究进展[J].广州化工,2011,39(21):9-11.
- [3] 刘燕飞,刘军海,张迎.辣椒红色素提取与分离纯化工艺研究进展[J].粮食与油脂,2011(10):42-45.
- [4] 高洪霞,刘军海,于波涛.响应面分析法优化辣椒红色素提取工艺条件[J].食品研究与开发,2009,30(10):177-181.
- [5] 王玉琪,陈开勋,姚瑞清.超临界萃取法制备辣椒红色素[J].化学工程,2008,36(8):9-12.
- [6] 洪海龙.红辣椒中辣椒红色素的提取工艺研究[J].中国食品添加剂,2004(6):19-21,114.
- [7] 王博,王建中,赵良成,等.超声波提取辣椒红色素工艺的响应面法优化[J].中国农学通报,2008,24(6):96-101.
- [8] 张晔,赵晶晶,王锴,等.超声波辅助提取辣椒红色素[J].食品研究与开发,2011,32(1):71-74.
- [9] 陈小全,仇玉芹,周秀艳,等.超声波作用下提取辣椒红色素及稳定性实验[J].泰山医学院学报,2009,30(7):527-529.
- [10] 覃艳,乐龙,王志祥.响应曲面法优化微波提取辣椒红色素的工艺[J].中国酿造,2011(2):100-103.
- [11] 高飞虎,张玲,曾志红,等.响应面法优化超微粉碎辅助提取辣椒红素工艺研究[J].西南农业学报,2011,24(5):1928-1933.
- [12] 李瑞丽,李晓,冯佳.微波辅助提取辣椒红色素的工艺研究[J].食品工程,2009(2):19-22.
- [13] 刘燕飞,刘军海,张迎,等.响应面法优化辣椒红色素超声波-微波协同提取工艺[J].中国食品添加剂,2011(3):69-74.
- [14] 罗毅浩.循环辣椒红色素的萃取及性质研究[J].安徽农业科学,2009,37(33):16453-16454,16455.
- [15] 赵宁,王艳辉,马润宁.从干辣椒中提取辣椒红色素的研究[J].北京化工大学学报,2004,31(1):15-17.
- [16] 王绍霞,唐小华,周永红,等.辣椒红色素提取工艺的研究[J].食品工业科技,2008,29(8):196-198.
- [17] 陈晓光,朱斌.用四川辣椒提取辣椒红色素的工艺研究[J].中国酿造,2011(2):80-82.
- [18] GB10783-2008 食品添加剂——辣椒红[S].
- [19] 熊远福,文祝友.辣椒红色素的脱辣精制研究[J].湖南农业大学学报:自然科学版,1994,20(5):430-433.
- [20] 胡江良,杨亚玲,刘谋盛,等.辣椒红色素提取工艺研究[J].应用化工,2007,36(8):803-806.
- [21] 丁杰,何锡阳,赵俊生.溶剂法提取天然辣椒红色素研究[J].安徽农业科学,2010,38(25):13805-13806.

责任编辑:王赛群

英文编辑:王 库