

引用格式:

李立恒, 刘明新, 胡超, 兰时乐. 超声波辅助提取鲜红辣椒中辣椒素工艺优化[J]. 湖南农业大学学报(自然科学版), 2022, 48(5): 626–630.

LI L H, LIU M X, HU C, LAN S L. Optimization of the ultrasonic assisted extraction procedure of capsaicin from fresh red pepper[J]. Journal of Hunan Agricultural University(Natural Sciences), 2022, 48(5): 626–630.

投稿网址: <http://xb.hunau.edu.cn>



超声波辅助提取鲜红辣椒中辣椒素工艺优化

李立恒¹, 刘明新², 胡超¹, 兰时乐¹

(1.湖南农业大学生物科学技术学院, 湖南 长沙 410128; 2.湖南农业大学东方科技学院, 湖南 长沙 410128)

摘要:以鲜红辣椒 S06 为材料, 采用超声波法从鲜红辣椒 S06 中提取辣椒素, 通过单因素试验得出最佳的乙醇–石油醚溶剂混合比、料液比、提取温度和时间, 再通过 $L_9(3^4)$ 正交试验优化辣椒素的提取工艺。结果表明: 提取率最高的条件为乙醇–石油醚溶剂混合比为 3 : 7, 料液比为 1 : 5.5, 温度为 60 °C, 时间为 2.0 h; 纯度最高的条件为乙醇–石油醚溶剂混合比为 3 : 7, 料液比为 1 : 5.5, 温度为 65 °C, 时间为 1.5 h; 与传统的乙醇提取法相比较, 提取率和纯度分别提高了 27.8% 和 53.8%, 辣椒素提取率达(4.961±0.232)‰, 辣椒素纯度达(8.568±0.245)%。该方法能提高辣椒素的提取率, 降低提取成本, 改良生产工艺。

关键词: 鲜红辣椒; 辣椒素; 有机溶剂浸提; 超声波法; 单因素试验; 正交试验; 提取工艺

中图分类号: TS255.36

文献标志码: A

文章编号: 1007–1032(2022)05–0626–05

Optimization of the ultrasonic assisted extraction procedure of capsaicin from fresh red pepper

LI Liheng¹, LIU Mingxin², HU Chao¹, LAN Shile¹

(1.College of Bioscience and Biotechnology, Hunan Agricultural University, Changsha, Hunan 410128, China; 2.Oriental Institute of Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha, Hunan 410128, China)

Abstract: The extraction technology of red fresh pepper S06 was optimized by ultrasonic assisted method. First, the best ethanol petroleum ether mixture ratio, solid-liquid ratio, extraction temperature and time were obtained by single factor experiment. Then the extraction procedure of capsaicin was optimized by $L_9(3^4)$ orthogonal experiment. The results showed that the optimal extraction condition was ethanol petroleum ether mixture ratio of 3 : 7, the ratio of material to liquid is 1 : 5.5, the temperature is 60 °C, and the time is 2.0 h; The optimal condition for the purity was that the mixture ratio of alcohol and petroleum ether was 3 : 7, the ratio of material to liquid is 1 : 5.5, the temperature is 65 °C, and the time is 1.5 h. Compared with the traditional ethanol extraction method, the optimized extraction rate and purity increased by 27.8% and 53.8% respectively, and the yield of capsaicin was(4.961±0.232)‰, the purity of capsaicin was (8.568±0.245)%. The method increased the extraction rate of capsaicin, lowed the extraction cost per unit capsaicin, and improved the whole procedure.

Keywords: fresh red pepper; capsaicin; organic solvent extraction; ultrasonic assisted method; single factor experiment; orthogonal test; extraction procedure

辣椒素是从辣椒中提取的碱性呈辣物质, 是引起辣椒辛辣味的主要物质^[1], 约占辣椒干质量的 0.3%~1.0%, 以辣椒碱、二氢辣椒碱为主, 具有极

高的生理药用价值^[2]。辣椒素是一种重要的生理活性物质, 具有调味、催泪、杀虫、消炎、镇痛、减肥、戒毒等作用, 已被广泛应用于医药、食品等领

域^[3-5]。在食品中可作为添加剂、蔬菜和调味品；在农业上可作为生化农药来趋避害虫、鼠类等，具有安全无毒、天然、绿色、有效等特点；在药用方面有健脾、暖胃驱寒、助消化及促进血液循环等功效，还有降脂减肥、止痛、抗菌消炎、抗癌、降低胆固醇、抗疲劳等作用^[6]；在造船工业上，可作为防锈添加剂；在电缆、光缆上可作为防鼠涂层添加剂；在木质建筑上用于制作防白蚁涂料等^[7]。辣椒素的提取方法有超声波提取法、微波提取法、有机溶剂浸提法、超临界CO₂萃取法、酶提取法和固相萃取法等^[8-9]。有机溶剂提取法提取时间长，提取率相对较低；超声波提取法和微波提取法提取速率高，提取时间短；超临界CO₂萃取法具有生产周期短、提取速率高等优点，但成本较高，有待进一步发展。干红辣椒中提取辣椒素的工艺相对比较成熟，但红辣椒干燥需要成本，而且红辣椒干燥后，辣椒中的活性成分也容易被破坏，表皮结构紧缩也会影响辣椒素的提取。从鲜红辣椒中直接提取辣椒素能够实现就地加工、节省运输成本、减少辣椒干制工艺、节省能源、降低成本等优点，并且能够最大程度保持辣椒中的活性成分。本试验采用乙醇-石油醚的混合溶剂浸提^[3]和超声波辅助技术从鲜红辣椒中提取辣椒素，改进辣椒素提取的工艺条件，旨在实现辣椒素的快速和高效提取。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

鲜红辣椒 S06 由湖南省蔬菜研究所提供；无水乙醇和石油醚产自国药集团化学试剂有限公司。

主要仪器设备：辣椒素检测试剂盒(美国 Beacon)；KM3200DE 中文液晶超声波清洗器(江苏昆山美美超声仪器设备有限公司)；LONG YUE 电热恒温鼓风干燥箱(上海龙跃仪器设备有限公司)；Infinite F50 酶标仪(瑞士帝肯(上海)贸易有限公司)。

1.2 方法

1.2.1 辣椒素提取单因素试验

基本提取方法：取辣椒红熟期果实，去籽、去柄后称取 10.000 g 加 30 mL 水，用组织捣碎机将其捣碎，置于锥形瓶中，添加 20 mL 的乙醇-石油醚(乙醇、石油醚的体积比为 3 : 7)混合溶液，置于超声

波清洗器中，60 °C、150 W、40 kHz 超声提取 1.0 h；滤纸过滤后得辣椒素提取液，电热恒温鼓风浓缩，干燥提取液，得辣椒油样品；称重，加 10 mL 甲醇，振摇 3 h 充分溶解后再次过滤，得辣椒素提取液。按辣椒素试剂盒说明书测定辣椒素质量，计算辣椒素提取率和纯度。

在上述基本提取方法基础上设计单因素试验，分别设置不同乙醇-石油醚混合液体积比(1 : 9、1 : 4、3 : 7、2 : 3、1 : 1、3 : 2)、料液比(1 : 4.0、1 : 4.5、1 : 5.0、1 : 5.5、1 : 6.0、1 : 6.5)、提取温度(55、60、65、70、75、80 °C)、提取时间(0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 h)，超声提取辣椒素，并计算各条件下的辣椒素提取率和纯度，确定最佳混合液比、料液比、提取温度和提取时间。试验重复 3 次，结果取平均值。

1.2.2 辣椒素提取正交试验设计

根据乙醇-石油醚混合液比、料液比、提取温度和提取时间的单因素最佳条件，采用 L₉(3⁴)进行正交试验因素水平设计^[10](表 1)，运用正交试验设计软件，通过极差分析，优选出辣椒素提取的最佳工艺参数。

表 1 正交试验因素水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment				
水平	因素			
	混合液比	料液比	温度/°C	时间/h
1	3 : 7	1 : 4.5	60	1.5
2	2 : 3	1 : 5.0	65	2.0
3	1 : 1	1 : 5.5	70	2.5

1.2.3 辣椒素提取率和纯度的计算

按公式(1)和公式(2)分别计算辣椒素的提取率和纯度。

$$K = M / W_1 \times 100\% \quad (1)$$

$$C = M / W_2 \times 100\% \quad (2)$$

式中：K 表示辣椒素提取率；C 表示辣椒素纯度；M 表示辣椒油中辣椒素的质量；W₁ 表示鲜红辣椒质量；W₂ 表示辣椒油质量。

1.2.4 统计分析

数据以平均值±标准差(SD)表示，采用单因素方差分析判断差异显著性。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

由表 2 可知, 辣椒素提取率和纯度随乙醇-石油醚混合液比的增加呈先升高后降低的趋势, 混合比 3 : 7 时, 辣椒素提取率和纯度均达到最大值,

分别为 4.248% 和 6.652%, 这可能是因为乙醇、石油醚都具有一定极性, 不同混合比对原料中辣椒素的渗透效果不一样, 辣椒素提取率也不一样; 因此, 选择混合比为 3 : 7 的乙醇-石油醚混合溶液作为辣椒素提取的适宜有机混合溶剂。

表 2 不同提取处理辣椒素的提取率和纯度

Table 2 Extraction rate and purity of capsaicin with different extraction treatments

混合液比	提取率/%	纯度/%	料液比	提取率/%	纯度/%
1 : 9	2.452	4.321	1 : 4.0	1.605	3.114
1 : 4	2.940	5.821	1 : 4.5	3.087	5.402
3 : 7	4.248	6.652	1 : 5.0	3.663	5.786
2 : 3	3.464	4.805	1 : 5.5	2.898	4.341
1 : 1	1.420	2.111	1 : 6.0	2.850	3.540
3 : 2	1.066	1.571	1 : 6.5	2.802	2.653
温度/℃	提取率/%	纯度/%	时间/h	提取率/%	纯度/%
55	2.770	3.379	0.5	2.007	2.646
60	3.621	4.376	1.0	2.001	2.221
65	3.950	4.867	1.5	2.349	2.682
70	3.046	3.921	2.0	3.870	4.458
75	2.402	3.500	2.5	3.048	3.542
80	1.422	1.965	3.0	1.284	1.518

料液比为 1 : 5.0 时辣椒素提取率和纯度均达到最大值, 此时提取率为 3.663%, 纯度为 5.786%; 料液比继续增加, 提取率和纯度均降低。究其原因, 可能是因为料液比影响固液两相主体之间的浓度差, 即传质推动力, 进而影响辣椒素提取率和纯度, 料液比越大, 两相浓度差越大, 传质推动力越大, 但超过一定值, 混合有机溶剂浓度也会减小, 对提取反而不利。本试验以 1 : 5 的料液比为辣椒素提取的最佳料液比。

辣椒素的提取率和纯度开始随温度升高而增大, 65 ℃ 时达到最大值(提取率为 3.950%, 纯度为 4.867%), 之后随着温度升高反而下降。究其原因, 可能是因为随着温度上升, 分子热运动加剧, 从而加快了溶质的传质速率, 溶剂更容易扩散到固体原料内部, 温度过高会破坏辣椒素的成分, 所以选择 65 ℃ 作为提取温度较为适合。

用乙醇-石油醚混合溶液作为有机溶剂提取鲜红辣椒中的辣椒素, 当提取 2.0 h 时, 辣椒素提取率和纯度达到最大值, 提取率为 3.870%, 纯度为 4.458%, 其后随时间延长而降低。分析其原因, 可

能是因为提取时间短, 目标成分溶解不充分; 提取时间过长, 目标成分又容易分解而影响提取率, 所以选择 2.0 h 作为最佳提取时间。

2.2 正交试验结果与分析

从单因素试验结果可以看出, 乙醇-石油醚溶剂混合比、辣椒与提取溶剂料液比、提取温度、提取时间 4 个因素对辣椒素提取率与纯度都有一定影响。考虑这些因素之间是互相影响的, 因此, 综合 4 个因素的最佳水平进行正交试验, 以得出最优的辣椒素提取条件。正交试验因素水平设计见表 1。正交试验结果见表 3 和表 4。

从表 3、表 4 可以看出, 提取温度、乙醇-石油醚溶剂混合比、料液比、提取时间对辣椒素提取率的影响依次降低, 其最优工艺组合为 $A_1B_3C_1D_2$, 即乙醇-石油醚溶剂混合比为 3 : 7, 料液比为 1 : 5.5, 温度为 60 ℃, 时间为 2.0 h。

从表 3、表 5 可以看出, 乙醇-石油醚溶剂混合比、提取温度、料液比、提取时间对辣椒素提取纯度的影响依次降低, 其最优工艺组合为 $A_1B_3C_2D_1$,

即乙醇-石油醚溶剂混合比为 3 : 7, 料液比为 1 : 5.5, 温度为 65 °C, 时间为 1.5 h。辣椒素提取率和纯度的最优工艺组合稍有差异, 其选取主要取决于

试验的目的是为了获得高产率的辣椒素还是要获得高纯度的辣椒素。

表 3 辣椒素提取的正交试验结果

Table 3 The result of orthogonal experiment of capsaicin extraction

试验号	因素水平				辣椒素提取率/%	辣椒素纯度/%
	混合液比	料液比	温度	时间		
1	1	1	1	1	3.79	7.274
2	1	2	2	2	4.51	7.789
3	1	3	3	3	3.98	6.723
4	2	1	2	3	4.08	5.543
5	2	2	3	1	2.87	3.947
6	2	3	1	2	3.26	4.423
7	3	1	2	2	2.68	3.329
8	3	2	1	3	2.94	3.661
9	3	3	2	1	4.51	5.256
k_1	4.093	3.517	3.723	3.330		
k_2	3.403	3.440	3.483	4.367		
k_3	3.377	3.917	3.667	3.177		
$R_{\text{提取率}}$	0.716	0.477	1.190	0.240		
c_1	7.262	5.382	5.119	5.492		
c_2	4.638	5.132	6.196	5.180		
c_3	4.082	5.467	4.666	5.309		
$R_{\text{纯度}}$	3.180	0.335	1.530	0.312		

k_1 、 k_2 、 k_3 分别表示 1、2、3 水平时的平均提取率; $R_{\text{提取率}}$ 表示同一因素时平均提取率的极差; c_1 、 c_2 、 c_3 分别表示 1、2、3 水平时的平均纯度; $R_{\text{纯度}}$ 表示同一因素时平均纯度的极差。

表 4 提取率方差分析结果

Table 4 Analysis result of variance of extraction rate

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值
混合比	0.990	2	0.992	4.460
料液比	0.393	2	0.394	4.460
温度	2.514	2	2.520	4.460
时间	0.094	2	0.094	4.460
误差	3.990	8		

F 比为 F 值与其在相应显著性水平下的 F 临界值的比值。

表 5 纯度方差分析结果

Table 5 Analysis result of variance of purity

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值
混合比	17.308	2	3.244	4.460
料液比	0.182	2	0.034	4.460
温度	3.704	2	0.694	4.460
时间	0.148	2	0.028	4.460
误差	21.34	8		

F 比为 F 值与其在相应显著性水平下的 F 临界值的比值。

2.3 最优工艺组合验证试验

根据上述正交试验所确定的辣椒素提取率最优工艺组合和纯度的最优工艺组合进行 3 次重复提取试验。试验结果(表 6 和表 7)表明, 较基本提取方法, 最优工艺组合的提取率和纯度均有所提高, 提取率和纯度分别提高了 27.8% 和 53.8%, 说明辣椒素的提取工艺得到了改善。

表 6 辣椒素提取率的验证试验结果

Table 6 The verification test result of capsaicin extraction rate

提取方法	混合液比	料液比	温度/°C	时间/h	提取率/‰
基本提取方法	3 : 7	1 : 5.0	60	1.0	3.882±0.331
提取率优化组	3 : 7	1 : 5.5	60	2.0	4.961±0.232

表 7 辣椒素纯度的验证试验结果

Table 7 The verification test result of capsaicin purity

提取方法	混合液比	料液比	温度/°C	时间/h	纯度/%
基本提取方法	3 : 7	1 : 5.0	60	1.0	5.570±0.282
纯度优化组	3 : 7	1 : 5.5	65	1.5	8.568±0.245

3 结论

本研究中,采用超声波辅助法提取鲜红辣椒中的辣椒素,探讨了乙醇-石油醚溶剂混合比、料液比、提取温度和提取时间对辣椒素提取率和纯度的影响,并采用 $L_9(3^4)$ 正交试验优化辣椒素的提取工艺。提取率最高的条件为:乙醇-石油醚溶剂混合比为3:7、料液比为1:5.5、提取温度为60℃、提取时间为2.0h;在此条件下,提取率为 $(4.961\pm 0.232)\%$ 。纯度最高的条件为:乙醇-石油醚溶剂混合比为3:7、料液比为1:5.5、温度为65℃、时间为1.5h;在此条件下,辣椒素的纯度为 $(8.568\pm 0.245)\%$ 。超声波辅助提取法能有效加快扩散速率,缩短提取时间,显著提高提取效率;使用混合溶剂能有效提高辣椒油树脂中辣椒素的纯化及产品的总收率。本试验将2种方法的优点相结合,有助于进一步提高产品的提取率和纯度,与传统的乙醇提取法相比,提取率和纯度分别提高了27.8%和53.8%,降低了单位辣椒素的提取成本,改良了辣椒素的生产工艺。

参考文献:

- [1] 刘遵莹,唐栋宇,肖文军. 从鲜红辣椒中直接提取辣椒素工艺技术研究[J]. 中国农学通报, 2016, 32(7): 191-195.
- [2] 齐程田,扈晓杰,程磊,等. 六种天然香辛料的生理

活性及研究进展[J]. 中国调味品, 2021, 46(3): 185-188.

- [3] 何国菊,李灿. 干红辣椒中辣椒素的提取工艺研究[J]. 河南农业科学, 2013, 42(9): 133-137.
- [4] SURH Y J. More than spice: capsaicin in hot chili peppers makes tumor cells commit suicide[J]. JNCI: Journal of the National Cancer Institute, 2002, 94(17): 1263-1265.
- [5] MENÉNDEZ L, LASTRA A, HIDALGO A, et al. The analgesic effect induced by capsaicin is enhanced in inflammatory states[J]. Life Sciences, 2004, 74(26): 3235-3244.
- [6] 李帅. 辣椒制品中辣椒素含量的快速检测方法研究[D]. 重庆: 西南大学, 2012.
- [7] 张彦雄,邱建生. 辣椒碱类化合物及脱色辣椒精生产技术研究[J]. 贵州林业科技, 2001, 29(4): 1-8.
- [8] 张丽茜,金红星,成文玉,等. 乙酸-微波预处理法提取辣椒素的研究[J]. 食品研究与开发, 2008, 29(3): 66-69.
- [9] THOMPSON R Q, LOA K. Applications of argentation solid phase extraction to the capsaicinoids: purification of commercial standards and isolation of homodihydrocapsaicin(8-methyl) from 'Bhut Jolokia'[J]. Food Chemistry, 2011, 126(3): 1424-1430.
- [10] 明道绪. 生物统计附试验设计[M]. 3版. 北京: 中国农业出版社, 2002.

责任编辑: 毛友纯
英文编辑: 柳正