

辣椒油树脂、辣椒红素及辣椒素提取工艺的研究

张 晶, 石磊岭, 李慧萍, 贾红玲
(吉林农业大学中药材学院, 吉林 长春 130118)

摘 要: 目的: 研究回流提取法中各因素对辣椒中辣椒油树脂、辣椒红素及辣椒素提取效果的影响。方法: 采用 $L_{16}(4^5)$ 正交试验, 以辣椒油树脂质量及其中辣椒红素相对量、辣椒素含量为指标, 确定回流提取法各因素对辣椒中有效物质提取效果的影响, 同时研究粉碎粒度对辣椒中各成分提取效果的影响。结果: 辣椒最佳回流提取工艺为粉碎度 20 目、料液比 1:10(g/mL)、体积分数 95% 乙醇、70℃ 回流提取 5h、提取 3 次。

关键词: 辣椒油树脂; 辣椒红素; 辣椒素; 正交试验; 粉碎度

Optimization of Hot Ethanol Reflux Extraction of Capsicum Oleoresin for Compromise among Higher Yield and Relative Contents of Capsaicin and Capsanthin

ZHANG Jing, SHI Lei-ling, LI Hui-ping, JIA Hong-ling
(College of Chinese Medicine Material, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China)

Abstract: The optimal hot ethanol reflux extraction process of capsicum oleoresin from powdered Chaotianjiao chili variety was investigated using orthogonal array design for achieving the compromise among higher yield and relative contents of capsaicin and capsanthin in it. Results showed that an optimal compromise was obtained using three-times reflux extraction with 95% ethanol at 70 °C and 1:10 liquid/solid ratio (g/mL) for 5 h each time. In addition, the effect of particle size of chili powder on the above indexes was examined.

Key words: capsicum oleoresin; capsanthin; capsaicin; orthogonal test

中图分类号: TS201.21; S641.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2010)02-0060-03

辣椒(*Capsicum annuum* L.)为茄科植物辣椒的果实^[1]。辣椒油树脂(capsicum oleoresin)是从辣椒中提取、浓缩而得到的一种油状液体^[2]。辣椒红色素(capsanthin)和辣椒素(capsaicinoids)是从辣椒油树脂中分离得到的。辣椒素主要用在调味品、医疗、生化农药、军事等方面, 其价值日渐被人们所重视。辣椒红素不仅色价高, 安全无毒, 而且具有抗癌美容的功效, 因此被广泛应用于食品、医药、化妆品和儿童玩具等领域^[3-4]。本实验对回流法提取辣椒油树脂及其中辣椒红素和辣椒素的相关影响因素进行探讨, 旨在为辣椒成分的提取及应用提供一定的参考。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

干辣椒(朝天椒)为市售, 45℃ 烘干、粉碎、待用。

食用酒精(体积分数 95%)、石油醚(沸程 60~90℃, 分析纯) 天津化学试剂有限公司。

WFZ-UV-2000 紫外-可见分光光度计 上海尤尼柯

仪器有限公司。

1.2 方法

1.2.1 辣椒油树脂提取工艺的正交试验设计

取 16 份红辣椒粉(10g/ 份), 分别加入体积分数、体积不同的乙醇, 在不同温度条件下加热提取多次, 即以温度、时间、乙醇体积分数、料液比、提取次数为 5 个因素, 每个因素根据回流提取法常用条件及辣椒中主要成分的理化性质分别设定 4 个水平, 采用 $L_{16}(4^5)$ 正交表, 进行辣椒油树脂的提取, 具体见表 1。

1.2.2 辣椒红素的纯化及相对量的测定

表 1 $L_{16}(4^5)$ 正交试验因素水平表
Table 1 Factors and levels in orthogonal array design

因素	水平			
	1	2	3	4
A 温度/℃	30	50	70	90
B 时间/h	1	3	5	7
C 乙醇体积分数/%	65	75	85	95
D 料液比(g/mL)	1:3	1:5	1:10	1:15
E 提取次数	1	2	3	4

收稿日期: 2009-01-24

作者简介: 张晶(1971—), 女, 副教授, 博士, 研究方向为天然产物化学。E-mail: zhjing0701@163.com

辣椒红素的纯化：用 50% 乙醇溶解辣椒油树脂，以石油醚-50% 乙醇(1:1, V/V)萃取 5 次，回收溶剂得到粗品辣椒红素，再经过质量浓度 0.2 g/mL 的混合碱液 [(NaOH:Ca(OH)₂=1:1, g/g)]处理 5h，用石油醚萃取 5 次，回收溶剂得到辣椒红素精品。

辣椒红素相对量测定：采用色价法^[4]。将经过混合碱液处理得到的 16 份辣椒红素精品分别用丙酮溶于 100mL 容量瓶中(必要时进行稀释)。以丙酮作参比，在波长 460nm 处测其吸光度(A)，按下式计算色素相对量：

$$\text{辣椒红素相对量} = Af/100$$

式中：A 为样品的吸光度；f 为稀释倍数。辣椒色素相对量的大小用来表示色素的提取效果^[5]。

1.2.3 辣椒素的纯化及含量测定

按照 GB 10783—1996《食品添加剂：辣椒红》^[5]的操作方法：将提取的 16 份辣椒油树脂分别转入三角瓶中，加入 100mL 体积分数 70% 的甲醇，充分振荡，静置 5min 后过滤，保留滤液。每份样品分别按表 2 要求制备供试溶液。

表 2 样品供试液制备表

Table 2 Preparation of working solution for determining capsaicin content

项目	试样 1	试样 2	试样 3	试样 4
滤液	4.0	4.0	—	—
去离子水	17.80	16.80	19.00	18.00
1mol/L HCl 溶液	1.00	—	1.00	—
1mol/L NaOH 溶液	—	2.00	—	2.00
A _{248nm}	A ₁	A ₂	A ₃	A ₄
A _{296nm}	A ₁ '	A ₂ '	A ₃ '	A ₄ '

4 个瓶中试液分别用甲醇定容至 100mL 并摇匀，于波长 248nm 处测定 4 种试液的吸光度 A₁、A₂、A₃、A₄，在波长 296nm 处测得 4 种试液的吸光度 A₁'、A₂'、A₃'、A₄'。辣椒素含量算法如下：

$$\text{波长 248nm 处: } X\% = \frac{[(A_2 - A_1) - (A_4 - A_3)] \times f}{314 \times m} \times 100 \quad (1)$$

$$\text{波长 296nm 处: } X\% = \frac{[(A_2' - A_1') - (A_4' - A_3')] \times f}{127 \times m} \times 100 \quad (2)$$

式中：X 为试样中辣椒素的含量/%；M 为试样质量/g；f 为试样的稀释倍数；314 和 127 为校正系数。(1)和(2)结果差异不得超过 10%。

1.2.4 粉碎度对辣椒中有效成分提取的影响

分别取辣椒粗粉、20 目、40 目、60 目的辣椒粉各 10g(3 个平行)，采用 1.2.1 节正交试验所筛选的最佳工艺参数进行辣椒油树脂的提取，并按照 1.2.2 节和 1.2.3 节

的方法进行辣椒红素及辣椒素的纯化，计算辣椒红素的相对量及辣椒素的含量。

2 结果与分析

2.1 正交试验结果

表 3 辣椒油树脂提取工艺正交试验结果
Table 3 Results of orthogonal array design

试验号	A	B	C	D	E	辣椒油树脂质量/g	辣椒红素相对量	辣椒素含量/%
1	1	1	1	1	1	1.072	2.145	0.669
2	1	2	2	2	2	1.155	3.128	0.744
3	1	3	3	3	3	2.343	5.265	0.701
4	1	4	4	4	4	2.001	5.635	0.722
5	2	1	2	3	4	2.835	3.947	0.729
6	2	2	1	4	3	3.040	4.638	0.736
7	2	3	4	1	2	0.756	5.277	0.709
8	2	4	3	2	1	1.633	3.528	0.621
9	3	1	3	4	2	1.746	4.929	0.705
10	3	2	4	3	1	1.301	4.377	0.751
11	3	3	1	2	4	2.866	4.269	0.804
12	3	4	2	1	3	2.417	3.367	0.745
13	4	1	4	2	3	1.650	5.257	0.735
14	4	2	3	1	4	1.868	4.676	0.706
15	4	3	2	4	1	2.27	3.067	0.727
16	4	4	1	3	2	2.69	4.349	0.705
辣椒油树脂	k ₁	1.643	1.826	2.417	1.528	1.569		
	k ₂	2.066	1.841	2.169	1.826	1.587		
	k ₃	2.083	2.059	1.897	2.292	2.362		
	k ₄	2.119	2.185	1.427	2.264	2.393		
辣椒红素相对量	R	0.476	0.359	0.990	0.764	0.824		
	k ₁	4.043	4.069	3.850	3.866	3.279		
	k ₂	4.348	4.205	3.377	4.046	4.421		
	k ₃	4.236	4.470	4.599	4.484	4.632		
辣椒素含量	k ₄	4.337	4.220	5.136	4.567	4.632		
	R	0.305	0.401	1.759	0.701	1.353		
	k ₁	0.709	0.710	0.729	0.707	0.692		
	k ₂	0.699	0.734	0.736	0.726	0.716		
辣椒素含量	k ₃	0.751	0.735	0.683	0.722	0.729		
	k ₄	0.718	0.698	0.729	0.722	0.740		
	R	0.052	0.037	0.053	0.019	0.048		

表 4 辣椒油树脂质量方差分析

Table 4 Analysis of variance for capsicum oleoresin yield with various extraction conditions

方差来源	方差平方和	自由度	均方	F 值
A	0.60431	3	0.20144	
B	0.36569	3	0.12190	
C	2.15751	3	0.71917	4.44847
D	1.62428	3	0.54143	3.34903
E	2.56003	3	0.85334	5.27840 ^a

注：与空白(A、B)比较，将空白作为误差，肩标字母 a 表示显著 P<0.05，肩标字母 b 表示极显著 P<0.01。下同。

表5 辣椒红素相对量方差分析

Table 5 Analysis of variance for relative content of capsanthin with various extraction conditions

方差来源	方差平方和	自由度	均方	F 值
A	0.07831	3	0.02610	
B	0.11004	3	0.03668	
C	2.40404	3	0.80135	25.52762 ^a
D	0.45287	3	0.15096	4.80882 ^b
E	1.66066	3	0.55355	17.63391 ^a

表6 辣椒素含量方差分析

Table 6 Analysis of variance for relative content of capsaicin with various extraction conditions

方差来源	方差平方和	自由度	均方	F 值
A	0.0062	3	0.00207	0.5321
B	0.0041	3	0.00136	0.3496
C	0.0071	3	0.00236	0.6067
D	0.0008	3	0.00027	0.0694
E	0.0052	3	0.00173	0.4447

对正交试验结果数据作极差分析, 结果见表3。由表中的 R 值分析, 乙醇体积分数对于辣椒油树脂的提取、辣椒红素及辣椒素的分离纯化影响程度最大。各因素对辣椒油树脂质量的影响程度为 $C > E > D > A > B$; 对辣椒红素相对量的影响程度依次为 $C > E > D > B > A$; 对辣椒素含量影响程度依次为 $C > A > E > B > D$ 。根据方差分析(表4~6), 乙醇体积分数对于辣椒红素的相对量影响差异显著, 而对于辣椒油树脂和辣椒素的提取纯化无明显差异, 考虑到辣椒红素和辣椒素的脂溶性较强, 因此直观分析选第4水平(C_4); 因素 E 对于辣椒油树脂和辣椒红素的提取影响均显著, 其中综合分析以水平3(E_3)最佳; 因素 D 对辣椒红素的提取影响差异显著, 而对于另两者的影响不明显, 因此选3水平(D_3); 因素 A 和 B 对三者提取影响差异均不显著, 根据极差综合分析, 分别选 A_3 和 B_3 。

综上分析, 兼顾辣椒油树脂、辣椒红素及辣椒素的提取, 自辣椒中提取有效成分的最佳工艺应该为 $A_3B_3C_4D_3E_3$, 即提取温度 70°C 、提取时间 5h 、料液比 $1:10$ 、乙醇体积分数 95% 、提取次数 3 次。

2.2 粉碎效果的确定

采用筛选的最佳工艺参数, 分别对辣椒粗粉、20目、40目、60目辣椒粉进行提取, 粉碎粒度对辣椒油树脂、辣椒素和辣椒红素提取分离效果的影响结果见表7。由表中数据可知, 20目辣椒, 在提取辣椒红素时较其他粉碎粒度差异明显, 而对于辣椒素和辣椒油树脂而言, 各种粉碎粒度对于其提取量无明显差异, 而且

40、60目的辣椒粉末不易过滤, 所以, 对于辣椒的回流提取以20目粒度适宜。

表7 辣椒粉碎效果的比较

Table 7 Comparisons of capsicum oleoresin yield and relative contents of capsaicin and capsanthin from chili powder with different particle sizes

辣椒粉碎粒度/目	粗粉	20	40	60
辣椒红素相对量	90.35	93.35	52.85	62.5
辣椒素含量/%	0.4578	0.5526	0.5881	0.547
辣椒油树脂/g	3.437	3.662	3.695	4.268

3 结 论

3.1 本实验对回流法提取辣椒中有效物质的温度、时间、乙醇体积分数、料液比、提取次数5个重要工艺影响因素进行研究, 以辣椒油树脂质量、辣椒红素相对量和辣椒素含量为指标, 采用 $L_{16}(4^5)$ 正交试验进行工艺优化, 考察因素更为全面^[6], 与以单一成分含量为指标相比^[7-8], 更为合理。根据分析结果, 回流提取辣椒中有效物质的最佳工艺为 70°C 条件下, 料液比 $1:10$ (g/mL), 95% 乙醇回流提取 5h , 提取 3 次。

3.2 采用筛选的最佳工艺参数, 通过单因素试验, 研究了辣椒粉碎粒度对回流法提取辣椒中有效物质的影响。结果显示以20目粒度提取效果最佳。

3.3 采用筛选工艺对辣椒中的有效物质进行提取, 成本低、操作简单、适合大量生产, 本实验兼顾了辣椒油树脂、辣椒碱、辣椒红色素的综合利用及开发, 以 95% 乙醇为溶媒, 环保且可重复利用, 提取效率高。

参考文献:

- [1] 中国科学院中国植物志编委会. 中国植物志[M]. 北京: 科学出版社, 1978: 61-62.
- [2] 黄启强. 高辣度辣椒油树脂(辣椒精)的提取研究[J]. 食品工业科技, 2005, 26(6): 58-65.
- [3] 赵宁, 王艳辉, 马润宇. 从干红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.
- [4] 崔锦华. 天然辣椒红色素的提取与精制的研究[D]. 太原: 太原理工大学, 1998.
- [5] GB 10783—1996 食品添加剂 辣椒红[S]. 北京: 中国标准出版社, 1996.
- [6] 董新荣, 刘仲华, 庄杨. 辣椒中辣椒素与色素提取的优化研究[J]. 化学与生物工程, 2006, 23(2): 28-30.
- [7] 刘振华, 丁卓平, 董洛文. 辣椒中红色素的提取工艺研究[J]. 食品科学, 2006, 27(12): 291-295.
- [8] 孙平, 唐小华, 卜庆珍, 等. 辣椒素提取工艺的比较[J]. 食品科学, 2008, 29(8): 238-240.