

# 乙醇提取辣味鸡油中辣椒素工艺

刘欣, 李汴生\*

(华南理工大学轻工与食品学院, 广东 广州 510640)

**摘要:** 以工业生产盐焗鸡的副产物——辣味鸡油为原料, 研究乙醇提取辣椒素工艺。结果表明: 辣椒素的最佳提取条件为以 95% 乙醇作为提取溶剂, 70℃ 提取 3h, 料液比 1:3(g/mL); 一次提取的提取率可达 51.44%, 一次提取无法将辣味鸡油中的辣椒素提取完全, 需要经过多次提取。通过方差分析, 对提取率影响因素从大到小依次为: 乙醇体积分数>温度>时间>料液比。

**关键词:** 辣味鸡油; 辣椒素; 提取

## Extraction of Capsaicin from Spicy Chicken Oil Using Ethanol

LIU Xin, LI Bian-sheng\*

(College of Light Industry and Food Sciences, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

**Abstract:** The extraction process of capsaicin from spicy chicken oil, as an industrial salted chicken by-product, was explored in this paper. The results showed that the optimal extraction process conditions were ethanol concentration of 95%, extraction temperature of 70 °C, extraction time of 3 h and material-liquid ratio of 1:3 (g/mL). Under the optimal extraction process, the extraction rate of capsaicin could reach up to 51.44%. Through the analysis of variance, the factors for extraction rate from strong to weak order were ethanol concentration, extraction temperature, extraction time and material-liquid ratio.

**Key words:** spicy chicken oil; capsaicin; extraction

中图分类号: TS205

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)10-0111-04

随着生活水平的不断提高, 鸡肉愈来愈多地作为我国居民的重要肉食来源, 熟制加工鸡肉的产量也在不断上升。工业化生产盐焗鸡时, 卤制是一种主要加工工序, 卤制过程中会有鸡油溶出, 分离后可得到盐焗鸡加工中数量颇大的副产物——鸡油。鸡油中含有一些杂质, 通过精炼可提高鸡油的品质和贮藏性。精炼的鸡油, 除了可用于食用外, 还可用于氧化并发生美拉德反应生产鸡肉风味香精<sup>[1]</sup>, 也可用于制备生物柴油<sup>[2]</sup>。由于在卤液中加入调味用的干辣椒等, 因此分离出的鸡油有明显的辣味, 成为辣味鸡油。辣味物质的存在影响了鸡油的进一步利用, 因此需要利用物理或化学手段分离出去。

辣椒素类化合物(capsaicinoids)是辣椒中产生辛辣味的主要化学物质, 已知的约有 19 种<sup>[3]</sup>, 现代理化分析技术已经分析得知辣椒中的辣椒素主要有 5 种, 分别为辣椒素(capsaicin)、二氢辣椒素(dihydrocapsaicin)、降二氢辣椒素(nordihydrocapsaicin)、高辣椒素

(homocapsaicin)和高二氢辣椒素(homodihydrocapsaicin)。目前, 辣椒素提取方法主要有有机溶剂浸出法<sup>[4]</sup>、酸碱法<sup>[5]</sup>、超临界萃取法<sup>[6]</sup>、超声波提取法<sup>[7]</sup>和微波萃取法<sup>[8]</sup>等。其中超声波提取、微波萃取等是对有机溶剂提取辣椒或者辣椒粉等固态原料的辅助手段, 溶于油脂中的辣椒素可采用与油脂不混溶且能溶解辣椒素的溶剂进行萃取, 以达到分离的目的。辣椒素的化学稳定性高, 在辣椒的烘干过程、各种有机溶剂的萃取过程中损失极少。它能溶于甲醇、乙醇、丙酮、乙酸乙酯等有机溶剂中, 辣椒素类提取物通常是混合物, 没有固定熔点, 通常熔点范围为 57~66℃, 沸点范围为 210~220℃<sup>[9]</sup>。从油脂中分离提取辣椒素, 需要同时考察油脂和萃取溶剂对辣椒素的溶解度, 辣椒素类物质的典型官能团是苯环上有邻位的—OH 和—OCH<sub>3</sub>、支链上有一—NH—CO—, 表明辣椒素类物质有一定极性, 易溶解于一定极性的有机溶剂中。乙醇是一种弱极性的有机溶剂, 水是强极性溶剂, 不同浓度乙醇的极性有所不同, 文献中利用

收稿日期: 2011-04-21

基金项目: 广东省教育部产学研结合项目(2009B090300002)

作者简介: 刘欣(1987—), 女, 硕士研究生, 研究方向为食品加工与保藏。E-mail: xin-liu1987@163.com

\* 通信作者: 李汴生(1962—), 男, 教授, 博士, 研究方向为食品加工与保藏。E-mail: febskli@scut.edu.cn

乙醇提取辣椒素<sup>[10-11]</sup>,得到的最适提取浓度有所不同,这可能与提取的原料不同有关。

本实验用乙醇作溶剂对辣味鸡油中的辣椒素进行提取研究,通过对乙醇体积分数、温度、料液比和时间对提取率的影响进行考察,采用正交试验优化乙醇提取辣椒素的工艺,以期从辣味鸡油中分离辣椒素提供指引。

## 1 材料与方

### 1.1 材料与试剂

辣味鸡油 广东无穷食品有限公司。

甲醇、四氢呋喃均为色谱纯;乙醇为分析纯;辣椒素标准品(纯度≥95%)、二氢辣椒素标准品(纯度≥90%) 美国Sigma公司。

### 1.2 仪器与设备

高效液相色谱仪、Dionex ultimate 3000 UV 检测器 美国戴安公司;0.45μm 有机溶剂过滤膜 天津市腾达过滤器件厂;RE-2000 旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂;THZ-82A 恒温振荡器 常州澳华仪器有限公司;超声波清洗器 昆山市超声仪器有限公司。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 提取单因素和正交试验设计

称取50g辣味鸡油于三角瓶中,瓶口用保鲜膜封住,加入100mL 95%乙醇溶液,于50℃恒温振荡器中水浴(转速60r/min)提取4h,分别改变乙醇体积分数(10%、30%、50%、60%、75%、85%、95%)、料液比(1:0.5、1:1、1:2、1:3、1:4)、提取温度(30、40、50、60、70℃)和时间(0.5、1、2、3、4、5h),进行单因素试验。在单因素试验结果基础上进行正交试验,因素水平见表1。将提取液进行分液,取乙醇相浓缩、定容、稀释等处理后,用高效液相色谱法对辣椒素的含量进行测定,计算辣椒素的提取率。

表1 正交试验因素水平表  
Table 1 Factors and levels of orthogonal tests

| 水平 | 因素         |        |             |        |
|----|------------|--------|-------------|--------|
|    | A 乙醇体积分数/% | B 温度/℃ | C 料液比(g/mL) | D 时间/h |
| 1  | 75         | 50     | 1:1         | 2      |
| 2  | 85         | 60     | 1:2         | 3      |
| 3  | 95         | 70     | 1:3         | 4      |

#### 1.3.2 辣椒素的高效液相色谱分析

##### 1.3.2.1 样品待测液的制备

取1~2g样品于50mL烧杯中,加入甲醇-四氢呋喃(1:1, V/V)混合溶液25mL,用保鲜膜封口,然后放入60℃水浴中超声提取30min,然后用甲醇-四氢呋喃

(1:1, V/V)混合溶液定容至50mL,经0.45μm滤膜过滤后进行色谱分析。

##### 1.3.2.2 色谱条件

色谱柱: Venusil MP-C<sub>18</sub>(250mm×4.6mm, 5μm);柱温: 30℃;检测波长: 280nm;流动相: 甲醇-水(85:15, V/V);流速: 1mL/min;进样量10μL。根据保留时间定性,辣椒素、二氢辣椒素峰面积定量。

##### 1.3.2.3 辣椒素提取率的计算<sup>[12]</sup>

$$W_a(W_b) = \frac{C_a(C_b) \times V}{1000m} \quad (1)$$

式中:  $W_a$ (或  $W_b$ )为试样中辣椒素(a)或二氢辣椒素(b)的含量/(mg/g);  $C_a$ (或  $C_b$ )为由标准曲线上查到辣椒素(a)、二氢辣椒素(b)的含量/(μg/mL);  $V$ 为样品定容体积/mL;  $m$ 为试样质量/g。

$$W = \frac{W_a + W_b}{0.9} \quad (2)$$

式中:  $W$ 为试样中辣椒素类物质总量/(mg/g); 0.9为辣椒素与二氢辣椒素折算为辣椒素类物质总量的系数。

$$\text{辣椒素提取率/\%} = \frac{\text{提取后样品中辣椒素的总量}}{\text{提取前样品中辣椒素的总量}} \times 100$$

## 2 结果与分析

### 2.1 辣味鸡油样品的色谱分析

按照1.3.2节色谱条件进行分析,以标准品保留时间定性,出峰面积的积分值进行定量分析,得到线性回归方程。辣椒素的回归方程为:  $Y = 0.09695X + 0.05094$ ,  $R = 0.9999$ ;二氢辣椒素的回归方程为:  $Y = 0.0962X - 0.0616$ ,  $R = 0.999$ ( $Y$ 表示峰面积/(mAU·min),  $X$ 表示质量浓度/(μg/mL))。辣味鸡油样品的色谱图见图1,计算得出提取前辣味鸡油中辣椒素的含量为4.133mg/g,即0.4133%,一般辣椒中辣椒素的含量为0.1%~0.4%<sup>[11]</sup>,说明辣味鸡油中辣椒素的含量与辣椒中的含量相当,具有提取的价值和意义。

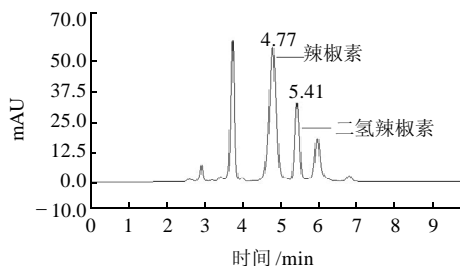


图1 辣味鸡油样品的色谱图  
Fig.1 HPLC of spicy chicken oil

## 2.2 乙醇体积分数对辣椒素提取率的影响

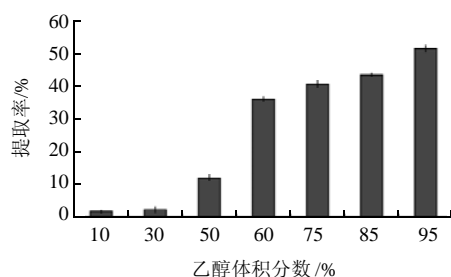


图2 乙醇体积分数对辣椒素提取率的影响

Fig.2 Effect of ethanol concentration on extraction rate of capsaicin

从图2可见,乙醇体积分数从10%增加至95%,辣椒素的提取率呈上升趋势。由于乙醇体积分数的增加,溶液的极性越来越小,理论上油脂在溶液中的溶解度会有所增大,但是实验发现,这并不会对乙醇与鸡油的分离造成不利影响,正交试验采用75%、85%和95%的乙醇。

## 2.3 料液比对辣椒素提取率的影响

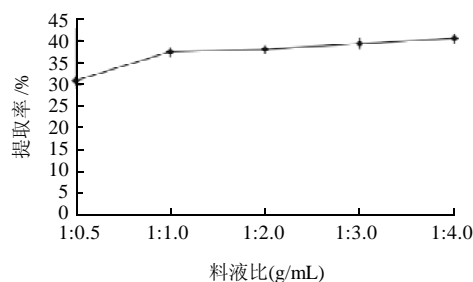


图3 料液比对辣椒素提取率的影响

Fig.3 Effect of material-liquid ratio on extraction rate of capsaicin

如图3所示,辣椒素提取率随溶剂用量的增加而提高,料液比在1:0.5~1:1范围内,提取率有较大的提高,之后增加乙醇的用量,提取率趋于稳定,因此正交试验采用1:1、1:2和1:3的料液比,这样既能减少溶剂用量,又能得到较高的提取率。

## 2.4 温度对辣椒素提取率的影响

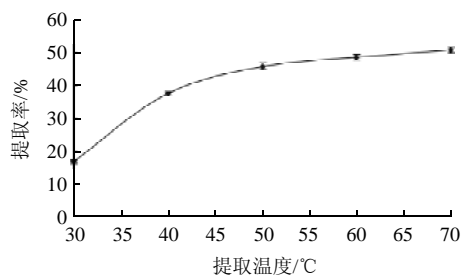


图4 提取温度对辣椒素提取率的影响

Fig.4 Effect of extraction temperature on extraction rate of capsaicin

温度是影响辣椒素在提取溶剂中溶解度的重要因素,有学者研究辣椒素在不同溶剂中的溶解度<sup>[12]</sup>时发现辣椒素在醇类溶剂、脂类溶剂、醚类溶剂及水和正己烷的溶解度均随温度升高而增大。但是提取温度不能太高,一方面要低于提取溶剂的沸点,另一方面高温会增加能量损耗,因此本实验选用30~70°C的温度区间。由图4可知,辣椒素的提取率随温度升高而显著提高,在30~50°C间变化较明显,而在50~70°C范围内,辣椒素的提取率渐趋于平稳,正交试验采用50、60、70°C三个水平。

## 2.5 提取时间对辣椒素提取率的影响

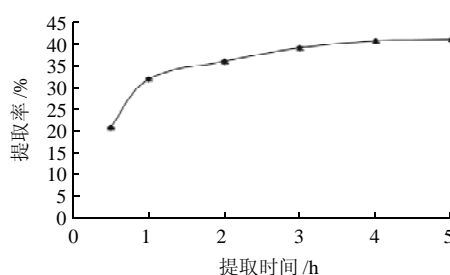


图5 提取时间对辣椒素提取率的影响

Fig.5 Effect of extraction time on extraction rate of capsaicin

图5表明,随着提取时间的增加,辣椒素的提取率有所提高。当提取时间为1~2h时,辣椒素提取率随时间增加而提高,当提取时间大于4h时,辣椒素的提取率趋于平衡,这说明当提取时间达到一定程度,提取液达到最大饱和度,再增加提取时间无明显效果,所以正交试验选取水平为2、3、4h。

## 2.6 正交试验设计

表2 辣椒素提取工艺正交试验设计及结果

Table 2 Design and results of orthogonal tests

| 试验号   | A 乙醇体积分数 / % | B 提取温度 / °C | C 料液比 (g/mL) | D 提取时间 / h | 提取率 / % |
|-------|--------------|-------------|--------------|------------|---------|
| 1     | 1(75)        | 1(50)       | 1(1:1)       | 1(2)       | 21.26   |
| 2     | 1            | 2(60)       | 2(1:2)       | 2(3)       | 28.76   |
| 3     | 1            | 3(70)       | 3(1:3)       | 3(4)       | 34.94   |
| 4     | 2(85)        | 1           | 2            | 3          | 28.89   |
| 5     | 2            | 2           | 3            | 1          | 29.68   |
| 6     | 2            | 3           | 1            | 2          | 36.71   |
| 7     | 3(95)        | 1           | 3            | 2          | 50.33   |
| 8     | 3            | 2           | 1            | 3          | 48.46   |
| 9     | 3            | 3           | 2            | 1          | 51.44   |
| $k_1$ | 0.283        | 0.335       | 0.355        | 0.341      |         |
| $k_2$ | 0.318        | 0.356       | 0.364        | 0.386      |         |
| $k_3$ | 0.501        | 0.41        | 0.383        | 0.374      |         |
| R     | 0.218        | 0.075       | 0.028        | 0.045      |         |

最优组合  $A_3B_3C_3D_2$

根据各单因素试验结果, 确定乙醇体积分数, 提取温度、提取时间、料液比为提取过程中影响辣椒素提取率最显著的4个因素, 选取3个较优的水平, 按 $L_9(4^3)$ 正交表设计试验, 以辣椒素提取率为试验结果, 见表2。

由表2均值分析可知,  $A_3B_3C_3D_2$ 为从辣味鸡油中提取辣椒素的最佳条件, 即乙醇体积分数95%、70℃、料液比1:3、提取3h, 此时的提取率可达51.44%。该结果说明乙醇无法一次性完全将辣味鸡油中的辣椒素提取完全, 需要经过多次提取, 辣椒素才能基本提取完全。

### 2.7 正交试验方差分析

在正交试验设计中, 如果没有重复试验, 又无空白项时, 常取其中一因素离均差平方和最小项作为误差估计<sup>[13]</sup>。通过SPSS 13.0对4因素的方差分析可知, C因素离均差平方和最小, 对整个试验的影响最小, 因此作为误差估计, 用以检验其他因素的显著性。这样重新进行统计, 结果见表3。

表3 方差分析表  
Table 3 Analysis of variance

| 变异来源   | III型方差   | 自由度 | 均方    | F值       | P值    |
|--------|----------|-----|-------|----------|-------|
| 矫正模型   | 0.094(a) | 6   | 0.016 | 24.851   | 0.039 |
| 截距     | 1.213    | 1   | 1.213 | 1917.242 | 0.001 |
| 乙醇体积分数 | 0.082    | 2   | 0.041 | 64.834   | 0.015 |
| 温度     | 0.009    | 2   | 0.005 | 7.165    | 0.122 |
| 时间     | 0.003    | 2   | 0.002 | 2.554    | 0.281 |
| 误差     | 0.001    | 2   | 0.001 |          |       |
| 总变异    | 1.309    | 9   |       |          |       |
| 矫正总变异  | 0.096    | 8   |       |          |       |

注:  $R^2 = 0.987$ ,  $R^2_{Adj} = 0.947$ ; 显著水平  $\alpha = 0.05$ 。

由表3可知, 校正模型  $P = 0.039 < 0.05$ , 表明模型显著, 不同处理间有显著性差异。乙醇体积分数的主效应显著,  $F = 64.834$ ,  $P = 0.015 < 0.05$ ; 而温度和时间的影响  $P$  值均大于0.05, 即对提取率无显著影响, 影响因素从大到小依次为: 乙醇体积分数>温度>时间>料液比。

## 3 结 论

### 3.1 利用高效液相色谱法对辣味鸡油中的辣椒素含量进

行测定, 提取前辣味鸡油中辣椒素的含量为4.133mg/g。

3.2 通过单因素和正交试验对辣味鸡油中的辣椒素提取工艺进行优化, 确定辣椒素的最佳提取工艺条件为: 以95%乙醇作为提取溶剂, 70℃提取3h, 料液比1:3(g/mL)。通过方差分析, 对辣椒素提取率影响因素从大到小依次为: 乙醇体积分数>温度>时间>料液比。

3.3 一次提取的提取率可达51.44%, 无法一次将辣味鸡油中的辣椒素提取完全, 需要经过多次提取, 辣椒素才能基本提取完全。

### 参考文献:

- [1] 陈海燕, 李忠水, 童跃进. 鸡油氧化制备热反应鸡肉味香精的工业条件研究[J]. 福建师范大学学报: 自然科学版, 2010, 26(6): 78-84.
- [2] ALPTEKIN E, CANAKCI M. Optimization of pretreatment reaction for methyl ester production from chicken fat[J]. Fuel, 2010, 89(12): 4035-4039.
- [3] SPICER O, ALMIRALL J R. Extraction of capsaicins in aerosol defense sprays from fabrics[J]. Talanta, 2005, 67(2): 377-382.
- [4] 何国菊, 牟祥. 干红辣椒中辣椒红素和辣椒素的提取[J]. 贵阳学院学报: 自然科学版, 2008, 3(3): 47-51.
- [5] 罗春丽, 张鹏. 酸碱-萃取法制备辣椒碱类化合物工艺探讨[J]. 食品工业科技, 2007, 28(5): 156-158.
- [6] DUARTE C, MOLDÃO-MARTINS M, GOUVEIA A F, et al. Supercritical fluid extraction of red pepper (*Capsicum frutescens* L.)[J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2004, 30(2): 155-161.
- [7] BOONKIRD S, PHISALAPHONG C, PHISALAPHONG M. Ultrasound-assisted extraction of capsaicinoids from *Capsicum frutescens* on a lab- and pilot-plant scale[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2008, 15(6): 1075-1079.
- [8] BARBERO G F, PALMA M, BARROSO C G. Determination of capsaicinoids in peppers by microwave-assisted extraction-high-performance liquid chromatography with fluorescence detection [J]. Analytica Chimica Acta, 2006, 578(2): 227-233.
- [9] 朱姐, 罗仓学. 辣椒碱提取纯化及研究进展[J]. 中国调味品, 2007, 34(8): 23-27.
- [10] 张郁松. 碱性乙醇法提取辣椒碱的工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2009, 30(1): 70-73.
- [11] 袁传祯. 高纯度辣椒碱的制备及副产物的综合利用[D]. 济南: 山东轻工业学院, 2009.
- [12] 王燕, 夏延斌, 王健. 辣椒素类物质在烤制加工和储藏中的稳定性[J]. 农业工程学报, 2009, 25(3): 272-276.
- [13] 吴影, 古绍彬, 张永杰. 萃取法制备辣椒碱提取工艺的研究[J]. 安徽农业科学, 35(30): 9685-9686.
- [14] 雷超, 常志东, 刘会洲. 辣椒碱在不同溶剂中溶解度的测定与关联[J]. 过程工程学报, 2010, 10(4): 738-742.
- [15] 张春华, 严云良. 医药数理统计[M]. 北京: 科学出版社, 2001: 212.