

微波法提取猕猴桃果实中类胡萝卜素的工艺研究

高 洁, 黄春辉, 曲雪艳, 辜青青, 徐小彪

(江西农业大学 农学院, 江西 南昌 330045)

摘 要:以黄肉中华猕猴桃品种‘金丰’为试材,研究了有机溶剂微波法萃取中华猕猴桃果实中类胡萝卜素的最佳工艺。结果表明:确定微波萃取中华猕猴桃色素的最佳单因素依次为乙醇-丙酮体积分数=2:1的混合溶剂,微波火力中高火,萃取时间 20 s,料液比为 1:6。在单因素试验基础上,分别选取对类胡萝卜素提取影响最大的微波火力、时间(s)、料液比(g/mL)3个因素进行正交实验。结果表明:用乙醇-丙酮体积分数=2:1的混合溶剂浸提,料液比为 1:6,在微波火力中高火下萃取 25 s 的提取效果最好,并且通过正交实验极差分析可以得出,对类胡萝卜素提取效果影响大小依次为:料液比>微波火力>时间。

关键词:猕猴桃;类胡萝卜素;提取;微波法

中图分类号:TS 264.4 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2013)01-0011-04

猕猴桃属猕猴桃科猕猴桃属植物,是 20 世纪人工驯化栽培野生果树最早且最有成就的四大树种之一^[1-2]。因其营养丰富,风味独特,经济价值高,而被誉为“水果之王”,深受消费者的青睐^[3-5],尤其因其果实富含维生素 C,而有“VC 之王”的美誉^[6-7]。除高维生素 C 特点外,果肉颜色也属猕猴桃的重要经济性状,并已成为占有市场的重要因素^[8]。类胡萝卜素为构成果肉颜色的重要组成部分,其在黄肉猕猴桃中尤为体现,相关研究表明,类胡萝卜素还具有清除人体内有害自由基、增强人体免疫力、预防心血管疾病、防癌抗癌和预防维生素 A 缺乏症等多种功效^[9]。为此,果肉类胡萝卜素的研究在近年来已成为果肉色泽研究的一个热点。

类胡萝卜素的提取为类胡萝卜素研究的基础,不同果树种类和品种果实中类胡萝卜素的提取方法存在一定的差异,因此类胡萝卜素提取方法的探索也成为类胡萝卜素研究中的一个重点组成部分,并且越来越受到科研工作者的重视。目前,相关研究在芒果^[10]、柑橘^[11]、枇杷^[12]等果树种类中相继出现报道,但在猕猴桃中还少见到相关研究。为此,现选取中华猕猴桃黄肉型品种‘金丰’为试材,采用微波技术法进行类胡萝卜素的提取^[13],研究比较了不同溶剂、提取时间、提取次数、微波

火力大小等对类胡萝卜素提取效果的影响,以确定微波法萃取猕猴桃类胡萝卜素的最佳工艺条件。

1 材料与方法

1.1 试验材料

试验材料为中华猕猴桃黄肉型品种‘金丰’,取自江西省奉新县猕猴桃生产基地。主要试剂为乙酸乙酯、丙酮、乙醇以及石油醚(均为天津市恒兴化学试剂制造有限公司)。主要仪器为:AUY220 型电子天平(日本岛津公司),ZD-420A 型数显恒温水浴锅(嘉兴市中新医疗仪器有限公司),WD900SL23-2 型微波炉(格兰仕公司),UV-2450 型紫外分光光度计(日本岛津公司)等。

1.2 试验方法

1.2.1 浸提溶剂的选择 选取乙酸乙酯、丙酮、石油醚、石油醚-丙酮混合溶液(体积比为 1:1)以及乙醇-丙酮(体积比为 2:1)等 5 种溶剂为提取试剂。准确称取 1 g 猕猴桃果肉,加入 6 mL 提取剂,放入微波炉中进行提取。设定微波火力为中高火,萃取时间 20 s。取出烧杯,将溶液过滤,测量滤液在 450 nm 处的吸光值。每处理 3 次重复,结果取平均值。

1.2.2 乙醇-丙酮浸提液体积比的选择 选取体积比为 1:1、1:2、2:1、3:1、4:1 的乙醇-丙酮为提取试剂,提取步骤同 1.2.1。

1.2.3 微波火力的选择 以乙醇-丙酮(体积比为 2:1)为提取试剂,准确称取 1 g 猕猴桃果肉,加入 6 mL 提取剂,分别在微波火力为低火、中低火、中火、中高火、高火的条件下,提取时间 20 s,测量抽提液在 450 nm 处的吸光值。每处理 3 次重复,结果取平均值。

1.2.4 微波处理时间的选择 以乙醇-丙酮(体积比为

第一作者简介:高洁(1988-),女,在读硕士,研究方向为果树种质资源。

责任作者:徐小彪(1963-),男,博士,教授,现主要从事果树种质资源与生物技术研究工作。E-mail:xiabiao@hotmai.com。

基金项目:国家自然科学基金资助项目(31160385);科技部国际合作资助项目(2011DFA 31050)。

收稿日期:2012-08-27

2:1)为提取试剂,准确称取1g猕猴桃果肉,加入6mL提取剂,设定微波火力为中高火,提取时间分别为10、15、20、25、30s,测量萃取液在450nm处的吸光值。每处理3次重复,结果取平均值。

1.2.5 料液比的选择 以乙醇-丙酮(体积比为2:1)为提取试剂,准确称取1g猕猴桃果肉,分别设6、9、12、15mL提取剂,设定微波火力中高火,萃取时间20s。测量萃取液在450nm处的吸光值,每处理3次重复,结果取平均值。

1.2.6 微波萃取最佳条件的选择 在单因素试验基础上,分别选取对类胡萝卜素提取影响最大的微波火力、时间(s)、料液比(g/mL)3个因素的3个较优水平,用 $L_9(3^4)$ 正交实验对萃取工艺条件进一步优化(表1)。

表1 微波萃取 $L_9(3^4)$ 正交实验

Table 1 Arrangement of $L_9(3^4)$ orthogonal test of microwave extraction

水平 Level	因素 Factors		
	微波火力 Microwave power(A)	时间 Time(B)/s	料液比 Ratio of sample to solution(C)
1	中低火	15	1:6
2	中火	20	1:9
3	中高火	25	1:12

1.2.7 色价计算 色价(C)= $10 \times A/W$ 。式中:A为最大吸收波长下的吸光值;W为试样重量(g)。

2 结果与分析

2.1 提取溶剂选择结果

由图1可知,试验所用5种提取溶剂中,乙醇-丙酮(2:1)的混合溶剂对猕猴桃类胡萝卜素的提取效果最好,吸光值最高,达0.3613,显著高于其它4种溶剂,石油醚对猕猴桃类胡萝卜素的提取效果最差,吸光值仅为0.059,显著低于其它4种溶剂。乙酸乙酯、丙酮-石油醚(1:1)、丙酮对猕猴桃类胡萝卜素的提取效果居中,且根据方差分析得出乙酸乙酯提取效果显著小于乙醇-丙酮(2:1),但显著大于丙酮-石油醚(1:1),丙酮则显著小于丙酮-石油醚(1:1),而显著大于石油醚。

2.2 乙醇-丙酮浸提液体积比的选择结果

乙醇-丙酮浸提液为混合提取剂,因此其组成成分乙醇和丙酮的体积比对猕猴桃类胡萝卜素的浸提效果有着重要的影响。由图2可知,不同的体积比对猕猴桃类胡萝卜素的浸提效果不一,其中以乙醇:丙酮的体积分数=2:1时,浸提效果最好,吸光值达0.4283,显著高于其它4组比例。体积分数=3:1时虽比1:2时高,二者却处于同一水平无显著差异,且二者均显著高于1:1和4:1,而1:1和4:1处于同一水平无显著差异。由此可见,适宜的乙醇-丙酮体积比对猕猴桃类胡萝卜素的提取有良好的促进作用,过高或过低均会降低类胡萝卜素的提取效果。

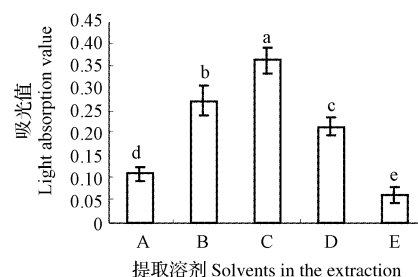


图1 溶剂对猕猴桃类胡萝卜素提取的影响

注:A:乙酸乙酯;B:丙酮/石油醚(1:1);C:乙醇-丙酮(2:1);D:丙酮;E:石油醚。

Fig. 1 Effects of solvents in the extraction of carotenoid from kiwifruit fruits

Note: A: ethyl acetate; B: acetone/sherwood oil (1:1); C: ethanol/acetone (2:1); D: acetone; E: sherwood oil.

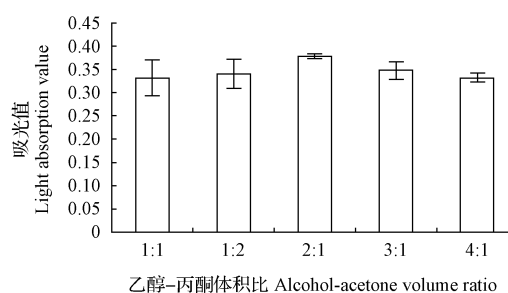


图2 乙醇-丙酮体积比对猕猴桃类胡萝卜素提取的影响

Fig. 2 Effects of alcohol-acetone volume ratio on the extraction of carotenoid from kiwifruit fruits

2.3 微波火力的选择结果

物质的溶解度很大程度上受温度的影响,且在一定范围内随温度的升高,溶解度增大。提取液对类胡萝卜素的浸提实质为类胡萝卜素在提取液中的溶解,因此温度对类胡萝卜素的提取有重要影响。由图3可知,不同火力条件下,猕猴桃类胡萝卜素的提取效果不同,在中高火以前,类胡萝卜素的提取效果随火力的增大而加强,并在中高火时吸光值达到最大,显著高于其它4种火力,之后高火时出现显著低中高火现象,表明中高火为猕猴桃类胡萝卜素最适宜的提取温度。

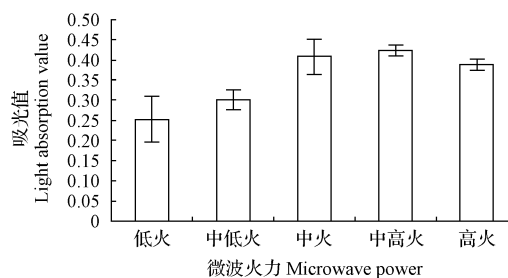


图3 微波火力对猕猴桃类胡萝卜素提取的影响

Fig. 3 Effects of microwave power on the extraction of carotenoid from kiwifruit fruits

2.4 微波处理时间的选择结果

由图4可知,在微波火力中高火,萃取溶剂为乙醇-丙酮体积比为2:1的混合溶剂,料液比为1:6的相同条件下,萃取时间20 s的提取效果显著高于其它萃取时间,10、15、25和30 s之间虽在数值上存在一定差异,但均处于同一水平,无显著差异。其原因可能是10和15 s时间太短,类胡萝卜素不能很快被提取液吸收,而在25和30 s因时间过长,且温度较高导致被吸收的类胡萝卜素降解,因而出现吸光值小于20 s的现象,由此可见,较高的微波温度必须配以适宜的时间才能达到类胡萝卜素提取的最佳效果。

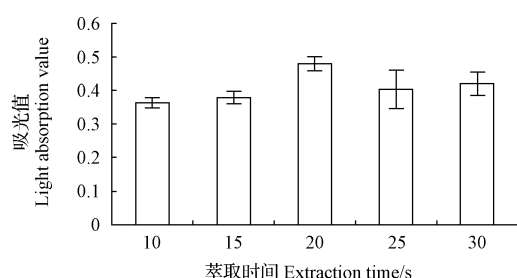


图4 萃取时间对猕猴桃类胡萝卜素提取的影响

Fig. 4 Effects of extraction time on the extraction of carotenoid from kiwifruit fruits

2.5 料液比的选择结果

由图5可知,在微波火力为中高火,萃取溶剂为乙醇-丙酮体积比为2:1的混合溶剂,萃取时间为20 s时,猕猴桃类胡萝卜素的提取效果随提取液体积的增大而降低。其1:6的料液比显著高于1:9、1:12和1:15,但1:12和1:15无显著性差异,且其下降速度明显低于1:6、1:9和1:12之间,表明1:6的料液比足以吸收1 g猕猴桃果肉的类胡萝卜素,之后随提取液体积的增加,反而降低了猕猴桃类胡萝卜素的浓度,因而相应的吸光值也开始降低,且随提取液体积的增加,类胡萝卜素浓度成对数下降,在1:12时达到较大的数量级,因此出现1:12和1:15无显著性差异,且其下降速度较慢的现象。

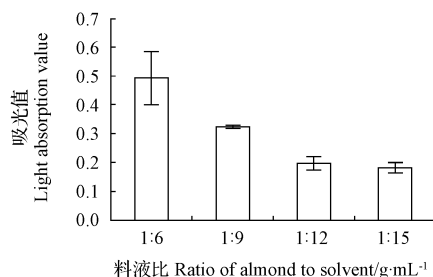


图5 料液比对猕猴桃类胡萝卜素提取的影响

Fig. 5 Effects of ratio of almond to solvent on the extraction of carotenoid from kiwifruit fruits

2.6 微波萃取正交实验结果

在提取试剂一定的情况下,猕猴桃类胡萝卜素的提取效果是微波火力、萃取时间和料液比共同作用的结果,通过上述单因素分析可以看出,3个因素间存在一定的相关性,且三者之间相互影响。为了确定3个指标对猕猴桃类胡萝卜素提取试验的重要性,进一步做正交实验(表2)。

R值为各指标色价的极差值,R值越大该项指标对于试验结果的影响也就越大^[14-15]。从表2可知,料液比(C)R值最大为1.661,微波火力其次,为0.640,萃取时间R值最小为0.231,由此可知,在猕猴桃果肉类胡萝卜素提取试验中,料液比对提取效果的影响最大,微波火力其次,而时间对提取效果的影响最小,因此在试验中应特别注意料液比的选择。

表2 微波萃取正交实验结果

Table 2 Results of orthogonal test of microwave extraction

试验号 NO.	因素 Factors			吸光值 A Light absorption value	色价 Color scale
	微波火力 (A) Microwave power	时间 (B) Time/s	料液比(C) Ratio of sample to solution		
1	1(中低火)	1(15)	1(1:6)	0.3383	3.383
2	1	2(20)	2(1:9)	0.2203	2.203
3	1	3(25)	3(1:12)	0.1887	1.887
4	2(中火)	1	2	0.2750	2.750
5	2	2	3	0.2050	2.050
6	2	3	1	0.3973	3.973
7	3(中高火)	1	3	0.2393	2.393
8	3	2	1	0.3957	3.957
9	3	3	2	0.3043	3.043
K ₁	7.473	8.526	11.310		
K ₂	8.773	8.210	8.910		
K ₃	9.393	8.903	6.330		
k ₁	2.491	2.842	3.771		
k ₂	2.924	2.737	2.970		
k ₃	3.131	2.968	2.110		
R	0.640	0.231	1.661		
主次顺序	C	A	B		
优水平	A ₃	B ₃	C ₁		

k值为不同指标在不同水平下的色价综合值,从表2中的k值可知,微波火力以k₃值(中高火)最大,为3.131;时间以k₃(25 s)的值最大,为2.968;料液比以k₁(1:6)的值最大,为3.771。因此,可以得出最佳工艺条件的组合为A₃B₃C₁,即微波火力中高火,萃取时间为25 s,料液比为1:6,在此条件下色价为4.239。

3 讨论与结论

类胡萝卜素为猕猴桃果肉成色的基础物质之一,其提取的方法包括微波法、传统浸提法等,其中微波法为近年发展起来的一种新工艺,与浸提法^[16-18]相比,微波萃取具有回收率高、选择性好、省时、耗能低、易于控温等特点^[19-21],因此,该试验选择了微波法进行类胡萝卜素的提取。根据类胡萝卜素的化学特性该研究选用了乙酸乙酯等5种有机溶剂为提取试剂进行类胡萝卜素

提取的比较,结果表明乙醇-丙酮(2:1)提取效果最好,这与廖春燕等^[11]、张业辉等^[17]认为石油醚-丙酮对枸杞,三氯甲烷对橘皮类胡萝卜素提取效果最好不同,这也从侧面说明猕猴桃类胡萝卜素种类与枸杞、柑橘等存在差异性。

在确定提取试剂后,该研究采用单因素法分别对提取溶剂比例、微波火力、萃取时间和料液比进行比较,结果表明乙醇-丙酮体积分数=2:1的混合溶剂,微波火力中高火,萃取时间20 s,料液比为1:6为最佳的提取条件。这与陶能国等^[22]研究得出的微波火力中高火,萃取时间20 s为最佳提取条件的结论有一定的相似性。为了确定各单因素在猕猴桃类胡萝卜素提取试验中的权重,该研究采用了正交实验法对各单项指标进行了分析评定,结果表明在猕猴桃果肉类胡萝卜素提取试验中,料液比对提取效果的影响最大,微波火力其次,而时间对提取效果的影响最小,且根据 k 值评价得出微波条件提取猕猴桃果实中类胡萝卜素的最佳工艺条件为,提取溶剂乙醇-丙酮(2:1,v/v)的混合溶剂,火力为中高火,萃取时间25 s,料液比(g/mL)为1:6,在此条件下获得的类胡萝卜素含量最高。

参考文献

- [1] 同延安,陈黎岭,高义民,等.施肥对猕猴桃产量和品质的影响[J].西北农林科技大学学报,2011,39(10):172-176.
- [2] 钱政江,刘亭,王慧,等.采收期和贮藏温度对金艳猕猴桃品质的影响[J].热带亚热带植物学报,2011,19(2):127-134.
- [3] 王光州,韩慧韬,车金鑫,等.不同铁制剂对石灰性土壤条件下猕猴桃缺铁黄化的矫治效果[J].果树学报,2011,28(1):61-65.
- [4] 徐小彪,廖娇,黄春辉,等.基于EST-SSR标记分析猕猴桃种质遗传关系[J].果树学报,2012,29(2):212-216.
- [5] 高小宁,赵志博,黄其玲,等.猕猴桃细菌性溃疡病研究进展[J].果树学报,2012,29(2):262-268.
- [6] 张佳佳,郑小林,励建荣.毛花猕猴桃“华特”果实采后生理和品质变化[J].食品科学,2011,32(8):309-312.
- [7] 李明军,刘军,梁东,等.猕猴桃 GalUR 表达与抗坏血酸积累的关系[J].园艺学报,2011,38(9):1641-1649.
- [8] 刘颖,赵长竹,吴丰魁,等.红肉猕猴桃花色苷组成及浸提研究[J].果树报,2012,29(3):493-497.
- [9] Fraserpd, Bramlrypm. The biosynthesis and nutritional uses of carotenoids[J]. Prog Lipid Res, 2004, 43: 228-265.
- [10] 张金云,武红霞,邢姗姗,等.杠果类胡萝卜素提取条件研究[J].中国南方果树,2010,39(4):14-16,19.
- [11] 廖春燕,唐文龙.微波法提取橘皮中类胡萝卜素的工艺研究[J].安徽农业科学,2009,37(32):15981-15983.
- [12] 熊作明,周春华,陶俊.不同类型枇杷果实着色期间果肉类胡萝卜素含量的变化[J].中国农业科学,2007,40(12):2910-2914.
- [13] 石永福,张才林,黄德智,等.肉制品配方 1800 例[M].北京:中国轻工业出版社,1999.
- [14] 华东理工大学化学系,四川大学化工院.分析化学[M].5版.北京:高等教育出版社,2003.
- [15] 冯叙桥,赵静.食品质量管理学[M].北京:中国轻工业出版社,1995.
- [16] 张春兰.枸杞色素提取工艺的研究[J].山西食品工业,2004(4):10-11.
- [17] 张业辉,张桂,孙卫东,等.枸杞中类胡萝卜素的提取研究[J].中国食品添加剂,1995(2):5-9.
- [18] 冯作山,陈计雷,孙高峰,等.枸杞色素的提取及纯化技术[J].食品与发酵工业,2004,30(12):141-144.
- [19] 李巧玲,陈学武,李琳.微波条件下提取天然色素的研究[J].食品工业科技,2002,23(6):28-31.
- [20] 李巧玲.微波萃取技术在天然食用色素提取上的应用[J].食品科技,2003(10):60-64.
- [21] 张春兰,冯作山.微波法萃取枸杞色素的研究[J].信阳农业高等专科学校学报,2004,14(4):10-11.
- [22] 陶能国,张继红,张妙玲,等.微波法提取枸杞中类胡萝卜素的工艺研究[J].湘潭大学自然科学学报,2008,30(2):48-51,71.

Study on Extracting Conditions of Carotenoid in Kiwifruit by Microwave

GAO Jie, HUANG Chun-hui, QU Xue-yan, GU Qing-qing, XU Xiao-biao
(College of Agronomy, Jiangxi Agricultural University, Nanchang, Jiangxi 330045)

Abstract: Using yellow flesh ‘JinFeng’ kiwifruit as material, the microwave extraction of carotenoid using organic solvent from kiwifruit (*Actinidia chinensis* Planch) fruits was performed. The results showed that the optimization conditions for carotenoid extraction through single factor experiments were as follows: ethanol-acetone mixtures ($\varphi=2:1$), middle high microwave power, 20 s/time, 1:6 of ratio of solid to ethanol solution. Based on the single factor experiment, microwave power, time and ratio of solid to ethanol solution which were the greatest impact on carotenoid extraction were chosen as the factors for orthogonal experiments. The results were indicated by orthogonal experiments that the optimization extraction conditions were 1:6 of ratio of solid to ethanol solution, 25 s, middle high microwave power with ethanol-acetone mixtures ($\varphi=2:1$). Through the range analysis of orthogonal test, the most important factor on carotenoid extraction was ratio of solid to ethanol solution > microwave power > time.

Key words: kiwifruit; carotenoid; extract; microwave method