

溶剂法提取辣椒红色素工艺研究

马 超, 康建军

(甘肃省林业科学研究院, 甘肃 兰州 730000)

摘要: 研究了溶剂法(异丙醇和乙醇)提取辣椒红色素的工艺, 结果表明, 异丙醇对辣椒红色素吸光度的影响程度从大到小依次为提取温度、提取次数、料液比、提取时间, 其提取辣椒红色素的最佳工艺条件为: 提取时间 2 h/次, 料液比 1:15, 提取温度 40 ℃, 提取次数 3 次; 95%乙醇对辣椒红色素吸光度的影响程度从大到小依次为提取时间、提取温度、料液比、提取次数, 其提取辣椒红色素的最佳工艺条件为: 提取时间 3 h/次, 料液比 1:2, 提取温度 70 ℃, 提取次数 1 次。

关键词: 溶剂法; 正交试验; 辣椒红色素; 提取工艺

中图分类号: TS264.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-1463(2015)11-0007-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1463.2015.11.003

Study on Capsicum Red Pigment Extracted by Solvent Method

MA Chao, KANG Jianjun

(Gansu Research Academy of Forestry Science and Technology, Lanzhou Gansu 730000, China)

Abstract: The organic solvent (isopropanol and ethanol compared) extraction technology of capsanthin is studied. The optimum conditions obtained by orthogonal tests are using isopropanol and ethanol as solvent. The result shows that the impact factors of capsanthin absorbance under isopropanol is extraction temperature>extraction time>extraction times>solid to liquid ratio, and the best extraction conditions ($A_2B_2C_1D_3$) are found that the extraction time is every 2 hours, the ratio of solid to solution is 1:15, the extraction temperature is 30 ℃ and the extraction time is every 3 hours; the impact factors of capsanthin absorbance under ethanol is extraction time>extraction temperature> solid to liquid ratio>extraction times, and the best extraction conditions are found that the extraction time is 3h, the ratio of solid to solution is 1:2, the extraction temperature is 70 ℃ and the extraction time is 1.

Key words: Solvent method; Orthogonal tests; Capsanthin; Extraction technique

食用色素是食品工业中不可缺少的原料, 由于合成食用色素的毒性不断被发现, 人们对食品的要求不再仅限于色香味, 安全性已成为备受关注的问题, 天然色素因安全无毒并具有保健作用深受消费者欢迎^[1-2]。辣椒红色素(capsanthin)别名辣椒红、辣椒色素等, 是一种色价高的天然类胡萝卜素, 广泛存在于成熟红辣椒中的四萜类天然色素, 系多种成分的混合物^[3-4]。辣椒红色素属于类胡萝卜素, 是维生素 A 的前体, 不仅色泽鲜艳, 色价高, 着色力强, 保色效果好, 可以延长仿真食品的货价期^[5], 而且安全性极高, 具有营养保健和抗癌功能, 对人体健康起着重要作用, 被广泛应用于食品、医药、化妆品以及儿童玩具等工业产品的着色过程^[6-7]。辣椒红素是目前国际上销量最大的天然色素, 每年的需求量约为 8 000 t, 已被世界卫生组织列为 A 类食用色素, 国际市

场潜力非常大^[8-9]。我国辣椒资源丰富, 种类繁多, 早在“七五”期间辣椒红色素就被列为重点发展的四大天然色素之一^[10]。从红辣椒中提取辣椒红色素不仅可以为我们提供优质安全的天然色素, 还可以使红辣椒资源得到进一步的开发和利用, 从而为农民增收创造更好的条件^[11]。目前, 国内外辣椒红色素的提取方法有油溶法、超临界 CO₂ 流体萃取法、有机溶剂法、微波、超声波辅助提取及酶提取法^[12]。油溶法由于油与色素分离困难, 难以得到浓稠的色素; 超临界 CO₂ 萃取法由于其设备属于三类耐压容器, 受处理量的限制, 产量低、工业开发难度较大。微波、超声波辅助提取法设备的一次性投资较大, 溶剂提取法是目前使用最多的提取方法^[12-13]。我们对有机溶剂异丙醇和乙醇提取辣椒红色素进行了研究, 以期寻求合适的辣椒红色素提取工艺及工艺的优化参数, 为

收稿日期: 2015-05-14

基金项目: 国家自然科学基金项目(31360086)资助

作者简介: 马超(1988—), 男, 甘肃岷县人, 助理工程师, 主要从事天然产物的提取及纯化的研究工作。联系电话: (01)18693163496。Email: kangjj07@lzu.edu.cn

辣椒红色素的深加工提供依据。

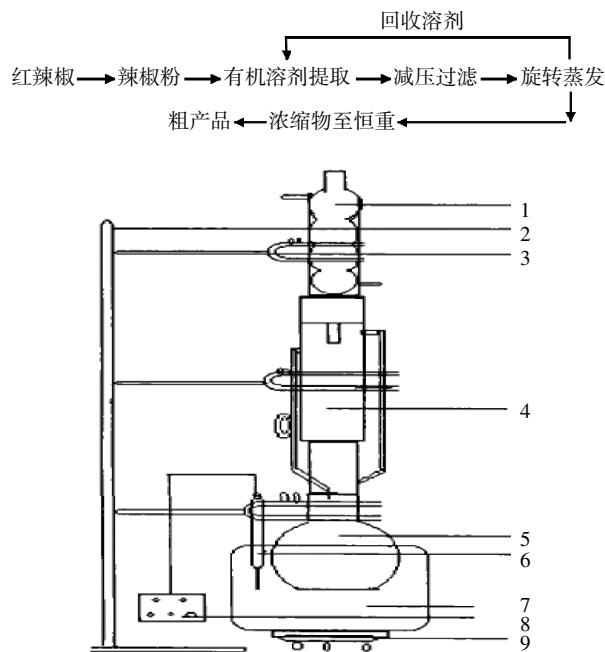
1 材料与方法

1.1 材料与仪器

红辣椒去籽烘干, 粉碎过 0.118 mm 筛, 贮于棕色瓶中备用。实验用水为去离子水, 15% 氢氧化钠溶液、丙酮、异丙醇和乙醇均为分析纯, 北京化工厂生产。供试仪器有 JY96-II 超声波细胞粉碎机、SP-2100 型紫外可见分光光度计、BS2005-WF1 型电子分析天平、循环水式多用真空泵、RE-52A 旋转蒸发器、DHG-9145A 型电热恒温鼓风干燥箱、电热恒温水浴锅、回流装置和冷流装置各 1 套。

1.2 试验方法

1.2.1 提取方法及装置 采用有机溶剂(异丙醇和乙醇对比)提取辣椒红素。称取一定质量的辣椒粉, 在一定温度下用有机溶剂异丙醇和乙醇提取一定时间, 旋转蒸发浓缩提取液, 回收有机溶剂, 然后将浓缩物置真空干燥箱中至恒质量, 得到辣椒红素粗产品。实验工艺流程如下, 提取装置示意图 1。



1 为球型冷凝管, 2 为铁架台, 3 为铁火, 4 为索氏提取器, 5 为 250m 平底烧瓶, 6 为贝克曼温度计, 7 为水浴锅, 8 为 6402 型电子管继电器, 9 为 600W 的电炉。

图 1 辣椒红素提取装置示意

1.2.2 分析方法 准确称取一定质量的试样, 精确至 0.000 2 g, 用丙酮稀释一定倍数, 用分光光度计于 460 nm 波长处, 以丙酮作参比液, 于 1 cm 比色皿中测定其吸光度^[12]。在一定的稀释倍数下,

吸光度与辣椒红素的含量成正比。

$$\text{辣椒红素色价: } E_{cm}^{1\%}(460 \text{ nm}) = \frac{Af}{m} \times \frac{1}{100}$$

$E_{cm}^{1\%}$ 为被测试样 1%, 1 cm 比色皿在最大吸收峰 460 nm 处的吸光度; A 为实测试样的吸光度; f 为稀释倍数; m 为试样质量 g。

辣椒红素产量 = 提取所得辣椒红素的重量 / 提取所用辣椒的质量

1.2.3 实验设计 设计提取时间(A)、料液比(B)、提取温度(C)、提取次数(D)4个因素的单因素实验, 再根据单因素实验选择的因素水平结果设计正交实验。

2 结果与分析

2.1 单因素对辣椒红素提取的影响

2.1.1 辣椒红素吸光度与波长 在相同温度下, 分别采用相同体积的丙酮、95%乙醇和异丙醇回流提取一定质量的辣椒粉, 提取一定时间后, 抽取 1 mL 提取液, 蒸干后分别用丙酮稀释 15 倍, 用丙酮作参比液, 用分光光度计测定最大吸收峰。从图 2 可以看出, 丙酮在 460 nm 处有最大吸光值 0.898, 乙醇在 450 nm 处有最大吸光值 0.459, 与文献一致^[14]; 而异丙醇在 475 nm 处有最大吸光度 0.752。根据朗伯—比尔定律, 吸光值与提取液中辣椒红素含量成正比, 吸光值越大辣椒红素含量越高。

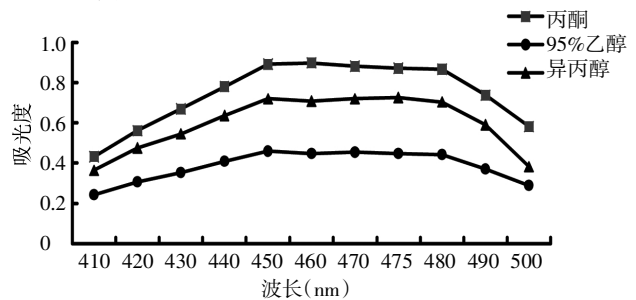


图 2 辣椒红吸光度随波长变化曲线

2.1.2 提取时间对辣椒红素吸光度的影响 在相同温度下, 分别采用相同体积的 95%乙醇和异丙醇回流提取, 每隔 0.5 h 抽取 1 mL 提取液, 蒸干后分别用丙酮稀释 15 倍, 在最大吸收波长 460 nm 测其吸光度。从图 3 可以看出, 提取液的吸光度随着时间的增大而增大, 并且曲线的斜率随着时间的延长而减小, 最终在提取 3 h 时吸光度趋于稳定。这是因为色素存在于辣椒果皮纤维组织之内, 提取时如果采用较小粒径的辣椒粉, 则起始时表面色素溶解, 提取液的吸光度变化较快, 当表层色素溶解完后, 在浓度梯度的推动下, 位于纤维

组织内的色素开始向外扩散，此时，吸光度的变化趋于平缓，最终浓度梯度消失，提取液吸光度达到一稳定值^[15]。因此，提取过程中应采用粒径较小的辣椒粉，同时应提高温度加快色素的溶出，并且多次提取加大浓度梯度。

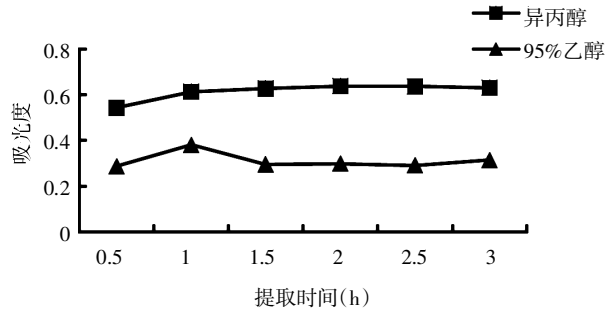


图 3 提取时间对辣椒红色素吸光度影响

2.1.3 料液比对乙醇和异丙醇提取辣椒红色素的影响 由图 4 可知，随着料液比增大，提取液中辣椒红色素的百分含量增大。这是由于料液比低时，部分辣椒红素未溶解在溶剂中，导致提取率较低，随料液比升高，提取率呈上升趋势。以 95%乙醇为提取液，在料液比为 1 : 9 时提取率达到最高；以异丙醇为提取液，在料液比为 1 : 20 时提取率达到最高。

2.1.4 温度对乙醇和异丙醇提取辣椒红色素的影响 由图 5 得知，随着温度升高，95%乙醇提取辣椒红色素含量增大，从 60 ℃起红色素趋于稳定；

考虑到高温条件下红色素不稳定，本实验选取 50 ℃、60 ℃和 70 ℃作为正交试验的温度水平；随着温度升高，异丙醇提取辣椒红色素含量增大，从 50 ℃起红色素趋于稳定；考虑高温条件下红色素不稳定，本实验选取 40 ℃、50 ℃、60 ℃作为正交试验的温度水平。

2.2 正交实验

根据单因素实验选择的因素水平结果(表1)设计 L₉(3⁴)正交实验。从正交试验结果(表2)可知，以异丙醇为提取液时，提取时间(A)、料液比(B)、提取温度(C)、提取次数(D)对辣椒红色素吸光度的影响程度从大到小依次为 C、D、B、A。并分析得出异丙醇提取辣椒红色素的最佳工艺条件为：A₂B₂C₁D₃，即提取时间 2.0 h/ 次，料液比 1 : 15，提取温度 40 ℃，提取次数 3 次。以 95%乙醇为提取液时，提取时间(A)、料液比(B)、提取温度

表 1 正交试验因素水平

提取液	水平	因素			
		A 提取时间 (h)	B 料液比	C 提取温度 (℃)	D 提取次数 (次)
异丙醇	1	1.5	1 : 10	40	1
	2	2.0	1 : 15	50	2
	3	2.5	1 : 20	60	3
95%乙醇	1	1.0	1 : 2	50	1
	2	2.0	1 : 3	60	2
	3	3.0	1 : 4	70	3

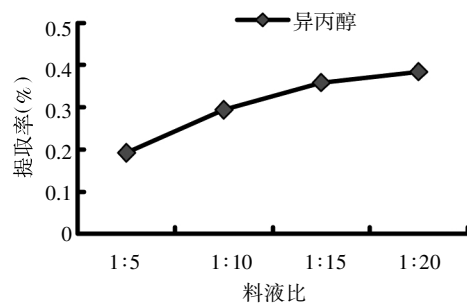
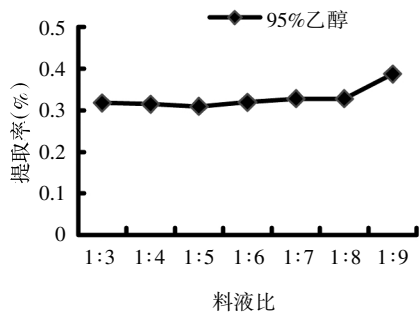


图 4 料液比对辣椒红色素提取的影响

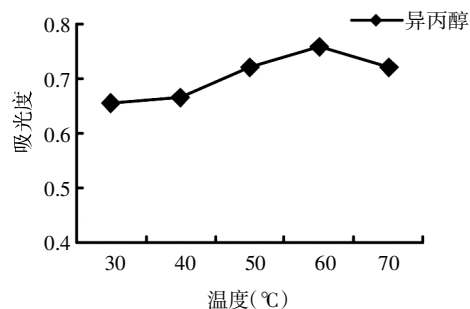
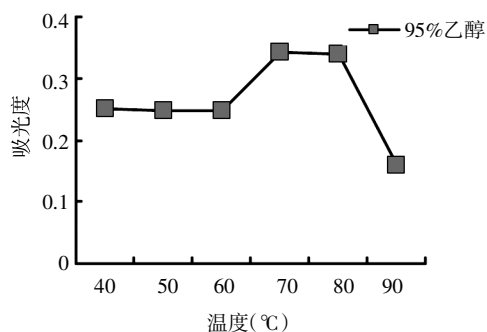


图 5 不同温度对辣椒红色素提取的影响

表 2 正交实验的设计、结果及分析计算

提取液	试验号	因素				吸光度
		A	B	C	D	
异丙醇	1	1	1	1	1	0.649
	2	1	2	2	2	0.594
	3	1	3	3	3	0.361
	4	2	1	2	3	0.536
	5	2	2	3	1	0.351
	6	2	3	1	2	0.734
	7	3	1	3	2	0.347
	8	3	2	1	3	0.736
	9	3	3	2	1	0.530
	K1	0.550	0.511	0.706	0.510	
	K2	0.540	0.545	0.538	0.543	
	K3	0.538	0.542	0.353	0.544	
	R	0.012	0.034	0.353	0.034	
95%乙醇	1	1	1	1	1	0.322
	2	1	2	2	2	0.277
	3	1	3	3	3	0.328
	4	2	1	2	3	0.367
	5	2	2	3	1	0.354
	6	2	3	1	2	0.281
	7	3	1	3	2	0.592
	8	3	2	1	3	0.442
	9	3	3	2	1	0.486
	K1	0.309	0.427	0.348	0.387	
	K2	0.334	0.358	0.377	0.383	
	K3	0.507	0.365	0.425	0.379	
	R	0.198	0.069	0.077	0.008	

(C)、提取次数(D)对辣椒红色素吸光度的影响程度从大到小依次为 A、C、B、D。分析得出 95%乙醇提取辣椒红色素的最佳工艺条件为： $A_3B_1C_3D_1$ ，即提取时间 3.0 h/次，料液比 1:2，提取温度 70℃，提取次数 1 次。

3 小结与讨论

1) 异丙醇和 95%乙醇提取的辣椒红色素的最大吸收波长分别为 450 nm 和 475 nm，其最大吸收值分别为 0.459 和 0.752。

2) 在单因素试验的基础上，通过正交实验对 95%乙醇和异丙醇提取辣椒红色素的工艺条件进行优化，异丙醇对辣椒红色素吸光度的影响程度从大到小依次为：提取温度、提取次数、料液比、提取时间。其提取辣椒红色素的最佳工艺条件为：提取时间 2.0 h/次，料液比 1:15，提取温度 40℃，提取次数 3 次。95%乙醇对辣椒红色素吸光度的影响程度从大到小依次为：提取时间、提取温度、料液比、提取次数。其提取辣椒红色素的最好条件为：提取时间 3.0 h/次，料液比 1:2，提取温度 70℃，提取次数 1 次。

3) 辣椒果皮含有 0.2%~0.5%的胡萝卜色烯类色素，其中辣椒红素和辣椒玉红素占总量的 50%~60%^[14]。辣椒红素安全无毒，红色素颜色鲜艳，色调多样，广泛应用于医药、食品饮料及高级化

妆品等中，着色力强^[15]。研究表明，将乙醇以 1:15 溶解后，加量为 1:5 000 时呈红色，1:8 000 时呈桔红色，1:12 000 时呈黄色^[16-17]，该色素是脂溶性的，使用时须采用乳化方式使其均匀分布，由于辣椒红色素对人体无任何副作用，可用于冷饮产品中，具有很重要的生产价值^[18]。张志强等研究已经证明辣椒色素耐酸耐碱，辣椒色素不溶于酸也不溶于碱^[19]。利用这一性质，辣椒可以用碱预处理去除脂肪酸、有机酸、多酚类等含有酸基和羟基的杂质，达到可提高辣椒色素的色价的目的。还有研究认为，碱液的预处理不仅可以增大辣椒果皮细胞的破碎程度，提高辣椒色素的得率，而且在实验过程中，游离脂肪酸、生物碱类等都能较好地分离去除，特别是辣椒素的去除，使色素产品色价提高、纯度增大^[20]。

4) 全国已有的 20 多家企业生产辣椒红色素，但生产能力和技术含量有待进一步提高。如沿用传统的有机溶剂提取工艺，产品有机溶剂和重金属超标、脱辣不彻底、青臭味严重，与国外同类产品相比质量差、缺乏竞争优势。为了解决上述问题，科技工作者要不断改进和提高辣椒红色素的提取手段和分析方法，探索出一套合理的辣椒红素国标检测方法，促进辣椒红色素的生产商品化、规模化。

参考文献:

- [1] 张蕾生, 庞杰, 徐秋兰, 等. 辣椒红色素的研究进展[J]. 辣椒杂志, 2003(2): 37-41.
- [2] 邱建生, 张彦雄. 世界辣椒红色素的历史现状及发展趋势[J]. 中国食品添加剂, 2003(6): 3-10.
- [3] JEANA GROSS. Pigments in fruits[M]. Boston Sydney Tokyo Toronto: Academic Press, 1987: 126.
- [4] 丁来欣, 陈里. 薄层色谱法分离测定辣椒红色素中的辣椒红[J]. 色谱, 1995, 13(4): 295-296.
- [5] 杨博智, 谢达平, 张竹青. 辣椒红色素的提取方法和应用[J]. 辣椒杂志, 2007(2): 26-29.
- [6] 郭锡泽. 抗癌食物有效成分及提取方法[J]. 中国食品与畜产科学, 2002(2): 79-84.
- [7] DE AMIT, KRISH-NA, AGARWAI, et al. Inhibition by capsaicin against cyclophosphamide-induced clastogenicity and DNA damage in mice[J]. Mutat Res, 1995, 335(3): 253-258.
- [8] 吴永兰. 甜椒红色素的提取及性质的研究[J]. 精细化工中间体, 2005, 35(1): 62-65.
- [9] PEREZ G A, J AREN G M, MLNGUEZ M I. Impact of the increased thermal processing on retention equivalent values of paprika oleoresins[J]. Journal of Food Engineering, 2005, 71: 379-385.
- [10] 张继民, 胡林华. 辣椒色素提取工艺及稳定性[J]. 安徽机电学院学报, 1999, 14(1): 21-25.

党参新品种渭党3号选育报告

汪淑霞¹, 宋振华²

(1. 甘肃省定西市农业科学研究所, 甘肃 定西 743000; 2. 甘肃省定西市农业技术推广站, 甘肃定西 743000)

摘要: 党参新品种渭党3号是利用不同能区的100 ueV/u ¹⁴N重离子束, 在剂量率1×10¹⁶ N⁺/cm²下对党参品种渭党1号进行辐照处理, 按辐照诱变育种程序选育而成。该品种在区域试验中平均鲜根产量6 090.0 kg/hm², 较对照品种渭党1号增产14.7%; 特等和一等品出成率平均44.5%, 总灰分3.9%, 浸出物64.7%。质量显著优于2010版《中华人民共和国药典》标准。耐寒性较强, 较抗根腐病, 平均田间发病率8.56%, 病情指数3.61%, 较对照品种渭党1号分别降低4.27和1.34个百分点。适宜在海拔1 900~2 400 m, 年降水量450~550 mm的半干旱及高寒阴湿区种植。

关键词: 党参新品种; 渭党3号; 重离子辐照; 选育

中图分类号: S567.5 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-1463(2015)11-0011-03

doi: 10.3969/j.issn.1001-1463.2015.11.004

Breeding Report of A New *Codonopsis pilosula* Variety Weidang 3

WANG Shuxia¹, SONG Zhenhua²

(1. Dingxi Institute of Agricultural Science, Dingxi Gansu 743000, China; 2. Dingxi Agricultural Technology Extension Station, Dingxi Gansu 743000, China)

Abstract: Weidang 3 is a new *Codonopsis pilosula* variety, using the different energy regions of 100 ueV/u ¹⁴N the heavy ion beam, the Weidang 1 is preirradiation process at a dose rate 1 × 10¹⁶ N⁺/cm², according to the irradiation induced breeding program, the new *Codonopsis pilosula* variety is selected. The average yield of the varietie fresh root is 6 090 kg/hm² and 14.7% higher than of the check variety Weidang 1 in the regional test, the principal and first-class root extractions rate is 44.5%. Total ash is 3.9%, extract is 64.7%. The quality is significantly better than the 2010 edition of the *Pharmacopoeia of the people's Republic of China*. The result shows that the cold resistant sex is stronger, and resistance to root rot, average field incidence ratio is 8.56%, disease index is 3.61%, 4.27 and 1.34 percent higher than of the check variety Weidang 1. It is suitable to be grown in annual precipitation is 450 ~ 550 mm at an altitude of 1 900 ~ 2 400 m, in semi-arid and high cold and shade moisture region.

Key words: *Codonopsis pilosula* variety; Weidang 3; Heavy ion irradiation; Breeding

党参 [*Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.] 属 桔梗科多年生草本植物, 是著名常用药材之一^[1-3]。

收稿日期: 2015-06-01

基金项目: 甘肃省中药材产业科技攻关项目(GYC09-10)

作者简介: 汪淑霞(1964—), 女, 甘肃陇西人, 农艺师, 主要从事中药材新品种选育及推广工作。联系电话: (0)18993231661。E-mail: 281984956@qq.com

通讯作者: 宋振华(1982—), 男, 甘肃定西人, 硕士, 主要从事中药材优质高效栽培技术研究及推广工作, 联系电话: (0)18993208091。

- [11] 罗金岳, 安鑫南. 植物精油和天然色素加工工艺[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 293-296.
- [12] 方樟彩, 徐国华, 钱超, 等. 辣椒红色素制备新工艺研究[J]. 高校化学工程学报, 2012, 26(1): 105-111.
- [13] 黄启强. 辣椒红色素提取技术的研究[J]. 广州食品工业科技, 2004, 20(4): 15-18.
- [14] 中华人民共和国国内贸易部食品检测科学研究所. GB10783-1996 食品添加剂辣椒红[S]. 北京: 中国标准出版社, 1996.
- [15] 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.
- [16] 吴明光, 钟灿兴, 洪居端, 等. 胡萝卜色烯类色素的分离和稳定性研究[J]. 食品工业, 1995(3): 8-11.
- [17] 江英, 武占省, 田丽萍. 辣椒红色素提取与检测方法的研究进展[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(3): 27-31.
- [18] 杨本宏. 辣椒红色素稳定性研究[J]. 生物学杂志, 1997(2): 20-22.
- [19] 张志强, 江英, 田丽萍. 辣椒红色素的稳定性及在食品中的应用研究[J]. 中国调味品, 2006, 32(4): 32.
- [20] 郑惠华, 陈惠, 张志才. 辣椒色素提取工艺条件的研究[J]. 药物生物技术, 2008, 15(6): 485-488.

(本文责编: 陈珩)