

酶-超声波联用提取蓝靛果果渣中 花色苷的研究

赵玉红¹, 张立钢², 苗雨¹

(1. 东北林业大学林学院, 黑龙江哈尔滨 150040; 2. 东北农业大学食品学院, 黑龙江哈尔滨 150030)

摘要: 为提高花色苷提取率, 利用生物酶和超声波萃取技术提取蓝靛果果渣中花色苷, 对提取效果进行比较。通过单因素和正交实验, 确定了提取蓝靛果果渣花色苷超声波法的最佳工艺条件为: 温度为 35℃, 时间为 30min, 固液比为 1:30, 功率为 400W。比较了酶和超声波萃取技术对蓝靛果果渣中花色苷提取效果的影响, 得出酶-超声波联用时蓝靛果花色苷的得率为 43.04%, 比酶解法提取花色苷提高 5.12%, 比超声波萃取法提取花色苷提高 17.44%。

关键词: 蓝靛果果渣, 花色苷, 生物酶, 超声波萃取

Study on technology of enzyme-supersonic extraction of *Lonicera caerulea* L. fruit residue anthocyanins

ZHAO Yu-hong¹, ZHANG Li-gang², MIAO Yu¹

(1. Forestry College, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China;

(2. Food College, Northeast Agricultural University, Harbin 150030, China)

Abstract: In order to increase the yield of anthocyanins, the technology of biologic enzyme and supersonic extracting were used to compare the effect of anthocyanins from *Lonicera caerulea* L. fruit residue. The single factors and orthogonal design were done to study the best range of extracting anthocyanins with supersonic technology. The effects of extracting anthocyanins with enzyme and supersonic extracting were compared. The results showed that the optimum conditions were: temperature 35℃, time 30min, rate of solid and liquid 1:30, power 400W. At last, the results were: the yield of anthocyanins with enzyme-supersonic technology was 43.04%. The yield of anthocyanins was 5.12% higher than that of enzyme method and 17.44% higher than that of supersonic extracting.

Key words: *Lonicera caerulea* L. fruit residue; anthocyanin; biologic enzyme; supersonic extracting

中图分类号: TS255.36

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2008)08-0183-03

花色苷是一种重要的天然食用色素, 蓝靛果果渣中含有丰富的花色苷。但由于果渣中含有大量的纤维素、果胶等物质, 花色苷分布其中, 难以溶出, 需采用适当办法使纤维素断裂, 使花色苷得以释放。超声波是一种弹性波, 它能产生并传递强大的能量, 大能量的超声波作用在液体里, 在振动处于稀疏状态时, 超声波在植物组织细胞里比电磁波穿透更深,

停留时间也更长, 使液体被击成很多的小空穴, 这些小空穴一瞬间就闭合, 闭合时产生高达 3000MPa 的瞬间压力, 即产生空化作用, 使植物细胞破裂。此外, 超声波还具有机械振动、乳化扩散、击碎等多级效应, 有利于植物中有效成分的转移、扩散及提取。同时选用合适的酶可以较温和地将植物组织分解, 加速有效成分的释放, 从而提高提取率。为了开发利用蓝靛果这一天然色素资源, 提高资源利用率, 本研究采用酶-超声波联用提取蓝靛果果渣中花色苷, 对提取过程中的各项因素进行研究, 为其产品精深加工提供了必要的理论依据。

1 材料与方法

收稿日期: 2007-12-24

作者简介: 赵玉红 (1968-), 女, 副教授, 研究方向: 食品深加工及综合利用。

基金项目: 东北林业大学横向联合课题; 2007 年国家林业局林业科技成果推广项目。

术[J]. 广西农业科学, 2003, (4): 79~80.

[9] 李文金, 杨普香. 袋泡茶包装和容重对品质成分浸出的影响[J]. 茶叶机械杂志, 2001(12): 15~16.

[10] 龚淑英, 顾志蕾. 袋泡茶质量评判方法[J]. 中国茶叶加工, 1997(3): 42~44.

[11] 黄儒强, 邓卫文, 伍静莲. 山稔子中总黄酮含量的测定及其黄酮种类的鉴别[J]. 食品科学, 2006(10): 755~758.

[12] 黄晓钰, 刘邻涓. 食品化学综合实验[M]. 北京: 中国农业出版社, 2002. 165~166.

1.1 材料与仪器

蓝靛果果渣 来自吉林省延吉市延边芳草特产开发有限公司;纤维素酶,果胶酶。

平板膜,722 型分光光度计,RE-52A 旋转蒸发器,JY99-2D 超声波细胞粉碎仪,DHG-9240 型电热恒温鼓风干燥箱,S-3L 雷磁精密 pH 计,ALC-110 电子天平。

1.2 实验方法

1.2.1 酶法提取蓝靛果果渣花色苷的工艺流程及操作要点

1.2.1.1 工艺流程 蓝靛果果渣→干燥→粉碎→水浸→调 pH→加酶→酶解反应→灭酶→抽滤→平板膜透滤→旋转蒸发仪浓缩→冷冻干燥→花色苷成品

1.2.1.2 操作要点 取蓝靛果果渣 50℃ 鼓风干燥箱干燥 24h,过 40 目筛,得果渣粉待用。取干燥后的蓝靛果果渣粉与蒸馏水混合,分别在不同的 pH、加酶量、温度、固液比、时间条件下,进行恒温酶解,加酶时加入纤维素酶、果胶酶。将提取液进行精滤,然后用平板膜透滤,所得滤液浓缩至 50mL 后,进行真空冻干干燥,得蓝靛果花色苷纯品。将蓝靛果花色苷成品稀释至 100mL。pH 调整到 7,用 722 分光光度计测其光密度吸收值,与蓝靛果色素含量光密度标准曲线对比,得出提取率。

1.2.2 超声波法提取蓝靛果果渣花色苷的工艺流程及操作要点

1.2.2.1 工艺流程 蓝靛果果渣粉→水浸→超声波处理→抽滤→平板膜透滤→旋转蒸发仪浓缩→冷冻干燥→花色苷成品

1.2.2.2 操作要点 取干燥后的蓝靛果果渣 1g 与一定比例的蒸馏水混合,分别在不同的温度、功率、时间及固液比条件下进行超声波处理,过滤后浓缩,进行冷冻干燥得蓝靛果花色苷纯品。用 722 分光光度计测其光密度吸收值,与蓝靛果色素含量光密度标准曲线对比,得出提取率。

1.2.3 酶法-超声波法联用提取蓝靛果果渣花色苷的工艺流程及操作要点

1.2.3.1 工艺流程 蓝靛果果渣粉→水浸→调 pH→加酶→酶解反应→灭酶→超声波处理→抽滤→平板膜透滤→旋转蒸发仪浓缩→冷冻干燥→花色苷成品

1.2.3.2 操作要点 取干燥后的蓝靛果果渣粉 1g 与一定比例的蒸馏水混合,在优化后的酶解最适条件下将其酶解,在超声波萃取的最佳条件下进行超声波处理,用平板膜抽滤将大分子物质进行截留,小分子物质透过得以微纯花色苷,将纯化后的花色苷溶液浓缩后进行冷冻干燥,得花色苷成品。

2 结果与讨论

2.1 酶法提取蓝靛果果渣中花色苷的研究

在以前的研究中,我们已经对纤维素酶和果胶酶双酶法对蓝靛果果渣中花色苷提取的最佳工艺条件进行了研究,确定了蓝靛果果渣花色苷酶法提取的最佳工艺条件为:先采用纤维素酶降解:温度为 30℃,时间为 120min,固液比为 1:8,酶用量为 10mg/g, pH 为 4.5;然后用果胶酶降解:温度为 50℃,时间为

120min,固液比为 1:6,酶用量为 8mg/g, pH 为 4.0。这种条件下花色苷提取率最高,结果如图 1 所示。

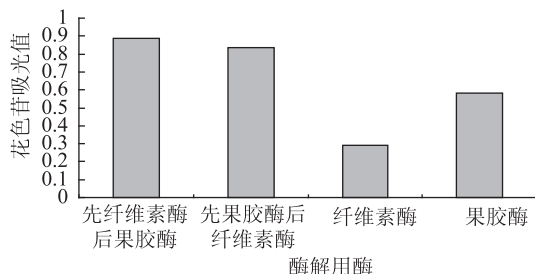


图 1 不同条件下花色苷提取效果的比较

2.2 超声波萃取对花色苷提取效果的影响

2.2.1 超声温度对花色苷提取效果的影响 考察固液比、功率、超声时间一定的条件下,温度对花色苷提取的影响,结果如图 2 所示。

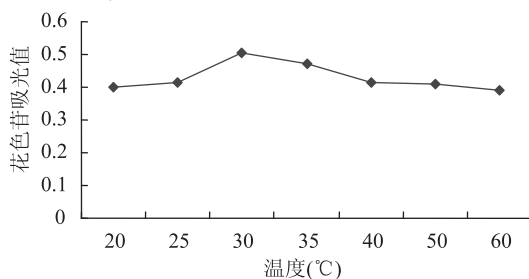


图 2 超声温度对花色苷提取效果的影响

从图 2 可以看出,在固液比、功率、时间一定的条件下,吸光度先随温度的升高而升高,在 30℃ 时达到最高,此后随着温度的升高吸光度反而降低。这主要是由于超声波的空化作用本身会在局部产生高温高压,若提取环境的温度又较高,则会加剧原花色苷的分解,因此吸光度反而会下降。

2.2.2 超声时间对花色苷提取效果的影响 考察固液比、功率、温度一定的条件下,超声时间对花色苷提取的影响,结果如图 3 所示。

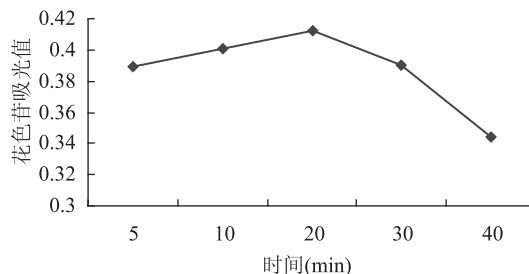


图 3 超声时间对花色苷提取效果的影响

从图 3 可以看出,在固液比、功率、温度一定的条件下,花色苷吸光度随着提取时间的延长而增大,在 20min 时达到最大值,当超过 20min 时,吸光度又会下降。主要是因为超声时间较短时,花色苷不易溶出,超声时间过长,花色苷则会因长时间受热而发生分解,从而使吸光度下降,不利于花色苷的提取。

2.2.3 功率的影响 考察固液比、超声时间、温度一定的条件下,功率对花色苷提取的影响,结果如图 4 所示。

从图 4 可以看出,在固液比、超声时间、温度一定的条件下,花色苷吸光度先随着功率的增大而增大,在 300W 时达到最大值,随后功率增大,吸光度反

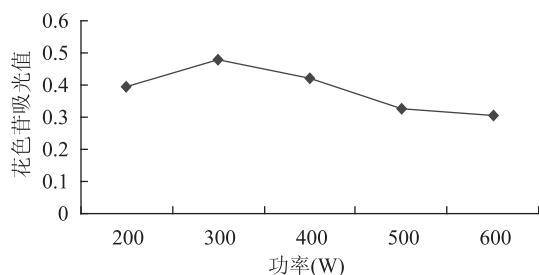


图4 超声功率对花色苷提取效果的影响

而降低。主要是因为功率太小,细胞破碎不完全,花色苷释放不完全;而功率太大时,会在提取时间内产生并聚集大量的热量,破坏花色苷的结构,使花色苷受热分解,吸光度降低,不利于花色苷的提取。

2.2.4 固液比的影响 考察功率、超声时间、温度一定的条件下,固液比对花色苷提取的影响,结果如图5所示。

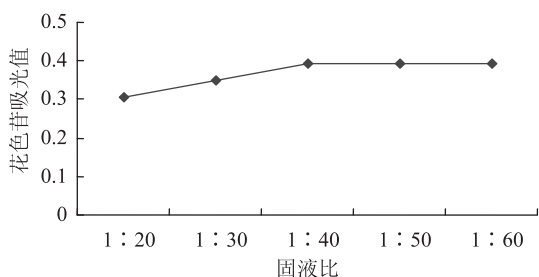


图5 固液比对花色苷提取效果的影响

从图5可以看出,在功率、超声时间、温度一定的条件下,花色苷吸光度先随固液比的增加而增大,在固液比为1:40时达到最大值,此后随着固液比的增加吸光度变化不明显。因溶剂用量达到一定程度时,原花色苷已基本全部溶出,再增加溶剂用量,不但提取率变化不大,还会浪费原料并给后续工作增加困难。

2.2.5 超声波提取条件的优化 根据单因素实验结果,选取温度、固液比、功率及超声时间为考察因素,以花色苷吸光值为指标,按 $L_9(3^4)$ 正交表对超声波提取花色苷条件进行优化,结果如表1所示。

表1 超声波萃取正交实验设计与结果分析

实验号	因素				花色苷吸光值
	A 温度 (°C)	B 时间 (min)	C 固液比	D 功率 (W)	
1	1(25)	1(10)	1(1:30)	1(200)	0.338
2	1	2(20)	2(1:40)	2(300)	0.417
3	1	3(30)	3(1:50)	3(400)	0.585
4	2(30)	1	2	3	0.486
5	2	2	3	1	0.258
6	2	3	1	2	0.559
7	3(35)	1	3	2	0.333
8	3	2	1	3	0.578
9	3	3	2	1	0.526
K_1	1.340	1.157	1.475	1.122	
K_2	1.303	1.253	1.429	1.309	
K_3	1.437	1.670	1.176	1.649	
k_1	0.447	0.386	0.492	0.374	
k_2	0.434	0.418	0.476	0.433	
k_3	0.479	0.557	0.392	0.550	
R	0.045	0.171	0.100	0.176	

从正交实验结果分析可知,各因素对花色苷吸光值的影响大小顺序为: $D > B > C > A$,最佳工艺条件为 $A_3B_3C_1D_3$,即超声波提取花色苷的温度为 35°C ,超声时间为 30min ,固液比为 $1:30$,功率为 400W 。

2.2.6 酶-超声波联用提取蓝靛果果渣中花色苷的研究 酶-超声波联用提取蓝靛果果渣中花色苷是先采用双酶水解,即纤维素酶和果胶酶在其最佳工艺条件下对蓝靛果果渣进行降解,然后在超声波最佳作用条件下萃取花色苷。分别计算出纤维素酶和果胶酶双酶酶解法、超声波提取法、双酶解-超声波联用提取花色苷的提取率,结果如图6所示。

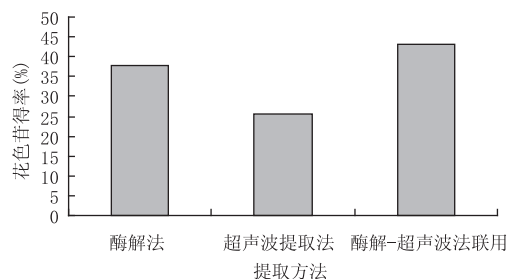


图6 不同提取方法花色苷得率比较

由图6可知,双酶酶解法提取花色苷得率为 37.92% ,超声波提取法提取花色苷的得率为 25.60% ,酶法-超声波法联用提取花色苷的得率为 43.04% 。可由此得出酶法-超声波法联用提取花色苷的效果最好,得率比酶解法提高 5.12% ,比超声波提取法提高 17.44% 。

3 结论

本文比较了酶法提取、超声波萃取及酶-超声波联用提取蓝靛果果渣花色苷,得出以下结论:

3.1 通过单因素和正交实验,确定了提取蓝靛果果渣花色苷超声波法的最佳工艺条件为:温度为 35°C ,时间为 30min ,固液比为 $1:30$,功率为 400W 。

3.2 酶法提取花色苷得率为 37.92% ,超声波提取法提取花色苷的得率为 25.60% ,酶-超声波联用提取花色苷的得率可达 43.04% 。由此可得出酶法-超声波法联用提取花色苷的效果最好,花色苷得率比酶解法提高 5.12% ,比超声波提取法提高 17.44% 。

参考文献:

[1] 车振明,朱秀灵,万国福,王燕. 酶处理对胡萝卜汁中 β -胡萝卜素含量的影响[J]. 食品工业科技,2005,24(9): 93~95.
 [2] 刘钟栋. 食品添加剂原理与应用技术[M]. 北京:中国轻工业出版社,2000. 120.
 [3] 王振宇,杨谦. 酶法制备花色苷的研究[J]. 中国甜菜糖业,2004,7(4):26~29.
 [4] 王振宇,赵鑫. 超声波提取大花葵色素的工艺研究[J]. 林产化学与工业,2003(6): 65~67.
 [5] 向道丽. 酶法提取越桔果渣花色苷酶解条件的研究[J]. 中国林副特产,2005(6):1~3.
 [6] 曾顺德,漆巨容,张迎君. 天然食用色素的提取、纯化及应用[J]. 食品研究与开发,2004,29(6):79~81.