

圣女果番茄红素提取工艺优化

李丽杰¹, 武瑞赞²

(1. 内蒙古农业大学食品科学与工程学院, 内蒙古 呼和浩特 010018; 2. 山西农业大学信息学院, 山西 太谷 030800)

摘要: 从预处理方法、浸提溶剂、料液比、浸提温度、浸提时间等方面对圣女果中番茄红素的提取工艺进行研究。经单因素试验对预处理方法及浸提溶剂进行选择, 结果表明加入等体积无水乙醇、浸泡2h、离心脱水是提取番茄红素的最佳预处理方法, 丙酮-正己烷(2:1)混合液是理想的提取溶剂。采用正交试验方法对液料比、提取温度和提取时间进行优化, 得到适宜的提取条件为丙酮-正己烷(2:1)溶剂液料比为3:1、提取温度40℃、提取时间2.5h。在此提取工艺下, 圣女果中的番茄红素提取量为4.08mg/100g。

关键词: 圣女果; 番茄红素; 提取

Optimization of Extraction Process for Lycopene from Cherry Tomatoes

LI Li-jie¹, WU Rui-yun²

(1. College of Food Science Engineering, Inner Mongolia Agricultural University, Hohhot 010018, China;

2. College of Information, Shanxi Agricultural University, Taigu 030800, China)

Abstract: This study was carried out to optimize the extraction of lycopene from cherry tomatoes. Cherry tomatoes were pretreated before extraction. Soaking in the same volume of absolute ethanol for 2 h and centrifugation for water removal was found optimum for the pretreatment of cherry tomatoes. A mixture of acetone and n-hexane was found to be the solvent for lycopene extraction. The optimal conditions for lycopene extraction using the mixture were determined using an orthogonal array design to be extraction at 40 °C for 2.5 h with a solvent-to-solid ratio of 3:1 (mL/g). Under these conditions, the extraction yield of lycopene was 4.08 mg/ 100 g.

Key words: cherry tomatoes; lycopene; extraction process

中图分类号: TS202.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)22-0158-04

番茄红素是成熟番茄的主要色素, 又叫番茄烯, 呈红色, 属异戊二烯类化合物, 分子式为 $C_{40}H_{56}$, 是一种不含氧的开链式不饱和的类胡萝卜素, 是类胡萝卜素的异构体。番茄红素独特的结构使其具有预防癌症, 抑制肿瘤, 减少心血管疾病, 抗氧化及延缓衰老, 提高人体免疫力等多种功效^[1]。它的抗氧化性较强, 是 β -胡萝卜素的2.0~3.2倍, VC的310倍, VE的100倍, 可作为一种天然的食品添加剂, 同时还具有清除自由基、诱导细胞分化、减少DNA损伤等作用^[2-3]。目前, 番茄红素主要来源于植物和微生物, 提取方法主要有溶剂浸提法和超临界萃取法^[4-5]。溶剂浸取法操作简单, 超临界萃取法工艺复杂, 技术和设备要求高。

圣女果又名葡萄番茄、樱桃番茄、珍珠番茄, 在很多方面其营养价值优于普通番茄。目前番茄红素提取原料主要集中在番茄、胡萝卜、西瓜、红色葡萄柚等水果蔬菜中, 而关于圣女果中番茄红素的提取工艺目前尚无报道。本实验以新鲜圣女果为原料, 通过单因素试验研究预处理方法、浸提溶剂、浸提温度、液料比、浸提时

间对番茄红素浸提效果的影响, 在此基础上通过正交试验确定番茄红素的提取最佳条件, 为进一步开发利用这种功能性天然色素提供技术参数。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

新鲜圣女果果实购于呼和浩特市嘉茂购物超市, 贮藏于试验室4℃冰箱中备用。

氯仿、丙酮、乙醚、正己烷、无水乙醇(均为分析纯)天津市富宇精细化工有限公司; 番茄红素标准品(苏丹 I 色素) 美国Sigma化学公司; 氯化钠、醋酸、醋酸钠(均为分析纯) 上海市中翔化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

DS-1高速组织捣碎机 北京信诺高科仪器仪表商贸有限公司; LD5-2A型低速离心机 北京医用离心机厂; 电热恒温干燥箱 北京中兴伟业仪器有限公司;

收稿日期: 2012-07-10

作者简介: 李丽杰(1978—), 女, 讲师, 硕士, 研究方向为食品质量与安全。E-mail: lilijie1978@163.com

UV752型紫外-可见分光光度计 上虞市索普仪器制造有限公司; Senco R系列旋转蒸发器、SHB-3型循环水真空泵 上海申生科技有限公司。

1.3 方法

1.3.1 番茄红素提取工艺流程

圣女果→清洗打浆→圣女果浆液→预处理→有机溶剂浸泡→恒温振荡器上振荡浸提→抽滤→滤液稀释适当倍数→485nm波长处测量吸光度

1.3.2 最佳预处理方法的选择

取5份20g的圣女果浆液,采用以下5种方法进行预处理,方法1:放入-20℃的环境下冷冻2h后解冻;方法2:加入1/4浆液质量的NaCl固体,浸泡2h^[6];方法3:加入等体积无水乙醇,浸泡2h,离心脱水^[7];方法4:直接离心脱水;方法5:不经任何处理。将5份圣女果浆液中均加入60mL丙酮-正己烷(2:1)混合液,在35℃振荡提取2.5h,抽滤,滤液稀释测吸光度。

1.3.3 不同溶剂提取比较

称取6份5g的圣女果浆液,根据1.3.2节实验结果确定的预处理方法,分别加入15mL的氯仿、乙醚、丙酮、正己烷、丙酮-正己烷(1:1)、丙酮-正己烷(2:1)溶剂^[8],在35℃条件下振荡提取2h,抽滤,滤液稀释测吸光度。空白对照用相应的提取溶剂。

1.3.4 最佳浸提时间的选择

称取8份5g的圣女果浆液,根据1.3.3节实验结果,在35℃条件下,分别放入15mL最佳提取剂中,振荡提取时间为0.5、1、1.5、2、2.5、3、3.5、4h,抽滤,滤液稀释测吸光度。

1.3.5 最佳浸提温度的选择

称取7份5g的圣女果浆液,根据1.3.4节实验结果确定的最佳条件,分别于20、25、30、35、40、45、50、55℃条件下振荡浸提,提取液抽滤,滤液稀释测吸光度。

1.3.6 最佳液料比的选择

称取8份5g的圣女果浆液,根据1.3.5节实验结果确定的最佳条件,分别于液料比1:1、2:1、3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1(mL/g)下振荡浸提,提取液抽滤,滤液稀释测吸光度。

1.3.7 分光光度法测定番茄红素含量

参照国标法^[9]制作标准曲线,并计算番茄红素含量。用分光光度计在485nm处,分别测定由苏丹I色素和无水乙醇配制出的质量浓度0.5、1.0、1.5、2.0、2.5μg/mL番茄红素的标准溶液,分别标号为1、2、3、4、5,对其OD值进行测定,得到番茄红素标准曲线方程: $y=0.1374x-0.1353$, $R^2=0.9986$ 。

$$\text{番茄红素含量}/(\mu\text{g/g}) = \frac{C \times V}{m}$$

式中: C为查标准曲线得到的提取液质量浓度(μg/mL);

V为浸提剂体积/mL; m为样品质量/g。

称取5mL(9.6813g)圣女果浆液,根据本实验确定的最佳工艺条件进行提取,得到番茄红素提取液,将上述提取液移入1cm比色皿中,在485nm波长处以蒸馏水为空白溶液,测定吸光度,重复3次,查标准曲线,并计算番茄红素含量。

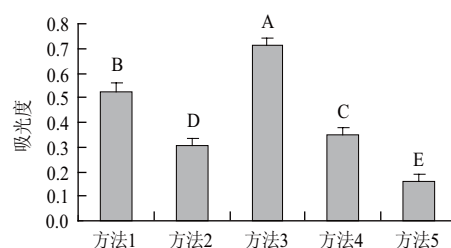
1.3.8 数据处理

数据录入和制图采用Excel 2003,方差分析采用DPS 7.05进行。

2 结果与分析

2.1 不同因素对番茄红素浸提效果的影响

2.1.1 预处理方法对番茄红素浸提效果的影响



大写字母不同表示差异极显著, $P<0.01$ 。

图1 5种预处理方式对番茄红素提取效果的影响

Fig.1 Effect of five different pretreatment methods on lycopene yield

由图1可知,用无水乙醇浸泡2h后,离心脱水的预处理方法对番茄红素提取的效果最佳。由于圣女果含水量较高,有机溶剂与水不互溶,圣女果果肉细胞中的番茄红素很难透过水而溶解到有机溶剂中。乙醇具有很好的脱水效果,用乙醇处理后,圣女果果肉与溶剂接触较容易,番茄红素易于溶解到溶剂中,从而提高了番茄红素的提取量^[10]。冻结处理和离心脱水后番茄红素的提取效果也较好,是由于圣女果浆样经冷冻处理后,圣女果细胞内水分转变为冰,体积增大,使细胞壁受到一定损伤^[7]。番茄红素属于胞内色素,通过离心处理可以把细胞内的有色体甩出细胞,有利于番茄红素的提取。但由于新鲜的圣女果中水分含量很高,通过离心脱水只是可以除去部分水分,而余下的水分会阻碍脂溶性的番茄红素的溶出,所以结合乙醇处理后浸提效果最好。NaCl的加入,是使细胞内外形成浓度差,细胞处于高渗状态,迫使细胞内的液体流出^[6],而番茄红素是胞内色素,所以与对照相比,有一定的效果。

2.1.2 溶剂对番茄红素浸提效果的影响

由表1可知,丙酮-正己烷(2:1)的浸提效果最好,其次是乙醚、丙酮-正己烷(1:1)作为溶剂时浸提效果也比较好,但是单独使用正己烷做为提取剂,提取效果很差,说明单独使用时,丙酮对番茄红素的溶出效果强于正己

烷,但二者混合时能够相互促进,在番茄红素提取中发挥着更大的作用,更有利于番茄红素的溶出。乙醚的提取效果也比较好,但极易挥发,有毒易燃易爆,不易回收。综合考虑选择丙酮-正己烷(2:1)为提取剂。

表1 不同溶剂对番茄红素提取效果的影响
Table 1 Effect of different solvents on lycopene yield

溶剂	乙醇	乙醚	丙酮	正己烷	丙酮-正己烷(1:1)	丙酮-正己烷(2:1)
A_{485nm}	0.23 ± 0.03^d	0.77 ± 0.02^b	0.43 ± 0.02^c	0.15 ± 0.02^e	0.76 ± 0.03^b	0.85 ± 0.02^a

注:不同字母表示显著差异($P < 0.05$)。

2.1.3 浸提时间对番茄红素提取效果的影响

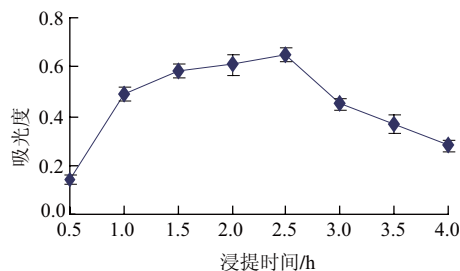


图2 浸提时间对番茄红素提取效果的影响

Fig.2 Effect of extraction time on lycopene yield

由图2可知,0.5~2.5h范围内,随着浸提时间的延长,番茄红素提取量明显增加,但增长幅度逐渐变小,在2h左右浸提基本结束,在浸提2.5h时番茄红素的提取量达到最大值。这是因为番茄红素是胞内色素,使内部的番茄红素逐渐溶出最终达到一个动态平衡需要一定时间才能完成^[11]。而2.5h以后,番茄红素的提取量反而有所下降,这可能是由于浸提时间过长,不利于色素的稳定,也不利于色素的纯度,因此,浸提时间选择2.5h较为合适。

2.1.4 浸提温度对番茄红素提取效果的影响

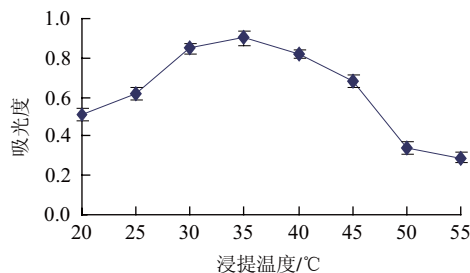


图3 浸提温度对番茄红素提取效果的影响

Fig.3 Effect of temperature on lycopene yield

由图3可知,温度是影响提取过程的一个非常重要的参数。当温度在20~35℃之间时,吸光度随温度升高而增加,在35℃时,吸光度达到最大。这是因为随着温度升高,番茄红素分子运动加快,溶解在溶剂中的速度随之增加。当温度高于35℃时,吸光度逐渐降低,这是因为番茄红素不稳定,在较高温度下易于分解或发生其

他反应^[12],并且在55℃时,丙酮-正己烷(2:1)混合溶液挥发明显,对番茄红素的溶出速度下降。所以温度应选择35℃左右为宜。

2.1.5 液料比对番茄红素提取效果的影响

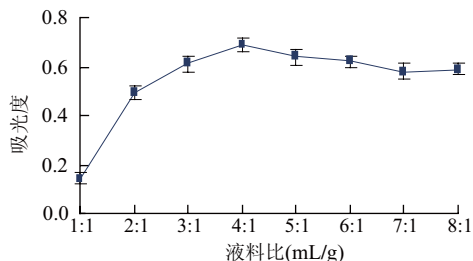


图4 液料比对番茄红素提取效果的影响

Fig.4 Effect of solid-to-liquid ratio on lycopene yield

由图4可知,随着提取溶剂用量的增大,番茄红素的吸光度增大。液料比4:1时提取率达到最大值,即此时可以将大部分番茄红素提取出来,之后随着溶剂量的增加,提取率趋于稳定,即溶剂对溶质而言,分布空间已足够大,故对提取率影响不大。所以液料比4:1左右为宜。

2.2 圣女果番茄红素提取工艺的优化

2.2.1 正交试验结果与分析

表2 番茄红素提取工艺优化正交试验因素及水平
Table 2 Factors and levels used for orthogonal array design

水平	A 时间/h	B 温度/°C	C 液料比/mL/g
1	2.0	30	3:1
2	2.5	35	4:1
3	3.0	40	5:1

表3 番茄红素提取工艺正交试验方案及结果分析
Table 3 Orthogonal array design matrix and corresponding results

试验号	因素				吸光度
	A	B	空白列	C	
1	1	1	1	1	0.78 ± 0.02
2	1	2	2	2	0.74 ± 0.01
3	1	3	3	3	0.59 ± 0.03
4	2	1	2	3	0.72 ± 0.01
5	2	2	3	1	0.83 ± 0.03
6	2	3	1	2	0.95 ± 0.02
7	3	1	3	2	0.81 ± 0.03
8	3	2	1	3	0.74 ± 0.02
9	3	3	2	1	0.90 ± 0.03
K_1	2.11	2.31	2.47	2.51	
K_2	2.50	2.31	2.36	2.5	
K_3	2.45	2.44	2.23	2.05	
k_1	0.70	0.77	0.82	0.84	
k_2	0.83	0.77	0.79	0.83	
k_3	0.82	0.81	0.74	0.68	
R	0.13	0.04	0.08	0.16	

利用 $L_9(3^4)$ 正交表进行正交试验,结果见表3。对表3中的极差分析可以看出,影响番茄红素提取率的因素大小为液料比>浸提时间>浸提温度。最佳工艺组合为 $A_2B_3C_1$,即浸提时间为2.5h、浸提温度为40℃、液料比3:1。

2.2.2 验证实验

对正交试验所确定的最佳工艺条件进行验证实验,以各单因素试验的最佳水平构成的工艺条件为对照,试验设3次重复。表4表明,验证实验结果吸光度较对照高,试验稳定性更好,且与表3的试验结果比较,该工艺条件下的提取液吸光度最大。因此溶剂法提取圣女果番茄红素的最佳工艺条件为浸提时间2.5h、温度40℃、液料比3:1。

表4 最佳工艺条件验证实验结果

Table 4 Validation of optimized extraction conditions

试验方法	工艺条件	吸光度	RSD/%
单因素试验 最佳工艺(对照)	时间2.5h、温度35℃、 液料比4:1	0.89	2.18
正交试验 最佳工艺	时间2.5h、温度40℃、 液料比3:1	0.95	1.99

2.3 圣女果粗体物番茄红素含量的测定

按1.3.7节的方式测得番茄红素提取液吸光度的平均值为0.95。根据标准曲线查得提取液中番茄红素质量浓度为7.899μg/mL,计算番茄红素含量,结果为圣女果中番茄红素的提取量是4.08mg/100g。

3 结论与讨论

本实验通过对圣女果中所含番茄红素的提取工艺进行研究,结果表明:圣女果浆液用无水乙醇浸泡2h后,离心脱水,测得的番茄红素的吸光度相对较高,损失率相对较小;用丙酮-正己烷(2:1)混合溶液作为浸取剂溶解色素能力强,其自身性质与其他溶剂相比更加稳定;在液料比3:1、浸提时间2.5h、浸提温度40℃提取工艺条件下,番茄红素提取量最大,可达到4.08mg/100g。

实验室条件下所得圣女果中番茄红素提取工艺若应用于大规模工业生产尚存一些需要改进的地方^[13]。在原料预处理上,虽然无水乙醇浸泡离心脱水后提取率最高,但工业上应用存在成本相对较高的问题,所以可以考虑采用低温冷冻再解冻、或者结合离心等方法来降低成本。在提取剂的选择上,提取的番茄红素如应用于食

品工业,可以考虑选择提取效果稍低的乙醚,因其沸点低容易去除^[14],或者以对人体无毒的乙酸乙酯作为浸提溶剂^[15],在提取条件上,考虑进一步优化提取条件,可以通过进一步改变提取pH值或者增加提取次数来增加最终的番茄红素提取量^[16]。

参考文献:

- [1] POHAR K S, GONG M C, BAHNSON R, et al. Tomatoes, lycopene and prostate cancer: a clinician's guide for counseling those at risk for prostate cancer[J]. World J Urol, 2003, 21(1): 9-14.
- [2] HEATH E, SAHIN K, SEREN S, et al. Lycopene: prospects for chemoprevention and treatment of prostate cancer[J]. Nutrition Abstracts and Reviews A, 2007, 77(2): 1-9.
- [3] BRAMLEY P M. Is lycopene beneficial to human health?[J]. Phytochemistry, 2000, 54(3): 233-236.
- [4] 许文玲, 李雁, 王雪霞. 番茄红素的提取及生理功能的研究[J]. 农产品加工: 学刊, 2006(7): 4-5.
- [5] 祝曙华, 胡晓静, 李远志, 等. 番茄红素的性质及提取方法[J]. 农产品开发, 2001(5): 35-37.
- [6] 杜为民, 郑彩霞, 王丹. 不同前处理方法对番茄红素提取率的影响研究[J]. 食品工业科技, 2004(9): 69-70.
- [7] 何春玖. 预处理方法对番茄红素提取的影响[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(21): 10139-10140.
- [8] 沈莲清, 许明峰, 王向阳. 番茄红素的提取工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2007(8): 190-192.
- [9] GB/T 1421—1993 番茄酱罐头: 附录 A[S].
- [10] 张换平, 杜慧, 李安林. (NH₄)₂SO₄存在下乙醇对番茄红素的提取[J]. 食品科技, 2006(7): 179-181.
- [11] 陈锦屏, 孙灵霞, 段玉峰. 番茄红素性质及提取方法的研究[J]. 粮食与油脂, 2004(8): 50-53.
- [12] 蔡俊, 邱雁临, 谈小兰, 等. 番茄红素提取工艺的研究[J]. 食品与发酵工业, 2000, 26(2): 50-53.
- [13] 刘慧, 闫树刚, 仝其根. 功能性番茄红素的提取生产技术[J]. 农产品加工, 2003(6): 45-49.
- [14] 姜红. 番茄红素的提取及其性质研究[D]. 天津: 天津商业大学, 2008.
- [15] 韩国廷. 番茄红素萃取工艺条件研究[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(30): 12998-12999.
- [16] 杨春文. 番茄红素的提取及纯化条件的研究[J]. 甘肃联合大学学报: 自然科学版, 2009(1): 64-65.