

从外观、质地、风味上都比常压渗糖的银杏果脯质量要好得多,保持了银杏软而有糯性的特点以及银杏特殊的香味;且在相同时间内前者的含糖量达到了高糖果脯所要求的含糖量(在60%以上)。因此真空渗糖不仅比常压渗糖省时,而且制作的果脯的质量更佳。

3 质量指标

3.1 感官指标

3.1.1 外观 果体呈椭圆形,饱满,色泽亮黄色透明,富有光泽。

3.1.2 质地 成品饱满,微软,有糯性,渗糖均匀。

3.1.3 风味 较甜,入口有银杏固有的果香味,口感软糯,不粘牙,有咬劲。

3.2 理化指标

3.2.1 水分含量: 22%~25%

3.2.2 总糖含量: 60%以上

3.2.3 杂质 无肉眼可见的任何杂质

3.3 微生物指标

3.3.1 细菌总数(个/g) ≤ 750

3.3.2 大肠菌群(个/100g) ≤ 30

3.3.3 致病菌不得检出。

4 讨论

4.1 生剥后的白果采用真空渗糖制脯,虽然效果好,但费工费时,若能以摩擦方式采用机械化处理,定会提高生产力,降低成本。

4.2 为了进一步提高渗糖速率,可考虑采用冷果块与热糖液配合,温差越大,渗糖效果越好。

表3 真空渗糖、常压渗糖的角杏果脯质量比较

样品	一次抽空糖液糖度%		二次抽空糖液糖度%		三次抽空糖液糖度%		果脯含糖量%	感官评价
	抽空前	充气后	抽空前	充气后	抽空前	浸糖后		
真空渗糖	I	30.0	28.8	50.0	40.0	70.0	51.6	饱满亮黄
	II	30.0	28.5	50.0	39.5	70.0	50.8	色透明微
	III	30.0	29.0	50.0	39.8	70.0	51.3	软有糯性
	平均	30.0	28.77	50.0	39.90	70.0	51.23	甜酸适口
常压渗糖	I	30.0	29.8	50.0	50.0	70.0	68.0	不够饱满
	II	30.0	30.0	50.0	49.5	70.0	66.7	暗黄色半
	III	30.0	30.0	50.0	49.8	70.0	67.5	透明果软
	平均	30.0	29.93	50.0	49.77	70.0	67.40	甜度不够

参考文献

- 1 许慕农, 胡大维. 银杏栽培和产品加工技术. 北京: 中国林业出版社, 1992, 5~7.
- 2 张云跃等. 银杏生产百事问. 北京: 中国农业出版社, 1991, 10~12.
- 3 丁之恩. 银杏. 北京: 中国林业出版社, 1992, 5~7.
- 4 全国第五次银杏学术研讨会论文集. 中国林学会经济分会银杏研究会. 广东省南雄市农业委员会. 广东科技出版社, 1997, 8.
- 5 丁利君. 果脯真空渗糖技术的研究. 食品科学, 1992, 5: 28~31.
- 6 华南农业大学等合编. 食品分析. 北京: 中国轻工业出版社, 1995, 120~125.

从胡萝卜中提取β-胡萝卜素工艺的研究

范雷云 任春梅 刘佑全 郑州开普绿色饮品有限公司 451200

摘要 通过溶剂萃取方法提取胡萝卜中的β-胡萝卜素的试验,确定了最佳萃取时间、温度及其它工艺条件,提取率达90%以上。研究出了β-胡萝卜素纯品的精制方法,纯度高达99%以上。该工艺技术具有操作简单、成本低、收率高等特点,为β-胡萝卜素的工业化生产提供了科学依据。

关键词 胡萝卜 β-胡萝卜素 提取 精制

胡萝卜,历来有“小人参”之美誉,其保健功效众所周知。其中所含的β-胡萝卜素,是目前医学界公认的重要的抗氧化剂,防癌抗癌效果已被诸多科研机构证实。我国的天然β-胡萝卜素研究起步较晚,生产方法有盐藻提取法,生物发酵法。但这些方法存在着生产条件苛刻,产量小等缺点,无法大面积推广。从胡萝卜中提取β-胡萝卜素,虽然国内外早就有小试方面的报

道,但一直未工业化生产。究其原因,主要是胡萝卜素含量低,提取成本高,提取率低,产品纯度低等缺点。我公司经过几年的中试和批量生产,对影响提取的几个关键技术做了系统的实验研究,总结出最佳工艺,使产品的成本大幅度降低,提取率达90%以上,产品纯度也提高到99%以上,具有较高的推广价值。

1 材料与方法

1.1 原料

胡萝卜(河南商丘市), 95%乙醇(河南商丘市酒精厂), 溶剂油(90#, 河南漯河市溶剂厂), 硅胶(100目, 200目, 市售), 氧化铝(100、200、300目, 市售), 氧化镁(100、200目, 市售)。

1.2 主要设备

粉碎机, 榨汁机, 提取釜, 真空浓缩釜, 结晶罐, 过滤器层析柱, 真空充气包装机, 752紫外分光光度计。

1.3 方法

2 实验与分析

2.1 胡萝卜品种的选择

试验中, 胡萝卜中 β -胡萝卜素含量的多少是至关重要的, 直接决定了产品收率。根据当地农技部门

5%VC 溶液

胡萝卜 → 清洗 → (10% NaOH 95°C, 2min) 浸烫 → 粉碎
 → 榨汁 → 胡萝卜渣 → (95%乙醇, 60°C, 1h) 脱水
 胡萝卜汁
 → (90#溶剂油 80°C 1h) 提取 → 过滤 → (50°C, 0.08MPa)
 真空浓缩 → 结晶 → (氧化铝 200目, 20cm) 柱层析 → 浓缩
 → 重结晶 → 过滤 → 真空充气包装 → 成品。

提供的品种, 选择了7个品种进行分析比较。

2.2 分析测定方法

采用“高效液相色谱法测定蔬菜中-胡萝卜素”方法。准确称取50.00g胡萝卜, 粉碎后, 放入500ml烧瓶中, 用石油醚+丙酮(80+20)混合液搅拌提取。提取数遍后, 合并提取液转移至分液漏斗中, 静置分层, 放下层无色液体, 再把上层黄色液体通过无水 Na_2SO_4 , 以脱去其中的水分, 干燥后的提取液在旋转蒸发器上蒸干, 加入5ml石油醚, 用滴管将溶液吸出, 通过三氧化二铝层析柱, 用石油醚洗脱, 流速为40滴/min, 收集 β -胡萝卜素流出液并用石油醚定容至10ml待用。

色谱条件: 色谱柱(天津产 sphersorb) C18柱, $4.6 \times 150\text{mm}$; 流动相: 甲醇+乙腈(90+10); 流速1.0ml/min; 柱温40°C; 进样量10 μl , 波长448nm。

把待用溶液在上述色谱条件下打入色谱内, 得到 β -胡萝卜素及其异构体色谱图, 然后根据 β -胡萝卜素浓度与峰面积标准曲线, 得出 β -胡萝卜素浓度, 进而计算出胡萝卜中 β -胡萝卜素含量。

按上述分析方法, 分别测定所选7种胡萝卜中 β -胡萝卜素含量, 结果见表1。

由表1可知, 2#胡萝卜中的 β -胡萝卜素含量最高, 且在当地已经推广种植, 在以下的试验研究中, 均

表1 不同品种胡萝卜中 β -胡萝卜素含量

品种(#)	1	2	3	4	5	6	7
含量 (mg/100g)	9.43	9.85	7.01	7.36	7.10	6.80	5.72

注: 1#桑固一号, 2#桑固二号, 3#小顶红, 4#益农黑田, 5#台湾黑田, 6#日产黑田, 7#红福四寸黑田。

选用2#品种。

2.3 乙醇脱水温度的选择

称取20kg胡萝卜渣, 加入95%(w/w)乙醇40L, 进行脱水和去除多糖, 单宁、醇溶性蛋白, 同时也带走一部分胡萝卜素。选取脱水时间1h, 搅拌速度25r/min。在此条件下, 改变脱水温度, 分别测定乙醇中的 β -胡萝卜素浓度(用 $C_{\text{乙醇}-\beta}$ 表示)和胡萝卜渣中的含水率%(w/w), 结果见图1。

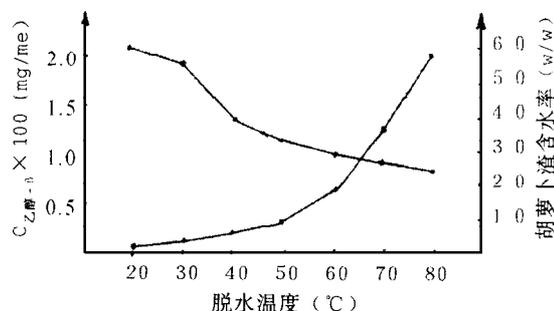


图1 乙醇脱水温度对胡萝卜渣中含水率及 $C_{\text{乙醇}-\beta}$ 的影响

图1表明, 60°C以下, $C_{\text{乙醇}-\beta}$ 数值比较小, 且上升缓慢, 60°C以上, $C_{\text{乙醇}-\beta}$ 数值骤增, 这是因为在高温下, β -胡萝卜素在乙醇中的溶解度升高很快, 而乙醇中带走的 β -胡萝卜素越多, 下一步的提取率会越少, 对生产不利。按此要求, 温度应愈低愈好, 但温度越低, 胡萝卜渣中含水率越高, 同样不利于下一步提取。按工艺要求, 含水率应在30%以下, 由图1可知, 60°C时, 含水率已在30%以下。综合两个工艺条件, 选定脱水温度为60°C。

2.4 溶剂油提取时间和温度

称取20kg脱水后的胡萝卜渣, 放入反应釜中, 加入40kg溶剂油, 在搅拌速度为25r/min下, 进行提取。改变提取温度, 分别测出每隔10min的提取液中 β -胡萝卜素浓度(用 $C_{\text{提}-\beta}$ 表示), 结果见图2。

图2表明, 提取温度70°C以下时, 80min后, $C_{\text{提}-\beta}$ 仍未达到最高值, 80~90°C时, 60min后, 曲线已趋于平缓, $C_{\text{提}-\beta}$ 接近最高值, 80min时, $C_{\text{提}-\beta}$ 达到最高值, 但从生产角度考虑, 时间太长会增加能耗, 成本升高, 故选取提取时间为60min, 考虑到提取温度过高, 会造成 β -胡萝卜素分解破坏, 故选取提取温度为80°C。

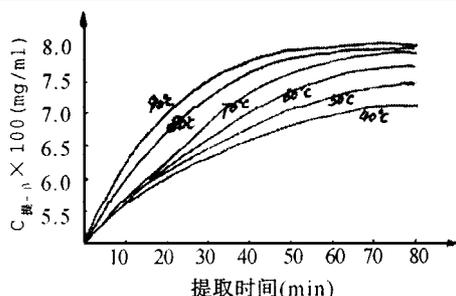


图2 提取液中β-胡萝卜素浓度与提取温度、时间的关系曲线

2.5 层析柱的选择

提取液经过滤、浓缩后，结晶可得到粗品。用柱层析方法可使粗品中的类胡萝卜素与β-胡萝卜素分开，此过程是产品纯化的关键，直接关系到产品的纯度。实验中，选择37种填充剂，采用湿法装柱，柱高20cm，用正己烷做为洗脱剂，收集洗脱液，再次结晶可得纯品，分别测定用不同层析柱得到的产品纯度。

2.5.1 β-胡萝卜素纯品分析方法

精确称取50.000g纯品，置于100ml棕色容量瓶中，用石油醚溶解并定容至刻度，摇匀。取此溶液10.0ml，置于100ml棕色容量瓶中，用石油醚稀释至刻度，摇匀，此溶液浓度为A₁=50 μg/ml取此溶液，按2.1.1所述色谱条件，打入色谱内，得到峰面积，再根据峰面积与β-胡萝卜素浓度标准曲线，得到实测浓度A₂。

A₁/A₂ × 100% 即为纯品纯度，结果见表2。

表2表明，氧化铝100、200目，硅胶100目作为填充剂，所得产品纯度均超过了99%。但从洗脱时间来看，氧化铝100目，硅胶100目时间太长，不经济。

表2 不同填充剂得到的产品的纯度

填充剂	氧化铝 100 目	氧化铝 200 目	氧化铝 300 目	氧化镁 100 目	氧化镁 200 目	硅胶 100 目	硅胶 200 目
洗脱时间 (h)	2	1	0.5	2.5	1.2	2	1
产品纯度 (%)	99.4	99.2	96.5	98.3	95.2	99.1	97.7

表3 中试重复试验结果

胡萝卜重理 (kg)	β-含量 (mg/100g)	β-重量 (g)	提取液中β-含量 (mg/100ml)	粗品 (g)	纯品 (g)	纯度 (%)	提取率 (%)
500	8.925	44.63	5.08	68.2	40.9	99.5	91.2
500	9.302	46.51	5.81	72.5	42.9	99.2	91.5
500	9.207	46.04	5.76	64.8	42.1	99.4	90.8
500	8.876	44.38	5.55	71.2	41.3	99.0	92.1
500	8.988	44.94	5.11	66.7	40.7	99.7	90.3
500	9.541	47.71	5.48	74.7	43.9	99.4	91.4
500	9.536	47.68	5.46	76.8	43.8	99.2	91.2
500	9.489	47.45	5.52	68.0	43.5	99.0	90.7

注：1、提取液为800L；2、粗品的纯度为60%左右；3、提取率=纯品得量/β-重量×100%

参考文献

1 张茂玉. 蔬菜中胡萝卜素测定方法的改进. 中国适用技术成

故选用氧化铝200目。

3 中试重复试验结果

确定了最佳工艺条件之后，利用中试设备，共进行了8批试验，称取500kg胡萝卜，按前述工艺进行提取、精制，得到纯品，试验数据见表3。

由表3可知，用本工艺技术进行提取的提取率平均为91.15%，且各数据都比较稳定，具有良好的重复性。

对所得产品按FAO/WHO质量标准所列的项目进行检测，结果列于表3。

测试结果表明，本工艺提取粗制的产品在外观和纯度等主要质量指标方面均符合FAO/WHO标准。

4 讨论

4.1 若要提高本工艺的产品收率，胡萝卜中β-胡萝卜素含量是关键。近两年来，我公司已和有关农技科研部门联合培育了新的品种“93-8”，其β-胡萝卜素含量可高达15~18mg/100g，具有很高的经济价值。

4.2 胡萝卜可以搞综合开发，胡萝卜汁可配制饮料，提取β-胡萝卜素后的胡萝卜渣还可提果胶，剩余的残渣可做纤维食品。综合利用，降低成本，提高产品在市场上的竞争力。

4.3 胡萝卜素提取过程中，难度最大的是保护β-胡萝卜素不被氧化。要求在生产过程中尽量采用真空、低温的方法，无法采用真空方法的，可以充氮气保护。

4.4 产品的包装应采用铝箔装，真空充氮包装。贮存于低温、避光处。

果, 1990.

2 邵梦欣, 王颖慧. 野生植物中胡萝卜素的提取和测定. 食品研究与开发, 1992, (3): 36~40.