

“赤霞珠”葡萄皮渣中原花青素的提取工艺研究

王竹清, 王 军*

(东北林业大学林学院, 黑龙江 哈尔滨 150040)

摘 要: 研究乙醇浸提法和微波辅助浸提法提取“赤霞珠”葡萄皮渣原花青素的工艺。乙醇浸提法研究提取时间、提取温度、料液比、乙醇浓度四个因素对原花青素提取率的影响; 微波辅助浸提法研究微波时间、乙醇浓度、料液比三个因素对原花青素提取率的影响。乙醇浸提法的最佳提取工艺为: 提取时间 55min, 提取温度 50℃, 料液比 1:8.5(g/ml), 乙醇浓度 55%, 提取率为 2.61%; 微波辅助浸提法的最佳提取工艺为: 微波功率 320W, 微波时间 30s, 乙醇浓度 50%, 料液比 1:13(g/ml), 50℃恒温水浴中浸提 30min, 提取率为 3.99%。在最佳提取工艺条件下研究 pH 值对原花青素提取率的影响。乙醇浸提法和微波辅助浸提法分别在 pH4.5 和 pH5 时, 原花青素提取率最大, 提取率分别为 2.67% 和 4.11%, 表明酸提高了原花青素的提取率。

关键词: “赤霞珠”葡萄; 皮渣; 原花青素; 提取

Orthogonal Test Design for Optimization of the Ethanol Extraction and the Microwave-assisted Ethanol Extraction of Proanthocyanidins from Cabernet Sauvignon Grape Skin

WANG Zhu-qing, WANG Jun*

(School of Forestry, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China)

Abstract: Effects of extraction duration, temperature, solid/liquid ratio and concentration of aqueous ethanol solution on yield of proanthocyanidins from Cabernet Sauvignon grape skin extracted individually with ethanol were studied by single factor test, as well as effects of microwave radiation duration, concentration of aqueous ethanol solution and solid/liquid ratio on yield of proanthocyanidins extracted with ethanol under the assistance of microwave. Based on the results of single factor test, the two extraction technologies were optimized by orthogonal test design. Under optimized conditions for individual ethanol extraction [temperature, 50 °C; extraction duration, 55 min, solid/liquid ratio, 1:8.5 (g/ml); and concentration of aqueous ethanol solution, 55%], the yield of proanthocyanidins was 2.61%; under optimized conditions for microwave-assisted extraction [microwave radiation power, 320 W; microwave radiation duration 30 s; concentration of aqueous ethanol solution, 50%; and solid/liquid ratio, 1:13 (g/ml)], the yield of proanthocyanidins was 3.99%. When acidic ethanol solutions at pH 4.5 and 5.0 were used to extract proanthocyanidins by the two optimized technologies, the yields of proanthocyanidins were 2.67% and 4.11%, respectively, indicating that the addition of acid is favorable to increase the yields of proanthocyanidins.

Key words: Cabernet Sauvignon grape; skin; proanthocyanidins; extraction

中图分类号: TS255.36

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)12-0101-06

原花青素由不同数量的儿茶素或表儿茶素结合而成^[1]。原花青素具有很强的抗氧化、清除自由基能力^[2], 可以抗衰老^[3]、抗癌、抗肿瘤^[2]、抗致突变, 预防缺血性心室挛缩和缺血性心律失常^[4], 还与细菌的黏附性有一定关系^[5], 以高效、低毒、高生物利用率著称^[6]。

原花青素在自然界的分布广泛, 其中葡萄是原花青素的重要来源之一, 其研究也最深入、最广泛^[7]。提取原花青素的主要原料之一是葡萄酒和葡萄汁加工中得到的葡萄籽, 目前国内外多从葡萄籽中提取原花青素,

其次是从松树皮中提取^[8]。原花青素的研究已经经历了 40 多年, 风靡欧洲、日本和美国等地。目前, 我国也开始大力开发利用原花青素。而且我国的葡萄、山楂和松树等资源都很丰富, 为开发利用原花青素提供了便利条件。若能充分开发植物中的原花青素资源, 并结合我国传统中医技术, 物尽其用, 将会大大促进原花青素在药品、保健食品和化妆品中的应用^[9]。因此, 本实验研究葡萄中原花青素的提取方法, 为其工业应用提供一定的参考。

收稿日期: 2008-10-04

作者简介: 王竹清(1985-), 女, 硕士研究生, 研究方向为海洋活性物质。E-mail: wangzhuqingsky@126.com

* 通讯作者: 王军(1966-), 男, 教授, 研究方向为森林植物资源学。E-mail: junwang1966@yahoo.com.cn

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

“赤霞珠”葡萄皮渣为葡萄酒工业的下脚料，果皮和种籽各占41.74%、58.26%。

甲醇 北京北化精细化学品有限责任公司；乙醇 天津市东丽区天大化学试剂厂；石油醚(60~90℃) 天津化学试剂有限公司；香草醛 天津市光复精细化工研究所；浓硫酸 锦州市宏远化学试剂厂；无水硫酸钠 沈阳市东兴试剂厂；原花青素标准对照品 天津尖峰天然产物有限公司。以上试剂均为分析纯。

1.2 仪器与设备

电子天平 北京赛多利斯仪器系统有限公司；FA2004 电子天平 上海天平仪器厂；FW100 型高速万能粉碎机、DK-98-I 型电子恒温水浴锅 天津泰斯特仪器有限公司；SHB-3 循环水多用真空泵 郑州杜甫仪器厂；RE-52A 旋转蒸发仪 上海亚荣生化仪器厂；722 型分光光度计 上海分析仪器厂；紫外-可见分光光度计 上海光谱仪器有限公司；电热恒温鼓风干燥箱 上海恒科技有限公司。

1.3 方法

1.3.1 原花青素的提取

乙醇浸提工艺流程和微波辅助浸提工艺流程：干燥的“赤霞珠”葡萄皮渣→粉碎→过筛→称重→脱脂→挥干→(微波处理)→恒温状态下提取→抽滤→脱水→滤液蒸馏浓缩→沉淀→干燥→分光光度计分析原花青素含量。

称取脱脂后干燥的“赤霞珠”葡萄皮渣粉末过(60目筛)5g 于磨口三角瓶中，按照一定料液比加入提取溶剂，恒温水浴浸提。过滤，提取液加入固体无水硫酸钠脱水，倾出上层溶液，在真空度0.095MPa、温度40℃的条件下浓缩，浓缩液冷却至室温。加入4倍体积的石油醚沉淀，收集沉淀，干燥，即得原花青素粗提物。

1.3.2 原花青素含量的测定

测定采用香草醛法^[10]。利用分光光度法测定其吸光度，根据标准曲线即可得到样品中原花青素含量。盐酸及硫酸均可作为酸性介质。对于测定原花青素含量较低的葡萄籽提取物水溶液，盐酸-香草醛体系透明度较低，干扰较大，这可能与浓盐酸中所含水分有关。在甲醇-香草醛体系中测定原花青素含量时，硫酸催化的反应灵敏度高于盐酸。虽然硫酸具有强氧化性，加入后会引起反应体系急剧产热，导致原花青素氧化分解，但与盐酸相比，具有更佳的选择性^[11]。因此，采用硫酸-香草醛法。

标准曲线的绘制：配制0.00、0.04、0.08、0.12、0.16、0.20mg/ml的标准系列溶液，在500nm波长处

用分光光度计测定其吸光度，绘制标准曲线($Y = 1.8418X + 0.0017$, $R^2 = 0.9978$)。

样品原花青素含量的测定：将样品用蒸馏水溶解，定容至50ml。取其中1ml样品稀释50倍，从中取0.5ml样品于试管，加入6ml显色剂。在500nm波长处测定其吸光度。利用公式计算出原花青素的含量。

$$\text{原花青素含量(mg/g)} = \frac{C \times 50 \times 50}{5}$$

$$\text{原花青素提取率(\%)} = \frac{\text{原花青素含量(mg/g)} \times \text{粗品质量(g)}}{5000(\text{mg})} \times 100$$

式中：C 为样品的质量浓度(mg/ml)。

1.4 正交试验设计

乙醇浸提法对原花青素提取率有显著影响的四个因素为提取时间、提取温度、料液比、乙醇浓度；微波辅助浸提法对原花青素提取率有显著影响的三个因素为微波时间、溶剂浓度、料液比。利用正交试验分析每种方法中各因素在三个水平上对“赤霞珠”葡萄皮渣中原花青素提取效果的影响，确定每个因素影响原花青素提取效果的主次顺序，选定最优提取方案。

2 结果与分析

2.1 原花青素粗提物紫外扫描

原花青素粗提物外观为深玫瑰红至浅棕红色精制粉末，因为低聚原花青素是无色至浅棕色的，一般来说，颜色越浅，低聚原花青素含量越高，反之，含量越低^[12]。利用紫外-可见分光光度计在200~600nm波长范围内进行扫描，结果如图1所示，原花青素在紫外光区的最大吸收峰在280~290nm之间，与标准品的最大吸收波长280nm有一定差异，可能是由于提取物中有机溶剂的残留所致。

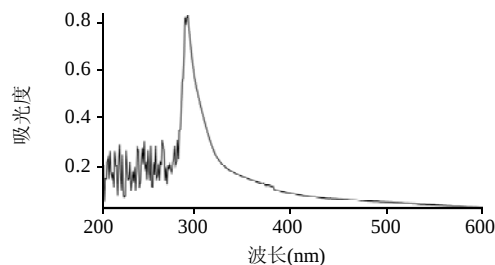


图1 原花青素200~600nm波长扫描图

Fig.1 UV-vis absorption spectrum of proanthocyanidins from Cabernet Sauvignon grape skin

2.2 乙醇浸提法的单因素试验与正交优化试验

2.2.1 提取时间对提取率的影响

以70%乙醇(V/V)作为提取溶剂，料液比为1:7(g/ml)，

于50℃水浴中分别加热浸提20、30、40、50、60min,结果如图2所示。提取时间低于50min时,原花青素提取率大幅度增加,大于50min后提取率变化缓慢。因为提取初期溶剂中原花青素浓度低,而“赤霞珠”葡萄皮渣中原花青素含量高,两个体系有较高的浓度差,传质推动力大,所以原花青素的浸出速率快。之后,两个体系浓度梯度下降,传质推动力下降,原花青素缓慢浸出。当提取时间继续增加时,原花青素浓度反而有下降趋势,这是由于原花青素的热稳定性较差,长时间高温提取会导致原花青素结构发生变化所致^[13]。

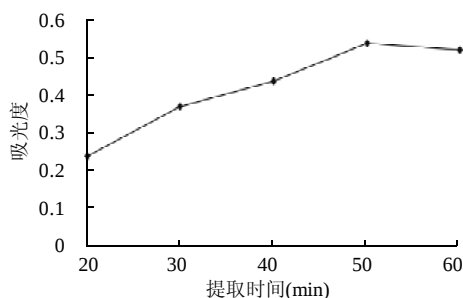


图2 乙醇浸提法提取时间对原花青素提取率的影响

Fig.2 Effects of extraction duration on yield of proanthocyanidins extracted individually with ethanol

2.2.2 提取温度对提取率的影响

以70%乙醇(V/V)作为提取溶剂,料液比为1:7(g/ml),分别在30、40、50、60、70℃水浴中加热浸提30min,结果如图3所示。原花青素提取率在50℃时最大。温度升高分子运动加剧,溶解速度也加快,同时高温可以引起细胞膜结构的变化,使原花青素能够很快由样品的外层细胞转移到溶剂中。因此,随着温度的升高,浸提出的原花青素也增加。但是随着温度升高和加热时间的延长,提取液的颜色会逐渐加深,原花青素被破坏而导致提取率不再增加反而下降。

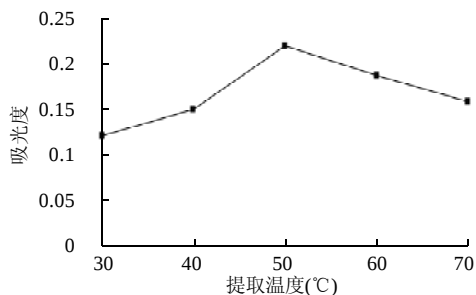


图3 乙醇浸提法提取温度对原花青素提取率的影响

Fig.3 Effects of temperature on yield of proanthocyanidins extracted individually with individual ethanol

2.2.3 料液比对提取率的影响

以70%乙醇(V/V)作为提取溶剂,料液比分别为1:5、1:6、1:7、1:8、1:9、1:10、1:11(g/ml),在50℃水浴

中加热浸提30min,结果如图4所示。料液比实际上就是溶剂用量的多少。一般来说,溶剂用量越多,目标产物的提取率越高,但当料液比大到一定程度时,有效成分已经基本析出完全,再增大料液比,不但不会提高目标产物的提取率,而且还会使更多杂质继续溶出,给后续工作带来困难。

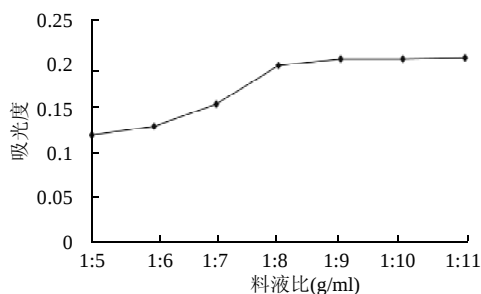


图4 乙醇浸提法料液比对原花青素提取率的影响

Fig.4 Effects of solid/liquid ratio on yield of proanthocyanidins extracted individually with individual ethanol

2.2.4 乙醇浓度对提取率的影响

分别以50%、60%、70%、80%、90%乙醇(V/V)作为提取溶剂,料液比为1:7(g/ml),在50℃水浴中加热浸提30min,结果如图5所示。原花青素提取率在乙醇浓度为60%时,提取效果最好。若乙醇浓度过高,则会使某些脂溶性物质溶出增多,这些成分往往同乙醇-水分子竞争结合,干扰因素随之增大,给后续工作带来不便。在植物体内,原花青素通常与蛋白质、多糖以氢键和疏水键形式形成稳定的分子复合物,原花青素分子间也是如此^[14]。乙醇水溶液作为提取溶剂,其中,水的存在能帮助渗透原料组织,提高通透性。但水有利于氢键的形成,而有机溶剂乙醇能促进氢键的断裂,氢键断裂,聚合物由大分子变成小分子,更易于游离到胞外,从而萃取到溶剂体系中^[13]。

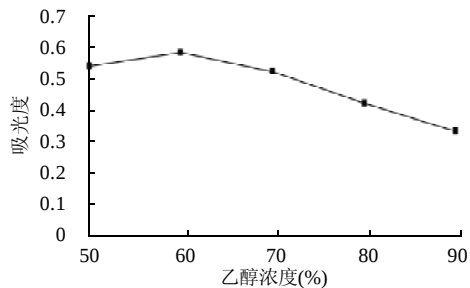


图5 乙醇浸提法乙醇浓度对原花青素提取率的影响

Fig.5 Effects of concentration of aqueous ethanol solution on yield of proanthocyanidins extracted individually with individual ethanol

2.2.5 正交试验确定最优提取方案

在单因素试验的基础上,选取提取时间、提取温度、料液比及乙醇浓度作为考察因素,以提取率为衡

量指标, 利用正交试验分析上述四个因素在三个水平上对“赤霞珠”葡萄皮渣中原花青素提取率的影响, 确定四个因素影响原花青素提取效果的主次顺序, 选定最优提取方案。采用正交表 $L_9(3^4)$ 进行正交试验, 因素水平选取如表 1 所示, 正交设计试验结果如表 2 所示。

表 1 乙醇浸提法正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal test design for optimizing ethanol extraction of proanthocyanidins

水平	A 提取时间(min)	B 提取温度(℃)	C 料液比(g/ml)	D 乙醇浓度(%)
1	45	45	1:7.5	55
2	50	50	1:8	60
3	55	55	1:8.5	65

表 2 乙醇提取法正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test design for optimizing ethanol extraction of proanthocyanidins and range analysis

试验号	A	B	C	D	提取率(%)
1	1	1	1	1	2.11
2	1	2	2	2	2.47
3	1	3	3	3	2.04
4	2	1	2	3	1.73
5	2	2	3	1	2.53
6	2	3	1	2	1.76
7	3	1	3	2	2.59
8	3	2	1	3	2.38
9	3	3	2	1	2.59
K_1	6.62	6.43	6.25	7.23	
K_2	6.02	7.38	6.79	6.82	
K_3	7.56	6.39	7.16	6.15	
k_1	2.21	2.14	2.08	2.41	
k_2	2.01	2.46	2.26	2.27	
k_3	2.52	2.13	2.38	2.05	
R	0.51	0.33	0.30	0.36	
最优方案	A_3	B_2	C_3	D_1	

从表 2 可以得到: 各因素对原花青素提取效果的影响大小顺序为: 提取时间>乙醇浓度>提取温度>料液比。乙醇浸提法提取最佳工艺条件为: 提取时间 55min, 提取温度 50℃, 料液比 1:8.5(g/ml), 乙醇浓度 55%。验证实验测得原花青素提取率为 2.61%。

2.3 微波辅助浸提法的单因素试验与正交优化试验

2.3.1 微波时间对提取率的影响

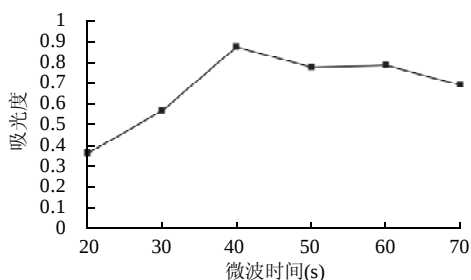


图 6 微波辅助浸提法微波时间对原花青素提取率的影响

Fig.6 Effects of microwave radiation duration on yield of proanthocyanidins extracted with ethanol under the assistance of microwave

以 70% 乙醇(V/V)作为提取溶剂, 料液比为 1:15(g/ml), 微波功率为 320W, 微波时间分别为 20、30、40、50、60、70s, 于 50℃水浴中加热浸提 30min, 结果如图 6 所示。微波处理加速了原花青素的浸提, 但随着时间的延长, 浸提量反而下降, 这可能是微波处理时间的延长, 使料液温度增高, 原花青素的结构被破坏。确定微波处理时间为 40s。

2.3.2 乙醇浓度对提取率的影响

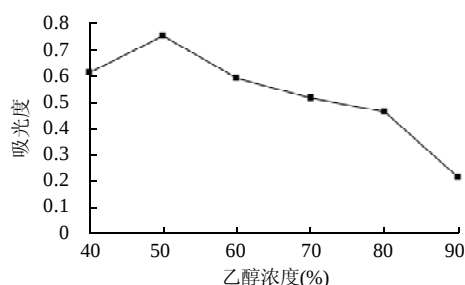


图 7 微波辅助浸提法乙醇浓度对原花青素提取率的影响

Fig.7 Effects of concentration of aqueous ethanol solution on yield of proanthocyanidins extracted with ethanol under the assistance of microwave

分别以 40%、50%、60%、70%、80%、90% 乙醇(V/V)作为提取溶剂, 料液比为 1:15(g/ml), 微波功率为 320W, 微波时间为 50s, 于 50℃水浴中加热浸提 30min, 结果如图 7 所示。在乙醇浓度为 50% 时, 原花青素提取效果最好。这是因为乙醇对原花青素的溶解度比水大, 在微波场中这种差异更加明显, 但乙醇浓度过大时, 会增加脂溶性杂质的溶出, 对原花青素的提取造成不利影响。

2.3.3 料液比对提取率的影响

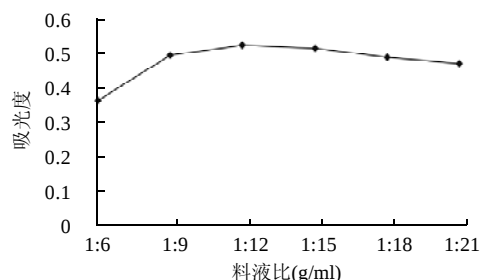


图 8 微波辅助浸提法料液比对原花青素提取率的影响

Fig.8 Effects of solid/liquid ratio on yield of proanthocyanidins extracted with ethanol under the assistance of microwave

以 70% 乙醇(V/V)作为提取溶剂, 料液比分别为 1:6、1:9、1:12、1:15、1:18、1:21g/ml, 微波功率为 320W, 微波时间为 50s, 于 50℃水浴中加热浸提 30min, 结果如图 8 所示。料液比低于 1:12 时, 提取率增加, 当溶剂用量达到一定程度, 即料液比在 1:12 以上时, 提取率缓慢下降。这表明原花青素已经基本全部溶出, 再

增大料液比只会造成溶剂的大量浪费并给后序的浓缩带来困难。

2.3.4 正交试验确定最优提取方案

微波辅助浸提法选取微波时间、乙醇浓度及料液比作为考察因素,因素水平选取如表3所示,正交设计试验结果如表4所示。

表3 微波辅助浸提法试验因素水平表

Table 3 Factors and levels of orthogonal test design for optimizing microwave-assisted ethanol extraction of proanthocyanidins

水平	A 微波时间(s)	B 乙醇浓度(%)	C 料液比(g/ml)
1	30	45	1:11
2	40	50	1:12
3	50	55	1:13

表4 微波辅助浸提法正交试验结果

Table 4 Results of orthogonal test design for optimizing microwave-assisted ethanol extraction of proanthocyanidins and range analysis

试验号	A	B	C	提取率(%)
1	1	1	1	3.81
2	1	2	2	3.99
3	1	3	3	3.25
4	2	1	2	3.34
5	2	2	3	3.93
6	2	3	1	3.22
7	3	1	3	3.57
8	3	2	1	3.33
9	3	3	2	3.35
K ₁	11.05	10.72	10.36	
K ₂	10.49	11.25	10.68	
K ₃	10.25	9.82	10.75	
k ₁	3.68	3.57	3.45	
k ₂	3.50	3.75	3.56	
k ₃	3.42	3.27	3.58	
R	0.26	0.48	0.13	
最优方案	A ₁	B ₂	C ₃	

由表4可见,各因素对原花青素提取效果的影响大小顺序为:乙醇浓度>微波时间>料液比。微波辅助浸提法最佳工艺条件为:微波功率320W,微波时间30s,乙醇浓度50%,料液比1:13(g/ml),50℃恒温水浴中浸提30min。验证实验测得原花青素提取率为3.99%。

2.4 乙醇浸提与微波辅助浸提的比较

由2.2.5节和2.3.4节的验证实验结果可知,在目标产物提取率方面,微波辅助浸提法大于乙醇浸提法;就生产周期而言,微波辅助浸提法比乙醇浸提法短,在实验室阶段,微波辅助浸提法的生产周期约为乙醇浸提法的1/2;就生产成本而言,乙醇浸提法生产成本较低;但在生产设备方面,微波辅助浸提法的要求高于乙

醇浸提法;在工艺放大方面,微波辅助浸提法由于受设备的限制,还存在一定的困难。

2.5 pH值在最优提取条件下对原花青素提取率的影响

2.5.1 pH对原花青素的影响

原花青素在酸性介质中加热可产生花色素,它是由儿茶素或表儿茶素缩合而成^[13]。采用酸化溶剂,一是可以抑制酚类物质与金属离子发生的沉淀反应,二是增强溶剂破坏结合键的能力,破坏酚类物质与蛋白质、多糖及其自身间的氢键和疏水键作用,三是抑制酚羟基的解离,阻止其与金属离子之间的络合,从而提高多酚的提取率。但是,加酸量过大,多酚的溶解性能减小,影响其提取效果,降低提取率。这可能是由于原花青素含有多羟基,溶液一般呈弱酸性,易溶于碱性溶液中,酸添加量过多会降低原花青素的溶解性,使原花青素的提取率下降。并且原花青素在低pH值(小于6)下较稳定,而随着pH值的升高,原花青素发生降解^[15]。因而要选取适当的pH值。

2.5.2 pH对提取率的影响

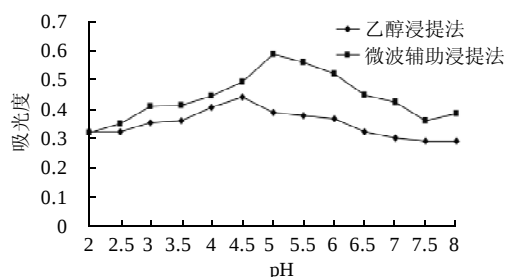


图9 pH值对原花青素提取率的影响

Fig.9 Effects of pH adjustment of aqueous ethanol solution on extraction yields of proanthocyanidins by the two optimized technologies

在乙醇浸提法和微波辅助浸提法最佳工艺条件下研究pH值对原花青素提取率的影响,结果如图9所示。原花青素提取率随pH值的变化是先上升后下降。乙醇浸提法在pH4.5时,原花青素提取率最大,提取率为2.67%,不加酸时为2.61%;而微波辅助浸提法在pH5时最大,提取率为4.11%,不加酸时为3.99%。可见,酸提高了原花青素的提取率。

3 讨论

3.1 原料本身的状态及含量对提取率的影响

“赤霞珠”葡萄皮渣是葡萄酒工业的下脚料,其中果皮和种籽分别占41.74%、58.26%。果皮和种籽中原花青素含量不同,因而对提取率有一定影响。有资料表明,在葡萄籽与葡萄皮中,葡萄多酚的含量较高,在红葡萄的果皮中,多酚含量可达25%~50%,种籽

中则可达 50%~70%。其中以原花青素的含量最为丰富, 可以达到 80%~85% (也有报道含量大约在 50%~98% 之间)^[16]。因此, 原花青素在果皮中含量为 20%~42.5%(12.5%~49%), 种籽中含量为 40%~59.5%(25%~68.6%)。可见, 原花青素含量在果皮和种籽中含量差别很大, 并且不同品种间差别也很大。因此, 在进行实验时, 应选好材料。

3.2 样品前处理方法对提取率的影响

在“赤霞珠”葡萄皮渣中, 葡萄籽含有 14%~17% 的油脂^[17]。这部分油脂对乙醇浸提原花青素有很大影响, 因为油脂能溶于乙醇, 如不先将其除去, 就会误把油脂也当作原花青素提取出来。这样, 原花青素中混杂着油脂使提取率增大。因而应对原料进行脱脂。

原料脱脂的方法有很多, 一般采用溶剂提取法和超临界 CO₂ 萃取法^[18]。溶剂提取法又分为室温浸提和索氏提取, 由于索氏提取要求的温度高(85℃)而在此温度下原花青素结构已经发生变化^[19], 因此室温浸提的效果相对较好。溶剂提取法出油率较高, 提取较彻底, 溶剂可回收, 降低了成本, 操作简易, 易于实验室研究; 由于溶剂有毒或有异味, 因此应注意通风防火, 防止泄漏。超临界 CO₂ 萃取法的优点是可以低温操作, 避免了易氧化物质的氧化分解, 而且溶剂无残留, CO₂ 易得, 且能耗低; 但是生产成本低^[18]。本实验只是用来脱去原料中的油, 油是副产物, 而且室温浸提脱脂效果也非常不错, 故本实验采用室温浸提。

3.3 与其他葡萄品种提取原花青素相比较

刺葡萄籽: 有机溶剂提取刺葡萄籽原花青素的适宜工艺条件为 70% 乙醇溶剂、温度 60℃、提取时间 120min, 提取率为 0.83%^[20]。

野生毛葡萄籽: 野生毛葡萄籽中原花青素含量比普通葡萄籽高。采用热回流方法提取, 以乙醇为提取溶剂。最佳提取工艺条件为: 以 60% 乙醇为提取溶剂, 料液比 1:12, 提取温度为 60℃, 提取时间 2.0h, 提取率为 5.75%^[21]。

山葡萄籽: 采用有机溶剂-水系提取法。最优方案以体积分数为 70% 的丙酮溶液为提取溶剂, 在 60℃ 条件下, 提取 120min, 料液比为 1:7, 提取率为 2.31%^[4]。

“赤霞珠”葡萄皮渣: 乙醇浸提法最优方案: 提取时间 55min, 提取温度 50℃, 料液比 1:8.5(g/ml), 乙醇浓度 55%, 提取率为 2.61%。微波辅助浸提法最优方案: 微波功率 320W, 微波时间 30s, 乙醇浓度 50%, 料液比 1:13(g/ml), 在 50℃ 的恒温水浴中浸提 30min, 提取率为 3.99%。

通过与其他葡萄品种提取率的比较, 得到本实验原花青素的提取率较高, 具有可行性, 在实际生产中能获得较高效益。

4 结 论

以“赤霞珠”葡萄皮渣为原料提取原花青素, 采用有机溶剂-水系提取法。乙醇浸提法的最佳提取工艺为: 提取时间 55min, 提取温度 50℃, 料液比 1:8.5(g/ml), 乙醇浓度 55%, 提取率为 2.61%; 微波辅助浸提法的最佳提取工艺为: 微波功率 320W, 微波时间 30s, 乙醇浓度 50%, 料液比 1:12(g/ml), 50℃ 恒温水浴中浸提 30min, 提取率为 3.99%。在最佳提取工艺下研究 pH 对原花青素提取率的影响。乙醇浸提法和微波辅助浸提法分别在 pH4.5 和 pH5 时, 原花青素提取率最大, 提取率分别为 2.67% 和 4.11%。酸提高了原花青素的提取率。

参考文献:

- [1] 万本屹, 董海洲, 刘传富. 原花青素及其应用[J]. 中国食物与营养, 2001(6): 15-16.
- [2] 李银平, 薛雪萍, 袁春龙, 等. 葡萄籽成分与营养评价[J]. 食品与发酵工业, 2006, 32(12): 108-113.
- [3] 余晓琴, 阚建全, 赵国华, 等. 天然抗氧化剂原花青素保健功能[J]. 粮食与油脂, 2003(4): 40-42.
- [4] 陈磊, 王军. 山葡萄籽中原花青素的提取[J]. 中国野生植物资源, 2008, 27(1): 58-60.
- [5] HOWELL A B, REED J D, KRUEGER C G, et al. A-type cranberry proanthocyanidins and uropathogenic bacterial anti-adhesion activity[J]. Phytochemistry, 2005, 66: 2281-2291.
- [6] 李淑芳, 陈晓明. 葡萄籽营养保健成分的论述[J]. 山西食品工业, 2004(4): 24-28.
- [7] 张长贵. 原花色素及其开发应用[J]. 四川食品与发酵, 2006, 42(1): 8-12.
- [8] 罗冠中. 原花青素的提取、分离及抗氧化性的研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2006.
- [9] 张冰若, 劳业兴, 苏薇薇, 等. 原花青素的研究现状及开发前景[J]. 中药材, 2003, 26(12): 905-908.
- [10] 郑永丽. 葡萄籽中原花色素的分析、提取与纯化[D]. 天津: 河北工业大学, 2004.
- [11] 孙芸, 谷文英. 硫酸-香草醛法测定葡萄籽原花青素的含量[J]. 食品与发酵工业, 2003(9): 43-46.
- [12] 邵云东, 胡光祥, 於洪建, 等. 葡萄籽提取物的质量评价[J]. 中草药, 2001, 32(11): 1044-1046.
- [13] 李瑞丽. 葡萄籽中原花青素的提取工艺研究[D]. 北京: 北京化工大学, 2006.
- [14] 李莹, 李才国. 原花青素提取、分离纯化方法的研究进展[J]. 食品工程, 2008(1): 9-11.
- [15] 李斌, 孟宪军, 智红涛, 等. 葡萄籽中原花青素的稳定性研究[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(10): 71-73.
- [16] 吴丹, 陈健初. 葡萄多酚的应用研究进展[J]. 粮油加工与食品机械, 2003(5): 57-59.
- [17] 李林开. 葡萄籽油的提取与精炼工艺技术研究[J]. 粮油加工与食品机械, 2005(4): 48-49.
- [18] 杨会林, 陈卫航, 张婕. 葡萄籽油的提取方法及精炼工艺研究进展[J]. 河南化工, 2006, 23(5): 5-6.
- [19] 张婧, 罗晶. 溶剂提取葡萄籽油工艺的研究[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(9): 88-90.
- [20] 成智涛. 刺葡萄籽原花青素提取、提纯及其抗氧化性的研究[D]. 长沙: 湖南农业大学, 2007.
- [21] 郑燕升, 莫倩, 雷莉. 野生毛葡萄籽中原花青素提取工艺研究[J]. 安徽农业大学学报, 2008, 36(2): 408-409; 428.