

梨皮多酚的提取工艺优化的研究

耿中华^{1,2}, 秦卫东², 马利华², 张泽生¹

(1.天津科技大学食品工程与生物技术学院, 天津 300457;

2.徐州工程学院食品工程学院, 江苏徐州 221008)

摘要:研究了梨皮中多酚的提取工艺,通过正交实验确定了最佳提取条件。结果表明:梨皮中多酚的最佳提取工艺条件为温度70℃,固液比1:11(w/v),乙醇浓度60%,浸提时间60min。该条件下的多酚提取率为0.5mg/g。

关键词:梨皮,多酚,提取

Study on optimization of extraction technology of polyphenols in pear peel

GENG Zhong-hua^{1,2}, QIN Wei-dong², MA Li-hua², ZHANG Ze-sheng¹

(1. Apartment of Food Engineering and Biotechnology, Tianjin University of Science and Technology, Tianjin 300457, China;

2. College of Food Engineering, Xuzhou Institute of Technology, Xuzhou 221008, China)

Abstract: The extraction technology of polyphenols in pear peel was studied and the optimal conditions of the extraction were determined by orthogonal test. The results indicated: the optimal conditions of extraction of polyphenols in pear peel were 70℃, the ratio of solid to liquid 1:11 (w/v), 60% ethanol concentrations and 60min extracting times, the extracting rate of polyphenols was 0.5mg/g.

Key words: pear peel; polyphenol; extraction

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2009)12-0233-03

近年来,无论是消费者还是食品加工者,对多酚物质都给予了很大的兴趣。流行病学的研究指出了富含多酚类的食品或饮料的消费与预防疾病之间的关系^[1]。植物多酚已被证实具有良好的抗氧化作用,而果蔬加工的残渣,包括皮、籽和粕是酚类抗氧化的良好来源^[2]。梨是我国大众喜爱的水果品种之一,该水果中也含有一定的多酚化合物。史安国等人^[3]研究了黑沙梨和红沙梨果实中的总酚含量分别为10.5mg/g和5.9mg/g,它们均具有较强的清除自由基和抗氧化能力。Lin和Harnly^[4]从16种梨的皮中鉴定出了34种黄酮和19种羟基桂皮酸盐类,其中主要的酚类是杨梅苷和氯原酸。Gorinstein等人^[5]证实,水果皮中的总酚含量约为去皮水果的2倍。在生产糖水梨罐头时,去除的梨皮占水果的17%~20%左右^[6],往往是作为废弃物处理的。本文的目的是研究梨皮中多酚的提取工艺,为梨皮的利用提供依据。

1 材料与方法

1.1 实验材料

梨皮 生产糖水梨罐头下脚料,由徐州金地食品有限公司提供,梨皮清洗,于40℃烘干,粉碎后备用;没食子酸 分析纯,中国医药(集团)上海化学试

剂公司;其余试剂 均为国产分析纯。

1.2 标准曲线的制定

没食子酸标准溶液:精确称取25.000mg没食子酸,用体积比为1:1的丙酮:水溶液配制成50mL的溶液,从50mL溶液中准确量取10mL溶液用体积比为1:1的丙酮:水溶液定容至100mL容量瓶中。

分别取0、0.3、0.6、0.9、1.2、1.5mL的标准溶液于25mL的容量瓶中,分别加入0.100mol/L的三氯化铁溶液0.75mL 0.008mol/L的铁氰化钾溶液0.75mL; 0.100mol/L的盐酸溶液0.75mL后定容至25mL,测定其吸光度。

1.3 梨皮多酚的提取

1.3.1 固液比的选择 称取10.000g梨皮粉5份,分别放于250mL蒸馏瓶中,分别加入50、80、110、140、170mL的70%乙醇溶液,70℃浸提60min后抽滤,定容后测定其吸光度。

1.3.2 浸提温度的选择 称取10.000g梨皮粉5份,分别放于250mL蒸馏瓶中,加入70%的乙醇80mL,分别在温度为50、60、70、80、90℃的条件下浸提60min后抽滤,定容后测定其吸光度。

1.3.3 浸提时间的选择 称取10.000g梨皮粉5份,分别放于250mL蒸馏瓶中,加入70%的乙醇80mL,在70℃的条件下分别浸提20、40、60、80、100min后抽滤,定容后测定其吸光度。

1.3.4 乙醇浓度的选择 称取10.000g梨皮粉5份,

收稿日期:2009-02-23

作者简介:耿中华(1979-),男,在职硕士研究生,研究方向:天然产物提取及功能性研究。

分别放于 250mL 蒸馏瓶中,分别加入 80mL 的 50%、60%、70%、80%、90% 乙醇,在 70℃ 的条件下浸提 60min 后抽滤,定容后测定其吸光度。

1.4 多酚提取的正交实验

采用 $L_9(3^4)$ 正交实验表,以浸提温度、固液比、乙醇浓度、浸提时间为因素,分别选择三个水平设计正交实验,确定最佳提取工艺。正交实验的因素水平表如表 1 所示。

表 1 因素水平表

水平	因素			
	A 温度 (°C)	B 固液比	C 乙醇浓度 (%)	D 时间 (min)
1	60	1:5	60	40
2	70	1:8	70	60
3	80	1:11	80	80

1.5 多酚含量的测定

采用 Folin-Ciocalteu 比色法^[7]。结果以没食子酸当量/mL(mgGAE/mL)计。

1.6 提取率的计算

$$\text{提取量}(\mu\text{g/g}) = C \times N \times V/W$$

式中:C:查标准曲线得到的浓度;N:料液稀释倍数;V:料液体积/mL;W:梨皮取样量/10g。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线方程

标准曲线方程为: $y = 0.0135x + 0.0153$ ($R^2 = 0.9992$)。

2.2 固液比对梨皮多酚提取的影响

按照固液比不同分别加入 50、80、110、140、170mL 的 70% 乙醇溶液,70℃ 浸提 60min 后抽滤,定容后测定其吸光度,结果如图 1 所示。

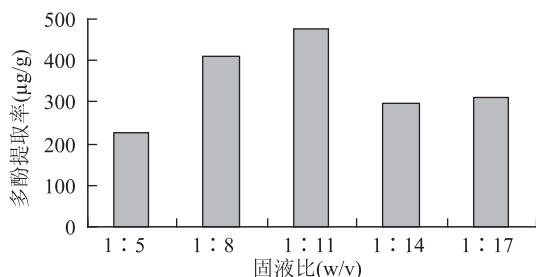


图 1 固液比对梨皮多酚提取率的影响

从图 1 结果可以看出:随着固液比的增大,多酚提取率在 1:5 到 1:11 的范围内增大,这是因为,随着固液比的增大,多酚的提取率会逐渐增大。在 1:11 到 1:17 的范围内先是快速减小后又有回升,这是因为固液比到一定程度时,提出了部分杂质影响测定结果。所以,固液比选择为 1:11 时能得到最好效果。

2.3 乙醇浓度的选择

按照乙醇浓度不同分别加入乙醇浓度为 50%、60%、70%、80%、90% 乙醇/水溶液 80mL,在 70℃ 的条件下浸提 60min 后抽滤,定容至 80mL,分别取上述定容溶液各 1mL 于 25mL 容量瓶,测定其吸光度,结果如图 2 所示。

从图 2 结果可以看出,随着乙醇浓度的增大,在乙醇浓度达到 60% 时,得到的多酚最多,当浓度继续

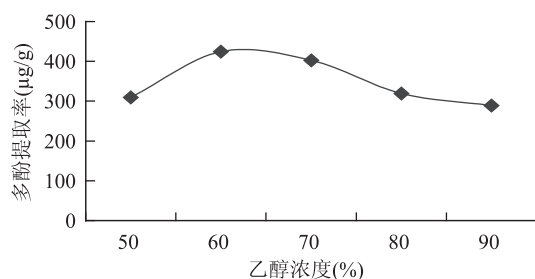


图 2 乙醇浓度对多酚提取率的影响

升高时,多酚得率开始降低。其原因可能是,当浓度高于 60% 后,溶出较多醇溶性杂质、色素、亲脂性强的成分,这些成分与多酚类化合物竞争同一乙醇水分子结合,同时组织的通透性下降,导致多酚得率下降。所以,乙醇浓度为 60% 时提取多酚效果最好。

2.4 浸提时间的选择

按照浸提时间不同加入浓度为 70% 的乙醇/水溶液 80mL,在 70℃ 的条件下分别浸提 20、40、60、80、100min 后抽滤,定容至 80mL,分别取上述定容溶液各 1mL 于 25mL 容量瓶,测定其吸光度,结果如图 3 所示。

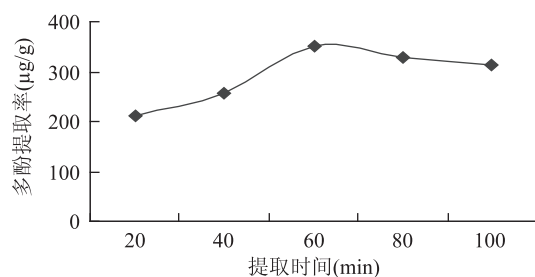


图 3 提取时间对多酚得率的影响

从图 3 结果可以看出,在 60min 的多酚得率达到最高。这是因为随着回流时间的加长,可以使多酚充分溶解于溶剂中,但时间过长会因为温度的影响而破坏多酚的分子结构。所以,浸提 60min 时多酚提取效果最好。

2.5 浸提温度的选择

按照浸提温度的不同加入浓度为 70% 的乙醇/水溶液 80mL,分别在温度为 50、60、70、80、90℃ 的条件下浸提 60min 后抽滤,定容至 80mL,分别取上述定容溶液各 1mL 于 25mL 容量瓶,测定其吸光度,结果如图 4 所示。

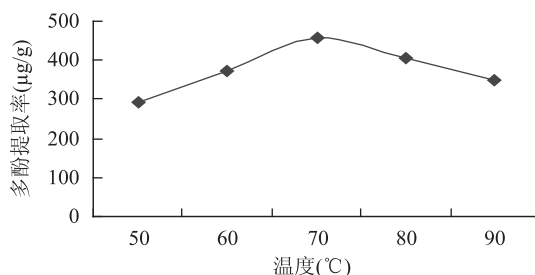


图 4 浸提温度对多酚得率的影响

从图 4 结果可以看出,从对得率的影响来看,随着温度的升高得率先上升后下降,在 70℃ 时达到最佳。这是因为随着温度的上升,分子运动速度加快,

(下转第 238 页)

使淀粉乳糊化,应用所得到的淀粉糊,起到增稠、凝胶、黏合、成膜和其他功能。不同种淀粉在性质方面存在差别,如粘度、黏韧性、透明度、抗剪切稳定性、凝成性等,这些性质都影响淀粉糊的应用^[1]。测定淀粉粘度,通过改变温度,连续测定淀粉粘度随温度的变化,绘制出淀粉的粘度变化曲线,并通过淀粉粘度曲线辨别出糊化温度。

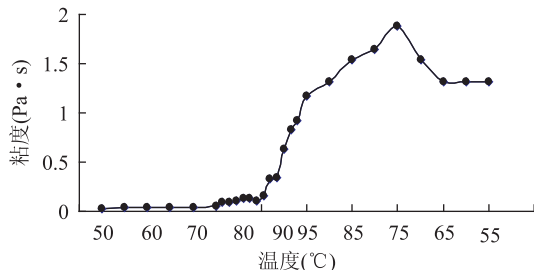


图5 粘度随温度变化曲线

3 结论

实验结果表明,在荔枝核淀粉提取率的实验中,用超声波振提和酶法结合提取荔枝核淀粉,提取率能够有一定的提高,提取率可以达到53%左右,且最佳的提取条件为:酶的质量分数1%,酶解时间4h,浸泡4h,在酶解前先振提40min。荔枝核中提取的粗淀粉中淀粉含量为73.95%,蛋白质含量7.38%,脂肪含量1.38%,灰分0.51%,直链淀粉含量为11.11%。荔枝核淀粉的溶解度随温度的升高而提高,但是整体来说荔枝核淀粉由于直链淀粉含量较低,淀粉的

(上接第234页)

有利于多酚的渗出,但温度太高会破坏多酚的分子结构从而影响了得率。所以,70℃时多酚提取效果最好。

2.6 梨皮多酚提取工艺条件的正交优化

对温度、固液比、乙醇浓度和浸提时间采用四因素三水平进行正交实验,结果如表2所示。

表2 梨皮多酚提取的正交实验结果

实验号	A	B	C	D	提取率 ($\mu\text{g/g}$)
1	1	1	1	1	153.60
2	1	2	2	2	348.27
3	1	3	3	3	427.53
4	2	1	2	3	188.04
5	2	2	3	1	408.12
6	2	3	1	2	508.20
7	3	1	3	2	206.19
8	3	2	1	3	443.67
9	3	3	2	1	394.94
K_1	9294	547.83	1105.47	956.66	
K_2	1104.36	1200.06	931.25	1062.66	
K_3	1044.8	1330.67	1041.84	1059.24	
R	174.96	782.84	174.22	106.0	

从表2可知,梨皮多酚的最佳提取工艺条件为 $A_2B_3C_1D_2$,即温度70℃,固液比1:11(w/v),乙醇浓度60%,浸提时间60min。该条件下的多酚提取率为0.5mg/g。

溶解度较低。通过粘度变化曲线,可以估计荔枝核淀粉的糊化温度在85℃左右,较难糊化。

参考文献

- [1] 屠鹏飞,罗青,郑俊华.荔枝核的化学成分研究[J].中草药,2002,33(4):300-302.
- [2] 汤桂梅,陈全斌,义祥辉,等.荔枝核淀粉提取工艺及其性质的研究[J].化学世界,2002(7):359-362.
- [3] 王萍,苏玖玲,陈磊.大米淀粉的提取[J].粮食与饮料工业,2006(5):20-21.
- [4] 大连轻工业学院,等.食品分析[M].北京:中国轻工业出版社,2002:216-223,139-141,99-103,191-193.
- [5] GB/T15683-1995,稻米直链淀粉含量的测定[S].
- [6] GB/T 15683-1995 附录A.马铃薯直链淀粉标准品制备方法[S].
- [7] 胡飞,陈玲.微细化马铃薯淀粉的理化性质[J].无锡轻工大学学报,2002(5):452-453.
- [8] 李向红,邓放明,刘展.菱角淀粉的理化性质研究[J].粮油食品科技,2006,14(1):43-45.
- [9] 上官新晨,陈木森,徐睿庸,等.超声波法提取青钱柳多糖[J].江西农业大学学报,2006,28(6):810.
- [10] 邓宇.淀粉化学品及其应用[M].北京:化学工业出版社,2003:4-8.
- [11] 刘亚伟.玉米淀粉生产及转化技术[M].北京:化学工业出版社,2003:163-166.

3 结论

梨皮中多酚的最佳提取工艺条件为温度70℃,固液比1:11(w/v),乙醇浓度60%,浸提时间60min。该条件下的多酚提取率为0.5mg/g。

参考文献

- [1] Scalbert A, Williamson G. Dietary Intake and Bioavailability of Polyphenols[J]. Journal of Nutrition, 2000, 130:2073S-2085S.
- [2] Moure A, Cruz J M, Franco D, et al. Natural antioxidants from residual sources[J]. Food Chemistry, 2001, 72:145-171.
- [3] 史安国,郭香凤,张国海,等.沙梨果实多酚类活性成分及抗氧化活性分析[J].植物资源与环境学报,2000,9(3):57-58.
- [4] Gorinstein S, Martin-Belloso O, Lojek A, et al. Comparative content of some phytochemicals in Spanish apples, peaches and pears [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2002, 82(10):1166-1170.
- [5] Lin Long-Ze, Harnly J M. Phenolic compounds and chromatographic profiles of pear skins (*Pyrus* spp.) [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2008, 56:9094-9101.
- [6] 《罐头工业手册》编写组.罐头工业手册[M].第六分册.北京:中国轻工业出版社,1983:131-132.
- [7] Pyo Y-H, Lee T-C, Logendra L, et al. Antioxidant activity and phenolic compounds of Swiss chard (*Beta vulgaris subspecies cycla*) extracts [J]. Food Chemistry, 2004, 85:19-26.