

微波辅助萃取从玉米中提取黄色素的研究

汤秀华, 曾肇梅

(四川理工学院材料与化学工程学院, 四川 自贡 643000)

摘要:研究了以玉米为原料,用微波辅助萃取技术从玉米中提取黄色素;通过改变溶剂、玉米目数、微波提取温度、提取时间等条件,考察了对玉米黄色素提取效果的影响。正交实验结果表明:玉米黄色素提取效果受温度影响比较大,时间次之,目数的影响较小;优化工艺条件为以95%乙醇为溶剂,液料比为10:1mL/g,原料目数80目,浸提温度70℃,提取时间11min。在此条件下,提取液的吸光度可达0.658。

关键词:微波萃取;玉米;黄色素;吸光度

中图分类号:TB115

文献标识码:A

引言

近些年来,天然色素的食用得到了人们的普遍关注,同化学合成色素相比,它具有以下优点:都来源于天然原料,安全性很高;除具有着色功能外,有些食用的天然色素还具有保健作用和营养功能。

玉米黄色素是一种具有多重保健功能的天然食用色素,主要由玉米黄素、叶黄素、隐黄素组成,可在体内根据需要转化成维生素A,具有保护视力、防止视网膜黄斑老化、抑制肿瘤的生长、抗衰老等保健功能^[1-4]。在食品、医药、饮料、化妆品行业有着广泛的应用前景^[5-6]。

提取玉米黄色素的传统方法有机溶剂提取法^[7],即以有机溶剂作为提取剂,采用水浴加热提取,将提取液浓缩后得到玉米黄色素粗品。该方法的缺点是溶剂消耗量大,提取时间长,玉米黄色素易氧化变质,提取率低。本文拟采用微波辅助溶剂萃取法从玉米中提取黄色素,并对其提取工艺进行优化,得到优化工艺条件。

1 实验药品与方法

1.1 实验仪器与试剂

MAS-I型微波炉(上海信义微波化学科技有限公司)、TU-1800型紫外可见分光光度计(上海美谱达仪器有限公司)、F120粉碎机(郑州杜甫仪器厂)、SHB-3循环水多用真空泵(郑州杜甫仪器厂)、MP5002电

子天平(上海舜宇恒平科学仪器有限公司)、

CMD-20X恒温鼓风干燥箱(上海琅环实验设备有限公司)等。

玉米(自贡农贸市场自购)、无水乙醇、乙酸乙酯、丙酮等,分析纯(重庆川东化工集团有限公司)。

1.2 实验方法

首先将玉米粒放入干燥箱里面烘数小时,再用粉碎机打碎,过一定目数的筛子筛分。

称取适量筛分后的玉米粉于反应器中,加入一定比例的有机溶剂,将反应器放入微波炉,在一定温度下萃取一定时间后取出,减压抽滤,取出滤液,用紫外可见分光光度计测定其吸光度。

2 结果与讨论

2.1 测定波长的选择

玉米黄色素光谱扫描图见图1。由图可以观察到,玉米黄色素在450nm处吸收峰最大,因此本实验选择450nm作为玉米黄色素的测定波长。

2.2 单因素实验结果

2.2.1 溶剂的选择

实验在液料比为10:1mL/g,玉米粉目数为120目,微波反应温度55℃,微波萃取时间2min下,考查不同溶剂对玉米黄色素提取效果的影响,结果见图2。

由图2可看出,采用不同的溶剂,所测得的玉米黄

收稿日期:2011-12-01

基金项目:四川省教育厅科研项目(11ZA119)

作者简介:汤秀华(1975-),女,重庆忠县人,副教授,硕士,主要从事化学工艺及产品开发方面的研究。(E-mail) txhsxbsch@163.com

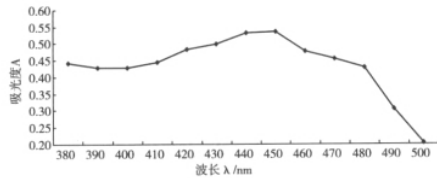


图1 玉米黄色素紫外—可见光吸收光谱图

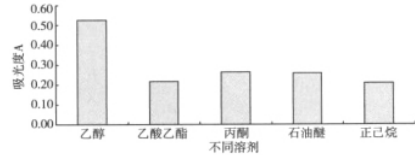


图2 不同溶剂对玉米黄色素提取效果的影响

色素的吸光度不同,其中95%乙醇做提取溶剂吸光度较高,提取效果最好。这是由于玉米黄色素中既含有极性比较小的 β -胡萝卜素,又含有极性比较大的叶黄素、隐黄素和玉米黄素。根据相似相容原理,使用极性溶剂(丙酮、乙酸乙酯、乙醇)提取效果较好。乙醇的极性较大,丙酮次之,乙酸乙酯的极性最小,而黄色素中叶黄素、隐黄素和玉米黄素的含量较大, β -胡萝卜素含量较小,所以极性较强的乙醇作为溶剂,提取效果最好。综合乙醇无毒、价格低廉等特点,本文采用95%乙醇作为提取溶剂。

2.2.2 玉米目数的选择

实验在液料比为10:1 mL/g,用95%乙醇为溶剂,微波反应温度55℃,微波萃取时间2min下,考查不同目数对玉米黄色素提取效果的影响,结果见图3。

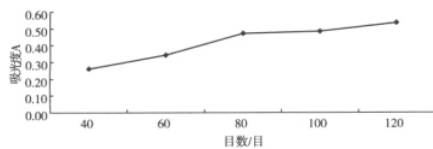


图3 原料颗粒大小对玉米黄色素提取效果的影响

由图3可以看出,随着目数的增大,即颗粒粒度的减小,吸光度逐渐升高。这主要是因为原料颗粒粒度越小,比表面积增大,溶剂与原料接触机会增加,所以提取效果增高。但若目数太高,则增加了粉碎难度,成本也增加。故本文选取120目。

2.2.3 浸提温度的选择

实验在液料比为10:1 mL/g,用95%乙醇为溶剂,玉米粉目数为120目,微波萃取时间2min下,考查不同浸提温度对玉米黄色素提取效果的影响,结果见图4。

由图4可以看出,在一定的温度范围内,吸光度随着提取温度的升高而增大,当温度升高到65℃后吸光度减小。这是因为在温度较低时,随着温度的升高分子运动速率加快,渗透、扩散、溶解速率加快,溶液黏度降低,导致提取率增加;但是在65℃后,提取效果逐渐降

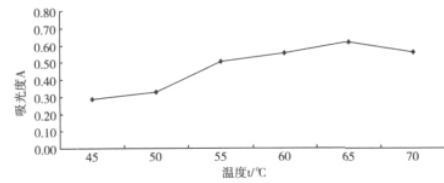


图4 浸提温度对玉米黄色素提取效果的影响

低,可能是因为温度越高,天然产物中活性成分易被氧化破坏、降解。另外考虑到乙醇的沸点比较低,在高温下挥发性大,所以实验选择浸取温度为65℃。

2.2.4 液料比的选择

实验用95%乙醇为溶剂,在玉米粉目数为120目,微波反应温度55℃,微波萃取时间2min下,考查不同液料比对玉米黄色素提取效果的影响,结果见图5。

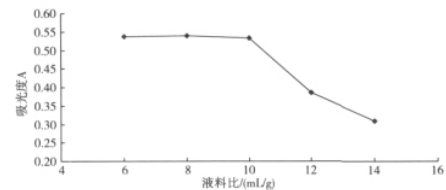


图5 液料比对玉米黄色素提取效果的影响

由图5可见,随着液料比的减小,玉米黄色素的吸光度增大,当液料比小于10:1后,吸光度变化不大。这是因为玉米黄色素的提取属于固-液萃取过程,化学位差或浓度差成为提取过程的推动力。当溶剂的用量减小到一定程度之后,提取液中黄色素的含量趋于饱和,故合适的液料比取为10:1 mL/g。

2.2.5 微波萃取时间的选择

实验在液料比为10:1 mL/g,用95%乙醇为溶剂,玉米粉目数为120目,微波反应温度60℃下,考查不同微波萃取时间对玉米黄色素提取效果的影响,结果见图6。

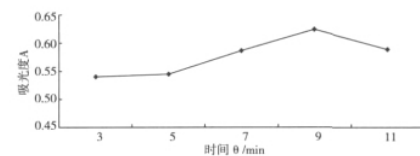


图6 微波萃取时间对玉米黄色素提取效果的影响

由图6可以看出,随萃取时间的延长,吸光度先是逐渐增加,但在9min后,吸光度下降,提取效果降低。这主要是因为微波作用,使细胞内有效成分渗透到溶液中,随着时间的延长,提取率升高;但是玉米黄色素在高温长时间作用下可能会遭到破坏,故时间太长,提取效果反而降低。所以合适的提取时间为9min。

2.3 正交实验

2.3.1 正交实验结果分析

由于不同因素间有交互作用以及为了确定影响玉米黄色素提取效果的主要因素,进行了正交实验,实验

选择了微波浸提温度、萃取时间、原料目数 3 个因素,设计了一个 $L_9(3^4)$ 的正交表,对结果进行了极差、方差分析,结果见表 1、表 2 和表 3。

表 1 因素水平表

水平	目数/目	温度 $t/^\circ\text{C}$	时间 θ/min
	A	B	C
1	80	60	7
2	100	65	9
3	120	70	11

表 2 玉米黄色素浸提正交实验结果表

试验号	目数/目	温度 $t/^\circ\text{C}$	时间 θ/min	空列	吸光度 A
1	1	1	1	1	0.584
2	1	2	2	2	0.536
3	1	3	3	3	0.657
4	2	1	2	3	0.528
5	2	2	3	1	0.551
6	2	3	1	2	0.620
7	3	1	3	2	0.585
8	3	2	1	3	0.558
9	3	3	2	1	0.567
K_1	1.777	1.697	1.762	1.702	
K_2	1.699	1.645	1.631	1.741	
K_3	1.71	1.844	1.793	1.743	
k_1	0.592	0.566	0.587	0.567	
k_2	0.566	0.548	0.544	0.58	
k_3	0.57	0.615	0.598	0.581	
极差 R	0.026	0.067	0.054	0.014	

表 3 玉米黄色素浸提条件方差分析表

方差来源	平方和	自由度	均方和	F 值	显著性
A	0.00148	2	0.00074	0.74	不显著
B	0.00739	2	0.003695	3.695	显著
C	0.00522	2	0.002609	2.609	不显著
误差	0.0139	2	0.002531		

注: $F_{0.25}(2, 2) = 3$

根据极差 R 值的大小可见,各因素的影响大小为:提取温度 > 提取时间 > 目数 ($B > C > A$)。由方差分析结果可知,温度影响较为显著,目数影响最不显著。以玉米为原料,提取玉米黄色素的优化工艺条件为 $A_1B_3C_3$,即:以 95% 乙醇为溶剂,液料比为 10:1mL/g,原料目数为 80 目,浸提温度 70°C ,萃取时间 11min。

2.3.2 正交试验结果验证

以 80 目的玉米粉末为原料,液料比为 10:1mL/g 加入 95% 乙醇,在微波温度为 70°C ,微波时间为 11min 下进行 3 组平行试验,结果见表 4。

表 4 正交实验结果验证表

实验平行次数	1	2	3
吸光度 A	0.652	0.659	0.663
平均吸光度 A	0.658		

由表 4 可以看出,最佳工艺条件下,三组平行实验的结果相差不大,平均吸光度为 0.658。

3 结论

通过单因素实验考察以及正交优化实验可知,影响玉米黄色素提取效果的因素顺序为:提取温度 > 提取时间 > 目数;通过方差分析知,提取温度对玉米黄色素的提取效果影响较显著,目数对提取效果的影响最不显著。

实验优化工艺条件为:以 95% 乙醇为溶剂,液料比为 10:1mL/g,原料目数 80 目,浸提温度 70°C ,萃取时间 11min。在此条件下,提取液的吸光度可达 0.658。

参考文献:

- [1] 吴素萍,黄小平.超声法提取玉米黄色素及其稳定性的研究[J].粮食与饲料工业,2007(11):23-26.
- [2] 姚艾东.玉米黄色素的提取及应用研究[J].食品工业科技,2001,22(4):32-34.
- [3] 曹龙奎,孟令.玉米黄色素防治白内障的动物实验研究[J].食品科学,2008,29(9):595-597.
- [4] 张存劳.玉米淀粉厂副产物综合利用途径的研究[J].西部粮油科技,2001,26(4):55-57.
- [5] 刘振春,张岚.微波酶法提取玉米蛋白粉中玉米黄素的研究[J].食品科学,2008,29(1):169-172.
- [6] 姚艾东.玉米黄色素的提取及应用研究[J].食品工业科技,2001,22(4):32-34.
- [7] 彭子模,李进,董阿玲.食用玉米黄色素不同溶剂提取方法的比较研究[J].西北植物学报,1998,18(1):142-146.

Study on Yellow Pigment Extraction from Corn Using Microwave-assisted Method

TANG Xiu-hua, ZENG Zhao-mei

(School of Material and Chemical Engineering, Sichuan University of Science & Engineering, Zigong 643000, China)

Abstract: Extraction of the yellow pigment from corn by the microwave-assisted method is studied. The extraction performance of corn's yellow pigment with the varied conditions, such as different solvent, mesh size, extraction temperature, extraction time and so on, has been examined. The results of orthogonal experiments show that, temperature has the greatest influence on corn's yellow pigment extraction, the extraction time takes second place, and the mesh size has little influence. The best technological conditions are obtained as follow: 95% ethanol as the solvent, solid-liquid ratio 10:1mL/g, mesh size 80, extraction temperature 70°C and extraction time 11 min. The absorbency is 0.658 under these best extraction conditions.

Key words: microwave-extraction; corn; yellow pigment; absorbency