

文章编号:1671-1513(2011)06-0045-05

# 辣椒红色素的提取与分离

张艳, 赵丽丽, 仝其根

(北京农学院 食品科学系, 北京 102206)

**摘要:** 利用索氏提取法,用不同溶剂从几种辣椒中提取辣椒红色素和辣椒素,确定了较佳提取工艺条件;利用树脂吸附法和溶剂萃取法分离色素和辣椒素,确定了较佳洗脱剂和萃取分离条件. 试验结果表明,小米椒辣椒红色素含量最高,用氯仿提取效果较好,较佳提取时间为50 min;XAD16树脂可吸附无水乙醇溶解的红色素,其饱和吸附为每g树脂可吸附0.017 g辣椒提取物中的色素,氯仿为较佳洗脱剂;溶剂萃取分离辣椒红色素的较佳条件为:80%乙醇,萃取3次,萃取时间60 min. 另外,弱碱性金属氧化物有很好的除辣效果.

**关键词:** 辣椒红色素;辣椒素;提取;分离

**中图分类号:** TS202.3

**文献标志码:** A

辣椒红色素又名椒红素、辣椒红,是一种优质的天然色素,其含量一般为其干重的0.2%~0.5%,其中95%左右含在果皮中,属于叶黄素类共扼多烯烃含氧衍生物,主要成分为辣椒红素( $C_{40}H_{56}O_3$ ,分子量584)和辣椒玉红素( $C_{40}H_{56}O_4$ ,分子量600). 辣椒红色素中还含有胡萝卜素、油酸和硬脂酸等对人体有益的物质<sup>[1-3]</sup>. 辣椒红色素不仅色泽鲜艳、色价高、着色力强,而且安全性高,具有营养保健作用,作为天然红色素,是最有开发价值的实用红色素之一<sup>[4-5]</sup>.

辣椒红色素不溶于水,易溶于乙醇、丙酮、正己烷、油脂等有机溶剂,目前提取色素的方法有溶剂法、油溶法、超临界 $CO_2$ 萃取法、超声波溶剂提取法、分子蒸馏法等<sup>[6-8]</sup>. 一般提取所得的辣椒红色素是以辣椒玉红素为主体的混合物,且都不可避免地存在辣椒素,因此在制取辣椒红色素的工艺中,如何将其分离并进行除辣显得尤为重要,目前已有的方法包括提取原料前处理除辣和提取液除辣法<sup>[7-9]</sup>. 本文旨在找到提取辣椒红色素的最好溶剂、最佳工艺条件以及最好的分离、除辣方法.

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

朝天椒、小米椒、线椒、美人椒,市场购买;石油

醚,天津市东正精细化学试剂厂;丙酮、无水乙醇、环己烷、氯仿、乙酸乙酯、正己烷、甲醇,北京化工厂;氧化镁、氧化铝、氧化钙,北京化工厂;FPA90CL、FPA53、XAD16、FPC3500、XAD4,北京慧得易科技有限责任公司.

### 1.2 仪器

TU-1810型紫外分光光度计,北京普析通用仪器有限责任公司;FW80型高速万能试样粉碎机,天津市泰斯特仪器有限公司;JJ100型精密电子天平,常熟双杰测试仪器厂;ZFQ85A型旋转蒸发器,上海医械专用机械厂;DH-101型电热恒温鼓风干燥箱,天津市中环试验电炉有限公司;Soxtec 2405型脂肪提取器,北京普析通用仪器有限责任公司.

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 辣椒红色素的提取方法

将从市场购买的4种含色素高并且辣度大的红辣椒(朝天椒、美人椒、线椒、小米椒)用干燥箱烘干,将其分别粉碎过30目筛,取一定量粉末至滤纸提取杯中,塞上脱脂棉,在Soxtec 2405脂肪提取器加入提取剂,沸腾状态下进行提取,得到的提取液用旋转蒸发法去掉残留的提取溶剂得最终辣椒提取物.

收稿日期:2011-07-08

作者简介:张艳,女,硕士研究生,研究方向为农产品加工及贮藏工程;

仝其根,男,副教授,硕士,主要从事蛋品加工及食品添加剂方面的研究. 通讯作者.

### 1.3.2 辣椒红色素的分离方法

本试验采用树脂法<sup>[10]</sup>和溶剂萃取法<sup>[6,11]</sup>分离提纯色素。

#### 1.3.2.1 树脂法

1) 大孔树脂预处理:称取足量树脂放入烧杯,用95%的乙醇溶液浸泡24 h,用去离子水清洗去掉乙醇,再用4% HCl 溶液浸泡3 h后用去离子水洗至pH=7,最后用5% NaCl 溶液浸泡3 h后用去离子水洗至pH=7,备用。

2) 上柱液的制备:将辣椒提取物用不同溶剂溶解并定容至100 mL,备用。

3) 色素的吸附:取处理好的大孔树脂装入玻璃柱,上柱液以一定的流速重力过柱,观察树脂的颜色和流出液的颜色,判定色素是否被树脂吸附。

4) 洗脱试验:将吸附饱和的大孔树脂,用不同的溶剂洗脱,观察流出液的颜色,并收集洗脱液,判定洗脱剂的洗脱效果。

#### 1.3.2.2 溶剂萃取法

将辣椒提取物用不同浓度的乙醇溶解定容,吸取适量装入分液漏斗,加入石油醚,利用色素在石油醚和乙醇中的溶解度不同将色素从乙醇相中萃取出来。并将分离后的石油醚相在475.5 nm处测定吸光值,乙醇相进行辣味阈值对比判定。

#### 1.3.3 辣素的去除

将辣椒提取物用石油醚溶解定容,取适量,加入

等体积的水与弱碱性氧化物混合物(氧化镁、氧化铝、氧化钙等)的混合物,充分震荡后静置,待其稳定分层后,利用感官评定判断除辣效果。

#### 1.3.4 色素相对含量对比判定方法

将不同溶剂提取的辣椒提取物用无水乙醇溶解并定容至相同体积,再分别稀释至一定倍数,直至肉眼能判定出颜色深浅为止,并按颜色深浅排出顺序,排序标准为由深到浅,以此判定提取物中色素的相对含量。

#### 1.3.5 辣味阈值对比判定方法

将一定的辣椒提取物用乙醇溶解并定容,再分别稀释至不同倍数,利用感官评定法得到提取物的辣味阈值,辣味阈值以稀释倍数来表达。

## 2 结果与分析

### 2.1 辣椒红色素提取工艺条件选择

#### 2.1.1 较佳提取溶剂的选择

以10 g朝天椒为提取原料,选择甲醇、无水乙醇、乙酸乙酯、丙酮、氯仿、环己烷、己烷、石油醚为提取溶剂(60 mL),按1.3.1所述方法进行提取,将所得提取物进行称量,并用无水乙醇将提取物溶解定容至60 mL,按照1.3.4所述方法进行色素相对含量判定,结果如表1。

将提取物稀释感官评价可看到,提取物稀释

表1 不同溶剂对朝天椒提取物中色素的相对含量排序

Tab.1 Order of different solvent extracts of chili relative content of Capsanthin

提取溶剂	甲醇	无水乙醇	乙酸乙酯	丙酮	氯仿	环己烷	己烷	石油醚
色素相对含量排序	8	5	7	6	1	2	4	3

100倍时,乙酸乙酯和甲醇作提取溶剂得到提取物溶解后的颜色最浅,且甲醇提取所得的最浅,稀释1000倍后可看出,氯仿提取所得提取物溶解后颜色最深,以后依次为环己烷提取所得色素,石油醚提取所得色素,正己烷提取所得色素,乙醇提取所得色素,丙酮提取所得提取物溶解后的颜色最浅,最后得出不同溶剂提取辣椒得到的色素溶解稀释后颜色效果为:氯仿>环己烷>石油醚>正己烷>无水乙醇>丙酮>乙酸乙酯>甲醇,即氯仿作为提取溶剂所得提取物溶解后颜色最深,说明其中含色素最多,因此较佳提取溶剂为氯仿。

#### 2.1.2 最佳提取时间的确定

以20 g朝天椒为原料,60 mL氯仿为提取溶剂,

按1.3.1所述方法进行热回流提取,提取条件中的浸提时间分别设为5,10,20,40,50,60 min. 结果如图1。

由图1可以看出,当浸提时间为50 min时,提取率为4.4%,达到最高,再增加提取时间,提取物质量没有明显的增加,说明浸提50 min就已经基本提取完全。

### 2.2 不同品种辣椒红色素含量的测定试验结果与分析

分别以10 g朝天椒、美人椒、线椒、小米椒为提取原料,60 mL氯仿为提取溶剂,按1.3.1所述提取方法,按较佳提取工艺条件进行提取,将所得提取物用无水乙醇溶解定容至100 mL,按1.3.4所述方法

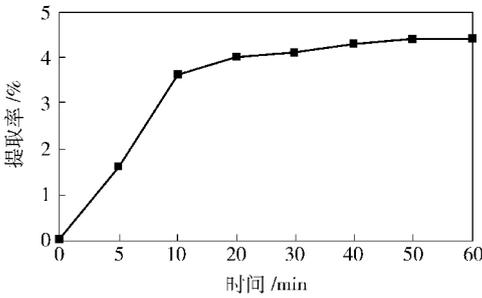


图1 提取率与提取时间的关系

Fig.1 Extraction rate and extraction time diagram

进行色素相对含量判定,得到结果如表2.

表2 不同辣椒提取物中色素相对含量排序

Tab.2 Relative content of capsanthin sort about different chili extracts

色素相对含量排序	4	3	2	1

将不同品种辣椒提取物的乙醇溶液稀释10倍时可明显看到,朝天椒的颜色最浅,稀释到100倍时,小米椒提取物颜色最深,线椒提取物其次,美人椒提取物最浅.由此可知,小米椒提取所得的色素含量最多.

### 2.3 辣椒红色素的树脂提纯试验结果与分析

#### 2.3.1 分离树脂的确定

分别将无水乙醇和氯仿溶解的辣椒提取物制备为上柱液,采用重力过柱法经FPA90CL、FPA53、XAD16、FPC3500、XAD4树脂吸附,观察树脂吸附效果,结果见表3.

表3 不同树脂对辣椒红色素的吸附情况

Tab.3 Capsanthin adsorbed by different resin

树脂	溶剂	
	无水乙醇	氯仿
FPA90CL	不吸附	不吸附
FPA53	不吸附	不吸附
XAD16	吸附	不吸附
FPC3500	不吸附	不吸附
XAD4	不吸附	不吸附

由表3可知XAD16树脂可吸附用无水乙醇溶解的辣椒红色素,其余树脂对用氯仿或无水乙醇溶解的辣椒红色素均没有吸附作用.

#### 2.3.2 树脂吸附饱和度试验

称取20.00g XAD16树脂,处理好后装入玻璃柱中.将制备的浓度为0.01g/mL朝天椒提取物无

水乙醇溶液作为上柱液,用重力过柱法经XAD16树脂柱吸附,吸附达饱和时用了35mL上柱液.由此可得,XAD16饱和吸附为每克树脂可吸附0.017g辣椒提取物中的色素.

#### 2.3.3 洗脱试验

分别用1%氢氧化钠、50%乙醇、无水乙醇、氯仿作为洗脱剂对吸附饱和的树脂进行洗脱,得到结果如表4.

表4 不同洗脱剂洗脱情况

Tab.4 Elution conditions of different eluting agent

洗脱剂	1% 氢氧化钠	50% 乙醇	无水乙醇	氯仿
洗脱情况	没有洗脱效果	没有洗脱效果	红色素洗脱,黄色素没有洗脱	完全洗脱

由表4可知,氯仿能够洗脱吸附的色素,洗脱效果最好,因此氯仿为最佳洗脱剂.

### 2.4 辣椒红色素溶剂萃取分离最佳工艺条件的选择试验结果与分析

按1.3.2.2所述方法,以溶解辣椒提取物的乙醇浓度、萃取次数、萃取时间为主要因素作 $L_9(3^4)$ 正交试验.其中,加入石油醚的总体积为80mL,萃取2次时每次加入40mL,3次时每次加入石油醚体积分别为30mL,30mL,20mL,4次时每次加入石油醚体积分别为20mL;萃取时间为加入萃取剂后的震荡时间,当萃取2次共30min时,每次萃取时间为15min,萃取3次共60min时,每次为20min,萃取4次90min时,每次分别为20,20,20,10min,其他同此规律.将分离后的石油醚相在475.5nm处测定吸光值,乙醇相进行辣味阈值判定,试验结果及分析见表5.

根据表5吸光值直观分析可知: $R_A > R_C > R_B = R_D$ ,即影响辣椒红色素萃取分离的主要影响因素为A乙醇浓度,萃取时间次之,萃取次数影响最小.较优水平为 $A_1B_2C_2$ ,即乙醇浓度为80%,经过3次萃取,一共萃取60min时,萃取分离色素效果较佳.

由对萃取分离后的乙醇相进行辣味阈值判定试验结果知,同浓度乙醇辣椒提取物溶解液萃取分离后乙醇相辣椒碱含量区别不大,70%浓度乙醇相辣椒碱含量最多,80%浓度乙醇相辣椒碱含量次之,60%浓度乙醇相辣椒碱含量最少.因此可知,对70%乙醇溶解的辣椒提取物进行萃取分离后,辣椒碱被分离出来最多.

表5  $L_9(3^4)$  辣椒红色素分离结果与分析  
 Tab.5  $L_9(3^4)$  Capsanthin of results and analysis

试验号	因素				实验结果	
	A 乙醇浓度/%	B 萃取次数/次	C 萃取时间/min	D 空列	475.5 nm 处吸光值	辣味阈值 (稀释倍数)
1	1(80)	1(2)	1(30)	1	0.068	60
2	1	2(3)	2(60)	2	0.106	60
3	1	3(4)	3(90)	3	0.075	60
4	2(70)	1	2	3	0.068	80
5	2	2	3	1	0.047	80
6	2	3	1	2	0.058	80
7	3(60)	1	3	2	0.014	40
8	3	2	1	3	0.028	40
9	3	3	2	1	0.033	40
吸光值直观分析						
$k_1$	0.083	0.05	0.051	0.049		
$k_2$	0.058	0.06	0.069	0.059		
$k_3$	0.025	0.055	0.045	0.057		
R	0.058	0.01	0.024	0.01		
最优	$A_1$	$B_2$	$C_2$			
辣味阈值直观分析						
$k_1$	60	60	60	60		
$k_2$	80	60	60	60		
$k_3$	40	60	60	60		
R	40	0	0	0		

由于本次试验为提取分离色素,将色素分离出来为最终目的,其中含有的辣素可以经过后续的除辣步骤将其除去,因此,辣椒红色素最佳提取工艺条件应以红色素分离效果较佳为标准,即确定较佳分离条件为:乙醇浓度为80%,经过3次萃取,一共萃取60 min.

## 2.5 除辣试验结果与分析

将由10 g 辣椒原料所得提取物用石油醚溶解定容至100 mL,取6份20 mL于6个三角瓶中,分别加入相同体积的蒸馏水和弱碱性金属氧化物混合物,其中加入固体混合物的量如表6,充分震荡,静置待分层后,感官判定除辣效果,结果见表6.

表6 不同弱碱性金属氧化物混合物添加量的除辣效果

Tab.6 Different weak alkaline metal oxide removal effect of mixture adding quantity

弱碱性金属氧化物混合物/g	2	4	6	8	10	12
石油醚相残余辣味	辣味很重	辣味重	辣味轻	稍有辣味	不易感觉	不易感觉

由表6可知,当20 mL的色素石油醚溶液中弱碱性金属氧化物混合物的添加量达到10 g时,石油醚相中基本没有辣味,说明其中的辣素基本去除.

试验过程中,如若不加蒸馏水,直接加入弱碱性金属氧化物混合物的固体,充分震荡后,整个体系为浑浊状态,不易分层,固体混合物悬浮于石油醚相中,虽有除辣效果,但难以将固体混合物和石油醚相分开.加入蒸馏水与弱碱性金属氧化物混合物,震

荡静置约1 h分层后,上层为石油醚相,呈清澈透亮的红色,下层为水相,稍带黄色,有未溶解的沉淀,应为各种弱碱性金属氧化物和相对应氢氧化物的混合物,因此水的作用是将固体混合物和色素石油醚相分开.另外,加水后部分弱碱性金属氧化物混合物生成碱,为除辣提供了碱性环境,与已有报道的氢氧化钠溶液除辣的液体环境相似,有可能有助于除辣.

文献[12]报道,氢氧化钠的除辣原理是碱与辣

素反应生成盐从而达到除辣的效果,而本实验中加入的弱碱性金属氧化物混合物主要是利用其吸附作用将辣素吸附于固体表面而达到除辣效果的.这种方法与氢氧化钠除辣相比,不会有强碱破坏辣椒红色素的弊端,且加入的弱碱性金属氧化物混合物易与色素相分开,操作简单方便.但是,因为固体混合物的吸附作用会吸附少量的色素,色素也会有少量的损失.

### 3 结论

本实验利用索氏提取法对本地常见4种辣椒朝天椒、美人椒、线椒、小米椒进行辣椒红色素和辣椒素的提取并进行分离提纯,得出结论如下.

1) 小米椒辣椒红色素含量较高,氯仿提取效果较好,较佳提取时间为50 min.

2) XAD16树脂可较好的吸附溶解于无水乙醇的辣椒提取物中的色素,其饱和吸附为每克树脂可吸附0.017 g辣椒提取物中的色素,氯仿的洗脱效果较好.

3) 溶剂萃取分离辣椒红色素的较佳条件为:80%乙醇,萃取3次,萃取60 min.

4) 弱碱性金属氧化物有很好的除辣效果,其除辣原理初步判定主要是固体的吸附作用.

### 参考文献:

- [1] 李巧玲. 辣椒中有效成分的提取及利用[J]. 山西食品工业, 2003(3): 30-32.
- [2] 张甫生, 庞杰, 徐秋兰, 等. 辣椒红色素的研究进展[J]. 辣椒杂志, 2003(2): 37-41.
- [3] 谢建华, 叶文武, 庞杰, 等. 辣椒的深加工技术研究进展[J]. 辣椒杂志, 2004(2): 28-31.
- [4] 张澍声. 天然食用色素[J]. 化工商品科技情报, 1992(2): 20-23.
- [5] 畅功民, 陕方, 刘森, 等. 天然辣椒红色素提取精制工艺研究[J]. 山西农业科学, 2001(2): 70-73.
- [6] 张玲, 高飞虎, 尹旭敏, 等. 辣椒红色素的提取及纯化技术研究进展[J]. 南方农业, 2009(11): 88-90.
- [7] 杨博智, 谢达平, 张竹青. 辣椒红色素的提取方法和应用[J]. 辣椒杂志, 2007(2): 26-29.
- [8] 张华, 昌玉璋. 辣椒红色素的制取和应用研究概述[J]. 杂粮作物, 2000(6): 38-43.
- [9] 涂莉娟. 辣椒红色素的提取脱辣及纯化研究[D]. 长沙: 湖南师范大学, 2007.
- [10] 孟宪昉, 陆兰丽. 辣椒红色素的提取与利用大孔径树脂脱除辣素的研究[J]. 中国食品添加剂, 2007(16): 77-79.
- [11] 黄巍, 邹学校, 马艳青, 等. 辣椒红色素的研究进展[J]. 辣椒杂志, 2008(2): 32-44.
- [12] 邵景景, 赵桂红, 钟乃良. 辣椒红色素的提取及除辣研究[J]. 食品研究与开发, 2009(6): 189-192.

## Extraction and Separation of Capsanthin from Chili

ZHANG Yan, ZHAO Li-li, TONG Qi-gen

(School of Food, Beijing Agricultural College, Beijing 102206, China)

**Abstract:** Capsanthin and capsaicine were extracted from several different chili using Soxhlet extraction, and the optimum extraction condition were studied. The resin adsorption and solvent liquid extracting were used to separate the capsanthin from capsaicine. The results showed that the content of red pigment in Millet pepper was the highest, the optimal extraction solvent was chloroform, and extraction time was 50 min. XAD16 adsorption resin could adsorb capsanthin dissolved in ethanol, the saturation adsorption of 1 g resin was 0.017 g capsanthin. The optimum extracting conditions of capsanthin were as follows: 80% ethanol, 3 times extraction, extraction for 60 min. In addition, alkalescence metal oxid could eliminate capsaicin very well.

**Key words:** capsanthin; capsaicine; extraction; separation