

超声波辅助提取低褐变程度香蕉皮中总酚的研究

李哲^{1,2}, 李芬芳², 袁德保², 谭琳², 郑晓燕², 寇丽萍¹, 丁武¹, 金志强²

(1. 西北农林科技大学食品学院, 陕西杨凌 712100)

(2. 中国热带农业科学院海口实验站/香蕉研究所, 海南海口 570102)

摘要: 本试验首先比较了微波真空干燥、真空冷冻干燥以及热风干燥对香蕉皮干燥后褐变程度的影响。其次, 以微波真空干燥得到的香蕉皮为原料, 采用正交试验对香蕉皮总酚的提取工艺进行研究, 确定了超声波辅助提取香蕉皮中总酚的最佳工艺条件。结果表明: 微波真空干燥和真空冷冻干燥的香蕉皮褐变程度远低于热风干燥。香蕉皮中总酚的最佳提取工艺条件为: 料液比1:20 (g/mL)、60%的乙醇溶液、70 °C条件下超声波(固定功率120 W)作用40 min, 总多酚提取率最高, 香蕉皮总酚的提取量达36.95 mg/g(干基)。

关键词: 超声波辅助提取; 总多酚; 香蕉皮

文章编号: 1673-9078(2012)9-1166-1169

Ultrasonic-Assisted Extraction of Total Polyphenols from Banana Peels with Limited Browning

LI Zhe^{1,2}, LI Fen-fang², YUAN De-bao², TAN Lin², ZHENG Xiao-yan², KOU Li-ping¹, DING Wu¹, JIN Zhi-qiang²

(1. College of Food, Northwest A&F University, Yangling 712100, China) (2. Haikou Experimental Station/Institute of Banana and Plantain, Chinese Academy of Tropical Agricultural Science, Haikou 570102, China)

Abstract: Effect of drying methods (including microwave vacuum drying, frozen drying and hot wind drying) on the browning of banana peels were studied. Then the ultrasonic-assisted extraction of total polyphenols from banana peels dried through microwave vacuum drying was optimized by orthogonal array design method. The highest extraction efficiency of total polyphenols from banana peels, 36.95 mg/g, was obtained after a single extraction using 60% ethanol at 70 °C with a solid-to-liquid ratio of 1:20 (g/mL). And the ultrasonic conditions were ultrasonic treatment time 40 min and a power level of 120 W.

Key words: ultrasonic-assisted extraction; total polyphenols; banana peels; browning

据FAO统计, 2010年我国香蕉栽培面积41.39万hm², 产量达到984.9万t。香蕉皮约占果实重量的30%左右, 即2010年我国约产生300万t的香蕉皮。香蕉皮中的多酚含量约为1.02%左右(干基)^[1]。香蕉皮中多酚具有抗氧化、抗衰老等多种生理和药理活性。利用香蕉皮制取高纯度的香蕉皮多酚, 不但能减轻环境污染, 而且可以创造经济效益。

目前国内外对香蕉皮多酚的提取进行了一些的研究^[2-5]。现有研究多采用未干燥香蕉皮或烘箱干燥的香蕉皮作为起始原料, 考察有机溶剂、温度、时间、料液比等因素对多酚提取率的影响。因香蕉皮含水量高,

收稿日期: 2012-05-15

基金项目: 国家自然科学基金项目(31101328); 海南省自然科学基金项目(311063); 中国热带农业科学院院本级中央级公益性科研院所基本科研业务

费专项(1630052012005)

作者简介: 李哲(1988-), 女, 硕士研究生, 研究方向为农产品贮藏与加工

通信作者: 袁德保(1982-), 男, 博士, 助理研究员, 研究方向为农产品贮藏与加工

不易存放, 从放大生产的角度来看, 对原料采取合理的干燥手段以利原料的保存是很关键的。此外, 未干燥香蕉皮或热风干燥香蕉皮极易发生褐变, 而褐变是以消耗目标产物(总酚)为代价的。超声波辅助提取技术是利用超声波具有的机械效应、空化效应及热效应, 加强了胞内物质的释放、扩散和溶解, 加速有效成分的浸出^[6]。目前尚未见采用超声波辅助提取香蕉皮粉中的多酚的研究报道。

因此, 本文首先考察了不同干燥方式对香蕉皮褐变程度的影响。微波真空干燥得到的香蕉皮的褐变程度非常低, 因而香蕉皮中的多酚保留率高。以微波真空干燥的香蕉皮作为起始原料, 研究了超声波辅助提取香蕉皮中总酚的最佳工艺条件。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

香蕉：巴西蕉(购买于海口大润发超市)，表皮呈鲜黄色，九成熟，无机械损伤。甲醇、盐酸、碳酸钠均为分析纯；一水合没食子酸标准品 美国Sigma公司。

1.2 仪器与设备

KQ-300DE型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)；Alpha-4冷冻干燥机(德国Matrin Christ 公司)；CR-22G冷冻高速离心机(日本Hitachi公司)；万分之一电子天平；UV-2300紫外分光光度计(上海天美科学仪器有限公司)；KL-ZD-4ZG真空微波干燥设备(凯棱微波设备有限公司)；CR-400彩色色差计(日本Konica Minolta)。

1.3 方法

1.3.1 香蕉皮的干燥及粉碎

微波真空干燥：将剥下的香蕉皮清洗干净、沥干后，将其单层均匀平铺在微波真空干燥机的物料盒中进行干燥(真空度为-85 kPa、微波强度10 W/g)。干燥过程中定时记录物料质量并换算为干基含水率，直到安全含水率为5%为止。真空冷冻干燥：香蕉皮在-20℃预冻10 h后，进行真空冷冻干燥(加热温度30℃、真空度为-34 Pa)，干燥约30 h，最终含水量约5%。热风干燥：将香蕉皮置于65℃烘箱中，鼓风干燥约30 h，最终含水量约5%。干燥的香蕉皮用中药粉碎机进行打粉。

1.3.2 色泽测定

将1.3.1中得到的三种香蕉皮粉，用色差计对其色泽(L*,a*,b*值)进行测定，以最终的白度值作为评价香蕉皮褐变的标准，其白度值越小，说明香蕉皮褐变越严重，白度值的计算方法如下：

$$\text{白度值}(w)=100-[(100-L^*)^2+a^{*2}+b^{*2}]^{1/2}$$

1.3.3 香蕉皮总酚的提取

准确称取1 g香蕉皮粉，转移到100 mL丝扣瓶中，加入浸提剂(乙醇溶液)。放入超声清洗器中，在不同的超声波条件下浸提香蕉皮多酚类物质。浸提后，用冷冻高速离心机对萃取液进行低温高速离心，温度控制在5℃以下，10000 r/min离心15 min。取上清液转移至用锡箔纸包裹的丝扣瓶中，避光低温(-20℃)冷藏。

1.3.4 香蕉皮总酚含量的测定方法^[7]

总酚采用Folin-ciocalteu法进行测定，在其基础上略有改动。标准曲线制作：以0.05 mg/mL一水合没食子酸为标准，分别吸取0、0.03、0.06、0.09、0.12、0.15、0.18 mL。用水补足至1 mL，分别加入Folin-ciocalteu 试剂0.2 mL，10% NaCO₃ 溶液1 mL，H₂O 6 mL。室温避光反应30 min，在波长765 nm处测其吸光度。制得标准曲线，所得标准曲线方程为 $y=75.73x+0.007$ ， $R^2=$

0.998。

样品测定：吸取一定量的萃取液稀释100倍，加入Folin-ciocalteu试剂0.2 mL，10% NaCO₃ 溶液1 mL，H₂O 6 mL。室温下避光反应30 min，在波长765 nm处测吸光度。用水代替萃取液做一次空白对照。每个处理重复3次。

1.3.5 香蕉皮总酚提取工艺优化

1.3.5.1 单因素试验

分别考察乙醇浓度、料液比、提取温度和提取时间对超声波辅助法提取效果的影响。

1.3.5.2 正交试验

在单因素试验基础上，以溶剂浓度、料液比、提取温度和提取时间为考察因素，以总多酚提取量为考察指标，选用L₉(3⁴)正交试验表对香蕉皮中多酚类物质的提取工艺进行研究。

2 结果与分析

2.1 不同干燥方式对香蕉皮褐变程度的影响

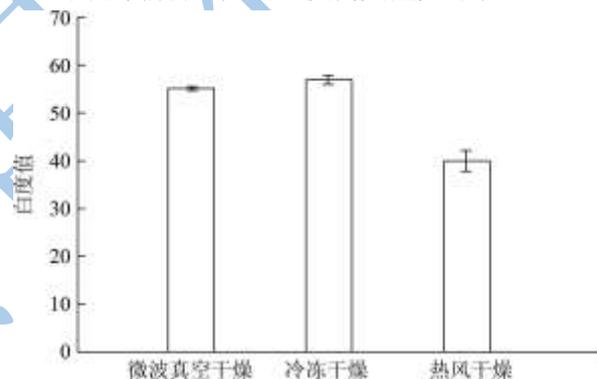


图1 不同干燥方式对香蕉皮褐变的影响

Fig.1 Effect of drying methods on the browning of banana peels

不同干燥方式对香蕉皮褐变程度的影响见图1。白度值是衡量褐变程度的指标，即白度值越大表示褐变程度越低。三种干燥方式得到的香蕉皮粉的白度值分别为55、57、40。真空冷冻干燥的样品褐变程度最低，其次是真空微波干燥样品，热风干燥样品褐变最严重。真空冷冻干燥样品存在能耗大、耗时长的问题，而真空微波干燥样品的处理时间约为10 min。因此，相比之下，真空微波干燥是干燥香蕉皮以得到低褐变程度样品的最佳方式。后面实验的其实原料皆为真空微波干燥样品。

2.2 乙醇浓度对香蕉皮中总多酚提取效果的影响

在超声波固定功率为120 W的前提下，取料液比为1:10、提取温度为40℃、提取时间为20 min，探讨不同乙醇浓度对多酚提取量的影响。结果如图2所示，随着乙醇浓度的增大，总多酚提取量呈先增大后减小的趋势。当乙醇浓度为50%时，总多酚提取量最高，达28

mg/g。所以，针对该香蕉皮粉而言，最佳乙醇浓度为50%。该结果与文献^[3]报道的结果基本一致。比较后发现本实验中的总多酚提取量要高于文献，该结果也证实了真空微波干燥得到的香蕉皮中的多酚保留率要高于热风干燥样品。

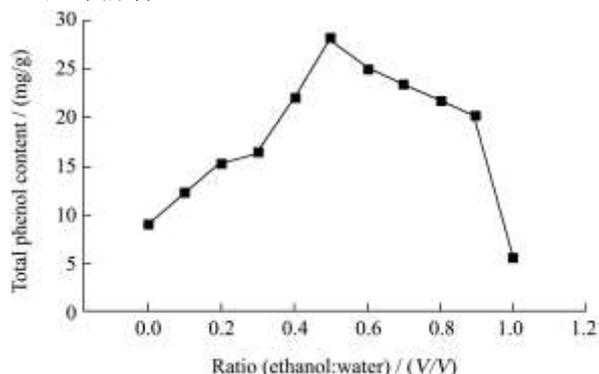


图2 乙醇浓度对多酚提取量的影响

Fig.2 Effect of alcohol concentration on extraction ratio of polyphenols

2.3 料液比对香蕉皮中总多酚提取效果的影响

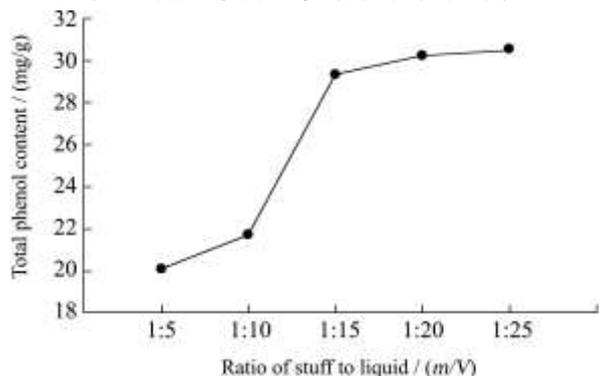


图3 料液比对多酚提取量的影响

Fig.3 Effect of ratio of stuff to liquid on extraction ratio of polyphenols

在超声波固定功率为120 W的前提下，乙醇浓度为50%、提取温度为40℃、提取时间为20 min，探讨不同料液比对多酚提取量的影响。结果见图3。由图3可知，当料液比从1:5变化到1:15，总多酚的提取率随之增加。原因可能是：溶剂量增大使得溶剂与物料中的有效成分浓度差增大，扩散推动力大。而当料液比继续增大时，提取量增幅不明显。所以，考虑到溶剂成本及后续操作等问题，料液比选为15%。

2.4 提取温度对香蕉皮中总多酚提取效果的影响

在超声波固定功率为120 W的前提下，乙醇浓度为50%、料液比为1:15、提取时间为20 min，探讨不同提取温度对总多酚提取量的影响。结果见图4。由图4可知，随着温度从30℃增加到60℃，总多酚的提取量从25.0 mg/g增加到32.7 mg/g。当温度继续上升，香蕉皮中总多酚的提取量呈现下降趋势。原因可能是过高的

温度不利于多酚物质的提取，高温还可能破坏了多酚的物质结构。使提取出来的多酚含量反而更低。因此，最佳提取温度60℃。

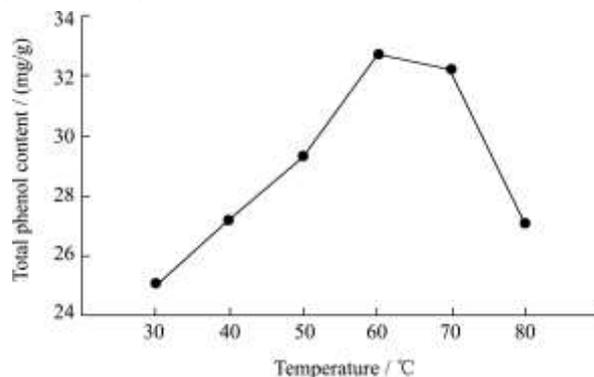


图4 温度对多酚提取量的影响

Fig.4 Effect of temperature on extraction ratio of polyphenols

2.5 提取时间对香蕉皮中总多酚提取效果的影响

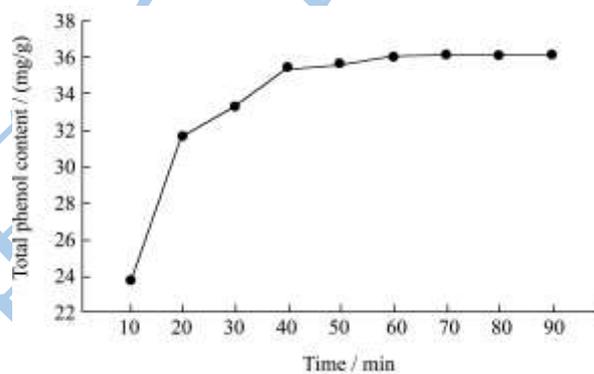


图5 时间对多酚提取量的影响

Fig.5 Effect of time on extraction ratio of polyphenols

在超声波固定功率为120 W的前提下，乙醇浓度为50%、料液比为1:15、提取温度为60℃，探讨不同提取时间对总多酚提取量的影响。结果见图5。由图5可知，在10~40 min内，香蕉皮中的总多酚呈现迅速增加的趋势。当提取时间延长到60 min时，总多酚的提取量达到最高值36.1 mg/g。此阶段香蕉皮中总多酚得提取量增加并幅度不大，仅从35.4 mg/g增加到36.1 mg/g。继续延长提取时间直至90 min，总多酚的提取量基本维持不变。因此最佳提取时间应该在40 min内。

2.6 正交试验

在单因素试验基础上，选取溶剂浓度、料液比、提取温度及提取时间作为考察因素，进行正交试验。正交试验因素水平见表1，结果见表2。

表1 香蕉皮总酚提取工艺正交试验因素水平表

Table 1 Factors and their levels in the orthogonal design

因素				
水平	A (乙醇浓度/%)	B [料液比/(g/mL)]	C (提取温度/°C)	D (提取时间/min)
1	40	1:10	50	30

2	50	1:15	60	40
3	60	1:20	70	50

表2 香蕉皮总酚提取工艺正交试验设计与结果

Table 2 Orthogonal array design arrangement, results and range analysis

实验号	因素				总多酚提取量/(mg/g)
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	28.28
2	1	2	2	2	33.35
3	1	3	3	3	32.38
4	2	1	2	3	29.00
5	2	2	3	1	31.05
6	2	3	1	2	33.83
7	3	1	3	2	32.87
8	3	2	1	3	30.21
9	3	3	2	1	29.60
K ₁	94.01	90.15	92.32	88.93	
K ₂	93.88	94.61	91.95	100.05	
K ₃	92.68	95.81	96.3	91.59	
k ₁	31.34	30.05	30.77	29.64	
k ₂	31.29	31.54	30.65	33.35	
k ₃	30.89	31.94	32.10	30.53	
R	0.45	1.89	1.45	3.71	

为进一步确定各因素对香蕉皮中总多酚提取效果的影响,对表3结果进行方差分析和显著性检验,由于A因素的R值最小,将其作为空白列进行计算。结果见表3。

表3 正交试验结果方差分析表

Table 3 Analysis of variance for the experimental results of orthogonal array design

变异来源	偏差平方和	自由度	均方	F值	F _{临界值}	显著性
B	5.930	2	2.965	16.564		
C	3.878	2	1.939	10.832	19	
D	22.478	2	11.239	62.788		*
误差	0.358	2	0.179			
总和	32.646	8				

注: *影响显著, P<0.05。

从表3可知,提取时间对香蕉皮中总多酚的提取效果影响显著。通过极差分析,各因素的优先次序为D>B>C>A,即:提取时间>料液比>提取温度>乙醇浓度。从表2可知,9组试验中,提取效果最好的组合为试验6(A₂B₃C₁D₂),总多酚的提取量为33.83 mg/g。

为验证结果,分别用A₂B₃C₁D₂和A₁B₃C₃D₂两种提取条件组合提取香蕉皮中总多酚。香蕉皮总酚的提取量

分别为33.81 mg/g和36.95 mg/g。结果证明,通过极差分析得到香蕉皮中总多酚的最佳提取条件是优于A₃B₃C₂D₁组合的。香蕉皮中总多酚的最佳提取条件是A₁B₃C₃D₂,即60%乙醇做溶剂、料液比1:20、提取温度70℃、提取时间40 min。

2.7 提取次数对香蕉皮中总多酚提取效果的影响

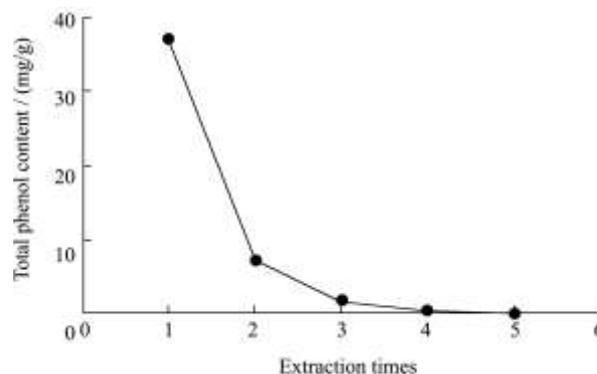


图6 提取次数对总多酚提取效果的影响

Fig.6 Effect of repeated extraction number on the extraction ratio of total polyphenes

采用极差分析得到的最佳提取组合条件,考察提取次数对香蕉皮总多酚提取量的影响。从图6可知,第1次提取,占总提取量的比率为80.61%,第2次提取,占总提取量的比率为15.67%。前两次的提取量占总提取量的96.28%。综合考虑,提取2次即可。

3 结论

3.1 多酚类物质其具有较多的极性基团而带有较强的极性,可溶于水、乙醇、丙酮等亲水性有机溶剂^[4]。本实验通过单因素和正交试验研究料液比、提取时间、提取温度对低褐变程度的香蕉皮中总多酚提取效果的影响。结果表明,用60%乙醇做溶剂、料液比1:20、提取温度70℃、提取时间40 min,总多酚的提取量最高,为36.95 mg/g。

3.2 本实验首先探讨了不同干燥方式对香蕉皮褐变程度的影响,研究了超声波辅助技术提取香蕉皮多酚的最佳工艺条件,本研究将有助于香蕉皮的综合利用。

参考文献

[1] Someya S, Yoshiki Y, Okubo K. Antioxidant compounds from bananas (*Musa Cavendish*) [J]. Food Chemistry, 2002, 79: 351-354

[2] 贾冬英,李尧,姚开,等.香蕉皮中多酚的提取工艺条件研究[J]. 四川大学学报(工程科学版),2005,37(6):52-55

[3] 鲍金勇,梁淑如,赵国建,等.香蕉皮单宁的提取工艺及其与褐变关系的研究[J]. 食品研究与开发,2005,26(6):3-6

[4] Rafaela González-Montelongo, M. Gloria Lobo, Mónica

- Gonzalez. Antioxidant activity in banana peel extracts: Testing extraction conditions and related bioactive compounds [J]. Food Chemistry, 2010, 119: 1030-1039
- [5] Rafaela González-Montelongo, M Gloria Lobo, Mónica Gonzalez. The effect of extraction temperature, time and number of steps on the antioxidant capacity of methanolic banana peel extracts [J]. Separation and Purification Technology, 2010, 71: 347-355
- [6] 涂宗财,张露,王辉,等.超声波辅助提取藜蒿多酚工艺优化及抗氧化活性研究[J].食品工业科技,2012,22(5):239-242
- [7] 刘清,李玉,姚惠源.Folin-Ciocalteu比色法测定大麦提取液中总多酚的含量[J].食品科技,2007,4:174-175

现代食品科技