

玉米蛋白粉中叶黄素提取及皂化工艺的研究

王薇^{1,2} 韩鲁佳^{1,2}

(1. 中国农业大学工学院, 北京 100083; 2. 现代精细农业系统集成研究教育部重点实验室, 北京 100083)

摘要 采用单因素试验和 $L_9(3^4)$ 正交试验,研究了玉米蛋白粉中叶黄素的提取和皂化工艺。在高效液相色谱仪上以外标法对叶黄素定量,分别考察溶剂种类、液固比、提取时间及温度、皂化时间及温度、KOH质量浓度对粗提液中叶黄素质量浓度的影响。研究表明:对试验选取的玉米蛋白粉,皂化使得叶黄素质量浓度从 $25.97 \mu\text{g}/\text{mL}$ 上升到 $35.77 \mu\text{g}/\text{mL}$,提高了37.74%;优化后的提取工艺参数为:液固比 $5 \text{ mL}/\text{g}$,时间 0.5 h ,温度 25°C ,叶黄素粗提率为67.94%;优化后的皂化工艺参数为:温度 25°C 、时间 3 h 、KOH质量浓度 $0.05 \text{ g}/\text{mL}$,叶黄素得率45.47%。提取叶黄素后的玉米蛋白粉可继续作为饲料使用。

关键词 叶黄素;玉米蛋白粉;提取;皂化;工艺

中图分类号 S816.7

文章编号 1007-4333(2006)04-0125-06

文献标识码 A

Study on lutein extraction and saponification technology from corn gluten meal

Wang Wei^{1,2}, Han Lujia^{1,2}

(1. College of Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China;

2. Key Laboratory of Modern Precision Agriculture System Integration, Ministry of Education, Beijing 100083, China)

Abstract Corn gluten meal (CGM) abundant in lutein is the outgrowth of cornstarch production by wet process. In this paper the process of lutein extraction and saponification from CGM were studied by both single-factor and orthogonal tests. Taking the HPLC as the determination method, the effects of various factors, including the sort of solvent, the ratio of liquid/solid (L/S), extracting time and temperature, saponifying time and temperature, and mass concentration of ethanolic KOH, on the level of lutein content were investigated. The results indicated that saponification could remarkably raise the lutein level from $25.97 \mu\text{g}/\text{mL}$ to $35.77 \mu\text{g}/\text{mL}$ by 37.74%; the optimal condition for extraction was that L/S: $5 \text{ mL}/\text{g}$, time: 0.5 hrs , temperature: 25°C , by which rough extraction ratio was 67.94% and the optimal condition for saponification was that time: 3 hrs , temperature: 25°C with $0.05 \text{ g}/\text{mL}$ ethanolic KOH, by which the lutein yield was 45.47%.

Key words lutein; corn gluten meal (CGM); extraction; saponification; technology

叶黄素(lutein)是一种具有色素功能的类胡萝卜素,广泛存在于自然界的高等植物和某些藻类中。现代医学和营养学研究表明,叶黄素具有抗氧化功能,在防治老年黄斑变性、预防癌症和心血管疾病方面效果显著^[1],近年来逐渐成为研究热点。

玉米蛋白粉(corn gluten meal,CGM)是玉米湿法生产淀粉时所得的主要副产物,含有丰富的类胡

萝卜素。以蛋白质质量分数为64%的CGM为例,其中叶黄素从 $160 \text{ mg}/\text{kg}$ 到 $360 \text{ mg}/\text{kg}$ 不等,占同类胡萝卜素的54%以上^[2]。我国是玉米生产大国,仅2001年,湿法生产淀粉消耗玉米就达530万t,分离出玉米蛋白粉40多万t^[1],以此为原料提取叶黄素不仅可以提高农产品附加值,深化农副产品综合利用,还可以解决环境污染的问题。

收稿日期:2006-03-20

基金项目:北京市科技计划资助项目(Y0704003040511)

作者简介:王薇,硕士研究生;韩鲁佳,教授,博士生导师,通讯作者,主要从事生物质资源开发与利用研究,E-mail:hanlj@cau.edu.cn

国内外以 CGM 为原料提取叶黄素的研究较多。Park 等人^[3]比较了乙醇和丁醇作为溶剂提取叶黄素的效果,认为丁醇提取效果更好,但固形物损失较大。Mulalitary 等^[4]改进了由玉米麸粉(玉米副产物,含粗蛋白约 20%、粗纤维约 10%)中回收叶黄素的方法,将乙醇和较干的玉米麸粉按液固比 3 mL/g 混合,萃取后皂化,使叶黄素酯转化为叶黄素。卢艳杰^[5-6]研究了酶法提取叶黄素的工艺和 CGM 预处理方式对提取效果的影响;彭子模、曹毅、盛爱武、端木凡林分别比较了多种溶剂的提取效果,但没有得到统一的结论^[7-10];王威、李会宁、姚艾东、张志华等研究了玉米黄色素(玉米中多种类胡萝卜素混合物)的最佳提取条件^[11-14],研究中大都采用分光光度计法定量且未进行皂化处理。由于各种类胡萝卜素在紫外-可见光波长范围存在不同程度的吸收^[15],因此分光光度计测定的是混合物的吸光度,不适宜作叶黄素的定量方法。目前,玉米蛋白粉主要用来提取玉米黄色素(一种含叶黄素的色素混合物),未见以叶黄素为目标产物的研究报道,也未见在常规提取中引入皂化的报道。笔者以叶黄素质量浓度为考察指标,对玉米蛋白粉中叶黄素提取和皂化工艺参数进行研究,旨在得到一种叶黄素得率较高,溶剂耗费少的提取皂化方法。

1 试验材料与方法

1.1 原料、试剂及仪器

原料:玉米蛋白粉,购于维群红星淀粉有限公司,于 5℃ 保存 30 d 以上。

试剂:氢氧化钾(KOH)、氯化钠、乙醇、石油醚、正己烷、四氢呋喃(THF)、丙酮、36%乙酸、乙酸乙酯、丁基基甲苯(BHT),均为分析纯;乙腈、乙酸乙酯,色谱纯;叶黄素标准品购自美国 Chromadex 公司。

仪器:ARC-120 电子精密天平,奥豪斯国际贸易公司;AB204-E 型电子分析天平,瑞士梅特勒公司;LXI-IIB 型低速大容量多管离心机,上海华亭科学仪器厂;数显恒温水浴锅 HH-4,国华电器有限公司;FOSS 2300 自动凯氏定氮仪,瑞典 FOSS 公司;RE-52A 型旋转蒸发仪,上海亚荣生化仪器厂;磁力搅拌器,上海司乐仪器厂;SHB-3 循环水式多用真空泵;高效液相色谱仪(L-7200 自动进样器、L-7420/L-7420S 型紫外可见检测器、L-7300 柱温箱、L-7100 泵、L-7610 真空脱气机,均为日立公司制

造);TU1800SPC 紫外可见光光度计,北京普析通用仪器公司。

1.2 成分测定方法

含水率、蛋白质和粗脂肪质量分数分别采用 105 恒重法、凯氏定氮法、索氏抽提法^[16]测定。

总类胡萝卜素含量测定采用 AACCC (American association of cereal chemist) 法^[3]:准确称取样品 0.500~1.000 g,加入 40 mL 水饱和丁醇溶液,浸提 3 h,并不时轻轻振荡,浸提结束后过滤得上清液,用紫外-可见光光度计在 435.8 nm 处测吸光度。

$$C = \frac{1000AV}{100mE_{1\text{cm}}^{1\%}}$$

式中: C 为总类胡萝卜素含量, $\mu\text{g/g}$; A 为样品吸光度; V 为上清液体积, mL; m 为样品质量, g; $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 为固定波长下质量浓度为 0.01 g/mL 的溶液在光程 1 cm 比色杯中的吸光度,水饱和丁醇溶液中 $E_{1\text{cm}}^{1\%} = 1.6632$ 。

1.3 标准曲线的绘制

色谱柱为 SupelocasilTM-C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);紫外检测波长 447 nm;柱温 26℃;流动相 A 为乙酸乙酯,流动相 B 为乙腈,梯度洗脱时间范围: 0~35 min, B 从 100%降为 0, 35.1~40 min, B 保持 100%不变;流速 1 mL/min,进样量 10 μL 。

精确称量 8.7 mg 叶黄素标准品,用四氢呋喃(THF)溶解后,乙酸乙酯定容至 25 mL(质量浓度为 348 $\mu\text{g/mL}$);用乙酸乙酯稀释,质量浓度分别为: 174、104.4、69.6、34.8 和 13.9 $\mu\text{g/mL}$ 。在紫外可见光光度计上用乙酸乙酯作空白,对叶黄素标准品在 200~600 nm 波段扫描,确定最大吸收波长。

1.4 精密度及回收率测定

精密称取叶黄素标准品 4.9 mg,少量四氢呋喃溶解后用乙酸乙酯定容到 50 mL,重复进样 3 次,计算峰面积的相对标准偏差,即精密度。

取质量浓度已知的 2 份叶黄素粗提液,分别加入叶黄素标准品 2.0 和 0.9 mg,定容至 50 mL 后进样 3 次,计算该方法的回收率。

$$\text{回收率} = \frac{\text{叶黄素实际检测浓度}}{\text{叶黄素理论浓度}} \times 100\%$$

1.5 叶黄素质量浓度的测定

将 100 mL 溶剂分成 3 份(40、40 和 20 mL),其中,40 mL 加入 8.00 g 玉米蛋白粉,在磁力搅拌器上 25℃ 提取 30 min 并减压抽滤;40 和 20 mL 分别用于洗涤滤渣和抽滤瓶,合并滤液和洗涤液,并向其中

加入 10 mL 丙酮,3 600 r/min 离心 10 min,上清液转入圆底烧瓶,于 50 ℃ 浓缩至膏状后加入 10 mL 质量浓度为 0.1 g/mL 的 KOH 乙醇溶液,充氮气后 25 ℃ 避光皂化 2 h。用 40 mL 石油醚萃取皂化液,并加入 20 mL 0.1 g/mL 的食盐溶液帮助分层,重复萃取 6 次,合并萃取液,加乙酸调 pH 至偏酸性,水洗数次,于 40 ℃ 浓缩后用乙酸乙酯定容到 10 mL,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后用高效液相色谱仪检测。样品未检时于 20 ℃ 保存。为减少叶黄素的氧化,所有溶剂均含有 0.001 g/mL 的 BHT^[17-18]。

1.6 固形物损失率和粗提取率的计算

提取后的残渣转移至真空干燥器中,隔天称量 1 次,当 2 次称量结果相差小于 2 mg 时再次测定含水率、蛋白质、粗脂肪和总类胡萝卜素含量,计算原料的固形物损失及粗提取率。

$$\text{固形物损失率} = \left(1 - \frac{\text{提取后样品质量}}{\text{提取前样品质量}}\right) \times 100\%$$

$$\text{粗提取率} =$$

$$\left(1 - \frac{\text{提取后剩余类胡萝卜素含量}}{\text{总类胡萝卜素含量}}\right) \times 100\%$$

1.7 叶黄素提取及皂化试验设计

1) 不同溶剂对提取效果的影响。选取质量分数分别为 100%、95%、90% 和 80% 的乙醇水溶液,及乙醇与正己烷体积比分别为 8:2 和 7:3 的 6 种溶剂为提取溶剂,按 1.5 操作,比较所得叶黄素的质量浓度。

2) 液固比对叶黄素质量浓度的影响。选取液固比为 5.0、7.5、10.0、12.5 和 15.0 mL/g 进行浸提,比较所得叶黄素质量浓度。

3) 提取时间对叶黄素质量浓度的影响。选取提取时间为 0.5、1.0、1.5、2.0 和 2.5 h 进行浸提,比较所得叶黄素质量浓度。

4) 提取温度对叶黄素质量浓度的影响。选取提取温度为 15、25、35、45 和 55 ℃ 进行浸提,比较所得叶黄素质量浓度。

5) 叶黄素提取正交试验。为了进一步确定最佳提取条件和各因素的影响顺序,选取液固比、时间和温度 3 因素 3 水平进行正交试验,其中,液固比、提取时间和提取温度 3 因素的水平分别为 4、5 和 6 mL/g,0.5、1.0 和 1.5 h,25、30 和 35 ℃,比较各因素水平下所得叶黄素质量浓度。

6) 皂化对叶黄素质量浓度的影响。取同一来源的 2 份叶黄素粗提液,1 份加入 0.1 g/mL 的 KOH

乙醇溶液,常温下避光皂化 2 h;另 1 份避光放置相同时间后用 HPLC 方法检测叶黄素质量浓度。

7) 皂化温度对叶黄素质量浓度的影响。选取皂化温度为 25、35、45 和 55 ℃,比较叶黄素质量浓度。

8) 皂化时间对叶黄素质量浓度的影响。选取皂化时间为 2、4、6 和 8 h,比较叶黄素质量浓度。

9) KOH 质量浓度对叶黄素质量浓度的影响。选取 KOH 质量浓度为 0.05、0.10、0.15 和 0.20 g/mL 进行皂化,比较叶黄素质量浓度。

10) 叶黄素皂化正交试验。为进一步确定最佳皂化条件和各因素的影响顺序,选取时间、温度和 KOH 质量浓度 3 因素 3 水平进行正交试验,其中:温度为 25、30 和 35 ℃,时间 2、3 和 4 h, KOH 质量浓度 0.05、0.10 和 0.15 g/mL。比较各因素水平下所得叶黄素质量浓度。

试验数据采用 Excel 及 SPSS 软件分析,以定容后叶黄素质量浓度为考查指标,显著性水平取 $\alpha = 0.05$ 。叶黄素得率为

$$\text{叶黄素得率} =$$

$$\frac{\text{叶黄素质量浓度} \times 10}{\text{粗提取率} \times 229.16 \times 8.00} \times 100\%$$

2 结果与讨论

2.1 提取前后主要成分及类胡萝卜素含量的变化

由提取前后玉米蛋白粉成分变化(表 1)可见:含水率和粗脂肪质量分数分别减少 1.21 和 7.42 个百分点;蛋白质质量分数上升 4.7 个百分点,这是因为固形物较提取前损失了 12.5%。

表 1 提取前后玉米蛋白粉成分变化及固形物损失率

Table 1 Solids loss and chemical composition of CGM before and after extraction before and after extraction

提取前后	含水率/%	蛋白质质量分数/%	粗脂肪质量分数/%	总类胡萝卜素质量/(μg/g)	固形物损失率/%
前	7.15	60.39	9.43	229.16	0.00
后	5.94	65.09	2.01	73.48	12.50

2.2 标准曲线及 HPLC 图谱

经紫外-可见光光度计扫描,叶黄素标准品最大波长为 447 nm。以质量浓度(μg/mL)为横坐标,峰面积($\times 10^{-6}$)为纵坐标,绘制标准曲线。当叶黄素质量浓度在 13.92 ~ 174.00 μg/mL 之间时,峰面积与叶黄素质量浓度呈良好的线性关系,回归方程

为 $y = 0.0622x - 0.0294$, $R^2 = 0.9995$ 。图 1 示出叶黄素标准品和样品的 HPLC 图谱。

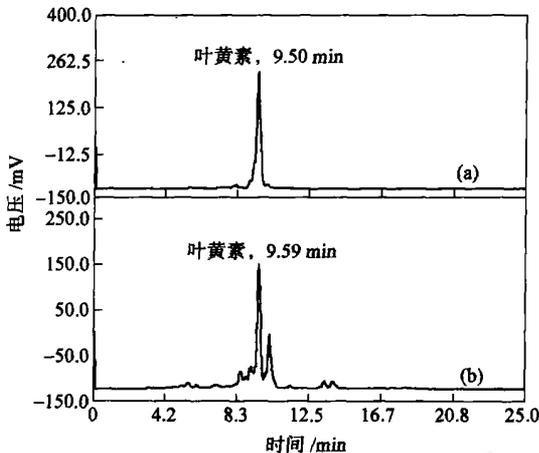


图 1 叶黄素标准品(a)及皂化样品(b)的 HPLC 图谱
Fig. 1 HPLC separations of standard (a) and saponified sample (b) of lutein

2.3 精密度及回收率

重复进样 3 次,测得峰面积的相对标准偏差为 0.68%,即此方法精密度为 0.68%。采用 HPLC 方法测定叶黄素的回收率(表 2),可见:样品 1 和 2 的叶黄素回收率分别为 98.00%和 97.22%,平均回收率 97.61%,测定结果可靠。

表 2 HPLC 方法测定的叶黄素回收率

Table 2 Determination of recovery of lutein by HPLC method

样品号	叶黄素质量浓度/ $\mu\text{g}/\text{mL}$		精密度/ $\%$ ($n=3$)	叶黄素回收率/ $\%$
	理论值	实际检测值		
1	40.00	39.20	0.70	98.00
2	18.00	17.50	1.20	97.22

2.4 叶黄素的提取试验结果

1) 不同溶剂对提取效果的影响。

玉米蛋白粉中主要色素成分为叶黄素、玉米黄质、隐黄质、-胡萝卜素和少量叶黄素酯。叶黄素、玉米黄质和隐黄质极性较大,采用二氯甲烷、乙醇、丙酮、四氢呋喃提取效果较好;-胡萝卜素极性较小,多采用正己烷、石油醚和无水乙醚^[5]提取。

试验结果表明,质量分数为 95%的乙醇提取效果优于其他 5 种溶剂。这是因为玉米蛋白粉中的类胡萝卜素常以蛋白质复合物形式存在,少量水有助于打开蛋白质和类胡萝卜素之间的结合键,使类胡萝卜素更易提取^[19]。有机溶剂,如正己烷则没有这种效果。另外随着乙醇水溶液中含水率的提高,脂

溶性色素叶黄素的提取率明显下降,且当含水率在 15%~50%之间时,玉米蛋白更易溶出^[3],因此选择 95%的乙醇为叶黄素提取溶剂。

2) 液固比对叶黄素质量浓度的影响。

随着液固比的增大,叶黄素质量浓度呈下降趋势(图 2)。可能的原因是:在皂化前的浓缩过程中,液固比高的粗提液在高温条件下停留时间长,叶黄素是不耐高温、易氧化物质,此过程势必造成其转化和降解。如果不浓缩就直接皂化,将会影响皂化和萃取效果,增加萃取剂的用量。显著性分析表明,5 mL/g 的液固比与其他水平间有显著差异($P < 0.05$)。选择液固比为 5 mL/g,既能充分提取出叶黄素,又能减少浓缩时间,节约溶剂用量。

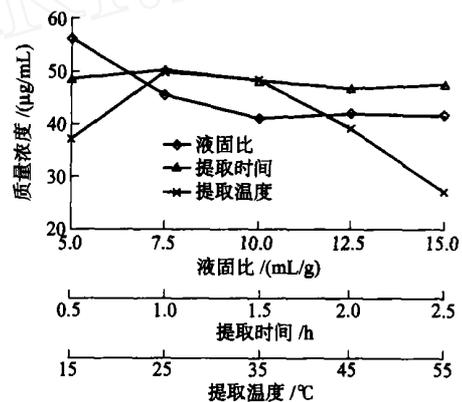


图 2 液固比、提取时间及温度对叶黄素质量浓度的影响
Fig. 2 Effects of L/S, time and temperature on lutein level during extraction

3) 提取时间对叶黄素质量浓度的影响。

提取时间对叶黄素质量浓度的影响不大(图 2)。这是因为玉米蛋白粉在乙醇水溶液中具有较好的分散性,类胡萝卜素能够迅速被萃取,萃取液的吸光度在很短时间即达到平衡^[3]。显著性分析表明,0.5 和 1.0 h 间无显著差异($P < 0.05$)。为缩短工艺时间,选取 0.5 h 比较适宜。

4) 提取温度对叶黄素质量浓度的影响。

25 时,叶黄素质量浓度最高;随着温度的升高,叶黄素质量浓度呈下降趋势,且当温度高于 35 时,下降程度加剧(图 2)。显著性分析表明,25 和 35 间无显著性差异($P < 0.05$),但均与其他水平有显著性差异。可见,叶黄素质量浓度受温度影响很大^[20],为减少这种影响,用常温提取比较适宜。

5) 叶黄素提取正交试验结果及分析。

由表 3 可知,各因素影响顺序为:温度 > 时间 > 液固比,最佳组合是 $A_2B_1C_1$,即液固比 5 mL/g,提

取时间 0.5 h,提取温度 25。由于该组合没有出现在正交设计表中,因此补做试验,得到的叶黄素质量浓度为 51.15 $\mu\text{g}/\text{mL}$,比表 3 中的最大值 45.47 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 更高。用 AACC 法测定提取后的玉米蛋白粉中总类胡萝卜素含量,结果为 73.48 $\mu\text{g}/\text{g}$,与提取前的 229.16 $\mu\text{g}/\text{g}$ 相比,此提取工艺的粗提取率为 67.94%。

表 3 玉米蛋白粉中叶黄素提取正交试验结果

Table 3 Results of extraction from the orthogonal tests of lutein

样品号	因素及水平			叶黄素 质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
	A,液固比/ (mL/g) (水平)	B,时间/ h (水平)	C,温度/ (水平)	
1	4.0(1)	0.5(1)	25(1)	42.42
2	4.0(1)	1.0(2)	30(2)	38.06
3	4.0(1)	1.5(3)	35(3)	29.68
4	5.0(2)	0.5(1)	35(3)	39.89
5	5.0(2)	1.0(2)	25(1)	45.47
6	5.0(2)	1.5(3)	30(2)	37.25
7	6.0(3)	0.5(1)	30(2)	39.87
8	6.0(3)	1.0(2)	35(3)	35.99
9	6.0(3)	1.5(3)	25(1)	37.19
k_1	36.72	40.73	41.69	
k_2	42.72	39.84	38.49	
k_3	37.68	34.70	35.19	
R	6.00	6.03	6.50	

注: k_1 、 k_2 、 k_3 分别为各因素同一水平叶黄素质量浓度的平均值;R 为极差。表 4 同。

2.5 叶黄素的皂化试验结果

1) 皂化对叶黄素质量浓度的影响。

玉米蛋白粉中叶黄素酯占叶黄素类物质的 13%~33%,占总类胡萝卜素物质的 5%^[19],叶黄素酯在非强碱性醇溶液中能转化为叶黄素。玉米黄质在一定条件下也能发生双键的位移,转变成其同分异构体叶黄素。试验结果显示,皂化后叶黄素质量浓度为 35.77 $\mu\text{g}/\text{mL}$,较皂化前的 25.97 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 提高了 37.74%。皂化效果主要受碱浓度,时间和温度 3 个因素^[21]的影响,因此采用单因素试验进行了研究。

2) 皂化温度对叶黄素质量浓度的影响。

随着温度的升高,叶黄素质量浓度呈下降趋势

(图 3)。显著性分析表明,25 水平与其他各水平间有显著性差异 ($P < 0.05$),即冷皂化较热皂化提取叶黄素的效果更好^[20]。同时也进一步说明温度对叶黄素的影响很大。

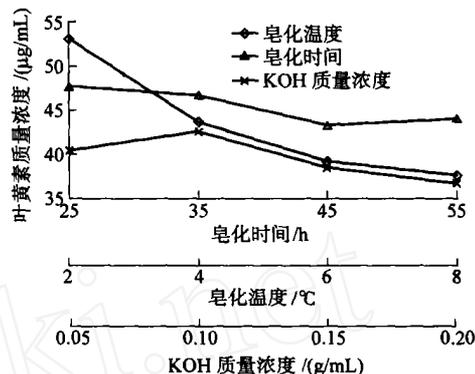


图 3 皂化温度及时间、KOH 质量浓度对叶黄素质量浓度的影响

Fig. 3 Effects of temperature, time and concentration of ethanolic KOH on lutein level during saponification

3) 皂化时间对叶黄素质量浓度的影响。

由试验结果(图 3)可见:叶黄素质量浓度受时间影响不大。显著性分析表明,各时间水平无显著性差异 ($P < 0.05$)。这是因为玉米蛋白粉中叶黄素酯含量不高,较短的时间即可皂化完全,相反,时间越长,叶黄素被氧化的可能性越高。因此在正交试验中选择皂化时间为 2、3、4 h 这 3 个水平。

4) KOH 质量浓度对叶黄素质量浓度的影响。

当 KOH 质量浓度为 0.10 g/mL 时叶黄素质量浓度最高(图 3)。显著性分析表明,0.05 g/mL 与 0.10 g/mL 无显著性差异 ($P < 0.05$)。试验未选取质量浓度更高的 KOH 乙醇溶液是因为:以往皂化多采用 KOH 甲醇溶液,为避免产生更多杂质,本试验以乙醇替代甲醇,KOH 在乙醇中的最大质量浓度为 0.20 g/mL;过多的 KOH 会增加乙酸的消耗量和水洗次数,不利于叶黄素稳定。

5) 叶黄素皂化正交试验结果及分析。

玉米蛋白粉中叶黄素皂化正交试验结果见表 4。各因素影响顺序为,温度 > 时间 > KOH 质量浓度;最佳组合是 $A_1B_2C_1$,即温度 25、时间 3 h、KOH 质量浓度 0.05 g/mL。由于该组合没有出现在正交设计表中,因此补做试验,得到的叶黄素质量浓度为 56.63 $\mu\text{g}/\text{mL}$,比表 4 中的最大值 52.11 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 更高。计算该皂化工艺的叶黄素得率为 45.47%。

表4 玉米蛋白粉中叶黄素皂化正交试验结果

Table 4 Results of saponification from the orthogonal tests of lutein

样品号	因素及水平			叶黄素 质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
	A, 温度/ (水平)	B, 时间/ h(水平)	C, KOH 质量 浓度/(g/mL) (水平)	
1	25(1)	2(1)	0.05(1)	51.55
2	25(1)	3(2)	0.10(2)	50.06
3	25(1)	4(3)	0.15(3)	52.11
4	30(2)	2(1)	0.15(3)	40.49
5	30(2)	3(2)	0.05(1)	46.52
6	30(2)	4(3)	0.10(2)	41.29
7	35(3)	2(1)	0.10(2)	45.87
8	35(3)	3(2)	0.15(3)	46.09
9	35(3)	4(3)	0.05(1)	42.84
k_1	51.24	45.97	46.97	
k_2	42.77	47.56	45.74	
k_3	44.93	45.41	46.23	
R	8.47	2.15	1.23	

3 结论

1) 本研究选取的6种溶剂中,质量分数为95%的乙醇提取效果最好。乙醇格低廉,毒性小,提取后的玉米蛋白粉可继续作为饲料原料使用。

2) 试验选取的3种因素对玉米蛋白粉中叶黄素提取效果影响顺序依次为:温度>时间>液固比;优化后的工艺参数为:液固比5 mL/g,提取时间0.5 h,提取温度25 $^{\circ}\text{C}$,采用此工艺的叶黄素粗提取率为67.94%。

3) 对试验选取的玉米蛋白粉,皂化使得叶黄素质量浓度由25.97 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 上升到35.77 $\mu\text{g}/\text{mL}$,提高了37.74%。影响叶黄素皂化效果的因素依次为:温度>时间>KOH质量浓度;优化后的工艺参数为:皂化温度25 $^{\circ}\text{C}$,皂化时间3 h, KOH质量浓度为0.05 g/mL,采用此工艺叶黄素得率为45.47%。

参 考 文 献

- [1] Alexandra A R. The science behind lutein[J]. Toxicology Letters, 2004, 150: 57-83
- [2] 冯定远,何四旺. 天然色素的使用和影响着色效果的因素[J]. 广东饲料, 2001, 10(15): 19-21
- [3] Park H, Flores R A, Johnson L A. Preparation of fish

feed ingredients: Reduction of carotenoids in corn gluten meal [J]. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 1997(45): 2088-2092

- [4] 嘉吉有限公司. 从玉米麸粉中回收叶黄素的改良方法:美国, 97181210.1[P]. 20000-1-26
- [5] 卢艳杰,姚惠源. 玉米黄色素提取工艺的研究(一)[J]. 中国粮油学报, 2002, 7(2): 34-37
- [6] 卢艳杰,姚惠源. 玉米黄色素提取工艺的研究(二)[J]. 中国粮油学报, 2003, 18(1): 37-40
- [7] 彭子模,李进. 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
- [8] 曹毅. 溶剂法浸出玉米黄色素的可行性研究[J]. 粮油食品科技, 1998, 4: 33-34
- [9] 盛爱武,陈翠云. 万寿菊色素浸提方法及其性质的初步研究[J]. 仲恺农业技术学院学报, 2001(4): 38-41
- [10] 端木凡林. 四号溶剂油提取玉米黄色素工艺[J]. 粮食与油脂, 2004, 5: 47-48
- [11] 王威,王春利,闫炳宗. 天然食用玉米黄色素的研究[J]. 食品与发酵工业, 1994, 4: 36-40
- [12] 李会宁,周建军. 玉米淀粉渣中玉米黄色素的提取及性质测定[J]. 氨基酸和生物资源, 2000, 22(4): 25-27
- [13] 姚艾东. 玉米黄色素的提取及应用研究[J]. 食品工艺科技, 2001, 22(4): 32-34
- [14] 张志华,湛伟,罗倩. 玉米黄色素的提取工艺探讨[J]. 中国食品添加剂, 2003, 1: 27-30
- [15] 惠伯隶. 类胡萝卜素化学及生物化学[M]. 北京:中国轻工业出版社, 2005
- [16] 大连轻工业学院等合编. 食品分析[M]. 北京:中国轻工业出版社, 1994
- [17] David J H, Scott K J. Development and evaluation of an HPLC method for the analysis of carotenoids in foods, and the measurement of the carotenoids content of vegetables and fruits commonly consumed in the UK [J]. Food Chemistry, 1995(54): 101-111
- [18] Neal E C, Joseph H S. Relative solubility, stability and absorptivity of lutein and β -carotene in organic solvents [J]. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 1992(40): 431-434
- [19] Blessin C W. Carotenoids of corn and sorghum () Analytical procedure [J]. Cereal Chemistry, 1962(39): 236-241
- [20] Chen B H, Yang S H. An improved analytical method for the determination of carotenes and xanthophylls in dried plant materials and mixed feeds[J]. Food Chemistry, 1992(44): 61-66
- [21] Granado F, Olmedilla B, Gil-Martinez E, et al. A fast, reliable and low-cost saponification protocol for analysis of carotenoids in vegetables[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2001(14): 479-489