

鲜罗汉果果汁脱色方法研究

黄永林, 李典鹏*, 刘金磊

(广西壮族自治区广西植物研究所, 广西桂林 541006)
中国科学院

摘要: 采用3因素3水平正交设计法,以脱色率、总甙收得率为指标,筛选影响罗汉果果汁颜色和总甙收得率的因素,建立了罗汉果果汁脱色的最佳工艺。结果表明实验设计的A因素对罗汉果果汁脱色率具有显著影响,C因素对总甙收得率有显著影响。最终优选鲜罗汉果果汁的脱色条件是 A_2BC_3 (鲜罗汉果:D900树脂重量比为3:1;固形物含量为工艺流程可变含量,洗水量为树脂重量的4倍),工艺中试验时脱色率为96.5%、总甙收得率高达97.7%,该工艺技术操作简单,脱色效果好,回收率高,适合于工业化大生产。

关键词: 鲜罗汉果; 罗汉果果汁; 脱色; 正交设计

中图分类号: Q946 文献标识码: A 文章编号: 1000-3142(2007)03-0462-04

The extracting and decoloring technique of fresh *Siraitia grosvenorii* juice

HUANG Yong-Lin, LI Dian-Peng*, LIU Jin-Lei

(Guangxi Institute of Botany, Guangxi Zhuangzu Autonomous Region and the Chinese Academy of Sciences, Guilin 541006, China)

Abstract: The decoloring rate and total mogroside rate as the index, the factors affecting the decoloring and total mogroside rate technique were filtrated by orthogonal experiments with 3 factors and 3 levels to establish the best decoloring technique of *Siraitia grosvenorii* juice. The result showed that the effect of factor "A" and "C" were remarkable and the optimum decoloring condition was A_2BC_3 (Fresh *Siraitia grosvenorii* weight; D900 resin weight was 3 : 1; solid shape content for production technical process in variable, washing water was 4 double of resin weight), the decoloring rate was 96.5% and the total mogroside rate was 97.7%. It is a simple technology to operate, with high decoloring rate and total mogroside rate. This technology can be applied rightly in mass production.

Key words: fresh *Siraitia grosvenorii*; *Siraitia grosvenorii* juice; decolorization; orthogonal design

罗汉果(*Siraitia grosvenorii*)为葫芦科罗汉果属的多年生宿根茎性藤本植物,是我国特有的经济、药用植物,为广西桂北地区的传统特产。罗汉果具味甘性凉、润肺止咳、祛痰、保肝降转氨酶、润肠通便、降血压、降血脂及增强机体细胞免疫功能等功效,特别用作祛痰剂,在治疗百日咳、慢性气管炎、咽喉炎、便秘、胃肠等疾病方面疗效显著(金春花等,1997;王密等,1994;陈馥馨,1996;苏瑞君等,1997;

中华人民共和国卫生部药典委员会,1990;李典鹏等,2000;李锋等,2003)。罗汉果甜味物质甜度为蔗糖的250~300倍,热量值为蔗糖的五十分之一(李锋等,2003),在发达国家努力寻找低卡路里天然甜味剂的今天,罗汉果中甜味成分对需要低热量食品的肥胖症病人及不宜于食糖的糖尿病人来说是一种理想甜味剂。鲜罗汉果果汁所具有的独特风味已越来越为东、西方人所接受,因此鲜罗汉果果汁可望开

收稿日期: 2005-06-08 修回日期: 2006-03-28

基金项目: 中国科学院“西部之光”人才培养计划项目(科发人教字[2002]101号); 广西科学基金(桂科基 0236052)[Supported by the Personnel Training Plan of West Light Foundation of the Chinese Academy of Sciences([2002]101); Natural Science Foundation of Guangxi(0236052)]

作者简介: 黄永林(1974-),男,广西桂林人,助理研究员,从事天然产物开发利用研究。

* 通讯作者(Author for correspondence, E-mail: ldp@gxib.cn)

发成国际性果汁专用甜味剂,由于罗汉果汁中存在一些酚类等易褐变物质,在果汁的浓缩、存放过程中易因受热、长时间放置等因素影响产生褐变,使产品呈红褐色,严重影响了产品的外观及品质。为此,本试验对鲜罗汉果果汁脱色工艺进行专题研究,以脱色率、总甙收得率为指标进行分析评价,采用正交实验设计方法筛选出鲜罗汉果果汁脱色工艺技术。

1 材料、仪器与试剂

1.1 材料

罗汉果采自永福县龙江乡;活性炭(广东汕头试剂厂生产的化学纯);D900 树脂(沧州宝恩化工厂生产);阴、阳离子为山东鲁抗树脂分厂生产。

1.2 仪器

日本岛京 UV-210A 型紫外分光光谱仪;梅特勒 AT200 电子天平;R-114 型旋转蒸发仪(瑞士 Büchi 公司生产)。

1.3 试剂

罗汉果甙 V 对照品(本实验室自制,TLC 的 R_f 值、IR、UV、NMR 值均与文献值一致,液相色谱峰为单峰,纯度达到 98.8%);甲醇、冰醋酸、香草醛、高氯酸试剂均为国产分析纯,实验用水为自制去离子水。

2 实验方法

2.1 罗汉果果汁的制取

2.1.1 工艺流程 鲜罗汉果→选果并用水清洗→破碎→加果重 0.03% 果胶酶于 36~37 °C 保温提取 2 h→初滤,滤渣加鲜果重 2 倍去离子水,加入第一次等重量果胶酶、相同温度保温提取 1.5 h→初滤,合并第一、二次初滤液→过微滤→收集微滤液(即为脱色用鲜罗汉果果汁材料)。

2.2 对照品、供试品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取罗汉果甙 V 对照品 25.00 mg,置于 25 mL 容量瓶中,加甲醇超声溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液备用。

2.2.2 供试品溶液的制备 (1)总甙供试品溶液的制备:精密称取罗汉果果汁及脱色后罗汉果果汁 1.000 g,置于 25 mL 容量瓶中,加甲醇超声溶解并稀释至刻度,摇匀,作为总甙供试品溶液备用。(2)脱色率供试品溶液的制备:精密称取相同固形物含量的鲜罗汉果果汁及脱色后的鲜罗汉果果汁 2.000

g,置于 25 mL 容量瓶中,加去离子水超声溶解并稀释至刻度,摇匀,作为脱色率供试品溶液备用。

2.3 总甙含量、脱色率的测定

2.3.1 总甙检测标准曲线的制备 分别精密吸取罗汉果甙 V 对照品溶液 5、10、20、30、40、50 μL,置磨口具塞试管中,挥尽溶剂,加新配制的 5% 香草醛-冰醋酸溶液 0.2 mL,高氯酸 0.8 mL,于 60 °C 水浴加热 15 min 后取出,立即用流水冷却,加冰醋酸 5 mL 并摇匀,以甲醇加试剂作空白,于 590 nm 波长测定吸光度 A,得标准曲线,回归方程: $A = 0.0021C + 0.0106$ ($r = 0.9992$)。结果表明,罗汉果总甙含量在 4.94~49.4 μg 范围内呈线性关系。

2.3.2 鲜罗汉果果汁总甙含量的测定 供试品溶液按 2.2.2.1 项下方法制备,按 2.3.1 项下方法检测总甙含量(总甙收得率=脱色处理后总甙量/脱色处理前总甙量×100%)。

2.3.3 脱色率的测定 供试品溶液按 2.2.2.2 项下方法制备,以去离子水为参比,对脱色率供试品溶液进行全波长扫描,确定最大吸收波长为 410 nm。以 410 nm 为检测波长,检测供试品溶液的吸光度 A 值,并计算脱色率。(注:脱色率=(脱色前的吸光度 A 值-脱色后的吸光度 A 值)/脱色前的吸光度 A 值×100%)。

2.4 罗汉果果汁的脱色工艺

取一定量鲜罗汉果果汁(收集的微滤液)→过已处理好树脂填充柱进行脱色→用去离子水充分洗填充柱至流出液无甜味止→收集有甜味溶液→浓缩即得。

3 实验结果

3.1 脱色材料的选择

3.1.1 活性炭脱色 称取颗粒状活性炭 200 g 装柱,按活性炭预处理方法进行预处理,称取鲜罗汉果果汁 100 g(果汁固形物含量为 5%,相当于鲜罗汉果 200 g),上柱,去离子水洗至洗脱液无甜味止,浓缩,取样检测并计算脱色率、总甙收得率。

3.1.2 D900 型树脂脱色 称取 D900 树脂 200 g 装柱,按 D 型树脂处理方法进行预处理,称取鲜罗汉果果汁 100 g(果汁固形物含量为 5%,相当于鲜罗汉果 200 g),上柱,去离子水洗至洗脱液无甜味止,浓缩,取样检测并计算脱色率、总甙收得率。

3.1.3 阴、阳离子树脂脱色 称取阴、阳离子树脂各 200 g 装柱,按阴、阳离子预处理方法预处理,称取

鲜罗汉果果汁 100 g(果汁固形物含量为 5%,相当于鲜罗汉果 200 g),分别过阴、阳离子柱,去离子水洗至洗脱液无甜味止,浓缩,取样检测并计算脱色率、总甙收得率。结果见表 1。

表 1 脱色材料比较结果 (n=3)
Table 1 Comparison of different materials

脱色材料 Material for decolorization	脱色率(%) Rate of decolorization	总甙回收率(%) Rate of total mogroside
活性炭 Active carbon	85.3	88.7
D树脂 D resin	97.0	98.9
阴、阳离子树脂(-)and(+)-resin	98.6	67.5

表 2 因素水平表
Table 2 Factors and levels

因素 Factor	水平 Level		
	A	B	C
1	2:1	3%	2:1
2	3:1	6%	3:1
3	4:1	9%	4:1

在实际应用中,能较好地满足考察指标,且原材料与脱色材料重量比大于或等于 2 时才具有工业化生产价值,因此,我们选择原材料与脱色材料之比为

2 这一比例来对脱色材料进行初步筛选。由表 1 可知,用活性炭脱色,脱色率较低仅为 85.3%,总甙回收率为 88.7%,可能是脱色温度、吸附时间影响脱色效果,同时活性炭对总甙有吸附至使总甙收得率低,不适于工业化生产;用阴、阳离子材料脱色,脱色率达 98.6%,脱色效果佳,但是因阴、阳离子对总甙有吸附作用,总甙收得率仅有 67.5%,损失大,对生产成本、产品收得率影响较大,亦不能适于工业化生产;用 D900 型树脂脱色,脱色率、总甙收得率分别为 97.0%和 98.9%,脱色效果好、总甙收得率高,有进一步研究的价值。因此,我们最终选用 D900 型树脂作为进一步脱色研究的材料。

3.2 D900 型树脂脱色优化工艺的考察

3.2.1 考察因素及水平 选择鲜罗汉果果汁折算成脱色原材料鲜罗汉果与脱色材料的重量比值(A)、上柱时鲜罗汉果果汁固形物含量(B)、上柱时洗水重量与脱色材料重量比值(C)等三个因素,每个因素选择 3 个水平,编制因素水平表,见表 2。

3.2.2 正交试验结果 计算并称取鲜罗汉果果汁,按上述正交设计表方案及按 2.4 项操作步骤进行脱色处理,脱色液检测吸光度、总甙,并计算脱色率、总

表 3 正交试验结果
Table 3 Result of orthogonal test

试验号 Test No.	A	B	C	脱色率(%)	总甙收得率(%)
				Rate of decolorization	Rate of total mogroside
1	1	1	1	97.8	89.1
2	1	2	2	97.3	93.5
3	1	3	3	96.7	98.0
4	2	1	2	97.6	95.3
5	2	2	3	96.8	98.2
6	2	3	1	95.1	92.4
7	3	1	3	87.6	98.5
8	3	2	1	89.4	89.5
9	3	3	2	88.6	92.7
I ₁	291.8 (280.6)	283.0 (282.9)	282.3(271.0)		
II ₂	289.5 (285.9)	283.5 (281.2)	283.5(281.5)		
III ₃	265.6 (280.7)	280.4 (283.1)	281.1(294.7)		
k ₁	97.3 (93.5)	94.3 (94.3)	94.1(90.3)		
k ₂	96.5 (95.3)	94.5 (93.7)	94.5(93.8)		
k ₃	88.5 (93.6)	93.5 (94.4)	93.7(98.2)		
R _j	8.8 (1.8)	1.0 (0.7)	0.8 (7.9)		

注:括号前为脱色率,括号内为总甙收得率。下同。

Note: Numbers in front of brackets was rate of decolorization, the one in brackets was rate of total mogroside. The same bellow.

甙收得率。结果见表 3。

由表 3 中 R_j 值可知, A、B、C 三个因素对鲜罗汉果果汁脱色后脱色率、总甙收得率影响程度各不相同,对脱色率的影响程度依次为 A>B>C,其中 A 因素是影响脱色率的显著因素, B、C 均为次要因

素;对总甙收得率的影响程度则依次为 C>A>B, C 因素是影响总甙收得率的显著因素, A、B 均为次要因素。由表 3 中结果分析发现, A 因素中脱色率 1 水平大于 2 水平,但二者之间的 k_j 值差别不大(97.3%、96.5%),且总甙收得率 2 水平比 1 水平还

要高,因此从生产成本与生产效率综合考虑,选择 2 水平则更适宜于工业化生产;B 因素对脱色率、总甙收得率影响都不大,适于微滤过滤液固形物含量前后不一致的连续生产工艺流程,验证了生产可连续性;C 因素中对脱色率影响较少,随着洗水量的增加总甙收得率越高,初步浓缩时采用高效膜技术,对生产成本影响很少,因此可选择 3 水平。因此综合考虑各方面因素,确定最优脱色工艺为: A₂BC₃, 树脂重量 3 倍的鲜罗汉果果汁、果汁固形物含量为工艺流程中的任意含量、洗水量为脱色材料的 4 倍重量。

3.3 工艺验证试验

为考察上述优选所得鲜罗汉果果汁脱色工艺的稳定性,按该工艺条件进行 3 次中试试验(每次投鲜罗汉果 60 kg),分别检测罗汉果果汁脱色脱率、总甙收得率,结果见表 4。

中试试验结果表明,按优化工艺条件脱色,各项指标均达到或超过正交试验表中的较高值,RSD 值仅为 1.5%与 1.1%,因此可以认为优化是成功的,得到的工艺稳定可行,适宜于工业化生产。

4 讨论

通过正交试验对罗汉果果汁脱色工艺条件进行了优化,并按最佳工艺进行了验证性中试试验,结果证明该工艺用于罗汉果果汁脱色处理时工艺简单(易操作、易控制)、稳定性好、脱色效果好、总甙收得率高、适合于工业化生产。

本试验首次采用 D900 型树脂对鲜罗汉果果汁进行脱色处理,较好地去掉了易褐变物质与色素,经脱色处理后的果汁在后序加工中,不会因受热及长

表 4 工艺验证试验结果 (n=3)
Table 4 Result of technology certification test

编号 No.	脱色率 Rate of decolorization (%)	总甙收 得率(%) Rate of total mogroside	平均脱色率、总甙 收得率(%) Average of decolorization and total mogroside	RSD (%)
1	97.1	97.2		
2	95.8	98.2	96.5(97.7)	1.5(1.1)
3	96.7	97.6		

时间存放发生褐变而产生颜色变化,极大地改善了鲜罗汉果果汁品质,增加了产品的附加值。通过本实验的成功试验,该技术工艺可广泛应用于类似的果汁脱色生产中,具有较大的应用价值。

参考文献:

- 中华人民共和国卫生部药典委员会. 2005. 中华人民共和国药典[M]. 北京:化学工业出版社:147-148
- 李锋,李典鹏,蒋水元,等. 2003. 罗汉果栽培与开发利用[M]. 北京:中国林业出版社:123-128
- 苏瑞君,王晓岩,王秋芝. 1997. 罗汉果咽喉片治疗慢性咽喉的临床研究[J]. 吉林中医药,17(6):38-39
- 陈馥馨. 1996. 新编中成药手册[M]. 北京:中国医药科技出版社:326
- Jin CH(金春花),Jiang XL(姜秀莲),Ke MZ(柯美珍),et al. 1997. Pharmacological studies of Luohanguo Yanhou tablet (罗汉果咽喉片的药理研究)[J]. Chin Trad Med(中药材),20(11):574-577
- Li DP(李典鹏),Zhang HR(张厚瑞). 2000. Studies and uses of Chinese medicine Luohanguo—a special local product of Guangxi(广西特产植物罗汉果的研究与应用)[J]. Guihaia(广西植物),20(3):270-276
- Wang M(王密),Song ZJ(宋志军),Ke MZ(柯美珍),et al. 1994. Effects of different doses of *Momordica grosvenori* Swingle on the immune function of rats(不同剂量的罗汉果对大鼠免疫功能的影响)[J]. Acta Acad Med Guangxi(广西医科大学学报),11(4):428-430,163-167

(上接第 468 页 Continue from page 468)

- wort plant, in patients with chronic hepatitis C virus infection[J]. Antimicrob Agents Chemother,45(2):517-524
- Li H(李宏),Jiang HC(姜怀春). 2005. Antibacterial effect of the total extract of *Hypericum perforatum* L. on *Brevibacterium flavum*(贯叶连翘总提取物对黄色短杆菌的抗菌作用)[J]. Guihaia(广西植物),25(4):362-365
- Li H(李宏),Zou GL(邹国林). 2002. Antibacterial effect of the total extract of *Hypericum perforatum* L. on *Bacillus subtilis*(贯叶连翘总提取物对枯草杆菌的抗菌作用)[J]. J Southwest China Normal Univ(西南师范大学学报),27(3):404-407
- Liu J(刘健),Chen Y(陈扬),Hou F(侯芳),et al. 2000. Comparative *in vitro* activity of Cefitibuten(头孢布烯体外抗菌作

- 用)[J]. Chin J Clin Pharm(中国临床药理学杂志),16(4):243-250
- Miccoli L,Beurdeley-Thomas A,De Pinieux G,et al. 1998. Light-induced photoactivation of hypericin affects the energy metabolism of human glioma cells by inhibiting hexokinase bound to mitochondria[J]. Cancer Res,58(24):5777-5786
- Prince AM,Pascual D,Meruelo D,et al. 2000. Strategies for evaluation of enveloped virus inactivation in red cell concentrates using Hypericin[J]. Photochem Photobiol,71(2):188-195
- Weller M,Trepel M,Grimmel C,et al. 1997. Hypericin-induced apoptosis of human malignant glioma cell is light-dependent, independent of bcl-2 expression, and does not require wild-type p53[J]. Neurol Res,19(5):459-470