178 2007, Vol. 28, No. 07 食品科学 ※工艺技术

紫叶稠李色素提取及测定研究

王光全,黄勇,孟庆杰,郭尚敬,赵晓蕾 (聊城大学生命科学学院,山东 聊城 252059)

摘 要:以紫叶稠李叶片作为实验研究材料。对浸提剂的种类、浸提温度、浸提时间、浸提剂 pH 值及不同比例的紫叶稠李叶片和浸提剂对紫叶稠李叶片色素提取率的影响进行了提取方法的初步研究。结果表明: pH 值在等于 3 时,以蒸馏水作为浸提剂,在 60℃时浸提 50min,可获得最佳提取液,再用 AB-8 树脂进行吸附,用 40% 乙醇进行洗脱,得到较纯色素。最后测得色素含量是 1.6%。

关键词: 紫叶稠李; 色素; 提取; 测定

Study on Extraction and Determination of Prunu virginiana Pigment

WANG Guang-quan, HUANG Yong, MENG Qing-jie, GUO Shang-jing, ZHAO Xiao-lei (Collge of Life Science, Liaocheng University, Liaocheng 252059, China)

Abastract: It studied the effection under different kinds of leaching medicament, leaching temperature, leaching time, leaching medicament pH and different rate of *Prunus virginiana's* leaves and leaching medicament. The result shows that it can be extracted most well when pH 3, using distilled water as leaching medicament and extracting for 50 minutes at 60 °C. Then we can use AB-8 colophony to adsorb and use 40% ethanol to elution to get purer pigment. The content of pigment extracted reaches 1.6%

Key words: Prunus virginiana, pigment; extraction, determine 中图分类号: TS202.3 文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)07-0178-04

目前,食品工业中所用色素大多为合成色素,这 类色素的色泽鲜艳、稳定性好、成本低廉。但随着科 技的发展和人类对自身健康的重视,人们逐渐发现许多 合成色素对人体有害,有些甚至有致癌作用,因此合成 色素作为食品添加剂使用越来越少,有些甚至已禁止使 用。天然色素则安全可靠,色泽自然,有些还具有一 定的营养和药理保健作用,深受人们的欢迎,因此寻求 和开发天然食用色素资源是一项十分有意义的工作[1]。

紫叶稠李(Prunus virginiana)为蔷薇科落叶乔木,叶片花色素丰富,色彩紫红艳丽,具有很高的欣赏价值,为典型的彩色园林树种^[2-4]。但对紫叶稠李叶中色素的研究至今在国内尚未见到报道。本实验对此作了初步研究,以期为紫叶稠李色素的开发与利用提供一定的参考依据^[5-6]。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器 采集聊城农业科技园的紫叶稠李叶片为实验材料。 乙醇、盐酸、乙醚、甲醇、丙酮、乙酸乙酯、 D₁₀₁-A 树脂、AB-8 树脂等。

2100 型和 UV-2100 型分光光度计; HH-2 型恒温水浴锅; FA1004 型电子分析天平; PHS-3C 酸度计; RE-52型旋转蒸发仪; 101-2-5 电热恒温鼓风干燥箱等。

1.2 方法

1.21 实验流程

紫叶稠李叶片→实验前处理→浸提→定容→鉴定

1.22 浸提条件的选择

研究浸提剂的种类、浸提温度、浸提时间、浸提剂的 pH 值及不同物料配比对紫叶稠李叶片色素提取率的影响,按照上述提供的实验流程,获得色素的稀释液后,用分光光度计测定吸光度值,作为色素提取的标准。

1.221 浸提剂的选择

准确称取6份紫叶稠李叶片各0.3g,分别放入研钵中经研磨处理后,再放入6个锥形瓶中,在6个锥形瓶

收稿日期: 2007-05-07

基金项目: 国家自然科学基金项目(30671242); 聊城大学重点科研基金项目(X061006)

作者简介: 王光全(1957-), 男, 教授, 研究方向为植物资源及其利用。

中依次加入蒸馏水、30% 乙醇、60% 乙醇、80% 乙醇、95% 乙醇、乙醚各20m1。在60℃恒温水浴锅中恒温浸提50min,然后分别过滤各提取液,定容至30m1。以蒸馏水为参比,在510nm 波长下测定其吸光值,并加以比较分析。

1.222 浸提剂 pH 值的选择

首先用盐酸配制 p H 值分别为 1、2、3、4、5、6 的酸溶液,并用酸度计测定配制溶液的 p H 值准确度,并用盐酸和 Na O H 溶液调整溶液 p H 值,使其达到标准。然后,准确称取 6 份紫叶稠李叶片各 0.3g,分别放入研钵中经研磨处理后,再放入 6 个锥形瓶中,在 6 个锥形瓶中分别加入 20m1 p H 值为 1、2、3、4、5、6 的所选浸提剂,在 60℃恒温水浴锅中浸提 50m in 并冷却至室温,然后分别过滤各提取液,定容至 30m 1。在 510 nm 波长下分别测定其吸光度,并加以比较分析。

1.223 浸提时间的选择

准确称取 6 份紫叶稠李叶片各 0.3g,分别放入研钵中经研磨处理后,再放入 6 个锥形瓶中,分别加入 20m1 pH 值一定的浸提剂,在 60 $\mathbb C$ 的恒温水浴锅中恒温依次浸提 25、35、45、55、65、75min,冷却至室温。然后分别过滤各提取液,定容至 30m1。以蒸馏水为参比,在 510nm 波长下分别测定其吸光值,并加以比较分 析。

1.224 浸提温度的选择

准确称取 5 份紫叶稠李叶片各 0.3g,分别放入研钵中经研磨处理后,再放入 5 个锥形瓶中,在锥形瓶中分别加入 20m1 pH 值一定的浸提剂。使 5 个锥形瓶分别在 40、50、60、70、80 \mathbb{C} 的温度下,恒温浸提 50min,冷却至室温。然后分别过滤,定容至 30m1。在 510nm 波长下分别测定其吸光度,并加以比较分析。

1.225 物料配比的选择

准确称取 6 份紫叶稠李叶片各 0.3g,分别放入研钵中经研磨处理后,再放入 6 个锥形瓶中,在锥形瓶中分别加入 pH 值一定的浸提剂分别为 6、9、12、15、18、21、24ml,然后在 60 ℃温度下恒温水浴锅中浸提 50min,冷却至室温。然后分别过滤,定容至 30ml。以蒸馏水为参比,在 510 nm 波长下分别测定其吸光度,并加以比较分析。

1.23 测定吸光度时波长的选择

将一定浓度的色素溶液分成 6 份,每份 10m1,于室温下用0. 1mo1/L的盐酸和0. 1mo1/L的氢氧化钠调整溶液的 p H 值,使其 p H 值分别为 1、 2、 3 、 4 、 5 、 6 。在波长分别为 400、 420、 440、 460、 480、 500、 510、 520、 530、 540nm 的条件下测定其吸光度,并绘制吸光曲线,通过曲线图找到最大吸收峰值,从而确定测

量波长。

1.24 树脂对紫叶稠李叶片中色素的吸附作用

首先,按上述步骤进行实验后,选择提取紫叶稠李叶片中色素的最佳条件提取,得到色素溶液,然后分别称取1.00g活化的湿树脂于100ml锥形瓶中,并加入20ml浓度一定的紫叶稠李色素溶液,在室温下静止吸附24h,取上层清液在分光光度计上于510nm处测定吸光值,比较吸光度和吸附率大小,确定最佳树脂。

1.25 AB-8 树脂提取紫叶稠李色素的工艺

解吸液──────紫叶稠李叶片色素

2 结果与分析

21 浸提条件的选择

21.1 浸提剂种类的选择

表 1 不同浸提剂对提取率的影响

Table 1 Effects of different extractants on extraction rate

| 浸提剂 | 水 | 30% 乙醇 | 60% 乙醇 | 80% 乙醇 | 95% 乙醇 | 乙醚 |
|-----|-------|--------|--------|--------|--------|----|
| 吸光度 | 0.689 | 0.466 | 0. 587 | 0.864 | 0.337 | 不溶 |

从表1可见,在用蒸馏水、30%~95%乙醇及乙醚作浸提剂时,80%乙醇的提取率最高,其次是蒸馏水,60%乙醇第三,30%乙醇第四,95%乙醇的提取率最低。

但最终选定蒸馏水为浸提剂,主要是考虑到了以下几点原因:(1)紫叶稠李叶片中的色素为花色苷类色素,而花色苷类为水溶性色素;(2)紫叶稠李叶中不但含有所要提取的色素,还含有一定量的叶绿素。叶绿素是脂溶性色素,易溶于有机溶剂,如乙醇、乙醚等;(3)从经济、实用、安全的角度考虑,采用蒸馏水作浸提剂比较合适。

21.2 浸提剂 pH 值的选择

表 2 浸提剂 pH 值对提取率的影响

Table 2 Effects of pH values of extractants on extraction rate

| pH 值 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 吸光度 | 0.501 | 0. 548 | 0. 578 | 0. 367 | 0. 310 | 0. 239 |

从表 2 可见, 当 p H 值从 3 到 4 时, 其色素提取液的吸光度从 0.578 急剧下降到 0.367, 说明当浸提剂的 p H 值小于或等于 3 时, 紫叶稠李叶片色素的提取率最高。

21.3 浸提时间的选择

从表 3 可见,浸提时间在 35 m i n 以上时,其吸光值相对的比较高,说明提取率也是比较高的。当浸提时间达到 55 m i n 时,其吸光度为 0.751,因此选定浸提

表 3 浸提时间对提取率的影响

Table 3 Effects of extract time of on extraction rate

| 时间(min) | 25 | 35 | 45 | 55 | 65 | 75 |
|---------|--------|--------|-------|-------|-------|--------|
| 吸光度 | 0. 235 | 0. 548 | 0.623 | 0.751 | 0.643 | 0. 619 |

时间50min,可获得较高的提取率。

21.4 浸提温度的选择

表 4 浸提温度对提取率的影响

Table 4 Effects of on temperature of extraction extraction rate

| 温度(℃) | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 吸光度 | 0. 438 | 0. 512 | 0. 569 | 0. 581 | 0. 595 |

由表 4 可知,当浸提温度从 40℃起不断升高的过程中,其吸光度不断增大说明提取率随温度升高而增高。但 60℃左右为最佳浸提温度,主要基于以下两点原因: (1)提取色素应尽可能的降低能量消耗和成本。在 60~80℃时紫叶稠李叶片色素的提取率已很接近,但 60℃更能节约能源; (2)天然色素对温度的耐受性不同,应尽量进行低温操作,以保证天然色素结构不受破坏,不发生色变。因此,浸提温度在 60℃左右的范围内即可达到较理想的提取率。

21.5 物料配比的选择

表 5 物料配比对提取率的影响

Table 5 Effects of ratio of meterial to solution on extraction rate

| 物料配比 | 1:20 | 1:30 | 1:40 | 1:50 | 1:60 | 1:70 |
|------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 吸光度 | 0. 285 | 0.342 | 0.596 | 0.592 | 0.589 | 0.602 |

由表 5 可知,增加浸提剂的用量,相应的色素液的吸光度也在不断增加,这说明随浸提剂用量的递增可相应提高色素的提取率。但以叶片(g):浸提剂(ml)=1:40时,色素的提取率即可达到较理想的水平,选择此比例更加经济实用。

22 测定吸光度时波长的选择

由图1可知,当pH值小于或等于3时,曲线具有最大吸收峰,峰值约在510nm处。当pH值大于3时,光谱曲线呈下降趋势,没有吸收峰或峰值逐渐减小消失。因此,在浸提色素的过程中选用510nm的波长来测定吸光度。

23 不同树脂对紫叶稠李叶片色素的吸附

由表 6 可知,在 4 种树脂中,AB-8 树脂的吸附率最高,达81.34%;X-5 树脂的吸附率最低,为 69.75%。

24 洗脱剂对紫叶稠李叶片色素的洗脱

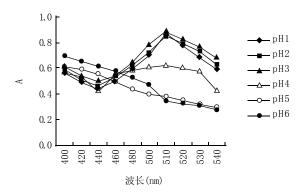


图 1 不同 pH 值色素液吸光曲线图

Fig.1 Absorbance graph of pigment liquid with different pH values

表 6 不同树脂对色素的吸附
Table 6 Pigment adsorption with different resins

| 树脂名称 | 树脂量(g) | 吸附前 Aº | 吸附后A | 吸附率(%) |
|---------------------|--------|--------|--------|--------|
| D ₁₀₁ -A | 1.00 | 0. 546 | 0. 119 | 78. 12 |
| $D_{101}-C$ | 1.00 | 0. 546 | 0. 165 | 69.75 |
| AB-8 | 1.00 | 0. 546 | 0. 101 | 81. 34 |
| X-5 | 1.00 | 0. 546 | 0. 133 | 75. 56 |

24.1 不同洗脱剂对紫叶稠李色素的洗脱

分别用甲醇、丙酮、乙酸乙酯和40%乙醇,对吸附了色素的AB-8树脂在常温下进行静态洗脱1h,测定洗脱液在510nm处的吸光度,结果见表7。表7表明,40%的乙醇洗脱效果最好。

表 7 不同洗脱剂对紫叶稠李色素的洗脱 Table 7 Pigment elution with different eluants

| 时间(min) | | 洗月 | 脱剂 | |
|-----------------|--------|--------|--------|--------|
| HJ lel (IIIIII) | 甲醇 | 丙酮 | 乙酸乙酯 | 40% 乙醇 |
| 40 | 0.318 | 0. 241 | 0.029 | 0. 273 |
| 60 | 0.357 | 0.368 | 0. 128 | 0.502 |
| 80 | 0. 412 | 0. 427 | 0. 169 | 0. 597 |
| 100 | 0.476 | 0.513 | 0. 215 | 0.651 |

242 不同浓度的乙醇对紫叶稠李色素的洗脱

分别用不同浓度的乙醇溶液,对吸附了色素的 AB-8 湿树脂在常温下进行静态洗脱 1h,测定洗脱液在 510nm 处的吸光度,结果见表 8。表 8表明,40%的乙醇洗脱效果较好。

25 紫叶稠李色素的精制

取 3 份紫叶稠李叶片各 1.00g,用上述实验得到的最佳提取条件进行提取,得色素溶液,再按照 1.2.5 所的实验流程,将色素溶液浓缩精制,最终得到色素的

表 8 不同浓度的乙醇对紫叶稠李色素洗脱的影响

Table 8 Effects of different alcohol concentrations on Prunus virginana pigment elution

| 乙醇浓度(%) | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 100 |
|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| A | 0, 227 | 0, 341 | 0, 459 | 0, 582 | 0, 430 | 0, 406 | 0, 381 | 0, 364 | 0, 218 | 0, 201 |

微波辅助提取绞股蓝多糖的工艺研究

池爱平1, 陈锦屏2

(1. 陕西师范大学体育学院,陕西 西安

710062 2. 陕西师范大学食品工程系,陕西 西安

710062)

摘 要:采用单因素试验和正交试验,进行了微波辅助提取绞股蓝多糖的研究,得到了微波辅助提绞股蓝多糖的最佳工艺条件:料液比为1:20,微波功率为400W,微波处理时间为12min,浸提时间为50min。在此工艺条件下,多糖提取率为3.37%。与热水提取法进行比较,微波辅助提取能缩短提取时间,提高绞股蓝多糖提取率。关键词:绞股蓝多糖;微波;提取

Study on Microwave-assisted Extraction of Gynostemma pentaphyllum Polysaccharides

CHI Ai-ping¹, CHEN Jin-ping²

(1. College of Physical Education, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China 2. Department of Food Engineering, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China)

Abstract: Microwave—assisted extraction of *Gynostemma pentaphyllum* polysaccharides was studied by using single factor test and orthogonal test methods. It is concluded that the optimal conditions of extraction are microwave treatment for 12 min at powre

收稿日期: 2007-05-10

作者简介:池爱平(1972-),男,讲师,博士研究生,主要从事植物有效成分提取及活性研究。

表 9 色素质量表
Table 9 Pigment weight table

| 组别 | 1 | 2 | 3 |
|--------|-------|-------|-------|
| 色素量(g) | 0.021 | 0.015 | 0.012 |

精制品,称量,结果如表 9。平均得色素质量为 0.016g,则色素含量为 1.6%。

3 结论

- 3.1 紫叶稠李叶片中的色素在蒸馏水、80%乙醇中的溶解性较好,但不溶于乙醚。证明此色素为花色苷类化合物,属水溶性色素,在中性或弱碱性溶液中不易被提取且不太稳定。所以,提取过程通常采用酸性溶剂。由于紫叶稠李叶中还含有脂溶性叶绿素,因此选用酸性蒸馏水作浸提剂最合适[12-14]。
- 3.2 从紫叶稠李叶中提取色素的最佳方法是: 以蒸馏水作浸提剂, 使其 pH 值为 3, 在 60 ℃的温度条件下浸提 50 min, 一般物料比为 1:40。
- 3.3 AB-8 树脂对紫叶稠李叶片色素的吸附量较高,且用40%的乙醇洗脱效果最好。最后得出色素含量为1.6%。

参考文献:

- 胡迎芬. 紫叶小檗叶红色素的提取[J]. 冷饮与速冻食品工业,2001,7(1):31-32.
- ② 刘金. 紫叶稠李在园林上的应用[J]. 中国花卉, 2004(1): 33-36
- [3] 曹海军. 紫叶稠李在园林中的应用[J]. 农业知识, 2005(5): 39.
- [4] 张会金. 园林中怎样使用紫叶稠李[J]. 中国花卉, 2004(4): 28-31.
- ⑤ 彭子模,马晓东,吕海英.紫叶小檗叶片红色素提取方法的研究[J]. 生物学杂志,2001,18(4):25-27.
- [6] 王薇. 食用天然色素的营养保健作用[J]. 中国食物与营养, 2005(5): 45-47.
- [7] 李维一, 罗中杰, 许泽宏. 红叶李天然使用色素的提取及理化性质 [J]. 食品工业, 2003(3): 26-29.
- 图 王华兴, 陈锦屏, 赵丽华. 山楂果实色素含量测定方法的研究[J]. 中国果菜, 1996(1): 32-34.
- 図 赵彦杰. 香石竹红色素的提取研究[J]. 食品科学, 2005, 26(8): 202-204
- [10] 唐琳,付荣恕,张志威.迎春花黄色素的提取及性质研究[J].食品科学,2005,26(8):188-191.
- [11] 赵伯涛,钱骅,张卫明,等. 黑莓榨汁残渣中花色素的提取纯化、稳定性研究及功能研究[J]. 食品科学, 2005, 26(9): 157-161.
- [12] 周立国. 食用天然色素及其提取应用[M]. 济南:山东科学技术出版 社,1997:102-122.
- [13] 北京医学院. 中草药成分化学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1990: 212-265
- [14] 任玉林,李华. 天然食用色素———花色苷[J]. 食品科学, 1995, 16 (7):22-27.