

黑米色素的提取方法及稳定性研究

钟 岩¹, 李 泽 鸿², 邵 明 富²

(1. 吉林农业大学 测试中心 吉林 长春 130118 2 吉林农业大学 生命科学院 吉林 长春 130118)

摘 要:简要介绍了黑米色素的结构,以及黑米在国内的分布及利用情况。对黑色素提取条件进行了摸索研究,获得提取黑色素的最佳条件,并对色素的性质进行了研究。

关键词:黑米;色素;提取

中图分类号:TS 264.4 **文献标识码:**A **文章编号:**1001—0009(2008)10—0071—03

随着人们回归自然的意识日益增强,促使人类重新认识到天然色素作为食品添加剂具有不可代替的价值^[1]。天然色素直接取自于自然界中的动植物和微生物,因而用于食品、化妆品及至药品更为安全可靠。我国食品行业对合成色素与天然色素都有使用^[2],但现代医学研究表明:合成色素作为食品着色剂可造成人体伤害^[3]。因此,许多发达国家禁止在食品中使用合成色素^[4],天然色素来源于自然,具有安全性,有的还有一定的营养和药理作用。开发天然色素取代人工合成色素作为食品着色剂是必然的发展趋势。

黑米是名贵珍奇的特殊稻种,可以分为粳、粳两个亚种。根据颜色可以分为黑色、紫色、红色双色等品系^[5],黑米具有特殊的药用成分及很高的营养价值,有“补血米”、“药米”、“长寿米”、“神仙米”的美称。黑米不仅含有丰富的蛋白质、人体所必需的氨基酸、维生素 C 和不饱和脂肪酸,以及钙、铁、锌等矿物营养元素,而且还含有重要药用价值的黑米色素,研究认为黑米色素属于黄酮花色素苷类化合物。现从黑米的色素入手,为开发利用黑米这一丰富资源,增加其经济附加值,寻找天然食品着色剂提供依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与材料

材料:市售黑米,黑米→除杂→粉碎→过 40 目筛→黑米粉。

试剂:正丁醇、异戊醇、丙酮、水、乙酸乙酯、甲醇、乙醇、乙醚、氯仿、盐酸、氢氧化钠均为分析纯。

仪器:恒温水浴锅、电子天平、DU-7500 紫外可见分光光度计、离心机。

1.2 试验方法

1.2.1 提取工艺流程 称重→提取→离心,取上清为色素原液。

素原液。

1.2.2 色素提取液的选择 将黑米粉按一定比例加入提取剂,室温放置 60 min,过滤得紫黑色透明原液。以不同提取剂提取后,观察溶液并记录颜色^[6],见表 1。

1.2.3 色素性质的研究 选择出最佳提取剂后,将提取样本减压浓缩成紫黑色浸膏,配成一定浓度色素水溶液,测定其溶解性、耐酸性、热稳定性、氧化还原性以及金属离子对其稳定性的影响。

2 结果与分析

2.1 不同萃取剂对黑色素提取结果的影响

准确称取 9 份黑米粉各 0.5 g,放置于 9 支试管中,分别加入正丁醇、异戊醇、丙酮、水、乙酸乙酯、甲醇、乙醇、乙醚、氯仿各 10 mL。室温放置 60 min,观察溶液并记录颜色,结果见表 1。

| 表 1 不同提取剂的提取结果 | | | |
|----------------|------|------|------|
| 提取剂 | 提取结果 | 提取剂 | 提取结果 |
| 甲醇 | 暗紫红 | 水 | 淡紫红 |
| 乙醇 | 暗紫红 | 乙醚 | 淡紫红 |
| 正丁醇 | 紫红 | 氯仿 | 无 |
| 异戊醇 | 紫红 | 乙酸乙酯 | 无 |
| 丙酮 | 淡紫红 | | |

由表 1 可知,黑米中色素在正丁醇、异戊醇、丙酮、水、甲醇、乙醇、乙醚中均有溶解,且在甲醇、乙醇中溶解度最大,在氯仿和乙酸乙酯中不溶,所以选择乙醇为最佳提取剂。

2.2 温度对黑米色素的影响

准确称取 12 份黑米粉各 0.5 g 置于 12 支试管中,分别加入甲醇、乙醇 10 mL 放置在水浴锅中分别在 10、20、40、60、80、100℃ 6 个温度梯度下放置 60 min,观察溶液并记录颜色,结果见表 2。

| 表 2 色素在不同提取温度中的溶解情况 | | | | | | |
|---------------------|----|-----|-----|----|-----|-----|
| 温度/℃ | 10 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 |
| 甲醇溶液 | 微紫 | 淡紫红 | 淡紫红 | 紫红 | 暗紫红 | 淡紫红 |
| 乙醇溶液 | 微紫 | 淡紫红 | 淡紫红 | 紫红 | 暗紫红 | 淡紫红 |

第一作者简介:钟岩(1967-),男,本科,实验师,现主要从事天然产物分析研究工作。E-mail:cdlhw310@163.com。

收稿日期:2008—04—24

由表 2 可知,黑米中黑色素在甲醇、乙醇溶液中 80℃放置 60 min 溶液颜色最深,即黑色素在 80℃时溶解度最大,所以选择 80℃为最佳提取温度。

2.3 不同 pH 值对黑米色素的影响

准确称取 10 份黑米粉各 0.5 g 置于 10 支试管中,分别加入甲醇、乙醇 10 mL,使用 0.1 mol/L HCl 和 mol/L NaOH 调 pH 值分别为 1.0、3.0、5.0、7.0、9.0,将试管放置在 80℃水浴锅中,30 min 时观察溶液并记录颜色,结果见表 3。

表 3 色素在不同提取 pH 的溶解情况

| pH | 1.0 | 3.0 | 5.0 | 7.0 | 9.0 |
|------|-----|-----|-----|-----|-----|
| 甲醇溶液 | 暗紫红 | 紫红 | 紫红 | 紫红 | 淡紫红 |
| 乙醇溶液 | 暗紫红 | 紫红 | 紫红 | 紫红 | 淡紫红 |

由表 3 可知,黑米中黑色素在甲醇、乙醇溶液中 80℃、30 min、pH 1.0 条件下,黑色素溶解度最大。

2.4 提取剂浓度对黑色素提取结果的影响

准确称取 10 份黑米粉各 0.5 g 置于 10 支试管中,分别加入乙醇 10、9、8、7、6、5、4、3、2、1 mL 将每支试管加水定容至 10 mL,用 0.1 mol/L 的盐酸调 pH 1.0,将各试管放置在 80℃水浴锅中 30 min 时,观察并记录颜色,结果见表 4。

表 4 色素在不同乙醇百分比中的溶解情况

| 乙醇百分比/% | 提取结果 | 乙醇百分比/% | 提取结果 |
|---------|------|---------|------|
| 100 | 紫红 | 50 | 暗紫红 |
| 90 | 紫红 | 40 | 淡紫红 |
| 80 | 紫红 | 30 | 淡紫红 |
| 70 | 紫红 | 20 | 淡紫红 |
| 60 | 紫红 | 10 | 微紫 |

由表 4 知,黑米中黑色素在乙醇溶液中 80℃、30 min、pH 1.0 条件下乙醇浓度为 50%时,黑色素溶解度最大,提取效率最佳。

2.5 料液比对提取黑米色素的影响

准确称取 7 份黑米粉各 0.5 g,置于 7 支试管中加入 50%的乙醇,选择料液比(质量体积比)1:2;1:4;1:6;1:8;1:10;1:12;1:14。0.1mol/L 的盐酸调 pH 1.0 将各试管放置在 80℃水浴锅中 30 min 时,观察并记录颜色,结果见表 5。

表 5 色素在不同料液比中的溶解情况

| 料液比 | 提取结果 |
|------|------|
| 1:2 | 微紫 |
| 1:4 | 淡紫红 |
| 1:6 | 紫红 |
| 1:8 | 紫红 |
| 1:10 | 暗紫红 |
| 1:12 | 紫红 |
| 1:14 | 紫红 |

黑色素溶解度最大,所以选择最佳料液比为 1:10。

2.6 最大吸收波长的测定

取黑米色素稀释液,用紫外可见分光光度计扫描,

波长范围为 200~800 nm,观察其吸收光谱特征,确定其最大吸收峰值见图 1。结果表明,黑米色素在 285 nm 处有最大吸收峰。

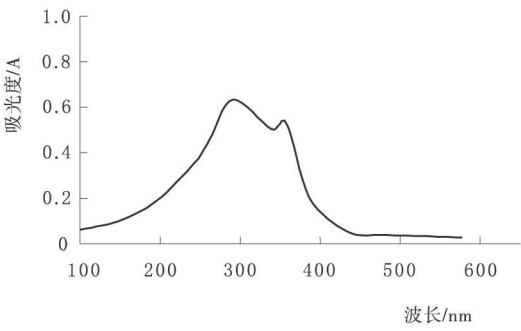


图 1 黑米色素的吸收曲线

2.7 光对色素稳定性的影响

分别取等量的色素稀释液 6 mL,置于 3 支试管中,分别置于避光、灯光照射处、日光照射处,定时在 285 nm 处测定吸光度,结果见表 6。

表 6 光对色素稳定性的影响

| 天数/d | 避光 | 灯光照射 | 日光照射 |
|------|-------|-------|-------|
| 1 | 0.786 | 0.786 | 0.786 |
| 3 | 0.782 | 0.421 | 0.103 |
| 5 | 0.780 | 0.213 | 0.000 |

由表 6 可知,色素在避光条件下经过 5 d 吸光度基本保持不变;在灯光照射下变化较大,吸光度大幅度下降;在日光照射下 5 d 后吸光度为 0,说明色素全部被破坏,因此色素应在避光下保存。

2.8 温度对色素稳定性的影响

分别取等量的色素稀释液 6 mL,置于 6 支试管中分别在 0、20、40、60、80、100℃ 6 个浓度梯度下放置 30 min 后,在 285 nm 处测其吸光度,结果见表 7。

表 7 温度对色素稳定性的影响

| 温度/℃ | 0 | 10 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 吸光度 | 0.165 | 0.280 | 0.333 | 0.430 | 0.665 | 0.786 | 0.362 |

由表 7 可知,在 0~80℃范围内色素的吸光度随温度的上升而升高,当温度达到 80℃时,吸光度达到最大值,与前面最佳提取温度的试验相一致,当温度达到 100℃时,吸光度骤然下降^[7],由此可见黑米色素对温度的稳定性范围是 0~80℃。

2.9 化学试剂和食品添加剂的影响

分别取等量的色素稀释液 6 mL,置于 4 支试管中,向试管 1 中加入 1 滴 10% KMnO₄,向试管 2 中加入 1 滴 10%KI,向试管 3 中加入 1 滴 10%的蔗糖,向试管 4 中加入 1 滴 10%葡萄糖 室温振荡 3 min,在 285 nm 处测定吸光度,结果见表 8。

由表 8 可知,氧化性或还原性较强的物质使黑米色素吸光度下降,食品添加剂蔗糖和葡萄糖对黑米色素无

明显作用^[8-9]。由此可见,黑米色素对大多数试剂在一定的范围内有良好的稳定性。

表 8 化学试剂和食品添加剂对色素稳定的影响

| 试剂 | KMnO ₄ | KI | 蔗糖 | 葡萄糖 |
|-----|-------------------|-------|-------|-------|
| 吸光度 | 0.06 | 0.103 | 0.780 | 0.781 |

3 结果与讨论

试验通过对黑米色素提取的不同试剂、不同温度、不同时间、不同 pH、不同提取剂的浓度、料液比 6 个方面进行了研究,得到了黑米中黑色素提取的最佳条件,即乙醇为提取剂,浓度 50%,料液比 1 : 10, pH 1.0 的条件下,80℃水浴中浸提 30 min,此方法简便且提取效率高,为工业化生产提供理论性基础,同时对黑米色素的稳定性进行了研究,色素应该在 0~80℃条件下避光保存,氧化性或还原性较强的物质对黑米色素有较大的影响可使其吸光度大幅度下降,蔗糖和葡萄糖对黑米色素无明显作用。

参考文献

[1] 宋萍,马彦芳. 食品安全与食品添加剂 [J]. 食品与药 2006(8): 68-69.
[2] 董爱文,张敏,赵虹桥,等. 爵床色素提取及稳定性研究 [J]. 食品科技, 2004(8): 44-47.
[3] 天津轻工业学院食品工业教学研究室. 食品添加剂 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1997: 81-132.
[4] 吴琼. 高粱红色素抗氧化作用研究 [D]. 长春: 吉林农业大学硕士学位论文, 2004.
[5] 张福娣,苏金为,蔡碧琼. 黑米色素提取工艺及其性质表征 [J]. 福建农林大学学报, 2006, 2(3): 36-37.
[6] 曹小勇,李新生. 黑米花色素苷类研究现状及展望 [J]. 氨基酸和生物资源 2002 24(1): 3-6
[7] 王银定,王朝晖. 黑米红色素的提取条件及其性质研究 [J]. 河北大学学报 1995 15(4): 101-104.
[8] 谢笔钧,胡慰望. 黑米微量营养元素 Fe、Zn、Cu 和黑米色素的研究 [J]. 食品科学 1993 8(6): 17-19.
[9] 俞群娣. 黑米色素稳定性的研究 [J]. 浙江海洋学院学报 2002, 21(1): 72-74.

Studied on the Extracting Conditions of the Black Pigment from Black Rice

ZHONG Yan¹, LI Ze-hong², SHAO Ming-fu²

(1. Testing Center of Jinlin Agricultural University, Changchun, Jilin 130118, China; 2. College of Life Sciences of Jilin Agricultural University, Changchun, Jilin 130118, China)

Abstract: The chemical structure of black rice was introduced, and also the distribution and utilization of black rice in China was presented. Research for the condition of extraction on black rice showed that the optimum conditions of the black pigment abstracted from black rice, and the quality of the black rice was as well.

Key words: Black rice; Pigment; Extraction

欢迎订阅 2009 年《上海蔬菜》

《上海蔬菜》是上海市农业科学院和上海蔬菜经济研究会共同主办的蔬菜专业性期刊,双月刊,单价 6.00 元,全年共计 36.00 元,邮发代号:4-679。

本刊依托上海雄厚的科技和信息资源优势,立足华东,面向全国,旨在为广大蔬菜生产者、经营者提供科技支持和准确的市场导向,从而促进我国蔬菜产业的健康发展。本刊注重科技成果的先进性、新颖性、实用性和可操作性,报告面广,信息量大,可读性强,一直深得全国读者喜爱。《上海蔬菜》是您打开致富之门的金钥匙!全国各地邮局均可订阅,漏订者可向本刊编辑部邮购。

本刊实用性强,具有长期保存价值。广告价位低,回报率高,欢迎广大种子生产和经营单位,塑料薄膜、遮阳网、防虫网生产单位,农药、激素、化肥生产单位,果蔬加工机械生产单位刊登广告和各种信息。

欢迎广大果蔬科技工作者、生产者、经营者积极给本刊来稿,交流经验,互通信息

地址:上海市闵行区北翟路 2901 号 邮编:201106 电话:021-52210012 E-mail:xx9@saas.sh.cn