

# 妙峰山玫瑰色素提取工艺及稳定性研究

王丽君, 高同雨, 刘卫强, 顾慈阳

(北京市门头沟区科技开发实验基地 北京 102308)

**摘要:** 研究了妙峰山玫瑰色素的最佳提取条件及其稳定性。正交试验结果表明: 用 pH 1.0 的 30% 柠檬酸提取液, 以料液比 1 : 10 在 60℃ 时提取 1 h, 提取效果最佳。稳定性试验结果表明: 该色素对光、常用食品添加剂稳定; 对热、氧化剂不稳定; 不宜采用高温杀菌。

**关键词:** 玫瑰色素; 正交试验; 提取; 稳定性

**中图分类号:** S 685.12 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2009)11-0012-04

北京市门头沟区盛产玫瑰花, 已有 500 多 a 的栽培历史, 至今已繁植近 660 余 hm<sup>2</sup>, 最高年产数百万公斤。妙峰山的土壤、水质、气候条件等自然环境十分适宜玫瑰生长, 其具备花型大、颜色深、花瓣厚、香味浓、含油高的优良品质, 在我国北方极为少见, 故有“华北一绝”的美誉。但其玫瑰花的开发利用及深加工近几年才刚刚起步, 综合利用水平较低。玫瑰中含有丰富香茅醇、丁香酚等香味物质和大量的维生素、色素、槲皮甙等物质, 可作为食品、化妆品、香料及药物的原料<sup>[1]</sup>。

随着人们对食品安全意识的增强与对合成色素安全隐患的不断认知, 人类更加切身地意识到了天然资源高效率利用的紧迫性和必要性<sup>[2]</sup>。因此, 面对天然色素逐渐取代合成色素的发展趋势<sup>[3]</sup>, 着力开展妙峰山玫瑰花天然色素的研究, 研制出高附加值的食品添加剂, 为门头沟区玫瑰花的开发利用与加工提供一定的科学依据, 也将带动相关产业的发展步伐, 必将产生良好的经

济效益和社会效益。该试验以妙峰山玫瑰花为试材, 采用正交试验设计对其色素最佳提取条件及稳定性进行了研究。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

**材料:** 玫瑰花, 采自门头沟区妙峰山镇涧沟村万亩玫瑰标准化基地。位于北京门头沟区的北端, 永定河以东, 海拔 1 291 m。

**试剂:** 所用试剂均为国产分析纯。柠檬酸、V<sub>C</sub>、蔗糖、苯钾酸钠、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、乙醇、乙酸乙酯、丙酮、环己烷、石油醚等。

**仪器:** WSL-2 比较测色仪(上海精密科学仪器有限公司); UV-VIS 紫外可见分光光度计(上海天美科学仪器有限公司); DKS26 电热恒温水浴锅(上海精宏实验设备有限公司); pH 211 酸度计 HANNA(葡萄牙); SL252 电子天平(上海精密仪器科学仪器有限公司)。

### 1.2 试验方法

**1.2.1 原料预处理** 将鲜玫瑰花的花托摘掉, 剔除枯黄、腐烂花瓣和其它杂质等备用。

#### 1.2.2 色素提取工艺流程

鲜玫瑰花瓣 → 清洗 → 破碎 → 溶剂浸提 → 过滤 →  
↑ ↓  
二次 ← 滤渣  
滤液 → 浓缩 → 初产品 → 精制 → 干燥成品。

**第一作者简介:** 王丽君(1981-), 女, 北京顺义人, 本科, 工程师, 现从事农产品及食品加工相关课题的研究工作。E-mail: kjkfsyjdwlj@163.com。

**通讯作者:** 顾慈阳(1965-), 男, 河南人, 博士, 副教授, 现主要从事农林科研管理工作。

**基金项目:** 北京市科技计划资助项目。

**收稿日期:** 2009-05-20

**Abstract:** By using Li-6400 portable photosynthesis system in August, the photosynthetic character of Guizhou wild *V. Quinquangularis* Rehd were measured. The result showed that there were two models of leaf *Pn*., *Tr*., and *Gs*. aried in day time of different wild *V. Quinquangularis* Rehd including single and double waves; The tendency of *Ci*. in day time showed “W” model obviously in all the different wild *V. Quinquangularis* Rehd. Wild *V. Quinquangularis* Rehd. was originated in Huajiang could be used in breeding for better adaptability.

**Key words:** *V. Quinquangularis* Rehd; Net photosynthetic rate; Transpiration rate; Stomata conductance; Intercellular CO<sub>2</sub> concentration

2 结果与分析

2.1 妙峰山玫瑰色素光谱特性分析

将妙峰山玫瑰色素提取液稀释到可测试浓度在190~600 nm 范围内扫描,其在可见光区 400~600 nm 有最大吸收峰,且在 516 nm 处为最大值。因此,在下面的试验中将测定波长选定在 516 nm 处(吸收光谱见图 1)。

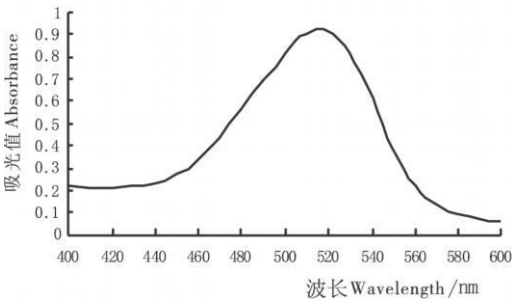


图1 玫瑰色素提取液吸收光谱图

Fig. 1 Spectrogram of rose pigment's extraction solvents

表 1 玫瑰色素在不同溶剂的提取效果

提取溶剂(柠檬酸溶液浓度)Solvent Extraction (Citric acid concentration) / %		pH	色素颜色 Pigment color	罗维朋值 Lovibond Value				吸光值(516 nm 处) OD(516 nm)
				红 Red	黄 Yellow	兰 Blue	亮 Light	
5		2.16	明橙红	4.9	1.0	—	0.1	0.3871
10		2.14	明橙红	6.1	1.1	—	0.3	0.5483
15		2.11	明橙红	6.9	1.1	—	0.1	0.7319
20		2.05	明橙红	6.9	2.0	—	0.2	0.5245
25		1.98	红	3.0	—	—	—	0.2246
30		1.89	明橙红	9.9	1.9	—	0.1	0.9265
35		1.82	明橙红	5.3	1.0	—	0.1	0.4365
40		1.75	明橙红	5.6	1.0	—	0.1	0.4328
45		1.70	明橙红	7.3	1.0	—	0.1	0.7024
50		1.67	明橙红	5.6	1.0	—	0.1	0.4261
55		1.63	明橙红	5.9	1.0	—	0.1	0.4558
60		1.57	明橙红	7.0	0.9	—	0.1	0.5841
I		1.56	明橙红	11.0	0.2	—	0.1	0.8662
II		1.59	明橙红	8.9	1.0	—	0.1	0.7507
III		7	无色	—	—	—	—	—
IV		7	无色	—	—	—	—	—

注I 为 70%酸性乙醇 II 为 10%柠檬酸+80%乙醇; III 为石油醚; IV 为乙酸乙酯。  
Note: I 70% acidic ethanol; II 10% citric acid + 80% ethanol; III Petroleum ether; IV Ethyl acetate.

由表 3 的极差分析可知,影响玫瑰色素提取效果的主次因素依次是 pH 值、料液比、柠檬酸溶液浓度、温度、浸提时间,而提取时间因素影响相对较小,各因素主次顺序依次是 D>A>E>C>B。直观分析最佳组合为 A<sub>1</sub>B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>D<sub>4</sub>E<sub>2</sub>,即 pH 为 1、料液比为 1:10、柠檬酸溶液浓度 30%、温度 60℃、浸提时间 1 h,此时为最佳提取条件。

2.4 妙峰山玫瑰色素稳定性研究

2.4.1 溶解性试验 常温下将等量的玫瑰色素溶液分别用水、10%乙醇、20%乙醇、丙酮、环乙烷、花生油进行溶解性试验(见表 4)。由表 4 可知,该色素为易溶于水、

2.2 提取溶剂的选择

据陈伟等<sup>[4]</sup>报道,玫瑰色素多采用溶剂萃取法提取,不同研究者所选择的提取剂不同,主要有 3 种,60%乙醇, pH 为 1 的 70%乙醇, 5%~10%的柠檬酸水溶液。准确称取等量(1 g)玫瑰花瓣分别加入不同溶剂 40 mL 浸提 2 h,在最大吸收波长 516 nm 下测其吸光度值,并观察浸提液的颜色,测其罗维朋值。

由表 1 可见,用石油醚、乙酸乙酯作浸提剂时,提取效果最差,溶液呈现无色。用 10%柠檬酸+80%乙醇的混液、70%酸性乙醇及 30%的柠檬酸溶液作浸提剂时的提取效果都很好,颜色为明橙红,其中用 30%的柠檬酸溶液作为提取剂时吸光值最高。因此,选择 30%的柠檬酸溶液作为妙峰山玫瑰色素提取的浸提剂为最佳。

2.3 正交试验

采用正交试验设计 L<sub>16</sub>(5<sup>4</sup>),对柠檬酸提取液浓度、提取温度、提取时间、pH、料液比 5 因子在 4 个水平进行优选(见表 2)。在最大吸收波长 516 nm 处测其吸光值结果采用直观分析和极差分析。

乙酸、乙醇、不溶于环乙烷、花生油,说明妙峰山玫瑰色素为水溶性色素。

表 2 正交试验的因素水平表 L<sub>16</sub>(5<sup>4</sup>)

Table 2 Factor and levels of orthogonal test design					
水平	A 液料比	B 时间	C 温度	pH	E 浓度
Level	Liquid:Feed ratio	Time/h	Temperature/℃	D	Concentration/%
1	1:10	0.5	50	4	15
2	1:15	1	60	3	30
3	1:20	1.5	70	2	45
4	1:25	2	80	1	60

表 3 试验处理结果

Table 3 Results of orthogonal test

试验号 Experiment No.	C	A	D	B	E	吸光值 Absorbance
1	70	1 : 15	4	1	45	0.2813
2	50	1 : 15	2	2	30	0.7305
3	50	1 : 20	3	1	60	0.3884
4	70	1 : 20	1	2	15	0.6803
5	60	1 : 25	4	2	60	0.2312
6	80	1 : 25	2	1	15	0.5831
7	80	1 : 10	3	2	45	0.6635
8	60	1 : 10	1	1	30	1.3215
9	80	1 : 20	4	0.5	30	0.2501
10	60	1 : 20	2	1.5	45	0.7385
11	60	1 : 15	3	0.5	15	0.4860
12	80	1 : 15	1	1.5	60	0.9863
13	50	1 : 10	4	1.5	15	0.3074
14	70	1 : 10	2	0.5	60	0.9955
15	70	1 : 25	3	1.5	30	0.3101
16	50	1 : 25	1	0.5	45	0.8839
	T <sub>1</sub> =2.3102	T <sub>1</sub> =3.2879	T <sub>1</sub> =3.2879	T <sub>1</sub> =2.6155	T <sub>1</sub> =2.0568	
	T <sub>2</sub> =2.7772	T <sub>2</sub> =2.4841	T <sub>2</sub> =2.4841	T <sub>2</sub> =2.6743	T <sub>2</sub> =2.6122	
	T <sub>3</sub> =2.2672	T <sub>3</sub> =2.0573	T <sub>3</sub> =2.0573	T <sub>3</sub> =2.3423	T <sub>3</sub> =2.5672	
	T <sub>4</sub> =2.4803	T <sub>4</sub> =2.0083	T <sub>4</sub> =2.0083	T <sub>4</sub> =2.3055	T <sub>4</sub> =2.6014	
	R <sub>1</sub> =0.510	R <sub>1</sub> =1.280	R <sub>1</sub> =2.802	R <sub>1</sub> =0.369	R <sub>1</sub> =0.555	

表 4 玫瑰色素的溶解性试验结果

Table 4 The dissolve of eggplant peel in different solvent

溶剂 Solvent	水 Water	10%乙酸 10% acetic acid	20%乙醇 20% ethanol	丙酮 Acetone	环乙烷 Ring ethane	花生油 Peanut
溶解情况	速溶	速溶	速溶	微溶	不溶	不溶

2.4.2 温度对玫瑰色素的影响 将玫瑰色素提取液稀释, 调节不同的温度分别恒温下加热 1 h, 在波长 516 nm 处测其吸光值(图 2)。由图 2 可知, 妙峰山玫瑰色素在 20~70℃之间, 吸光值在 0.5545~0.5642 之间, 变化不大。当温度超过 70℃, 吸光值明显开始下降, 色素趋于不稳定, 颜色渐淡, 表明妙峰山玫瑰色素的耐热性比较差, 对温度的稳定范围不大于 70℃。

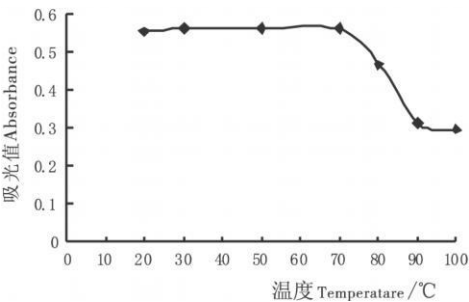


图 2 不同温度对玫瑰色素稳定性的影响  
Fig. 2 Effect of different temperature on pigment's stability

2.4.3 光照对玫瑰色素的影响 将玫瑰色素提取液稀释, 调节不同的日照时间, 在波长 516 nm 处测其吸光值(图 3)。由图 3 可知, 未光照的妙峰山玫瑰色素的吸光

值与经过 2、4、6、8 h 光照之后的色素吸光值变化不大, 颜色也没有明显变化, 表明光照对妙峰山玫瑰色素的稳定性影响很小, 其具有较好的耐光性。

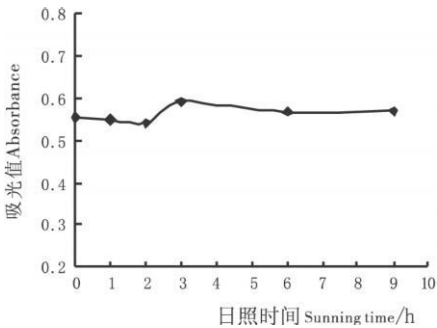


图 3 不同日照时间对玫瑰色素稳定性的影响  
Fig. 3 Effect of different time of sunning on pigment's stability

2.4.4 食品添加剂对色素稳定性的影响 配置含不同浓度的蔗糖、苯钾酸钠、Vc、淀粉色素溶液, 放置 1 h 后, 在波长 516 nm 处测定其吸光值(表 5)。由表 5 可知, 随着不同添加剂含量的增加, 玫瑰色素溶液的吸光值虽呈缓慢增加的趋势, 但增加幅度很小, 由此表明, 妙峰山玫瑰色素对常见添加剂在一定范围内具有良好的稳定性。

表 5 食品添加剂对色素稳定性的影响

Table 5 Effect of food additives on pigment's stability

Vc / %	A	蔗糖 Sucrose/ %	A	淀粉 Starch/ %	A	苯钾酸钠 Benzene potassium sodium/ %	A
CK	0.5525	CK	0.5587	CK	0.5525	CK	0.5553
1	0.5517	1	0.5803	0.20	0.4946	0.01	0.5510
2	0.5596	2	0.5815	0.40	0.4732	0.02	0.5475
3	0.5513	3	0.5875	0.80	0.4816	0.03	0.5386
4	0.5519	4	0.6005	0.10	0.4775	0.04	0.5524
5	0.5510	5	0.5931	—	—	0.05	0.5545

2.4.5 氧化剂对色素稳定性的影响 配置含有不同浓度氧化剂 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的色素溶液, 放置 1 h 后, 在波长 516 nm 处测定其吸光度值(图 4)。由图 4 可知, 含不同浓度过氧化氢的色素溶液在 516 nm 处的吸光值随过氧化氢的浓度升高而降低, 说明氧化剂对色素的稳定性影响明显, 该色素的抗氧化剂能力较弱。

2.4.6 不同杀菌方式的稳定性试验 将等量浓度的玫瑰色素溶液, 分别采用巴氏、120℃、紫外、微波这4种杀

菌方式, 冷却后, 在波长 516 nm 处测定其吸光度值(表 6)。由表 6 可知, 玫瑰色素溶液经过巴氏、紫外、微波条件下杀菌后的吸光值变化很小, 色素稳定; 但在 120℃下杀菌后, 吸光值明显降低, 说明该色素杀菌可以采用巴氏、紫外、微波的方式, 不适宜采用高温(120℃)杀菌方式。

3 结论

正交试验结果表明 玫瑰色素最佳提取工艺条件为 pH 1, 用 30% 的柠檬酸提取液, 以料液比 1 : 10 在 60℃ 时提取 1 h ; 由极差分析得知, 影响玫瑰色素提取效果的主次因素依次是 pH 值、料液比、柠檬酸提取液浓度、浸提温度、浸提时间。

稳定性试验结果表明, 妙峰山玫瑰为水溶性色素提取方法比较简单, 易于推广; 在酸性条件下, 比较稳定, 适于酸性条件下使用; 耐光性强, 对常用添加剂 Vc、蔗糖、淀粉、苯钾酸钠都有很好的耐受力; 耐热性弱, 对氧化剂耐受性不强; 在巴氏、紫外、微波杀菌方式下稳定性都很好, 不适合高温杀菌。

参考文献

[ 1 ] 赵晓峰, 吴荣书. 玫瑰花综合利用与其开发前景[ J ]. 保鲜与加工, 2004, 4(3): 30-31.  
[ 2 ] 张弘, 郑华. 胭脂虫红色素稳定性研究[ J ]. 食品科学, 2008, 29(11): 59-64.  
[ 3 ] 蒋益花, 樟树叶黑色素提取工艺的研究[ J ]. 食品科学, 2007, 28(5): 106-108.  
[ 4 ] 陈伟, 宣景宏. 玫瑰花色素提取与性能的研究进展[ J ]. 北方园艺, 2006(2): 54-55.

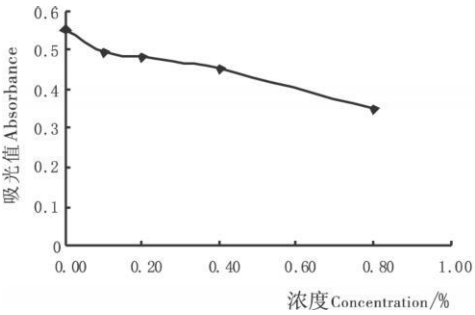


图 4 不同浓度的过氧化氢对色素稳定性的影响

Fig. 4 Effect of different concentration of oxidation on pigment's stability

表 6 不同杀菌方式对色素稳定性的影响

Table 6 Effect of different Sterilization method on pigment's stability

时间 Time / min	对照 Control —	巴氏 Pasteurization 80℃ 15	高温 High temperature(120℃) 5	紫外 UV 30	微波 Microwave 1
A	0.4313	0.4172	0.3786	0.4255	0.4262

Study on Extracting Technology and Stability of Pigment from Rose in Miaofeng Mountain

WANG Li-jun, GAO Tong-yu, LIU Wei-qiang, GU Ci-yang  
(Science and Technology Development Experiment Base of Mentougou, Beijing 102308, China)

**Abstract:** The optimum conditions and stability of pigment from rose in Miaofeng mountain were studied. The results of the experiment showed that the optimum extracting conditions were pH 1.0, 30% Nitric acid solution at 60℃ for 1 hour with the solid-liquid ratio 1 : 10(g/mL). The results also showed that rose pigment kept its stability under the conditions of light and food additives, but it was unstable in the effects of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> or heat, and it wasn't suitable for high-temperature sterilization.

**Key words:** Rose pigment; Orthogonal test; Extraction; Stability