

# 红花继木花红色素提取及稳定性研究

蔡定建<sup>1</sup>, 熊以俊<sup>2</sup>, 吴华龙<sup>1</sup>, 徐娜<sup>1</sup>, 刘慧<sup>1</sup>, 李祖莹<sup>3</sup>

(1. 江西理工大学 材料与化学工程学院, 江西 赣州 341000; 2. 赣州市逸豪优美科实业有限公司, 江西 赣州 341000;

3. 赣州市农科所, 江西 赣州 341000)

**摘要:**以红花继木花为原料, 采用浸提法提取红花色素, 通过单因素实验、正交实验和方差分析研究花红色素的最佳提取条件及稳定性。结果表明: 红花继木花红色素的最佳工艺条件是以 30% 的柠檬酸-水溶液做提取剂, 温度为 70℃, 时间 2 h; 原料与提取剂配比为 1 g : 30 mL。

**关键词:**红花继木; 提取; 花红色素; 稳定性

**中图分类号:** Q 949.751.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2010)20-0030-04

红花继木(*Lorpetalum chindense* var. *rubrum*)别名红桎木、红欏花, 为金缕梅科常绿灌木或小乔木, 嫩枝被暗红色星状毛。红花继木枝繁叶茂, 树态多姿, 木质柔韧, 耐修剪蟠扎, 具有极高的观赏价值, 是制作树桩盆景的好材料。在我国主要分布于长江中下游及以南地区,

如苏州、无锡、宜兴、溧阳、句容等。该树适应性强, 耐旱; 喜温暖, 耐寒冷; 萌芽力和发枝力强, 耐修剪; 耐瘠薄, 但适宜在肥沃、湿润的微酸性土壤中生长。红花继木的叶红色素属花青素类色素<sup>[1]</sup>。花青素自然状态下多以花色苷的形式存在<sup>[2]</sup>。花色苷不仅无毒诱变作用, 而且有治疗特性, 花、根、叶可药用<sup>[3]</sup>。因此, 合理开发利用天然食用色素对保障消费者健康、促进食品工业发展均具有重要意义。现对红花继木的叶红色素提取过程中的最佳提取条件及稳定性进行研究, 以期对红花继木的开发应用及天然食用色素的提取提供科学依据。

**第一作者简介:** 蔡定建(1959-), 男, 江西南昌人, 硕士, 副教授, 现主要从事有机化学理论教学和天然产物的提取与分离和仪器分析与鉴定等科研工作。E-mail: caidingjian@126.com。

收稿日期: 2010-07-22

## Dynamic Relationship Between the Development of Tomato Organ and Environmental Element in the Greenhouse

LAI Lin-ling, CHENG Zhi-hui, TENG Lin, CHEN Xue-jin

(College of Horticulture, Northwest Agricultural and Forestry University, Yangling, Shaanxi 712100)

**Abstract:** Taking unlimited growth type tomato "Jinpeng No. 1" as test material, the dynamic relationship between the development of tomato organs (plant height (H), the number of green leaves (L), the rate of fruit set (F) and fruit volume (V)) and environmental elements were studied using regression analysis, correlation analysis and path analysis. The results showed that  $X_1$  (accumulated photosynthetic radiation of weekly mean value in the morning) had the greatest effect on the changes of H, while  $X_5$  (accumulated effective soil temperature of weekly mean value in the early night) and  $X_2$  (accumulated photosynthetic radiation of weekly mean value in the afternoon) affected H mainly through their acting on  $X_1$ .  $X_5$  had the greatest effect on the changes of L, while  $X_{14}$  (accumulated effective air temperature of weekly mean value in the late night) affected L mainly through their acting on  $X_5$ .  $X_4$  (accumulated effective soil temperature of weekly mean value in the afternoon) had the greatest effect on the changes of F, while  $X_{11}$  (accumulated effective air temperature of weekly mean value in the morning) and  $X_B$  (accumulated effective air temperature of weekly mean value in the early night),  $X_{14}$ ,  $X_6$  (accumulated effective soil temperature of weekly mean value in the late night) and  $X_{12}$  (accumulated effective air temperature of weekly mean value in the afternoon) affected F mainly through their acting on  $X_4$ .  $X_3$  (accumulated effective soil temperature of weekly mean value in the morning) had the greatest effect on the changes of V, while  $X_{12}$ ,  $X_B$ ,  $X_{11}$  and  $X_6$  affected H mainly through their acting on  $X_3$ .

**Key words:** tomato; development of organ; environmental elements; regression analysis; path coefficient analysis

1 材料与方法

1.1 试验材料

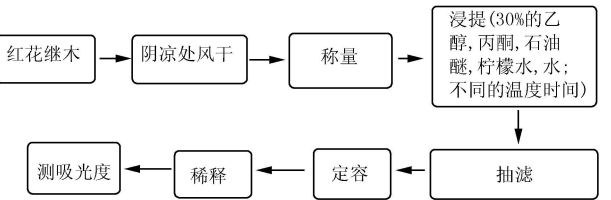
新鲜红花继木, 2009 年 4 月在江西理工大学校园内采摘; 试验药品均为国产分析纯。

1.2 仪器设备

IRIS Intrepid II Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometer IRIS Intrepid II 电感耦合等离子发射光谱仪(美国热电公司); WFT7200 型可见分光光度计(尤尼柯上海仪器有限公司); PHS-3C 数字酸度计(上海精科雷磁仪器厂); YXS 型数显恒温水浴锅(山东省鄞城永兴仪器厂); Nicolet5700 红外光谱仪(美国热电尼动有限公司); 紫光可见分光光度计(美国 PE 公司)。

1.3 试验方法

花红色素提取液提取工艺流程<sup>[4]</sup>如下。



2 结果与分析

2.1 最佳萃取剂的选择

将风干的红花继木进行称量, 按照料液比(花朵质量分数 g/溶剂体积分数 mL)为 1 g : 30 mL, 分别加入 30%的乙醇、丙酮、石油醚、柠檬酸水溶液以及水, 轻轻搅均后, 加盖密封, 置于 50℃恒温条件下浸提 2 h。浸提结束后, 让其自然冷却至室温后, 倒出提取液。提取液用抽滤装置进行分离, 并置室温环境中加盖避光贮藏。吸取相同量的各种提取液, 定容到 100 mL, 在室温下以蒸馏水为空白, 用 1 cm 比色皿在 7200 分光光度计上测定不同溶剂的红花继木花红色素提取液在 440~600 nm 波长下的吸光度。并将各种提取液在室温下放置一段时间, 观察色素的溶解情况和颜色变化。由表 1 可知, 红花继木易溶于乙醇、石油醚、柠檬酸的水溶液中, 放置 2 周后, 红花继木的纯水、丙酮-水、乙醇-水、石油醚-水的提取液都有不同程度颜色变化, 只有柠檬酸-水的提取液颜色没有发生变化, 故一定浓度的柠檬酸-水提取液是红花继木花红色素最佳的提取剂。由图 1 可看出, 红花继木的花红色素最大吸收波长均在 520 nm, 紫外光谱图在 520 nm 附近有强吸收峰。

2.2 最佳萃取条件的选择

采用 L<sub>4</sub> (2<sup>3</sup>) 正交实验设计, 对萃取时间、萃取温度、柠檬酸的浓度 3 个因素在 2 个不同水平上进行优选试验, 结果见表 2。根据表 2 计算结果和各因素与指标相对萃取的关系趋势图及方差分析可知, 红花继木提取液

萃取温度、时间、溶剂浓度的极差分别是 0.349、0.299、0.082。因此, 3 个因素对红花继木相对萃取的影响顺序是溶液浓度> 萃取时间> 溶剂温度。所以, 相对萃取在浓度 30%, 时间 2 h, 温度在 70℃时为萃取效果最好的组合。

表 1 不同波长下红花继木花红色素提取液吸光度

Table 1 Following the different wavelengths of <i>Lorpetalum chindense</i> var. <i>rubrum</i> Lorpetal red pigment extract absorbance					
波长 Wavelength / nm	丙酮-水 Acetone- water	乙醇-水 Ethanol- water	石油醚-水 Light petroleum- water	柠檬酸-水 Citric acid- water	水 Water
440	0.017	0.440	0.037	0.034	0.023
460	0.014	0.037	0.033	0.030	0.021
480	0.014	0.034	0.030	0.031	0.019
500	0.013	0.034	0.033	0.033	0.019
520	0.012	0.034	0.031	0.033	0.018
540	0.011	0.035	0.037	0.029	0.017
560	0.011	0.036	0.038	0.023	0.016
580	0.010	0.031	0.033	0.019	0.016
600	0.010	0.027	0.028	0.018	0.015

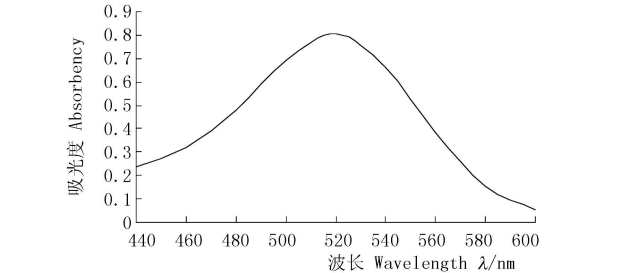


图 1 30%的柠檬酸-水在 70℃时提取 2 h 的  
红花继木花红色素紫外光谱

Fig.1 30% citric acid-water at 70℃ in the red following the extraction of *Lorpetalum chindense* var. *rubrum* 2 h safflower ultra-violet spectrograph of red pigment

表 2 提取红花继木色素正交设计及结果处理直观分析

Table 2 Following the extraction of red pigment of <i>Lorpetalum chindense</i> var. <i>rubrum</i> processing orthogonal design and the results visual analysis of table				
因素 Factor	萃取温度 Extraction temperature/℃	萃取时间 Extraction time/h	乙醇浓度 Ethanol concentration/%	试验结果 Test result
	A	B	C	
试验 1 Test 1	1(50)	1(1)	1(30)	0.158
试验 2 Test 2	1	2(2)	2(60)	0.375
试验 3 Test 3	2(70)	1	2	0.426
试验 4 Test 4	2	2	1	0.806
均值 1 Mean value 1	0.267	0.292	0.482	
均值 2 Mean value 2	0.616	0.591	0.400	
极差 Range	0.349	0.299	0.082	
较好水平 Preferably level	A2	B2	C1	
因素主次顺序 Primary and secondary order	3	2	1	

2.3 红花继木稳定性对比研究

2.3.1 色素的光谱性质 根据图 2 并参照有关文献, 初步推断红花继木叶红色素属花青类色素<sup>[1]</sup>。

表3 方差分析表<sup>§</sup>

Table. 3 Analysis of variance

变异原因 Variance causation	偏差平方和 Divergence quadratic sum	自由度 Degree of freedom	均方 Mean square	F 值 F value	显著性 Significantly
B	0.129	1	0.129	2.693	
C	0.211	1	0.211	4.412	*
A(误差)	0.096	2	0.048		
SSr	0436	4			

注:因素 A 影响小,故作为方差分析的误差处理;  $F_{0.05}(1,2)=18.51$ ,  $F_{0.01}(1,2)=8.53$ ; \* 表示因素影响显著。

Note: The factors A is the analysis of variance of error handling;  $F_{0.05}(1,2)=18.51$ ,  $F_{0.01}(1,2)=8.53$ ; The \* indicates significantly different.

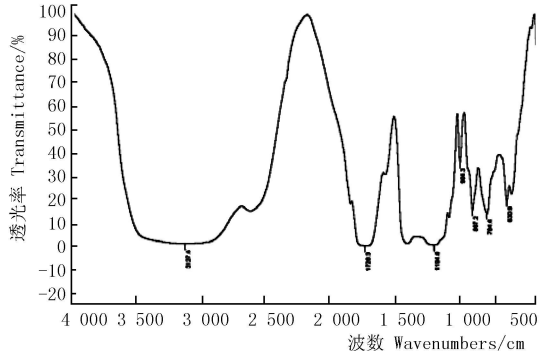


图2 30%柠檬酸水在50℃时提取2 h的红花继木花红色素红外光谱图

Fig. 2 30% citric acid water at 50℃ in the red following the extraction of *Lorpetalum chindense* var. *rubrum* 2 h safflower IR spectra of red pigment

2.3.2 酸碱度对花红色素的影响 取红花继木的提取液,在室温下用稀 HCl 和稀 NaOH 稀释调节酸碱度并用蒸馏水定容,用数字酸度计测定 pH 值。放置 1 h 后,观察溶液颜色变化。同样,不同 pH 值提取液的颜色不同,随着 pH 的增加,颜色有明显的变化,说明色素的结构已经发生变化,但红花继木提取液酸化后颜色可以恢复鲜红色,有可逆性。酸性愈强,表现出越强的增色效应<sup>§</sup>,红色越深。在近中性至碱性,溶液颜色明显发生变化,已不呈红色。

表4 不同 pH 值时红花继木溶液的颜色

Table 4 Different pH value of the color of the solution *Lorpetalum chindense* var. *rubrum*

pH	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
颜色 Color	鲜红	鲜红	鲜红	紫红	紫	透明	浅红	黄	棕黄	棕黄

表5 不同 pH 值不同温度下红花继木色素 A520

Table 5 Different pH values at different temperatures following the *Lorpetalum chindense* var. *rubrum* red pigment A520

pH	温度 Temperature/℃						
	30	40	50	60	70	80	90
1	0.056	0.048	0.059	0.060	0.067	0.040	0.056
2	0.066	0.055	0.085	0.071	0.102	0.081	0.066
3	0.047	0.042	0.048	0.062	0.063	0.050	0.047
4	0.028	0.027	0.013	0.017	0.029	0.014	0.028
5	0.029	0.021	0.014	0.011	0.23	0.012	0.029

2.3.3 红花继木花红色素热稳定性 取不同 pH 值的红花继木提取液多份,稀释定容,分别在不同的温度下恒温加热 1 h。溶液颜色均无变化,可见吸收峰仍在 520 nm。冷至室温后测定各吸光度,从表 5 看出,红花继木花红色素在  $pH \leq 3$  的酸性环境中较稳定,且随着温度的升高,有一定的耐热性。在  $pH > 3$ ,耐热性降低。不同温度色素的耐热性不同。这可能是花青素类色素的母体结构受热生成无色的查尔酮式结构的缘故<sup>§</sup>。

2.3.4 花红色素光稳定性 在室温下,将 pH 7 的红花继木色素提取液置于室内窗口的光亮处,放置不同时间,其吸光度略有波动,颜色基本没有变化。由表 6 可知,光对红花继木色素提取液的影响不是很大。

表6 光对红花继木色素的影响

Table 6 The light *Lorpetalum chindense* var. *rubrum* of the red pigment

时间 Time/min	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60
A520	0.036	0.038	0.033	0.036	0.038	0.035	0.034	0.034	0.035	0.030	0.022

2.3.5 防腐剂对花红色素的影响 取 3 mL pH 7 的红花继木提取液多份,加入食品中常用的不同浓度的防腐剂各 8 mL,在 520 nm 下测其吸光度,得表 7。由表 7 可知,防腐剂对提取液色素的稳定性有一定的影响。

表7 防腐剂对红花继木色素的稳定性的影响

Table 7 Antiseptic to *Lorpetalum chindense* var. *rubrum* pigment stable influence

时间 Time/h	浓度/%			
	0.025	0.05	0.075	0.1
0	0.050	0.060	0.058	0.067
1	0.040	0.041	0.038	0.045
2	0.043	0.038	0.039	0.047

2.3.6 氧化剂和还原剂对花红色素的影响 取 3 mL pH 7 的红花继木提取液多份,分别用 2、4、6、8、10 mL 的 3%  $H_2O_2$ , 2、4、6、8、10 mL 的 3%  $Na_2SO_3$  溶液,用蒸馏水稀释定容到 100 mL,室温下放置 30 min 后,在 520 nm 下测其吸光度。由表 8、9 可知,红花继木色素提取液抗氧化能力较好,抗还原能力较差。

表8  $H_2O_2$  对红花继木色素提取液的影响

Table 8  $H_2O_2$  to the *Lorpetalum chindense* var. *rubrum* influence which extracts to the pigment

编号 Number	1	2	3	4	5	6
$H_2O_2$ /mL	0	2	4	6	8	10
吸光度 Absorbency/A520	0.014	0.024	0.043	0.023	0.053	0.038
颜色 Color	红色	红色	红色	浅红色	浅红色	浅红色

表9  $Na_2SO_3$  对红花继木色素提取液的影响

Table 9  $Na_2SO_3$  to the *Lorpetalum chindense* var. *rubrum* the influence which extracts to the pigment

编号 Number	1	2	3	4	5	6
$Na_2SO_3$ /mL	0	2	4	6	8	10
吸光度						
Absorbency/A520	0.014	0.030	0.041	0.028	0.023	0.032
颜色 Color	红色	红色	浅黄色	浅黄色	浅黄色	浅黄色

2.3.7 金属离子对花红色素的影响 取红花继木色素提取液多份,加入浓度为 0.1 mol/L 的  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Na}^{+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  各 0、2、4、6、8、10 mL,用蒸馏水稀释定容,放

表 10 金属离子对红花继木色素的影响

Table 10 Metal ion pair <i>Loprpetalum chindense</i> var. <i>rubrum</i> pigment influence						
离子 Ion	加入量 Quantity/mL					
	0	2	4	6	8	10
$\text{Cu}^{2+}$	0.046	0.043	0.065	0.041	0.051	0.056
$\text{Ca}^{2+}$	0.046	0.050	0.073	0.064	0.057	0.062
$\text{Na}^{+}$	0.046	0.036	0.041	0.038	0.035	0.025
$\text{Mg}^{2+}$	0.046	0.044	0.040	0.034	0.026	0.018
$\text{Al}^{3+}$	0.046	0.063	0.073	0.062	0.071	0.069
$\text{Fe}^{3+}$	0.046	0.038	0.036	0.033	0.035	0.044

表 11 色素的 ICP 检测

Table 11		Pigment ICP examination							
样品编号	分析编号	元素名称及分析结果 Name of hte element and analytical result/ ng · kg <sup>-1</sup>							
Number of sample	Analytical number	Cu	Fe	Pb	Hg	Cr	Sn	Ni	Co
红花继木 China loropetal	N09014-1	0.1395	3.165	0.0792	2.867	0.9335	<0.05	0.0787	<0.05

3 结论

通过单因素实验、正交实验和方差分析研究,得出红花继木花红色素的最佳工艺条件为以 30% 的柠檬酸-水溶液做提取剂 料液比 1 g : 30 mL,温度为 70 ℃,时间 2 h;提高了产品的收率,降低了生产周期,工艺简单。以 30% 的柠檬酸-水为浸取剂,从红花继木花中提取天然红色素,同一般浸取剂方法比较,色素重复性好,稳定性高,无污染,具有收率高,生产周期短,有效成分不被破坏等优点,应用前景十分广阔。该试验缺少一个小白鼠毒性试验,但有关文献报道红色素经小白鼠毒性实验,小白鼠无异常和死亡现象,说明毒性低<sup>[10]</sup>,可食用。应用安全无毒的天然食用色素代替合成色素是大势所趋,通过对红花继木花红色素各种性质分析试验,红花继木花含有丰富的天然红色素,是一种无毒的优质天然红色素资源。

参考文献

[ 1 ] 蒋益花, 蒋新龙. 红花继木叶红色素的提取及性质研究[ J ]. 中国调

置 1 h 后,测定在 520 nm 下的吸光度。  
对红花继木加入  $\text{Na}^{+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  后溶液颜色不变,为深红色。加入  $\text{Cu}^{2+}$  对继木颜色变化:桃红-桃红-浅黄-棕色-淡紫;加入  $\text{Cu}^{2+}$  对红花继木的提取液有一定的增色效应<sup>[8]</sup>。随着  $\text{Al}^{3+}$  量的增加,红花继木提取液颜色变化由深红色变为棕黄色,加入 A 量增加,对提取液影响很大。加入  $\text{Fe}^{3+}$ ,提取液颜色变化为深黄色,可见色素的结构已经被破坏。  
2.3.8 色素的 ICP 检测(Pigment ICP Examination)  
检测结果得知,色素含 Fe 量最高,其次是 Hg、Cr、Cu。低于中华人民共和国国家《GB2762-2005 食品中污染物限量》标准。

味品, 2005(11): 38-42.  
[ 2 ] 吴萍 李奕仁. 桑椹花青素的研究进展及其应用前景[ J ]. 中国蚕业, 2005(2): 4-6  
[ 3 ] Annamaryjn D.Sama antioxidant ability of anthocyanins against ascorbic acid oxidation[ J ]. Phytochemistry, 1997, 45: 671- 674.  
[ 4 ] 蔡定建, 何英, 杨建红. 紫背天葵紫红色素的提取及稳定性的研究[ J ]. 食品科技, 2005(2): 48-51.  
[ 5 ] 蒋新龙. 山芹 菜叶黄酮的提取工艺研究[ J ]. 中国酿造, 2007(11): 37- 40.  
[ 6 ] 简定运. 食用色素的识别与在用[ M ]. 北京: 中国食品出版社, 1987: 7-19.  
[ 7 ] 赵士豪, 马同锁 张宏兵 等. R362 菌株产黑色素提取及稳定性研究[ J ]. 食品科技, 2005(4): 51-53.  
[ 8 ] 陈乃富, 张莉. 红花继木红色素的提取及稳定性的研究[ J ]. 中国林副特产, 2004(3): 38- 41.  
[ 9 ] 王辉. 木棉花红色素的提取及性质研究[ J ]. 林产化学与工业, 2001, 21(2): 57-61.  
[ 10 ] 天津轻工业学院食品工业教学研究室. 食品添加剂[ M ]. 2 版. 北京: 轻工业出版社 1985: 410.

Study of Red Flower Pigment Extraction and its Stability of *Loprpetalum chindense* var. *rubrum*

CAI Ding-jian<sup>1</sup>, XIONG Yi-jun<sup>2</sup>, WU Hua-long<sup>1</sup>, XU Na<sup>1</sup>, LIU Hui<sup>1</sup>, LI Zu-ying<sup>3</sup>

(1. Department of Material and Chemistry, Jiangxi University of Science and Technology, Ganzhou, Jiangxi 341000; 2. Ganzhou Yihao Umicore Industries Limited Company, Ganzhou, Jiangxi 341000; 3. Ganzhou Institute of Agricultural Science Ganzhou, Jiangxi 341000)

**Abstract:** Taking *Loprpetalum chindense* var. *rubrum* as the raw materials, use the digestion method to extraction the red flower pigment, through single-factor experiment, orthogonal experiment and analysis of variance to research the best extraction conditions of red flower pigment and its stability. The results showed that the red flower pigment of the best extraction conditions were 30% of the citric acid-aqueous solution extraction agent to do a temperature of 70 ℃, time 2 h; ratio of raw materials and extraction agent for 1 g : 30 L.

**Key words:** *Loprpetalum chindense* var. *rubrum*; premium dye; stability; contrast; physics and chemistry property