

桑葚红色素提取工艺及其对光热稳定性的研究

姜少娟

(攀枝花学院 生物与化学工程学院,四川 攀枝花 617000)

摘要:以攀枝花市售桑葚为试材,采用单因素试验和正交实验优化了其红色素的提取工艺条件,并进行了光热稳定性探讨。结果表明:桑葚红色素提取最佳工艺条件为提取溶剂 95%乙醇:0.5%HCl 体积比 8:2,料液比 1:20,在 40℃时提取 2.0 h;温度变化和光照时间的长短对桑葚红色素的影响较大,在应用及储存时应低温保存,避免日光照射,防止氧化分解。

关键词:桑葚;红色素;提取工艺;正交实验;稳定性

中图分类号:TS 255.36 文献标识码:B 文章编号:1001-0009(2013)16-0166-03

桑葚(*Fructus mori*)属桑科(Moracea)桑属多年生木本植物桑树的果实,俗称桑果、桑枣等,为多肉浆果,是一种聚合果,不但滋味甜美,而且还具有调节免疫、促进造血细胞生长、抗诱变、降血糖、降脂、抗衰老、护肝等作用^[1-2]。桑葚红色素是桑葚果实的主要活性成分之一,也因其色价高、稳定性好、含有花色苷化合物、胡萝卜素等多种维生素、糖类等对人体有益的成分等优点,被列入我国国家标准食品添加剂使用卫生标准(GB2760-1996)中,是中国正式批准使用的 48 种天然色素之一^[3]。因此,为进一步研究开发桑葚红色素,在前人研究工作^[3-4-10]的基础上,该试验采用单因素试验和正交实验对桑葚红色素的提取以及稳定性进行了研究,以期为天然色素的开发和利用提供一定的理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

新鲜桑葚购于攀枝花市九附六菜市场。挑选无病虫害,完全成熟、干净的果实待用。95%乙醇、0.5%盐酸、0.1 mol/L 氢氧化钠等,所用试剂均为分析纯。722 型可见光分光光度计(上海菁华科技仪器有限公司);PHS-3C 型酸度计(上海理达仪器厂生产);CJ100 型果浆机(上海星路机械设备有限公司生产);202 型电热恒温干燥箱(北京中兴伟业仪器有限公司);DZKW-S-6 电热恒温水浴锅(北京永光明医疗仪器厂生产);FA2104S 电子分析天平(上海恒丰科学仪器有限公司)等。

1.2 试验方法

1.2.1 色素提取方法 新鲜桑葚用流水冲洗、沥干后、

去梗打匀成浆,称取 5.0 g 的桑葚浆,加一定量的提取试剂,在一定条件下浸提一段时间后,重复提取 3 次滤液合并。用移液管吸取 1 mL 的滤液定容至 50 mL 的容量瓶中,然后准确移取 1 mL 溶液于 10 mL 试管中,用相应溶剂定容至刻度,并以相应溶剂作为空白,在 512 nm 波长下测定其吸光值,3 次重复。

1.2.2 单因素试验 提取溶剂的选择:准确称取桑葚浆 5.0 g,将 95%乙醇与 0.5% HCl 按照体积比 10:0、8:2、5:5、2:8、0:10 的比例混合加入到提取容器中,在 50℃时提取 1 h,滤液提取 3 次后混合,采用 1.2.1 的方法进行色素吸光值的测定,确定其最佳提取溶剂。料液比的选择:准确称取桑葚浆 5.0 g,提取溶剂按 95%乙醇与 0.5% HCl 体积比按 8:2 配制,设料液比为 1:5、1:10、1:15、1:20 的比例,在 50℃时提取 1 h,滤液提取 3 次后混合,用 1.2.1 的方法进行色素吸光值的测定,确定其最佳料液比。提取温度的选择:准确称取桑葚浆 5.0 g,提取溶剂按照 95%乙醇与 0.5% HCl 体积比按 8:2 配制,料液比 1:15 进行混合,分别在 40、50、60、70℃条件下提取 1 h,滤液提取 3 次后混合,用 1.2.1 的方法进行色素吸光值的测定,确定其提取温度。提取时间的选择:准确称取桑葚浆 5.0 g,提取溶剂体积比 95%乙醇与 0.5% HCl 为 8:2,按料液比 1:15 混合,在 50℃条件下,分别浸提 1.0、1.5、2.0、2.5 h,滤液提取 3 次后混合,用 1.2.1 的方法进行色素吸光值的测定,确定最佳提取时间。

1.2.3 正交实验 根据单因素试验,分别选用提取溶剂(A)、料液比(B)、提取温度(C)、提取时间(D)进行 L₉(3⁴)正交试验,以色素的吸光值为考察指标,按 1.2.1 中的方法进行测定(表 1)。

1.2.4 稳定性试验 光照对色素稳定性的影响:根据正交实验获得的最佳提取条件进行桑葚红色素的提取,过

作者简介:姜少娟(1979-),女,陕西西安人,硕士,讲师,现主要从事天然产物化学研究等工作。E-mail:remonica@163.com.

收稿日期:2013-04-08

滤提取1次后,将色素溶液放在日光下,每隔一定时间测定其吸光度,分析光照对色素稳定性的影响。温度对色素稳定性的影响:将色素母液平均分成4份,分别置于室温和40、60、80、100℃的热水浴中,加热相同的时间,测其吸光度,分析温度对色素稳定性的影响。

表1 正交实验因素与水平

水平	95%乙醇:0.5% HCl (体积比)(A)	因素		
		料液比 (B)	浸提温度 (C)/℃	浸提时间 (D)/h
1	10:0	1:10	40	1.5
2	8:2	1:15	50	2.0
3	5:5	1:20	60	2.5

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果及分析

2.1.1 提取溶剂的选择 由图1可知,在95%乙醇与0.5%HCl的混合溶剂中,随着0.5%HCl添加量的增加,色素提取率随之增加,当95%乙醇与0.5%HCl的体积比为8:2时,色素提取率最高。继续添加0.5%HCl,则提取率降低。可能是由于少量酸存在时,色素比较稳定,有利于提取。综合考虑,提取试剂的混合比例设为8:2左右为佳。

2.1.2 料液比的选择 由图2可知,随着料液比的增大,桑葚红色素的提取量呈递增趋势;当料液比达1:15时,色素提取量达最大值;继续增加料液比,则增加的趋势不明显。说明在料液比达1:15时,溶质已经基本全部溶出。为了减少杂质的溶出及节约成本,取固液比为1:15左右为宜。

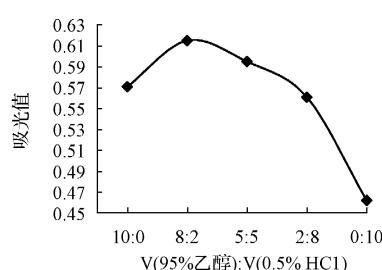


图1 不同体积比混合溶剂对色素提取效果的影响

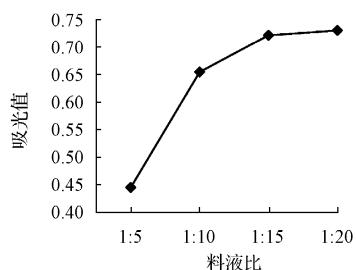


图2 料液比对色素提取效果的影响

2.1.3 提取温度的选择 由图3可知,随着提取温度的升高,色素提取量逐渐增大;当温度为50℃时,色素提取量达最大值;高于50℃时,色素提取量逐渐减少。说明温度过高,可能会导致色素结构的破坏,使色素提取量降低。所以,设提取温度50℃左右为宜。

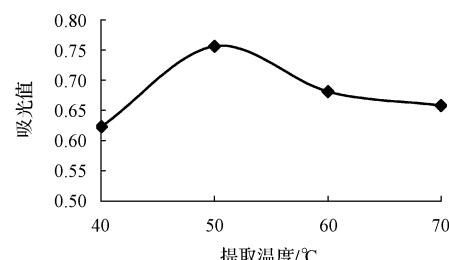


图3 提取温度对色素提取效果的影响

2.1.4 提取时间的选择 由图4可知,随着提取时间的延长,色素提取量逐渐增加,在2.0 h时色素提取量达最大值;超过2.0 h后,色素提取量有所下降。说明随色素提取的时间越长,有效成分已完全溶出,继续延长时间杂质的溶解也相应增加,最终导致色素提取量降低。所以,提取时间以2.0 h左右为佳。

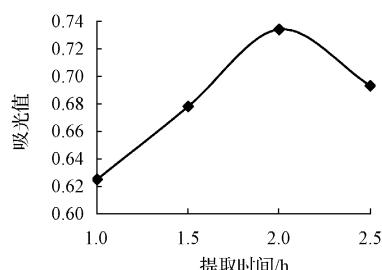


图4 提取时间对色素提取效果的影响

2.2 正交实验结果

由表2可知,桑葚红色素最佳提取工艺应为A₂B₁C₁D₃,但在做试验时存在4个考察因素之间的相互影响,所以综合表现为表2中桑葚红色素提取工艺为A₂B₃C₁D₂时色素的提取量最大,按照提取工艺A₂B₃C₁D₂的条件做验证试验,吸光值为0.813,说明A₂B₃C₁D₂确为桑葚红色素的最佳提取工艺条件,即取95%乙醇与0.5%HCl体积比为8:2,料液比为1:20,在40℃时提取2.0 h;除此之外,由表2中还可看出,各提取因素对色素提取量的影响能力大小依次为:提取时间>提取溶剂混合比例>提取温度>料液比。

2.3 稳定性试验

2.3.1 光照对色素稳定性的影响 由表3可知,随光照时间的延长,色素母液的吸光值逐渐减少。说明桑葚红色素对光照稳定性较差,日光照射会破坏色素的结构。所以,色素应避光保存。

表 2 正交实验及结果分析

序号	因素				吸光值
	95%乙醇:0.5%HCl (体积比)(A)	料液比 (W/V)(B)	提取温度 (C)/°C	提取时间 (D)/h	
1	1	1	1	1	0.589
2	1	2	2	2	0.632
3	1	3	3	3	0.704
4	2	1	2	3	0.787
5	2	2	3	1	0.678
6	2	3	1	2	0.815
7	3	1	3	2	0.798
8	3	2	1	3	0.784
9	3	3	2	1	0.627
k_1	0.642	0.725	0.729	0.631	
k_2	0.760	0.698	0.682	0.748	
k_3	0.736	0.715	0.727	0.758	
R	0.118	0.027	0.047	0.127	

表 3 光对色素吸光值的影响

光照时间	0 h	5 h	10 h	15 h	20 h	1 d	3 d	6 d
吸光值 A	0.566	0.531	0.513	0.484	0.447	0.419	0.354	0.291

2.3.2 温度对色素稳定性的影响 从表 4 可知,随着温度的提高,色素吸光值逐渐减少。温度低于 60℃ 时,色素的吸光值的变化相对较小;高于 60℃ 时,吸光值变化较大。说明该色素溶液在低温下相对比较稳定,所以适于低温保存。

表 4 温度对色素吸光值的影响

温度/°C	室温	40	60	80	100
吸光值 A	0.566	0.564	0.559	0.525	0.492

3 结论

通过研究,桑葚红色素的最佳提取工艺是 95%乙醇与 0.5%HCl 体积比为 8:2 作为提取溶剂,料液比 1:20,在 40℃ 时提取 2.0 h;影响桑葚红色素提取效果的因素依次为:提取时间>95%乙醇与 0.5%HCl 的提取溶剂混合比>提取温度>料液比。通过色素稳定性研究可知,温度的变化和光照时间的长短对桑葚红色素的影响较大,所以,桑葚红色素在应用及储存时应低温保存,避免日光照射,防止氧化分解。

参考文献

- [1] 王莹.功能型桑葚清汁饮料的研制[J].北方园艺,2008(10):187-188.
- [2] 李颖,李庆典.桑葚多糖抗氧化作用的研究[J].中国酿造,2010(4):59-61.
- [3] 岳春,田进军,马长新,等.桑葚色素的提取及在猕猴桃酒中的应用[J].中国酿造,2012,31(5):167-171.
- [4] 陈小全,周鲁,左之利,等.超声波作用下桑葚红色素的提取及其稳定性实验[J].西南民族大学学报(自然科学版),2004,30(4):458-459.
- [5] 彭永芳,马银海,李维莉,等.AB-8 型树脂吸附和分离桑葚红色素的新工艺[J].昆明师范高等专科学校学报,2001,23(4):59-61.
- [6] 丁杰.AB-8 型大孔树脂对桑葚红色素的分离纯化研究[J].安徽农学通报,2009(15):216-218.
- [7] 胡金奎,戴军,张九勋,等.树脂法分离纯化桑葚花色苷[J].食品与发酵工业,2012,38(8):190-196.
- [8] 朱庆珍,夏红,丁俊鹏.桑葚色素稳定性研究[J].食品科技,2010,35(5):274-276.
- [9] 赵玉华,张庆梅,张新生.乙醇提取桑葚色素的研究[J].保鲜与加工,2009(6):46-49.
- [10] 夏红,许建生.不同酸溶液中桑葚色素对加工处理的稳定性研究[J].食品与生物技术学报,2010,29(6):809-812.

Study on Extraction Technology and Light and Heating Stability of Red Pigment from Mulberry

JIANG Shao-juan

(Department of Biology and Chemistry Engineering, Panzhihua University, Panzhihua, Sichuan 617000)

Abstract: Taking market mulberry in Panzhihua as material, the extraction technology of red pigment from mulberry was optimized with single factor experiment and orthogonal experiment. The light and heating stability of red pigment were also discussed. The results indicated that optimum extraction conditions were determined as follows: the mixture solution of volume ratio was 95% ethanol and 0.5% HCl for 8:2 as extracting solvent, material to liquid ratio 1:20 (mass : volume), temperature 40°C, time 2.0 h. The change of temperature and illumination time had a significant impact on red pigment from mulberry. Therefore, it should be stored in low temperature during application and storage, and avoid sun exposure, to prevent oxidation and decomposition.

Key words: mulberry fruit; red pigment; extraction technology; orthogonal experiment; stability