

红苋菜中花色苷色素的提取工艺研究

吕玉珍, 董大鹏, 韦林洪

(扬州环境资源职业技术学院, 江苏 扬州 225127)

摘要:以红苋菜为材料,在最佳单因素水平上,通过 $L_9(3^4)$ 正交实验,确定红苋菜中花色苷色素的最佳提取工艺条件。结果表明:提取剂为 pH 2 的 80%(v/v) 酸化乙醇,提取温度 60°C ,提取时间 90 min,料液比 1:20(g/mL) 为最佳提取工艺条件。

关键词:红苋菜;花色苷;提取工艺;天然色素

中图分类号:S 636.4 文献标识码:A 文章编号:1001-0009(2010)22-0042-03

随着人们生活水平的提高和医学的发展,“回归自然”的消费理念已成为一种时尚,因而从动植物、微生物中开发安全、无毒副作用且具有疗效和保健功能的天然食用色素备受人们的关注^[1]。天然食用色素安全、无毒,色泽鲜明,既较好地保持了天然物质的本色,又具有特殊的芳香气味,添加到食物中会给人以愉快的感觉,更能吸引消费者,需求量日益增大^[2]。花色苷类色素来自于天然植物,安全性高,具有消除眼睛疲劳、保护视力、抗氧化、抗衰老、抗溃疡、抗炎和抗癌等生理和药用功能。

红苋菜的叶和茎都呈紫红色,色泽艳丽诱人,具有易种、易采、产量大,花色苷色素含量高等优点,且适应性强,分布范围广,在我国大部分地区都可栽培。若将其合理开发利用,必将成为一种有价值的天然色素资源。现对红苋菜中花色苷的提取工艺进行研究,以期为天然食用色素的利用及红苋菜的开发提供技术基础。

1 材料与方法

1.1 试验材料

新鲜的红苋菜(市售)。

1.2 试剂与仪器

无水乙醇、浓盐酸、乙酸乙酯、甲醇、氢氧化钠等,均为试剂纯。DHG-9140A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海一恒科技有限公司),HH-6 型电热恒温水浴锅(江苏金坛市荣华仪器制造有限公司),751 型紫外可见分光光度计(上海尤尼柯仪器有限公司),RE52CS 旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂),PHS-25 型酸度计(上海理达仪器厂)。

1.3 试验方法

1.3.1 苋菜的预处理 选择新鲜、无虫蛀、无霉斑变质、

成熟度较高的红苋菜,自然晾晒除去一部分水分,然后放于烘箱中 40°C 条件下烘 4 h,取出后用粉碎机粉碎,置于干燥器中备用。

1.3.2 花色苷的提取方法 红苋菜花色苷提取液的制备^[3]:红苋菜粉末→加入提取液→超声波辅助提取→花色苷提取液→过滤→离心→浓缩→成品。称取 3 份 1.0 g 红苋菜粉末,按 1:40(g/mL)的料液比加入提取剂,用超声波清洗器辅助提取。超声波辅助提取条件定为:频率 40 kHz,功率 500 W,工作状态 100%。在 40°C 提取 20 min。倒出色素液,冷却至室温,离心 10 min(转速为 4 000 r/min),以提取剂为参比,在最佳吸收波长下测定吸光度(A)。花色苷初提得率测定:称取处理好的红苋菜粉末 5.00 g 在最佳工艺条件下浸提,将提取液移入蒸馏烧瓶中,在 40°C 0.097 MPa 真空条件下旋转蒸发,直至无液体流出,然后将色素进行真空干燥,得膏状物质,称重,计算得率。

1.3.3 最大吸收波长的确定 按 1.3.2 的方法提取花色苷,加入用盐酸调节 pH 值为 2 的蒸馏水 400 mL,用超声波清洗器在 40°C 提取 20 min;减压过滤,用 pH 2 缓冲溶液为空白样在 500~540 nm 波长下测定提取液吸光度,确定其最大吸收峰。

1.3.4 提取液的选择 准确称取 1 g 红苋菜粉末 7 份,分别置于 250 mL 平底烧瓶中,加入①60%乙醇;②60%乙醇+1%盐酸;③60%甲醇+1%盐酸;④60%甲醇;⑤蒸馏水;⑥1%盐酸;⑦60%乙酸乙酯,料液比 1:10,在 60°C 条件下加热回流提取 1 h,离心过滤,滤液定容至 50 mL,吸取 0.1 mL,用缓冲液稀释 40 倍,测定溶液的吸光度,以确定最佳的提取剂。

1.3.5 提取条件的确定 红苋菜花色苷的提取效果主要受温度、时间、提取剂浓度、料液比、提取剂 pH 的影响。试验采用单因素试验和正交实验进行工艺条件的优化。提取单因素试验:提取温度分别是 40、50、60、70、 80°C ;提取时间分别是 30、60、90、120、150 min;提取剂酸

第一作者简介:吕玉珍(1969),女,本科,副教授,现从事食品加工方面的教学与科研工作。E-mail:lyz_hlj@126.com

收稿日期:2010-08-19

性乙醇浓度分别是 20%、40%、60%、80%、100%；料液比 (g/mL) 1 : 5、1 : 10、1 : 15、1 : 20、1 : 25、1 : 30、1 : 35、1 : 40；提取剂 pH 分别是 3.0、2.5、2.0、1.5、1.0、0.5；以花色苷提取液吸光值为考察指标，研究各因素对红苋菜花色苷提取率的影响，选取最佳提取条件。正交实验：根据单因素试验的结果，对影响红苋菜花色苷提取效果的主要因素（提取液浓度、物料比和提取温度、时间）进行 $L_9(3^4)$ 正交实验，3 次重复，确定最佳的提取条件组合。因素水平安排见表 1。

表 1 正交实验因素水平表

因素代号	A	B	C	D
水平	提取温度 /℃	时间 /min	料液比 /g · mL ⁻¹	乙醇浓度 /v/v %
1	60	90	1 : 15	60
2	70	120	1 : 20	70
3	80	150	1 : 25	80

2 结果与分析

2.1 光谱特征^[3]

用紫外可见分光光度计扫描吸收光谱的结果如图 1 所示。由图 1 可看出，红苋菜色素溶液在可见光区有 1 个吸收峰，最大吸收波长为 518 nm。

2.2 提取剂对提取效果的影响

不同提取剂对提取效果的影响如表 2 所示。根据朗伯—比尔定律：一定温度下，物质在某一波长下的光吸收值与其浓度是正比。由表 2 和图 2 可知，浸提液的吸光度大小次序是酸化甲醇> 酸化乙醇> 甲醇> 乙醇> 盐酸> 乙酸乙酯> 蒸馏水，可选用酸性乙醇、酸性甲醇进行提取，二者花色苷吸光度差异不显著。考虑到甲醇挥发性强，又有一定的毒性，不宜用作天然色素的提

取剂，所以用酸化乙醇对红苋菜花色苷进行提取。试验均在 518 nm 条件下进行。

表 2 不同提取剂对浸提效果的影响

代号	提取溶剂	吸光度(A)	颜色
①	60%乙醇	0.339	深红色
②	60%乙醇+0.1%盐酸	0.397	紫红色
③	60%甲醇+0.1%盐酸	0.399	紫红色
④	60%甲醇	0.347	红色
⑤	蒸馏水	0.192	浅黄
⑥	水+盐酸	0.229	浅红
⑦	乙酸乙酯	0.221	浅红

2.3 单因素试验结果

2.3.1 乙醇浓度 (v/v) 对提取率的影响^[9] 在料液比为 1 g : 20 mL、提取温度 40℃、提取时间 60 min、pH 2 条件下，考察乙醇浓度对花色苷提取的影响，结果如图 2 所示。由图 2 可知，随着乙醇浓度的增加，吸光度增加，乙醇浓度为 60% 时吸光度最大，浓度为 80% 时吸光度略有下降，但和 60% 乙醇相比差异不明显；浓度为 100% 时吸光度下降，约同乙醇浓度为 20% 的吸光度相同，明显低于 60% 的吸光度。

2.3.2 料液比对提取率的影响 在 60% 乙醇、提取温度 40℃、提取时间 90 min、pH 2 条件下，考察料液比 (w/v) 对花色苷提取的影响，结果如图 3 所示。由图 3 可知，随着料液比的增大，花色苷吸光度增大。这是因为增加溶质用量有利于花色苷由原料向浸提液扩散，增加花色苷的浸出率，但溶质用量过大会造成原料的浪费。1 : 20、1 : 30 和 1 : 40 料液比的吸光度与 1 : 5、1 : 10 料液比差异显著。但 1 : 20、1 : 30、1 : 40 料液比的吸光度之间差异不显著，因此确定最适宜的料液比为 1 : 20。

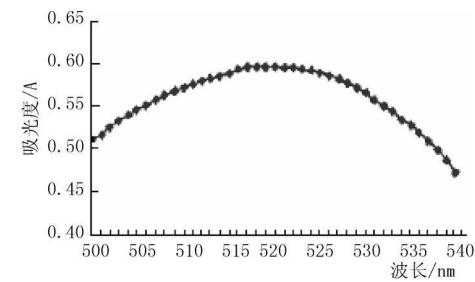


图 1 最大吸收峰的扫描

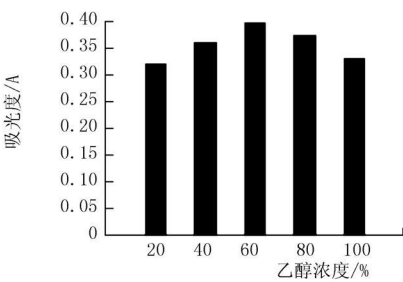


图 2 乙醇浓度对提取率的影响

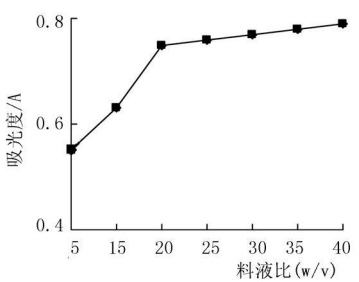


图 3 料液比对提取率的影响

2.3.3 提取温度对提取率的影响 由图 4 可知，温度对提取效果影响显著。在 40~60℃ 范围内吸光度明显增加，60~70℃ 增加速度变慢，70℃ 之后随温度升高花色苷的热稳定性随之下降。综合考虑，浸提温度选择 70℃ 较为合适。

2.3.4 浸提时间对浸提率的影响 由图 5 可知，随浸提时间的延长，吸光度变大，色素浸出率增加，当超过 1.5 h

时，吸光度只是略有增加。因此，考虑到成本，选择 1.5 h 为浸提时间较为适合。

2.3.5 提取液 pH 对提取率的影响 由图 6 可知，不同 pH 的提取剂对提取效果影响较大，在 pH<2 时，随 pH 的增加提取率明显增加，在达到 2.0 时有明显的吸收峰，pH>2 之后，提取率随着 pH 增加明显下降。因此，考虑到提取效率，pH 选择在 2.0 最为合适。

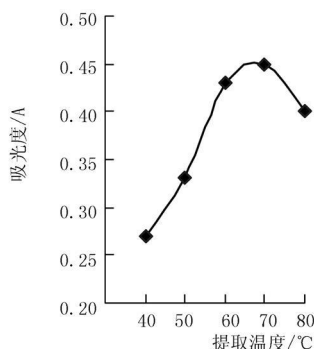


图4 提取温度对提取率的影响

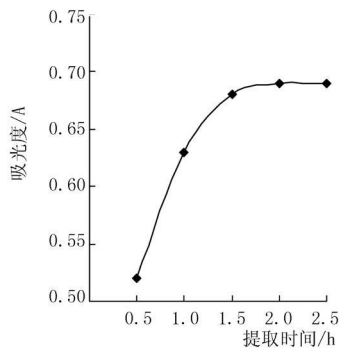


图5 时间对提取率的影响

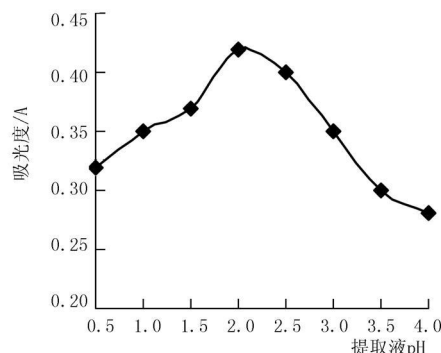


图6 提取剂pH对提取率的影响

2.4 花色苷提取的正交实验

根据单因素实验结果,在 pH 2 条件下对影响红苋菜花色苷提取效果的主要因素(提取液浓度、液料比和浸取温度、浸取时间)进行 $L_9(3^4)$ 试验,结果见表 3。根据表 3 给定的具体条件进行正交实验,所得色素液稀释到相同体积后,在 518 nm 处测定吸光度。由极差分析得知, $C > D > A > B$ 。正交实验结果表明,最佳工艺条件

表 3 红苋菜花色苷的正交实验结果

代号	因素				吸光度
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	0.823±0.154
2	1	2	2	2	0.585±0.113
3	1	3	3	3	0.530±0.118
4	2	1	2	3	0.424±0.204
5	2	2	3	1	0.913±0.175
6	2	3	1	2	0.677±0.173
7	3	1	3	2	0.689±0.062
8	3	2	1	3	0.325±0.053
9	3	3	2	1	0.947±0.106
K_1	5.160	5.126	5.037	4.792	
K_2	4.998	4.998	6.441	5.029	
K_3	5.079	5.123	3.759	5.416	
κ_1	1.720	1.708	2.147	1.597	
κ_2	1.666	1.666	1.679	1.676	
κ_3	1.693	1.709	1.253	1.805	
R	0.054	0.044	0.894	0.208	

注:1表示平均值±标准差($n=3$)。

为 $A_1B_1C_2D_3$,即 pH 2 的 80%酸化乙醇,1:20(g:mL)的料液比,在 60℃下浸提 90 min。

3 结论

花色苷作为一种天然色素,具有较好的着色力,在食品、保健品等方面都得到较广泛应用,具有很好的市场前景。红苋菜花色苷在缓冲液中的可见光区最大吸收峰是 518 nm,花色苷最佳提取条件以提取剂为体积百分比为 80%的 pH 2.0 盐酸乙醇溶液,料液比为 1:20(g:mL)、提取温度为 60℃,提取时间 90 min。

参考文献

- [1] 夏洁如,向晨茜,王洪伟,等.食用天然色素功能应用及发展趋势[J].中国酿造,2008,22(3):1-4.
- [2] 吕帮玉,杨新河,毛清黎.我国天然食用色素的开发现状与前景[J].江西农业学报,2007(10):108-110.
- [3] 卢其能,杨清.马铃薯花色苷研究进展[J].北方园艺,2007(9):54-57.
- [4] 王朝臣.葡萄花色苷提取技术的研究[J].农业机械与装备,2009,12(7):8-10.
- [5] 王萍,苗雨,王颖.黑加仑果渣花色苷溶剂提取的研究[J].食品与发酵工艺,2007,33(8):163-166.
- [6] 石光,张春枝,陈莉.蓝莓果实中花色苷提取工艺的研究[J].食品研究与开发,2008,29(4):7-9.
- [7] 刘传菊,戚向阳,任献.杨梅花色苷的提取分离研究[J].中国食品学报,2009,9(1):57-60.

Research on Extractive Technology of Anthocyanin Pigment from *Amaranthus paniculatus*

LV Yu-zhen, DONG Da-peng, WEI Lin-hong

(Yangzhou Vocational College of Environment and Resource, Yangzhou, Jiangsu 225127)

Abstract: Taking *Amaranthus paniculatus* as material, on the best single-factor level, through $L_9(3^4)$ orthogonal experiment, then identified the optimum extraction condition of extract anthocyanin pigment from *Amaranthus paniculatus*. The results showed that the extraction agent for the pH 2 of 80%(v/v) acidified ethanol, temperature of 60℃ and 90 min extraction time, feed liquid ratio as 1:20(g:mL) was optimum extraction conditions

Key words: *Amaranthus paniculatus*; anthocyanin; extraction technology; natural pigment