

用树脂法提取水红木果色素的研究

马银海¹, 彭永芳¹, 王飞²

(1. 昆明师专天然产物研究所, 云南 昆明 650031; 2. 昆明师专化学系, 云南 昆明 650031)

摘要: 运用树脂吸附法提取水红木果色素。试验表明: HPD-100 树脂对该色素的吸附效果较好, 用 80% 乙醇洗脱, 洗脱效果最佳, 所得产品色素质量好, 而且 HPD-100 树脂使用 20 次后吸附性能依然稳定。

关键词: 水红木果; 色素; 树脂; 提取

Red Pigment Extracting Technology of *Viburnum cylindricum* Buch

MA Yin-hai¹, PENG Yong-fang¹, WANG Fei²

(1. Natural Products Research Institute, Kunming College, Kunming 650031, China
2. Department of Chemistry, Kunming College, Kunming 650031, China)

Abstract: This article studied the extracting technology of the red pigment of *Viburnum cylindricum* Buch with HPD-100 resin. In the course of desorbing the absorbed red pigment with 80% ethanol, HPD-100 resin was selected for the experiment. After using of 20 times, the absorption factor is still very stable.

Key words: *Viburnum cylindricum* Buch pigment; resin; extracting

中图分类号: TQ325.2

文献标识码 A

文章编号: 1002-6630(2006)03-0093-03

上世纪 90 年代, 当美国的权威机构禁止使用一些合成色素时, 人们便趋向于使用天然色素。最近合成色素苏丹红一号被全世界禁止使用在食品上, 天然色素被用于食品、日用化妆品、医药制品、饲料等行业呈上升趋势。现在, 我国食用天然色素科研、新产品开发、产业化发展迅速, 我国已经成为食用天然色素的品种和产量大国, 对天然色素的需求每年稳定上升 5%~8%。我国地域辽阔, 地形和气候多样, 植物、微生物、动物品种资源十分丰富, 生产各种食用天然色素的资源雄厚。水红木(*Viburnum cylindricum* Buch. - H-am. ex D. Don) 为忍冬科荚迷属, 常绿灌木《全国中草

药汇编》一书把它列为药用植物, 全草可以入药, 其果实深红发黑, 色素含量非常丰富。目前, 水红木果色素研究未见报道, 本文研究了 D101-A、D101-C、AB-8、X-5、HPD-100、HPD-300 树脂对水红木果色素的吸附。试验结果表明: 7 种树脂对水红木果色素吸附性能均较好, 本文探讨了 HPD-100 树脂提取和分离水红木果色素的方法和条件。

1 材料与方法

1.1 材料和仪器

水红木果采自云南丽江地区。722 型分光光度计 四

收稿日期: 2005-05-13

作者简介: 马银海(1964-), 男, 副教授, 从事天然产物研究与开发。

0.85mg/ml, 红茶的浓度为 5.00mg/ml 时, 抗氧化性为 93.32%; 乌龙茶的 IC₅₀ 为 0.35mg/ml 乌龙茶的浓度为 5.00mg/ml 时, 抗氧化性为 96.56%。即绿茶的抗氧化性能最强, 乌龙茶次之, 红茶的抗氧化性能最弱。

参考文献:

[1] 白堃元. 茶叶加工[M]. 北京: 化学工业出版社, 2001. 1-3, 74-

75.

- [2] 方元超, 赵晋府. 茶饮料生产技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2001. (7): 35-42.
- [3] 于新蕊, 曲军, 丛月珠. 茶叶的化学成分及药理作用研究进展[J]. 中草药, 1995, 26(4): 219-221.
- [4] Song Zhenghua, Zhang Ni. Flow-injection chemiluminescence determination of reserpine in medicine and biological fluids with controlled-reagent-release technology[J]. Chinese Journal of Chemistry, 2003, 21: 175-180.

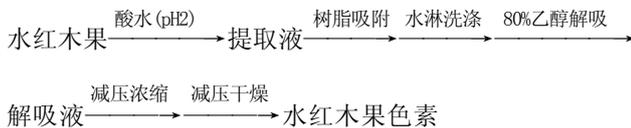
川仪表九厂; 分析天平 上海天平仪器厂; 旋转蒸发器 RE-52 上海安亭电子仪器厂; 紫外-可见分光光度计 北京瑞利分析仪器公司; 2K-82A型真空箱 上海实验仪器九厂; D101-A、D103 树脂 天津市友昌工贸有限公司; AB-8、X-5 树脂, NKA-9 南开大学化工厂; HPD-100、HPD-300 河北沧州宝恩化工有限公司。

1.2 树脂对水红木果色素的吸附比较

分别称取 1.000g 已活化的 AB-8、X-5、NKA-9、D101-A、D103、HPD-100、HPD-300 湿树脂于 100ml 锥形瓶中并加入 20ml 浓度一定的水红木果色素溶液在室温下静止吸附 24h, 然后在 722 型分光光度计上于 510nm 处测定上层清液的吸光度, 比较各吸光度及吸附率大小。

1.3 HPD-100 树脂提取水红木果红色素的方法

经过实验, 我们得出最佳提取方法如下:



2 结果与讨论

2.1 水红木果红色素最大波长的确定

取由树脂法提取的水红木果色素 0.2500g 于 200ml 的容量瓶中, 加蒸馏水溶解并调节 pH 值制成色素溶液放置 24h 后, 用 UV-1100 紫外-分光光度计在 400~650nm 波长范围内扫描测得吸收光谱图 1。

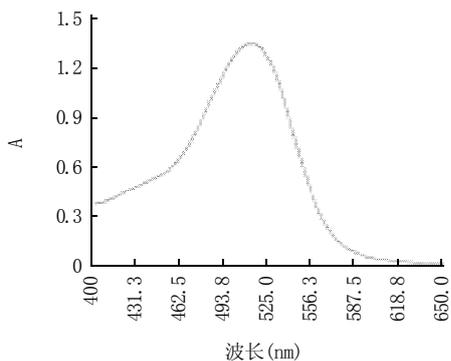


图1 水红木果色素的吸收光谱图

Fig.1 Absorption spectrum of the red pigment of *Viburnum cylindricum* Buch

由图 1 可知, 水红木果色素的最大吸收峰为 510nm。

2.2 不同树脂对水红木果色素的吸附

分别称取已活化的不同的湿树脂 3.000g 置于 100ml 锥形瓶中, 加入 40ml 一定浓度的水红木果色素溶液, 于室温静止吸附 24h, 在 510nm 处测定吸附前吸光度 A_0 和

吸附后吸光度 A, 计算各树脂对色素溶液的吸附率, 见表 1。由表 1 可以看到, NKA-9 吸附率只有 49.00%, HPD-100, AB-8, D-103, HPD-8 四种树脂对水红木果色素的吸附效果均较好, 本文选用 HPD-100 树脂进行实验。

$$\text{吸附率}(\%) = \frac{(\text{吸附前}A_0 \times \text{吸附液体积}) - (\text{吸附后}A \times \text{吸附液体积})}{\text{吸附前}A_0 \times \text{吸附液体积}} \times 100\%$$

表 1 不同树脂对水红木果色素的吸附

Table 1 Absorbing of the *Viburnum cylindricum* Buch. red pigment with the different resins

树脂名称	树脂量(g)	吸附前 A_0	吸附后 A	吸附率(%)
X-5	3.00	0.627	0.052	91.70
AB-8	3.00	0.627	0.042	93.30
D-103	3.00	0.627	0.039	93.80
D-101A	3.00	0.627	0.043	93.10
NKA-9	3.00	0.627	0.321	49.00
HPD-100	3.00	0.627	0.036	94.30
HPD-800	3.00	0.627	0.041	93.50

2.3 HPD-100 树脂对水红木果色素的静态吸附

树脂的吸附与解析达到平衡需要一定时间, 在一定的树脂下加入一定浓度的色素溶液, 定时测定其吸光度变化绘出其静态吸附曲线。具体操作如下: 准确称取已活化的湿 HPD-100 树脂 1.000g, 加入 20ml 吸光度为 $A_0=0.776$ 的水红木果色素溶液, 然后定时测出上层清液的吸光度变化, 得到水红木果色素的静态吸附曲线图 2。由图 2 可见, HPD-100 树脂对水红木果色素的吸附率经 150min 后其吸光度基本不变, 这表明吸附-解析随时间已趋于平衡计算其静态吸附率达 96.90%。

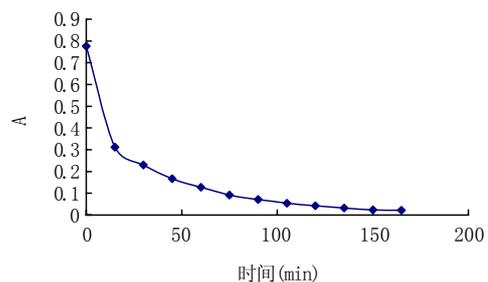


图2 HPD-100 树脂静态吸附曲线

Fig.2 Absorption curve of HPD-100 resin

2.4 水红木果色素在 HPD-100 树脂上的解吸

分别用不同浓度的无水乙醇溶液对吸附了色素的 HPD-100 树脂在常温下进行静态洗脱 3h, 测定洗脱液在 510nm 处的吸光度。结果见表 2, 比较表明从 70%~90% 乙醇对水红木果色素的解吸效果都好。

分别取甲醇, 丙酮, 乙酸乙酯, 80% 乙醇, 对

表 4 树脂的重复使用性能

Table 4 The absorption factor of the HPD-100 resin

次数	1	3	6	8	10	12	14	16	18	20
流出液 A	0.008	0.009	0.005	0.003	0.005	0.002	0.007	0.008	0.003	0.006
吸附率(%)	99.00	99.10	99.50	99.70	99.50	99.80	99.30	99.20	99.70	99.4

表 2 不同浓度的乙醇对水红木果色素的解吸率

Table 2 Desorbing of the *Viburnum cylindricum* Buch. red pigment with the different concentration ethanol

乙醇浓度 (%)	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
吸光度	0.051	0.116	0.175	0.244	0.293	0.257	0.335	0.340	0.329	0.292

吸附了色素的树脂在常温下进行静态洗脱, 在 510nm 处测定洗脱液的吸光度, 结果见表 3, 丙酮和 80% 乙醇溶液对水红木果色素解吸效果较好, 考虑洗脱剂的价格及色素的食用性等因素, 我们选用 80% 乙醇溶液作为解吸液。

表 3 不同溶剂对水红木果色素的解吸

Table 3 Desorbing of the *Viburnum cylindricum* Buch. red pigment with the different solutions

时间 (min)	洗脱剂			
	甲醇	丙酮	80% 乙醇	乙酸乙酯
30	0.079	0.315	0.178	0.027
45	0.079	0.238	0.186	0.034
60	0.077	0.194	0.185	0.035

2.5 树脂的重复使用性能

称取 2.00g 活化的 HPD-100 树脂上柱, 用 80% 乙醇及蒸馏水洗净, 取配制好的色素溶液测定吸光度为 $A_0=1.000$, 然后取色素溶液 20ml 进行动态吸附, 控制流速为 2ml/min, 测其流出液吸光度, 结果见表 4。

从表 4 可以看出, HPD-100 树脂循环使用 20 次后, 流出液的吸光度值变化较小, 说明树脂的重复使用性能较好, 经 20 次使用后对色素的吸附率仍可高达 99% 以上, HPD-100 树脂对水红木果色素的吸附较好。综上所述, 利用树脂法提取水红木果红色素, 用 HPD-100 树脂吸附色素吸附率高, 解吸剂易的, 解吸容易。

参考文献:

- [1] 张春晓. 花卉栽培及药用[M]. 四川科学技术出版社, 1996. 111.
- [2] 唐春红, 幸宏伟. 红色非洲菊色素的提取及稳定性研究[J]. 食品科技, 2003, 23(8): 59-62.
- [3] 蔺定运. 实用色素的识别与运用[M]. 中国食品出版社, 1987. 105.

