

迎春花黄色素的提取及性质研究

唐 琳, 付荣恕, 张志威, 牟玉柱
(山东师范大学生命科学院食品科学系, 山东 济南 250014)

摘 要: 研究迎春花黄色素的提取工艺条件和基本性质。结果表明, 丙酮提取效果最好, 较优提取工艺条件是: 1g 干花粉加入 40ml pH6 的丙酮溶液, 60℃ 1.0h。该色素对弱酸、弱碱、还原剂、金属离子等较稳定, 耐热性较强, 但对氧化剂和强光照射不稳定。

关键词: 迎春花; 色素; 提取; 稳定性

Extraction and Properties Research on the Pigment from *Jasmine nudiflorum* L

TANG Lin, FU Rong-shu, ZHANG Zhi-wei, MU Yu-zhu
(Department of Food Science, College of Life Science, Shandong Normal University, Jinan 250014, China)

Abstract: This paper studied the extraction method, basic properties and stability of the yellow pigment obtained from *Jasmine nudiflorum* L. The effects of pH value, metal ions, oxidants, temperature and light on the stability of the yellow pigment were studied. The optimum technology of extraction is that the sample: solvent (1:40), selecting acetone (pH=6.0), heated at 60℃ for 1.0h.

Key words: *Jasmine nudiflorum* L; pigment; extraction; stability

中图分类号: TS202.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)08-0188-04

迎春花(*Jasmine nudiflorum* Lindl), 别名金腰带, 是木犀科素馨属植物, 株高达 1~5m, 广泛分布于我国的北部及中部地区, 多生长于山坡涧边, 在各公园及庭院普遍栽培。每年 2~3 月开花, 花期 2~4 个月, 一般不结果^[1]。迎春花的花、叶为民间常用草药, 含丁香甙、迎春花苷和迎春花苦味质, 有清热解毒之功效^[2]。由于迎春花的花期长, 花量大, 花色呈鲜黄色, 是一种较理想的天然黄色素资源。为了更好地对这一

天然色素资源进行开发和利用, 本实验在研究迎春花黄色素最佳提取条件的基础上, 对其理化性质进行了较为详细的研究, 尝试为开发迎春花黄色素提供一定的科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料及试剂

迎春花: 采摘于山东师范大学校园内, 去除枝、

收稿日期: 2005-06-20

作者简介: 唐琳(1961-), 女, 副教授, 主要从事天然产物的研究与开发。

- [14] Sato M, Hosokawa T, Yamaguchi T, et al. Angiotensin I-converting enzyme inhibitory peptides derived from wakame [*Undaria pinnatifida*] and their antihypertensive effect in spontaneously hypertensive rats[J]. *J Agric Food Chem*, 2002, 50: 6245.
- [15] Saito Y, Wanezaki K, Kawato A, et al. Structure and activity of angiotensin I converting enzyme inhibitory peptides from sake and sake lees[J]. *Biosci Biotechnol Biochem*, 1994, 58: 1767.
- [16] Hsu F L, Lin Y H, Lee M H, et al. Both dioscorin, the tuber

- storage protein of yam (*Dioscorea alata* cv. Tainong No. 1), and its peptidic hydrolysates exhibited angiotensin converting enzyme inhibitory activities[J]. *J Agric Food Chem*, 2002, 50: 6109.
- [17] Li C H, Matsui T, Matsumoto K, et al. Latent production of angiotensin I-converting enzyme inhibitors from buckwheat protein[J]. *J Pept Sci*, 2002, (8): 267.
- [18] Cushman D W, Cheung H S. Spectrophotometric assay and properties of the angiotensin converting enzyme of rabbit lung[J]. *Pharmacol*, 1971, 20: 1637.

叶、苞片,置30℃干燥,粉碎,密封于玻璃瓶中,室温保存。大孔吸附树脂:AB-8(天津正天澄清技术有限公司)。试剂:无水乙醇、异丙醇、甲苯、丙酮、氯仿、石油醚、过氧化氢、亚硫酸钠、氯化钙、氯化钠、氯化钾、氯化铝、氯化镁、V C、氢氧化钠、盐酸均为国产分析纯。

1.2 主要仪器

UV1700 紫外可见分光光度计;N-1000 真空旋转蒸发仪;SZF-06 脂肪测定仪;ZK-82BB 型电热真空干燥箱;pHS-3 型精密pH计。

1.3 方法

1.3.1 迎春花黄色素提取剂的选择

准确称取等量样品7份,分别放入具塞三角瓶中,按极性大小依次加入蒸馏水、无水乙醇、异丙醇、丙酮、氯仿、甲苯、石油醚各30ml,室温下浸提3h,期间每30min振摇一次,浸提液过滤,吸取1ml,定容至25ml,目测浸提效果,并在380~700nm可见光波长范围内,分别测定不同提取剂的最大吸收波长处的吸光度值。

1.3.2 色素的提取与精制

迎春花黄色素提取工艺流程

迎春花→有机溶剂提取→提取液→离心除杂→
↓ 回收溶剂
残渣

色素粗提液→吸附柱层析→洗脱液→减压浓缩→精制黄色素

1.3.3 迎春花黄色素的光谱特性研究

将精制色素分别用95%乙醇溶液和甲醇溶液配成一定浓度的色素溶液,用紫外-可见分光光度计在200~700nm波长范围内进行扫描。

1.3.4 迎春花黄色素稳定性的研究

取一定浓度的色素溶液作为色素实验液,分别置于不同实验条件下测定在可见光区内最大吸收波长、最大吸光度值所发生的变化,同时目测颜色变化,来讨论色素溶液的稳定性。

2 结果与讨论

2.1 提取剂的选择

如表1,结果表明迎春花黄色素不溶于极性较强的水中,溶于无水乙醇、异丙醇、丙酮、甲苯和石油醚,在氯仿中溶解性不好。在氯仿、甲苯和石油醚的浸提液中出现明显的黄褐色和橘黄色,在无水乙醇、异丙醇和丙酮中呈鲜艳的黄色,尤其是丙酮浸提液色泽深而亮丽。提取剂分子极性的不同,最大吸收波长和吸光度值亦不同,丙酮提取液的吸光度值最大。色素的溶

表1 不同溶剂的提取效果

Table 1 Effect of extraction in different solvents

	蒸馏水	无水乙醇	异丙醇	丙酮	氯仿	甲苯	石油醚
溶解性	—	++	++	++	+	++	++
颜色	淡黄	黄	黄	深黄	深黄褐	黄褐	橘黄
最大吸收波 (nm)	—	467	497	489	638	656	482
吸光度值A	—	0.181	0.164	0.280	0.0980	0.0870	0.121

解度和吸光度值直接与提取效果有关,因此选择丙酮为提取溶剂,以吸光度A值的大小判断提取效果是可行的。

2.2 较佳提取条件的选择

表2 正交试验因素水平表

Table 2 The level of every factor

水平	浸提温度 (℃) A	浸提时间 (h) B	浸提液 pH C	液料比 (g/ml) D
1	60	0.5	4.0	1:30
2	62	1.0	5.0	1:40
3	64	1.5	6.0	1:50

选用丙酮作提取剂,以浸提温度、浸提时间、浸提液的pH值和料液比例为四个因素(表2),以 λ_{max} 处的吸光度值为考察指标,采用 $L_9(3^4)$ 进行正交试验。由级差分析可知,在试验所选水平内,影响迎春花黄色素提取率的主要因素为料液比例和浸提时间,其次是浸提温度,提取液的pH值影响最小。较佳的提取条件是 $D_2B_2A_1C_3$ 。即样品(g)与提取剂(ml)比例为1:40;浸提时间为1.0h,浸提温度为60℃;浸提液pH值6.0。

2.3 迎春花黄色素的精制

将活化的AB-8树脂装柱($\Phi 3\text{cm} \times 25\text{cm}$),倒入色素粗提液进行色素吸附,流动水淋洗柱子后,用95%乙醇洗脱,收集洗脱液并于40℃减压浓缩,得精制黄色素。

2.4 迎春花黄色素的光谱特性

如图1、图2所示。从图1可以看出,色素乙醇溶液在紫外光区209nm处有一强吸收峰,在可见光区

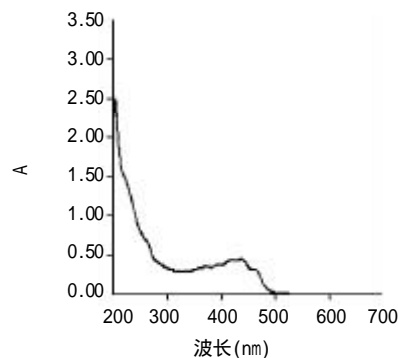


图1 色素95%乙醇溶液紫外-可见光光谱图

Fig.1 UV-Vis spectra of pigment in 95% alcohol

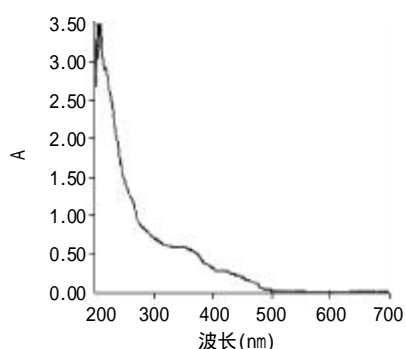


图2 色素甲醇溶液紫外-可见光谱图
Fig.2 UV-Vis spectra of pigment in methanol

内最大吸收峰在415nm处。由图2看出,色素甲醇溶液在紫外光区有3个吸收峰,分别位于227、271和355nm。在黄酮类化合物甲醇溶液的紫外光谱图上有2个特征吸收区域^[3],由A环苯酰系统引起的吸收带II(220~280nm)和β一环内桂酰系统引起的吸收带(300~400nm),迎春花黄色素甲醇溶液的紫外光谱图显示有黄酮类化合物的特征吸收,结合黄色素不溶于水,能溶于甲醇、乙醇、丙酮、石油醚并在碱性介质中较稳定等特性,初步确定迎春花黄色素为黄酮类色素。

2.5 pH值对色素稳定性的影响

将一定浓度的色素溶液分成10份,每份10ml,于室温下用0.1mol/L HCl和0.1mol/L NaOH调pH2、3、4、5、6、7、8、9、10、11,从400~600nm进行扫描,观察 λ_{\max} 和 A_{\max} (最大吸光度)的变化(见表3)。由表3可知,该色素在pH值2.0~9.0之间 λ_{\max} 没有变化,pH值大于9.0时 λ_{\max} 产生红移,说明碱浓度的增大对色素的 λ_{\max} 有影响。 A_{\max} 在pH值2.0~4.0之间随pH值增大而小,在pH值4.0~7.0之间变化不大,pH值7.0以上则又逐渐增大。目测结果pH2为黄绿色,其余均为黄色,且pH7.0以上黄色渐深。说明该色素在弱酸弱碱中稳定性较好。

表3 不同pH值下色素的 λ_{\max} 和 A_{\max}
Table 3 λ_{\max} and A_{\max} of pigment with different pH

pH	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0	11.0
λ_{\max} (nm)	415	415	415	415	415	415	415	415	450	460
A_{\max}	3.31	3.14	2.98	2.97	2.99	3.01	3.14	3.16	3.23	3.33

2.6 温度对色素稳定性的影响

将一定浓度的色素溶液分别于40、50、60、70、80℃条件下恒温加热处理2h。从400~600nm进行扫描,观察 λ_{\max} 和 A_{\max} 的变化(见图3)。结果表明,在40~80℃范围内迎春花黄色素的 λ_{\max} 均为415nm,并且 A_{\max} 波动也不大。目测色素溶液的色泽变化不明显。说明加热对色素影响不大。

2.7 光照对色素稳定性的影响

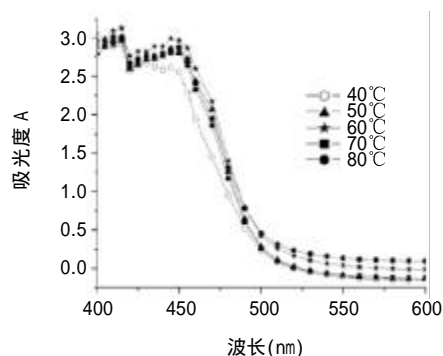


图3 温度对色素稳定性的影响
Fig.3 Effect of temperature on stability of pigment

将一定浓度的色素溶液分为三组,分别置于室内自然光、强阳光下照射和存放于绿色塑料瓶中于强阳光下照射,定时测定吸光度值。测定结果见表4。由表4可以看出迎春花黄色素在弱光下具有较好的稳定性,对光照则比较敏感,隔绿色塑料瓶照射时分解速度变慢,说明不同波长的光对该色素稳定性的影响有明显不同。

表4 光照对色素稳定性的影响
Table 4 Effect of light on stability of pigment

光照 条件	不同光照时间(h)的吸光度A的变化(λ=415nm)						
	0	2	4	8	16	32	72
室内	3.22	3.11	3.09	3.05	3.04	3.01	2.98
阳光下	3.22	2.99	2.47	1.20	0.63	0.21	—
绿塑料瓶中	3.22	3.22	2.74	1.74	1.12	0.87	0.31

2.8 部分金属离子对色素稳定性的影响

取6份一定浓度的色素溶液,每份9.0ml,分别加入1.0mol/L的NaCl、KCl、MgCl₂、CaCl₂、AlCl₃等溶液1.0ml,1份加入1.0ml蒸馏水作对照。摇匀,静置1.0h,然后观察其颜色变化,扫描范围400~600nm,观察 λ_{\max} 和 A_{\max} ,测定结果如表5所示。可以看出金属离子对迎春花黄色素的影响不大,只有铝离子使溶液变成草绿色。

表5 不同金属离子对色素稳定性的影响
Table 5 Effect of different metallic ion on stability of pigment

离子	对照	Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Al ³⁺
λ_{\max} (nm)	415	415	415	415	415	415
A_{\max}	3.10	3.21	3.31	3.32	3.07	3.18

2.9 氧化剂和还原剂对色素稳定性的影响

移取一定浓度的色素溶液9.5、10、10ml,分别加入0.05ml H₂O₂溶液,使H₂O₂浓度0.5%;加入0.041g Na₂SO₃固体,使其含量为0.5%;加入0.082g VC固体,使其含量为1.0%。用9.5ml色素溶液加入0.5ml蒸馏水作对照。室温放置4h,从400~600nm进行扫描,观察 λ_{\max} 和 A_{\max} 的变化。结果如图4所示。还原剂(Na₂SO₃、VC)对色素的 λ_{\max} 没有影响,加入Na₂SO₃的色素溶液其

从海红果皮渣中提取果胶的工艺研究

刘步明, 曹艳萍

(榆林学院化学系, 陕西 榆林 719000)

摘 要: 探讨了以海红果皮渣为原料用酒精沉淀法提取果胶的工艺条件, 结果表明: 萃取液的 pH=2.0、萃取温度为 $85 \pm 1^\circ\text{C}$, 萃取时间为 100min、用 95% 乙醇做沉淀剂时, 可使果胶产率达 40~45g/kg。

关键词: 海红果皮渣; 果胶; 提取; 酒精沉淀法

Study on the Technique of Pectin Extraction from Skin Residue of Circassian Fruit

LIU Bu-ming, CAO Yan-ping

(Department of Chemistry, Yulin College, Yulin 719000, China)

Abstract: The experiment is designed to study the technical condition of pectin extraction from skin residue of circassian fruit in the method of alcohol precipitation. The result shows the extraction yield could be up to 40~45g/kg, with extract of pH=2 and 95% ethanol as precipitant at $85 \pm 1^\circ\text{C}$ when being extracted in 100 minutes.

Key words: skin residue of circassian fruit; pectin; extraction; method of alcohol precipitation

中图分类号: TS201.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)08-0191-03

收稿日期: 2005-06-18

作者简介: 刘步明 (1958-), 男, 副教授, 主要从事分析化学研究。

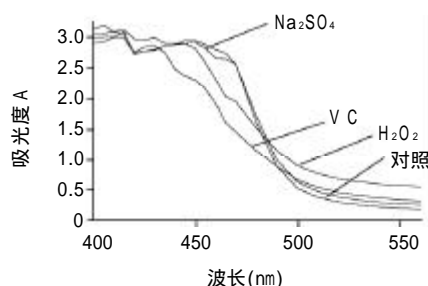


图4 氧化还原剂对色素稳定性的影响

Fig.4 Effect of anti-oxidation and anti-deoxidize of pigment

A_{\max} 值略有下降, 目测色泽无差异。氧化剂 (H_2O_2) 使色素 λ_{\max} 蓝移, 色素溶液浑浊。表明氧化剂对色素稳定性影响大。

3 结 论

3.1 本实验对迎春花黄色素采用丙酮做提取剂, 较佳提取工艺条件是: 样品(g)与提取剂(ml)比例 1:40; 浸提

时间 1.0h, 浸提温度 60°C ; 浸提液 pH6.0。

3.2 迎春花黄色素溶液的最大吸收波长是 415nm。

3.3 迎春花黄色素在弱酸、弱碱环境中稳定性较 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、VC、和 Na_2SO_3 对色素影响不大, 但 Al^{3+} 、 H_2O_2 影响较大。该色素对光较敏感, 而耐热性较强。因此在综合开发利用迎春花黄色素产品时应注意采取避光措施, 避免与氧化剂、 Al^{3+} 一起使用。

参考文献:

- [1] 樊守金. 山东花卉志[M]. 山东科技出版社, 2000. 218.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海: 人民出版社, 1975. 1156-1157.
- [3] 高锦明. 植物化学[M]. 北京: 科学出版社, 2003. 176-178.
- [4] 丘业先, 王桃云, 等. 野菊花黄色素提取工艺研究[J]. 食品与发酵工业, 2002, (3): 31-34.
- [5] 蒲含林, 周晖, 等. 洋葱表皮色素的提取及性质研究[J]. 食品科学, 2002, (5): 43-45.