

冰淇淋和汽水中辣椒红色素的检测

高 蓝 李浩明 褚雪松 刘玉申 隋 晓

青岛大学天然色素研究所 266071

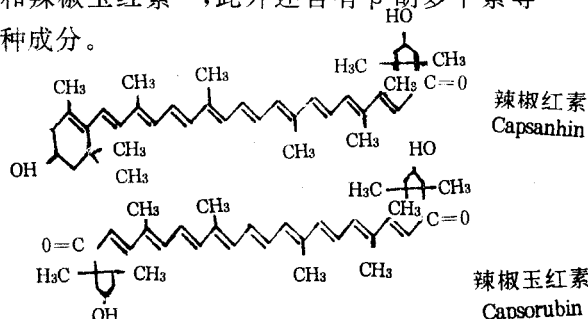
摘 要 用溶剂从着色冰淇淋和汽水中抽出色素,与青岛和曲周生产的辣椒红色素对比色素的溶解性、显色反应、可见光谱和薄层层析图谱,结果表明这套检测方法切实有效。

关键词 辣椒红色素

Abstract The Paprika pigment is extracted from coloring ice cream and aerate water, it's solubility, color-reaction, visible spectrum and the chromatogram of thin-layer chromatography is determined and compared with the properties of Paprika pigment made at Qingdao and Quzhou, the results indicates a effective method is set up to identify Paprika pigment in ice cream and aerate water.

Key words Paprika pigment

辣椒红色素是红辣椒中所含的色素成分,用溶剂萃取法可从红辣椒干中提取出深红色的油状液体辣椒红素,它的主要成分是辣椒红色素和辣椒玉红素^[1],此外还含有 β -胡萝卜素等多种成分。



辣椒红色素色泽鲜艳,可调出由红到橙等不同色调,广泛用于水产品、肉类、糕点、色拉、罐头、饮料等各类食品的着色,也可用于化妆品和药品的着色,应用前景十分广阔,是提倡使用的天然色素之一。

该色素常用溶解性、显色反应和可见光谱测定方法进行鉴别^[1],而从食品中提取出的辣椒红色素的 λ_{\max} 因一些原因会发生变化,所以在这里增加薄层层析法分析辣椒红色素中的成分以确保鉴别的准确性。并用可见光谱测定方法对冰淇淋和汽水中的色素含量进行了半定量测定。

1 材 料

1.1 辣椒红色素

色素来源和色价如表 1 所示。

表 1 色素产地和色价

色素编号	色素产地	色价
1 号	青岛天然色素厂	150
2 号	河北曲周天然色素厂	103, 乳化后是 35

1.2 辣椒红色素染色样品

冰淇淋由青岛糖果冷食厂提供,含 1 号色素 0.2533%;汽水由邯郸罐头厂提供,含 2 号乳化色素 100×10^{-6} 。

1.3 试 剂

正己烷、乙酸乙酯、氯仿、二氯甲烷、乙醚、石油醚、醋酸和 6 号溶剂油等。

1.4 仪 器

721 分光光度计,恒温水浴振荡器,层析缸,青岛海洋化工厂生产的高效硅胶 G 板,规格 5×10 cm,厚度 0.1 mm。

2 试验内容和结果

2.1 样品中色素的提取

2.1.1 冰淇淋样品

称取 5.0 g 冰淇淋于三角瓶中,加 50 ml 6 号抽提油(沸程 60~90℃的溶剂汽油),在 50℃ 水浴中振荡 4 h,混合液转移到分液漏斗中,静置分层,下层水相转移到三角瓶中,用同样方法再提取 1 次,合并两次得到的上层色素油相,在分液漏斗中加蒸馏水洗涤,放出下层含杂质的水层,上层色素溶液转移到圆底烧瓶中,在 40℃ 水浴中减压浓缩至粘稠油状液,用丙酮洗涤转移到容量瓶中定容至 10 ml。根据需要多次重复提取。

2.1.2 汽水样品

称 40.0 g 汽水于三角瓶中,加 70 ml 石油醚:乙醚(1:1)混合液,萃取步骤如 2.1.1,定容至 10 ml 色素的丙酮溶液。多次重复提取。

2.2 色素溶解性试验

用 2.1.1 和 2.1.2 中减压浓缩的色素和 1 号及 2 号色素做色素在水、甘油、乙醇、丙酮中的溶解性实验,结果如表 2:

表 2 色素溶解性对比试验

色素	溶 剂			
	水	甘油	乙醇	丙酮
1 号色素	不溶	不溶	部分溶解	易溶
冰淇淋中色素	不溶	不溶	部分溶解	易溶
2 号色素	不溶	不溶	部分溶解	易溶
汽水中色素	不溶	不溶	部分溶解	易溶

2.3 显色反应试验

用 2.1.1 和 2.1.2 中减压浓缩的色素和 1 号及 2 号色素做显色反应,试验结果如表 3:

表 3 色素显色反应试验

	1 滴色素+2 滴氯仿+1 滴浓硫酸		
1 号色素	深	蓝	色
冰淇淋中色素	深	蓝	色
2 号色素	深	蓝	色
汽水中色素	深	蓝	色

2.4 可见光谱测定

在 721 分光光度计上测定 1 号色素和冰淇淋中提取的色素;2 号色素及汽水提取的色素

的丙酮溶液在 370 nm~700 nm 之间的吸收值,表明最大光吸收的波长在 400 nm~500 nm 之间。下面是 370 nm~540 nm 波长区域的光吸收曲线:

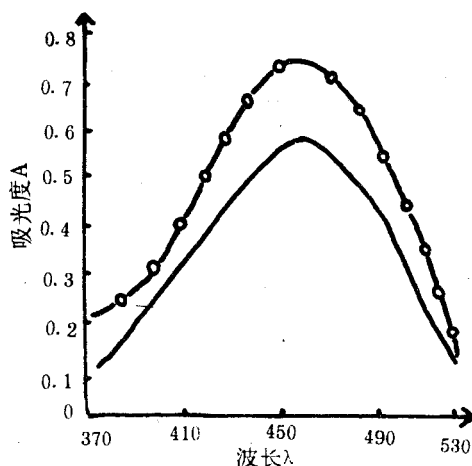


图 1 1 号色素和冰淇淋中提取色素的光吸收曲线

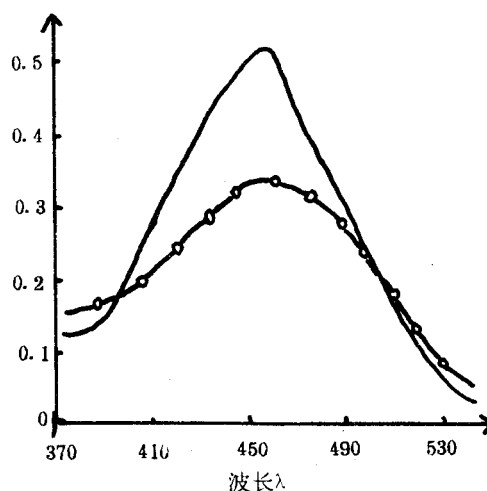


图 2 2 号色素和汽水中提取色素的光吸收曲线

最大光吸收波长分别在 459 nm、455 nm、459 nm、和 455 nm 处。

2.5 薄层层析法分析辣椒红色素的成分

将高效硅胶 G 板在 110℃ 活化 0.5 h,将

1、2 号色素和从冰淇淋、汽水中提取的色素用丙酮稀释,用微量毛细管点样,点样后薄板放在层析缸中,上行法展开,至斑点分开时终止层析,取出薄板凉干。采用的两个展开剂系统如下:

2.5.1 正己烷和氯仿(9:5)组成单次展开剂系统 分离结果分别如下图 3 和表 4:

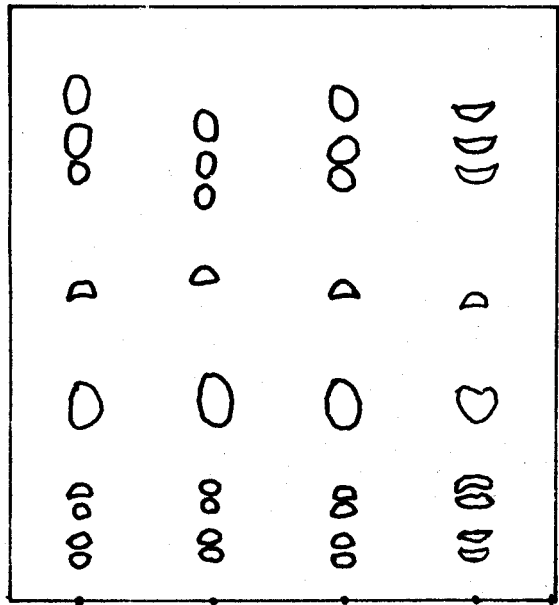


图 3 单次展开系统得到的薄层色谱

图 3 中从左至右分别为 1 号色素和从冰淇淋中提取的色素,2 号色素和从汽水中提取的色素的薄层图谱,展开方向从下至上。表 4 给出单次展开系统的薄层层析的 R_f 值:

表 4 单次展开系统展开辣椒红色素的结果

斑 点			色素			
序号	颜色	强度	1 号	冰淇淋	2 号	汽水
1	黄	++	0.765	0.721	0.759	0.736 ^①
2	黄	++	0.706	0.668	0.693	0.695 ^①
3	黄	++	0.659	0.617	0.648	0.648 ^①
4	红	+	0.475	0.498	0.475	0.462
5	红	+++	0.301	0.305	0.300	0.301
6	红	+	0.168	0.176	0.167	0.175
7	红	+	0.142	0.152	0.142	0.151
8	红	+	0.085	0.092 ^②	0.085	0.083
9	红黄	+	0.067	0.063	0.068	0.070

①强度为+ ②与 1 号色素 R_f 值差异较大

2.5.2 正己烷、乙酸乙酯、醋酸、二氯甲烷(13.5:1.5:0.15:1)组成一次展开剂,正己烷和二氯甲烷(9:22)组成为二次展开剂的单向二次展开系统。分离结果如图 4 和表 5:

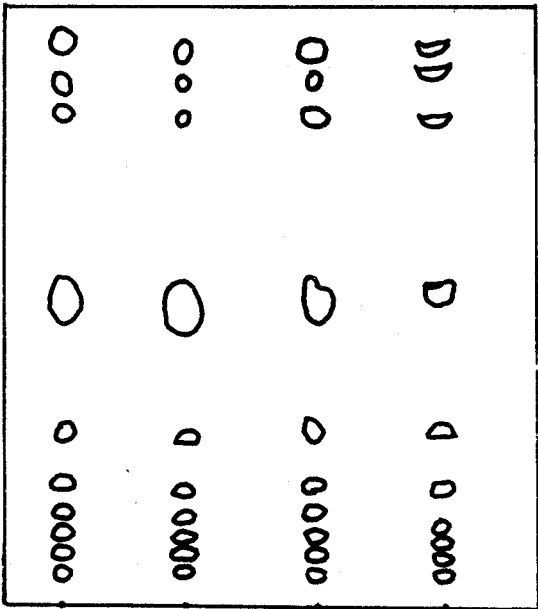


图 4 单向二次展开系统的薄层图谱

图 4 中从左至右分别为 1 号色素、从冰淇淋中提取的色素、2 号色素和从汽水样品中提取的色素的单向二次展开结果。单向二次展开系统的薄层层析 R_f 值如表 5:

表 5 单向二次展开系统展开辣椒红色素的结果

斑 点			色素			
序号	颜色	强度	1 号	冰淇淋	2 号	汽水
1	黄	++	0.877	0.860 ^①	0.862	0.870 ^①
2	黄	++	0.814	0.816 ^①	0.823	0.830 ^①
3	黄	++	0.768	0.761	0.760	0.750 ^①
4	红	+++	0.468	0.468	0.470	0.481
5	红	+	0.272	0.263	0.274	0.279
6	黄	+	0.198	0.190	0.196	0.192
7	红	+	0.150	0.143	0.154	0.135 ^②
8	红	+	0.124	0.120	0.121	0.116
9	红	+	0.095	0.090	0.095	0.090
10	红黄	+	0.060	0.058	0.059	0.060

①强度为+ ②与 2 号色素的 R_f 值差异较大

2.6 半定量测定样品中色素含量

取 2.1 中得到的样品色素提取液,用丙酮

适当稀释后在 459 nm 处测光吸收值,计算出样液中含原添加色素的 g 数。

样液中原添加色素的 g 数 = $AKV / (\text{原色素色价} \times 100)$

式中 A 为光吸收值, K 为稀释倍数, V 为样品色素提取液的总体积(ml)。

根据制作样品时添加的色素量可算出抽提效率。

2.6.1 冰淇淋样品中色素含量的计算

在 2.1.1 中得到 10 ml 色素提取液,取 1 ml,用 23 ml 丙酮稀释,测出光吸收值为 0.726,得出样液中含色素

$(0.726 \times 24 \times 10) \div (150 \times 100) = 0.011616 \text{ g}$ 。

抽提率为 $(0.011616 \times 100) \div (5 \times 0.2533) \times 100\% = 91.7\%$

2.6.2 汽水样品中色素含量的计算

在 2.1.2 中得到 10 ml 色素提取液,取 5 ml,用 12.5 ml 丙酮稀释,测出光吸收值为 0.325,得出样液中含色素:

$(0.325 \times 3.5 \times 10) \div (35 \times 100) = 0.003250 \text{ g}$ 。

抽提率为 $0.003250 \div (0.0001 \times 40) \times 100\% = 81.25\%$

3 讨论

3.1 可见光谱测定

辣椒红色素在丙酮溶液中最大光吸收波长在 459 nm 处。试验结果表明 1 号色素和 2 号色素的最大光吸收波长均在 459 nm 处,图 1 和图 2 所示冰淇淋和汽水色素的最大光吸收波长都与添加的标准色素有差别,它们的光吸收曲线与标准的曲线不完全一致,这可能与样品色素溶液含有杂质或制作样品和提取色素时色素成分发生变化有关。最大吸收波长 450 nm~460 nm 之间。用它鉴别辣椒色素还需和溶解性试验、显色反应、薄层层析法结合使用才能保证准确性。溶解性试验和显色反应反映该色素是油溶性类胡萝卜素色素,可见光谱测定最大光吸收范围,薄层层析法分析其基本组分。

3.2 展开剂系统的选择

用溶剂萃取法提取的油状辣椒红色素由多种组分组成,极性大小不同。我们尝试了几十种展开剂体系,找出有较好分离效果的两个展开剂系统。单次展开系统以正己烷和氯仿(9:5)组成,可把辣椒红色素分成 9 个有色斑点;二次展开系统是由正己烷、乙酸乙酯、醋酸和二氯甲烷(13.5:1.5:0.15:1)组成一次展开剂首先展开得到红₅至红黄₁₀6 个斑点,再由正己烷和二氯甲烷(9:22)组成二次展开剂,分离得到黄₁至红₄4 个斑点,共计 10 个斑点,二次展开系统对极性成分的分离效果更好,斑点边缘更清晰。两个系统到的图谱明显的相似处是:1. 都有 3 个强度较大的黄色成分,在各自的系统中都是 R_f 值最大的斑点;2. 都有一个最大最强的斑点,分别是红₅ 和红₄ 斑点。这些相似处成为辣椒红色素薄层图谱鲜明的特点,且从着色的冰淇淋和汽水中提取的色素的图谱也具有同样的特点,只是强度有时弱一些。

两个系统分析的重复性比较好。通过用两个系统对青岛和曲周生产的辣椒红色素进行分离,可看到这些来源不同的色素各成分的 R_f 值很相近,各斑点的 R_f 值的相对差异在 3% 以下,差异可能是因辣椒品种、生长条件、生产工艺有差别等原因所致^[2],并且对应斑点的颜色、颜色强度和形状都一致,所以这两个系统可以用来做标准辣椒红色素的层析分离,其分离结果可考虑做定性依据。各斑点的成分还需要进一步鉴定。有关薄层层析分离辣椒色素和识别斑点成分方面国内有一例报道^[3]。

从冰淇淋和汽水中提取的色素经层析也分别得到 9 个和 10 个斑点,它们的 R_f 值与标准色素的相对差异除各别点外均在 10% 以内。斑点的颜色与标准色素层析图相同,斑点形状和强度则与标准色素相似(强度减弱的地方见表 4 和表 5 中的表注),所以可以考虑用这个方法帮助鉴定样品中的辣椒红色素。

3.3 半定量分析

用可见光谱测定法对冰淇淋和汽水中的辣椒色素进行半定量测定的结果比较准确。计算

出冰淇淋的汽水中含有原添加色素为实际添加量的 80%~90%。计算色素的绝对含量还需借助其它方法。

总之,本文提出的冰淇淋和汽水中辣椒色素定性和半定量方法是一套简便易行的方法,结果也比较准确。

参考文献

- 1 凌关庭等编. 食品添加剂手册(上下册). 化学工业出版社. 1989.
- 2 Jeana Gross. Pigments in fruits Boston Sydney Tokyo Toronto. 1987, 153~154.
- 3 丁来欣等. 薄层层析法分离辣椒色素. 华东工学院学报. 1991, (3): 78.

影响油加热时状态的因素

闫喜霜 黑龙江商学院旅游烹饪系 150076

油脂是烹调过程中重要的传热介质。油脂加热时的状态是指随着油温的升高,油所呈现的产生气泡、翻动、发烟等状态,是衡量油脂温度高低的重要依据。但由于油的种类、使用次数、精制程度、加热方式等的差异,加热时状态相同或相似的油脂,油温确有很大差别。本文通过不同条件下油温的测定,探讨了油加热时的状态与油温的内在联系及影响因素对油温的影响机理,以期对烹调、食品加工中油温的识别与掌握提供理论依据。

1 试验材料与方法

1.1 实验仪器

- 1.1.1 WMZ-03 温度指示仪:上海医疗器械厂
- 1.1.2 温度可调煤气灶:哈尔滨厨房设备厂生产。
- 1.1.3 具塞三角烧瓶:容量 200 ml。

1.2 试剂

- 1.2.1 冰醋酸与四氯化碳混合液:容积比 3:2。
- 1.2.2 碘化钾溶液:将碘化钾溶于新蒸馏水中成饱和溶液(可加入过量碘化钾,以确保溶液呈饱和态),贮存于暗处。
- 1.2.3 0.01 N 硫代硫酸钠标准溶液:用蒸馏水将 0.1 N 硫代硫酸钠标准液准确稀释 10 倍。

1.2.4 淀粉溶液:可溶性淀粉 1 g,加入少量水成为均匀糊状物,边搅拌边移入 100 ml 热水中,再搅拌几分钟,稍煮沸呈透明后,冷却,取上清液备用。

1.3 材料

- 1.3.1 大豆油:哈尔滨顾乡粮库购入。
- 1.3.2 精制大豆油:哈尔滨顾乡粮库购入。
- 1.3.3 菜籽油:市场购入(原油、精制油两种)。
- 1.3.4 芝麻油:辽宁省朝阳双龙香油厂生产。
- 1.3.5 猪油:猪肥肉炼制后制成。

1.4 实验方法

1.4.1 油的种类与发烟点的关系

精确称取大豆油、精制大豆油、菜籽油、芝麻油、猪油各 1000 ml,放入干净的炒勺中,在相同的火力下加热,用 WMZ-03 温度指示仪测量每种油发烟时的温度。

1.4.2 油的精制程度、过氧化值与发烟点的关系

1.4.2.1 过氧化值的测定

采用简化法^[3]。精确称取粗制大豆油、精制大豆油、粗制菜籽油、精制菜籽油各 1 g,分别置于 200 ml 具塞三角烧瓶中,加入冰醋酸和四氯化碳的混合液 25 ml,待试样溶解后加碘化钾饱和水溶液 0.5 ml,加塞,轻轻摇混 2 min 后,加 50 ml 蒸馏水,以淀粉溶液作指示剂,用 0.01 N 硫代硫酸钠标准溶液滴定,同时做空白