

野生蓝莓果实中花色苷色素提取工艺的研究

邹阳, 张秀玲, 石岳

(东北农业大学食品学院, 黑龙江 哈尔滨 150030)

摘要: 本论文以野生蓝莓果为原料, 对蓝莓花色苷的提取工艺进行了研究。结果表明: 蓝莓花色苷提取的最佳条件是: 乙醇浓度 80%, 浸提时间 30min, 浸提温度 30℃, pH 2, 料液比 1:10。在此条件下色素的提取率为 92.4%。

关键词: 蓝莓; 提取; 花色苷

中图分类号: TS202.3; 文献标识码: B; 文章编号: 1673-9078(2007)01-0060-03

The Extraction of Anthocyanin Pigment from Wild Blueberry

ZOU Yang, ZHANG Xiu-ling, SHI Yue

(College of food science, Northeast Agriculture University, Harbin 150030, China)

Abstract: The ethanol extraction of blueberry pigment from blueberry was studied in this paper. The results showed that the optimal ethanol concentration, extraction time, extraction temperature, pH value and the ratio of solid to liquid were 80%, 30 min, 30℃, 2 and 1: 10, respectively, under which the yield of the extracted pigment achieved 92.4%.

Key words: Blueberry; Extraction; Anthocyanin

随着现代医学的发展, 大多数合成色素被证明有不同程度的毒性而对人体有害, 甚至有致癌、致畸作用, 因此食用合成色素的使用不断减少, 天然色素安全、无毒、营养附加值高等特点日益受到人们的青睐。

蓝莓, 学名笃斯越橘 (blueberry), 属于杜鹃花科, 越桔属。是一种具有极高经济价值的新兴世界性小浆果^[1]。药理研究表明, 蓝莓果实的 VMA (花色苷色素) 的重要功能是活化和促进视紫红质的再合成作用, 从而改善人眼视觉的敏税程度, 加快黑暗环境适应能力^[2]。利用蓝莓花色苷的特性, 期望可以开发出对于人的眼睛有保健功能的食品, 解除用眼过度而产生的疲劳, 改善人眼机能。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与设备

循环水多用真空泵; 紫外-可见分光光度计; 精密 pH 计; 722 型可见光光度计; 电子恒温水浴锅。

1.2 实验材料与试剂

蓝莓冻果 (购自伊春五营); 无水乙醇; 甲醇; 氢氧化钠; 浓盐酸, 试剂均为分析纯。

1.3 实验方法

提取纯化工艺路线如下:

蓝莓冻样→捣碎→蓝莓浆液→加浸提液提取→提取液→抽滤→滤液→减压浓缩→真空冻干

2 结果与分析

2.1 提取剂的选择

分别用纯乙醇、甲醇、丙酮、乙醚、石油醚、蒸馏水各 30ml 在室温条件下避光浸提 30min, 抽滤、定容至 200ml、520nm 下测定吸光度。结果表明: 蓝莓色素溶于水, 甲醇, 乙醇、丙酮中, 不溶于乙醚, 石油醚, 为水溶性色素。甲醇、乙醇的提取效果明显好于丙酮, 由于要获得天然色素, 甲醇有毒性, 因此选取乙醇溶液为蓝莓色素的提取剂。

2.2 蓝莓色素吸收光谱 (如图 1)

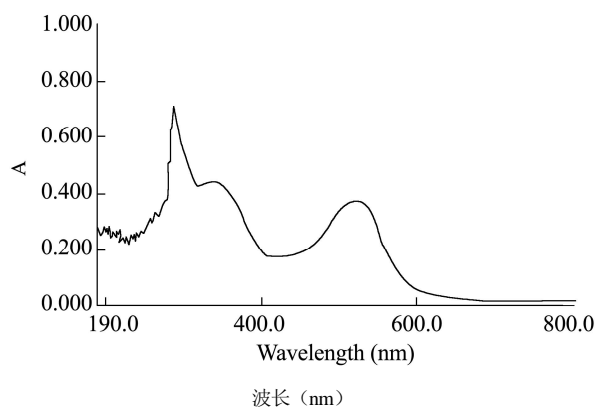


图 1 蓝莓色素吸收光谱

Fig1 Absorption spectrum of blueberry pigment

收稿日期: 2006-09-14

作者简介: 邹阳, 硕士研究生, 研究方向: 农产品贮藏与加工。

通讯作者: 张秀玲, 研究方向: 农产品贮藏与加工

由图 1 可看出, 蓝莓色素在紫外光区和可见光区都有吸收, 其吸收波长分别为 280nm, 528nm, 与文献报道相符^[3], 为花色苷的吸收光谱。

2.3 提取剂浓度对色素提取率的影响

称取蓝莓浆液 3g, 分别加入不同浓度的 pH 3 的乙醇溶液 30ml, 水浴 30℃, 浸提 30min, 抽滤, 定容至 200ml, 测定吸光度, 确定最佳乙醇浓度。结果如图 2。

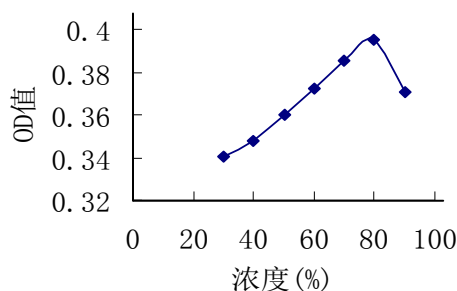


图 2 提取浓度对色素提取率的影响

Fig2 Effect of different alcohol concentrations on extraction ratio

从图 2 知, 随着提取剂浓度的增大, 色素浓度不断增大, 在乙醇浓度为 80% 时, 提取率达到最大。随着浓度进一步增大, 提取率降低。原因是, 花色苷是水溶性色素, 溶于极性较强的溶液, 乙醇浓度增大, 极性变大, 所以提取率大, 故最佳乙醇浓度为 80%。

2.4 时间对色素提取率的影响

称取蓝莓浆液 3g, 加入浓度为 80% 的 pH 3 的乙醇溶液 30ml, 水浴 30℃, 浸提不同时间, 抽滤, 定容至 200ml, 测定吸光度, 确定最佳浸提时间, 结果如图 3。

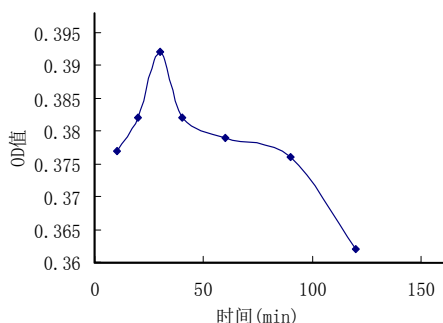


图 3 时间对色素提取率的影响

Fig3 Effect of different extracted time on extraction ratio

从图 3 知, 在很短的时间内就可以较充分的提取出色素。随着时间的延长, 提取率有所下降, 原因是色素不稳定, 随着提取时间的延长, 花色苷溶液会因氧化反应导致分解而退色, 空气中的氧化作用使其含量降低。我们在提取的过程中采用的是棉赛封口浸提,

很大程度上降低了这种色素的分解, 因此, 从结果上来看时间的影响就不显著, 最佳时间为 30min。

2.5 提取温度对色素提取率的影响

称取蓝莓浆液 3g, 加入浓度为 80% 的 pH 3 的乙醇溶液 30ml, 不同水浴温度, 浸提 30min, 抽滤, 定容至 200ml, 测定吸光度, 确定最佳浸提温度, 结果如图 4。

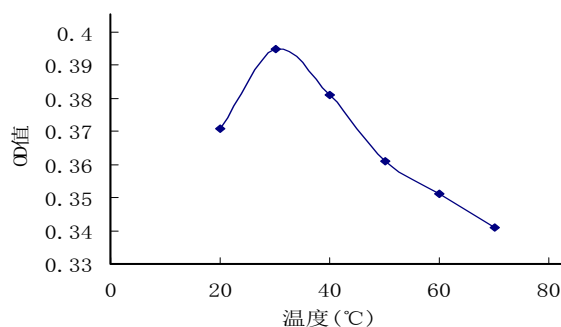


图 4 提取温度对色素提取率的影响

Fig4 Effect of different extracted temperature on extraction ratio

从图 4 知, 30℃ 提取率最高, 随着温度的升高, 提取率有所下降, 从结构角度考虑, 加热时, 因为蓝色的醌式碱 (A)、红色的黄洋阳离子 (AH⁺) 之间是可逆的, 平衡向形成查耳酮的方向移动, 其结果是显色物质 (AH⁺和 A) 含量降低。

2.6 提取液 pH 值对提取率的影响

称取蓝莓浆液 3g, 加入浓度为 80% 的不同 pH 值的乙醇溶液 30ml, 水浴 30℃, 浸提 30min, 抽滤, 定容至 200ml, 测定吸光度, 确定最佳 pH 值, 结果如图 5。

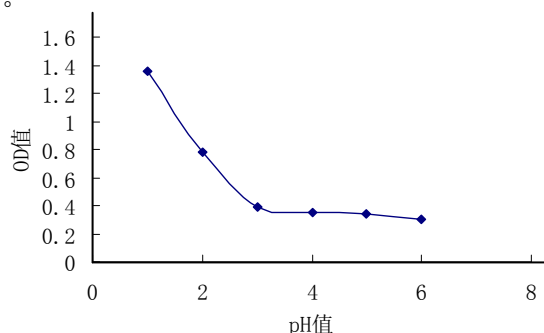


图 5 提取液 pH 值对提取率的影响

Fig5 Effect of different pH of alcohol solution on extracted ratio

pH 值对色素提取影响最大, pH=1 时色素提取率最高。随着 pH 值增加, 色素吸光度明显降低。原因是在酸性溶液中, 花青素以醌式碱 (A)、黄洋盐阳离子 (AH⁺), 甲醇假碱和查耳酮 4 种形式存在。pH<2 时, 花青素以 AH⁺形式存在, 随着碱性增强, AH⁺转

变成A,直到pH 4~5时,两种有色物质(AH⁺和A)浓度很低,无色甲醇假碱型花色苷浓度增大,花青素显色就非常浅。当pH=6时,AH⁺已经全部消失,唯一存在的有色物质是A。甲醇假碱平稳缓慢地生成了无色查耳酮,因而吸光度很低,考虑到过低的pH值会对色素结构有影响,因此实验过程中认为pH=2为宜。

2.7 料液比对提取率的影响

称取不同质量的蓝莓浆液,加入pH 2的浓度为80%的乙醇溶液30ml,水浴30℃,浸提30min,抽滤,定容至200ml,测定吸光度,公式如下^[4]:

$$\text{色价} = \frac{A \cdot 10}{W} \cdot \text{稀释倍数}$$

其中,A为530nm下用1cm比色杯测的吸光度;W为果重。

求出色价值,以料液比对色价作图,确定最佳料液比,结果如图6。

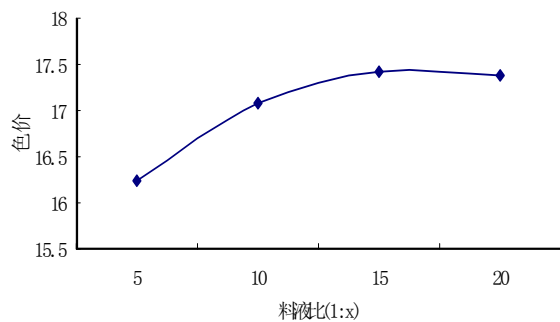


图6 料液比对提取率的影响

Fig6 Effect of different proportion between material and extracted solution on extracted ratio

从图6知,随着料液比的增大,色价在提高,原因是大量的溶剂更能充分提取色素。由于料液比在实验过程中影响因素最小,从节约成本方面考虑,本试验选择了回归方程给出的1:10的料液比。继续增大料液比不但提取率有所下降,同时增加成本,也使提取液的浓缩工作负荷增加。

2.8 蓝莓色素提取的正交实验

根据单因素实验结果,选取L₉(3⁴)正交表。由于提取浓度、料液比、pH值因素对实验结果影响显著,故选择乙醇浓度,料液比,pH,进行正交试验。

由表2结果可看出:最佳浓度应该为:80%,料液比为1:15,pH 2,正好与实际确定的第五组最优方案相吻合,因此不必再做补充实验。极差大小可知,对本实验影响大小的顺序为:pH值>料液比>乙醇浓度。

表1 正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal test L₉(3⁴)

因素	水平		
	1	2	3
A (浓度%)	70	80	90
B (料液比)	1:10	1:15	1:20
C (pH值)	2	3	4

表2 正交试验结果

Table 2 The results of L₉(3⁴) orthogonal test

编号	A	B	C	空白	色价
1	1	1	1	1	15.456
2	1	2	2	2	9.100
3	1	3	3	3	6.489
4	2	1	3	2	8.223
5	2	2	1	3	18.312
6	2	3	2	1	10.445
7	3	1	2	3	7.311
8	3	2	3	1	9.628
9	3	3	1	2	18.067
k1	10.348	10.330	17.278	11.843	
k2	12.327	12.347	8.952	11.797	
k3	11.669	11.667	8.113	10.704	
R	1.979	2.017	9.165	1.139	

2.9 提取级数的确定

使用最佳提取工艺反复浸提,确定最佳提取级数。从表3可看出,两次浸提几乎可以全部提出蓝莓色素,以后增加级数提取率的提高尚不到1%,而一次浸提即可提出大部分的色素,从节约成本,减少溶剂考虑,本实验采用浸提级数为一级。

表3 提取级数对提取率的影响

Table 3 The effects of extraction times on extraction rate

浸提级数	1	2	3
提取率/%	92.40	6.75	0.31

3 结论

蓝莓花色苷提取的最佳条件是:乙醇浓度80%,浸提时间30min,浸提温度30℃,pH 2,料液比为1:10。在此条件下色素的提取率为92.4%。

参考文献

- [1] 李亚东等.蓝莓果实的成分及保健机能[J].中国食物与营养,2002,(1):28.
- [2] 任玉林,李华等.天然食用色素—花色苷[J].食品科学,1995,16(7):22-27.