

红枣红色素提取方法的优化研究

吴宇宽, 刘章武

(武汉工业学院食品科学与工程学院, 湖北 武汉 430023)

摘要: 本文对红枣红色素的提取方法进行了研究, 通过单因素及正交实验得出红枣红色素的最佳提取工艺条件为: 粒度40目、0.2 mol/L NaOH溶液作提取剂、提取时间3 h、提取温度80 ℃、料液比1:20 (m/V)、提取级数3级, 提取率为95.98%。

关键词: 红枣; 红色素; 提取工艺

中图分类号: TS202.3; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2008)03-0265-04

Optimization of Red Pigment Extraction from Jujube

WU Yu-kuan, LIU Zhang-wu

(College of Food Science and Engineering, Wuhan Polytechnic University, Wuhan 430023, China)

Abstract: The extraction of red pigment from jujube was studied. With single factor and orthogonal tests, the optimum conditions were determined as follows: mesh size of 40, NaOH concentration of 0.2 mol/L, extraction time of 3 h, temperature of 80 ℃, ratio of solid to liquid of 1/20 and extraction times of 3. Under these conditions, the extraction yield was 95.98%.

Key words: jujube; red pigment; extraction

当今社会人们对食品安全越来越重视, 出现了回归天然的潮流, 而目前食品工业中所使用的色素多为合成色素, 其食用安全性日益受到怀疑, 比如“苏丹红”等事件的出现, 大大打击了人们对合成色素的信心。天然食用色素安全可靠、色泽自然, 同时具有生理保健作用, 正日益受到人们的青睐。因此, 开发利用天然食用色素资源符合消费者的需求和食品工业的发展趋势。

红枣 (Zizyphus.Jujube Date) 又称中华大枣、枣、华枣, 是鼠李科枣属植物枣树 (Zizyphus.Jujube Mill) 的果实。红枣原产我国, 栽培历史悠久, 距今已有3000多年的栽培史。《史记》、《齐民要术》、《打枣谱》、《本草纲目》等古书中都有有关枣树及红枣的记载。^[1] 红枣营养丰富, 是果品中的补品王, 人们一直将它视为上等补品食用。目前红枣的开发利用主要是制成干果及果酒、果酱等, 产品利用程度不高, 附加值较低, 同时枣皮被浪费。从枣皮中提取红色素, 不仅变废为宝, 提高了红枣利用效率, 同时也符合食用色素发展的潮流。本文对红枣红色素的提取工艺进行了初步研究, 旨在为该色素的开发利用提供科学依据。

1 材料与方法

收稿日期: 2007-11-29

作者简介: 吴宇宽 (1982-), 男, 硕士研究生, 研究方向为食品资源开发

通讯作者: 刘章武 (1948-), 男, 教授

1.1 原料、试剂及仪器

1.1.1 原料

红枣购于超市, 为干红枣 (品种为山西大滩枣)。

1.1.2 试剂

无水乙醇、甲醇、石油醚、乙醚、乙酸乙酯、盐酸、NaOH 均为分析纯, 蒸馏水为实验室自制。

1.1.3 仪器

植物组织粉碎机: 天津市泰斯特仪器有限公司; UV-7200型分光光度计: 尤尼柯仪器有限公司; DELTA 320 pH计、AL204电子分析天平: 梅特勒-托利多仪器 (上海) 有限公司; 数显恒温水浴锅: 国华电器有限公司; 数显鼓风干燥箱: 上海博迅实业有限公司医疗设备厂; RE-52型旋转蒸发器: 上海亚荣生化仪器厂; SHZ-III真空泵: 河南巩义市英峪予华仪器厂。

1.2 实验方法^[2-7]

1.2.1 原料的预处理

选择饱满完整红枣, 在沸水里煮5 min, 立即放入冷水中除去果肉, 枣皮在40 ℃烘干至恒重, 用植物组织粉碎机粉碎。

1.2.2 提取工艺流程

红枣枣皮→提取剂提取→抽滤→中和滤液→无水乙醇洗涤→抽滤→澄清滤液→真空浓缩滤液→冷冻干燥→红枣红色素制品

1.2.3 单因素实验

对提取剂浓度、提取时间、提取温度、料液比进行单因素试验,得到各因素的最佳工艺条件。

1.2.4 正交试验

根据单因素实验结果,选取 $L_9(3^4)$ 正交表,以提取剂浓度、提取时间、提取温度、料液比为因素,安排三水平正交实验,以选取红枣红色素的最好提取条件。

1.2.5 提取率和提取级数的确定^[3]

在所得到的最好提取条件下,多次提取一定量的色素液,直至提取液近于无色,分别收集各次提取液并测定其体积(V_i)和吸光度(A_i),然后合并各次提取液,得到总体积($V_{总}$)和总吸光度($A_{总}$)。提取率计算式如下:

提取率= $(A_i \times V_i) / (A_{总} \times V_{总})$

其中: A_i -第*i*次色素提取液的吸光值; $A_{总}$ -合并后提取液的吸光值; V_i -第*i*次色素提取液的体积; $V_{总}$ -合并后提取液的总体积。

2 结果与讨论

2.1 最好提取剂的选择

分别采用无水乙醇、甲醇、0.2 mol/L NaOH溶液、0.2 mol/L HCl溶液、蒸馏水、乙醚、石油醚、乙酸乙酯8种提取剂做提取实验,观察提取液颜色,结果见表1,可以看出0.2 mol/L NaOH溶液的提取效果最好。

表1 不同提取剂的提取效果

Table 1 The effect of different extractor on extraction

提取剂	无水乙醇	甲醇	0.2 mol/L NaOH	0.2 mol/L HCl
颜色	浅橘黄色	深橘黄色	深红色	浅黄色
提取剂	蒸馏水	乙醚	石油醚	乙酸乙酯
颜色	橙黄色	几乎无色	几乎无色	无色

2.2 最大吸收波长的确定^[2]

将色素液用0.2 mol/L NaOH溶液稀释至10倍后,用UV-7200紫外可见分光光度计测定其在不同波长下的吸光度值。结果如图1所示,红枣红色素在460 nm波长下吸光度值最大。因此,选定460 nm作为测定吸光度值的最好吸收波长。

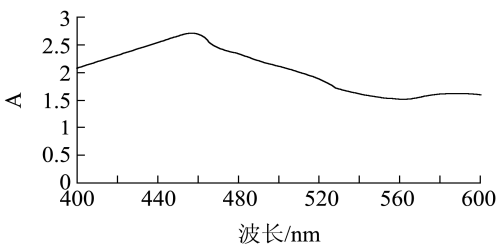


图1 红枣红色素的吸收曲线

Fig.1 Absorption spectra curve of the red pigment from jujube

2.3 原料粒度对红枣红色素提取的影响

分别称取红枣枣皮粉末4份,每份2 g,粒度分别为20目、40目、60目、80目、用0.20 mol/L NaOH作提取剂,料液比为1:20,放在三角瓶中密封,于60 ℃恒温水浴提取3 h,过滤,稀释10倍,以提取剂作对照,于460 nm处测吸光值,研究粒度对红枣红色素提取的影响。

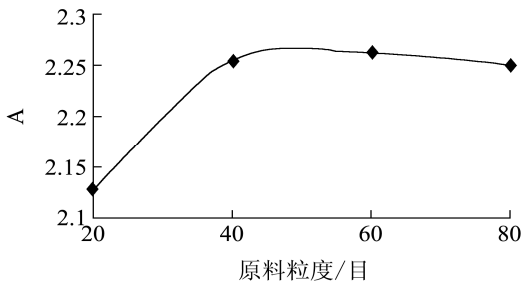


图2 原料粒度对红枣红色素提取的影响

Fig.2 The effect of material granularity on extraction

由图2可以看出,在60目以下,随着原料粒度的增加,色素液吸光值呈上升趋势,60目时最大,但与40目相差很小,而粒度过小不易过滤,因此粒度选择40目。

2.4 提取剂浓度对红枣红色素提取的影响

分别称取红枣枣皮粉末6份,每份2 g,粒度40目,NaOH浓度在0.10~0.60 mol/L范围内,料液比1:20,放在三角瓶中密封,于60 ℃恒温水浴3 h,过滤,稀释10倍,以提取剂作对照,于460 nm处测吸光值。

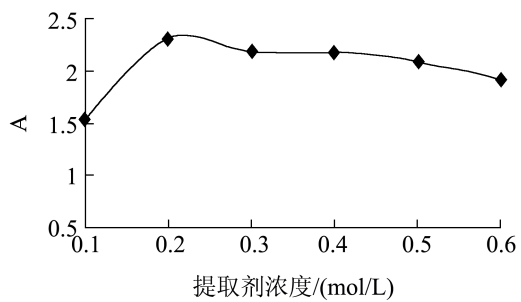


图3 提取剂浓度对红枣红色素提取的影响

Fig.3 The effect of extractor concentration on extraction

由图3可以看出,提取剂浓度0.2 mol/L时吸光值最大,提取效果最好,其后浓度升高,吸光值逐渐下降。

2.5 提取时间对红枣红色素提取的影响

分别称取红枣枣皮粉末7份,每份2 g,粒度40目,用0.20 mol/L NaOH作提取剂,料液比1:20,放在三角瓶中密封,于60 ℃恒温水浴提取1~7 h,过滤,稀释10倍,以提取剂作对照,于460 nm处测吸光值。

图4表明,提取时间为3 h时提取效果最好,时间延长,吸光值下降,说明提取出的色素部分遭到破坏,

因此提取时间以3 h为佳。

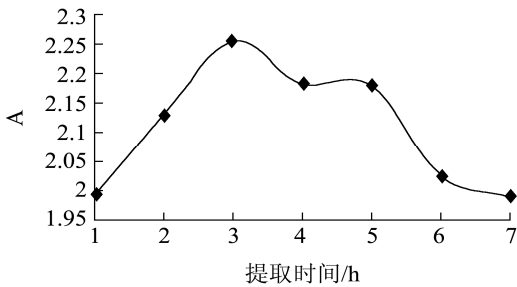


图4 提取时间对红枣红色素提取的影响

Fig.4 The effect of extracting time on extraction

2.6 提取温度对红枣红色素提取的影响

分别称取红枣枣皮粉末6份，每份2 g，粒度40目，用0.20 mol/L NaOH作提取剂，料液比为1:20，放在三角瓶中密封，分别于30℃、40℃、50℃、60℃、70℃、80℃恒温水浴中提取3 h，过滤，稀释10倍，以提取剂作对照，于460 nm处测吸光值。

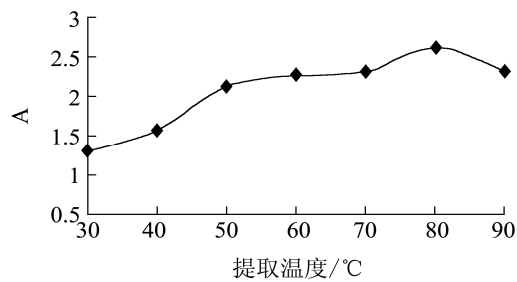


图5 提取温度对红枣红色素提取的影响

Fig.5 The effect of extracting temperature on extraction

由图5可以看出，随着温度的升高，色素的吸光值呈逐渐上升趋势，80℃时最大为2.624，因此，红枣红色素的提取温度为80℃为宜，温度再升高，色素会遭到破坏。

2.7 料液比对红枣红色素提取的影响

分别称取红枣粉末7份，每份2 g，粒度40目，用0.20 mol/L NaOH作提取剂，料液比分别为1:10、1:15、1:20、1:25、1:30、1:35、1:40，放在三角瓶中密封，于60℃恒温水浴提取3 h，过滤，稀释10倍，以提取剂作对照，于460 nm处测吸光值，研究料液比对红枣红色素提取的影响。

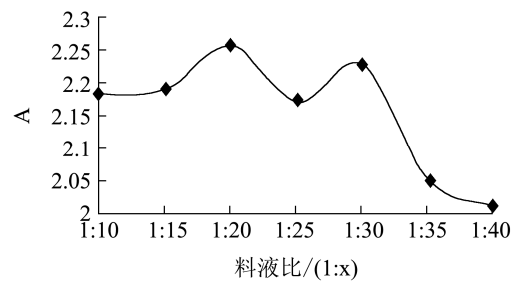


图6 料液比对红枣红色素提取的影响

Fig.6 The effect of solid-to-solvent ratio on extraction

从图6可以看出，色素液吸光值随料液比增加而增大，达到1:20时效果最好，之后开始下降，因此料液比选择1:20为宜。

2.8 红枣红色素提取条件的正交实验

根据上述单因素实验结果，以温度（A）、料液比（B）、提取剂浓度（C）、时间（D）4因素设计了L₉(3⁴)正交试验，其试验设计和结果见表2。

表2 正交试验安排与结果 L₉(3⁴)

实验号	因素				吸光度
	A(温度 /℃)	B(料液 比)	C(浓度 /mol/L)	D(时 间/h)	
1	1	1	1	1	2.191
2	1	2	2	2	2.183
3	1	3	3	3	1.997
4	2	1	2	3	2.302
5	2	2	3	1	2.311
6	2	3	1	2	2.256
7	3	1	3	2	2.433
8	3	2	1	3	2.513
9	3	3	2	1	2.407
k1	6.371	6.926	6.960	6.909	
k2	6.869	7.007	6.892	6.872	
k3	7.353	6.660	6.741	6.812	
R	0.982	0.347	0.219	0.097	

由表2可知，红枣红色素的最佳工艺条件为A₃B₂C₁D₁，即温度80℃、料液比为1:20、NaOH浓度0.2 mol/L、提取时间3 h。其中温度对色素的提取影响最大，其次是料液比、NaOH浓度，影响最小的是提取时间。

2.9 提取级数对红枣红色素提取的影响

在最佳提取工艺条件下，多次提取一定量的红色素（级数在1~4级），按1.2.5的方法计算提取率，结果见表3。

表3 提取级数对红枣红色素提取的影响

Table 3 The effect of extracting times on extraction				
提取级数	1	2	3	4
提取率/%	62.88	20.14	12.96	4.02

由表3可知，3次提取可将色素基本提出，提取率为95.98%，再增加提取级数效果很小，从减少溶剂和成本考虑，提取级数确定为3级。

（下转第271页）