

红曲色素的提取及其稳定性研究

(嘉兴学院生物与化学工程学院, 嘉兴 314001)

谢林明

(杭州商学院食品、生物与环境工程学院, 杭州 310035)

励建荣

摘要: 采用萃取法从红曲米中提取红曲色素, 以正交实验法确定萃取的最佳工艺条件。实验结果表明, 萃取法提取红曲色素的最佳工艺条件为萃取剂 80%乙醇, 温度 80℃, 时间 30min, pH4, 萃取次数 2 次。在此条件下, 红曲色素提取得率达 12.25%。对红曲米中提取的红曲色素从热、光、酸、碱、金属离子等方面进行了较为系统的稳定性研究, 得出了红曲色素生产及维护其最佳色泽的外界条件。

关键词: 红曲色素, 提取得率, 吸光度, 稳定性

中图分类号: TS202.3 文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2004)03-0118-04

国内的红曲色素生产普遍存在着设备落后、技术欠缺、提取得率较低的状况, 本文作者对红曲色素的提取工艺条件进行了探索, 旨在提高红曲色素的提取得率。由于天然色素稳定性较差, 本文作者从 pH、热、光、金属离子等方面对红曲色素进行了较为系统的稳定性研究, 从而得出了红曲色素生产及维护其最佳色泽的外界条件, 期望为更好地开发利用红曲色素奠定一定的技术基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

红曲米 嘉兴酿造总公司提供; 无水乙醇、乙醚、丙酮、石油醚、正己烷、氯仿、氢氧化钠、盐酸、硫酸铜、硫酸锌、硫酸钠、硫酸铁 均为分析纯。

721 型分光光度计 上海精密科学仪器有限公司; TG328B 型电光分析天平 上海国营长江科学仪器厂; 多功能电子恒温水浴锅 上海凯乐电子设备厂; SC101-3 型鼓风电热恒温干燥箱 浙江省嘉兴市电热仪器厂; pH5-2C 酸度计 上海第二分析仪器厂。

1.2 实验方法

1.2.1 红曲色素酒精原液的制备 称取一定量的红曲米粉, 按 1:2 (w/v) 的固液比加入 80%乙醇, 置于 60℃水浴中浸提 1.5h, 过滤并定容后备用。

1.2.2 红曲色素最大吸收波长的确定 配置不同浓度的红曲色素酒精原液, 用 721 型分光光度计在

395~545nm 范围内测定对应的吸光度, 绘制吸收光谱图^[1,2], 见图 1。

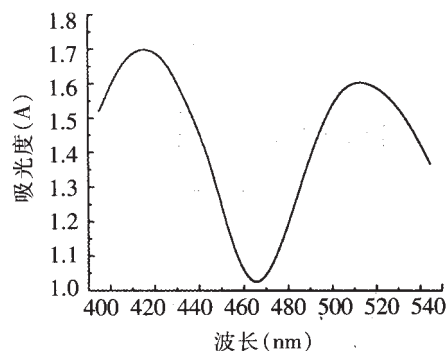


图 1 红曲色素吸收光谱

1.2.3 红曲色素标准曲线绘制 利用本实验室提取得到的红曲色素酒精溶液, 经真空浓缩、烘干后溶解于酒精中配成一定浓度的溶液, 就此作为标准液, 并依次配制成系列标准溶液, 在波长 515nm 处测其吸光度, 绘制标准曲线^[1,2], 见图 2。

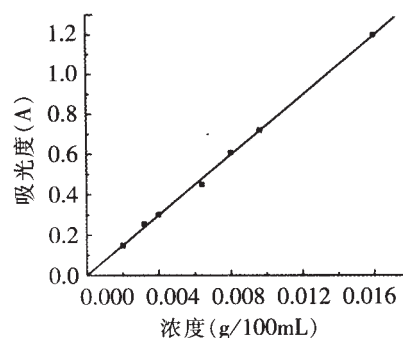


图 2 红曲色素标准曲线

1.2.4 最佳萃取剂的选择 取红曲粉 4 份, 每份 4.0g, 分别加入不同溶剂 100mL, 在恒温水浴中浸提 30min, 观察其溶解性, 滤去残渣后测定吸光度, 并计算各种溶剂的色素提取得率, 确定最佳的萃取剂^[3]。

1.2.5 红曲色素的提取 采用萃取法提取红曲色素, 用四因子、三水平正交实验确定最佳工艺条件。具体做法: 取 1.0g 的红曲粉装于 250mL 锥形瓶中,

收稿日期: 2003-10-20

作者简介: 谢林明(1964-)男, 讲师, 研究方向: 食品生物技术。

表1 红曲色素在不同溶剂中的溶解性和提取得率

溶剂	蒸馏水	80%丙酮	95%乙醇	乙醚	石油醚	正己烷	氯仿
溶解性	不溶	微溶	溶解	不溶	不溶	不溶	不溶
提取得率(%)	/	8.2	10.1	/	/	/	/

表2 正交实验结果

实验号	因素				吸光度	提取得率(%)
	A pH	B 温度(°C)	C 时间(min)	D 乙醇浓度(%)		
1	1(3)	1(40)	1(30)	1(60)	0.146	9.73
2	1	2(60)	2(40)	2(80)	0.169	11.27
3	1	3(80)	3(60)	3(90)	0.164	10.93
4	2(4)	1	2	3	0.156	10.40
5	2	2	3	1	0.138	9.20
6	2	3	1	2	0.174	11.60
7	3(5)	1	3	2	0.162	10.80
8	3	2	1	3	0.156	10.40
9	3	3	2	1	0.159	10.60
K ₁	0.479	0.464	0.476	0.443		
K ₂	0.468	0.463	0.484	0.505		
K ₃	0.477	0.497	0.464	0.476		
k ₁	0.160	0.155	0.159	0.148		
k ₂	0.156	0.154	0.161	0.168		
k ₃	0.159	0.166	0.155	0.159		
R	0.004	0.012	0.006	0.020		

加入一定浓度的乙醇并调节好 pH,在恒温水浴中浸提一定时间,抽滤定容至 100mL,稀释 50 倍,在 515nm 处测定后计算提取得率。

1.2.6 提取次数的选择 取 2.0g 红曲粉 1 份,采用最佳提取工艺条件提取多次,测定并计算每次提取的提取得率和累计提取得率,确定最佳的提取次数。

1.2.7 红曲色素稳定性测定^[4] 配制 0.2%红曲色素原液作为实验材料进行以下稳定性实验。

1.2.7.1 pH 对红曲色素色调的影响 实验材料用 0.1N 盐酸和 0.1N 氢氧化钠调 pH2~9,放置暗室 1d 后测其吸光度。

1.2.7.2 光照对红曲色素稳定性的影响 实验材料分别置于日光(28~31°C)、室内自然光照射,室内避光存放的条件下,定时取出,定量后测定并计算保存率。

1.2.7.3 加热温度对红曲色素稳定性的影响 实验材料用 50mL 容量瓶定容,磨砂塞密封,分别置于 40~80°C 水浴箱加热 30min,冷却至室温后测定并计算保存率。

1.2.7.4 加热时间对红曲色素稳定性的影响 实验材料在温度为 80°C 的条件下加热不同时间后测定并计算保存率。

1.2.7.5 金属离子对红曲色素稳定性的影响 实验材料分别加入不同量的硫酸铜、硫酸锌、硫酸钠、硫酸铁,在暗室中放置 1d 后测定并计算保存率。

1.2.7.6 空气对红曲色素稳定性的影响 实验材料用广口瓶置于空气中并不断震荡,2d 后测定并计算保存率。

2 结果与讨论

2.1 红曲色素的提取

2.1.1 最佳萃取剂的选择 见表 1。表 1 的结果表明,最佳的萃取剂为 95%乙醇。

2.1.2 提取条件的正交实验 表 2 的结果表明,萃取法提取红曲色素的最佳工艺方案为 A₂B₃C₁D₂,即在所实验的范围内,最佳 pH 为 4,最佳温度为 80°C,最佳时间为 30min,最佳浓度为 80%,此条件下的提取得率为 11.60%;影响提取效果的因素依次为溶剂浓度、萃取温度、萃取时间、pH。

一般认为,在提取过程中提高溶剂温度有利于缩短提取周期,减少溶剂回收量。但加温提取势必提高设备的复杂程度和对密封性能的要求,而提高提取温度,还可能增加溶剂的损失量。一般状态下,乙醇的沸点为 78.5°C,按此工艺条件进行大工业生产,会影响乙醇的回收,造成原料的损耗。故可采用实验号 2 的工艺条件,将水浴温度下降至 60°C,浸提时间增加至 40min,虽然提取得率(11.27%)稍有下降,但从总的经济效益来看,实验号 2 的工艺条件较适合进行大工业生产。

2.1.3 萃取次数的选择 表 3 的结果表明,一次萃取的提取得率已达到三次萃取提取得率的 85.4%,二次萃取累计得率达 12.25%,第三次萃取的提取得率很低,其提取价值已低于操作成本,因此,2 次萃取是最理想的。

2.2 红曲色素稳定性研究

2.2.1 pH 对红曲色素色调的影响 表 4 的结果表

表3 多次萃取的提取得率

萃取次数	吸光度	每次提取得率(%)	累计提取得率(%)
1	0.128	10.67	10.67
2	0.019	1.58	12.25
3	0.003	0.25	12.50

明,在不同的 pH 条件下,黄色组分和红色组分的含量发生变化;在 pH5.00~7.00 范围内,pH 的变化对红曲色素色调的影响较小。进一步在 pH5.00~7.00 范围内实验,结果表明,红曲色素色调的 pH 稳定范围为 pH5.00~7.00。

2.2.2 光照对红曲色素稳定性的影响 图3,图4 结果表明,日光照射 7h 和室内自然光照射 30d 后色素保存率仅为 50%,而室内避光存放 30d 后色素保存率高达 94.4%,说明太阳光照射对红曲色素稳定性的影响较大。

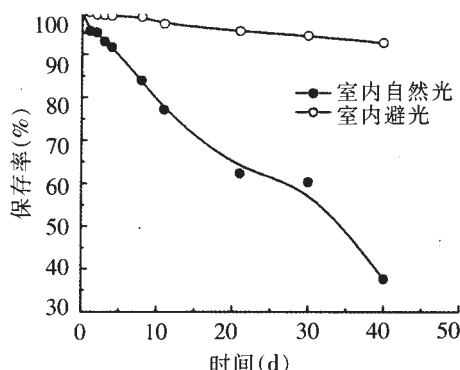


图3 室内自然光与避光条件对红曲色素稳定性的影响

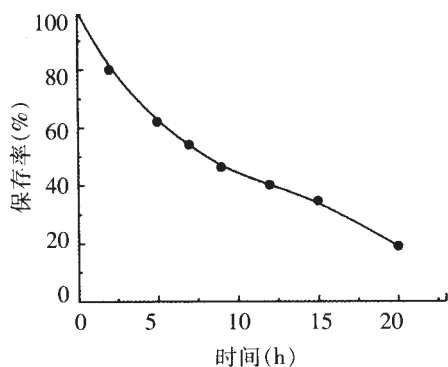


图4 日光照射对红曲色素稳定性的影响

2.2.3 加热温度对红曲色素稳定性的影响 图5的

结果表明,加热温度对红曲色素稳定性的影响不大,100℃加热 30min 红曲色素的保存率还在 96%以上,但也可以明显地看出,温度越高,红曲色素的稳定性越差。

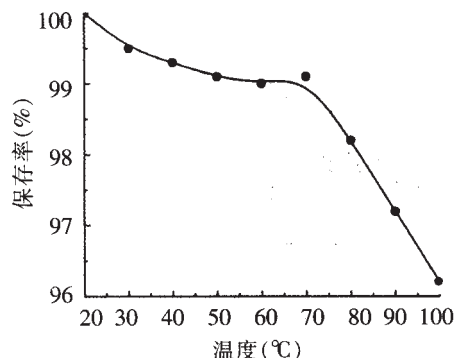


图5 温度对红曲色素稳定性的影响

2.2.4 加热时间对红曲色素稳定性的影响 图6 的结果表明,加热时间对红曲色素稳定性的影响较小,80℃条件下加热 5h,红曲色素的保存率还在 92%以上,但加热时间越长,红曲色素的损失越大。

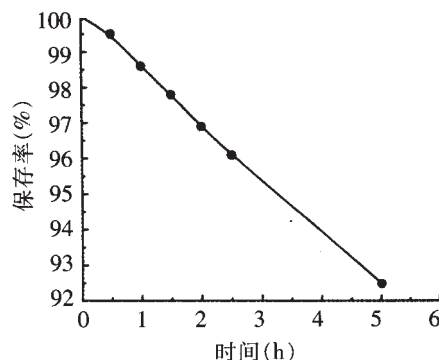


图6 加热时间对红曲色素稳定性的影响

2.2.5 金属离子对红曲色素稳定性的影响 图7 结果表明,Zn²⁺、Cu²⁺、Na⁺对红曲色素稳定性的影响不大,但离子浓度越高,其影响程度也越大,三种离子对红曲色素稳定性影响的程度依次为 Na⁺>Zn²⁺>Cu²⁺。表5 的结果表明,Fe³⁺对红曲色素稳定性的影响较大,并使溶液产生浑浊,Fe³⁺浓度越高,浑浊现象越严重。

2.2.6 空气对红曲色素稳定性的影响 表6 的结果表明,空气对红曲色素稳定性的影响较大,曝露空气

表4 pH对红曲色素稳定性的影响

pH	1.98	2.97	4.03	5.00	6.07	6.62	7.04	7.94	8.90
吸光度 415nm	1.694	1.658	1.662	1.642	1.633	1.632	1.608	1.590	1.641
515nm	1.512	1.543	1.538	1.535	1.532	1.533	1.538	1.508	1.537

表5 Fe³⁺对红曲色素稳定性的影响

Fe ³⁺ 浓度(mg/kg)	0	10	20	30	40	50	60	70	80
初始吸光度					1.514				
末吸光度	1.511	1.429	1.420	1.385	浑浊	浑浊	浑浊	浑浊	浑浊
保存率(%)	99.8	94.4	93.8	91.5					

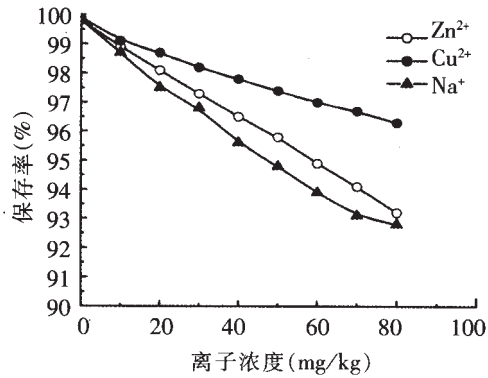


图7 金属离子对红曲色素稳定性的影响

存放 6d, 色素的保存率只有 91.6%。

表6 空气对红曲色素稳定性的影响

存放条件	密封存放	曝露空气存放(d)		
		2	4	6
初始吸光度		1.514		
末吸光度	1.514	1.452	1.411	1.387
保存率(%)	100	95.9	93.2	91.6

3 结论

3.1 红曲色素是醇溶性色素,乙醇是最佳萃取剂,最佳的提取工艺条件为溶剂 80%乙醇,温度 80℃,时间 30min, pH4, 萃取次数 2 次。在此条件下的提取得率为 12.25%, 已满足了生产上的要求。该方法操作简

单,投资少,具有实用价值。

3.2 红曲色素的色调 pH 稳定范围为 pH5.00~7.00, 过酸或碱性条件下,其色调都有所变化,因此,红曲色素适宜在偏酸性或中性食品和饮料中应用。

3.3 加热对红曲色素稳定性的影响不大,但随温度升高和受热时间的延长,红曲色素的稳定性逐渐下降,要尽量避免长时间高温受热。

3.4 红曲色素受室内自然光的影响较小,但在室外自然光的照射下失色严重,应尽量避免直射光照射。

3.5 Fe³⁺对红曲色素的稳定性影响较大,其它金属离子的影响较小,应避免使其接触 Fe³⁺或铁制品。

3.6 空气对红曲色素稳定性的影响较大,其产品最好采用真空包装。

参考文献:

- [1] 谢珍珍,傅月华,黄璠.红曲色素提取的研究[J].中国粮油学报,1995(3):29~31.
- [2] 谢珍珍,李建英.红曲色素稳定性的研究[J].食品科学,1994(7):15~17.
- [3] 吕心泉,高巍,沈爱光.红曲色素提取工艺条件探索[J].食品工业科技,1995(2):53~57.
- [4] 赖建平,罗军,古卓鑫.红曲色素稳定性探讨[J].广州大学学报,1999(4):56~60.

(上接第 123 页)

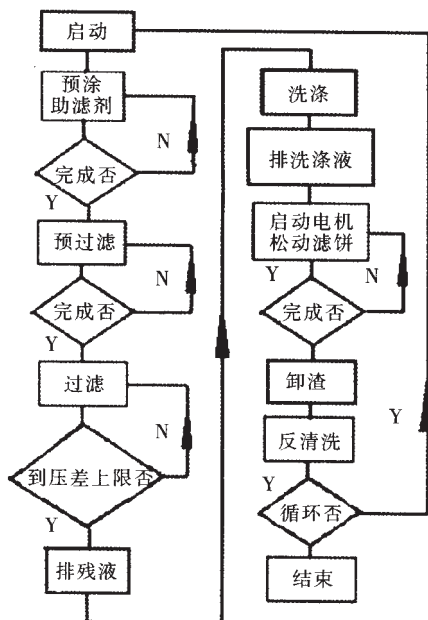


图6 控制流程图

和控制室操作,现场操作优先。

5 结语

离心卸料圆盘过滤机具有以下的特点:选用席

型网,有良好的过滤性能,而且强度高,不易破损,可以方便地建立和保持预涂层,很好地澄清滤液;密闭加压过滤,隔绝空气,不污染,无菌,过滤后固相分布均匀;用可编程序控制器对其进行控制,自动离心力卸渣,自动清洗滤网。可实现自动化远距离操作和手动操作;由于硅藻土助滤剂能吸附大量蛋白质等胶体颗粒,从而改变了啤酒的非生物稳定性,相当混浊的啤酒也可一次澄清;占地面积小,过滤面积大,设备结构紧凑;离心卸料圆盘过滤机具有良好的工作性能,不仅可用于啤酒的过滤,还可进行其它饮料和粘度大、有毒等化工物料的过滤。

参考文献:

- [1] L 斯瓦罗夫斯基.固液分离(第二版)[M].北京:化学工业出版社,1990.
- [2] 徐同兴,等.啤酒生产[M].上海:科学普及出版社,1988.
- [3] 丁启圣,等.新型实用过滤技术[M].北京:冶金工业出版社,2000.
- [4] 廖常初,等.可编程序控制器的应用技术[M].重庆:重庆大学出版社,1994.
- [5] FX 系列编程手册[Z].三菱电机.