

文章编号:1009-4881(2001)03-0019-03

红曲色素提取条件的实验研究

陈运中

(武汉工业学院 食品科学与工程系,湖北 武汉 430023)

摘要:研究了以乙醇为溶剂,红曲米为原料,提取红曲色素的工艺条件。通过正交实验,结果表明:最佳工艺条件是乙醇浓度 70%,提取温度 60℃,提取时间 2 h,红曲颗粒 80 目。并以此为基础建立了三级逆流提取的工艺路线,得到稳定性好的粉末细曲色素,其色价达 10 000 u/g。

关键词:红曲米;红曲色素;提取条件

中图分类号:TS 261.12 **文献标识码:**A

近年来,由于人工合成色素的安全性问题,一些人工合成色素的应用受到限制,世界上许多国家法律规定禁止使用某些人工合成色素,因此,开发和利用安全无毒的天然色素日益受到全世界的重视。但是大多数天然色素稳定性、着色力较差,而红曲色素是红曲霉的次级代谢产物,红曲色素稳定性好(研究报告另文报道),着色力强,红曲米及红曲色素在我国生产和使用已有 1 000 多年历史,安全无毒,现代科学研究表明,红曲米及红曲色素具有降低血清胆固醇等生理保健功能,所以红曲米及红曲色素的研究已成为国际研究热点。本课题对红曲菌种筛选、红曲发酵、红曲色素的提取工艺和红曲色素稳定性及应用进行了研究。本文仅对红曲色素提取工艺条件的研究结果进行报道。

1 材料与仪器设备

1.1 实验材料 红曲米,本课题组发酵制备;乙醇,95%,化学纯。

1.2 主要仪器、设备 分析天平、恒温水浴、索氏抽提器、旋转蒸发器、循环电动水泵、721 分光光度计、真空干燥机、粉碎机、样品筛、玻璃仪器若干。

2 实验方法与结果

2.1 提取液色价测定 取 0.2~1 ml 提液用 70%乙醇定容至 100 ml,以 70%乙醇作空白,在 505 nm 下测吸光度,使吸光度值在 0.2~0.8 范围内,将测

得的吸光度值乘以稀释倍数,即为提取液的总色价。

2.2 粉末色素色价测定 称取样品 0.05 g(精确到 0.002 g)于 50 ml 烧杯中,用 70%乙醇溶液溶解,然后移入 100 ml 容量瓶稀释至刻度,振摇 30 min,静置取 1.0 ml 该溶液,加 70%乙醇溶液 9 ml 并混匀,用 70%乙醇溶液作空白,用 1 cm 比色器皿在 505 nm 处测吸光度,吸光度值乘以 1 000,除以样品质量,即得到成品色价(u/g)。

2.3 溶剂筛选实验 分别用乙醇、甲醇、丙酮、水(pH=6 左右)、4%醋酸溶液、1% NaOH 溶液作溶剂进行提取对比实验,其结果表明,乙醇、甲醇提取效果好,其他 4 种溶剂效果均较差。考虑甲醇有一定毒性,故选定乙醇为溶剂提取红曲色素。

2.4 提取条件正交实验 热稳定性实验表明,红曲色素设定在 60℃ 以下长时间加热稳定性很好,故提取温度设放在 60℃ 以下。固定物料溶剂比、影响红曲色素提取效果的因素主要是红曲颗粒度(目)、乙醇浓度、提取时间、提取温度。以提取液总色价来作为提取率的指标,选用 $L_9(3^4)$ 正交实验安排实验。各因素水平见表 1。

将干燥的红曲米粉碎过筛,称取 1.0 g 一定粒度(分别为 40 目,60 目,80 目)的红曲粉末,加入 50 ml 一定浓度的乙醇,按表 2 的条件在规定温度的恒温水浴中振荡提取至规定时间,过滤取清液按 2.1 的方法测定提取液的总色价。实验结果见表 2。

收稿日期:2001-07-01

基金项目:科技部农业产业化工程项目(99-022-02-03)。

作者简介:陈运中(1962-),男,湖北省郧县人,副教授。

表1 正交实验 $L_9(3^4)$ 因素水平表

因素	水平		
	1	2	3
乙醇浓度/ %	30	60	90
浸提时间/ h	2	6	10
浸提温度/	20	40	60
颗粒粒度/ 目	40	60	80

2.5 正交实验结果分析与讨论

2.5.1 用 K_1, K_2, K_3 分别表示各因素列的第1、第2、第3水平所对应的指标(色价)的和,结果见表2。

2.5.2 用 k_1, k_2, k_3 分别表示各因素列的第1、第2、第3水平下的平均指标,其结果见表2。

2.5.3 用 k_1, k_2, k_3 中最大值减最小值分别得到各因素的极差 R , $R_A = 323$ 最大, $R_B = 73$ 最小,见表2所示。因此各因素的主次顺序为:

主 ————— 次
A D C B

表2 红曲色素提取条件正交实验方案及结果

项目		A	B	C	D	指标色价 / (u/g)
		乙醇浓度 / %	浸提时间 / h	浸提温度 /	颗粒粒度 / 目	
1		30	2	20	40	370
2		30	6	40	60	510
3		30	10	60	80	590
4		60	2	40	80	700
5		60	6	60	40	800
6		60	10	20	60	750
7		90	2	60	60	900
8		90	6	20	80	690
9		90	10	40	40	850
指标之和	K_1	1470	1970	1810	2030	总和 6160
	K_2	2250	2000	2060	2160	
	K_3	2440	2190	2290	2380	
平均值	k_1	490	657	603	677	平均值之和 2053
	k_2	750	667	687	720	
	k_3	813	730	763	763	
极差 R	323	73	157	116		
较好水平	A(90)	B(10)	C(60)	D(80)		
因素主次序	1	4	2	3		

2.5.4 以各因素的水平为横座标,各水平的平均值为纵座标作因素与指标(色价)关系图,如图1所示,很直观的表明,A因素,即乙醇浓度是影响红曲色素

提取率的主要因素。

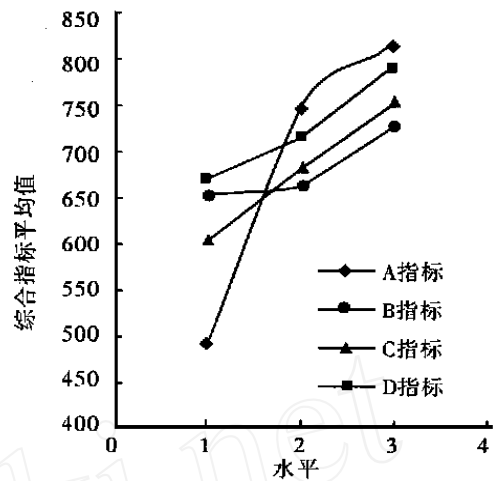


图1 各因素的指标随水平变化的波动情况关系图

2.5.5 最优水平组合选择:以上分析结果表明,乙醇浓度是影响红曲色素提取率的最主要因素,提取时间的影响可忽略不计,从缩短生产周期,减小生产设备体积考虑,提取时间选取最小水平,即 $B_1(2\text{ h})$,故以乙醇为溶剂,提取红曲色素的工艺条件最优水平组合应该为 $A_3B_1C_3D_3$,即乙醇浓度 90%,浸提温度 60,红曲颗粒 80 目,提取时间 2 h。但是,由于本实验设计中乙醇浓度级差较大(30%),为了工业化生产中降低乙醇消耗量、降低酒精回收装置的技术要求,对乙醇浓度进行单因素实验,其它条件不变,乙醇浓度分别为 60%、70%、80%和 90%进行验证实验。

2.5.6 验证实验及结果:称取 1.0 g 80 目红曲分粉末 4 份,分别加 50 ml 60%、70%、80%、90%的乙醇溶液,恒温水浴 60,提取 2 h,按 2.1 方法测提取液色价,结果见表 3。以乙醇浓度为横座标,以提取液色价为纵座标得图 2。由图 2 可以看出 70%乙醇提取液色价最高,再增加乙醇浓度,色价略有下降。故可以得出结论,以乙醇为溶剂,提取红曲色素的最佳工艺条件是 70%乙醇,红曲粉末颗粒 80 目,60 提取 2 h。

表3 乙醇浓度对红曲色素提取率实验结果

乙醇浓度/ %	色价/ (u/g)
60	760
70	870
80	860
90	840

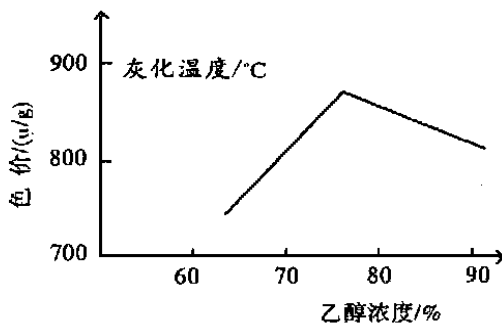


图 2 乙醇浓度与提取率关系

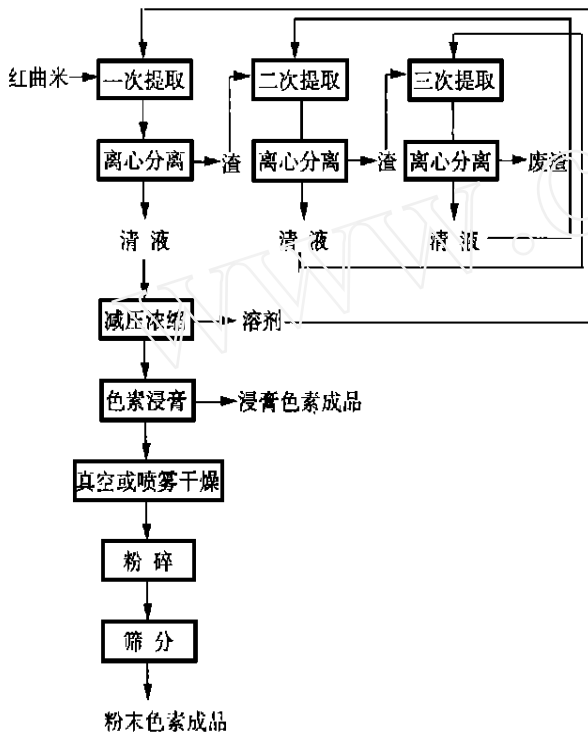


图 3 红曲色素逆流提取工艺流程示意图

3 红曲色素多级逆流提取工艺

在正交实验的基础上,经反复实验确定了三级

逆流提取红曲色素的工艺:70%乙醇、红曲粉末 80 目,60 逆流三级提取,提取液减压浓缩,得色素浸膏,真空干燥得固体色素,经粉碎得粉末状红曲色素,按 2.2 的方法测定粉末红曲色素色价达 10 000 u/g。工艺流程如图 3 所示。

4 结论

4.1 在以红曲米为原料,乙醇为溶剂,料液比 1:50 条件下,红曲色素提取最佳工艺条件是红曲颗粒 80 目,乙醇浓度 70%,提取温度 60℃,提取时间 2 h。

4.2 三级逆流提取红曲色素的工艺合理,乙醇可循环使用,乙醇消耗量小,色素得率高。

参考文献:

- [1] 毛宁,陈松生等.红曲霉产生的生理活性物质的研究[J].福建师范大学学报,1994(10):80.
- [2] 刘毅,宁正祥.红曲霉发酵产物的保健作用及应用[J].食品工业科技,1999(2).
- [3] 包启安.红曲的生理机能[J].中国酿造,1996(2).
- [4] 章克.红曲霉及红曲色素[J].中国调味品,1989(2).
- [5] (日)远藤章.关于红曲和红曲霉的历史和最近动向[J].四川食品与机械,1994(4).
- [6] 方圆祥,刘清荣.红曲的色素分析方法探讨.
- [7] 甘纯玢,黄明真.红曲色素提取条件及结构表征[J].天然产物研究与开发,1997(6).
- [8] Kimura K, Komagata D, Murakawa S, et al. Biosynthesis of Monacolins: Conversion of Monacolin J to Monacolin K (Mevinolin) [J]. J Antibiot, 1990, 43(12):1621.

STUDY ON EXTRACTING CONDITION OF MONASCUS COLOR

CHEN Yun-zhong

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

Abstract: The Monascus color was extracted from the red Koji rice by taking alcohol as the solvent, and the effect of extracting conditions on extraction rate was studied in this paper. The results showed that the optimum extracting conditions were: the concentration of alcohol 70%, red Koji rice grain 80 mesh, extracting temperature 60℃, and extracting time 2 hours, under the 5 to 1 ratio of alcohol liquid to the red Koji rice. Based on this three-grade countercurrent extracting technology was established.

Key word: red Koji rice; monascus color; extracting condition