

连翘花黄色素的提取及其对光热稳定性的研究

盛 锋 付 蕾 李长城 苏秀荣 高吉刚

(山东农业大学理学院化学系,泰安,271018)

摘 要 研究了连翘花中黄色素的提取方法,并对色素溶液在光照及加热等条件下的稳定性进行了初步研究。结果表明:该黄色素易溶于乙醇、乙醚、乙酸乙酯等有机溶剂。当选用乙醇为溶剂时,色素提取的最佳条件为:在70℃、用1g干花加100mL体积分数为95%的乙醇的料液比浸提3次、每次浸提2h,可将色素基本提取完全。该色素对强光的稳定性很差,而对弱光及热有较好的稳定性。不同波长的光对色素稳定性的影响也不相同。

关键词 连翘花,色素,稳定性,吸光度

连翘(*Forsythia suspensa* Thunb. Vahl)别名连壳、黄花条、黄链条花,是木犀科连翘属植物,其果实是一种使用广泛的传统中药^[1]。连翘为落叶灌木,在我国分布很广,多生长于山坡涧边,花园庭院亦有栽培,每年3~4月份开花^[2],花期长、花量大,花色鲜黄且长久不褪,是一种资源丰富的黄色食用色素源。为更好地开发利用这一自然资源,本文对连翘花色素的提取方法及其对光和热的稳定性进行了较为系统地研究^[3~5]。

1 材料与方 法

1.1 实验材料

摘取盛花期后的连翘花,去除枝、叶等杂质,晒干,密封于塑料瓶中,冷藏备用。

1.2 试剂与仪器

1.2.1 试 剂

体积分数95%乙醇、无水乙醚、乙酸乙酯、正丁醇、正己烷、丙酮、四氯化碳等试剂均为分析纯,所用水均为去离子水。

1.2.2 仪 器

UV-1601PC紫外可见分光光度计(日本岛津产);722型光栅分光光度计;电子天平;恒温水浴锅;磨口具塞锥形瓶;比色管等。

1.3 实验方法

1.3.1 提取实验

称取0.2g干连翘花样品于干燥洁净的磨口具塞锥形瓶中,准确加入20.0mL体积分数为95%的乙醇,并经常振荡,在各种实验条件下进行浸提,然后移取浸提液2.0mL,滤入25.0mL比色管中,以少量乙醇洗涤滤纸至无色,冷却至室温,再用乙醇定容至10.0mL。以体积分数95%乙醇为参比,在442nm波长下,用722型光栅分光光度计,1cm比色杯测定各提取液的吸光度(A)值。

1.3.2 稳定性测定方法

取一定量色素乙醇溶液用体积分数95%乙醇适当稀释,制成色素实验液。取色素实验液密封于干燥洁净的25mL比色管中,在各种条件下进行实验,并按1.3.1中所述的方法测定吸光度值。

2 结果与讨论

2.1 提取条件的选择

2.1.1 提取溶剂的选择

取等量的少许干花样品,分别置于具塞刻度试管中,向各试管中分别移入5.0mL溶剂,盖好瓶塞,浸提30min,观察浸提液的颜色差异,结果如表1所示。

由表1可见,体积分数95%乙醇、乙醚、乙酸乙酯及正己烷等溶剂的浸溶效果均很好,综合各溶剂的稳定性、挥发性、毒性及经

第一作者:学士,讲师。

收稿时间:2001-08-13,改回时间:2001-11-10

济等方面的因素,本实验选取体积分数为 95%乙醇为连翘花黄色素的提取溶剂。

表 1 室温下不同溶剂的浸提结果

溶 剂	水	体积分数 95%乙醇	乙 醚	乙酸乙酯	四氯化碳	正丁醇	正己烷	丙 酮
结 果	+	+++	+++	+++	+	++	+++	++
颜 色	浅黄	黄	黄	黄	浅黄	黄	黄	黄

注: +, 微溶; ++, 较易溶; +++, 易溶。

2.1.2 吸收光谱的测定

取少量色素的乙醇溶液进行适当稀释, 于 UV-1601PC 型可见紫外分光光度计上测定其吸收光谱, 结果如图 1 所示。

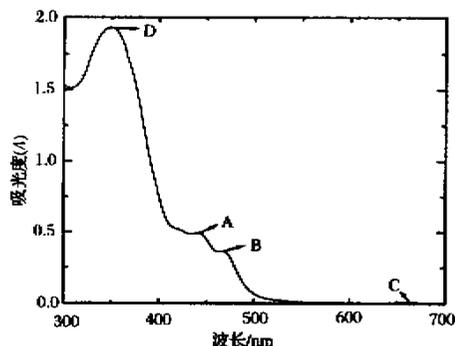


图 1 连翘花黄色素的吸收光谱

由图 1 可见, 该色素在可见光区内有 2 个较强的吸收峰, 一个在 442 nm 附近(A), 一个在 467 nm 附近(B), 此外, 在 667 nm 附近有一个很小的吸收峰(C)。在紫外光区内 350 nm 附近有一个强吸收峰(D)。可见光区内的最大吸收波长为 $\lambda_{\max} = 442 \text{ nm}$ 。

2.1.3 提取温度的选择

将装有样品和溶剂的锥形瓶置于不同温度的水浴中, 加热浸提 2 h 后测其吸光度, 每个温度平行 2 份, 取 2 份结果的平均值, 列入表 2。

表 2 不同浸提温度提取液的吸光度(2 h)

温度/℃	40	50	60	70
A	0.130	0.251	0.606	0.752

由表 2 可见, 温度越高, 色素的浸提速度越快。但根据乙醇的性质, 为防止其大量挥发, 以选取 70℃ 浸提较为适宜。

2.1.4 提取时间的选择

将装有样品和溶剂的锥形瓶在 70℃ 水浴中浸提一定时间后测定吸光度, 结果如表 3

所示。

表 3 不同浸提时间浸提液的吸光度(70℃)

时间/h	0.5	1	2	3	4
A	0.499	0.552	0.752	0.850	0.902
变化量 (ΔA)	-	0.053	0.200	0.098	0.052

由表 3 可见, 浸提时间越长, 溶液的吸光度越大, 说明延长浸提时间可以提高色素的提取率。但从不同时间间隔中吸光度的变化量(ΔA)来看, 2 h 后, 随着时间的增长, 提取速率迅速下降。为获得较好的提取效率, 浸提时间以每次 2 h 为宜。

2.1.5 浸提次数的选择

取装有样品和溶剂的锥形瓶, 于 70℃ 水浴中浸提 2 h 后, 立即移取 2.0 mL, 将其余溶液迅速倒出并控干锥形瓶内的溶液, 再向其加入 20.0 mL 体积分数 95%乙醇, 如此浸提 4 次, 每次均为 2 h, 然后测定吸光度, 结果如表 4 所示。

表 4 不同浸提次数提取液的吸光度(70℃)

次 数	1	2	3	4
A	0.752	0.364	0.120	0.044

由表 4 数据可见, 浸提 3 次即可将色素基本提取完全。外观上看, 第 3 次浸提液颜色已很浅, 而第 4 次浸提液则接近无色。

2.1.6 浸提料液比的选择

称取 0.20g 连翘花样品 5 份于 5 个磨口具塞锥形瓶中, 分别加入不同体积的体积分数为 95%的乙醇, 在 70℃ 水浴中浸提 2 h, 测其吸光度, 结果如表 5 所示。

表 5 不同料液比浸提的结果(70℃)

V/mL	5.0	10.0	15.0	20.0	25.0
A	1.344	0.976	0.829	0.752	0.518
A × V	6.72	9.76	12.44	15.04	12.95

由表 5 可见, 同样浸提条件下, 随着溶剂量的增加, 浸提液的浓度逐渐下降, 但色素的

总浸出量(即用吸光度 A 代表色素的浓度, $A \times V$ 即为在 V 体积体积分数 95% 乙醇溶液中所能浸出黄色素的总量)却在料液比为每克干花加 100 mL 体积分数为 95% 乙醇(表 5 中体积为 20.0 mL)时达到最大值,故选择浸提的料液比为每克干花加 100 mL 体积分数为 95% 乙醇。

2.2 连翘花黄色素的稳定性

表 6 强日光照对色素稳定性的影响

时间/h	0	1	2	3	4	5	6	7	8	分解率/%
A(a)	0.624	0.518	0.453	0.409	0.370	0.325	0.293	0.267	0.259	58.5
A(b)	0.624	0.482	0.368	0.306	0.263	0.236	0.220	0.207	0.202	67.6
A(c)	0.624	0.539	0.496	0.458	0.428	0.404	0.382	0.364	0.355	43.1
$E \times 10^4/lx$	6.2	9.0	9.0	9.0	9.0	7.5	6.2	5.3	3.2	-

注 表 6 中分解率 $= [(A_0 - A_8) / A_0] \times 100\%$; 式中 A_0 为 0 h 时色素的吸光度值, A_8 为 8 h 时色素的吸光度值。

从表 6 可看出,在同样日光照射下,以隔水照射时色素分解最快,这是由于水吸热使环境温度升高所致;而隔绿色塑料瓶照射时分解最慢,说明绿色光对色素分解的影响小于白光,即不同波长的光对该色素稳定性的影响有明显不同。从外观上看,隔绿色瓶照射后的色素液颜色与对照差别很小,而隔水照射的色素液则几乎为无色。

2.2.1.2 室内自然光的影响

取装有色素溶液的比色管,置于室内自

表 7 室内自然光对色素稳定性的影响

时间/周	0	1	2	3	4	5	6	7
A	0.551	0.550	0.493	0.428	0.401	0.358	0.327	0.304

表 8 避光保存对色素稳定性的影响

时间/周	0	1	2	3	4	5	6	7
A	0.624	0.625	0.592	0.565	0.549	0.525	0.533	0.514

由表 8 可见,在避光保存过程中色素分解很慢,经过 7 周,分解率仅为 17.6%。此时色素溶液与原溶液的颜色几乎无差别。但因为室温不恒定,这一分解速率无明显的规律性。

2.2.1.4 紫外光照射的影响

取装有色素溶液的比色管,在暗箱中分别置于 6W 的 254 nm 和 365 nm 紫外灯下照射,距离 13 cm,每隔一定时间测定一次吸光

2.2.1 光稳定性的测定

2.2.1.1 强光照射时稳定性的测定

取 3 支装有色素溶液的比色管,一支(a)直接置于强阳光下曝晒;一支(b)置于装有清水的透明饮料瓶中(用水吸收红外线)曝晒;一支(c)置于绿色饮料瓶中曝晒;每小时测定一次吸光度,同时用照度计测定光照度(E)值。结果如表 6 所示。

然光下,每周测定一次吸光度。室内平均光照度为 350~720 lx。结果如表 7 所示。

由表 7 的数据可见,在自然光下放置时,色素逐渐分解,但速率较慢,放置 7 周后的分解率为 44.8%,且其颜色与原溶液差别不大。说明色素在弱光下具有较好的稳定性。

2.2.1.3 避光保存时的稳定性

将装有色素溶液的比色管,放置于暗箱中,每周测定一次吸光度,结果如表 8 所示。

度。结果发现,用 254 nm 紫外光连续照射 48 h,吸光度未见变化,说明 254 nm 紫外光对该色素的稳定性基本无影响。365 nm 紫外光照射的结果如表 9 所示。

表 9 365 nm 紫外光照射对色素稳定性的影响

时间/h	0	4	8	24	48
A	0.493	0.486	0.477	0.465	0.456

由表 9 可看出,在 365 nm 紫外光的照射下,色素溶液逐渐分解,虽然由于紫外灯的功率太小,光照能量不足,使色素的分解并不明

显。但经过 48 h 的连续照射,色素分解率仍达 7.5%,说明 365 nm 紫外光对色素的稳定性有较大的影响,而且不同波长的光对色素稳定性的影响不同。

2.2.2 热稳定性的影响

2.2.2.1 避光加热温度的影响

将色素溶液密封于安瓿瓶中,在不同温度的水浴中,避光加热 24 h,取出冷却至室温,测其吸光度,结果如表 10 所示。

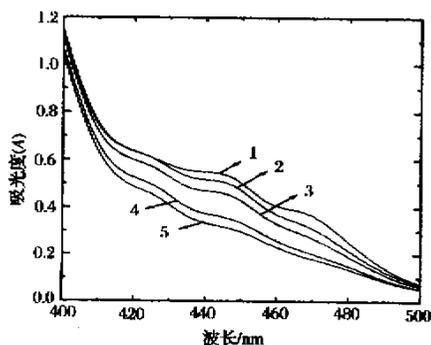
表 10 不同加热温度对色素稳定性的影响

温度/℃	对照	40	50	60	70
A	0.545	0.569	0.515	0.492	0.465

从表 10 可见,在 40℃ 时避光加热 24 h,色素的吸光度略有增大,但在其余 3 个温度条件下加热 24 h,色素的吸光度均有不同程度的减小,而且温度越高,减小得越多。但总体上说该色素对热较稳定。外观上看,各色素溶液经 24 h 的加热后与对照均无明显差别。

2.2.2.2 避光加热时间的影响

取密封有色素溶液的安瓿瓶,避光置于 70℃ 水浴中,每隔一定时间取出一支,冷却至室温后测其吸收光谱,结果如图 2 所示。



1-对照;2-8h;3-1d;4-5d;5-10d

图 2 加热时间对色素稳定性的影响

由图 2 可见,随着加热时间的增长,色素溶液的吸光度逐渐减小,经过 10 d 避光加热,该色素溶液在可见光区内的吸收峰几乎完全消失,说明该色素在高温下较易分解。但在热的作用下其最大吸收波长未发生移动。

2.2.2.3 光热协同作用的影响

取装有色素溶液的比色管,在日光直射条件下置于 70℃ 透明水浴中,每小时测定一次吸光度,同时测定光照度(E)值,结果如表 11 所示。

表 11 光热协同作用对色素稳定性的影响(70℃)

时间/h	0	1	2	3	4	5
A	0.620	0.513	0.463	0.427	0.393	0.370
$E \times 10^4 / \text{lx}$	6.8	9.0	10.0	10.0	9.6	7.4

由表 11 可看出,在强光和热的共同作用下,色素的分解明显加快,在上述实验条件下,经过 5 h 的作用,色素的分解率已达 40.3%。

3 结 论

(1)由色素提取实验可知,连翘花中含有丰富的黄色素,该色素易溶于有机溶剂,用乙醇易于提取,条件温和,提取速率快,提取率高。提取的最佳条件是:在 70℃、用每克干花加 100 mL 体积分数为 95% 的乙醇的料液比浸提 3 次,每次 2 h。

(2)由色素对光的稳定性实验可知,不同波长的光对该色素稳定性的影响不同,色素在绿光下比在白光下稳定,而在 365 nm 的紫外光下比在 254 nm 的紫外光下易于分解。

(3)由色素对光和热的稳定性实验可知,该色素对强光及强光与热共同作用的稳定性很差,而在弱光和较低温度下有较好的稳定性。因此,该色素应尽量避光保存和使用。

由于连翘花资源丰富,色素含量高,易于提取并有较好的稳定性,因而连翘花黄色素是一种极具开发潜力的食用色素。

参 考 文 献

- 1 谢宗万. 全国中草药汇编(上册)(第 2 版). 北京:人民卫生出版社,1996.429~430
- 2 陈汉斌,郑亦律,李法曾. 山东植物志(下卷). 青岛:青岛出版社,1997.904~905
- 3 蔡俊,邱雁临,谈小兰等. 食品与发酵工业,2000,26(2):50~52
- 4 徐雅琴,于泽源,邵铁华. 食品与发酵工业,2000,26(4):13~16
- 5 孟洁,杭瑚. 食品与发酵工业,2000,26(5):28~32

Study on the Extraction and Stability to Light and Heat of Yellow *Forsythia* Flower

Sheng Feng Fu Lei Li Changcheng Su Xiurong Gao Jigang

(Department of Chemistry, College of Science, Shandong Agricultural University, Taian, 271018)

ABSTRACT This paper studied the extraction method of the yellow pigment from *Forsythia* flower and its stability to light and heat. The results showed that the yellow pigment is miscible in organic solvents of ethyl alcohol, ether and ethyl acetate etc. When selecting the ethyl alcohol, the optimum conditions of extraction are 70°C, sample:solvent (1:100), extracting three times (2h for each time). This yellow pigment is stable to weak light and heat, however, it is very sensitive to strong light. The effects of different wavelengths for pigment stability are not the same.

Key words *Forsythia* flower, pigment, stability, absorbance

2001 年我国分地区饮料主要产品产量

地区	软饮料 /t	碳酸饮料 /t	果汁及果汁 饮料/t	瓶(罐)装饮 用水/t	地区	软饮料 /t	碳酸饮料 /t	果汁及果汁 饮料/t	瓶(罐)装饮 用水/t
全 国	16 692 105	5 367 274	1 460 520	6 784 268	河 南	300 924	62 826	59 807	74 858
北 京	783 295	387 010	192 430	195 141	湖 北	750 074	173 172	0	308 187
天 津	510 688	284 125	4 040	44 147	湖 南	163 593	2 669	3 543	119 559
河 北	926 319	580 986	9 652	222 419	广 东	3 316 348	822 579	441 760	1 577 420
山 西	89 803	49 210	36 670	2 147	广 西	240 155	41 632	2 042	53 018
内 蒙 古	32 503	797	90	22 904	海 南	254 759	75 793	37 221	136 313
辽 宁	568 452	235 582	12 247	207 269	重 庆	311 999	57 159	50 344	51 717
吉 林	289 957	145 596	4 878	139 483	四 川	456 898	76 843	3 492	171 677
黑 龙 江	124 885	51 349	635	54 816	贵 州	31 798	1 070	4 198	7 586
上 海	1 555 635	716 768	58 074	675 565	云 南	46 502	1 374	3 738	21 302
江 苏	987 755	275 023	144 088	229 442	西 藏	3 904	10	0	3 894
浙 江	3 418 534	812 135	31 656	2 018 600	陕 西	206 068	65 111	76 908	58 027
安 徽	136 318	30 905	265	85 001	甘 肃	8 464	1 628	5 293	1 544
福 建	460 871	161 155	126 076	56 902	青 海	11 577	0	1 797	9 780
江 西	117 917	28 135	21 794	52 637	宁 夏	780	0	0	0
山 东	529 004	226 632	121 523	145 046	新 疆	56 327	0	6 259	37 868

诺维信酶制剂 2001 年销售预计增长

在 2001 年 1~9 月份的销售和营业收入分别上升 4% 和 10% 后,诺维信公司预计 2001 年全年的销售额将增长 5% 和营业利润增加 10%。

2001 年的头 3 个季度,占诺维信公司销售 42% 的洗涤剂用酶销售额下降 9%,为 2.19 亿欧元(1.98 亿美元),但这一销售下滑被食品和饲料用酶销售增长所抵销。

食品用酶销售额上升 15%,达 1.36 亿欧元。饲料用酶的销售部分由于欧盟禁止在动物饲料中使用肉粉和骨粉而增长 44%,达到 4 100 万欧元。