

黑果枸杞色素的提取工艺研究

吐尔逊^{1,2}, 王选东², 李婷²

(1. 新疆生产建设兵团塔里木大学畜牧科技重点实验室, 新疆阿拉尔843300; 2. 塔里木大学动物科技学院, 新疆阿拉尔843300)

摘要 选用75%乙醇作提取溶剂, 采用正交设计试验, 研究提取温度、提取时间和料液比对黑果枸杞色素提取条件的影响。结果表明, 黑果枸杞色素提取的优化工艺条件为温度60℃, 时间30 min, 料液比1:20。该条件下色素粗品得率为65.62%。

关键词 黑果枸杞; 色素; 提取工艺

中图分类号 Q949.777.7 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)04-01111-02

Study on the Extracting Technology of Pigment of *Lycium ruthenicum* Murr

TU Er-xun et al

(Key Laboratory of Taim Animal Husbandry Science & Technology, Xinjiang Production & Construction Group, Alar, Xinjiang 843300)

Abstract Selected 75% ethyl alcohol as the extraction solvent, the effects of extraction temperature, time and material-solution ratio to extraction conditions were investigated by orthogonal design experiment. The result indicated that the optimal extraction condition of *Lycium ruthenicum* murr pigment was temperature of 60℃, time of 30 min, material-solution ratio of 1:20, the productivity of crude pigment was 65.62%.

Key words *Lycium ruthenicum* murr; Pigment; Extraction technology

黑果枸杞(*Lycium ruthenicum* Murr)为茄科枸杞属多年生灌木植物,具棘刺,枝白色或黑白色,叶小肉质,花浅黄色,1~2朵生于短枝上。浆果紫黑色,球状,顶端稍有凹陷,花果期7~9月,藏医以成熟的果实入药^[1]。耐盐、抗旱,多分布于盐碱土荒地、池地或路旁,分布范围较广,对盐渍土壤有很强的适应性。根据《晶珠本草》记载,黑果枸杞味甘、性平,清心热,用于治疗心热病、心脏病、月经不调、停经等病症^[2]。笔者采用正交试验设计选择黑果枸杞色素提取的优化工艺,旨在为黑果枸杞色素的提取及开发提供理论依据。

1 材料与方

1.1 材料 植物材料。供试材料为晒干的黑果枸杞果实(采于新疆阿拉尔市)。试剂。无水乙醇、乙酸乙酯和正丁醇均为分析纯。仪器。旋转蒸发器RE52-A(上海亚荣生化仪器厂)、超声微波协同萃取仪CW2000型(上海新拓微波溶样测试技术有限公司)、电子分析天平OEM(澳豪斯国际贸易有限公司)、电热鼓风干燥箱101-3A(北京光明医疗仪器厂)、循环水式真空泵SHZ-D(巩义市英峪予华仪器厂)等。

1.2 试验方法

1.2.1 提取工艺流程。干燥 粉碎 溶剂浸提 3次过滤 滤液 真空蒸发浓缩 真空干燥 粉末状色素粗品。

1.2.2 提取溶剂的选择^[3]。在电子天平上分别称取0.5g干燥黑果枸杞粉末4份于100 ml的提取瓶中,分别加入95%乙醇、正丁醇、乙酸乙酯、甲醇各20 ml超声提取2次,每次30 min,过滤,用相应溶剂洗涤3次,合并滤液,定容至50 ml。吸取提取液0.5 ml于50 ml容量瓶中,用蒸馏水定容至刻度,摇匀。以蒸馏水为空白参比,于309 nm处测定其吸光度值。

1.2.3 溶剂浓度的选择。称取0.5g干燥黑果枸杞果实粉末9份于100 ml提取瓶中,分别加入无水乙醇、95%乙醇、90%乙醇、85%乙醇、80%乙醇、75%乙醇、70%乙醇、60%乙醇、50%乙醇各20 ml,超声提取2次,每次30 min,过滤,用相应浓度溶剂洗涤3次,合并滤液定容至50 ml。吸取提取液

0.5 ml于50 ml容量瓶中,用蒸馏水定容至刻度,摇匀,以蒸馏水为空白参比,309 nm处测定其吸光度值。

1.2.4 提取条件的考察^[4]。选用75%的乙醇浸提,采用正交设计试验组合,对多因子综合影响因素进行研究。按正交表 $L_9(3^4)$ 对提取温度(℃)、提取时间(min)、料液比(g/ml)进行设计(表1)。

表1 正交试验因素及水平

水平	因素		
	A 温度	B 时间 min	C 料液比 g/ml
1	20	30	1:5
2	40	60	1:10
3	60	90	1:20

根据正交表设计试验,称取干燥黑果枸杞粉末各3g于100 ml提取瓶中,按试验方案(每组3组平行样)加入相应量的75%乙醇溶液,不同温度、不同时间,浸提3次,过滤,合并滤液,减压蒸馏,回收乙醇,所得浓缩液水浴蒸干溶剂,放入真空干燥箱干燥至恒重,称得提取物质量,以提取物质量为考察指标。

2 结果与分析

2.1 不同溶剂的提取效果 由图1可知,95%乙醇提取时效果最好,甲醇次之,再次为正丁醇,而乙酸乙酯提取效果最差。甲醇损害视神经,且用于色素提取时,成本较高,因此采用既安全又经济的乙醇溶液作浸提溶剂。

2.2 不同浓度溶剂的提取效果 由图2可知,用75%乙醇提取时,效果最好,而60%、70%、80%、85%、90%的乙醇提取效果相当。该试验选用提取效果最好的75%乙醇溶液作提取溶剂,既可减少色素中的杂质含量,增加色素纯度,又可使提取液的浓缩和乙醇回收比较容易进行^[5]。

2.3 正交试验结果 该试验各处理重复3次,取其平均值进行数据计算(数据处理采用SPSS软件),按正交设计的各试验号将提取液中色素的试验数据列于表2。

由表3可知,温度A、时间B对提取效果影响不显著($P > 0.05$),料液比C对提取效果影响显著($0.05 > P > 0.01$)。因此对C因素进行多重比较(表4)。

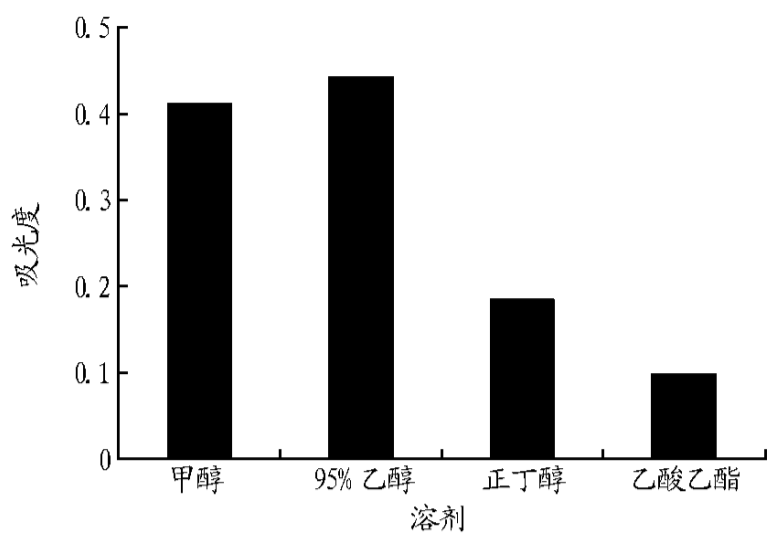


图1 不同溶剂的提取效果

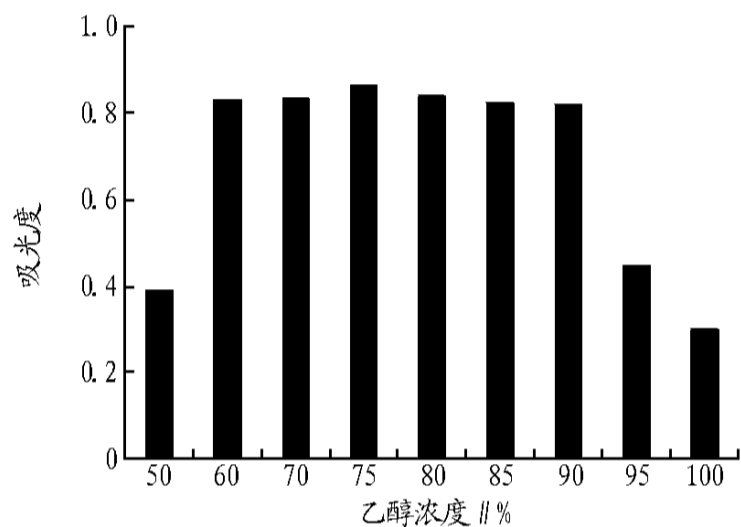


图2 不同浓度乙醇的提取效果

表2 提取条件的正交试验设计及结果

序 号	A 温度	B 时间 min	C 料液比 g/ml	提取物质量 g
1	1	1	1	1.5386 ±0.0177
2	1	2	2	1.7655 ±0.0238
3	1	3	3	1.8846 ±0.0262
4	2	1	2	1.8822 ±0.0243
5	2	2	3	1.8192 ±0.0211
6	2	3	1	1.4357 ±0.0123
7	3	1	3	2.0428 ±0.0428
8	3	2	1	1.5480 ±0.0189
9	3	3	2	1.7361 ±0.0257
T ₁	5.1887	5.4636	4.5223	15.6527
T ₂	5.1371	5.1327	5.3838	
T ₃	5.3269	5.0564	5.7466	
X ₁	1.7296 ±0.1758	1.8212 ±0.2776	1.5074 ±0.0623	1.7392 ±0.1968
X ₂	1.7124 ±0.2417	1.7109 ±0.1436	1.7946 ±0.0773	
X ₃	1.7756 ±0.2498	1.6855 ±0.2287	1.9155 ±0.1150	

注:表中 T₁、T₂、T₃ 分别表示 A、B、C 在每个水平的总和; X₁、X₂、X₃ 分别表示 A、B、C 在每个水平的平均值。

表3 正交试验的方差分析结果

变异来源	SS	df	MS	F 值	显著性测验值
温度 A)	6.421	2	3.210	0.757	0.569
时间 B)	3.124	2	1.562	3.681	0.214
料液比 C)	0.264	2	0.132	31.081	0.031
误差	8.482	2	4.241		
总变异	0.310	8			

表4 表明,料液比 C₃、C₂ 对色素提取效果显著高于 C₁。

其中以料液比 C₃ 进行色素提取效果最佳。由提取效果方差分析结果可以得出,最佳提取工艺条件为 A₃B₁C₃,即以 75% 乙醇作浸提剂,在提取温度 60℃,提取时间 30 min,固液比 1:20 条件下提取黑果枸杞色素最好。

表4 C 因素各水平的多重比较结果

C 因素	平均数 X _i	X _i - 1.5074	X _i - 1.7946
C ₃	1.9155	0.4081**	0.1209
C ₂	1.7946	0.2899**	
C ₁	1.5074		

注:LSD_{0.05} = 0.1309, LSD_{0.01} = 0.1983。* * 表示在 0.01 水平上差异显著。

2.4 最佳提取条件的重复验证 为了考察优化条件的再现性,利用正交试验选出的最佳水平组合进行重复验证试验,结果见表 5。

表5 最佳色素提取条件的重复验证试验结果

试验次数	提取物重 g	提取物重平均值 g
1	1.9653	
2	1.9724	1.9688 ±0.0050

由表 5 可知,在试验确定的最佳提取工艺条件下,进行重复试验获得的提取物重平均值与正交试验最大值接近,说明通过正交试验获得的试验方案可行。

2 次平行试验证明,采用该提取条件,黑果枸杞色素粗品提取率为 65.62%,提取率较高,色素呈紫黑色粉末状固体,色泽鲜艳,光泽度好,溶解性好,既溶于有机溶剂,又溶于水。

3 讨论

黑果枸杞自然资源广泛,易于繁殖,既可入药,也能提取色素,而且其色素含量较高,提取工艺简单,对环境无污染,有望成为化妆品、制药、食品等的着色剂^[1]。李进等研究表明,选用乙醇作提取溶剂,既可以使提取过程安全、无毒,又可以节约提取成本;既可以高效率的提取出黑果枸杞色素,又减少了杂质(糖类、蛋白质等)含量,精简了后续纯化工作;且乙醇提取液黏度小、易过滤、回收方便、不易霉变^[5]。该研究选用 75% 的乙醇作提取溶剂,考察了不同因素对黑果枸杞色素提取的影响。结果表明,黑果枸杞色素提取的最佳工艺条件为提取温度 60℃,提取时间 30 min,固液比 1:20。该条件下色素粗品得率为 65.62%。关于黑果枸杞色素的分离、纯化工作,有待于进一步研究。

参考文献

- [1] 甘青梅, 骆桂法. 藏药黑果枸杞开发利用的研究[J]. 青海科学与技术, 1997(3): 17-19.
- [2] 帝玛尔·丹增彭措. 晶珠本草[M]. 北京: 民族出版社, 1986.
- [3] 陶大勇, 李树伟, 应璐, 等. 沙枣化学成分提取及药敏实验[J]. 中兽医医药杂志, 2005(3): 10-13.
- [4] 明道绪. 生物统计附试验设计[M]. 北京: 中国农业出版社, 2001.
- [5] 李进, 祝长青, 原惠, 等. 黑果枸杞色素最优提取工艺条件研究[J]. 新疆师范大学学报, 2005, 24(1): 62-69.