

大孔吸附树脂浓缩火龙果色素的研究

龚 敏,陈清西*

(厦门大学生命科学学院 细胞生物学和肿瘤细胞工程教育部重点实验室,福建 厦门 361005)

摘要: 探讨了吸附和洗脱火龙果色素的方法和条件. 该色素在 535 nm 处有最大吸收峰. S-8 型大孔吸附树脂对火龙果色素具有较好的吸附能力. 乙醇浓度对树脂上色素的解吸有影响, 当浓度为 40% 时解吸效果最好. 考察了不同进样速度下树脂柱的泄漏和不同的酸浓度对洗脱峰的影响, 结果选择 1.5 mL/min 的进样速度及 0.2% HCl-40% 乙醇溶液为洗脱剂. 经吸附-洗脱循环, 色素液浓缩 17 倍以上, 回收率达 93.4%, 且色素浓缩液具有较好的稳定性.

关键词: 火龙果; 色素; 大孔吸附树脂; 浓缩

中图分类号: TS 202

文献标识码: A

火龙果是近年来引种的经济水果. 其果实、花、茎都含有丰富的营养, 并有许多保健功能. 火龙果 (*Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton & Rose) 果肉鲜红多汁, 含有丰富的色素. 从中提取的天然色素, 可广泛应用于食品加工、化妆品制造业等, 以替代对人体有害的合成色素^[1]. 在现有的提取工艺中, 大孔树脂吸附法^[2,3] 以其耗能少、有机溶剂用量少、吸附量大、吸附速度快、易于解吸附等特性, 近年来发展较快. 本研究对采用何种树脂、洗脱剂组成等一些必要参数进行了探讨, 对火龙果色素的进一步开发利用有一定的理论指导作用.

1 材料和方法

1.1 实验材料

火龙果 (*Hylocereus polyrhizus*) 由厦门大象化纤制线有限公司火龙果基地提供; S-8 型、AB-8 型、NKA-9 型、D3520 型、X-5 型大孔吸附树脂为南开大学化工厂产品; 其它试剂均为国产分析纯试剂. 使用的蒸馏水为玻璃重蒸水.

1.2 实验方法

取新鲜火龙果, 绞碎后加入 2 倍量的蒸馏水浸泡 1 h. 离心去果渣后, 按 1:2 加入无水乙醇沉淀果胶^[4]. 过滤除去果胶, 旋转蒸发回收乙醇, 将色素浓缩液冷冻干燥得到紫色无定形固体, 作为本试验用. 大孔吸附树脂的处理方法参考文献^[3]: 将大孔吸附树脂用无水乙醇充分浸泡, 然后, 依次用水、0.1 mol/L NaCl 和 Na₂CO₃ 溶液冲洗, 最后用蒸馏水洗涤. 取一部分树脂滤去水分, 采用排水法装柱, 柱直径 1.0 cm, 填装的树脂高度为 3.0 cm. 色素的可见光谱图采用蒸馏水将色素稀释至一定浓度, 用 Beckman DU 650 紫外可见分光光度计在 400~600 nm 范围内对色素溶液进行扫描记录. 火龙果色素含量测定采用在 535 nm 处的光密度值, 以自己纯化的干品为参比, 绘制标准曲线进行换算.

2 结果与讨论

2.1 火龙果色素的光谱特征测定

按实验方法获得的火龙果色素, 以蒸馏水配制成色素液, 在 Beckman DU 650 光度计下扫描波长为 400~600 nm 的光密度值, 结果见图 1. 火龙果色素的水溶液在 535 nm 处有特征吸收峰.

称取色素干品 3 份, 分别用蒸馏水、0.2% HCl-40% 乙醇溶液、0.1% HCl-40% 乙醇溶液稀释成浓度梯度, 测定 535 nm 处的光密度值, 绘制火龙果色素的标准曲线. 在 535 nm 处的光密度与浓度成正比关系, 求得在上述 3 种溶液中的消光系数分别为: 0.744、0.554 和 0.567 ($\text{mg}^{-1} \cdot \text{mL} \cdot \text{cm}^{-1}$). 由此说明,

收稿日期: 2004-05-09

基金项目: 教育部跨世纪人才经费和细胞生物学与肿瘤细胞工程教育部重点实验室开放基金资助

作者简介: 龚敏(1982-), 女, 硕士研究生.

* Corresponding author, E-mail: chenqx@xmu.edu.cn

火龙果色素水溶液的消光系数最大。

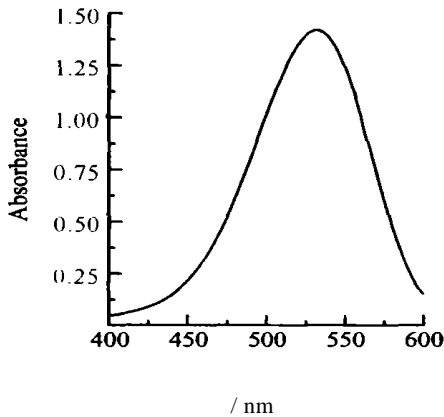


图1 火龙果色素的光谱图

Fig. 1 Spectrum of pigment from red-purple pitaya

2.2 大孔树脂对火龙果色素的吸附作用

以水配制成一定浓度的色素液,各取 200 mL 于 5 个锥形瓶中,分别加入 0.8 g 经预处理的 5 种大孔树脂:S-8、AB-8、NKA-9、D3520、X-5,置于摇床上振荡,转速为 100 r/min,每 30 min 分别从上层清液中移取少量液体测其 OD_{535} 值。图 2 为火龙果色素在不同树脂上的静态吸附曲线。从图 2 可见,S-8 树脂的吸附能力比 AB-8、NKA-9、D3520、X-5 都强。随着吸附时间延长,上清液色素含量呈指数下降,当吸附时间达 150 min,吸附率可达 81.9%。而其它 4 种树脂的吸附力,都很弱,吸附率只有 6.7%。

2.3 洗脱剂中乙醇浓度的选择

分别取 0.20 g 已经吸附了火龙果色素的湿树脂,各加入 50 mL 浓度为 20%、40%、60%、80% 的乙醇水溶液,其中均含 0.2% 的盐酸。在摇床上振荡 10 min,转速为 100 r/min,使色素从树脂上解吸。将解吸液用 0.2% HCl 稀释至乙醇浓度为 20%,测量

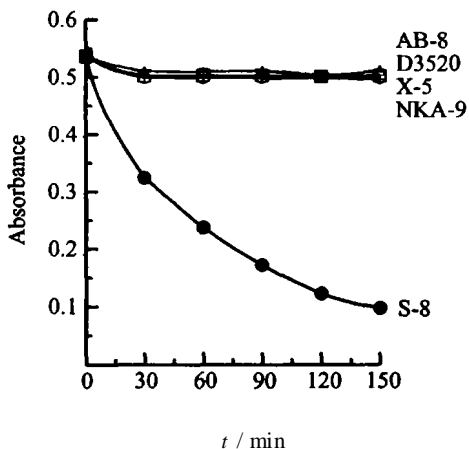


图2 几种树脂的静态吸附曲线

Fig. 2 Absorption of macroporous resins for pigment

表 1 不同乙醇浓度对色素解吸的影响

Tab. 1 Effects of EtOH on the desorption of pigment

乙醇浓度 %	20	40	60	80
OD_{535}	0.635	0.860	0.621	0.568

OD_{535} 值,结果见表 1。解吸液的光密度值越高,说明解吸效果越好。从表 1 可以看出,当乙醇浓度为 40% 时,解吸液的 OD_{535} 值最高,解吸效果最好。乙醇浓度过高或过低,都不利于色素解吸。

2.4 不同进样速度下的泄漏曲线

实验测得不同进样速度下火龙果色素在 S-8 型大孔吸附柱上的泄漏曲线如图 3。结果表明,吸附流速增大,大孔树脂工作吸附量下降,色素不能充分吸附就流出树脂床。低流速时色素被充分吸收,但进样时间长。选择进样速度为 1.5 mL/min 较为合适。

2.5 不同酸浓度对色素解析的影响

用不同浓度的盐酸乙醇溶液对吸附在 S-8 树脂柱上的火龙果色素进行洗脱,洗脱速度为 1.0 mL/min,结果如图 4。用 0.2% HCl-40% 乙醇溶液作为洗脱剂,峰形较窄,峰值较高,色素的浓缩效果好。

2.6 浓缩倍数及回收率

合并 0.2% HCl-40% 乙醇溶液的洗脱的色素峰,测定色素浓度为 37.81 mg/mL,样品的浓缩倍数为 17.7 倍,回收率达 93.4%。

2.7 浓缩液中色素的稳定性

将浓缩后的色素液置于 4℃ 冰箱中保存,每隔 1 d 取出 1.0 mL 浓缩液,用蒸馏水稀释 100 倍后测定吸收光谱的变化,观察色素浓缩液的稳定性情况。图 5 为浓缩液放置 7 d 的可见吸收光谱图。由图中

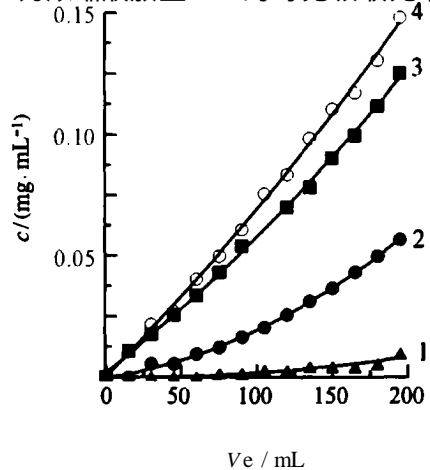


图3 不同进样速度下的泄漏曲线

线 1~4 分别为 0.4、1.0、1.5 和 2.0 mL/min

Fig. 3 Leakage at different flow rate for pigment

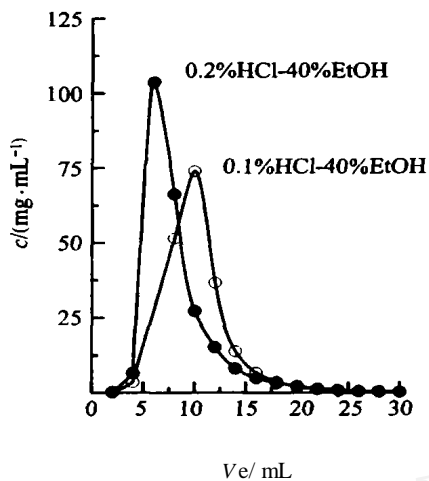


图4 不同酸浓度的洗脱曲线

Fig. 4 Elution of pigment in different concentration of HCl

可看出在 1 周内色素最大吸收值变化缓慢,且并无发生质的变化,可以满足在喷雾干燥前的保存要求。

从以上实验可以看出,用大孔吸附树脂 S-8 精制浓缩火龙果色素,以 0.2% HCl-40% 乙醇溶液作为洗脱液,色素的回收率达到 93.4%,浓缩倍数达到 17 倍以上,不仅降低了能耗,同时避免了在减压浓缩过程中色素的降解与变性。

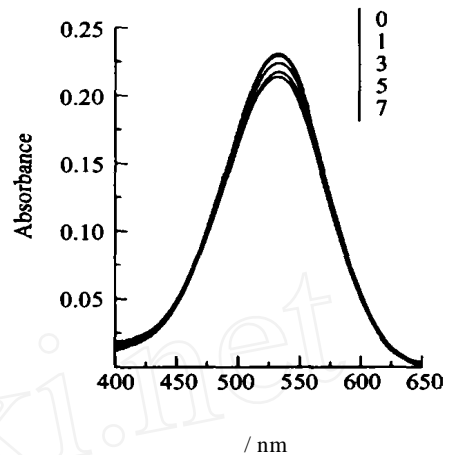


图5 浓缩液随时间的稳定性

曲线 0~7 分别为第 0~7 d 浓缩液的吸收光谱

Fig. 5 Stability of concentrated pigment

参考文献:

- [1] 杨虎清, 黄素娟. 食品色素的过去、现在和未来[J]. 中国食品添加剂, 2002, 3:10 - 14.
- [2] 陈效兰, 周方钦. 大孔吸附树脂浓缩分离紫菜藜色素的研究[J]. 食品科学, 2001, 22(9): 27 - 30.
- [3] 陈勇, 张晴. AB-8 大孔吸附树脂吸附和分离紫甘薯色素的研究[J]. 中国食品添加剂, 2001, 1:6 - 9.
- [4] Florian C. Stintzing, Andreas Schieber, Reinhold Carle. Betacyanins in fruits from red-purple pitaya, *Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton & Rose[J]. Food Chemistry, 2002, 77:101 - 106.

Study on the Concentration of Pigment from Red-purple Pitaya with Macro-porous Resin

GONG Min, CHEN Qing-xi*

(The Key Laboratory of Education Ministry for Cell Biology and Tumor Cell Engineering, School of Life Sciences, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

Abstract: Conditions and methods of adsorbing and eluting red-purple pitaya pigment were studied. In several types of macro-porous resin tested, the adsorbing ability of S-8 type was the best. The concentration of ethanol could influence the desorption. When the concentration of ethanol was at 40%, the desorption was the most effective. Compare the elution curve of 0.2% HCl-40% ethanol with the elution curve of 0.1% HCl-40% ethanol, the former could be gotten a better result. By adsorption and desorption, the result showed that under the condition, the pigment liquor could be concentrated by 17 times, and the recovery efficiency achieved to 93.4%. The stability of the concentrated pigment in 7 days showed that it was stable enough before the next industrial process of pigment.

Key words: *Hylocereus polyrhizus*; pigment; macro-porous resin; concentration