



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103725035 B

(45) 授权公告日 2015. 05. 13

(21) 申请号 201410014418. 8

(22) 申请日 2014. 01. 13

(73) 专利权人 安徽新华学院

地址 230088 安徽省合肥市望江西路 555 号

(72) 发明人 卫强 李启照 刁欢 华芳

丁仁普 刘金旗 徐鹏 朱鹏

(74) 专利代理机构 安徽省合肥新安专利代理有
限责任公司 34101

代理人 乔恒婷

(51) Int. Cl.

C09B 61/00(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102816166 A, 2012. 12. 12,

CN 101280525 A, 2008. 10. 08,

CN 102041689 A, 2011. 05. 04,

CN 102875514 A, 2013. 01. 16,

CN 101914306 A, 2010. 12. 15,

杨宏健. 黄酮类化合物. 《天然药物化学》. 郑
州大学出版社, 2004, (第 1 版),

陈文荣. 《4 种木本植物红色素最佳提取
条件的研究》. 《浙江师范大学学报(自然科学
版)》. 2009, 第 32 卷 (第 1 期),

刘会超. 《红叶石楠叶片中花色苷提取及稳
定性研究》. 《广东农业科学》. 2010, (第 2 期),

审查员 方熙

权利要求书1页 说明书4页 附图4页

(54) 发明名称

一种石楠叶中天然红色素、天然绿色素的提
取方法

(57) 摘要

本发明公开了一种石楠叶中天然红色素、天然绿色素的提取方法,其中石楠叶中天然红色素的提取方法是将石楠红叶破碎后加入乙醇溶液常温超声提取 20-30min,提取液回收乙醇后加入水和乙酸乙酯,萃取 3-4 次,合并萃取液后留取下层液体,旋转蒸发仪浓缩,干燥后得到红色素;石楠叶中天然绿色素的提取方法是将石楠绿叶破碎后加入乙酸乙酯和乙醇混合溶剂,常温超声提取 20-30min,提取液回收溶剂后加入水和乙酸乙酯,萃取 3-4 次,合并萃取液后留取上层液体,旋转蒸发仪浓缩,干燥后得到绿色素。本发明采用常温超声提取技术,可避免高温对石楠色素的破坏,保留产品的原有品质和风味。本发明提取的红色素和绿色素具有较好的稳定性。

1. 一种石楠叶中天然红色素的提取方法,其特征在于按以下步骤操作:

将石楠红叶破碎后加入 6-10 倍体积的 90vt% 的乙醇溶液常温超声提取 20-30min,提取液回收乙醇后加入水和乙酸乙酯,萃取 3-4 次,合并萃取液后留取下层液体,旋转蒸发仪浓缩,干燥后得到红色素;

水和乙酸乙酯的体积比为 1:1。

2. 一种石楠叶中天然绿色素的提取方法,其特征在于按以下步骤操作:

将石楠绿叶破碎后加入 10-20 倍体积的乙酸乙酯和乙醇混合溶剂,常温超声提取 20-30min,提取液回收溶剂后加入水和乙酸乙酯,萃取 3-4 次,合并萃取液后留取上层液体,旋转蒸发仪浓缩,干燥后得到绿色素。

3. 根据权利要求 2 所述的提取方法,其特征在于:

乙酸乙酯和乙醇的混合溶剂中乙酸乙酯和乙醇的体积比为 1:1。

4. 根据权利要求 2 所述的提取方法,其特征在于:

提取液回收溶剂后加入的水和乙酸乙酯的体积比为 1:1。

一种石楠叶中天然红色素、天然绿色素的提取方法

一、技术领域

[0001] 本发明涉及一种从植物中提取天然色素的方法,具体地说是一种石楠叶中天然红色素、天然绿色素的提取方法。

二、背景技术

[0002] 石楠叶来自蔷薇科石楠属常绿灌木至小乔木石楠(*Photinia serrulata* Lindl.)的茎上叶。石楠本身为良好的色块苗树种,春秋两季其叶色上红下绿,色彩映衬,作为地被植物片植或与其他彩叶植物组合,具有观赏性。另外,石楠叶作为药用,其味辛,能行能散;味苦,燥湿坚阴。入肝肾,可补肾益气、强筋壮骨、兴阳助孕,治疗肾气虚弱之阳萎、不孕、月经不调。现代研究表明,石楠叶中红、绿色素可作为安全无毒的天然食用色素代替品。

[0003] 国内目前对红色素采用 2% 盐酸和 75% 乙醇作为提取剂,料液比 1:20,在 50℃ 下提取,这种利用酸提取的, pH 值对花色苷稳定性影响明显,在偏酸性条件下,花色苷才具有热稳定性,光线的照射能加快色素降解。国内对石楠叶绿色素的提取方法未见报道。

三、发明内容

[0004] 本发明旨在提供一种石楠叶中天然红色素、天然绿色素的提取方法,所要解决的技术问题是提高石楠叶中红、绿色素的得率,并提高其稳定性。

[0005] 本发明石楠叶中天然红色素的提取方法按以下步骤操作:

[0006] 将石楠红叶破碎后加入 6-10 倍体积的 90vt% (体积浓度,下同) 的乙醇溶液常温超声提取 20-30min,提取液回收乙醇后加入体积比 1:1 的水和乙酸乙酯,萃取 3-4 次,合并萃取液后留取下层液体,旋转蒸发仪浓缩,50℃ 烘干,得到红色素,平均得率约为 4%。

[0007] 本发明石楠叶中天然绿色素的提取方法按以下步骤操作:

[0008] 将石楠绿叶破碎后加入 10-20 倍体积的乙酸乙酯和乙醇混合溶剂,乙酸乙酯和乙醇的体积比 1:1,常温超声提取 20-30min,提取液回收溶剂后加入体积比 1:1 的水和乙酸乙酯,萃取 3-4 次,合并萃取液后留取上层液体,旋转蒸发仪浓缩,50℃ 烘干,得到绿色素,平均得率约为 2%。

[0009] 红、绿色素得率计算公式如下:

[0010] $P\% = G/W$

[0011] 其中 G 为提取纯化后的红色素或绿色素干燥品重量;W 为用于提取纯化的石楠红叶或石楠绿叶的重量。

[0012] 本发明采用常温超声提取技术,可避免高温对石楠色素的破坏,保留产品的原有品质和风味。本发明提取的红色素和绿色素具有较好的稳定性。另外,本发明采用不同溶剂对石楠叶中天然红色素、绿色素进行提取,得到的红色素为暗红色晶体,绿色素为绿色粉末,颜色鲜艳,纯正,可作为药品、食品行业辅料使用。

四、附图说明

[0013] 图1为本发明从石楠叶中提取的绿色素(A)和红色素(B)的紫外分析图。由图1可知,绿色素在327nm、289nm、223nm有明显吸收峰,其中在223nm处为最大吸收,通过与文献对比,纯叶绿素紫外吸收带在230nm左右有较强吸收峰,而在270nm和330nm左右处显示吸收带,提示该成分为叶绿素类。红色素提取液在327nm、221nm有较大吸收,其中在207nm有最大吸收。通过资料对比,两峰位于峰带I(300–400nm),带II(220–280nm)处,且带I和带II峰均较强,符合黄酮类成分结构特征。

[0014] 图2为本发明从石楠叶中提取的绿色素(A)和红色素(B)的高效液相色谱(HPLC)分析图。色谱条件为:柱温25℃,流速1.2ml/min,进样量20 μ l,检测波长223nm,流动相为甲醇(B)–水(A)采用梯度洗脱,流动相体积比为0–5min,85(B):15(A);5–15min,20(B):80(A);15–20min,85(B):15(A)。由图2可知,绿色素以保留时间为5.490min的组分峰高最高,而红色素以保留时间13.494min的组分峰高最高,提示绿、红色素之间的主要成分并不相同。绿色素(红色素)保留时间为10.371min(10.326min)、11.877min(11.888min)、13.579min(13.494min)的组分,提示可能为相似或相同的成分,但成分差异较大,与紫外扫描结果相似。

[0015] 图3是本发明从石楠叶中提取的绿色素(A)和红色素(B)的红外光谱分析图。由图3可知,石楠绿色素3380 cm^{-1} 强度较弱,提示为氨基伸缩振动吸收峰,可能是绿色素中卟啉环中的镁原子可被氢离子所置换所致。2930、2850 cm^{-1} 处峰强度大,表明具有较多的甲基和亚甲基基团,1690 cm^{-1} 处为羰基伸缩振动吸收峰;1610 cm^{-1} 为双键伸缩振动吸收带;1270 cm^{-1} 酯(C–O)基团伸缩振动吸收峰。经与结构比较,基本符合叶绿素的结构特征。石楠红色素在3380 cm^{-1} 有强而宽的羟基伸缩振动吸收峰;1700 cm^{-1} 处为羰基伸缩振动吸收峰;1600、1520 cm^{-1} 、814 cm^{-1} 处为红色素苯环骨架振动吸收带;1280 cm^{-1} 为芳香醚(Ar–O–C)基团伸缩振动吸收峰,进一步佐证了黄酮化合物的结构特征。

[0016] 通过UV、HPLC、IR比较,初步判断石楠叶绿素主要成分为叶绿素类,而红色素主要成分为黄酮类。

[0017] 图4为本发明提取的红色素、绿色素分别在强光(5000lx)下照射2、4、6、8、10d后,取0.1mL稀释到10mL,测定吸光度。从图4可以看出,强光照射下绿色素在12d内相对稳定,15d后色素含量有略微下降;红色素在12d内相对稳定,16d后下降较多。

[0018] 图5为本发明提取的红色素、绿色素受不同温度的影响。从图5中可以看出,红、绿色素在80℃以下8h内基本能保持良好的稳定性,而在100℃、2h以后会出现较多程度的吸光度变化,颜色也会变淡,可能与结构改变有关。

五、具体实施方式

[0019] 实施例1:

[0020] 取石楠红叶新鲜品,剪刀剪碎,以6倍体积的90vt%乙醇溶液超声提取20min,回收乙醇后加入水和乙酸乙酯(水和乙酸乙酯的体积比1:1)萃取3次,合并萃取液,取萃取液下层液体50℃烘干,得到红色素,红色素得率为4.73%。

[0021] 取石楠绿叶新鲜品,剪刀剪碎,以10倍体积的乙酸乙酯和乙醇混合溶剂(乙酸乙酯和乙醇体积比1:1)超声提取20min,回收溶剂后加入水和乙酸乙酯(水和乙酸乙酯体积比1:1)萃取3次,合并萃取液,取萃取液上层液体,旋转蒸发仪浓缩,50℃烘干,得到绿色

素,绿色素得率为 1.85%。

[0022] 实施例 2:

[0023] 取石楠红叶新鲜品,剪刀剪碎,以 8 倍体积的 90vt% 乙醇溶液超声提取 25min,回收乙醇后加入水和乙酸乙酯(水和乙酸乙酯的体积比 1:1)萃取 4 次,合并萃取液,取萃取液下层液体 50℃烘干,得到红色素,红色素得率为 5.10%。

[0024] 取石楠绿叶新鲜品,剪刀剪碎,以 15 倍体积的乙酸乙酯和乙醇混合溶剂(乙酸乙酯和乙醇体积比 1:1)超声提取 25min,回收溶剂后加入水和乙酸乙酯(水和乙酸乙酯体积比 1:1)萃取 3 次,合并萃取液,取萃取液上层液体,旋转蒸发仪浓缩,50℃烘干,得到绿色素,绿色素得率为 2.01%。

[0025] 实施例 3:

[0026] 取石楠红叶新鲜品,剪刀剪碎,以 10 倍体积的 90vt% 乙醇溶液超声提取 30min,回收乙醇后加入水和乙酸乙酯(水和乙酸乙酯的体积比 1:1)萃取 4 次,合并萃取液,取萃取液下层液体 50℃烘干,得到红色素,红色素得率为 5.15%。

[0027] 取石楠绿叶新鲜品,剪刀剪碎,以 20 倍体积的乙酸乙酯和乙醇混合溶剂(乙酸乙酯和乙醇体积比 1:1)超声提取 30min,回收溶剂后加入水和乙酸乙酯(水和乙酸乙酯体积比 1:1)萃取 4 次,合并萃取液,取萃取液上层液体,旋转蒸发仪浓缩,50℃烘干,得到绿色素,绿色素得率为 2.06%。

[0028] 本发明对提取得到的红色素、绿色素的稳定性进行了考察,包括光照、温度、金属离子对石楠红、绿色素稳定性的影响,分别以其最大吸收 223nm 和 207nm 处测定吸光度,根据吸光度值和颜色变化进行综合评价。结果见图 4、图 5,表 1-2。

[0029] 图 4 为本发明提取的红色素、绿色素分别在强光(5000lx)下照射 2、4、6、8、10d 后,取 0.1mL 稀释到 10mL,测定吸光度。从图 4 可以看出,强光照下绿色素在 12d 内相对稳定,15d 后色素含量有略微下降;红色素在 12d 内相对稳定,16d 后下降较多。

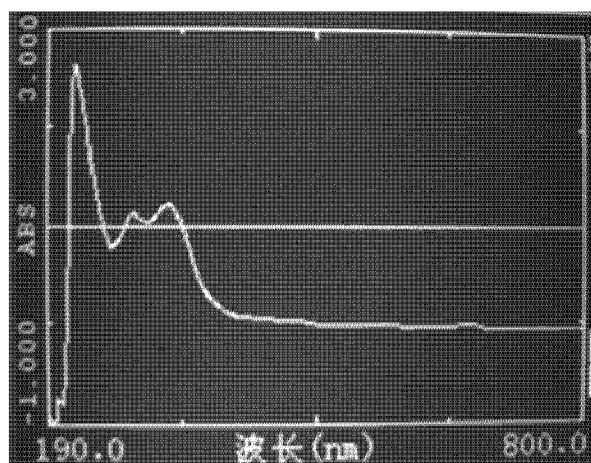
[0030] 图 5 为本发明提取的红色素、绿色素受不同温度的影响。从图 5 中可以看出,红、绿色素在 80℃以下 8h 内基本能保持良好的稳定性,而在 100℃、2h 以后会出现较多程度的吸光度变化,颜色也会变淡,可能与结构改变有关。

[0031] 表 1 为金属离子对红、绿色素稳定性的影响,由表 1 可知,在 48h 内,不同金属离子中除 Fe^{3+} 对红色素影响较大, Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 对绿色素影响较大,其它离子影响较小或无影响。以上综合说明,在正常 pH 值下,所提取红、绿色素具有较好的稳定性。

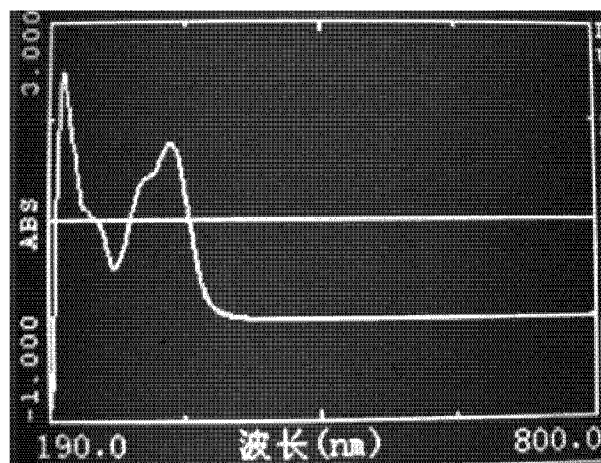
[0032] 表 1

[0033]

金属离子	石楠红色素			金属离子	石楠绿色素		
	吸收度		颜色		吸收度		颜色
	24h	48h			24h	48h	
空白对照	0.321	0.320	绿色	空白对照	0.461	0.462	暗红色
FeCl ₃	0.375	0.358	深绿色	FeCl ₃	0.513	0.537	浅褐色
MgCl ₂	0.332	0.342	绿色	MgCl ₂	0.472	0.483	暗红色
CaCl ₂	0.325	0.327	绿色	CaCl ₂	0.485	0.491	暗红色
AlCl ₃	0.336	0.341	绿色	AlCl ₃	0.476	0.491	暗红色
NaCl	0.322	0.321	绿色	NaCl	0.462	0.465	暗红色
NH ₄ Cl	0.325	0.327	绿色	NH ₄ Cl	0.477	0.485	暗红色
BaCl ₂	0.354	0.350	绿色	BaCl ₂	0.460	0.473	浅红色
ZnCl ₂	0.321	0.331	绿色	ZnCl ₂	0.486	0.484	红色
FeSO ₄	0.403	0.422	绿色	FeSO ₄	0.524	0.553	浅绿色
CuCl ₂	0.365	0.343	浅绿色	CuCl ₂	0.468	0.479	暗红色
MnSO ₄	0.335	0.352	绿色	MnSO ₄	0.5071	0.481	暗红色

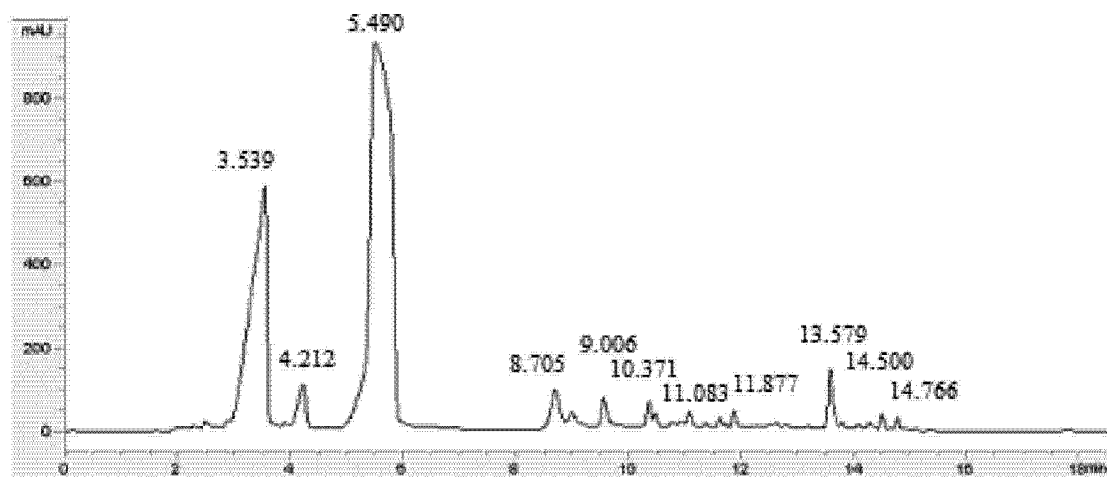


A

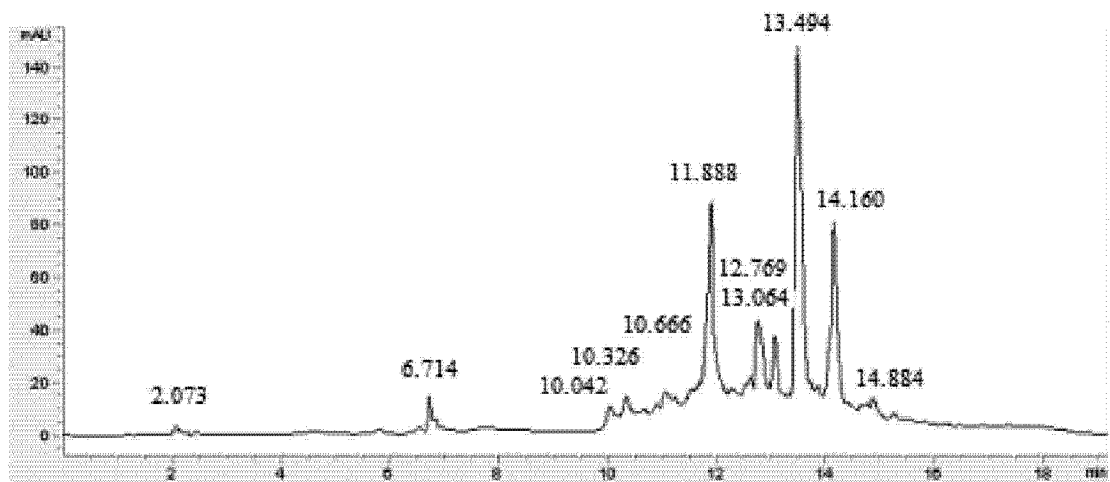


B

图 1

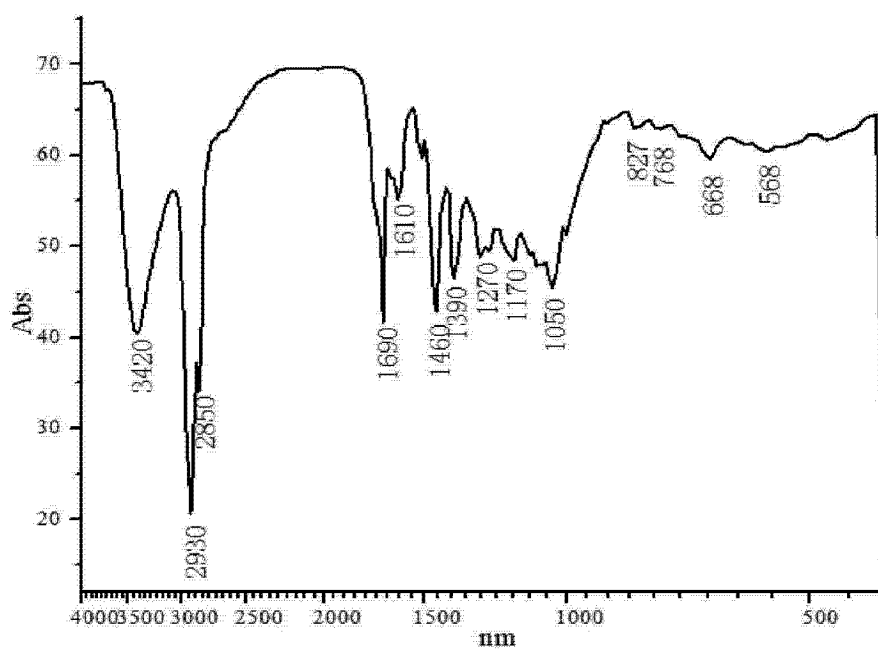


A

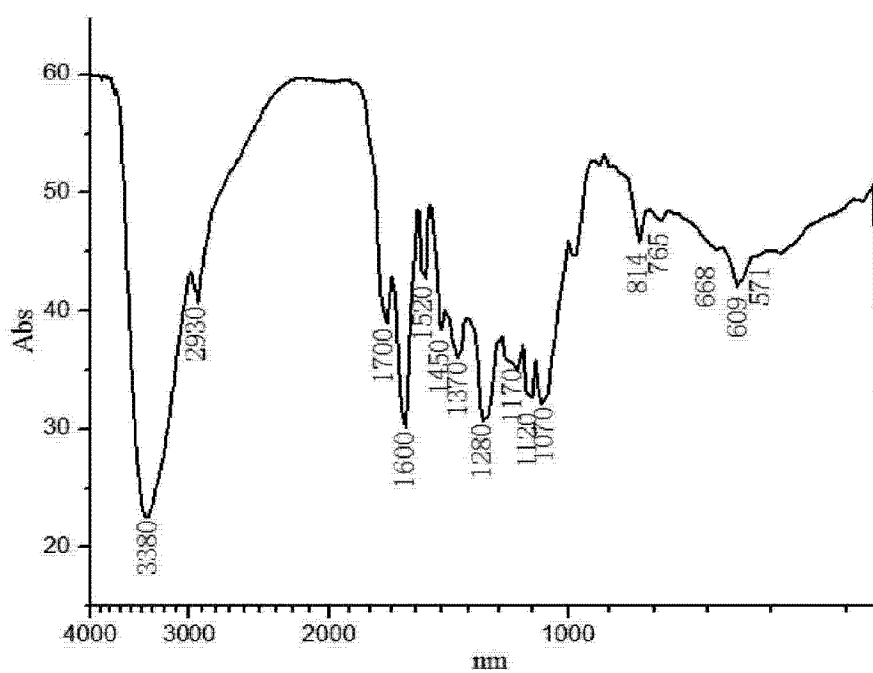


B

图 2



A



B

图 3

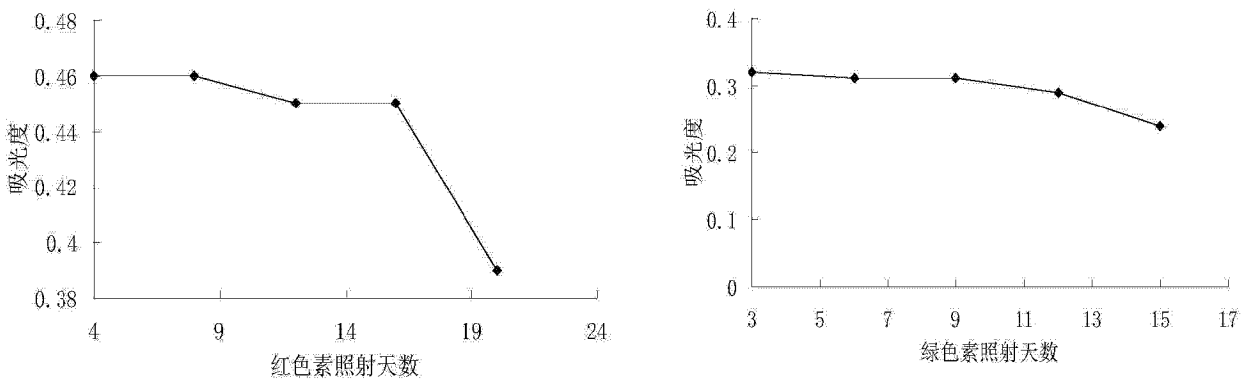
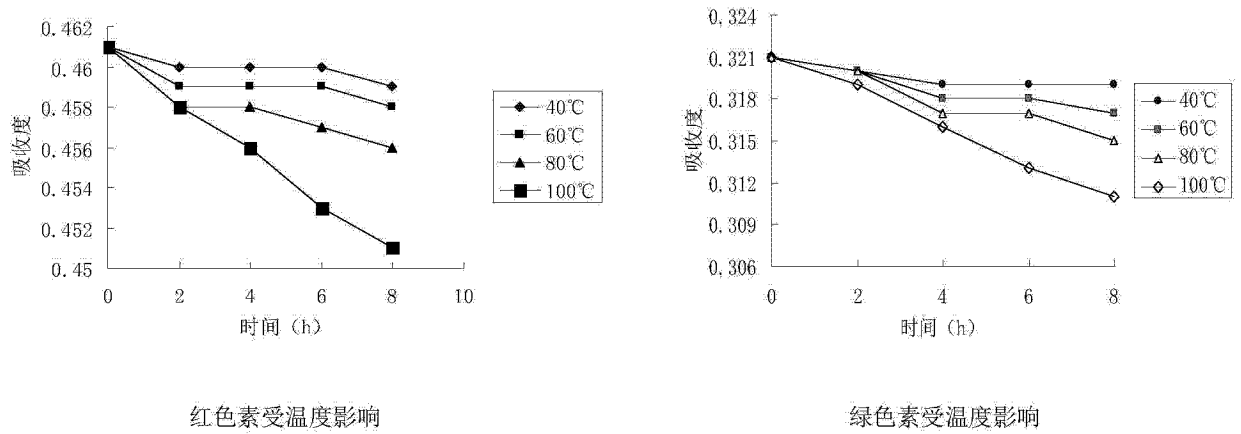


图 4



红色素受温度影响

绿色素受温度影响

图 5