

粉菝葜果实中红色素分离纯化工艺研究

钱伟, 周喜新

湖南农业大学, 湖南 长沙 410128

DOI: 10.61369/VDE.2025200037

摘 要 : 粉菝葜 (*Smilax glauco-china* Warb) 属百合科菝葜属攀援灌木植物, 浆果球形, 成熟时黑色, 具粉霜。采用 pH 值 1、提取温度 60℃、提取时间 1h、料液比 1:35 对其果实进行提取获得的红色素原料, 经薄层法可以较好分离开, 分离条件为: 薄层展开剂的条件为水-乙酸-正丁醇-乙酸乙酯, 其试剂配比为 12:8:24:26。

关 键 词 : 红色素; 薄层层析; 分离和提纯

Study on the Separation and Purification Process of Red Pigment from the Fruits of *Smilax Glauco-China* Warb

Qian Wei, Zhou Xixin

Hunan Agricultural University, Changsha, Hunan 410128

Abstract : *Smilax glauco-china* Warb. of family Liliaceae is a climbing shrub, its fruit is berry shape, black ripe, with powdery frost. The extracted red pigment from its fruits can be separated by thin layer method, which is better under the conditions of pH value 1, extraction 60℃, extraction time 1h, solid to liquid ratio 1:35, and the separation conditions of thin layer development are water-acetic acid--butanol-ethyl acetate, the ratio of the reagents is 12:8:24:26.

Keywords : smilax; red pigment; thin layer chromatography; separation and purification

粉菝葜可祛风利湿, 解毒消肿。民间多用于治疗风湿关节痛、跌打损伤、胃肠炎、痢疾、消化不良、糖尿病、乳糜尿、白带、癌症, 其叶外用治疗疔疮、烫伤^[1-2]。

应用安全无毒的天然食用色素代替合成食用色素是大势所趋^[3-4], 但天然色素比合成色素价格高, 充分利用价廉的天然资源制取食用色素是降低成本的重要途径之一。菝葜果实中的红色素是天然红色素。天然食用色素主要优点有: 大多数天然食用色素来自可食用的动植物组织, 安全性高, 无毒副作用; 很多天然食用色素中含有人体必需的营养物质或其本身就是维生素或具有维生素性质的物质。天然食用色素的不足主要是大多数天然食用色素对热、氧、金属离子、pH 值等敏感, 稳定性较差^[5-9]。

菝葜为雌雄异株, 所以给果实的取材带来了不便。目前多数提取研究都是从菝葜属植物根茎中提取单体活性成分物质及临床应用^[10]。例如, 邹健等对菝葜的化学药物、药理作用与临床应用。而对菝葜果实成分的研究甚少尤其是在色素方面。粉菝葜果实外观黑红色, 含丰富的天然红色素, 因此我选择以粉菝葜果实作为原料, 研究粉菝葜果实中分离纯化红色素的条件和方法, 以期达到为菝葜属植物红色素的提取、分离提供科学依据, 同时也为更好的开发和综合利用粉菝葜资源做一点贡献。又因天然色素对热、氧、金属离子、pH 值等敏感, 稳定性较差, 故笔者对粉菝葜中红色素的理化性质进行研究, 以期达到为粉菝葜果实中红色素的应用提供科学依据。

(一) 菝葜果实红色素的提取

在提取条件: pH 值 1、提取温度 60℃、提取时间 1h、料液比 1:35。提取粉菝葜果实中的红色素, 并将提取液醇纯后旋转浓缩到一定体积使用喷雾干燥法干燥, 得到红色素粉末, 用于薄层法分离纯化的研究。

(二) 红色素的分离

本文采用硅胶 G-水-0.5% 的 CMC-Na (比例为 2:1:5) 铺板, 110℃活化 30min, 然后参考相关文献对展开剂进行初选, 最后对展开剂中的试剂配比进行调整, 来确定最佳展开剂。

(三) 红色素高效液相色谱检测

称 25mg 薄层分离的色素粉末加去离子水定容在 50ml 的容量瓶中, 振荡两分钟后过 0.22μm 的滤膜, 在高效液相色谱上 (20cm 长 E1816738 RP · ODS 柱依利特生产) 上样, 摸索合适的分离条件。观察分析所得出的 DAD 谱图, 解读有用信息。

一、材料预处理

称粉菝葜果实 20.0000g, 按 2.5.2 项选择提取条件为 pH 值

1、提取温度 60℃、提取时间 1h、料液比 1:35, 进行提取, 提取液经旋转蒸发仪浓缩到一定体积后, 加入 10 倍体积的乙醇搅拌 5-10min, 静置 12h, 取上清液再浓缩到一定体积, 将浓缩液装入

培养皿中，放置-80℃超低温冰箱中24h，再放入冷冻干燥罐中冷冻干燥得颗粒状物，此即待分离物。

二、分离纯化

(一) 薄层板制备

称取硅胶 G：水（1：3）放置研钵中，同一方向研磨除去表面气泡后，在10*20cm²的玻璃板上铺成厚度为0.5mm的薄层板，室温晾干，然后110℃下烘30min，置干燥器中备用。

(二) 薄层层析展开剂的选择

称取色素粉末5.0000g 配制同一稀释度的溶液。在薄层板为10*20cm²硅胶板上，将样品溶液用管口平整的毛细管滴加于离薄层板一端约1cm 处，点、点距1cm 点、距边端1cm。凉干或吹干后倾斜置薄层板，参照文献，分别置于盛有展开剂：苯：乙酸乙酯（3:7）、石油醚：苯（3:1）、水：乙醇：正丁醇：乙酸乙酯（11:8:30:36）、水：乙醇：正丁醇：乙酸乙酯（11:8:24:26）的展开槽内，浸入深度为0.5cm，盖好盖子，待展开剂前沿离顶端约1cm 附近时，将色谱板取出。

| 展开剂 | 苯：乙 酸乙酯 | 石油醚： 苯 | 水：乙醇：正 丁醇 | 水：乙醇：正丁 醇：乙酸乙酯 |
|------|------------|-----------|--------------|-------------------|
| 试剂配比 | 3:7 | 3:1 | 11:8: 30:36 | 11:8:30:36 |
| 现象 | 不展开 | 不展开 | 分离不明显， 拖尾 | 分离明显，拖尾 |

表1 展开剂的选择结果

(三) 试剂配比的选择

称取色素粉末5g 配制同一稀释度的溶液。在薄层板为10*20cm²硅胶板上，将样品溶液用管口平整的毛细管滴加于离薄层板一端约1cm 处，点、点距1cm 点、距边端1cm。凉干或吹干后倾斜置薄层板，以水：乙：正丁醇：乙酸乙酯为展开剂，分别置于盛有不同试剂配比的展开剂展开槽内，浸入深度为0.5cm，盖

好盖子，待展开剂前沿离顶端约1cm 附近时，将色谱板取出。其结果见表2

表2 试剂配比的选择结果

| 配比 | 11:8: 30:36 | 12:8: 24:26 | 24:26: 12:8 | 12:8: 18:16 | 14:10: 30:36 | 12:8: 24:36 |
|------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------|----------------|
| Rf _{紫红} | 0.516 | 0.658 | 0.861 | 0 | 0.658 | 0.548 |
| 现象 | 拖尾 | 无拖尾， 色深 | 拖尾 | 不分离 | 拖尾 | 无拖尾， 色淡 |

三、薄层分析结果

由表1、2可以确定本实验选择的薄层展开剂的条件为水－乙酸－正丁醇－乙酸乙酯，其试剂配比为12:8:24:26，其薄层效果见图1

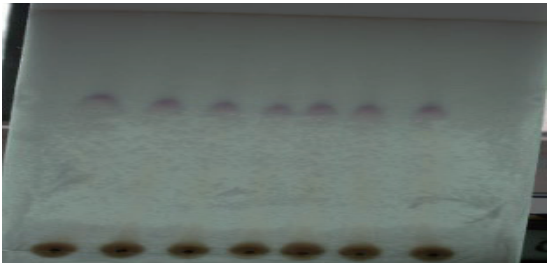


图1 水－乙酸－正丁醇－乙酸乙酯（12:8:24:26）为展开剂的薄层效果图

四、结论

采用 pH 值1、提取温度60℃、提取时间1h、料液比 1:35 进行提取获得的红色素原料，经薄层法可以较好分离开，分离条件为：薄层展开剂的条件为水－乙酸－正丁醇－乙酸乙酯，其试剂配比为12:8:24:26。

参考文献

[1] 中国科学院植物研究所主编. 中国高等植物图鉴（第五册）. 北京：科学出版社. 1995年.
[2] 《全国中草药汇编》编写组编. 全国中草药汇编（上册）. 北京：人民卫生出版社，1976:752
[3] 吴云. 微生物色素的研究及其在食用色素开发中的前景 [J]. 微生物学研究与应用 ,1993(2):17-20
[4] 马自超，庞业珍. 天然色素化学及生产工艺学 [M]. 中国林业出版社. 1994:1-3,42-44,175
[5] 丁利君，陈珊. 一品红红色素的稳定性研究 [J]. 食品工业科技，1999,20（6）：24-26.
[6] 赵吉寿，颜莉. 天然食用玉米黄色素提取与性质研究 [J]. 云南民族学院学报：自然报，1996，（3）：41-45.
[7] 赵吉寿，宇方. 紫葵天然食用色素提取与性质研究 [J]. 云南民族学院学报：自然报，1994，（1）:46-48.
[8] 卢玉振，袁丁，林勇，等. 天然苋菜红色素的稳定性 [J]. 食品科学，1994，（4）:22-25.
[9] 黎或，黄小凤，李中林. 利用苦瓜子衣废料制备食用色素的研究 [J]. 林产化工通讯，2003,37（2）：3-7.
[10] 徐满珍，阮金兰，蔡亚玲. 高效液相色谱法测定茺葵醋酸乙酯提取物中白藜芦醇的含量 [J]. 医药导报，2006(30): 251-252.