

# 树脂法吸附提取狭叶薰衣草色素的研究

高 燕,袁 琳

(昆明学院 化学科学与技术系, 云南 昆明 650214)

**摘要:**以狭叶薰衣草作为原料,用树脂吸附提取薰衣草色素。结果表明:HPD-450 树脂对薰衣草色素的吸附效果最好,用体积分数为 65% 乙醇作洗脱剂,可得优质天然红色素;且 HPD-450 树脂稳定性良好,使用 8 次后,其吸附能力无明显减弱。

**关键词:**狭叶薰衣草; 色素; 树脂; 提取

中图分类号:TS202.3 文献标识码:A 文章编号:1674-5639(2012)06-0076-03

## Study on the Extraction of the Pigment from *Lavender Angustifolia* by Resin Technique

GAO Yan, YUAN Lin

(Department of Chemistry Science and Technology, Kunming University, Yunnan Kunming 650124, China)

**Abstract:** Taking Lavender angustifolia as raw material, the pigment was extracted by resin technique. The results showed that HPD-450 had the best performance of absorbing the pigment, and the best eluant was 65% ethanol. After being used 8 times, the absorption ability of HPD-450 was very stable without obvious decrease.

**Key words:** *Lavandula angustifolia*; pigment; resin; extraction

色素大体分为两类:1) 人工合成色素。大部分属偶氮类化合物,有一定的毒副作用;2) 天然可食用色素。虽在食品中所占比例很小,但它在产品中的作用是不可比拟的<sup>[1]</sup>。薰衣草(*Lavandula angustifolia* Mill)为唇形科(Labiatae)薰衣草属(*Lavandula*)植物,草本或半灌木,具有强烈芳香气味<sup>[2]</sup>,主要分为:狭叶薰衣草、宽叶薰衣草、齿叶薰衣草和法国薰衣草等<sup>[3]</sup>。薰衣草资源丰富,具有营养和药理兼备特性,其药用功效主要有镇静、抗沮丧、止痛、抗菌、抗痉挛、消炎、促进伤口愈合结疤、抗癌、增进细胞活动等,在食品、化妆品、医药等方面有着较大的应用潜力和发展前景<sup>[4-5]</sup>。目前对薰衣草的研究主要集中在挥发油方面,色素提取研究较少,本文以狭叶薰衣草(*Lavandula angustifolia*)为原料,对其色素的树脂吸附提取工艺<sup>[6-10]</sup>进行探索,希望能为其开发利用提供可行方案。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料及试剂

花季采摘狭叶薰衣草(9月份,昆明滨江俊园)。树脂:HPD-800, HPD-450, HPD-400, HPD-300, HPD-130(河北沧州宝恩化工有限公司);NKA-9, NKA-12, D-101-A(南开大学化工厂);ZTC-1(天津正天成澄清技术有限公司)。

试剂:盐酸、甲醇、乙醇、丙酮、乙酸乙酯、石油醚均为分析纯。

### 1.2 仪器

旋转蒸馏仪,UV-9100 分光光度计、酸度计。

### 1.3 薰衣草色素的提取工艺

称取 25.0 g 新鲜的狭叶薰衣草花于 1 000 mL 容量瓶里,加入 pH=1 的盐酸 200 mL 浸泡 12 h,过滤,用 HPD-400 树脂静置吸附 24 h,再用体积分数为 65% 乙醇洗脱色素,经过减压蒸馏,干燥,得到薰衣草色素。

### 1.4 工艺流程

工艺流程见图 1。

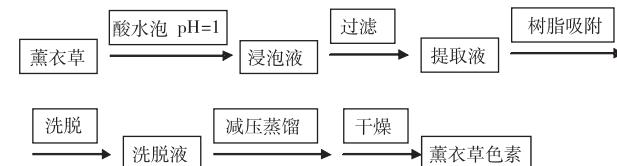


图1 工艺流程图

## 2 结果与分析

### 2.1 提取薰衣草色素溶剂 pH 值的选择

取 2 个 1 000 mL 的容量瓶,各加入 200 mL, pH 分别为 1.0 和 2.0 的 HCl, 分别称取 25.0 g 新鲜的狭叶薰衣草花放入容量瓶里, 浸泡 12 h, 过滤备用。用 UV-9100 分光光度计, 以相应质量浓度的盐酸溶液为空白, 在 400 nm 到 800 nm 波长范围内分别对薰衣草色素溶液进行扫描, 测定色素的吸光度并

收稿日期:2012-11-15

作者简介:高燕(1965—),女,云南昭通人,讲师,主要从事天然产物研究。

确定其最大吸收波长,结果见表 1 和图 2。

表 1 pH=1 和 pH=2 的狭叶薰衣草色素溶液的吸光度

波长/nm	$A(pH=1)$	$A(pH=2)$
540	0.606 4	0.171 6
536	0.677 6	0.192 8
531	0.746 2	0.214 5
526	0.788 8	0.227 7
521	0.811 2	0.231 9
515	0.797 8	0.227 9
510	0.774 4	0.219 5
505	0.742 2	0.208 0
500	0.690 4	0.192 6
495	0.631 3	0.175 5
490	0.566 4	0.157 9
485	0.500 2	0.137 7
480	0.440 7	0.119 8

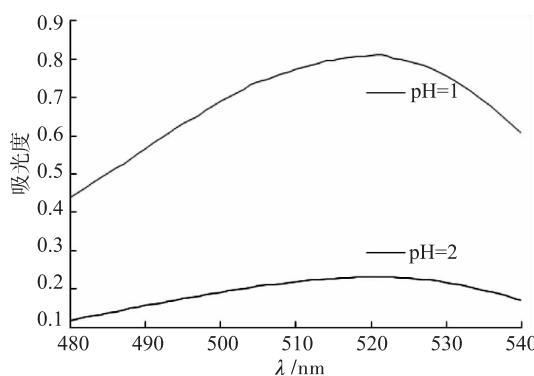


图2 pH=1和pH=2的薰衣草色素的吸收光谱图

由以上结果可知:狭叶薰衣草色素的最大吸光度为 521 nm。而且 pH=1 的薰衣草色素溶液的吸收峰要比 pH=2 的高,因此以下的试验均选用 pH=1 盐酸溶液作为提取液,检测波长为 521 nm。

## 2.2 不同树脂对薰衣草色素的吸附研究

分别称取不同型号,已活化的湿树脂 5.0 g 于 50 mL 锥形瓶中,各自加入 30 mL 薰衣草色素溶液,用纸封住,室温静置 24 h 吸附。取上清液,以 pH=1 的盐酸溶液为空白,在 521 nm 处测量各自树脂吸附前后的吸光度  $A$  值,记录数据,并计算出各种树脂对薰衣草色素的吸附率,吸附率 =  $[(A_{\text{前}} - A_{\text{后}})/A_{\text{前}}] \times 100\%$ ,见表 2。

表 2 不同树脂对狭叶薰衣草色素的吸附

树脂名称	$A_{\text{前}}$	$A_{\text{后}}$	吸附率/%
HPD-800	0.811 2	0.107 0	86.81
HPD-450	0.811 2	0.050 0	93.84
HPD-400	0.811 2	0.190 0	76.58
HPD-300	0.811 2	0.130 0	83.97
HPD-130	0.811 2	0.170 0	79.04
ZTC-1	0.811 2	0.140 0	82.74
NKA-12	0.811 2	0.080 0	90.14
NKA-9	0.811 2	0.420 0	48.22
D-101-A	0.811 2	0.160 0	80.28

由表 2 可知,在 9 种树脂中 HPD-450 树脂对薰衣草色素的吸附性能最好,其吸附率达到 93.84%,因此以下试验均选用 HPD-450 的树脂。

## 2.3 不同洗脱剂对薰衣草色素洗脱效果研究

分别称取 3.0 g 已吸附了薰衣草色素的树脂(HPD-450)于 5 个小烧杯中,分别加入体积分数为 75% 的甲醇、75% 的乙醇、石油醚、乙酸乙酯、丙酮各 30 mL,用纸封口,在室温下静置 1,3 h 后,取上清液,以 pH=1 的盐酸溶液为空白,分别测定 521 nm 处的吸光度,结果见表 3。

表 3 不同洗脱剂对薰衣草色素的洗脱

洗脱剂	$A(1 \text{ h})$	$A(3 \text{ h})$
75% 的甲醇	0.142	0.182
75% 的乙醇	0.305	0.500
石油醚	0.007	0.015
乙酸乙酯	0.014	0.020
丙酮	0.300	0.320

由表 3 可知,在这 5 种洗脱剂中,体积分数为 75% 的乙醇对薰衣草色素的洗脱效果是最好的,其次是丙酮,然后才是体积分数为 75% 的甲醇,石油醚和乙酸乙酯的洗脱效果最差。由于丙酮挥发性较强,且属于易制毒化学品,甲醇毒性也较强。从安全角度考虑,选择乙醇作为洗脱剂。

## 2.4 乙醇与薰衣草色素洗脱关系研究

分别取 3.0 g 已吸附薰衣草色素的树脂(HPD-450)于 8 个小烧杯中,分别加入体积分数为 95%,90%,85%,80%,75%,70%,65%,60% 的乙醇 30 mL,在室温下静置 3,6 h 后以 pH=1 的盐酸溶液为空白,取上清液,分别测定在 521 nm 处的吸光度,结果见表 4。

表 4 不同体积分数的乙醇对薰衣草色素的洗脱

乙醇/%	$A(3 \text{ h})$	$A(6 \text{ h})$
60	0.420	0.510
65	0.422	0.610
70	0.270	0.487
75	0.273	0.502
80	0.280	0.520
85	0.288	0.564
90	0.299	0.619
95	0.440	0.646

由图 3 可知,在选择的乙醇体积分数范围内,薰衣草吸光度分为 2 个阶段,第 1 个阶段出现在体积分数为 60% 到 70% 之间,吸光度出现最大值 0.610,因此体积分数为 65% 的洗脱效果最好;第 2 个阶段出现在体积分数为 70% 到 95% 之间,在此范围内,随着乙醇体积分数的增加,溶液吸光度越来越高,洗脱的效果也越好。因此,综合洗脱效果和经济成本,选择体积分数为 65% 乙醇作为洗脱剂较好。

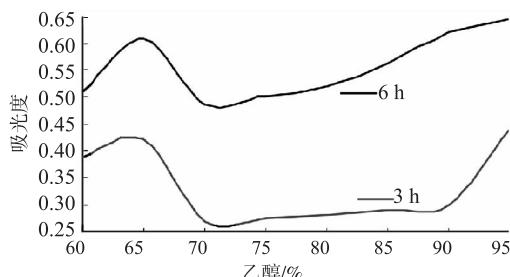


图 3 不同体积分数的乙醇对薰衣草色素的洗脱关系

## 2.5 树脂重复使用性能研究

准确称取 10.0 g 已经活化的湿树脂(HPD - 450)

放在烧杯中,再加入薰衣草色素溶液 50 mL, 静置吸附约 10 min, 吸附完毕后, 取上清液, 以 pH = 1 的盐酸溶液为空白, 测溶液的吸光度 A, 计算吸附率。用体积分数为 65% 的乙醇溶液及蒸馏水将树脂洗净( $V(\text{乙醇}) : V(\text{蒸馏水}) = 1:3$ ), 再用薰衣草色素吸附, 如此重复试验 8 次, 计算每 1 次树脂使用后的吸附率, 考察树脂重复使用的性能, 见表 5。

从表 5 可见, 树脂循环使用 8 次后, 薰衣草色素溶液的吸光度变化不大, 并且树脂的吸附率都高, 因此树脂可以重复使用。

表 5 重复使用对树脂的稳定性影响

次数/次	1	2	3	4	5	6	7	8
$A_{\text{前}}$	0.811 2	0.811 2	0.811 2	0.811 2	0.811 2	0.811 2	0.811 2	0.811 2
$A_{\text{后}}$	0.018 2	0.024 1	0.033 1	0.036 1	0.037 2	0.039 6	0.043 5	0.047 6
吸附率/%	97.75	97.03	95.92	95.55	95.04	95.12	94.64	94.13

## 3 结论

以树脂吸附法提取薰衣草色素, 首先对多种树脂进行筛选, 确定 HPD - 450 为吸附性能较好的树脂; 其次又对洗脱剂的种类及洗脱剂的体积分数进行筛选和优化, 确定较好的洗脱剂为乙醇, 其体积分数以 65% 的为宜; 此后, 又对树脂的重复使用性能进行研究, 结果显示该树脂可以重复使用。

### [参考文献]

- [1] 张华, 李景琳. 对食用天然色素研究与开发的思考[J]. 辽宁农业科学, 1998(6):27-30.
- [2] 吴征镒, 李锡文, 周铉, 等. 中国植物志: 第 65 卷第 2 分册[M]. 北京: 科学出版社, 1997.
- [3] 方侠, 王浩, 廖晴. 香草之后宁静芳香: 伊犁河谷薰衣草产业观察[J]. 农业综述, 2011(5):1-2.
- [4] BRADLEY B F, STARKEY N J, BROWN S L, et al. Anxiolytic

effects of *La-vandula angustifolia* odour on the mongolian gerbil elevated plus maze[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2007, 111(3): 517-525.

- [5] HAJHASHEMI V, GHANNADI A, SHARIF B. Anti-inflammatory and analgesic properties of the leaf extracts and essential oil of *Lavandula angustifolia* Mill[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2003, 89(1): 67-71.
- [6] 杨文领, 袁琳. 树脂法吸附提取扶桑花红色素的研究[J]. 昆明学院学报, 2011, 33(3):84-86.
- [7] 李紫薇, 欧阳艳, 腊萍, 等. 树脂法提取野酸梅皮色素工艺研究[J]. 食品科学, 2012, 33(4):62-65.
- [8] 高丽, 邓青云, 姜益, 等. 大孔树脂分离纯化栀子黄色素的研究[J]. 农业机械, 2012, 21(7):122-125.
- [9] 孙会兵. 紫竹梅红色素的提取与纯化技术[J]. 中国食品添加剂, 2011, 109(6): 99-102.
- [10] 徐怀德, 李晋, 李钰金, 等. 大孔吸附树脂脱除洋葱多糖色素技术研究[J]. 食品科学, 2012, 33(6):127-131.

