

水浮莲叶

制取叶绿素铜钠盐的工艺研究

(福建漳州师范学院化学系,漳州 363000) 黄森科

摘要 研究以水浮莲叶为原料制取叶绿素铜钠的工艺,通过正交试验找出最佳工艺条件为:用95%乙醇在70℃提取1h,5%NaOH溶液皂化50min,20%CuSO₄溶液铜代40min,2%NaOH溶液成盐。按本工艺条件所得水浮莲叶的叶绿素铜钠产品符合GB3262-82标准,得率(以鲜叶计)为0.70%~0.80%。

关键词 水浮莲叶 叶绿素 叶绿素铜钠

Abstract This paper studies the technological process of sodium copper chlorophyll from water lettuce leaves. Based on orthogonal experiment, the best reaction conditions have been chosen as follows: extraction for 1 hour by 95% ethanol at 70℃, saponification for 50min by 5% NaOH, reaction with 20% CuSO₄ for 40min, preparation of sodium copper chlorophyll by 2% NaOH. The quality of the product accords with the specification of China National Standard GB3262-82. The yield was 0.70%~0.80% (fresh water lettuce leaves).

Key words water lettuce leaves; chlorophyll; sodium copper chlorophyll

中图分类号:TS201.1 文献标识码:B
文章编号:1002-0306(2002)06-0037-02

叶绿素广泛用于食品、化妆品等的着色以及治疗灼伤、痔疮及子宫疾患等。现代医学发现,叶绿素对癌症也有一定的辅助治疗作用^[1]。对久治难愈的胃溃疡,叶绿素的作用比传统的抗溃疡胃药还要好^[2]。

日本、美国有用苜蓿生产叶绿素铜钠的报道^[3],国内已对用蚕砂、地椒草、松叶、竹叶、苕麻叶、香蕉叶等提取色素的方法进行了一系列的研究^[4-7],但利用水浮莲叶制取色素的研究未见报道。本文以水浮莲为原料制取叶绿素铜钠盐,提出了最佳工艺条件,获得较高的得率(0.70%~0.80%,以鲜叶计),比苜蓿(0.25%)^[3]、竹叶(0.25%~0.30%)^[5]和香蕉叶(0.68%)^[7]等的得率高。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

水浮莲 采自漳州市城郊;乙醇、丙酮、异丙醇、

苯、乙酸乙酯、乙醚、环己烷、HCl、NaOH等均为分析纯,CuSO₄·5H₂O为化学纯。

723-可见分光光度计 上海精密科学仪器有限公司,分析仪器总厂;HJ-3恒温磁力搅拌器 江苏金坛医疗仪器厂;多功能食物搅拌机 中国广东顺德长兴塑料五金厂。

1.2 叶绿素铜钠制取方法

将水浮莲叶经前处理(挑选、洗净、凉干、杀酶、搅碎)后,在改进的索氏提取器中进行提取,过滤,收集滤液,加碱皂化,形成水溶性衍生物,分离不皂化物,在酸性条件下(pH=2),使皂化物与加入的铜盐螯合成叶绿素铜酸,烘干后再与碱反应成盐,最后经真空干燥即得墨绿色带金属光泽、有特殊胺味的叶绿素铜钠成品。

2 结果与讨论

2.1 实验条件的选择

2.1.1 提取剂的选择 当提取温度为70℃,提取时间为1h,料液比为1:6时,选用不同提取剂,以吸光度为指标评价其提取叶绿素的效果,结果见表1。

表1 不同溶剂的提取效果

溶剂	乙醇	异丙醇	丙酮	苯	乙酸乙酯	乙醚	环己烷
吸光度(A)	0.856	0.278	0.819	0.104	0.059	0.035	-0.005

由表1可知,不同溶剂的提取效果不同,其大小顺序为:乙醇>丙酮>异丙醇>苯>乙酸乙酯>乙醚>环己烷。因此本实验确定选用乙醇作为提取剂。

2.1.2 提取条件的选择 提取效果一般与提取时间、温度成正比,但对热敏性的叶绿素而言,温度过高和时间过长将影响叶绿素的质量、提取率和设备的生产率。为寻找适宜的工艺条件,采用L₉(3⁴)正交试验组合表,对提取时间、提取温度、溶剂浓度和料液比的各因素进行正交试验,结果见表2。

综合分析,各因子的影响顺序为:D>A>B>C,同时可确定本试验提取的最佳工艺条件为A₂B₃C₂D₃,即提取温度为70℃,提取时间为1h,溶剂浓度为95%,料液比为1:6。

2.1.3 皂化、铜代反应条件的选择 采用L₉(3⁴)正交

收稿日期:2002-01-07

作者简介:黄森科(1952-),男,讲师,主要从事催化动力学分析和AAS等科研工作。

表2 提取正交试验结果

序号	提取时间 A(h)	提取温度 B(°C)	料液比 C (g/ml)	溶剂浓度 D(%)	吸光度 (434.8nm)
1	1(0.5)	1(50)	1(1:5)	1(75)	0.371
2	1	2(60)	2(1:6)	2(85)	0.738
3	1	3(70)	3(1:7)	3(95)	0.782
4	2(1.0)	1	2	3	0.811
5	2	2	3	1	0.585
6	2	3	1	2	0.867
7	3(1.5)	1	3	2	0.688
8	3	2	1	3	0.767
9	3	3	2	1	0.533
k ₁	0.6303	0.6233	0.6683	0.4963	
k ₂	0.7543	0.6967	0.6940	0.7643	
k ₃	0.6627	0.7273	0.6850	0.7867	
R	0.1240	0.1040	0.0257	0.2904	

试验组合表进行优选试验 结果见表3。

表3 皂化、铜代正交试验结果

序号	鲜叶重/碱重 A(g/ml)	皂化时间 B(min)	鲜叶重/铜盐量 C(g/ml)	铜代时间 D(min)	叶绿素铜钠量(g)
1	1(20:1)	1(30)	1(20:2)	1(30)	0.2397
2	1	2(40)	2(20:3)	2(40)	0.3250
3	1	3(50)	3(20:4)	3(50)	0.3149
4	2(15:1)	1	2	3	0.2549
5	2	2	3	1	0.2560
6	2	3	1	2	0.3269
7	3(10:1)	1	3	2	0.2867
8	3	2	1	3	0.2521
9	3	3	2	1	0.2844
K ₁	0.2932	0.2604	0.2729	0.2600	
K ₂	0.2792	0.2777	0.2881	0.3129	
K ₃	0.2744	0.3087	0.2859	0.2739	
R	0.0188	0.0483	0.0152	0.0529	

从表3中R值分析结果可见,铜代时间、皂化时间是主要影响因素,而皂化用碱量和铜代用CuSO₄量则次之。综合分析后得本试验的较佳工艺条件为A₁B₃C₂D₂,即皂化用碱量为按鲜叶重:碱液量=20:1(W/V),时间为50min;铜代用量为按鲜叶重:铜盐液量=20:3(W/V),时间为40min。

2.1.4 成盐用碱量的确定 成盐碱的用量关系到最后叶绿素铜钠盐的产量和纯度。试验表明,碱的用量为按干铜酸重:碱液量=1:8(W/V)为佳。

2.1.5 工艺条件的评价 以最佳实验条件进行中间试验,结果表明,叶绿素铜钠的得率在0.70%~0.80%之间,得率较高,是香蕉叶(0.68%)的1.18倍、竹叶(0.3%)的2.67倍和苜蓿(0.25%)的3.20倍。可见本试验所选取的工艺条件可靠,方法可行。

2.2 产品分析

2.2.1 产品物理特征 用本法制得的叶绿素铜钠为墨绿色粉末状物质,带金属光泽,它是叶绿素铜钠a(R=CH₃)与叶绿素铜钠b(R=CHO)的混合物,易溶于水,微溶于乙醇、甲醇、氯仿,不溶于石油醚、丙酮、正己烷。

2.2.2 产品光谱特征 配制0.01%叶绿素铜钠溶液,用723-可见分光光度计扫描其吸收光谱,发现在

434.8nm和631.2nm处有最大吸收峰(见图1),与国内市售蚕砂叶绿素铜钠的特征吸收光谱(在435nm和630nm处有最大吸收峰)基本一致,消光比值均在3.6~4.0之间,说明两种产品组成基本相同。

2.2.3 产品质量分析 制取的叶绿素铜钠盐按国家标准(GB3262-82)方法进行质量分析,结果表明,产品质量指标均符合国家标准,如表4所示。

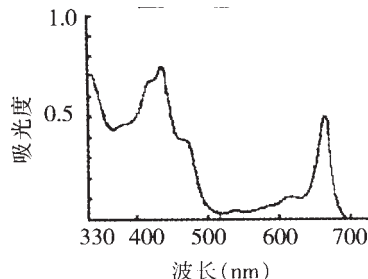


图1 水浮莲的叶绿素吸收光谱图

表4 水浮莲叶的叶绿素铜钠盐质量指标

项目	制得产品	GB3262-82 标准
pH	9.5	9.0~10.7
干燥失重(%)	2.0	≤4.0
硫酸盐灰分(%)	30.5	≤36.0
总铜量(%)	5.12	4~6
游离铜(%)	0.01	≤0.025
消光比值	3.9	3.2~4.0

3 结论

综上所述,用水浮莲提取叶绿素铜钠盐的最佳工艺条件为:用95%乙醇作提取剂,料液比(W/V)为1:6,在70°C条件下回流提取1h;用5%NaOH皂化50min,用量按鲜叶重:碱液量=20:1(W/V)计,20%CuSO₄溶液铜代40min,用量按鲜叶重:铜盐液量=20:3(W/V)计,2%NaOH溶液成盐,用量按干铜酸重:碱液量=1:8(W/V)计。本工艺所制得产品符合国家食品添加剂GB3262-82标准,得率高达0.70%~0.80%(以鲜叶计),经济效益显著。开发利用水浮莲叶提取叶绿素铜钠具有良好的开发前景。

参考文献

- 1 张世全.蚕砂制取叶绿素及综合利用.林产化工通讯,1990(6):15
- 2 杨德全,王生文,王俏,等.地椒草制取叶绿素铜钠的研究.延安大学学报(自然科学版),1998,17(4):39~43
- 3 周维纯.苏联树叶化学产品生产研究现状.苏联科学与技术,1984(6):28~33
- 4 周维纯,王金秋.松针叶绿素铜钠盐的研制和运用.林产化学与工业,1986(2):37~42
- 5 马自超,吴伟志,陈亿远,等.由竹叶制取叶绿素铜钠盐研究.南京林业大学学报,1991,15(4):64~68
- 6 李严巍,邵昌淇,林笃江.苕麻天然绿色色素的研制.食品科学,1993(1):46~48
- 7 林秀兰,郑德勇,高君强.香蕉叶制取叶绿素铜钠盐工艺研究.福建林学院学报,2000,20(1):34~37