

烟草中绿原酸、烟碱和茄尼醇的超声波辅助提取

艾心灵, 王洪新, 朱 松

江南大学, 江苏省无锡市江南大学蠡湖校区 1800号 76栋 511 214064

关键词: 烟草; 绿原酸; 烟碱; 茄尼醇; 超声波

摘要: 考察了烟草中绿原酸、烟碱和茄尼醇的超声波辅助提取, 结果表明: 最佳工艺条件为: pH 4的 95% 乙醇作溶剂, 料液比 1: 15, 80℃提取两次, 每次 45min。在此条件下, 绿原酸、烟碱和茄尼醇的提取率分别为 93.65%、95.42% 和 82.35%, 而热回流法这 3种成分的提取率各为 85.56%、84.79% 和 73.54%。

中图分类号: TS411.1 文献标识码: B 文章编号: 1002-0861(2007)04-0045-04

Ultrasonic Aided Extraction of Chlorogenic Acid, Nicotine and Solanesol in Tobacco

AIXIN-LING, WANG HONG-XIN, and ZHU SONG

Southern Yangtze University Wuxi 214036 Jiangsu China

Keywords Tobacco; Chlorogenic acid; Nicotine; Solanesol; Ultrasonic wave

Abstract Ultrasonic aided extraction of chlorogenic acid, nicotine and solanesol in tobacco was investigated. The optimum conditions were pH 4, 95% ethanol as solvent, the ratio of material to liquor 1: 15, extracting twice at 80℃ (each for 45min). The experimental yield of chlorogenic acid, nicotine and solanesol was 93.65%, 95.42% and 82.35%, respectively, which were much better than the yield by hot refluxing extraction (85.56%, 84.79% and 73.54%, respectively).

目前, 在烟草综合利用的研究报道中, 大多是单独提取烟叶中的茄尼醇或烟碱^[1-8], 烟叶的利用率不高, 而有关烟叶中绿原酸的提取研究较少。近年来, 超声波辅助提取技术越来越多的被应用于天然产物有效成分的提取。该法操作简单, 具有被提取活性物质不被破坏, 提取时间短等优点。因此研究了利用超声波辅助提取技术同时提取烟草中绿原酸、烟碱和茄尼醇, 并与热回流提取法进行了比较。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

KQ-50DE型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司, 频率: 40KHz); UV-2100型紫外可见分光光度计(尤尼柯仪器有限公司); AB204-S型电子分析天平(感量: 0.0001g METTLER公司); BC-R202B型旋转蒸发器(上海贝凯生物化工设备有限公司); Waters600高效液相色谱仪(WATERS公司), 配备 Waters2410示差检测器。

绿原酸(纯度 ≥ 98.0%, 江西本草天工科技有限责任公司), 茄尼醇(纯度 95.12%, 潍坊三强集团), 烟碱(纯度 ≥ 98.0%, 潍坊安隆医药生物工程有限公司); 95%乙醇、甲醇、盐酸、氢氧化钾、氢氧化钠、正己烷、正丁醇、乙酸、氯仿(AR, 国药集团上海化学试剂公司); 2005年河北尉县产烤烟 C1F。

作者简介: 艾心灵(1982-), 江南大学食品学院在读硕士研究生, 研究方向: 天然产物的开发利用。E-mail: whx1964@126.com 电话: 0510-85878540

收稿日期: 2006-07-19

责任编辑: 周雅宁 E-mail: zyn0626@126.com

电话: 0371-67672778

1.2 样品处理与分析

(1) 超声波辅助提取: 烟草去杂, 40℃下干燥, 粉碎, 过40目筛, 置干燥器中备用。准确称取10.00g样品, 置于500mL烧瓶中, 加入95%乙醇, 超声波辅助提取, 提取一定时间后过滤, 滤液待分析用。

(2) 热回流提取: 准确称取10.00g样品, 置于500mL烧瓶中, 加入95%乙醇, 加热回流提取, 提取一定时间后过滤, 滤液待分析用。

样品分析: 采用纸层析-紫外分光光度法^[9]、萃取分光光度法^[10]、高效液相色谱法^[11]分别分析提取液及烟叶中的绿原酸、烟碱及茄尼醇并计算提取率。

2 结果与讨论

2.1 提取温度对提取效果的影响

用pH4的95%乙醇作溶剂, 料液比1:15, 超声波辅助提取45min, 考察不同提取温度对3种成分提取率的影响。结果(图1)表明, 绿原酸、烟碱和茄尼醇的提取率均随着提取温度的升高不断增加, 当提取温度超过60℃时, 提取率增加缓慢。

2.2 料液比对提取效果的影响

选用pH4的95%乙醇作溶剂, 60℃超声波辅助提取45min, 考察料液比对3种成分提取率的影响, 结果见图2。

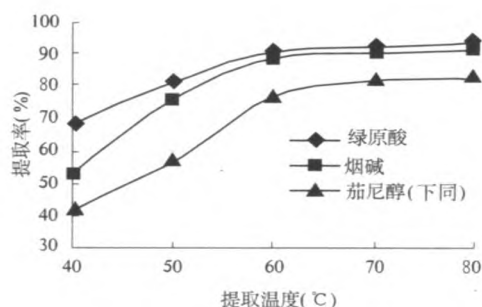


图1 提取温度对提取率的影响

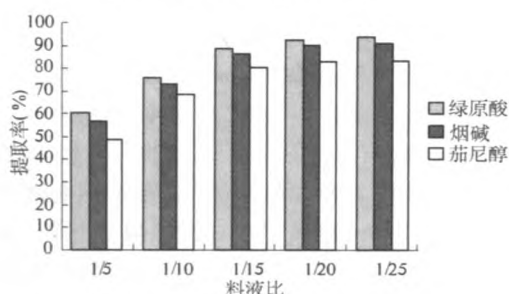


图2 料液比对提取率的影响

从图2可以看出, 三者提取率随料液比的变化基本上呈现相同的变化趋势。随着溶剂量的增加, 提取率均逐渐升高, 溶剂量达到烟叶量的15倍时绿原酸、烟碱和茄尼醇的提取率分别为88.47%、85.68%及80.51%。溶剂量增加, 给后处理工序增加困难, 而且增加生产成本。在保证提取效果的同时, 应尽量减少溶剂用量和降低蒸发浓缩负荷, 因此料液比选择1:15为宜。

2.3 提取时间对提取效果的影响

提取时间决定生产的周期, 是生产工艺研究中一个十分重要的影响因素, 它决定着生产成本和能耗。图3是溶剂为pH4的95%乙醇, 提取温度为60℃, 料液比1:15的情况下, 不同超声波辅助提取时间对3种成分提取率的影响。

由图3可见, 随着超声波辅助提取时间的延长, 3种成分的提取率增加, 尤其是从15min到45min, 3种成分提取率增加幅度较大。但45min后, 提取率变化不大, 趋于平缓。因此, 为了缩短生产周期, 提取时间保持在45min可得到较为满意的效果。

2.4 pH值对提取效果的影响

先用1mol/L HCl和1mol/L NaOH溶液将95%乙醇pH调至2~7, 在温度60℃, 料液比1:15, 超声波辅助提取45min的情况下, 用不同pH值的95%乙醇提取, pH值对提取效果的影响见图4。

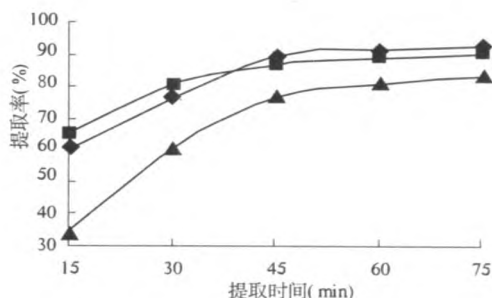


图3 超声波辅助提取时间对提取率的影响

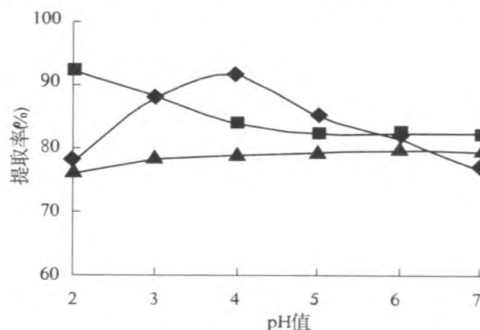


图4 pH值对提取率的影响

从图 4 可以看出, pH 值对于绿原酸提取的影响较大,当 pH 值低于 4 时,随着 pH 值的增加提取率增加; pH = 4 时,提取率达到最大; pH 值再增加时,提取率反而下降。绿原酸是极性有机酸,性质不太稳定,从植物内提取过程中,通过水解和分子内酯基迁移易发生异构化^[12]。绿原酸在酸性介质中比较稳定,因此绿原酸的提取宜在酸性溶剂中进行。烟碱是一种有机二元弱碱,烤烟中的烟碱主要以烟碱盐的形式存在,也有少量以化合态的形式存在^[13]。在酸性环境下,烟碱以烟碱盐的形式被提取出来。随着 pH 值的增加提取率下降,当 pH 值大于 5 后,烟碱的提取率趋于平缓。pH 值对茄尼醇的提取率影响不太明显。考虑到同时提取 3 种有效成分,实验选在酸性溶剂中进行。

2.5 提取次数对提取效果的影响

选用 pH 4 的 95% 乙醇作为溶剂,在固定温度 60℃,料液比 1:15,超声波辅助提取 45min 的情况下,提取次数对提取效果的影响如表 1 所示。

表 1 超声波辅助提取次数对提取率的影响 (%)

提取次数	绿原酸提取率	烟碱提取率	茄尼醇提取率
1	86.29	87.45	77.5
2	91.67	92.71	83.12
3	93.48	94.62	89.38

从表 1 中可以看出,超声波辅助提取次数增加,3 种成分的提取率增加。提取 1 次时明显不如 2 次效果好。提取 3 次时,提取率增加缓慢,效果不明显。随着提取次数增加,其它杂质的溶出量也会有所增加,增加了溶剂的回收及能耗,且生产周期增加。因此,3 种活性成分的超声波辅助提取次数以 2 次为宜。

2.6 较佳超声波辅助提取工艺条件的确定

根据单因素试验结果,在超声波辅助提取过程中,选取提取温度、料液比、时间和 pH 值 4 个提取因素,每个因素 3 水平的正交试验方案,根据 L9(3⁴)正交表进行实验,结果见表 2。

由表 3 可知,各因素对绿原酸的影响主次顺序为 C>A>B>D,最优提取方案为 A₃B₂C₂D₂,即超声波辅助提取绿原酸的最佳工艺条件是: pH 4 的 95% 乙醇,料液比 1:15,提取温度 80℃,提取时间 45min;而对于烟碱,各因素主次顺序为 A>D>B>C,最优提取方案为 A₃B₂C₃D₁,即超声波辅助提取烟碱的最佳工艺条件是: pH 2 的 95% 乙醇,料液比 1:20,提取温度 80℃,提取时间 45min;对于茄尼醇,各因素主次顺序为 C>A>B>D,最优提取方案为 A₃B₃C₂D₃,即超声波辅助提取茄尼醇的最佳工艺条件是: pH 6 的 95% 乙醇,料液比 1:15,提取温度 80℃,提取时间 60min。

表 2 正交试验方案及结果

试验号	A[温度] (℃)	B[时间] (min)	C [料液比]	D [pH 值]	绿原酸提 取率 (%)	烟碱提 取率 (%)	茄尼醇提 取率 (%)
1	A ₁ [60]	B ₁ [30]	C ₁ [1:10]	D ₁ [2]	69.35	75.92	64.02
2	A ₁	B ₂ [45]	C ₂ [1:15]	D ₂ [4]	85.16	80.41	75.61
3	A ₁	B ₃ [60]	C ₃ [1:20]	D ₃ [6]	82.26	76.94	81.10
4	A ₂ [70]	B ₁	C ₂	D ₃	85.48	80.92	79.88
5	A ₂	B ₂	C ₃	D ₁	88.71	89.39	78.05
6	A ₂	B ₃	C ₁	D ₂	79.68	86.73	72.56
7	A ₃ [80]	B ₁	C ₃	D ₂	89.68	90.20	79.27
8	A ₃	B ₂	C ₁	D ₃	83.22	87.14	76.22
9	A ₃	B ₃	C ₂	D ₁	93.54	92.45	85.96

表 3 正交试验极差分析

k 值	绿原酸提取率 (%)				烟碱提取率 (%)				茄尼醇提取率 (%)			
	A[温度]	B[时间]	C[料液]	D	A[温度]	B[时间]	C	D	A[温度]	B[时间]	C[料液]	D[pH]
	(℃)	(min)	比]	[pH 值]	(℃)	(min)	[料液比]	[pH 值]	(℃)	(min)	液比]	值]
k ₁	78.92	81.50	77.42	83.87	77.76	82.35	83.26	85.92	73.58	74.39	70.93	76.01
k ₂	84.62	85.70	88.06	84.84	85.68	85.65	84.59	85.78	76.83	76.63	80.48	75.81
k ₃	88.81	85.16	86.88	83.65	89.93	85.37	85.51	81.67	80.48	79.87	79.47	79.07
R	9.89	4.2	10.64	1.19	12.17	3.3	2.25	4.25	6.9	5.48	9.55	3.26

根据主要因素(料液比、温度)固定在好水平上,次要因素(时间、pH 值)固定在适当水平上^[14],本文选择 A₃B₂C₂D₂(即 pH4 的 95% 乙醇,料液比 1:15,提取温度 80℃,提取时间 45min)为同时提取 3 种成分的最佳工艺条件。在该条件下做超声波辅助提取的验证试验,并与加热回流提取进行对照,结果见表 4。由表 4 可以看出,超声波辅助提取明显优于热回流提取。

表 4 超声波辅助提取验证试验与
加热回流提取试验结果

提取方式	提取物	提取率(%)
超声波	绿原酸	93.65
	烟碱	95.42
	茄尼醇	82.35
加热回流	绿原酸	85.56
	烟碱	84.79
	茄尼醇	73.54

3 结论

通过单因素及正交试验分析得知烟草中绿原酸、烟碱和茄尼醇的超声波辅助提取工艺最优化条件为:用 pH4 的 95% 乙醇作溶剂,料液比 1:15,80℃超声波辅助提取两次,每次 45min。在此条件下绿原酸、烟碱和茄尼醇的提取率分别为 93.65%、95.42% 和 82.35%,提取效果明显优于加热回流提取。

参考文献

[1] 金闻博,戴亚.烟草化学[M].北京:清华大学出版社,1993:87-99.

[2] 刘军海,裘爱泳.绿原酸及其提取纯化和应用前景[J].粮食与油脂,2003(9):44-46

[3] 王幼君,李淑芬.茄尼醇和尼古丁的提取与工艺研究[J].天津化工,2003,17(3):37-40

[4] 彭靖里,马敏象,吴绍情,等.论烟草废弃物的综合利用技术及其发展前景[J].中国资源综合利用,2001(8):18-20

[5] Rincon J. Preliminary study on the supercritical carbon dioxide extraction of nicotine from tobacco Wastes[J]. Sep Sci Tech, 1998, 33(3): 411

[6] KECA M, GROSS S, MAINAR J et al. Isolation of solanesol from tobacco (*Nicotiana tabacum* L.) by classic extraction and ultrasound extraction[J]. Farm Gas, 1997, 53(6): 173-182

[7] 姚文,武荣成. SOT 溶剂体系从烟渣中萃取茄尼醇的研究[J].矿冶,1995,4(4):93-96

[8] 赵瑾,王超杰.低次烟叶的综合开发与利用[J].烟草科技,1997(2):26-27.

[9] 刘军海,裘爱泳.绿原酸的提取分离与含量测定[J].中国油脂,2005,30(3):54-56

[10] 张立杰.烟碱的快速分析[J].湖南化工,1999,29(3):43-44

[11] 张海波,王洪新,陈尚卫.废次烟叶中茄尼醇的提取及含量测定[J].河南工业大学学报(自然科学版),2005,26(2):44-47.

[12] DORRELL D G. Ch brogenic acid content of meal from cultivated and wild sunflowers[J], Crop Sci 1976:422-424

[13] 赵瑾,王超杰,孙心齐.高效液相色谱法测定烟叶中茄尼醇的含量[J].色谱,1997,15(6):544-545.

[14] 吴有炜.试验设计与数据处理[M].苏州:苏州大学出版社.2002

(上接第 26 页)

表 1 Y J19 卷烟机落料器改进前后使用效果对比

项目	滤网使用 周期 (d)	因滤网堵塞的停 机次数 (次 /班)	设备有效 作业率 (%)
改进前	≤ 20	≥ 15	78.5
改进后	> 360	0	85.2

改造后落料器结构简单,制造安装方便,成本较低,性能稳定可靠,且利用风力送丝的吸风气流

对滤网进行清理,不增加新的能耗,因此具有较高的推广应用价值。目前,该结构的落料器已在我厂其他 PASSM 或 Y J19 卷烟机上推广使用。

参考文献

[1] 张日亮,张天洲,柏世秀,等. PASSM 卷接机组风力送丝落料器的改进[J].烟草科技,2001(2):25-26