

灵香草浸膏提取及脱色方法研究*

Research in Methods of Extraction and Decoloration
of *Lysimachia foenum-graecum* Hance Concrete

潘争红 李典鹏 陈月圆 文永新

Pan Zhenghong Li Dianpeng Chen Yueyuan Wen Yongxin

(广西植物研究所 桂林市雁山 541006)

(Guangxi Institute of Botany, Yanshan, Guilin, Guangxi, 541006, China)

摘要 用 $L_9(3^4)$ 正交设计法进行灵香草浸膏的提取试验,研究乙醇浓度、提取温度、提取时间、回流次数对浸膏得率的影响,确定提取灵香草浸膏的最佳条件后,再对所得粗产品进行脱色试验,优选出粗浸膏脱色的最佳条件。结果得到灵香草提取浸膏的最佳条件是80%乙醇加热回流提取3次,提取时间为5h,温度为90℃;浸膏脱色的最佳条件是加工业乙醇沉淀至85%后,用20%的活性炭脱色。

关键词 灵香草 浸膏 正交设计 脱色

中图分类号 Q946 TQ654.2

Abstract The orthogonal test design was used to arrange sequent experiments to test the effect of the four main factors, i. e., consistency of ethanol, times of reflux, extraction time and temperature on the concrete yield of *Lysimachia foenum-graecum* Hance, and to establish the optimal extraction conditions. They are 80% ethanol, refluxing for 3 times, extracting time 5 h, temperature at 90℃. Then the decoloration test was carried out to get the optimal decoloration conditions precipitated to 85% with industrial ethanol, then decolorated with 20% activated carbon.

Key words *Lysimachia foenum-graecum* Hance, concrete, orthogonal design, decoloration

灵香草 (*Lysimachia foenum-graecum* Hance) 为报春花科排草属植物的全草,又名零陵香、薰香、排草等,主产于广西金秀、融水等地^[1,2]。灵香草有特殊而持久的芳香味,属名贵芳香植物。干品放入衣柜能防止虫蛀衣物,全草芳香辟秽,治鼻塞、齿疼、头痛、咽喉肿痛、胸闷腹胀、蛔虫等症^[3]。灵香草浸膏香气持久、稳定,可广泛用作高档烟酒的赋香剂^[4]。

由于采用乙醇为溶媒提取灵香草浸膏的得率较高^[4],所以我们围绕乙醇作正交设计实验,考察乙醇浓度、时间、回流次数、温度对灵香草浸膏得率的影响,以确定提取灵香草浸膏的最佳条件。

市场上对灵香草浸膏的深颜色特别忌讳,同时深颜色也影响了浸膏的用途,因此,我们在研究提取灵香草浸膏最佳条件的同时,开发了灵香草浸膏的脱色工艺,制得适合不同需求的浅色膏,拓展了灵香草浸膏的使用范围。

1 材料与仪器

灵香草由广西金秀香料香精有限公司提供,为干

燥全草,切碎(3~5cm),备用。

仪器: R-11型旋转蒸发仪(瑞士Bi-CHI公司制造), SHZ-D (III) 循环水式真空泵(巩义市英峪予华仪器厂制造), TL-5.0台式离心机(上海市离心机机械研究所生产),酒精比重计,回流装置,冷冻设备。试剂: 活性炭(化学纯,上海焦化总厂活性炭厂生产),工业食用乙醇(化学纯),其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 正交设计优选灵香草最佳提取工艺

采用 $L_9(3^4)$ 正交设计法,以浸膏得率为指标,进行试验。因素水平安排见表1。称取灵香草3~5g碎段50g,以乙醇为提取剂,分别根据表2的3种方案进行试验。制备灵香草提取液,减压回收乙醇直至乙醇不再蒸出为止,即得浸膏。称重,计算得率。结果见表2。

由表2的R值可看出,各因素对浸膏得率的影响顺序为次数>乙醇浓度>温度>时间。最佳工艺条件: 提取时间为5h,温度为90℃,提取次数为3次,乙醇浓度为80%。

表1 因素水平

Table 1 Factor levels

水平 Level	时间 Time (h)	温度 Temperature (°C)	次数 Times (次 Times)	乙醇浓度 EtOH. Conc. (%)
1	4	80	1	80
2	5	90	2	90
3	6	100	3	95

表2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

试验号 Exp. No.	时间 Time (h)	温度 Temperature (°C)	次数 Times (次 Times)	乙醇浓度 EtOH. Conc. (%)	得率 Yield (%)
1	1	1	1	1	9.8
2	1	2	2	2	11.5
3	1	3	3	3	11.8
4	2	1	2	3	11.0
5	2	2	3	1	17.0
6	2	3	1	2	7.8
7	3	1	3	2	12.6
8	3	2	1	3	8.4
9	3	3	2	1	13.5
K ₁	33.1	33.4	26.0	40.3	
K ₂	35.8	36.9	36.0	31.9	
K ₃	34.5	33.1	41.4	31.2	
R	2.7	3.8	10.0	9.1	

2.2 脱色时乙醇沉淀浓度的选择试验

取 5 份等量的灵香草粗膏, 加入 95% 的工业乙醇进行醇沉试验, 分别使其上清液乙醇浓度达到 70%、75%、80%、85%、90% (酒精比重计测定), 静置 2h 以上, 抽滤, 滤液减压浓缩至浸膏状, 计算得率, 结果见表 3 从表 3 可以发现, 乙醇浓度为 85%、90% 所得的浸膏颜色浅, 得率较低; 乙醇浓度为 70%、

Table 4 Yield and quality evaluation of decolourized concrete

产品性能 Product properties	得率 Yield (%)	色状 Appearance	香气 Aroma	不挥发物 involatile substance(%)	酸值 Acid value	酯值 Ester value	
粗膏 Crude concrete	17.0	深黄绿色膏 Dark yellow green concrete	烟香, 焦糖样香气 Tobacco, empyreumatic sugar	60.2	-	-	
脱色浸膏 Decolourized concrete	I	17.0	黄绿色膏 Yellow green concrete	膏香烟香酸焦气 Balsamic, tobacco, empyreumatic	84.8	29.2	144.7
	II	15.5	浅黄色膏 Light green concrete	膏香烟香少甜香 Balsamic, tobacco, light sweet	80.4	37.6	197.5
	III	14.9	褐色膏 Brown concrete	甜香膏香少烟香 Sweet, balsamic, light tobacco	84.3	35.9	192.0
	IV	14.8	红棕色半膏 Brown red hemiconcrete	甜香, 少膏香, 烟香 Sweet, light balsamic and tobacco	77.6	34.8	173.6
	V	14.5	淡红色半膏 Light red hemiconcrete	甜香突出少膏香 Sweet, light balsamic	76.6	32.9	194.3

75%、80% 所得的浸膏得率较高, 但颜色深。综合考虑了得率、品质、成本等各方面因素, 认为乙醇浓度为 85% 时, 灵香草浸膏的脱色效果为最佳

表3 乙醇沉淀浓度的选择试验结果

Table 3 Results of choice of ethanol precipitated concentration

沉淀浓度 Concn. (%)	得率 Yield (%)	颜色 Colour	香气 Aroma
70	42	褐色无光泽 Brown lustreless	烂草味浓 Strong rotted grass
75	36	褐色无光泽 Brown lustreless	酸焦气 Sour empyreumatic
80	28	深黄色 Dark yellow	香气淡, 不纯正 Slightly, impure
85	25	黄绿色 Yellow green	正宗灵香草香气, 稍淡 Pure, slightly
90	22	黄绿色有光泽 Yellow green, lustre	正宗灵香草香气, 味浓 Pure, strong

2.3 活性炭脱色用量的选择试验

取 5 份等量的醇沉后的灵香草乙醇液, 编号为 I、II、III、IV、V, 用炒热的活性炭脱色 10h 以上, 分别按原料比例的 15%、17%、20%、22%、25% 添加, 搅拌, 静置, 抽滤, 滤液减压浓缩至膏状, 计算得率, 并对所得产品进行物性检测, 结果列于表 4, 综合各物性指标以及成本方面的因素, 得出浸膏脱色最理想的活性炭加入量是 20%。

2.4 浸膏系列产品的物性检测^[5,6]

2.4.1 色状与香气的检验

采用目测法来检验色状。香气采用同灵香草原料比较的方法, 用辨香纸取少量样品, 再将其夹在测试架上, 每隔一段时间, 进行辨香评比, 确定它们的头香、体香、基香的细小变化, 结果列于表 4

2.4.2 溶解性测定

取少许样品加入一定量需检验溶剂,超声波溶解 1 min,观察溶液的透明度,结果粗膏溶解性差,脱色浸膏微溶于水,可溶于乙醇等有机溶剂

2.4.3 不挥发物测定

取硬质蒸发皿一只,清洗干净,用滤纸擦干后置于干燥器中,0.5 h后取出称量(精确到 0.001 g),加入待测样品后再称量,在水浴上加热 2 h,取下蒸发皿置于干燥器中,冷却至室温后称量,计算不挥发残留物的质量分数。结果列于表 4

2.4.4 酸值和酯值测定

准确称取试样 0.1~0.2 g,放入 250 ml 皂化瓶中,加入浓度为 80% 的中性乙醇 5 ml,微热搅拌溶解,加入酚酞指示剂 3~5 滴,先用浓度 0.5 mol/L 标准氢氧化钾乙醇溶液滴定所含游离酸值,然后用移液管准确量取 10 ml 0.5 mol/L 的氢氧化钾乙醇溶液,装上长 100 cm 直径约 1 cm 的空气冷凝管,水浴加热,回流 1 h 左右,让试样中的所有酯充分皂化,反应毕,在室温下冷却 20 min 左右,加入酚酞指示剂 3 滴,用浓度为 0.5 mol/L 的盐酸滴定。在皂化瓶中用 5 ml 乙醇代替试样样品作空白试验,以便测定消耗的碱液量,其它操作均和上述步骤相同,两次试验所用酸液的差数就相当于样品中酯类皂化所需的碱液量,以此计算酯值。结果列于表 4

2.5 提取及脱色最佳工艺总流程

灵香草浸膏提取及脱色的最佳工艺总流程如图 1 所示

3 讨论

关于灵香草有效成分的提取,刘国声、朱凯等^[7-9]曾采用水蒸气蒸馏、溶剂萃取等方法进行过研究;文永新等^[10]进行了超临界 CO₂ 技术萃取灵香草净油的研究,但超临界萃取技术与工业化还有一定的差距。本文采用了乙醇直接回流法,并首次提出了制备灵香草脱色膏的最佳工艺,适合于工业化生产。

直接由乙醇制得的粗膏含有大量色素、蜡质等水溶性杂质,颜色深,凝固点较高,在乙醇中溶解比较困难,限制了它的使用,而脱色后的浸膏颜色浅,溶解性好,香气特征变化大,少烟香,甜香突出,特别适合于浅色食用的加香要求。因此,市场上粗膏已被淘汰,生产厂家转而开发灵香草脱色膏,可以提高企业经济效益。

浸膏是很复杂的混合物,要准确测定其不挥发残留物是比较困难的,因为其中的蜡类及其它高沸点不挥发成分会使一些低沸点成分保留在残留物中,解决

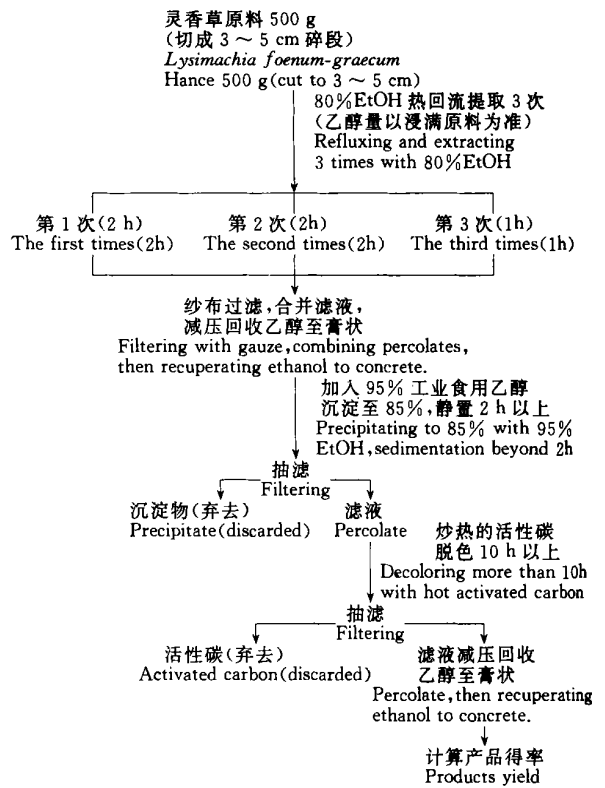


图 1 灵香草浸膏提取及脱色最佳工艺总流程

Fig. 1 Flow diagram of the optimal process

的办法是,在测定时统一规定一种操作方法。

从检测结果可看出灵香草的酸值、酯值均很高,朱凯^[4]等人也曾对广西龙胜县灵香草精油成分进行研究,发现两者的结果相差较大,说明不同产地和品种的灵香草所含的化学成分是不尽相同的。

参考文献

- 1 中国科学院植物研究所.中国高等植物图鉴.第 3 册.北京:科学出版社,1974. 809.
- 2 中国科学院植物研究所.中国经济植物志(下册).北京:科学出版社,1961. 1426.
- 3 江苏新医学院.中药大辞典(下册).上海:上海人民出版社,1977. 2470.
- 4 朱凯,王庆六,马吉玲.灵香草浸膏系列产品的研究.林产化学与工业,1995, 15(1): 73~ 75.
- 5 文瑞明,丁亮中,罗新湘等.香料香精手册.长沙:湖南科学技术出版社,2000. 432~ 435.
- 6 轻工业部香料工业科学研究所.香花浸膏检验标准. GB/T 14458.
- 7 刘国声,方洪钹,李乃文等.零陵香挥发油成分研究.植物学报,1985, 27(3): 295.
- 8 刘国声,周银珍,罗萌等.广东产灵香草挥发油成分研究.药物分析,1986, 6(6): 333~ 335.
- 9 朱凯,王庆六,聂昕等.灵香草精油化学成分研究.林产化学与工业,1995, 15(1): 73~ 75.
- 10 文永新,李典鹏,莫彬彬.超临界 CO₂ 萃取灵香草净油的研究.广西科学,2002, 9(3): 174~ 177.

(责任编辑:邓大玉)