

旱金莲花挥发油的提取及卷烟加香

姬小明, 李冰洁, 于建军, 赵铭钦, 刘国顺*

(河南农业大学 烟草学院, 河南 郑州 450002)

摘 要: 分别采用水蒸气蒸馏法和同时蒸馏萃取法提取旱金莲花挥发油, 运用 GC/MS 分析挥发油的成分, 根据内标法计算其含量, 并进行卷烟加香试验。结果表明: 水蒸气蒸馏法和同时蒸馏萃取法提取挥发油的得率分别为 0.124%(1 号)、0.517%(2 号); 检测到的化学组分分别为 26、67 种, 其中有 22 种在 2 种方法提取的挥发油中均存在, 主要是高级脂肪酸、高级烷烃、酯类和醇类等; 在 100 g 烟丝中, 添加 0.005~0.015 g 的 1 号挥发油或 0.005~0.010 g 的 2 号旱金莲花挥发油, 能提高卷烟烟气的香气质和香气量, 降低刺激性, 改善余味, 同时蒸馏萃取法所提挥发油(2 号)的加香效果更好。

关 键 词: 旱金莲花; 挥发油; 卷烟加香; 水蒸气蒸馏法; 同时蒸馏萃取法

中图分类号: TQ651⁺2 文献标志码: A 文章编号: 1007-1032(2011)03-0342-04

Extraction of essential oil from *Trollius chinensis* Bunge and its application in tobacco flavoring

Ji Xiao-ming, Li Bing-jie, Yu Jian-jun, Zhao Ming-qin, Liu Guo-shun*

(College of Tobacco Science, Henan Agriculture University, Zhengzhou 450002, China)

Abstract: The essential oil was extracted from *Trollius chinensis* Bunge by methods of steam distillation extraction and simultaneous distillation extraction respectively. The constituents of essential oil were isolated and identified by GC/MS, the content of each component was calculated according to internal standard, and the essential oil obtained by the two different extraction methods were both applied in cigarette flavoring. The results showed that the yield ratio of essential oil from *Trollius chinensis* Bunge by steam distillation extraction was 0.124%(No.1), while by simultaneous distillation extraction 0.517% (No.2). There were 26 kinds of compounds extracted by steam distillation extraction, and 67 kinds of compounds by simultaneous distillation extraction, among these compounds, 22 kinds of compounds were the same. The primary chemical components were higher fatty acids, higher alkanes, esters and alcohols, etc. Addition of 0.005 to 0.015 g essential oil obtained by steam distillation extraction or 0.005 to 0.010 g essential oil obtained by simultaneous distillation extraction to 100 g cigarette could augment and enhance the aroma and taste of smoking tobacco and reduce irritancy of the smoking cigarette, and essential oil extracted by simultaneous distillation could better improve the aroma property of tobacco.

Key words: *Trollius chinensis* Bunge; essential oil; tobacco flavoring; steam distillation extraction; simultaneous distillation extraction

旱金莲花又称金莲花^[1-2], 其野生资源丰富, 具有清热解毒、抗菌消炎等作用^[3-4]。目前, 已有多种旱金莲花制剂用于临床治疗呼吸道和肠道感

染, 并作为保健茶饮用^[5-6]。卷烟中加入中草药提取液, 可减轻吸烟对心血管和微循环系统的毒害。烟用中草药香原料已成为各烟草企业和科研院所

收稿日期: 2010-08-11

基金项目: 郑州市科技局科技攻关项目(0910SGYN12302)

作者简介: 姬小明(1972—), 女, 河南舞钢人, 博士, 副教授, 主要从事烟草化学和香精香料研究, jxm0371@163.com; *通信作者, liugsh1851@163.com

研究的热点^[7-8]。深入开展中草药资源的基础及应用研究,开发出适用于中式卷烟的新型中草药香原料,是卷烟调香技术工程方案研究工作之一。笔者分别采用水蒸气蒸馏法和同时蒸馏萃取法提取旱金莲花挥发油,比较这2种方法提取挥发油的得率及2种挥发油的化学成分,并将2种挥发油用于卷烟加香试验,现将结果报道如下。

1 材料和方法

1.1 材料

旱金莲花粉末(过0.4 mm筛);二氯甲烷、无水硫酸钠、无水乙醇均为国产分析纯;红旗渠牌加料未加香配方烟丝(河南中烟工业公司新郑卷烟厂)。

1.2 主要仪器与设备

美国安捷伦公司 5890GC-5972 MS气-质联用仪;电热恒温水浴锅(江苏金坛市江南仪器厂);ZDHW型调温电热套(北京中兴伟业仪器有限公司);电子天平(武汉电子称重仪器公司);德国KBF240恒温恒湿箱(香港路易企业有限公司);同时蒸馏萃取器;挥发油提取器。

1.3 挥发油的提取

1) 水蒸气蒸馏法提取。精密称取旱金莲花粉末25 g,置于500 mL圆底烧瓶中,加入300 mL蒸馏水,加入沸石,连接挥发油提取器,加热,回流6 h,利用二氯甲烷多次萃取挥发油。无水硫酸钠干燥,过滤,滤液减压蒸馏浓缩,得淡黄色油液(挥发油1号),储存于冰箱中备用。

2) 同时蒸馏萃取法提取。精密称取旱金莲花粉末25 g,置于500 mL圆底烧瓶中,加入300 mL蒸馏水,加入沸石,连接于同时蒸馏萃取装置一端,用电热套加热;装置的另一端连接装有40 mL二氯甲烷的100 mL烧瓶,水浴加热,同时蒸馏萃取6 h。以无水硫酸钠干燥,过滤,滤液减压浓缩,得黄色油液(挥发油2号),储存于冰箱中备用。

1.4 挥发油化学组分及含量的测定

色谱条件:60 m×0.25 mm×0.25 μm 色谱柱(DB-5MS);氦气;进样量 2 μL;分流比10:1;

柱流速 0.8 mL/min(恒流)。升温程序:初始温度50℃,保持5 min;5℃/min升至120℃,保持5 min;5℃/min升温至180℃,保持5 min;6℃/min升温至250℃,保持25 min。传输线温度280℃;进样口温度250℃。

质谱条件:电离方式为EI,电子能量为70 eV,溶剂延迟6 min;扫描离子范围35~550 amu。采用NIST06质谱库检索作定性分析;采用内标法作定量分析。内标物为乙酸苯乙酯(2 mL,0.002 5 g/mL)。

1.5 卷烟加香与评吸

分别称取0.005、0.010、0.015、0.020、0.030 g挥发油1号和挥发油2号,分别用8 mL 95%乙醇溶解后喷洒于100 g烟丝上。加香烟丝于(22±1)℃和相对湿度65%环境中平衡48 h,制成卷烟,然后由新郑卷烟厂评吸专家评吸。对照为添加95%乙醇的加料未加香烟丝。

2 结果与分析

2.1 2种方法提取挥发油的化学组分

水蒸气蒸馏法和同时蒸馏萃取法提取挥发油的得率分别为0.124%和0.517%。同时蒸馏萃取法得率明显较高,可能是由于同时蒸馏萃取将蒸馏和萃取融合到一起,挥发性成分蒸发出来后直接被二氯甲烷萃取,减少了挥发性成分的散失,也减少了热不稳定及易氧化成分的分解;而水蒸气蒸馏法提取过程中温度过高,易使一些低沸点化合物散失。1,2号挥发油均呈黄色,1号颜色稍浅,2号颜色较深,有金莲花特有的花香(清甜香)。

由表1可知,在1、2号挥发油中分别检测到化学组分26、67种。2种方法提取旱金莲花挥发油的相同组分有22种,以高级脂肪酸、高级烷烃、酯类和醇类为主,主要有亚油酸、棕榈酸、肉豆蔻酸、月桂酸、羊脂酸、二十三烷、二十八烷、邻苯二甲酸单(2-乙基己基)酯、二氢猕猴桃内酯和芳樟醇等。这些组分在2号挥发油中的含量大部分高于1号挥发油:在2号挥发油中高达457.9 μg/g,在1号挥发油中为158.59 μg/g。

表1 2种方法提取旱金莲花挥发油的化学组分及含量

Table 1 Comparison of chemical composition of essential oil from <i>Trollius chinensis</i> Bunge extracted by the two different methods					
峰号	保留时间 /min	化学组分	挥发油含量 /($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)		
			1号	2号	
1	10.93	己醛	—	1.12	
2	12.15	糠醛	—	3.79	
3	12.92	2-呋喃甲醇	—	8.46	
4	13.28	2-甲基丁酸	0.56	6.34	
5	13.49	5-甲基-2-己烯	—	0.65	
6	14.12	3-羟基丙酸	—	0.88	
7	17.09	2-丁炔-1-醇	0.85	—	
8	17.18	苯甲醛	—	1.16	
9	17.95	羊油酸	—	9.39	
10	19.78	苯甲醇	—	6.21	
11	20.16	2-苯基乙醛	—	2.53	
12	20.99	正辛醇	—	2.16	
13	21.09	2-丙基丙二酸	—	0.26	
14	21.78	2-甲氧基苯酚	—	1.30	
15	22.29	芳樟醇	1.94	12.4	
16	22.38	甜瓜醛	1.00	—	
17	22.46	脱氢芳樟醇	—	5.89	
18	23.01	2,6-二甲基环己醇	0.65	4.54	
19	25.95	羊脂酸	2.16	25.10	
20	26.54	月桂烯	—	2.68	
21	26.97	异松油烯	0.55	—	
22	27.03	松油醇	—	2.77	
23	27.23	藏花醛	—	2.71	
24	27.92	2,3-二氢苯并呋喃	—	2.53	
25	28.10	1,3,4-三甲-1,2,5,6-四氢化苯甲醛	—	2.17	
26	29.14	β -柠檬醇	—	2.58	
27	29.63	2,6,6-三甲基-1-环己烯基乙醛	—	1.57	
28	29.77	天竺葵酸	—	1.94	
29	30.18	2-戊酮	—	3.32	
30	30.82	月桂醛	—	0.92	
31	31.15	吡咯	—	1.57	
32	31.32	3-亚甲基-5-甲基-2-己酮	—	0.64	
33	31.70	2-甲氧基-4-乙烯基酚	—	23.30	
34	33.48	羊蜡酸	—	8.90	
35	34.57	茉莉酮	—	3.73	
36	35.09	2,5-二甲基苯丁酸	—	0.74	
37	35.50	松油烯	—	0.42	
38	35.70	2,4,5,6,7,7a-十氢化-4,4,7a-三甲基-2-苯丙呋喃甲酸甲酯	—	1.19	
39	36.13	香叶基丙酮	—	1.09	
40	36.96	2,4,5,6,7,7a-十氢化-4,4,7a-三甲基-2-苯丙呋喃甲醇	—	0.72	
41	37.20	4-(2,6,6-三甲基-1,3-环己二烯)-3-烯-2-酮	—	0.38	
42	37.30	β -紫罗兰酮	—	5.99	
43	37.42	紫罗兰醇	—	4.22	
44	37.75	十六烷	—	0.81	
45	38.02	二丁基羟基甲苯	—	0.42	
46	38.41	环己基甲酸-(4-甲酰基)苯酯	—	1.52	
47	39.42	二氢猕猴桃内酯	0.65	28.80	
48	40.33	月桂酸	20.10	103.00	
49	45.64	肉豆蔻酸甲酯	—	0.72	
50	46.98	肉豆蔻酸	39.84	121.00	
51	48.89	植酮	2.07	9.80	
52	49.30	十三酸	—	1.22	
53	49.34	邻苯二甲酸二异丁酯	0.29	1.60	
54	49.93	水杨酸苄酯	—	0.79	
55	50.54	金合欢基丙酮	—	5.40	
56	50.78	十六酸甲酯	0.10	2.19	
57	51.73	n-棕榈酸	61.64	114.00	
58	54.25	亚油酸甲酯	1.21	1.82	
59	54.36	二十一烷	4.41	12.40	
60	54.60	叶绿醇	1.22	3.95	
61	54.85	2,4-二甲基己二酸	0.26	—	
62	55.14	亚油酸	8.36	14.70	
63	55.28	9,12,15-十八碳三烯-1-醇	13.20	19.00	
64	55.68	二十四烯酸甲酯	—	1.64	
65	56.56	二十二烷	—	2.16	
66	59.20	二十三烷	18.10	57.40	
67	62.30	二十七烷	1.22	3.10	
68	65.61	2-甲基-5-癸酮	2.07	6.36	
69	66.31	二十八烷	8.39	22.70	
70	67.74	邻苯二甲酸单(2-乙基己基)酯	26.03	5.32	
71	69.00	2-甲氧基乙酸十四烷酯	0.68	2.27	

1号挥发油中有微量的甜瓜醛、异松油烯、2,4-二甲基己二酸和2-丁炔-1-醇,而在2号挥发油中没有检出这些物质。2号挥发油中香气成分比较多, β -紫罗兰酮、二氢猕猴桃内酯、金合欢基丙酮、香叶基丙酮、脱氢芳樟醇、茉莉酮、藏花醛、2-戊酮和苯甲醇的含量都比较高,超过了1 $\mu\text{g/g}$,这些化合物都是常用的香料物质,其中,芳樟醇有浓青带甜的木青气息,似玫瑰木;二氢猕猴桃内酯具有轻凉爽的

香气; β -紫罗兰酮有紫罗兰花香气,苯甲醇具有弱的花香;2-戊酮具有果味。这些都是烟草精油中重要的香味成分,用于卷烟香精中,可增加卷烟香气中的丰满度,有效改善卷烟产品的质量;因此,同时蒸馏萃取法不论是在提取率还是在香气成分方面均优于水蒸气蒸馏法,是提取旱金莲花挥发油比较理想的方法。

2.2 卷烟加香结果与分析

从表2可知，在100 g供试烟丝中添加0.005～0.015 g的1号金莲花挥发油后，能与烟香谐调，提高香气质，增大香气量，减小刺激性，余味较好；添加量达0.020 g时，刺激性稍大，烟气有所改变。添

加0.005～0.010 g的2号金莲花挥发油能与烟香谐调，增大香气量，烟气柔和细腻，余味纯净；添加量达到0.015 g时，加香感略重，香气过于显露，不够协调，余味有残留。

表 2 2 种方法提取旱金莲花挥发油的卷烟加香评吸结果

Table 2 Tobacco flavoring results of essential oil No.1 and No.2 from <i>Trollius chinensis</i> Bunge		
挥发油	加入量(g·(100 g) ⁻¹)	评 吸 结 果
1 号	0(CK)	香气略粗糙，香气质一般，余味有残留，有杂气，有刺激性，欠谐调
	0.005	香气略稍细腻，欠谐调，余味有残留，杂气减轻，刺激性减少
	0.010	烟气柔和细腻，香气量稍增，谐调性增加，余味改善，杂气减轻
	0.015	烟气柔和细腻，香气质较好，香气量进一步增加，谐调性好，余味纯净
	0.020	烟气柔和，加香感略重，但烟气有所改变，余味有残留
	0.030	刺激性增大，香气显露不够谐调，余味变差
2 号	0.005	烟气柔和细腻，香气量增加，谐调性增加，余味改善，杂气减轻
	0.010	烟气柔和细腻，香气质好，香气量进一步增加，谐调性好，余味纯净
	0.015	烟气柔和，加香感略重，但烟气有所改变，余味有残留
	0.020	刺激性增大，香气显露不够谐调，余味变差
	0.030	外加香明显，掩盖烟香

评吸结果表明，加入适量的旱金莲花挥发油可提高红旗渠牌卷烟的香气质和香气量，谐调烟香，减少杂气，降低刺激性，改善余味，但添加量过大会对卷烟烟气产生不利影响。2号挥发油的用量比1号稍小，加香效果也稍好，这和前面的化学成分分析结果一致。

3 结 论

水蒸气蒸馏法和同时蒸馏萃取法提取旱金莲花挥发油，其化学组分和含量不尽相同，水蒸气蒸馏法提取化合物种类(26种)少，得率(0.124%)低，同时蒸馏萃取法提取化合物种类(67种)多，得率(0.517%)高，β-紫罗兰酮、金合欢基丙酮、香叶基丙酮、脱氢芳樟醇、茉莉酮、藏花醛、2-戊酮和苯甲醇等都是很好的香料物质。采用同时蒸馏萃取法提取挥发油的化学成分优于水蒸气蒸馏法。

加香试验表明，加入适量的旱金莲花挥发油能明显改善和修饰卷烟香气，提高卷烟烟气的香气质和香气量，降低刺激性，改善余味。同时蒸馏萃取法所得挥发油的加香效果优于水蒸气蒸馏法所得挥发油。

参考文献:

[1] 辛春兰, 潘海峰. 金莲花的研究进展[J]. 承德医学院学报, 2003, 20(4): 348-350.

[2] 赵学敏. 本草纲目拾遗[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1983: 256.

[3] Wanga R F, Yanga X W, Chao M M, et al. Trollioside, A new compound from the flowers of *Trollius chinensis* [J]. Journal of Asian Natural Products Research, 2004, 6(2): 139-144.

[4] Li X Q, Huo T G, Qin F, et al. Determination and pharmacokinetics of orientin in rabbit plasma by liquid chromatography after intravenous administration of orientin and *Trollius chinensis* Bunge extract[J]. Journal of Chromatography B, 2007, 853: 221-226.

[5] 江苏新医学院. 中药大辞典[K]. 上册. 上海: 上海人民出版社, 1977: 1398.

[6] Li Y L, Ma S C, Yang Y T, et al. Antiviral activities of flavonoids and organic acid from *Trollius chinensis* Bunge [J]. Journal of Ethnopharmacology, 2002, 79: 365-368.

[7] 郑勤安, 周强, 王建军, 等. 含中草药成分造纸法再造烟叶的制备[J]. 烟草科技, 2004, 203(6): 6-9.

[8] 柯亨林, 赵珠, 朱瑞瑞, 等. 降低卷烟烟气中多环芳烃和自由基的中药添加剂[J]. 华东理工大学学报, 2002, 28(1): 74-78.

责任编辑: 杨盛强