

传统保健酒中药浸提工艺的研究

宁准梅¹,黄玮岚²,王 勤¹

(1.冠生园(集团)有限公司技术中心,上海 200233;2.上海冠生园华佗酿酒有限公司,上海 201209)

摘要: 采用正交实验设计,以总皂苷和单宁为指标,研究了传统保健酒生产过程中药材的最佳浸提工艺条件。结果表明,基酒酒精度 60 %vol、浸提温度 30 ℃、浸提时间 72 h、每 24 h 循环 5 次为最佳浸提工艺。

关键词: 保健酒; 浸提; 总皂苷; 单宁

中图分类号: TS262.91; TS261.4

文献标识码: B

文章编号: 1001-9286(2011)05-0081-03

Study on Extraction Techniques of Herbs of Traditional Healthcare Wine

NING Zhunmei¹, HUANG Weilan² and WANG Qin¹

(1. R&D Center of Guanshengyuan (Group) Co. Ltd., Shanghai 200233; 2. Huatuo Brewery Co. Ltd., Shanghai 201209, China)

Abstract: The optimum extracting conditions of herbs for the production of traditional healthcare wine were summed up as follows through orthogonal design method (saponins and tannins as indicators): the alcoholicity of base liquor was 60 %vol, the extracting temperature was at 30 ℃, the extracting time was 72 h, and 5 cycling times for each 24 h.

Key words: healthcare wine; extraction; saponins; tannins

保健酒是将有治疗作用和滋补性质的中药或食物,通过特殊的加工手段,使其中有效物质溶解于酒液中,经过勾调,制成酒剂,药借酒势起到疗效和保健作用。保健酒中的药物成分提取过程是指将基酒加入到中药材中,基酒进入药材细胞组织,使有效成分溶解到酒溶液的全部过程^[1]。

传统保健酒中药浸提工艺一般是冷浸提,浸提所需时间长,而且一般以感官质量为主要质量指标,对保健酒中有效成分或无效成分考虑较少。本文中的传统保健酒是根据著名的《太平惠民和剂局方》,选用党参、白术、茯苓、白芍、熟生地、甘草、黄芪、金樱子等药材,经浸渍、加温、调配、陈酿、过滤而制成,具有缓解体力疲劳功能的保健酒^[2]。皂苷是中草药中主要活性成分,具有抗疲劳、降血糖活性、抑制肿瘤细胞、增强机体细胞免疫等诸多功能。总皂苷含量在保健酒中含量较为稳定^[2],故将总皂苷作为该传统保健酒的功效成分。单宁又称鞣质、鞣酸,是一类比较复杂的具有沉淀蛋白质性质的水溶性多元酚类化合物^[1],具有较强的极性,可溶于水、乙醇,形成胶体溶液,造成药酒透明度差,含量高会使保健酒有较重的涩味,所以单宁在保健酒生产中为无效成分。

本文采用正交实验设计,以有效成分(总皂苷)和无效成分(单宁)为控制指标,对影响保健酒中药材浸提效果的基酒酒精度、浸提温度、时间、循环等主要因素进行

研究实验,筛选优化保健酒中中药材的浸提工艺,可在保健酒新产品开发及应用上起到借鉴和示范作用。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

1.1.1 材料

原辅料:95 %vol 食用酒精,党参、白术、茯苓、白芍等药材购于当地药房。

处方:党参 8 g,白术 8 g,茯苓 8 g,炙甘草 4 g,当归 12 g,川芎 4 g,炒白芍 8 g,熟地黄 12 g,炙黄芪 8 g,肉桂 2 g,制成酒剂 550 mL。

试剂:人参皂苷 Re,中国药品生物制品检定所。XAD-2 大孔树脂,迪马公司;层析用中性氧化铝,规格 100~200 目;没食子酸、干酪素、磷钼钨酸、碳酸钠、乙醇、高氯酸、冰乙酸等,均为分析纯试剂。

1.1.2 设备

分光光度计:754 型紫外可见分光光度计,上海第三分析仪器厂;水浴锅:电热恒温水浴锅 HWS-26 型,上海齐欣科学仪器有限公司;分析天平:MA110 型电子分析天平,上海第二天平厂。

1.2 方法

1.2.1 工艺流程

收稿日期:2011-02-10; 修回日期 2011-03-03

作者简介:宁准梅(1981-),女,学士,工程师。

食用酒精蒸馏除杂→稀释降度

↓

中药材去杂→洗净→切片→浸提→过滤→浸提液→检测指标

1.2.2 单因素试验研究

本实验固定料液比为 1:10, 对基酒酒精度、浸提温度、浸提时间和循环等影响浸提的主要因素进行试验, 进行总皂苷和单宁的比较。酒精度分别为 30 %vol、40 %vol、50 %vol、60 %vol、70 %vol 5 个水平, 浸提温度分别为 30 °C、35 °C、40 °C、45 °C、50 °C、55 °C 6 个水平, 浸提时间分别为 24 h、48 h、72 h、96 h、120 h 5 个水平, 循环次数分别为 0 次/24 h、5 次/24 h、10 次/24 h 3 个水平, 分别进行单因素试验。

1.2.3 提取工艺参数的优化

本实验固定料液比, 以基酒酒精度、浸提温度、浸提时间、循环次数为考察因素进行 $L_9(3^4)$ 正交实验。

1.2.4 检测方法

1.2.4.1 总皂苷含量的测定

香草醛-高氯酸分光光度法^[3]。

1.2.4.2 单宁含量的测定

磷钼钨酸比色法^[4]。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 基酒酒精度的确定

分别选用 30 %vol、40 %vol、50 %vol、60 %vol 和 70 %vol 5 个酒精度梯度的基酒对药材室温浸提 7 d。对浸提液的总皂苷含量及单宁含量进行检测分析, 结果见图 1。

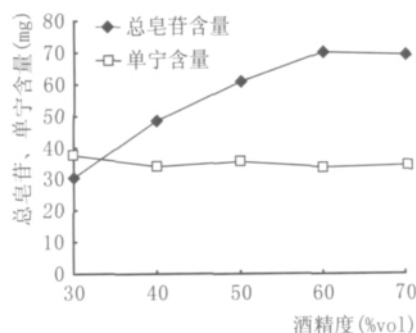


图1 基酒酒精度对浸提效果的影响

由图 1 可看出, 随着酒精度的升高, 浸提液的总皂苷含量明显增加, 酒精度高于 60 %vol 后, 总皂苷含量增加趋于平缓。酒精度对浸提液中单宁含量没有明显影响, 酒精度为 30 %vol 时, 单宁含量反而略高。故选择 40 %vol、50 %vol 和 60 %vol 作为下一步浸提试验基酒酒精度的条件。

2.1.2 温度的确定

将药材加入到 50 %vol 基酒中, 分别加热至 30 °C、35 °C、40 °C、45 °C、50 °C 和 55 °C 并恒温浸提 12 h。对浸提液的总皂苷含量及单宁含量进行检测分析, 结果见图 2。

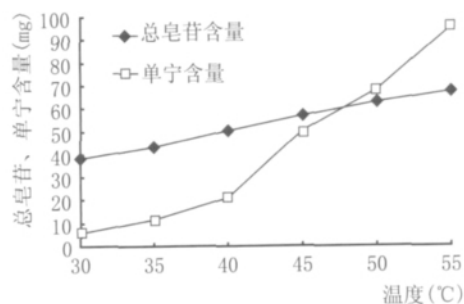


图2 温度对浸提效果的影响

由图 2 可看出, 总皂苷、单宁含量均是随温度的升高而增加, 40 °C 后单宁浸出量增加, 浸提液透明度逐步下降。故选择 30 °C、35 °C 和 40 °C 作为下一步试验温度。

2.1.3 时间的确定

药材在 50 %vol 酒精度、30 °C 恒温条件下分别浸提 24 h、48 h、72 h、96 h 和 120 h。对浸提液的总皂苷含量及单宁含量进行检测分析, 结果见图 3。

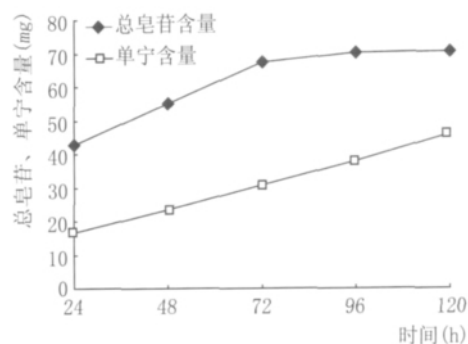


图3 时间对浸提效果的影响

由图 3 可看出, 总皂苷、单宁含量随浸提时间的延长而提高, 在 30 °C 条件下浸提 72 h 后, 总皂苷含量增加趋于缓和。考虑到 35 °C、40 °C 条件下有效成分浸出所需的时间更少, 故选择 24 h、48 h 和 72 h 作为下一步实验的浸提时间。

2.1.4 循环的确定

基酒的循环可增加浓度梯度, 有效成分得到充分浸提, 而且可以改善因药材润湿膨胀后不易搅拌的缺点, 药渣还可形成自然滤层。因此, 固定 50 %vol 酒精度、恒温 30 °C、浸提时间 24 h 等条件, 考察循环对浸提效率的影响, 结果见图 4。

浸提过程酒液的循环流动能提高总皂苷的浸出量, 故下一步将结合循环次数进行工艺参数的优化。

2.2 提取工艺参数的优化

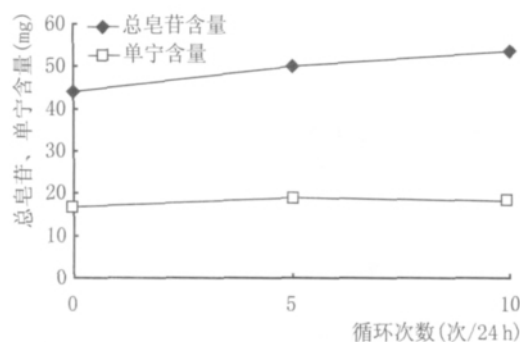


图4 循环对浸提效果的影响

表1 正交实验因素水平表

项目	水平		
	1	2	3
A: 酒精度(%vol)	40	50	60
B: 温度(℃)	30	35	40
C: 浸提时间(h)	24	48	72
D: 循环次数(次/24h)	0	5	10

表2 浸提工艺正交实验结果

试验序号	A 酒精度	B 温度	C 时间	D 循环次数	总皂苷 含量 (mg)	单宁 含量 (mg)
1	40	30	24	0	35.0	38.4
2	40	35	48	5	46.6	60.4
3	40	40	72	10	56.0	72.2
4	50	30	48	10	56.3	39.6
5	50	35	72	0	60.9	61.2
6	50	40	24	5	61.0	62.8
7	60	30	72	5	70.6	42.5
8	60	35	24	10	69.4	54.7
9	60	40	48	0	69.1	63.0
总皂苷	K1	45.877	53.973	55.160	54.993	
	K2	59.423	58.990	57.347	59.430	
	K3	69.693	62.030	62.487	60.570	
	R	23.816	8.057	7.327	5.577	
单宁	K1	57.000	40.167	51.967	54.200	
	K2	54.533	58.767	54.333	55.233	
	K3	53.400	66.000	58.633	55.00	
	R	3.600	25.833	6.666	1.300	

表3 方差分析-不同因素对总皂苷含量的影响

方差来源	偏差平方和	自由度	F比	F _{0.1}	显著性
A 酒精度	856.219	2	3.135	3.110	*
B 温度	99.318	2	0.364		
C 时间	84.881	2	0.311		
D 循环次数	52.083	2	0.191		
误差	1092.50	8			

对提取工艺条件参数进行优化, 正交实验因素水平见表1, 浸提工艺正交实验结果见表2, 方差分析-不同因素对总皂苷含量的影响见表3, 方差分析-不同因素对单宁含量的影响结果见表4。

通过直观分析和方差分析, 各因素对总皂苷含量影响的大小顺序为 A>B>C>D, 对单宁含量影响的大小

表4 方差分析-不同因素对单宁含量的影响

方差来源	偏差平方和	自由度	F比	F _{0.1}	显著性
A 酒精度	20.329	2	0.070	3.110	
B 温度	1066.642	2	3.683		*
C 时间	68.536	2	0.237		
D 循环次数	2.829	2	0.010		
误差	1157.34	8			

顺序是 B>C>A>D, 其中 A 酒精度对总皂苷的影响有显著性, B 温度对单宁的影响有显著性。故确定, A3、B1 为浸提参数, 因素 C 时间、D 循环次数对总皂苷、单宁的影响均无显著性, 但相对来说, C 时间、D 循环次数对总皂苷的影响比对单宁的影响大。根据直观分析及经济效益方面考虑, 选择 C3、D2 为浸提参数。确定 A3B1C3D2 为浸提工艺参数, 是正交实验中第 7 个试验号。

以此条件进行验证试验 3 批, 结果表明, 浸提液中平均总皂苷含量为 71.2 mg, 单宁含量为 43.3 mg。结果与正交试验结果一致。根据以上实验结果, 确定该传统保健酒中药浸提工艺条件为基酒酒精度 60 %vol, 浸提温度为 30 ℃, 浸提时间为 72 h, 循环次数为 5 次/24 h。

3 讨论

3.1 保健酒生产有多种浸提方法, 包括冷浸提、温浸提、热回流法和循环提取法等。这几种方法的主要区别在于浸提温度的高低以及增加浓度梯度的方式。本文对酒精浓度、浸提温度、浸提时间、循环次数等影响浸提效率的主要因素进行正交实验。结果表明, 影响总皂苷浸提的主要因素是基酒酒精度, 影响单宁浸出的主要因素是温度; 采用基酒酒精度 60 %vol、恒温 30 ℃、浸提 72 h、循环次数为 5 次/24 h 作为该传统保健酒的中药浸提工艺, 浸提液中总皂苷含量高, 单宁含量相对较低。

3.2 采用对总皂苷及单宁的检测控制相结合作为浸提工艺优劣的评价方法。过多的单宁会影响感官品质, 且增加粘度, 为后续过滤澄清带来压力。

3.3 确定的浸提工艺是温浸提与循环提取相组合的工艺, 所需设备与传统冷浸法设备相比只需增加加热保温装置及循环系统, 适用于工业化大生产。

参考文献:

- [1] 张英. 药酒生产实用技术[M]. 2 版. 北京: 中国轻工业出版社, 2006.
- [2] 江长源, 王勤, 黄玮岚, 宁准梅, 等. 传统保健酒中功效成分的检测和稳定性研究[J]. 酿酒科技, 2008(3): 78-80.
- [3] 毛跟年, 许牡丹. 功能食品生理特性与检测技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 564-565.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(2005 年版)二部[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005. 附录 XIXC: 176-179.