

啤酒花萃取研究

胡军 宗永立 周富臣 李炎强

中国烟草总公司郑州烟草研究院，郑州 450001

摘要：对天然啤酒花进行不同加工方式萃取研究，考察了超临界萃取、微波萃取和普通加热等三种不同萃取方法得到的产物成分区别及加香效果区别。结果表明，不同萃取方式得到的啤酒花提取物的性状和理化指标有较大的不同，其在卷烟中的作用也不尽相同；超临界萃取得到的萃取产物有效成分种类及总含量最多，微波萃取则次之，普通加热的酞剂成分含量最少；微波萃取需要时间最少。

关键词：啤酒花 超临界萃取 微波萃取 成分分析 评吸



图1 啤酒花

啤酒花来源为大麻科植物啤酒花 *Humulus lupulus* L. (桑科，律草属)的雌花序。英文名 **Hops**，别名酒花、酵母花、忽布、蛇麻花、香蛇麻、唐草花。原产于欧洲、亚洲西部、美洲和我国的新疆、甘肃等地。

啤酒花具有其特有的芳香和苦味，生产啤酒的主要原料，它能赋予啤酒一种特有的苦味和清香；食品工业利用啤酒花作酵母配曲的发酵剂；在制药工业上一种重要的药材，它具有健脾、利尿、镇静、安神、杀菌、助消化等功效，对革兰氏阳性菌和结西方经济菌有抑制作用，因此，利用啤酒花为主要原料试制的药品对治疗肺结核、淋巴结核、结核性胸膜炎等疾病都有较好的疗效。

啤酒花萃取物如啤酒花酞、啤酒花浸膏现在也广泛的应用在卷烟加香加料中，有增加卷烟的香气质和香气量，降低刺激，改善余味的作用。

1、材料和实验设备：

1.1 材料

干啤酒花 新疆当年产

二氧化碳（食品级） 郑州酒精厂

95% 食用乙醇 南阳天冠酒精厂

1.2 设备

1L 超临界萃取设备 贵州乌江机械厂

气质联用仪 5890-5973 美国安捷伦

2、实验

2.1、萃取方法

2.1.1 超临界萃取

取 500g 啤酒花 适当破碎至 40 目后，置于超临界萃取装置中，按照实验流程：二氧化碳钢瓶 — 冷却系统 — 介质泵 — 萃取釜 — 分离釜 1— 分离釜 2— 循环，连续萃取 1.5 小时，直至分离釜不再分离出产物后结束萃取。

CO₂ 超临界萃取条件：

萃取压力： 20MPa, 萃取温度： 45 °C ； 分离压力： 7MPa ， 分离温度： 60 °C。

所得啤酒花萃取物为 2.5g ， 收率为 0.5 %。将萃取物用 75% 乙醇水溶液溶解，配成 5% 的溶液备用。

2.1.2 微波萃取

将啤酒花适当粉碎，取 20g 投入 500ml 单口烧瓶中，加入 400g75% 乙醇水溶液，微波加热，微波功率约 400w ， 回流萃取 20min ， 冷却过滤得棕色透明萃取液。

2.1.3 普通加热

将啤酒花适当粉碎，取 20g 投入 500ml 单口烧瓶中，加入 400g75% 乙醇水溶液，电炉加热，功率约 400w ， 回流萃取 3h ， 冷却过滤得棕色透明萃取液。

2.2 产物分析方法

分别取 10mL 不同加工方式的啤酒花萃取物用于分析，分析步骤为：

同时蒸馏萃取装置一端接盛有 10mL 萃取液和 200mL 水的 1000mL 平底烧瓶，可控制电压的电炉加热。同时蒸馏萃取装置的另一端接盛有 40mL 二氯甲烷的 100mL 烧瓶，水浴锅加热，水浴温度为 60 °C 。同时蒸馏萃取进行 2h 。同时蒸馏萃取完成后，将萃取液浓缩至 1mL ， 加入内标苯乙酸甲酯，进行 GC 分析和 GC/MS 鉴定。

GC/MS 条件： HP-FFAP 毛细管柱： 50m×0.2mmi.d×0.33μm.d.f ， 载气为 He ， 流速： 0.6mL/min ， 进样口温度 250 °C ， 程序升温： 60 °C (1min) 210 °C (50min)(3 °C /min) ， 进样量 2μl ， 分流比 10 : 1 。 电离方式： EI ， 电离电压 70ev ， 离子源温度 200 °C ， 传输线温度 220 °C ， 使用 Wiley 谱库进行图谱检索。

2.3 加香、评吸实验

分别将 不同加工方式的啤酒花萃取物 按一定的量（ 5μ 、 10μl ），注射到烟支（重庆烟草工业公司提供的未加香加料标样烟）上，在室温下密封放置 1 个月，经平衡含水率（ 20 °C ， 相对湿度 60% ， 平衡

24h)，请郑州烟草研究院评吸委员会评吸（8人）评吸。评吸采用单支打分法，分别从卷烟的香气质、香气量、协调、浓度、劲头、细腻、杂气、刺激、余味等方面进行评价。对照为加入等量 75% 乙醇的同样方式处理的卷烟烟支。

3、结果与讨论

3.1 产物

从萃取产物的性状可以看出，不同加工方式得到的啤酒花萃取物的理化指标有着较大的区别。

表 1 不同萃取方式时间及产物形状比较

萃取方式	萃取时间	萃取物性状	折光	比重
超临界萃取	1.5h	深黄绿色膏状	/	/
微波萃取	25min	棕色液体	1.36658	0.8892
普通加热萃取	3.0h	棕色液体	1.36660	0.8850

3.2 分析结果

对啤酒花不同工艺萃取产物进行 GC/MS 定性分析，总离子流图如图 2- 图 4 所示。

3.2 分析结果

对啤酒花不同工艺萃取产物进行 GC/MS 定性分析，总离子流图如图 2- 图 4 所示。

图 2 啤酒花微波萃取物总离子流图

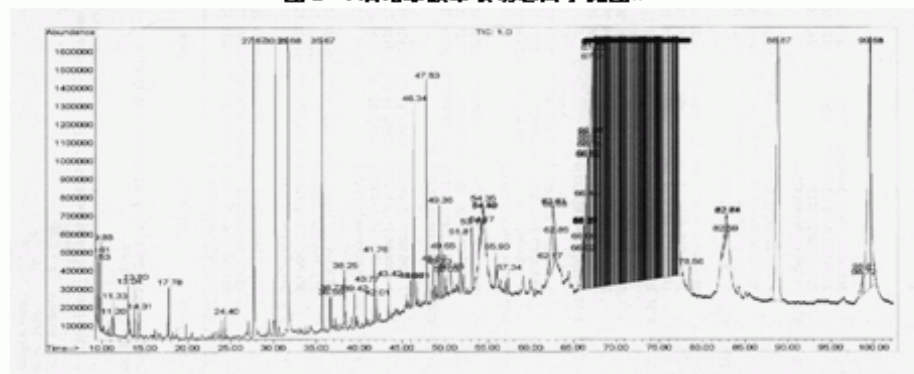


图 3 啤酒花超临界萃取总离子流图

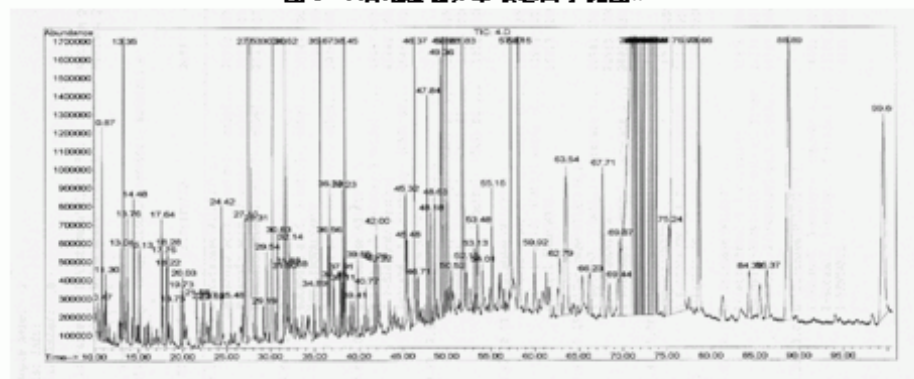
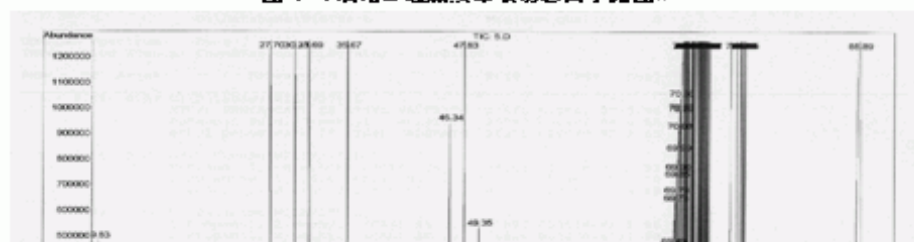
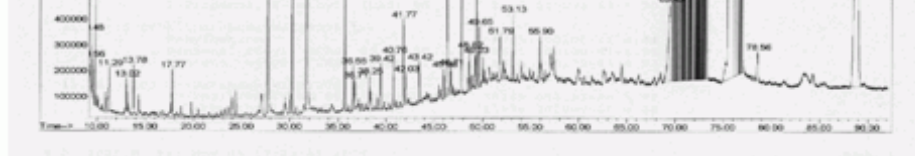


图 4 啤酒花普通加热萃取物总离子流图





根据每一色谱峰的质谱裂解图，通过 Wiley 和 Nist 数据库计算机检索，查对有关质谱资料，分别对各个色谱峰加以确认，综合各项分析鉴定，确定出啤酒花的主要成分及含量，如表 2 所示。

表 2 不同萃取方式的萃取产物主要成分含量对照

	成分名称	匹配度	保留时间	微波	超临界	普通加热
内标	benzeneacetic acid,methyl eater		37.42	156.20	180.60	116.8
1	1,6-octadiene,2,7-dimethyl-	91	11.407	0.31	-	-
2	myrcene	96	13.545	-	19.41	-
3	isoamyl propionate	90	14.424	-	2.18	0.86
4	propanoic acid,2-methyl-,2-methylbutyl ester	90	14.646	0.54	8.81	0.47
5	2-buten-1-ol,2-methyl-	91	19.495	2.89	3.96	1.87
6	linalool L	97	28.439	0.61	2.75	-
7	Thiourea,N,N'-dimethyl-	11	28.886	0.81	1.94	-
8	Propanoic acid,2-methyl-	91	29.504	32.28	12.45	23.04
9	decanoic acid,methyl ester	97	30.553	-	3.59	-
10	2-undecanone	97	30.834	-	4.51	-
11	β -caryophyllene	99	31.207	0.74	20.74	-
12	methyl Z-4-decenoate	99	31.789	0.64	9.80	-
13	undecanoic acid,methyl ester	86	32.673	-	1.98	-
14	pentanoic acid	83	33.469	53.47	11.23	40.65
15	α -humulene	99	34.071	-	78.75	-
16	3,4-dihydro-3-vinyl-1,2-dithiin	98	37.010	-	4.88	-
17	2-tridecanone	97	38.734	1.07	5.69	1.02
18	geraniol	95	39.942	2.75	6.08	2.22
19	3,6-dodecadienoic acid,methyl ester	99	41.115	1.15	1.21	1.28
20	2-methyl-2-pentenoic acid	68	42.261	0.77	2.87	1.65
21	caprylic acid	96	46.532	-	4.07	-
22	12-oxabicyclo[9.1.0]dodeca-3,7-diene,5,5,8-tetramethyl-, [1R-(1R@,3E,7E,11 ...	81	47.128	1.04	5.98	0.75
23	phosphoric acid,tributy ester	91	49.366	4.27	4.59	6.64
24	decanoic acid	96	53.964	0.80	6.32	2.36
25	3-octyen,5-methyl-	60	55.112	1.96	6.64	3.86
26	farnesol isomer B	95	57.265	0.41	5.99	14.74

从表 2 可以看出，从啤酒花超临界萃取物中鉴定出 25 种主要成分，微波萃取物中鉴定出 18 种主要成分，普通加热萃取物鉴定出 14 种主要成分。

3.3 评吸结果

表 3 评吸结果

样品	香气质	香气量	协调	浓度	劲头	细腻	杂气	刺激	余味
微波 5 μ L								+	
微波 10 μ L						+		+	
超临界 5 μ L		+							-
超临界 10 μ L	+	+							
普通 5 μ L		+							
普通 10 μ L		+				+			

注：“+”表示比空白有改善，无符号表示与空白相比改善不明显，“-”表示比空白差

从评吸结果（表 3）可以看出，普通加热的啤酒花萃取产物能增加卷烟香气量，提高细腻程度；微波啤酒花萃取物能增加卷烟细腻程度，减少刺激；超临界萃取物的特点在于较好增加了卷烟的香气量，提高了香气质，整体加香效果最好。

4、结论

1• 不同萃取方式得到的啤酒花提取物的性状和理化指标有较大的不同，其在卷烟中的作用也不尽相同。普通加热的啤酒花萃取产物能增加卷烟香气量，提高细腻程度；微波啤酒花萃取物能增加卷烟细腻程度，减少刺激；超临界啤酒花萃取物的特点在于较好增加了卷烟的香气量，提高了香气质。

2• 超临界萃取得到的萃取产物有效成分种类及总含量最多，微波萃取则次之，普通加热的酞剂成分含量最少；

3• 微波萃取需要时间最少，能源等消耗也最小。

参考文献：

- 1 天然香料手册编委会。天然香料手册。北京：轻工业出版社， 1989， 10
2. 林进能。天然食用香料生产与应用。北京：轻工业出版社， 1991， 8
3. 金钦汉。微波化学。北京：科学出版社， 1999， 10