

CVRSTO-TE^NA EKSTRAKCIJA NA LI STOVI I CVETNI KI TKI OD TUTUN SO ORGANSKI RASTVORUVA^I

Marija Srbinoska
Instituti za tutun - Priil ep

VOVED

Bogatiot komponenten sostav na tutunot, negovata koliminska rasprostranetost vo na{eto podnebjekako i faktot {to najzastapenite komercijalni sorti tutunne se izu-uvani vo pravec na izolirawena prirodni aromatiniproizvodi seglavni te preduslovi za ovaspi tuvawe.

Zavisno od primenatata ekstrakcionatehnikaa, od tutunot mo`e da se izdvojat ekstrakti, konkret, apsolutni i eterinimasla, koi imaat {i roka upotrebnavrednost vo farmaceutskata, kozmetikakaitutunskata industrija (Enzell, 1988; Georgiev, 2002).

Postojat pove}epostapki za dobivawena ekstrakti, konkretiapsolutnomaslo koi se inkorporirani vo oddelni istra`uvawipatenti (Brummer et al., 1982; Miller, 1985; Kapetanovi}, 1989; Stankovi} et al., 2002). Osven listot vo suva i sve`a sostojba, kaksurovina mo`e da se upotrebatsitne`ot izdvoen od obrabotkata na tutunot i fabrikacijata nacigari te, listi te rebra, steblo i cvetni teki tki (Georgiev, 2002).

Ekstrakcijata so organski rastvoruva-i esto se primenuva vo podgotvuvaweto na pri merok od tutun pri hemiskata analiza so nekoja od hromatografskite tehnik i (Chuman et al., 1977; Gordon et al., 1988; Ueda et al., 1988; Coleman, 1992).

Cvrsto-te-natekstrakcija so organski rastvoruva-i, ili Soxhletmetodot, esto pri menuvana konvencionala postapka za izdvojuvawena isparlivi do poluis-

parlivi komponenti od rasti tel en materijal. Efikasnostaa na ekstrakcijata e vodikta vraska so karakteristiki te namatriksot i gol eminata na -estiki te koi ja odreduvaat vnatre{natadifuzija. Votekot na procesot na ekstrakcija postoidvofazna raspredelba na komponentite, a pri nosot zavisiodfiziko-hemiskite interakcii pomeju komponentite i fazite, kako i od vol umenot na sekoja od fazite (Bicking, 2000; Wang et al., 2006).

So ova postapka od tutunot se izdvojuaat eterinitemasla vo po{irokasmi slaiol eorezini te, odnosno nei sparlivi te komponenti vo zavisnost od nivnatarastvorlivo i sostavovozbranoto ekstrakciono sredstvo.

Odeden ist rasti tel en materijal so primena na razlinite organski rastvoruva-i se dobivaat ekstrakti so razlinikomponenten sostav (Lique de Castro et al., 1998). Po odstranuvaweto na rastvoruva-ot od ekstraktot se dobiva konkret koj ima cvrsta konzistencija, a apsolutnomaslo se dobiva so tretirawena konkretot so etanol i posledovatelno odstranuvawena rastvoruva-ot.

Glavna cel na ispi tuvaweto e da se optimizira cvrsto-te-na ekstrakcionapostapka za izdvojuvawena konkretiapsolutnomaslo od listi cvetni ki tki od tutun od sortata P-23, pri {to se ispi tuvani tipot na rastvoruva-ot, soodnosot rasti tel en materijal i rastvoruva-i pri nosot na konkretiapsolutnomaslo.

MATERIJAL I METOD NA RABOTA

Rasti tel en materijal

Za analiza bea zemeni pri meroci fermentirani listovi od podvrvnata insercija i cvetni ki tki od sortata P-23. Tutunot be{e odgl eduvan spored vospostavenata

proizvodstvena praktika za orientalski tip tutun na Opi tnoto pol ena Instituti za tutun vo Priil ep vo 2003 godina.

Uslovi za ekstrakcijo

Cvrsto-te-nata ekstrakcija na listi i cvetnih listov od tabaka P-23 je uvedena v laboratorijske uslove po Soxhlet postopku za 6 ur na sobni temperaturi i 6 ur na temperaturi na to-kata na vrhu na upotrebeni ekstraktor. Kako sredstvo za ekstrakcijo se uporabljajo rastvorila, ki ne vsebujejo vode (petrol eter, dietil eter, benzen, dihalometan) i rastvorila, ki vsebujejo vodo (acetone

i etanol), a za izdvojavo absolutnega masla od konkretno je uporabljen etanol.

Nekateri karakteristiki dielektrične konstante (ϵ) na primerenih organskih raztopilih so predstavljene v Tabeli 1.

Pri procesu ekstrakcije je uporabljen odnos cvrsto (rastlinski material 0,25 mm) i tekočine (organski raztopilnik) i spremljani so slednje razmerje: 1:7, 1:10 i 1:12 (w/v).

Tabela 1. Karakteristiki organskih raztopilnikov
Table 1. Characteristics of organic solvents

Растворувач Solvent	Формула Formula	Точка на вриenje Boiling Point (°C)	Густина Density (g/cm ³)	Диелектричка константа Dielectric constant (ϵ)
Ацетон Acetone	C ₃ H ₆ O	56,2	0,792	21,4
Етанол Ethanol	C ₂ H ₆ O	78,5	0,799	25,7
Петрол етер Petroleum ether	C ₅ -C ₁₃	40-60	0,659	2,2
Бензен Benzene	C ₆ H ₆	80,1	0,879	2,28
Дихлорметан Dichlormethane	CH ₂ Cl ₂	39,8	1,330	9,08
Диетил етер Diethyl ether	C ₄ H ₁₀ O	34,6	0,710	4,34

Izdvojavo na konkretno i absolutno maslo

Najprej je uvedeno odstranjevanje organskih raztopilnikov od ekstrakta pod vakuum. Potoa gravimetrično je opredeljen količinstvo na izdvojen konkretno i pri nosot konkretno je presmetan vo odnos na suvata materiala.

Izdvojaveto na absolutno maslo je uvedeno so trikratno ekstrakcijo na

konkretno so 96% etanol so refluks, pri temperaturi na vrhu (razmerje konkretno: etanol 1:5 (w/v) i vreme na ekstrakcijo 15 min odnosno 45 min). Etanolski ekstrakti se sobirajo, se evaporirajo i se odredujejo količinstvo na skupno oddeljeno absolutno maslo. Matematično je presmetan odnos absolutnega masla sprema konkretno.

REZULTATI I DISKUSIJA

Prva pri nosot na konkretno i absolutno maslo od rastlinski material najgolemo vlijani je pokazal na raztopilnik, razmerje, razmerje rastlinski material : raztopilnik i vreme na ekstrakcijo.

Pri enakih uslovih na ekstrakcijo za

sekoje raztopilnik postoji optimalno razmerje so odreden rastlinski material, ki je najbolj pri nosot na konkretno.

Kako najefektiven razmerje so rastlinski material i raztopilnik se pokazal i razmerje 1:10 w/v, i isti rezultat je pri nosot

vo natamo{ noto i spi tuvawe na ekstrakcijata na listovi i cvetni kitki od tutun (Tabela 2 i Tabela 3). Zgol emuvaweto na odnosot rasti tel en materijal /rastvoruvane go zgol emi pri nosot na konkret i kaj dvata

vi da materijal . Od ova mo` e da se zakl u-i deka l esnorastvorl i vi te komponenti pri sutni vo materijal ot, gl avno eteri -noto masl o, se ekstrahi raat rel ati vno brzo pri soodnos 1:10 w/v.

Tabela 2. Pri nos na konkret kaj l i stovi od tutun od sortata P-23 pri razl i -ni rastvoruva- i soodnos l i st/rastvoruva- (% od suva materija)
Table 2. The yield of concrete in leaves of tobacco variety P-23, with various solvents and leaf:solvent ratio (dry matter %)

Растворувач Solvent	Сооднос лист/растворувач (w/v) Leaf:solvent ratio		
	1:7 w/v	1:10 w/v	1:12 w/v
Петрол етер Petroleum ether	3,70	4,81	2,91
Бензен Benzene	4,82	5,00	3,04
Етанол Ethanol	4,35	5,59	4,92
Диетил етер Diethyl ether	4,18	5,94	4,22
Дихлорметан Dichlormethane	6,23	7,10	6,01
Ацетон Acetone	6,34	7,50	6,80

Kol i -estvoto na i zdvoen konkret od l i stovite i cvetnite ki tki zavis i od pol arnosta, sel ekti vnosta i rastvoruva-kata sil a na pri meneti ot rastvoruva-ot. Ef i kasnosta na organski te rastvoruva-i vo i zvl ekuvaweto na ekstrakti bi l ni te mate-

ri i pri si te i spi tuvani vari janti na soodnos l i st/rastvoruva- raste{ e od petrol eter kon aceton (Tabela 2). Kaj cvetnite ki tki se zabel e` uva zgol emuvawe na ef i kasnosta na i zvl ekuvawe od benzen kon di hl ormetan (Tabela 3).

Tabela 3. Pri nos na konkret kaj cvetni ki tki sortata P-23 pri razl i -ni rastvoruva- i soodnos cvetna ki tka/rastvoruva- (% od suva materija)
Table 3. The yield of concrete in inflorescence of tobacco variety P-23, with various solvents and inflorescence:solvent ratio (dry matter %)

Растворувач Solvent	Сооднос цветна китка /растворувач (w/v) Inflorescence:solvent ratio		
	1:7 w/v	1:10 w/v	1:12 w/v
Бензен Benzene	4,60	5,55	4,89
Петролетер Petroleum ether	5,38	6,54	6,00
Диетил етер Diethyl ether	7,34	8,50	8,00
Ацетон Acetone	8,67	8,99	8,80
Етанол Ethanol	7,81	9,48	9,00
Дихлорметан Dichlo rmethane	9,01	9,83	8,90

Rezultati te od izdvoenoto kol i -estvo na apsolutno maslo od konkretot od listovi te i cvetni te ktki dobi eni so razli -ni rastvoruva- i i soodnos na rasti tel en materijal i rastvoruva- (1:10 w/v) se pretstaveni vo Tabel a 4 i Tabel a 5.

Pri ekstrakcija na listovi te od

sortata P-23 so benzen se dobi va najmal pri nos na konkret (4,81%) i na apsolutno maslo (3,43%). So upotreba na di hl ormetan od isti ot rasti tel en materijal se izvukuva najgol em pri nos na konkret i na apsolutno maslo (7,50% i 5,70% soodvetno), i zrazeno na suva materija.

Tabel a 4. Pri nos na apsolutno maslo kaj listovi od tutun od sortata P-23 pri razli -ni rastvoruva- i i 1:10 w/v

Table 4. The yield of absolute oil in leaves of tobacco variety P-23, with various solvents and leaf:solvent ratio 1:10 w/v

Растворувач Solvent	Принос на конкрет Yield of concrete (%)	Принос на апсолутно масло Yield of absolute oil (%)	Апсолутно масло/конкрет Absolute oil:concrete (%)
Бензен Benzene	4,81	3,43	71,31
Петрол етер Petroleum ether	5,00	3,89	77,80
Етанол Ethanol	5,59	3,90	69,77
Диетил етер Diethyl ether	5,94	4,78	80,47
Ацетон Acetone	7,10	5,23	73,66
Дихлорметан Dichlormethane	7,50	5,70	76,00

Tabel a 5. Pri nos na apsolutno maslo kaj cvetni ki tki od sortata P-23 pri razli -en rastvoruva- i i 1:10 w/v

Table 5. Yield of absolute oil in inflorescence of tobacco variety P-23, with various solvents and inflorescence:solvent ratio 1:10 w/v

Растворувач Solvent	Принос на конкрет Yield of concrete (%)	Принос на апсолутно масло Yield of absolute oil (%)	Апсолутно масло/конкрет Absolute oil:concrete (%)
Петрол етер Petroleum ether	5,55	4,52	81,44
Бензен Benzene	6,54	5,53	84,55
Диетил етер Diethyl ether	8,50	7,20	84,71
Дихлорметан Dichlormethane	8,99	6,88	76,53
Етанол Ethanol	9,48	5,11	53,90
Ацетон Acetone	9,83	8,03	81,69

Acetonot kako ekstrakci ono sredstvo i zvl ekuva od cvetni te ki tki najgol emokol i -estvo konkret i apsolutno maslo (5,55% i 4,52% soodvetno). So upotreba na petrol eter od isti ot rasti tel en materijal se dobi va najmal pri nos na konkret i na apsolutno maslo (5,55% i 4,52% soodvetno).

Dokol ku se razgl eduva pri nosot na apsolutno maslo od listovi i cvetni ki tki , vo zavisnost od toa so koj rastvoruva- e dobi en konkretot, mo` e da se zabel e` i deka najmal pri nos na apsolutnoto maslo e dobi en

od konkretot vo etanol (69,77% i 53,90% soodvetno), a najgol em od konkretot vo dietil eter (80,47% i 84,71% soodvetno).

Konkreti te izdvoeni od listovi tutun od sortata P-23 i maasmol esta konzistencija, `ol ta do `ol tokaf eava boja i karakteristi -en miris na tutun. Apsolutnoto maslo od tutun ima maslovidna konzistencija, svetlo `ol ta do `ol tokaf eava boja i i zrazit miris na orientalski tutun (Tabela 6).

Tabela 6. Organoleptički svojstva na konkret i apsolutno maslo od listovi od sortata P-23

Table 6. Organoleptic characteristics of concrete and absolute oil from leaves of tobacco variety P-23

Растворувач Solvent	Конзистенција Consistency		Мирис Aroma		Боја Color	
	Конкрет Concrete	Апсолутно масло Absolute oil	Конкрет Concrete	Апсолутно масло Absolute oil	Конкрет Concret	Апсолутно масло Absolute oil
Бензен Benzene	цврста восочна solid waxy	густа течност thick liquid	на тутун tobacco	на тутун tobacco	жолта yellow	светло жолта light yellow
Петрол етер Petroleum ether	цврста восочна solid waxy	густа течност thick liquid	на тутун tobacco	на тутун tobacco	жолта yellow	жолта yellow
Етанол Ethanol	цврста смолиста solid resinous	густа течност thick liquid	киселкаст опор acidic harsh	киселкаст опор acidic harsh	темно жолта кафеава dark yellow brown	темно жолта кафеава dark yellow brown
Диетил етер Diethyl ether	цврста solid	густа течност thick liquid	на тутун tobacco	на тутун tobacco	жолта yellow	жолта yellow
Ацетон Acetone	цврста solid	густа течност thick liquid	на тутун tobacco	на тутун tobacco	темно жолта dark yellow	темно жолта dark yellow
Дихлорометан Dichloromethane	цврста восочна solid waxy	густа течност thick liquid	киселкаст восочест acidic waxy	киселкаст восочест acidic waxy	темно жолта dark yellow	темно жолта dark yellow

Konkreti te izdvoeni od cvetni te ki tki od sortata P-23 imaat цврста konzistencija, svetlozel ena do `ol tozel ena boja i slab miris na tutun i cvet. Izdvoenoto

apsolutno maslo od tutun se odl i kuva so maslovidna konzistencija, svetlo do temnozel ena boja i pri jaten miris koj potsetuva na tutun (Tabela 7).

Tabela 7. Organoleptički svojstva na konkret i apsolutno maslo od cvetne ki tki od sortata P-23

Table 7. Organoleptic characteristics of concrete and absolute oil from inflorescence of tobacco variety P-23

Растворувач Solvent	Конзистенција Consistency		Мирис Aroma		Боја Color	
	Конкрет Concrete	Апсолутно масло Absolute oil	Конкрет Concrete	Апсолутно масло Absolute oil	Конкрет Concrete	Апсолутно масло Absolute oil
Бензен Benzene	цврста восочна solid waxy	густа течност thick liquid	пријатен pleasant	пријатен pleasant	светло зелена light green	светло зелена light green
Петрол етер Petroleum ether	цврста восочна solid waxy	густа течност thick liquid	пријатен pleasant	пријатен pleasant	светло зелена light green	светло зелена light green
Етанол Ethanol	цврста смолиста solid resinous	густа течност thick liquid	киселкаст acidic	киселкаст acidic	темно зелена кафеава dark green brown	темно зелена кафеава dark green brown
Диетил етер Diethyl ether	цврста solid	густа течност thick liquid	пријатен pleasant	пријатен pleasant	зелена green	зелена green
Ацетон Acetone	цврста solid	густа течност thick liquid	пријатен pleasant	пријатен pleasant	темно зелена dark green	темно зелена dark green
Дихлорометан Dichlormethane	цврста восочна solid waxy	густа течност thick liquid	киселкаст acidic	киселкаст восочест acidic waxy	темно зелена dark green	темно зелена dark green

ZAKLU^OK

Od dobi eni te rezultati i izvr{e nana analiza na tutunska surovina (l i stovi i cvetni ki tki) mo' e da se donesat sledni vezaklu-ni sogleduvawa:

Pri cvrsto-te-nata ekstrakcija so razl i -ni organski rastvoruva-i od l i stovi i cvetni ki tki tutun od sortata P-23, najefektivnoodnos na rasti tel en materijal i rastvoruva- e 1:10 (w/v).

Ako se sporeduva efikasnost na organski ot rastvoruva- kaj tutunski tel i stovi, najvisok pri nos na konkret se dobi va pri kori stewa na dihlormetanot, a kaj cvetni te ki tki najefikasen rastvoruva- e acetot.

Pri ekstrakcija na l i stovi te od sortata P-23 so benzen se dobi va najmal pri nos

na konkret (4,81%) i na apsolutno maslo (3,43%). So upotreba na dihlormetan od isti ot rasti tel en materijal se izvekuva najgol em pri nos na konkret i na apsolutno maslo (7,50% i 5,70% soodvetno), i zrazeno na suva materija.

Najgol emo kol i -estvo apsolutno maslo kaj cvetni te ki tki od sortata P-23 se dobi va od konkretot i zve-en so acetot (8,03%), a najmal o od konkret i zdvoen so petrol eter (4,52%).

Konkreti te i apsolutnoto maslo i zdvoeni od l i stovi te i cvetni te ki tki na ova aromati -na sorta tutun i maat odl i -ni organoleptički svojstva koi poka' uvaat potencijal za komercijal na namena.

LITERATURA

1. Enzell C.R., 1988. Tobacco Labdanoids Precursors of Important Aroma Constituents, Inf. Bull. CORESTA, 3-4, 31-42

2. Георгиев С.: Технология на тютюневите изделия, Изд. "Антоан Георгиев", Пловдив, 2002.

3. Brummer U and Heemann V.: Process for Preparation of Aromatic Substances, USA patent No 4,359,059, 1982
4. Muller A., 1985. Clear Tobacco Aroma Oil, a Process for Obtaining it from a Tobacco Extract and its Use, U.S. Patent No 4,596,682.
5. Kapetanovi} S., 1988. Rezultati ekstrakcije duvanskog cvjeta i cvasti sa lako isparljivim rastvaracima s obzirom na prinos i kvalitet etericnog ulja, Tutun, Vol. 39, No.3-4, 91-102.
6. Gordon B.M., 1988. Analysis of Flue-cured Tobacco Essential Oil by Hyphenated Analytical Techniques, J.of Chrom.Sci., Vol. 26, 174-180.
7. Ueda N., Uegaki R., Fujimori T., Idogaki H., Shirota Y., 1988. The Constituents of the Flower of Tobacco, Reports of the Facul. of Engineer.Tottori Univer. Japan. Vol.19, No.1, 59-70.
8. Coleman III W.M., 1992. The Volatile and Semivolatile Components of Supercritical Fluid and Methylene Chloride Extracts of Selected Tobaccos, J.Ess.Oil.Res. 4, 113-120.
9. Stankovi} M.Z., Nikoli} N., Lazi} M.L. and Veljkovi} V.B., 2002. The Extraction of Concrete and Absolute Oil from Tobacco (*Nicotiana tabacum* L.) Leaves Type Prilep, Tutun, Vol. 52, No. 7-8, 234-237.
10. Chuman T. and Noguchi M., 1977. Acidic Aroma Constituent of Turkish Tobacco. Agric.Biol.Chem. 41(6), 1021-1030.
11. Bicking M.K.L.: Encyclopedia of Separation Science II Extraction/Analytical extraction, Academic Press, 2000,1371-1405.
12. Wang L., Weller C.L., 2006. Recent Advances in Extraction of Nutraceuticals from Plants. Trends in Food Science 17, 200-312.
13. Lique de Castro M.D., Gaecia-Ayuso L.E.,1998. Soxhlet Extraction of Solid Materials: An Outdate Technique with a Promising Innovative Future. Analytica Chimica Acta, 369, 1-10.

SOLID-LIQUID EXTRACTION OF TOBACCO LEAVES AND INFLORESCENCE WITH ORGANIC SOLVENTS

Marija Srbinoska

Tobacco Institute-Prilep

SUMMARY

Procedures for extraction of natural components and products with high potential for commercialization are very actual field for investigation.

Subject of our investigation was the possibility for obtaining concrete and absolute oil from leaves and inflorescence of tobacco variety P-23 by application of solid-liquid extraction with organic solvents.

Investigations were focused on the types of plant material and organic solvents and the effect of their ratio on yields of concrete and absolute oil.

Out of three investigated variants of plant material:organic solvents ratio - 1:7, 1:10 and 1:12 (w/v), variant 1:10 (w/v) appeared to be the most effective for both types of plant material. With reference to the effectiveness of organic solvent in tobacco leaves, the highest concrete and absolute oil yields were obtained by application of dichlormethane (7.50% and 5.70%, respectively). In extraction of inflorescence, the highest yields of concrete and absolute oil were obtained with acetone (9.83 and 8.03, respectively).

Author's address:

*Marija Srbinoska
Tobacco Institute-Prilep
Republic of Macedonia*