

杨月云,王小光,杨鹏坤,等. 超声波提取红玫瑰精油工艺优化[J]. 江苏农业科学,2014,42(12):306-308.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2014.12.104

超声波提取红玫瑰精油工艺优化

杨月云,王小光,杨鹏坤,姜苗苗
(周口师范学院化学系,河南周口 466001)

摘要:采用超声波萃取法提取红玫瑰精油。在单因素试验基础上,运用正交试验设计对红玫瑰精油的提取工艺进行优化,考察了超声频率、料液比、原料粒度、超声萃取时间对红玫瑰精油提取率的影响。结果表明,影响红玫瑰精油提取率的因素从大到小依次为超声频率、原料粒度、超声波萃取时间、料液比;最佳优化工艺条件为超声频率 60 kHz、料液比 1 g : 50 mL、原料粒度 80 目、超声波萃取时间 30 min,该条件下玫瑰精油得率可达 0.61%。

关键词:红玫瑰精油;超声波萃取;正交试验

中图分类号: R284.2;O657.63 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)12-0306-03

玫瑰精油是一种高级、昂贵的香料^[1-2],被誉为“精油皇后”,具有保湿、抑菌、延缓衰老的功效^[3],还有减压、安眠、抗抑郁等作用,被广泛应用于食品、化妆品、医药等行业。目前提取红玫瑰精油的方法有水蒸汽蒸馏法^[4-6]、有机溶剂萃取法^[7-8]、吸附提取法、超临界 CO₂ 萃取法等^[9]。水蒸汽蒸馏法用时较长,且挥发油在高温下容易分解;有机溶剂萃取法得到的精油杂质多且精油得率较低;超临界 CO₂ 萃取法对试验设备要求较高,投资较大^[10-11]。本研究采取超声波萃取法提取红玫瑰精油,并利用气相色谱-质谱联用(GC-MS)法对红玫瑰精油进行分析,以期对红玫瑰的综合利用提供理论依据。

收稿日期:2014-03-01

基金项目:周口师范学院青年科研基金(编号:zksyqn201320A);周口师范学院大学生科研创新基金(编号:zksydxs2013017)。

作者简介:杨月云(1983—),女,河南扶沟人,硕士,讲师,从事食品分析研究。E-mail:yueyunyang@163.com。

达到 90% 以上。

3 结论

在 5 种提取溶剂中,乙醇的提取效果最好,60% 乙醇在 60 ℃ 条件下提取 2 h,高车前苷提取率可达 0.123 g/kg。

最佳组合为 A₂B₁C₁D₂,即提取温度为 60 ℃、提取时间 2.0 h、提取 2 次、料液比为 1 g : 12 mL,在此组合下高车前苷提取量为 1.41 g/kg。

荔枝草有—OH、—CH₂—、—CH₃—、烷基醛、苯环、Ar—O—C—芳烃等官能团,表明荔枝草提取物为黄酮类物质高车前苷,高车前苷纯度为 98.2%。

荔枝草提取物高车前苷对 DPPH 的 EC₅₀ = 3.07 mg/L,具有较强的抗氧化活性,对 DPPH 的清除率可达到 90% 以上。

参考文献:

[1]孔庆新.荔枝草保健茶的制作工艺研究[J].食品工业科技,

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂 玫瑰花采于河南省周口市商水县玫瑰花园,采摘后去梗茎洗净备用。

所用试剂均为分析纯,试验用水为去离子水。

1.1.2 仪器 超声波萃取仪(型号 KQ-500);真空干燥箱(型号 DZF-6020);电子天平(型号 FA1104N,品牌为梅特勒-托利多);气相色谱-质谱联用仪(型号 PolarisQ ITQ1100,品牌为美国赛默飞世尔)。

1.2 试验方法

玫瑰花瓣经 20% 盐水浸渍后干燥至恒重,将干燥后的花瓣剪成片状,用粉碎机粉碎,过筛得到不同粒度的花瓣颗粒。取预处理过的玫瑰花瓣颗粒 1 g 加入萃取剂,放入超声波萃取仪进行萃取,将萃取液过滤,在冰水浴中除去溶剂,用无水硫酸钠干燥后得到玫瑰精油,称质量后计算得率,计算方法如下:

2013,34(4):293-295,299.

[2]卢汝梅,杨长水,韦建华.荔枝草化学成分的研究[J].中草药,2011,42(5):859-862.

[3]葛婷婷,程建明. HPLC 测定荔枝草提取物中高车前苷的含量[J].中国实验方剂学杂志,2012,18(23):59-61.

[4]孔庆新,祝冬青.蚕豆衣中原花青素的提取与分析[J].食品科技,2009,34(12):258-260,264.

[5]彭苗苗,方芸,胡巍.荔枝草中高车前苷的提取分离和光谱色谱特征图谱的建立[J].现代中药研究与实践,2010,24(2):31-33.

[6]张源源,田友清,丁平.醇水法浸提荔枝草总黄酮的工艺研究[J].化工时刊,2010,24(2):31-34.

[7]王晓明,于娇,陈虹,等.不同采收期荔枝草中黄酮成分含量的动态变化研究[J].中国野生植物资源,2010,29(4):34-36,53.

[8]刘清,李玉,姚惠源.大麦提取物的体外抗氧化活性研究[J].食品工业科技,2007,28(2):131-132,136.

$$\text{玫瑰精油得率} = \frac{\text{玫瑰精油质量}}{\text{新鲜玫瑰花质量}} \times 100\%。$$

1.3 GC-MS 条件

气相色谱条件:色谱柱:TR5 石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm);程序升温,初始温度 50 ℃,保持 1 min 后,以 10 ℃/min 升至 100 ℃,保持 2 min,再以 5 ℃/min 升至 150 ℃,保持 2 min,再以 15 ℃/min 升至 270 ℃,保持 5 min;载气为高纯氦气;进样口温度:240 ℃;进样量:1 μL。

质谱条件:离子源为 EI 源;电子能量:70eV;扫描范围:50 ~ 560 amu;离子源温度:220 ℃;NIST 标准谱库检索。

1.4 单因素试验

采用超声波萃取法提取玫瑰精油,设计单因素试验分别考察萃取剂(正己烷、乙醚、石油醚、乙醚和石油醚的混合液)、原料粒度(20、40、60、80、100 目)、料液比(1 g : 20 mL、1 g : 30 mL、1 g : 40 mL、1 g : 50 mL、1 g : 60 mL)、超声频率(20、40、60、80 kHz)、萃取时间(10、20、30、40、50 min)对玫瑰花精油得率的影响。

1.5 正交试验

在单因素试验基础上,设计 $L_9(3^4)$ 正交试验考察原料粒度、超声频率、料液比、萃取时间 4 个因素对玫瑰花精油得率的影响,优化提取工艺。正交试验因素水平见表 1。

表 1 超声波提取红玫瑰精油正交试验因素水平

水平	因素			
	A:超声频率 (kHz)	B:料液比 (g : mL)	C:粒度 (目)	D:超声萃取 时间(min)
1	50	1 : 30	40	20
2	60	1 : 40	50	30
3	70	1 : 50	60	40

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 提取溶剂对精油得率的影响 由表 2 可以看出,以乙醚与石油醚的混合溶液作溶剂时提取率较高,乙醚和石油醚次之,乙醇最低。由于混合溶剂的沸点较低,挥发性较高,有利于产品分离,所以选择乙醚和石油醚体积比为 2 : 1 的混合溶剂作提取液。

表 2 提取溶剂对精油得率的影响

溶剂	精油得率 (%)
乙醇	0.28
乙醚	0.39
石油醚	0.32
乙醚、石油醚混合溶剂(体积比 1 : 1)	0.49
乙醚、石油醚混合溶剂(体积比 2 : 1)	0.52
乙醚、石油醚混合溶剂(体积比 3 : 1)	0.51

2.1.2 超声频率对精油得率的影响 由图 1 可知,随着超声频率增大,玫瑰精油得率明显增加,当超声频率达到 60 kHz 时,精油得率接近最大,以后趋于稳定甚至有所下降。这是由于超声频率越大,分子振动越剧烈,物质间混合越充分,加速了精油析出。但是超声频率过大会产生一定热量,使溶液温度升高,又造成了精油挥发和分解。

2.1.3 料液比对精油得率的影响 由图 2 可以看出,精油得

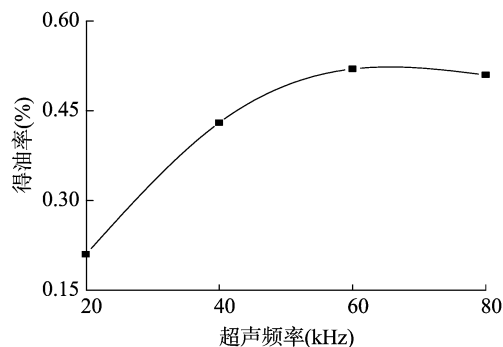


图1 超声频率对精油得率的影响

率随着溶剂的增加迅速提高,当料液比为 1 g : 50 mL 时精油得率达到最大,之后随着提取剂的增加精油得率变化不大。提取剂用量越多越利于玫瑰精油的溶出,但提取剂用量过高会造成资源浪费,因此料液比选 1 g : 50 mL 左右较适宜。

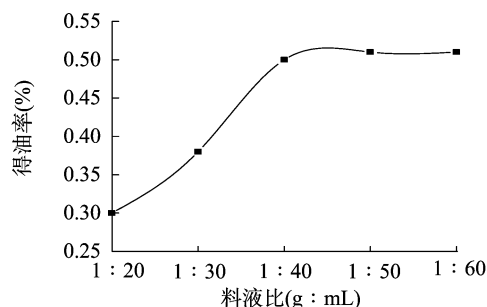


图2 料液比对精油得率的影响

2.1.4 原料粒度对精油得率的影响 由图 3 可知,在一定范围内,随着原料粒度减小,精油得率升高,当原料粒度为 60 目时精油得率达到最高,之后随着原料粒度的减小精油得率逐渐降低。这是由于粒度过大时,精油不能与溶剂充分接触,提取率较低。但粒度过小时,粉碎过程中造成精油损失,导致萃取率降低。

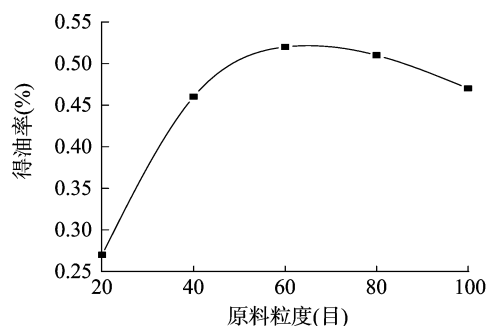


图3 原料粒度对精油得率的影响

2.1.5 超声波萃取时间对精油得率的影响 由图 4 可知,当超声波处理时间由 10 min 延长至 30 min 时,玫瑰精油得率迅速升高;超声波处理时间继续延长时,精油得率逐渐下降。这是由于细胞内外存在着较大的浓度差,在超声波萃取前期玫瑰精油迅速从细胞中溶出,但随着超声波处理时间延长,细胞内外浓度差减小,加之超声波产生的大量热量和空化效应对玫瑰精油结构有所破坏,从而导致提取率下降。

2.2 正交试验结果

由表 3 可以看出,各因素对玫瑰精油得率的影响从大到

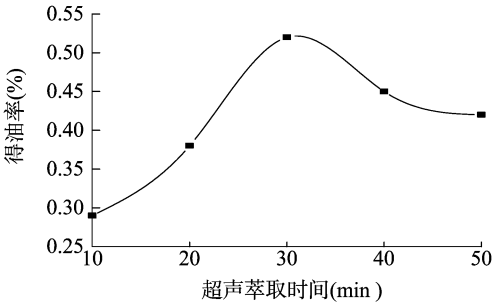


图4 超声萃取时间对精油得率的影响

小依次为超声频率、原料粒度、超声波萃取时间、料液比。最佳提取条件为 A₂B₃C₃D₂, 即超声频率 60 kHz、料液比 1 g : 50 mL、原料粒度 80 目、超声波萃取时间 30 min, 在该条件下重复 3 次试验, 玫瑰精油平均得率 0.61%。

表 3 超声波提取红玫瑰精油正交试验结果

序号	因素水平				精油得率 (%)
	A: 超声频率	B: 料液比	C: 粒度	D: 超声萃取时间	
1	1	1	1	1	0.38
2	1	2	2	2	0.48
3	1	3	3	3	0.52
4	2	1	2	3	0.56
5	2	2	3	1	0.57
6	2	3	1	2	0.53
7	3	1	3	2	0.58
8	3	2	1	3	0.51
9	3	3	2	1	0.54
k ₁	0.460	0.507	0.473	0.497	
k ₂	0.553	0.520	0.527	0.530	
k ₃	0.543	0.530	0.557	0.530	
R	0.093	0.023	0.084	0.033	

2.3 红玫瑰精油成分的 GC-MS 分析

由表 4 可以看出, 采用 GC-MS 法从红玫瑰精油得到 35 种主要化学物质, 红玫瑰精油中主要成分有醇类、醚类、酯类、烷烃类物质。其中含量较高的有香茅醇、橙花醇、丁子香甲醚、玫瑰醚、香茅醇乙酸酯、十九烷等。

3 结论

本研究在单因素试验基础上, 设计 L₉(3⁴) 正交试验, 得出超声波提取红玫瑰精油的最佳工艺条件为: 超声频率 60 kHz、料液比 1 g : 50 mL、原料粒度 80 目、超声波萃取时间 30 min, 该条件下玫瑰精油平均得率可达 0.61%。经过 GC-MS 法分析精油成分, 共鉴定出 35 种成分, 主要有香茅醇、香叶醇、玫瑰醚、香茅醇乙酸酯、十九烷等。

参考文献:

[1] 李延辉, 薛晓丽, 于连贵, 等. 长白山玫瑰精油化学成分的分析[J]. 食品研究与开发, 2013, 34(9): 65-68.

[2] 杨新征, 杨德, 张跃华. 玫瑰的价值及开发前景[J]. 新疆农业科学, 2004, 41(2): 110-112.

[3] 张承曾. 天然香料手册[M]. 北京: 轻工业出版社, 1989: 281-283.

表 4 玫瑰精油成分

序号	保留时间 (min)	分子式	分子量	化合物名称	样品相对含量 (%)
1	4.19	C ₁₀ H ₁₈ O	154	芳樟醇	2.12
2	4.25	C ₈ H ₁₀ O	122	苯乙醇	0.76
3	4.55	C ₁₀ H ₁₈ O	154	玫瑰醚	1.27
4	4.92	C ₁₀ H ₁₈ O	154	α-萜品醇	0.86
5	5.44	C ₁₀ H ₁₈ O	154	香叶醇	2.94
6	6.01	C ₁₀ H ₂₀ O	156	香茅醇	20.34
7	8.48	C ₁₀ H ₁₈ O	154	橙花醇	10.08
8	8.96	C ₁₀ H ₁₆ O	152	橙花醛	0.31
9	9.23	C ₁₂ H ₂₂ O ₂	198	香茅醇乙酸酯	4.32
10	9.88	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	196	橙花醇乙酸酯	0.21
11	11.02	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	164	丁子香酚	2.24
12	13.10	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	178	丁子香甲醚	11.25
13	13.85	C ₂₈ H ₃₁ N ₂ O ₃	479	若丹明	0.31
14	14.31	C ₂₂ H ₃₂ O ₂	328	二十二碳六烯酸	0.18
15	15.15	C ₂₀ H ₃₀ O ₂	302	松香酸	0.15
16	15.35	C ₁₅ H ₂₄	204	大香叶烯	1.60
17	17.34	C ₁₅ H ₂₄	204	石竹烯	0.72
18	18.22	C ₁₅ H ₂₆ O ₂	238	8,14-柏木烯二醇	0.22
19	18.59	C ₁₅ H ₂₄	204	β-愈创木烯	0.20
20	19.25	C ₂₀ H ₂₈ O ₂	300	维 A 酸	0.13
21	19.83	C ₁₃ H ₂₆ O	198	十三烷酮	1.61
22	20.13	C ₁₆ H ₃₀ O ₂	254	9-十六(碳)烯酸	0.16
23	21.53	C ₁₅ H ₁₆ O	222	红没药醇	1.08
24	22.32	C ₁₀ H ₁₆ O	152	柠檬醛	1.54
25	23.79	C ₁₉ H ₄₀	268	十九烷	8.09
26	24.03	C ₂₁ H ₃₂ O ₂	316	松香酸甲酯	1.11
27	24.80	C ₂₂ H ₃₁ O ₄	362	苯甲酸苯甲酯 D	0.51
28	25.57	C ₁₈ H ₂₆ O ₂	284	十六碳酸乙酯	0.63
29	26.12	C ₂₉ H ₄₆ O ₂	426	10,12,14-三炔二十九酸	0.13
30	26.76	C ₂₁ H ₄₁	296	二十一烷	3.34
31	27.98	C ₂₂ H ₄₆	310	二十二烷	3.79
32	28.50	C ₂₈ H ₅₈	394	二十八烷	2.13
33	29.23	C ₂₉ H ₆₀	408	二十九烷	2.53
34	30.32	C ₂₆ H ₅₄ O	382	蜡醇	1.02
35	32.26	C ₃₆ H ₇₄	506	三十六烷	3.04

[4] 任君安, 杨丽娜, 王雁, 等. 响应面分析法优化保加利亚玫瑰挥发油提取工艺[J]. 食品工业科技, 2013, 34(15): 196-200.

[5] 郭永来, 张海云, 刘泗明, 等. 蒸馏法提取玫瑰油的工艺介绍[J]. 香料香精化妆品, 2005(4): 34-35.

[6] 李斌, 孟宪军, 智红涛, 等. SCF-CO₂ 对玫瑰精油提取的研究及 GC/MS 分析[J]. 农业科技与装备, 2007(6): 46-49.

[7] 常进文, 曹珊, 常进艳, 等. GC/MS 分析亚临界四号溶剂萃取苦水玫瑰油的化学成分[J]. 香料香精化妆品, 2013(4): 7-9.

[8] 李于善, 贺艳, 邓静, 等. 柑橘精油的提取及提高其香气品质的研究[J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(11): 51-54.

[9] 何熹, 韩宁, 庄桂东. 利用 CO₂ 超临界二次萃取方法提取玫瑰精油[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(8): 3353-3354.

[10] 马戎. 蒸馏法提取橘皮精油及其在卷烟加香中的应用[J]. 江苏农业科学, 2013, 41(3): 249-251.

[11] 屈二军, 张亚飞, 谢展, 等. 辛夷精 CO₂ 超临界提取条件优化[J]. 江苏农业科学, 2013, 41(12): 277-279.