

罗天宇, 柳华锋, 史维翔, 等. 紫苏叶挥发性成分的提取及分析[J]. 江苏农业科学, 2015, 43(8): 316–318.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.08.105

# 紫苏叶挥发性成分的提取及分析

罗天宇<sup>1</sup>, 柳华锋<sup>2</sup>, 史维翔<sup>2</sup>, 曹福亮<sup>1</sup>

(1. 南京林业大学林学院, 南京 210037; 2. 南京林业大学化学工程学院, 南京 210037)

**摘要:**以灌云县紫苏叶为原料, 对其挥发油进行水蒸气蒸馏提取研究, 并使用气质联用方法(GC-MS)对挥发油成分进行分析。从紫苏叶挥发油中鉴定出含量较多的 27 种成分, 相对含量较多的是紫苏醛(38.47%)、(顺, 反)- $\alpha$ -金合欢烯(17.49%)和 $\beta$ -石竹烯(13.55%)。考察了在水蒸气蒸馏下, 浸泡温度、浸泡时间、料水比和蒸馏时间等因素对出油率的影响, 并通过正交试验优化得到最佳工艺条件, 即: 浸泡温度 65 ℃, 浸泡时间 1.5 h, 料水比 1 g : 20 mL, 蒸馏时间 2.5 h。在此条件下, 挥发油得率为 0.52%。

**关键词:**紫苏叶; 水蒸气蒸馏; 挥发油; 成分分析

**中图分类号:** R284.2    **文献标志码:** A    **文章编号:** 1002-1302(2015)08-0316-03

紫苏(*Perilla frutescens* L.) 是唇形科一年生草本自花授粉植物, 具有特异芳香, 在医药、食品等领域有着重要的开发价值<sup>[1]</sup>。紫苏具有抗氧化、抗癌、抗肿瘤、抗艾滋病等多种生理活性<sup>[2]</sup>, 紫苏叶精油中含紫苏醛、紫苏酮等香料, 可用于食品、皂用香精及化妆品的加香。

目前国内外相关研究主要集中于紫苏的种植栽培技术<sup>[3]</sup>、含油量分析<sup>[4]</sup>、功能物质等化学成分的提取<sup>[5]</sup>和转基因研究以及重要物质的合成及基因分析<sup>[6-7]</sup>等方面。紫苏化学成分提取方法很多, 有超临界 CO<sub>2</sub> 萃取、溶剂提取、超声波辅助提取、微波辅助提取、水蒸气蒸馏、压榨法提取、生物酶制剂辅助提取等, 但对挥发油提取主要是采用水蒸气蒸馏、超临界 CO<sub>2</sub> 萃取等方法, 虽然国内关于紫苏叶水蒸气提取的工艺及成分分析有一定研究<sup>[8-9]</sup>, 但不够系统和深入。江苏省连云港市灌云县生产的紫苏叶是为出口日本定向生产, 但日方只要长度不小于 8 cm 的紫苏叶, 而叶片长度小于 8 cm 的被废弃, 本试验就是利用被废弃的紫苏叶进行挥发成分的提取及分析, 以便为其综合利用提供理论和实践依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

提取所用经阴干后粉碎的紫苏叶(长度小于 8 mm, 含水率 10.42%) 采自江苏省连云港市灌云县。

### 1.2 仪器与试剂

仪器: 美国安捷伦 789A/5975C 气相色谱-质谱联用仪; 旋转蒸发器 RE52CS, 上海亚荣生化仪器厂。

试剂: 正己烷(分析纯), 国药集团化学试剂有限公司; 无水硫酸钠(分析纯), 国药集团化学试剂有限公司。

### 1.3 试验方法

**1.3.1 挥发油的提取** 称取一定量的紫苏叶粉末, 加入到 1 000 mL 三口烧瓶中, 加适量的蒸馏水, 接上挥发油提取器和冷凝器, 在水浴锅内恒温浸泡一段时间, 然后加热蒸馏设定的时间, 冷却, 静置分层, 弃去下层水, 上层的油加无水硫酸钠干燥, 过滤除去无水硫酸钠, 收集挥发油并称质量。

**1.3.2 GC-MS 测定条件** HP-5MS 毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm), 固定液 SE30, He 载气, MS 检测器; 进样口温度 250 ℃, 进样量 1 μL, 分流比 10 : 1。程序升温: 初始温度 40 ℃(3 min), 以 5 ℃/min 升至 100 ℃(1 min), 以 3 ℃/min 升至 160 ℃(1 min), 以 6 ℃/min 升至 220 ℃, 保持 16 min。使用美国 NIST02L 谱库, 并经人工解析。

## 2 结果与分析

### 2.1 水蒸气蒸馏提取单因素试验

**2.1.1 浸泡时间对出油率的影响** 取一定量的紫苏叶, 加入蒸馏水, 使料水比为 1 g : 13 mL, 在 50 ℃ 的恒温水浴中分别浸泡 0.5、1.5、2.5、3.5、4.5 h, 然后蒸馏 2.0 h, 比较它们之间的出油率, 结果如图 1 所示。

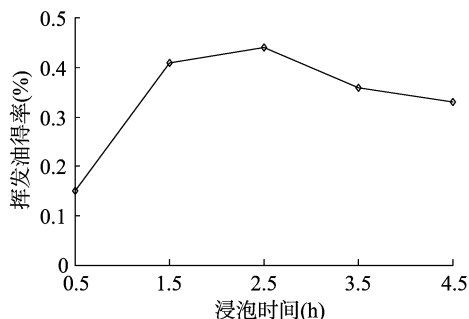


图1 浸泡时间对出油率的影响

从图 1 可以看出, 随着浸泡时间的增加, 出油率显著增加; 当到达 2.5 h 后, 出油率达到最高点, 继续增加浸泡时间出油率反而有所减小。浸泡理论上可使组织细胞膨胀, 细胞间隙变大, 加速细胞内外液动态交换而有利于挥发油的蒸馏,

收稿日期: 2014-10-29

基金项目: “十二五”农村领域国家科技计划课题(2012BAD21B04)。

作者简介: 罗天宇(1991—), 男, 江苏句容人, 硕士研究生。E-mail: 274804920@qq.com。

通信作者: 曹福亮(1957—), 男, 江苏泰州人, 教授, 博士生导师, 主要从事经济林培育与加工研究。E-mail: flcao126@126.com。

但当浸泡时间过长时,原料中的果胶等成分溶出,会产生乳化作用抑制挥发性成分的溶出,此时出油率下降。因此较适合的浸提时间为 2.5 h。

2.1.2 料水比对出油率的影响 设定浸泡时间为 2.5 h,浸泡温度为 50 ℃,料水比(g:mL)为 1:10、1:15、1:20、1:25、1:30,蒸馏时间为 2.0 h 进行试验,结果见图 2。

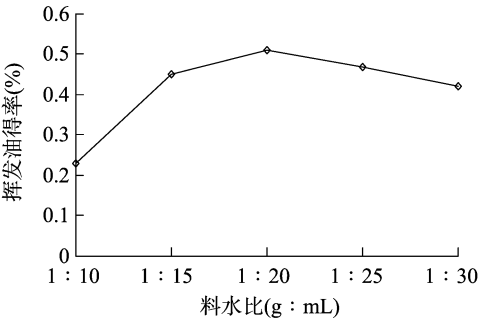


图2 料水比对出油率的影响

从图 2 可以看出,随着蒸馏水量的增加,出油率不断增加;当料水比达到 1 g:20 mL 时,出油率达到最高值,随后呈现下降趋势。随着水量的增加,有利于挥发油的扩散和溶解;当加入的水过多时,因为挥发油中许多亲水性成分溶解在水中而造成浪费,从而导致出油率会下降。因此较适宜的料水比为 1 g:20 mL。

2.1.3 浸泡温度对出油率的影响 设定浸泡时间为 2.5 h,浸泡温度为 35、45、55、65、75 ℃,料水比 1 g:20 mL,蒸馏时间 2.0 h 进行试验,结果如图 3。

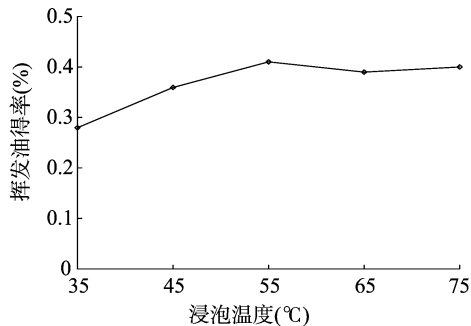


图3 浸泡温度对出油率的影响

从图 3 可以看出,出油率随着浸泡温度的提高有先升高后趋于稳定之势。当温度为 55 ℃时,出油率达到最大值,随后略有下降。随着浸泡温度的升高,加快了挥发油在水中的扩散与溶解;但是过高的温度可能导致部分挥发油成分溶解在水中多而造成损失。因此较适宜的浸泡温度为 55 ℃。

2.1.4 蒸馏时间对出油率的影响 设定浸泡时间 2.5 h,料水比 1 g:20 mL,浸泡温度 55 ℃,蒸馏 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 h 进行试验,结果见图 4。

从图 4 可以看出,随着蒸馏时间的增加,出油率会逐渐增加,蒸馏时间达到 2.0 h 后,出油率趋于平缓。蒸馏达 2.0 h 后继续延长蒸馏时间意义不大,反而会造成能源浪费,因此较适宜的蒸馏时间为 2.0 h。

2.2 水蒸气蒸馏提取正交试验

为选择水蒸气蒸馏提取的最佳工艺条件,采用  $L_9(3^4)$  的

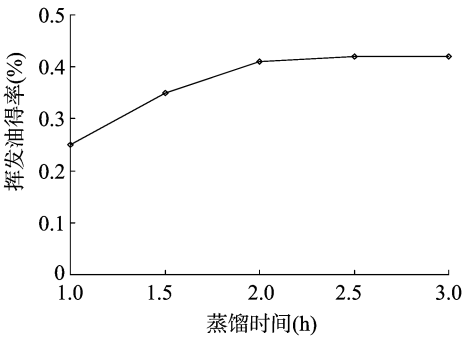


图4 蒸馏时间对出油率的影响

正交表设计 9 次试验<sup>[10-11]</sup>,以挥发油得率为考察指标,根据单因素试验结果,取浸泡时间 A(1.5、2.5、3.5 h)、料水比 B(1 g:15 mL、1 g:20 mL、1 g:25 mL)、浸泡温度 C(45、55、65 ℃)和蒸馏时间 D(1.5、2.0、2.5 h)进行正交试验,试验结果见表 1。

表 1 紫苏叶挥发性成分提取正交试验设计与结果分析

试验序号	A:浸泡时间(h)	B:料水比(g:mL)	C:浸泡温度(℃)	D:蒸馏时间(h)	Y:出油率(%)
1	1.5	1:15	45	1.5	0.35
2	1.5	1:20	55	2.0	0.37
3	1.5	1:25	65	2.5	0.51
4	2.5	1:15	55	2.5	0.33
5	2.5	1:20	65	1.5	0.31
6	2.5	1:25	45	2.0	0.35
7	3.5	1:15	65	2.0	0.43
8	3.5	1:20	45	2.5	0.49
9	3.5	1:25	55	1.5	0.26
$k_1$	0.41	0.37	0.40	0.31	
$k_2$	0.33	0.39	0.32	0.38	
$k_3$	0.39	0.37	0.44	0.44	
R	0.08	0.02	0.12	0.13	

从表 1 可以看出,各试验因素对出油率的影响大小顺序为蒸馏时间>浸泡温度>浸泡时间>料水比,最佳条件组合为  $A_1B_2C_3D_3$  即:浸泡时间 1.5 h,蒸馏时间 2.5 h,浸泡温度 65 ℃,料水比 1 g:20 mL。

2.3 重复稳定性试验

在最佳工艺条件下进行 3 次平行试验,其出油率分别为 0.54%、0.51%、0.52%。取平均值 0.52% 为最佳挥发油提取率。

2.4 紫苏叶挥发油的主要化学成分及含量

由图 5、表 2 可知,从紫苏叶蒸馏出的挥发油中鉴定出 27 种化合物,占挥发油总量的 95.50%。主要成分为紫苏醛(38.47%)、 $\beta$ -石竹烯(13.55%)、(顺,反)-金合欢烯(17.49%)、芳樟醇(4.50%)、D-柠檬烯(3.39%)等,其中紫苏醛含量最高,是紫苏叶挥发油中的最主要成分。

3 结论

采用水蒸气蒸馏方法提取紫苏叶中的挥发油,单因素实验和正交试验的结果显示,对试验结果影响的因素主次关系为蒸馏时间>浸泡温度>浸泡时间>料水比。

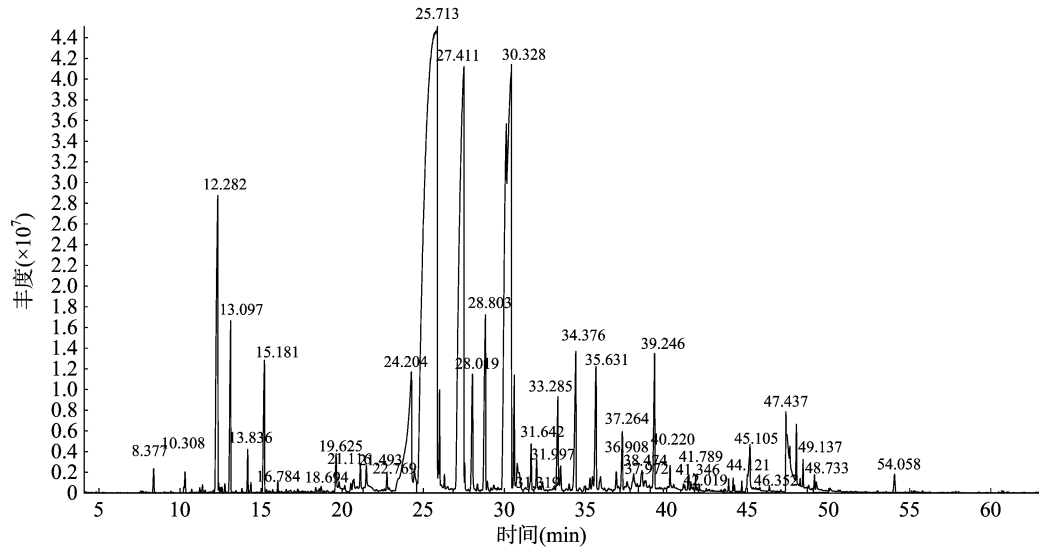


图5 紫苏挥发油的 GC-MS 总离子流图

表 2 紫苏叶挥发油主要化学成分及含量

序号	化合物名称	化学式	匹配度 (%)	相对分子质量	相对含量 (%)
1	$\alpha$ -蒎烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	97	136	0.14
2	$\beta$ -蒎烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	97	136	0.16
3	D-柠檬烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	94	136	3.39
4	苯甲醛	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O	97	106	1.19
5	1,8-桉叶素	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	94	154	1.15
6	橙花醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	85	154	0.14
7	松油醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	80	154	0.58
8	芳樟醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	94	154	4.50
9	紫苏醛	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	95	150	38.47
10	$\beta$ -石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	99	204	13.55
11	丁香酚	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	98	164	1.13
12	$\alpha$ -石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	97	204	1.82
13	(顺,反)- $\alpha$ -金合欢烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	95	204	17.49
14	(反,反)- $\alpha$ -金合欢烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	85	204	0.12
15	$\delta$ -杜松烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	80	204	0.37
16	肉豆蔻醚	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	90	192	0.49
17	金合欢醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	92	222	1.18
18	异白苏烯酮	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	88	164	1.57
19	环氧石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	91	220	1.17
20	2-苄基乙酰乙酸酯	C <sub>13</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	98	220	0.70
21	白苏烯酮	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	81	164	0.64
22	橙花叔醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	90	222	1.27
23	甲基异丁香酚	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	82	178	0.39
24	植酮	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O	93	268	0.13
25	正十六烷酸	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	95	256	0.92
26	香叶基芳樟醇	C <sub>20</sub> H <sub>34</sub> O	91	290	0.13
27	植醇	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O	92	296	2.71
合计					95.50

正交试验确定了紫苏叶挥发油的水蒸气蒸馏最佳工艺条件为:浸泡时间 1.5 h,蒸馏时间 2.5 h,浸泡温度 65 ℃,料水比 1 g:20 mL,在最佳提取工艺条件下,紫苏叶的挥发油得率

为 0.52%。

通过 GC-MS 从紫苏叶挥发油中鉴定出 27 种化合物,分析结果表明其最主要的成分为紫苏醛(38.47%),其次分别为(顺,反)- $\alpha$ -金合欢烯(17.49%)、 $\beta$ -石竹烯(13.55%)等成分。

参考文献:

[1]谭美莲,严明芳,汪磊,等.国内外紫苏研究进展概述[J].中国油料作物学报,2012,34(2):225-231.

[2]金建忠.超临界 CO<sub>2</sub> 萃取紫苏叶挥发油的工艺优化[J].食品科学,2011,32(6):124-126.

[3]王琛.大棚紫苏无公害栽培技术[J].蔬菜,2011(6):17-18.

[4]秦晓霜,康笑枫,林春华,等.紫苏挥发油化学成分分析[J].广东农业科学,2006(6):36-37.

[5]徐春明,李丹.响应面法优化微波辅助提取紫苏中迷迭香酸[J].北京工商大学学报:自然科学版,2012,30(1):26-29,35.

[6]Kim M J, Kim H K. *Perilla* leaf extract ameliorates obesity and dyslipidemia induced by high-fat diet[J]. *Phytotherapy Research*, 2009, 23(12):1685-1690.

[7]Jun H I, Kim B T, Song G S, et al. Structural characterization of phenolic antioxidants from purple perilla (*Perilla frutescens* var. *acuta*) leaves[J]. *Food Chemistry*, 2014, 148:367-372.

[8]林梦南,苏平.响应面法优化紫苏挥发油的水蒸气提取工艺及其成分研究[J].中国食品学报,2012,12(3):52-60.

[9]汪洪武,刘艳清,韦寿莲,等.微波、超声波和水蒸气蒸馏在紫苏籽挥发油分析中的对比研究[J].精细化工,2011,28(6):544-547,572.

[10]高文秀,祝波,王亚红.酶解法协同超声波法提取山楂中总黄酮的工艺条件优化[J].江苏农业科学,2013,41(3):252-254,381.

[11]王桃云,邱业先,汪金莲,等.银杏叶抑制脲酶活性成分提取条件优化及其成分初步鉴定[J].江苏农业科学,2013,41(10):246-249.