文章编号:1673-1689(2007)03-0006-04

树莓叶片中精油的提取工艺

孟宪军， 刘 学， 周 艳
(沈阳农业大学 食品学院,辽宁 沈阳 110161)

摘 要: 采用正交试验和单因素试验相结合的方法对树莓叶片中精油的提取工艺进行了研究,得出的最佳工艺参数为:破碎 60 目;液料质量比为 8∶1;浸泡 14 h;水蒸汽蒸馏 6 h。各因素对提取结果影响的程度依次为:蒸馏时间>破碎程度>液料比>浸泡时间。NaCl 的加入量 80 g/L 可显著提高得油率。蒸馏速度 200 mL/h(为每小时蒸出蒸馏器容积 10%的馏出液)。

关键词: 树莓叶;精油;提取工艺
中图分类号:TS 264.3 **文献标识码**: A

Study on Processing Technology of Essential Oil From Raspberry Leaves

MENG Xian-Jun， LIU Xue， ZHOU Yan
(College of Food Science,Shenyang Agriculture University,Shenyang 110161,China)

Abstract: In order to increase the yield of essential oil from the raspberry leaves the orthogonal and single factor' experiments were applied to optimize the operation conditions. It has been found that the volume of technological parameters are: proportion of water-leaves ratio 8∶1; soaping time 14h; distilling time 6h. The order of the influencing significance of the parameters tested is: distilling time > shattering > water-leaves ratios > soaping time. Brine concentration could significantly increased the yield of raspberry leaves oil. Distilling tate 10% of the volume of distilling vessel per hour.

Key words: Raspberry leaves; essential oil; processimg technology

树莓(Bramble)又称木莓,又名托盘、马林、覆盆子等,是蔷薇科(Rosaceae)植物,在果树分类上属浆果类树莓属(Rubus)多年生小灌木落叶果树。约有 450 多种,主要分布在北半球的寒带、温带,少数分布在热带、亚热带和南半球。我国野生资源十分丰富,大约有 210 种,南北各地均有分布。目前对树莓的研究和开发主要集中在树莓引种栽培和果实的加工利用上,从树莓叶中提取精油国内外尚未见文献报道。

本文填补了国内树莓副产物树莓叶中精油提取的研究空白,为树莓的有效利用和进一步开发提供了参考依据,具有较重要的理论价值和实际意义。本实验采用水蒸气蒸馏法得到的树莓叶精油为浅黄色液体,有较浓的茶香味,可用于食品、饮料、烟酒等行业,是天然香料的一种原料来源。

1 材料与方法

1.1 材料

原料树莓叶片为 2005 年 6～10 月每月中旬采

收稿日期:2006-12-12.
基金项目:辽宁省科技厅攻关项目(2006301031).
作者简介: 孟宪军(1960-),男,内蒙赤峰人,教授,博导,主要从事食品加工与保藏研究. Email:liuxue-er@163.com

万方数据

于沈阳农业大学树莓园,分别阴干,备用。

1.2 仪器与试剂

水蒸气蒸馏装置(蒸馏烧瓶容积为 2 000 mL);旋转蒸发仪;TMP-2 上皿式电子天平;可调式电热套;所用试剂均为分析纯。

1.3 实验方法

1.3.1 水蒸气蒸馏方法 选用无虫无锈斑的树莓叶,阴干,破碎一定程度,放入 50 ℃烘箱内烘干。准确称取适量树莓叶片,按液料比加入一定量的蒸馏水,浸泡一定时间后进行水蒸汽蒸馏。

1.3.2 精油的萃取方法 向油水混合的馏出液中加入一定量的 NaCl,用有机溶剂进行萃取,用无水硫酸钠干燥后浓缩萃取液,得浅黄色的精油,计算得油率:得油率(mg/g)=得油质量/称取叶片质量。

2 结果与讨论

2.1 最佳工艺条件的确定

2.1.1 正交试验优选树莓叶片中精油的提取工艺 为优化提取工艺条件,根据前期试验的初步考察得知,影响精油得率及其质量的主要因素有:叶片破碎程度、浸泡加水量、浸泡时间、蒸馏时间等。4 因素均设 3 个水平(见表 1),以考察各因素对树莓叶片得油率影响的大致变化趋势、各因素对出油率影响的主次顺序,并筛选出最佳提取工艺组合条件。

表 1 正交试验的因素—水平设计

Tab. 1 The factor levels of orthogonal experiment design

水平	A 破碎程度/目	B 液料质量比	C 浸泡时间/h	D 蒸馏时间/h
1	40	6∶1	6	3
2	60	8∶1	10	6
3	80	10∶1	14	9

根据表 1,采用 9 月份采集的树莓叶片提取精油,以精油得油率为考核指标,用 $L_9(3^4)$ 正交表进行正交试验,试验结果及分析见表 2。

表 2 说明,各因素对提取结果影响的程度依次为:蒸馏时间>破碎程度>液料比>浸泡时间。由此得出,提取工艺的最佳搭配为 $A_2B_2C_3D_2$,即破碎 60 目,液料质量比 8∶1,浸泡 14 h 后水蒸气蒸馏 6 h。

2.1.2 单因素试验 正交试验设计是利用正交表来寻找多因素最佳搭配的一种方法,并不是一种完全试验设计方案。由于试验条件限制,正交试验中设置的水平不够多,试验中出现的最佳因素组合并不一定是实际中的最佳条件,因此,作者通过单因素试验对各因素的影响作进一步深入探讨。

表 2 正交试验结果及分析

Tab. 2 The result and analysis of orthogonal experiment

实验号	A	B	C	D	得油率/(mg/g)
1	1(40)	1(6∶1)	1(6)	1(3)	1.06
2	1(40)	2(8∶1)	2(10)	2(6)	2.11
3	1(40)	3(10∶1)	3(14)	3(9)	1.85
4	2(60)	1(6∶1)	2(10)	3(9)	2.18
5	2(60)	2(8∶1)	3(14)	1(3)	2.09
6	2(60)	3(10∶1)	1(6)	2(6)	2.31
7	3(80)	1(6∶1)	3(14)	2(6)	1.76
8	3(80)	2(8∶1)	1(6)	3(9)	1.87
9	3(80)	3(10∶1)	2(10)	1(3)	0.92
K_1	5.02	5.00	5.24	4.07	T=16.15
K_2	6.58	6.07	5.21	6.18	
K_3	4.55	5.08	5.70	5.90	
R	2.03	1.07	0.49	2.11	

1) 破碎程度对得油率的影响

将树莓叶片分别破碎 20 目(直径 0.9 mm) 30 目(直径 0.6 mm) 50 目(直径 0.4 mm) 60 目(直径 0.3 mm) 80 目(直径 0.2 mm),在其他条件相同的情况下提取精油,比较它们之间得油率的差异。如图 1 所示。可以看出,树莓叶片的破碎度直接影响出油率,破碎程度越高,即颗粒越小,精油越容易被蒸出。破碎度小到一定程度时,出油率降低。因为颗粒越小,与蒸气接触的面积越大,精油从叶片内部扩散至表面所通过的距离越短,故越容易蒸出。但粉末不宜过细,粉碎过细,可能导致油室或油细胞破碎过多,在粉碎过程中造成挥发油散失过多,而且过细的粉末加水加热时成糊状,容易引起焦化和暴沸现象。本实验确定破碎度为 60 目(0.3 mm)时,最有利于油珠在颗粒间的穿流和蒸出。

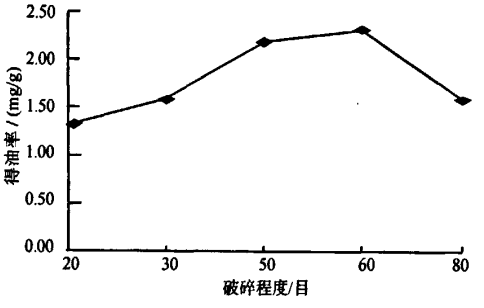

图 1 不同破碎程度得油率

Fig. 1 Yields of essential from the raspberry leaves distilled at different shattering

2) 液料比对得油率的影响

分别设液料质量比为 2∶1、4∶1、6∶1、8∶1、10∶1、12∶1,在其他条件相同的情况下提取精油,

万方数据

比较它们之间出油率的差异，筛选出精油提取的最佳液料比。

图2给出了不同液料比得油率的差异对比，可以看出，除2∶1、12∶1得油率较低外，其他的差异不甚显著，但液料质量比8∶1得油率最高，且用水量较小。液料质量比是精油提取过程中一个比较重要的影响因素。液料比例过小，水散作用进行得不彻底，必将影响得油率；比例过大，精油在水中的溶解量也随之增大，势必降低得油率，同时，能耗也随之增加，造成能源的浪费。从节约能源和原料的观点出发，8∶1的液料质量比最好。

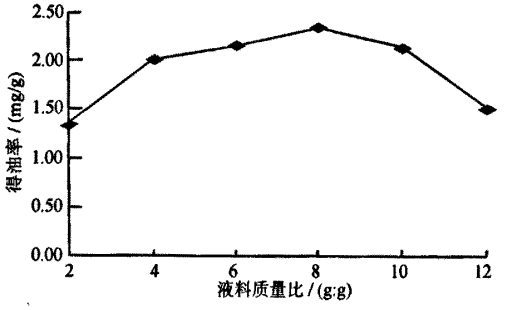

图2 不同液料比得油率

Fig. 2 Yields of essential from the raspberry leaves distilled with different water-leaves ratios

3）浸泡时间对得油率的影响

浸泡时间与得油率的关系如图3所示. 由图3可以看出：在浸泡时间≤24 h，浸泡物料和蒸馏时间不变的情况下，浸泡时间越长，出油率越高；浸泡时间>24 h，得油率基本不变. 这是因为浸泡只能起到水散的作用，所以浸泡时间不宜过长，以<24 h为宜.

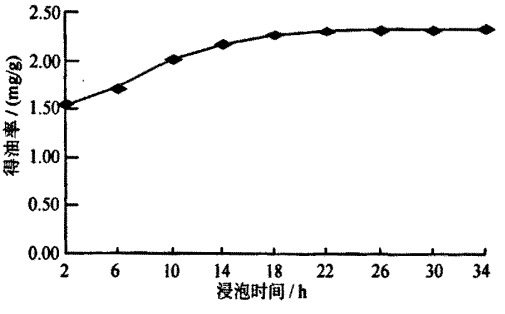

图3 不同浸泡时间得油率

Fig. 3 Yields of essential from the raspberry leaves distilled at different soaping time

4）蒸馏时间对得油率的影响

图4显示了在其他条件相同情况不同蒸馏时间的得油率。从图4可以看出，随着蒸馏时间的延长，得油率不断提高，在蒸馏4 h以内出油率增加速度快，4 h以后增加缓慢。理论上的蒸馏终点，是指所得总精油不再随时间的延长而增加的这一刻时间。但蒸馏过程中，出油率的增加并不是均匀进行的，存在着先大后小的趋势，特别是从1 h到4 h，得油率激增，随后出现越来越慢的趋势。在工业生产中，是以理论得率的90%～95%作为蒸馏结束时间。因此，建议树莓叶片水蒸气蒸馏的时间为6 h，如果原料量大，时间紧张，蒸馏4 h也可。

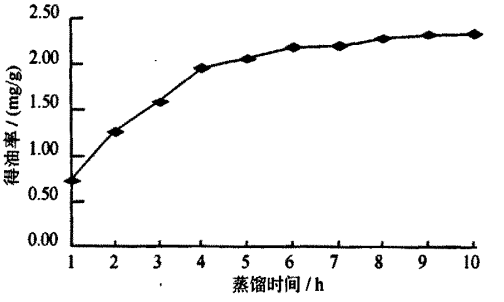

图4 不同蒸馏时间得油率

Fig. 4 Yields of essential from the raspberry leaves distilled at different distilling time

5）萃取剂对精油得率的影响

采用正己烷、石油醚、乙酸乙酯、二氯乙烷分别对9月份采集的树莓叶片水蒸汽蒸馏馏出液进行萃取，萃取结果见表3。

表3 不同萃取剂对树莓叶片中精油提取率的影响

Tab. 3 Influence on extraction ratio of essential oil from the raspberry leaves in variety solvents

萃取剂	树莓叶量/g	蒸馏时间/h	油水乳化程度	得油率/(mg/g)
正己烷	100	6	易分层	2.16
乙醚	100	6	易分层	2.04
乙酸乙酯	100	6	不易分层	—
二氯乙烷	100	6	易分层	1.35

从表2数据可以看出，萃取剂正己烷的得油率最高，萃取效果最好，乙醚、二氯乙烷其次，乙酸乙酯水溶性太强，不适宜作树莓叶精油的萃取剂。但从经济角度考虑，正己烷价格较高，所以选用乙醚作萃取剂较为合适。

6）氯化钠处理对得油率的影响

用氯化钠水溶液蒸馏树莓叶片，结果见表4。结果表明，氯化钠水溶液蒸馏树莓叶片使得油率提高，其原因是氯化钠能使精油在水中的溶解度降低，原来会溶解在水中的那部分精油被蒸出。且随着氯化钠水溶液浓度的增大，得油率不断提高，但出油率的增加不是均匀的，加入80 g/L的NaCl可使得油率提高27.4%，此后，随着氯化钠浓度增大，得油率虽增加，但增幅减小。从经济角度考虑，

万方数据

NaCl 的加入量以 80 g/L 为宜。

表 4　萃取时加入 NaCl 对树莓叶精油得油率的影响

Tab. 4　Influence on the extraction ratio of essential oil from the raspberry leaves with adding NaCl

采叶月份	树莓叶质量/g	加盐量/(g/L)	蒸馏时间/h	得油率/(mg/g)
9	100	0	2	1.79
9	100	40	2	1.92
9	100	60	2	2.13
9	100	80	2	2.28
9	100	120	2	2.30

2.2　不同生长期树莓叶片中精油含量的测定

采集生长期 4～11 月份(每月中旬)的树莓叶片，用水蒸汽蒸馏法进行精油的提取，得油率分别为 1.05、0.56、0.72、1.14、1.27、2.35、2.21、2.10 mg/g。可见，树莓叶片中的精油以 9 月份含量为最高。

2.3　不同贮存期树莓叶片中精油含量测定

以当年 9 月采集的树莓叶片干品为原料，做不同贮存期精油含量测定，从贮存 1 月起到次年 9 月止，每月 15 日定期依法测定。实验表明，树莓叶片中的精油含量随贮存期的延长而逐渐减少，贮存期的前 6 个月，精油含量从 2.35 mg/g(1 个月)降至 2.14 mg/g(6 个月)，而后 6 个月，精油含量从 2.14 mg/g(6 个月)急剧降至 1.06 mg/g(12 个月)。这可能和贮存温度有关，随着室温升高，精油严重散失。

3　结　论

1) 采用正交试验和单因素试验相结合的方法对对影响水蒸气蒸馏树莓叶片中精油得油率的主要因素进行分析，结果表明：水蒸气蒸馏提取树莓叶片中精油的最佳工艺参数为：破碎 60 目；液料质量比 8∶1；浸泡 14 h；水蒸汽蒸馏 6 h。蒸馏速度 200 mL/h(为每小时蒸出蒸馏器容积 10%的馏出液)。

2) 各因素对提取结果影响的程度依次为：蒸馏时间＞破碎程度＞液料比＞浸泡时间。NaCl 的加入量 80 g/L 可显著提高出油率。NaCl 的加入量以 80 g/L 为宜。

3) 氯化钠水溶液蒸馏树莓叶片，并选用乙醚作萃取剂，可减少精油在馏出液中的溶解度，使精油的得油率得到提高。

4) 对树莓叶片不同生长期、贮存期挥发油含量的测定结果表明：9 月份树莓叶精油含量最高，干品随贮存期延长，含油量逐渐由 2.35 mg/g(1 个月)降至 1.06 mg/g(12 个月)。

5) 水蒸汽蒸馏提取树莓叶片中的精油，设备简单，操作易行，并且一次处理量较大，生产成本较低，较为可取。树莓叶片中精油为浅黄色油状液体，有较浓的茶香味，可用于食品、饮料、烟酒行业，是天然香料的一种原料来源，可以增加树莓叶资源的使用价值。

参考文献(References)：

[1] 罗金岳，安鑫南. 植物精油和天然色素加工工艺[M]. 北京：化学工业出版社，2005.

[2] 刘建华，张志军，李淑芳. 树莓中功效成分的开发浅论[J]. 食品科学. 2004，25(10)：370－373.
LIU Jian-hua，ZHANG Zhi-jun，LI Shu-fang. Discussion about development of efficacy components of raspberry[J]. **Food Science**，2004，25(10)：370－373. (in Chinese)

[3] 周林，罗志刚. 椪柑皮香精油的提取工艺及成分鉴定[J]. 广东化工. 2005，9：58－60.
ZHOU Lin，LUO Zhi-gang. Extracting Perfume Essential Oil and Identifying Its Compounds from Ponkan Peel[J]. **Journal of Guangdong Chemical Industry**，2005，9：58－60. (in Chinese)

[4] 文福姬，俞庆善. 从松树叶中提取精油的研究[J]. 化学工程师. 2005，(12)：5－7.
WEN Fu-ii，YU Qing-shan. Study on the extraction of essential oil from the pine leaves[J]. **Chemical Engineer**，2005，(12)：5－7. (in Chinese)

[5] 尹献忠，李晓，李胜华，等. 水蒸气蒸馏法提取辛夷精油及在卷烟加香中的应用研究[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版). 2003，18(4)：65－67.
YIN Xian-zhong，LI Xiao，LI Sheng-hua，et al. Study on extracting oil condition of Xinyi by steam distillation and its application in tobacco flavoring[J]. **Journal of Zhengzhou Institute of Light Industry(Natural Science)**，2003，4：65－67. (in Chinese)

[6] 陈志慧. 正交试验法优选姜花精油提取工艺条件[J]. 中国调味品. 2004，(12)：17－19.
CHEN Zhi-hui. Optimization of extraction process of hedychium coronarium essential oil by orthogonal design[J]. **China Condiment**，2004，(12)：17－19. (in Chinese)

[7] 陈志慧，陈志强. 珠兰香精油的提取及其香气成分分析[J]. 广东农业科学. 2006，(4)：62－63.
CHEN Zhi-hui，CHEN Zhi-iang. Analysis of aroma constituents in Chloranthus spicatus[J]. **Journal of Guangdong Agriculture Science**，2006，(4)：62－63. (in Chinese)

(责任编辑：杨　萌)

万方数据