

超声辅助提取密花香薷精油工艺优化

吕蒙蒙, 吴夏, 谢云芳, 穆小珍, 康淑荷* (西北民族大学化工学院, 甘肃兰州 730124)

摘要 [目的] 优选密花香薷精油最佳提取工艺条件。[方法] 采用超声辅助水蒸气蒸馏, 通过正交试验考察了药材粒度、超声时间、料液比、浸泡时间 4 因素 3 水平对密花香薷精油得率的影响。[结果] 密花香薷精油提取的最佳工艺条件为药材粒度 50 目, 超声时间 12 min, 浸泡时间 6 h, 料液比 1:16 g/ml。在该工艺条件下, 精油的平均得率为 0.407%。[结论] 优选的密花香薷精油提取工艺得率较高, 条件合理, 简单可行。

关键词 超声; 正交试验; 密花香薷; 精油

中图分类号 S121 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2013)05-02268-01

Optimization of Extracting Technology for Essential Oil from *Elsholtzia densa* Benth

LV Meng-meng et al (Institute of Chemical Engineering, Northwest University for Nationalities, Lanzhou, Gansu 730124)

Abstract [Objective] The study aims to optimize the extracting technology conditions of essential oil from *Elsholtzia densa* Benth. [Method] Volatile oil was extracted from *Elsholtzia densa* Benth using steam distillation, and the effects of four extracting factors (the size of the medicinal herb, ultrasonic time, soaking time and the ratio of the material to liquid) on the yield of essential oil extracted from *Elsholtzia densa* Benth was analyzed through the orthogonal test method. [Result] The optimized extraction process of essential oil from *Elsholtzia densa* Benth was as follows: the size of the medicinal herb 50 mesh, ultrasonic time 12 min, being soaked in the water for 6 h, and the ratio of the material to liquid 1:16 g/ml. Under this conditions, the average extracting rate of the essential oil was 0.407%. [Conclusion] The optimized extraction process of essential oil from *Elsholtzia densa* Benth was simple and practicable, and its extracting rate was higher.

Key words Ultrasound; Orthogonal test; *Elsholtzia densa* Benth; Essential oil

密花香薷 (*Elsholtzia densa* Benth) 为唇形科 (Zabiatiae) 1 年生草本植物, 主要分布于河北、山西、陕西、甘肃、青海、四川、云南、西藏、新疆等地^[1], 具有消炎、生肌、止血、止痒、去腐生新的功效, 藏医用全草治胃病、疮疥、梅药性鼻炎、喉炎、疮疖痈肿、皮肤瘙痒^[2]。密花香薷精油具有镇咳、祛痰、止咳、平喘的作用^[3]。笔者对超临界流体萃取密花香薷^[4]、高原香薷^[5]和鸡骨柴^[6]精油的工艺条件进行了研究, 发现超临界流体萃取密花香薷精油虽然提取率较高, 但精油品相较差, 杂质含量较高。为了开发保健饮料, 笔者对超声辅助水蒸气蒸馏提取密花香薷精油工艺进行了优化。

1 材料与方 法

1.1 材料 密花香薷采自云南昭通, 经西北师范大学生命科学学院鉴定为香薷属植物密花香薷 (*Elsholtzia densa* Benth), 阴干粉碎, 备用。主要仪器: HK-04A 型手提式粉碎机, 广州市旭朗机械设备有限公司; SK82002H 型超声波清洗机, 上海科导超声仪器有限公司; DW-2 型调温电热器, 通州市申通电热器厂; AB204-S 型万分之一电子天平、DHG-9075A 型电热恒温鼓风干燥箱, 上海一恒科技有限公司; 挥发油提取(测定)器。所用试剂皆为市售分析纯。

1.2 密花香薷精油提取的工艺参数设计 采用水蒸气蒸馏法, 选用不同的药材粒度(A)、超声时间(B)、浸泡时间(C)、料液比(D)为密花香薷精油提取的考察因素, 每个因素各取 3 个水平, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验优化提取工艺, 因素水平设计见表 1。

表 1 密花香薷精油提取工艺正交试验因素水平设计

水平	因素			
	药材粒度 (A)//目	超声时间 (B)//min	浸泡时间 (C)//h	料液比(D) g/ml
1	10	7	6	1:12
2	24	12	9	1:14
3	50	17	12	1:16

1.3 精油的萃取 称取干燥粉碎的密花香薷样品 15 g, 按正交试验要求进行试验, 固定提取时间为 5 h, 得黄色油状液体。所得精油收集在挥发油测定器中, 精确读取精油得油量, 计算精油得率。

2 结果与分析

2.1 正交试验结果 按照表 1 的因素水平设计进行正交试验, 以密花香薷精油的得率为考察指标, 结果见表 2。表 2 显示, 各因素的极差 R 为 $R_A > R_D > R_B > R_C$, 表明各因素对精油得率的影响大小依次为药材粒度、料液比、超声时间、浸泡时间。方差分析显示, 药材粒度对萃取密花香薷精油有显著性影响 ($F_A = 16.500$), 其他 3 个因素对密花香薷精油得率影响不显著。超声辅助提取密花香薷精油的最佳组合为 $A_3B_2C_1D_3$ 或 $A_3B_2C_2C_3$, 因为 C 因素即浸泡时间对精油得率影响最小且不显著, 因此综合考虑选取最优工艺为 $A_3B_2C_1D_3$, 即药材粉碎度 50 目, 超声时间 12 min, 浸泡时间 6 h, 料液比 1:16 g/ml 条件下, 精油提取效果最佳。

2.2 验证试验 由于优选的最佳组合的工艺条件 $A_3B_2C_1D_3$ 在正交试验中已出现, 故按此工艺条件进行验证试验 2 批。结果密花香薷精油得率分别为 0.405%、0.412%, 平均得率为 0.407%, 表明此工艺条件下精油得率较高, 优选的工艺条件合理, 稳定可行。

基金项目 西北民族大学化工学院开放实验室项目及创新创业项目; 中央高校基本科研业务专项资金项目 (ZY2011063)。

作者简介 吕蒙蒙 (1991-), 女, 河南漯河人, 本科生, 研究方向: 天然药物研究与开发, E-mail: 823257049@qq.com。* 通讯作者, 副教授, 硕士, 从事天然药物的研究与开发, E-mail: kangshuhe@163.com。

收稿日期 2012-12-27

(下转第 2271 页)

0.24 ml。

2.1.4.2 温度效应。假设温度变化范围 $\pm 4\text{ }^{\circ}\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$, 近似矩形分布, 250 ml 水溶液产生的标准不确定度为: $\frac{500 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 4}{\sqrt{3}} = 0.34\text{ ml}$, 校准与温度效

应相互独立, 将这 2 个分量合成, V_0 的标准不确定度为 $U_{(v_0)} = \sqrt{0.24^2 + 0.24^2} = 0.13\text{ ml}$, V_0 的相对标准不确定度 $U_{rel(V_0)} = \frac{U_{(v_0)}}{V_0} = 6.8 \times 10^{-4}$ 。

2.1.5 由方法重复性引入的不确定度。用该标准方法进行 5 次独立测量, 测量结果分别为 70.53、70.49、70.51、70.50、

$$U_{rel(X)} = \sqrt{U_{rel(c)}^2 + U_{rel(Std)}^2 + U_{rel(m)}^2 + U_{rel(V_1)}^2 + U_{rel(V_0)}^2 + U_{rel(rep)}^2} \\ = \sqrt{(7.9 \times 10^{-2})^2 + (4.76 \times 10^{-3})^2 + (1.6 \times 10^{-5})^2 + (5.6 \times 10^{-4})^2 + (6.8 \times 10^{-4})^2 + (2.1 \times 10^{-2})^2} = 10.0 \times 10^{-2}$$

2.1.7 扩展不确定度。取包含因子 $k = 2$, 扩展不确定度 $U_{(X)}/X = 2 \times U_{rel(X)} = 4.2 \times 10^{-2}$, 则 $U_{(X)} = 10.0 \times 10^{-2} \times 70.72 = 7.07\text{ mg/kg}$ 。

2.2 不确定度报告 试验得出, 苹果样品中硝酸盐含量为 $(70.72 \pm 7.07)\text{ mg/kg}$, $k = 2$ 。

3 结论与讨论

通过检验试验原理及试验步骤, 尽可能地分析产生不确定度的所有来源。分光光度法测定苹果中硝酸盐的不确定度包括: 称量不确定度, 体积不确定度, 曲线拟合不确定度, 测量重复性引起的不确定度。试验结果表明, 不确定度主要来源于曲线拟合不确定度, 其次是测量重复性引起的不确定度。故在操作过程中严格按照实验室操作规范, 选用准确度高且规格统一的量器, 选用灵敏度高的仪器, 可以在一定程

70.55 mg/kg, 5 次测量的平均值为 70.52 mg/kg。依据 JJG 1059-1999《测量不确定度与表示》用极差法求得不确定度为: $(70.55 - 70.49) \times 2.33 = 2.6 \times 10^{-2}\text{ mg/kg}$, 其相对标准不确定度为: $U_{rel(rep)} = \frac{2.6 \times 10^{-2}}{1.22} = 2.1 \times 10^{-2}$ 。

2.1.6 合成标准不确定度。在整个测试过程中, 不确定度来自于测量用样液中硝酸钠质量的不确定度、试样质量引入的不确定度、测定用样液体积引入的不确定度、试样处理液总体积引入的不确定度以及由方法重复性引入的不确定度。测定结果的不确定度应利用以上各分量的相对标准不确定度来进行合成, 即:

度上降低曲线拟合产生的不确定度。在试验过程中, 尽量保持试验手法的一致性和连续性, 可以降低测量重复性引起的不确定度。

参考文献

- [1] 王宪泽, 程炳嵩, 张国珍. 蔬菜中的硝酸盐及其影响因子[J]. 植物学通报, 1991, 8(8): 34-37.
- [2] 庞立荣, 何为华, 方金豹, 等. 几种果品中硝酸盐和亚硝酸盐的含量[J]. 果树学报, 2006, 23(4): 627-630.
- [3] 国家质量技术监督总局. JJF 1059-1999 测量不确定度评定与表示[S]. 北京: 中国计量出版社, 1999.
- [4] 曹志军, 卢利军, 郑江, 等. 测试实验室中测量不确定度评定[S]. 长春: 吉林科学技术出版社, 2003.
- [5] 国家质量技术监督检验检疫总局. GB/T 5009.33-2008 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [6] 国家质量技术监督检验检疫总局. JJG 196-2006 常用玻璃量具检定规程[S]. 北京: 中国计量出版社, 2007.

(上接第 2268 页)

表 2 密花香薷精油提取正交试验结果

水平	因素				精油得率 %
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	0.11
2	1	2	2	2	0.10
3	1	3	3	3	0.08
4	2	1	2	3	0.30
5	2	2	3	1	0.20
6	2	3	1	2	0.15
7	3	1	3	2	0.25
8	3	2	1	3	0.40
9	3	3	2	1	0.26
K_1	0.095	0.220	0.220	0.190	
K_2	0.217	0.233	0.220	0.167	
K_3	0.303	0.162	0.175	0.258	
R	0.208	0.071	0.045	0.091	

3 讨论

超声辅助水蒸气蒸馏提取密花香薷精油的试验结果显示, 最佳提取工艺为药材粒度 50 目, 超声时间 12 min, 浸泡时间 6 h, 料液比 1:16 g/ml。其中, 药材粒度对精油提取影响最大。因为药材粒度可影响渗透、溶解、扩散等过程, 当药

材粒度为 50 目时, 提取效果最好^[7]。超声辅助中超声波是一种弹性机械振动波, 通过介质作用局部可产生巨大压力和上千度高温, 可提高精油的提取率^[8]。料液比与浸泡时间满足药材浸泡充分即可。另外, 药材颗粒过 10 目与过 50 目筛得药材所含密花香薷茎、叶、花的含量不同, 过 10 目筛的大多为茎, 过 50 目筛的大多为叶与花, 可看出叶与花中的精油含量多于茎。

参考文献

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志(第 66 卷)[M]. 北京: 科学出版社, 1977: 333.
- [2] 罗尚达. 新修晶珠本草[M]. 成都: 四川科学技术出版社, 2004: 540.
- [3] 张继, 王振恒, 姚健, 等. 密花香薷挥发油成分的分析研究[J]. 草原学报, 2005, 14(1): 112-116.
- [4] 康淑荷. 密花香薷超临界萃取研究[J]. 中成药, 2012, 34(5): 955-956.
- [5] 康淑荷. 超临界 CO_2 萃取高原香薷精油工艺研究[J]. 西北民族大学学报: 自然科学版, 2009, 30(3): 37-39.
- [6] 康淑荷, 师永清. 超临界 CO_2 萃取鸡骨柴精油正交实验及 GC/MS 分析[J]. 质谱学报, 2009, 30(1): 36-40.
- [7] 刘依, 韩鲁佳, 阎巧娟, 等. 板蓝根中靛蓝和靛玉红的提取及其质量分数的测定[J]. 中国农业大学学报, 2003, 8(6): 5-8.
- [8] 张宝璟, 张广元, 甄宇红, 等. 超声时间与药材粒度对超声法提取槐花米中芦丁的影响[J]. 大连医科大学学报, 2010, 32(1): 11-13.
- [9] 张鹰, 刘锐滨, 于新. 超声辅助法提取山毛豆种子油的工艺优化[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(27): 16996-16998.