

# NaCl 溶液协同蒸馏法提取香柏精油工艺的研究

戴余军<sup>1</sup>, 武瑞鹏<sup>1</sup>, 石会军<sup>2</sup>, 霍清<sup>1</sup>, 周红阳<sup>1</sup>

(1. 孝感学院 生命科学技术学院, 湖北 孝感 432000; 2. 孝感高级中学, 湖北 孝感 432000)

**摘 要:**以孝感学院内的香柏细枝叶为原料, 采用 NaCl 溶液协同蒸馏法对香柏精油的提取工艺进行研究。结果表明: 提取香柏精油的最佳工艺参数为: 料液比 1:15, NaCl 溶液浓度为 4%, 浸泡 6 h, 蒸馏时间 3 h。在此条件下, 香柏精油的提取率达到了 1.95%。

**关键词:**香柏; 精油; NaCl 溶液; 蒸馏

**中图分类号:**TS 225.6 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)23-0041-03

香柏 (*Thuja occidentalis* L.) 为多年生木本植物<sup>[1]</sup>, 又名美国侧柏。树冠圆锥形, 鳞叶先端突尖, 表面暗绿色, 背面黄绿色, 有透明的圆形腺点, 鳞叶揉碎有芳香。在我国中西部地区作为园艺植物而广为种植, 资源十分丰富。香柏精油是香柏树木内具有挥发性的一类物质, 是美容、护肤的理想产品, 而且对治疗流行性感、各种炎症以及一些皮肤病有其独特功效。由于其独特的香味是合成香料无法比拟的, 且无毒副作用, 因此从植物中提取精油并分析其成分已经成为国内外学者研究的热点, 在医药、香料工业以及化妆品上的应用非常广泛<sup>[2]</sup>。尽管目前提取精油的方法有多种, 但仍以蒸馏法为主<sup>[3]</sup>。香柏是一种提取精油的上好原料, 目前主要侧重于对其化学成分的分析研究<sup>[1]</sup>, 其提取工艺方面的研究还未见报道。现采用 NaCl 溶液为提取剂, 协同蒸馏法对香柏精油的提取工艺进行研究, 旨在探索出提取香柏精油的工艺参数, 为香柏精油提取及香柏资源的合理开发提供一定的理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

香柏细枝叶, 5 月下旬采摘于孝感学院校园内。

NaCl(分析纯), 北京泰亚赛福科技发展有限公司; 挥发油测定器, 上海建秋贸易公司; 电子万用炉, 北京市光明医疗仪器厂; 多功能药材粉碎机, 浙江省永康市金盛博机械厂; 电子天平, 赛多利斯科学仪器(北京)有限公司。

第一作者简介: 戴余军(1972-), 女, 硕士, 副教授, 现从事生物化学及天然产物提取的教学与研究工作。E-mail: dyj5925@sina.com。  
基金项目: 湖北省重点学科建设专项资助项目(鄂学位[2010]1 号 0903)。

收稿日期: 2011-08-23

### 1.2 试验方法

1.2.1 预处理 从香柏树木上采摘细枝叶后, 先用清水将其上的泥土清洗干净, 然后用剪刀剪细, 置于通风处晾干。将阴干的香柏细枝叶用多功能药材粉碎机粉碎, 过 20 目筛, 密封保存备用。

1.2.2 提取工艺流程 准确称量过 20 目筛后的香柏枝叶粉末→NaCl 溶液进行浸泡→挥发油提取器提取→静置→分离→香柏精油。

1.2.3 单因素试验设计 以香柏精油的提取率作为衡量指标, 主要考察 NaCl 溶液的浓度、NaCl 溶液浸泡的时间、液料比及蒸馏时间对香精油提取率的影响。

1.2.4 正交实验设计 根据单因素试验结果, 以香柏精油提取率为指标, 选取影响效果明显的因素及其最佳效果附近的 2 个水平进行正交实验, 以确定香柏精油提取的最佳工艺参数。

1.2.5 操作要点 称取一定量香柏枝叶粉末, 在一定浓度、体积的 NaCl 溶液中浸泡一段时间, 置于 500 mL 的圆底烧瓶中, 连接好挥发油测定器, 开启冷凝装置, 进行加热提取, 经过一定时间, 得到油水混合物, 停止加热, 静置至油水分层完全后读数, 分离出香柏精油。3 次重复, 取平均值。

精油提取率 = 提取精油的体积(mL) / 称取香柏枝叶粉末的质量 × 100%。

### 1.3 数据处理

试验数据利用 DPS v7.05 进行处理。

## 2 结果与分析

### 2.1 NaCl 的浓度对香柏精油提取率的影响

准确称取 5 份 20 g 香柏枝叶粉末, 分别与 2%、3%、4%、5%、6% 的 NaCl 溶液按 1:15(W/V) 配制成混合液, 浸泡 2 h, 然后将浸泡好的样品与液体一起倒

入 500 mL 的圆底烧瓶中,连接好挥发油测定器装置,接通冷凝管,加热蒸馏,经过冷凝,得到油水混合物,蒸馏 2 h 后,停止加热,静置至油水分层完全后读数。由表 1 可知,不同浓度 NaCl 溶液对香柏精油提取率影响较大。在 NaCl 溶液浓度为 2%~4% 之间,香柏精油的提取率增长幅度较大,浓度为 4% 时提取率达到最高,随着 NaCl 溶液浓度的进一步增加,香柏精油的提取率开始有所下降。当 NaCl 溶液的浓度在 4%~5% 之间时,香柏精油的提取率最高。

表 1 NaCl 溶液的浓度对香柏精油提取率的影响			
试验号	NaCl 溶液浓度/%	精油提取量/mL	精油提取率/%
1	2	0.26	1.32
2	3	0.28	1.38
3	4	0.36	1.80
4	5	0.30	1.50
5	6	0.29	1.43

## 2.2 料液比对香柏精油提取率的影响

称取 4 份 20 g 香柏枝叶粉末,与浓度为 4% 的 NaCl 溶液分别配制成 1:15.0、1:17.5、1:20.0、1:22.5 的液料比,浸泡 2 h,然后将浸泡好的样品与液体一起倒入 500 mL 的圆底烧瓶中,连接好挥发油测定器装置,接通冷凝管,加热蒸馏,经过冷凝,得到油水混合物,水蒸气蒸馏 2 h 后,停止加热,静置至油水分层完全后读数。由表 2 可知,香柏精油提取率的变幅仅在 1.65%~1.75% 之间,表明料液比可能对香柏精油的提取率影响不大;也可能是在该试验选取的料液比条件下,当料液比为 1:15 时,香柏枝叶粉末在 NaCl 溶液中已经接近饱和,随着溶液体积的进一步增加,精油在水中的溶解量会有所增加,提取率反而会有所下降。为节约资源,料液比取 1:15。

表 2 料液比对香柏精油提取率的影响			
试验号	料液比(W/V)	精油提取量/mL	精油提取率/%
1	1:15.0	0.35	1.75
2	1:17.5	0.33	1.65
3	1:20.0	0.34	1.68
4	1:22.5	0.34	1.72

## 2.3 浸泡时间对精油提取量的影响

称取 5 份 20 g 香柏枝叶粉末,将其与 4% NaCl 溶液按 1:15 的料液比配好后,分别浸泡 2、3、4、5、6 h,然后将浸泡好的样品与液体一起倒入 500 mL 的圆底烧瓶中,连接好挥发油测定器装置,接通冷凝管,加热蒸馏,经过冷凝,得到油水混合物,水蒸气蒸馏 2 h 后,停

止加热,静置至油水分层完全后读数。由表 3 可知,香柏精油提取率的变动范围较大,在 1.57%~1.95% 之间,随着浸泡时间的延长,4 h 后,精油提取率逐渐增加,浸泡 6 h 时,提取率高达 1.95%。可能是随着浸泡时间的延长,NaCl 溶液的盐析作用进一步加强,细胞破碎更为彻底。考虑到精油提取率在浸泡 4 h 与 5 h 之间的差异较小,为了节省时间,确定香柏精油的浸泡时间为 4 h 或 6 h。

## 2.4 蒸馏时间对精油提取量的影响

称取 5 份 20 g 香柏枝叶粉末,与 4% NaCl 溶液按 1:15 的料液比配好后,浸泡 2 h,然后将浸泡好的样品与液体一起倒入 500 mL 的圆底烧瓶中,连接好挥发油测定器装置,接通冷凝管,加热蒸馏,经过冷凝,得到油水混合物,分别蒸馏 2、3、4、5、6 h 后停止加热,静置至油水分层完全后读数。由表 4 可知,随着蒸馏时间的延长,香柏精油的提取率逐渐升高。但考虑到蒸馏时间的延长,不仅会浪费能源,而且随着蒸馏时间的延长,还会有更多的副产物产生,从而会影响到香柏精油的品质,所以在实际的提取中,建议以 2~3 h 为宜。

表 3 浸泡时间对香柏精油提取率的影响			
试验号	浸泡时间/h	精油提取量/mL	精油提取率/%
1	2	0.37	1.85
2	3	0.36	1.80
3	4	0.31	1.57
4	5	0.33	1.63
5	6	0.39	1.95

表 4 蒸馏时间对香柏精油提取率的影响			
试验号	蒸馏时间/h	精油提取量/mL	精油提取率/%
1	2	0.35	1.73
2	3	0.36	1.80
3	4	0.37	1.85
4	5	0.39	1.93
5	6	0.42	2.08

## 2.5 正交实验优化精油提取工艺

根据以上单因素试验结果的初步分析,NaCl 溶液的浓度、浸泡时间、蒸馏时间等因素对浸提效果都有一定的影响,为了确定香柏精油的最佳提取工艺参数,并能节约能源、减少工作程序、缩短操作时间,在料液比为 1:15 的条件下,选用上述三因素设计成三因素二水平的  $L_4(2^3)$  正交实验,正交实验因素与水平设计见表 5。极差大小在一定程度上可以反应因素对指标的影响程度,极差越大,反映该因素水平变动时,对指标的

影响越大。由表 6 可知,极差  $R_C > R_B > R_A$ ,表明影响香柏精油提取率的各因素由主到次排列顺序为 C、B、A。因此在选定的 3 个因素中,蒸馏时间是影响香柏精油提取率的主要因素,其次是浸泡时间,影响最小的是 NaCl 溶液的浓度。从各水平看,  $A_1 B_2 C_2$  为最佳组合,与第 2 组试验结果相吻合。

表 5 正交实验因素与水平设计

水平	因素		
	A NaCl 溶液浓度/%	B 浸泡时间/h	C 蒸馏时间/h
1	4	4	2
2	5	6	3

表 6 正交实验结果

试验号	A NaCl 溶液浓度/%	B 浸泡时间/h	C 蒸馏时间/h	精油提取率/%
1	1	1	1	1.50
2	1	2	2	1.95**
3	2	1	2	1.60
4	2	2	1	1.53
K <sub>1</sub>	10.35	9.30	9.10	
K <sub>2</sub>	9.40	10.45	10.65	
X <sub>1</sub>	1.73	1.55	1.52	
X <sub>2</sub>	1.57	1.74	1.78	
R	0.16	0.19	0.26	
Q	A <sub>1</sub>	B <sub>2</sub>	C <sub>2</sub>	

由表 7 可知,NaCl 溶液的浓度、浸泡时间、蒸馏时间 3 个因素对香柏精油提取率都有极显著的影响,且第 2 组试验的精油提取量极显著地高于其它 3 组。结合单因素试验结果分析,该试验中,NaCl 溶液协同蒸

馏法提取香柏精油的最佳工艺参数为:料液比为 1:15, NaCl 溶液浓度为 4%,浸泡时间为 6 h,蒸馏时间为 3 h。在此工艺条件下,香柏精油提取率达到 1.95%。

表 7 正交实验方差分析结果

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
A(NaCl 浓度)	0.0752	1	0.0752	14.4400	0.0052
B(浸泡时间)	0.1102	1	0.1102	21.1600	0.0018
C(蒸馏时间)	0.2002	1	0.2002	38.4400	0.0003
误差	0.0417	8	0.0052		

3 结论

一定浓度的盐溶液可以改变植物细胞的渗透压,促进细胞破裂,从而使细胞中包括精油在内的内含物更多地渗透出来,适宜浓度的 NaCl 溶液还可以减少精油在水中的溶解度。该试验通过单因素试验和正交实验相结合,确定了 NaCl 溶液协同蒸馏法提取香柏精油过程中,蒸馏时间是影响香柏精油提取率的主要因素,其次是浸泡时间,影响最小的是 NaCl 溶液的浓度。得到最佳的工艺参数为:料液比为 1:15,NaCl 溶液浓度为 4%,浸泡时间为 6 h,蒸馏时间为 3 h。在此工艺条件下,香柏精油提取率达到 1.95%。

参考文献

[1] 涂永勤,彭滕,杨荣平,等.藏药香柏挥发油的化学成分[J].中国药科大学学报,2009,40(6):506-509.  
[2] 沈强,潘科,申东,等.腊梅花精油提取工艺研究[J].西南大学学报(自然科学版),2010,32(11):20-24.  
[3] 王广要,周虎,曾晓峰.植物精油应用研究进展[J].食品科学,2006(5):11-14.

Study on Synergistic Extraction Technology of Essential Oil by NaCl Solution and Distillation from *Thuja occidentalis* L.

DAI Yu-jun<sup>1</sup>, WU Rui-peng<sup>1</sup>, SHI Hui-jun<sup>2</sup>, HUO Qing<sup>1</sup>, ZHOU Hong-yang<sup>1</sup>

(1. College of Life Science and Technology, Xiaogan University, Xiaogan, Hubei 432000; 2. Xiaogan Senior Middle School, Xiaogan, Hubei 432000)

**Abstract:** Taking *Thuja occidentalis* L. leaves and thin trees as test material, the synergistic extraction technology of essential oil from *Thuja occidentalis* L. leaves and thin trees was studied by using NaCl solution and distillation. The results showed that the optimum technological parameter were ratio of raw material to liquid was 1:15 (W/V), concentration of NaCl solution was 4%, soaking time was 6 h, distilling time was 3 h. The essential oli extraction yield was up to 1.95%.

**Key words:** *Thuja occidentalis* L.; essential oil; NaCl solution; distillation