

# 干燥方法与萃取压力对罗勒芳香油萃取的影响

任吉君, 王 艳, 周 荣, 邓 燊, 刘 兴 宇

(佛山科学技术学院 园艺系, 广东 佛山 528231)

**摘 要:**采用超临界 CO<sub>2</sub> 萃取技术, 针对叶片干燥方法和萃取压力二因素不同组合对罗勒芳香油萃取量的影响进行研究。结果表明: 阴干与萃取压力 15 MPa 组合, 芳香油萃取量最高, 萃取率高达 0.59%。通过 GC-MS 测定, 其芳香油主要成分是萜类物质, 占总挥发油的 69.83%; 其次为芳香族醚类化合物占总挥发油的 24.55%; 酯类占总组分的 1.17%。芳香油中含量最高的是  $\beta$ -芳樟醇(26.12%)。

**关键词:**罗勒; 芳香油; 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取

**中图分类号:**S 573<sup>+</sup>.9 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)04-0039-03

罗勒(*Ocimum basilicum* L.)为唇形花科罗勒属 1 a 生草本芳香植物, 又名九层塔、光明子、鱼香草。因其全株含有广泛用于食品、医药、化妆品等领域的芳香油, 因此, 市场开发价值很大。目前, 国内外对植物芳香油的提取主要采用水蒸汽蒸馏法。由于水蒸汽蒸馏法能耗高, 萃取率低, 而超临界 CO<sub>2</sub> 萃取技术可最大限度保留天然香料中的有效成分, 且不产生污染等优势<sup>[1]</sup>, 因此, 该研究选用引自俄罗斯的大叶罗勒品种, 开展了超临界 CO<sub>2</sub> 萃取罗勒芳香油的研究, 旨在为罗勒芳香油萃取提供技术参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

材料: 大叶罗勒(俄罗斯品种), 产于佛山科技学院园艺基地, 于秋季开花期采收叶片。SC 500 mL 超临界流体萃取仪(德阳四创科技有限公司)。二氧化碳(食品级)。

### 1.2 试验设计

2 因素随机区组设计。干燥方法设: A1: 阴干; A2: 晒干; A3: 40℃烘干; A4: 60℃烘干。干燥标准: 叶片变褐变脆为止。萃取压力设: B1: 9 MPa; B2: 12 MPa; B3: 15 MPa。供试罗勒干样粉末 70 g, 在保持萃取器温度 45℃、分离器温度 35℃、CO<sub>2</sub> 流量 3.5 L/h、萃取时间 2 h 条件下进行芳香油萃取, 3 次重复<sup>[2]</sup>。采用 DPS 5.0 软

件进行数据统计。萃取率=芳香油质量/干样质量×100%。

### 1.3 试验方法

工艺流程: 原料→洗涤→干燥→粉碎→称重→装料、密封→超临界 CO<sub>2</sub> 萃取→挥发油收集。芳香油 GC-MS 分析: 色谱条件: 色谱柱: DBX5 弹性石英毛细管柱(25 m×0.25 mm×0.25  $\mu$ m); 进样口温度 220℃; 进样方式: 不分流进样; 进样量 0.5  $\mu$ L; 载气: 高纯氮气, 恒流流速 4.0 mL/min; 升温程序: 初始温度 40℃, 保持 3 min, 然后以 10℃/min 升至 100℃, 再以 5℃/min 升至 180℃, 之后以 10℃/min 升至 260℃, 保持 2 min; 接口温度: 230℃。质谱条件: 电子轰击(EI)离子源; 电子能量 70 eV; 离子源温度 200℃; 发射电流 80  $\mu$ A; 倍增电压 330 V; 质量扫描范围(m/z) 33-450。各分离组分利用计算机中质谱图库(NIST 和 LIBTX)进行检索, 确认其化学成分; 依据总离子流色谱图中的色谱峰面积, 按峰面积归一化法计算各化合物的相对百分含量<sup>[2]</sup>。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同组合对罗勒芳香油萃取的影响

从表 1 可知, A1B3(阴干+萃取压力 15 MPa)与其它组合差异达极显著; A2B2(晒干+萃取压力 12 MPa)与其它组合差异也达到了极显著水平; A1B2 和 A3B2 之间差异不显著, 但与其它组合间差异极显著。从萃取量指标看, A1B3 组合表现最好, 萃取量 0.414 g, 萃取率 0.59%; 其次是 A2B2, 萃取量为 0.244 g, 萃取率 0.35%。从萃取的芳香油颜色上看, 不同处理表现区别较大。阴干和晒干处理的芳香油呈淡黄色, 40℃烘干处理的芳香油则呈淡绿黄色, 而 60℃烘干处理的芳香油呈黄绿色。

**第一作者简介:**任吉君(1962-), 男, 硕士, 教授, 现主要从事园艺植物资源研究与教学工作。E-mail: rjwy@163.com。

**基金项目:**广东省科技计划资助项目(2007B020712003)。

**收稿日期:**2010-12-13

表 1 不同组合对罗勒芳香油萃取量的影响

组合	萃取量/g	萃取率/%
A1B3	0.414 a A	0.5911
A2B2	0.244 b B	0.3488
A1B2	0.200 c C	0.2857
A3B2	0.177 c C	0.2530
A2B1	0.124 d D	0.1772
A4B2	0.118 de DE	0.1684
A4B3	0.100 def DE	0.1430
A1B1	0.099 def DE	0.1420
A3B3	0.099 def DE	0.1420
A2B3	0.090 ef DE	0.1288
A4B1	0.080 f E	0.1140
A3B1	0.030 g F	0.0425

注:大写字母表示  $P < 0.01$  水平;小写字母表示  $P < 0.05$  水平;同一列中不同字母代表差异显著。

## 2.2 罗勒芳香油成分 GC-MS 分析

对萃取率最高的 A1B3 组合的芳香油进行了 GC-MS 测定。结果表明,已鉴定出的罗勒芳香油成分占总峰面积的 96.16%。罗勒挥发油的主要化学成分是萜类物质,占总挥发油的 69.83%,其中单萜类 11 种,占总组分的 28.14%;倍半萜类 23 种,占总组分的 40.04%;二萜类 2 种,占总组分的 2.55%,三萜类 1 种,占总组分的 0.10%;芳香族醚类化合物有 2 种,总组分的 24.55%;酯类有 5 种,占总组分的 1.17%;其它 3 种,占总挥发油的 0.61%。相对含量最高的是芳樟醇,占总挥发油的 26.12%。其它含量较高的成分依次是 *m*-丁香酚 (24.25%)、(+)- $\alpha$ -双环倍半水芹烯 (14.22%)、 $\gamma$ -杜松烯 (8.94%)、 $\alpha$ -香柠檬烯 (5.57%)、 $\beta$ -荜澄茄烯 (2.22%)、菖烯 (2.03%)。

## 3 讨论

干燥方法和萃取压力对罗勒芳香油萃取有较大的影响。试验表明,阴干罗勒,采用 15 MPa 压力萃取,获得芳香油最多,油重达 0.414 g,萃取率 0.59%。成分分析表明,挥发油主要成分是萜类物质,占总挥发油的 69.83%;其次是芳香族醚类化合物,占总挥发油的 24.55%。相对含量最高的是芳樟醇,此结果与李建文、帕丽达、兰瑞芳的结果相同<sup>[3-5]</sup>,而与卢汝梅、宋述芹的结果差异较大<sup>[6-7]</sup>。该试验证实了处理温度越低,越利于保留叶片中的芳香油,并且以阴干处理最佳。至于高温处理致使芳香油呈现绿色的原因尚有待于今后作进一步的研究。

### 参考文献

- [1] 廖传化. 超临界  $\text{CO}_2$  萃取技术在天然香料工业中的应用与研究进展[J]. 香料香精化妆品, 2003(1): 27-31.
- [2] 周荣, 王艳, 任吉君, 等. 罗勒挥发油超临界  $\text{CO}_2$  萃取及 GC-MS 分析[J]. 湖南农业大学学报, 2010, 36(5): 587-590.
- [3] 李建文, 陈贵林. GC-MS 法测定罗勒中芳香成分[J]. 现代仪器, 2003(2): 19-20.
- [4] 帕丽达, 米仁沙, 从媛媛, 等. 新疆罗勒芳香油的化学成分研究[J]. 中草药, 2006, 37(3): 352.

表 2 罗勒芳香油成分

保留 序号	时间 /min	化合物	分子式	分子量	相对 含量 /%
1	9.24	(+)-4-萜烯 ((+)-4-Carene)	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}$	136	0.02
2	9.49	柠檬烯 (Limonene)	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}$	136	0.02
3	9.59	1,8-桉叶油素 (1,8-Cineole)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	154	0.04
4	10.39	反式-氧化芳樟醇 (linalool oxide trans)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_2$	170	0.02
5	10.73	反式-氧化芳樟醇 (linalool oxide trans)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_2$	170	0.04
6	11.01	$\beta$ -芳樟醇 ( $\beta$ -Linalool)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	154	26.12
7	13.15	2,6-二甲基-3,7-辛二烯-2,6-二醇 (2,6-Dimethyl-3,7-octadiene-2,6-diol)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_2$	170	0.58
8	13.26	$\alpha$ -松油醇 ( $\alpha$ -Terpineol)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	154	0.71
9	14.44	香叶醇 (Geraniol)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$	154	0.1
10	14.9	柠檬醛 (Citral)	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}$	152	0.18
11	15.2	左旋龙脑酯 (L-borneyl acetate)	$\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_2$	196	0.31
12	17.09	<i>m</i> -丁香酚 (3-Allyl-6-methoxyphenol)	$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$	164	24.25
13	17.34	胡椒烯 (Copaene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.37
14	17.56	$\beta$ -波旁烯 ( $\beta$ -Bourbonene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.11
15	17.65	$\beta$ -榄香烯 ( $\beta$ -Elemene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.5
16	17.95	反式肉桂酸甲酯 (trans-Methyl Cinnamate)	$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_2$	162	0.01
17	18.15	丁香酚甲醚 (Methyl eugenol)	$\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_2$	178	0.3
18	18.48	$\beta$ -石竹烯 ( $\beta$ -Caryophyllene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.22
19	18.67	$\alpha$ -香柠檬烯 ( $\alpha$ -Bergamotene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	5.57
20	18.76	$\alpha$ -愈创木烯 ( $\alpha$ -Guaiene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.56
21	19.06	$\beta$ -金合欢烯 ( $\beta$ -Farnesene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.16
22	19.36	$\alpha$ -葎草烯 ( $\alpha$ -Humulene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.56
23	19.51	(+)- $\alpha$ -双环倍半水芹烯 (+)-Epi-bicyclosesquiphellandrene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.73
24	19.98	$\beta$ -荜澄茄烯 ( $\beta$ -Cubebene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	2.22
25	20.2	$\beta$ -芹子烯 ( $\beta$ -Selinene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.48
26	20.28	表圆线藻烯 (Epizonarene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.57
27	20.36	$\alpha$ -芹子烯 ( $\alpha$ -Selinene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.45
28	20.76	$\gamma$ -杜松烯 ( $\gamma$ -Cadinene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	8.94
29	20.95	菖烯 (Calamenene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	2.03
30	21.24	$\alpha$ -葎草烯 ( $\alpha$ -Humulene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.28
31	21.28	$\alpha$ -依兰油烯 ( $\alpha$ -Murolene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	0.46
32	21.76	反式橙花叔醇 (trans-Nerolidol)	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222	0.16
33	22.2	杜松脑 (Juniper camphor)	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222	0.05
34	22.52	石竹烯氧化物 (caryophyllene oxide)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$	220	0.12
35	22.4	斯巴醇 (Spathulenol)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$	220	0.63
36	23.22	库贝醇 (Cubenol)	$\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$	222	1.38
37	23.88	(+)- $\alpha$ -双环倍半水芹烯 (+)-Epi-bicyclosesquiphellandrene)	$\text{C}_{15}\text{H}_{24}$	204	13.49
38	27.48	香茅酸 (Citronellic acid)	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_2$	170	0.21
39	29.5	棕榈酸乙酯 (Ethyl palmitate)	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$	284	0.06
40	30.78	亚麻酸甲酯 (methyl linolenate)	$\text{C}_{19}\text{H}_{32}\text{O}_2$	292	0.05
41	30.85	反式植物醇 (trans-Phytol)	$\text{C}_{20}\text{H}_{40}\text{O}$	296	0.76
42	31.37	亚油酸乙酯 (Ethyl linoleate)	$\text{C}_{20}\text{H}_{36}\text{O}_2$	308	0.6
43	31.45	亚麻酸乙酯 (Ethyl linolenate)	$\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{O}_2$	306	0.45
44	31.84	植物醇 (Phytol)	$\text{C}_{20}\text{H}_{40}\text{O}$	296	0.79
45	32.59	二十三烷 (Tricosane)	$\text{C}_{23}\text{H}_{48}$	324	0.1
46	34.24	角鲨烯 (Squalene)	$\text{C}_{30}\text{H}_{50}$	410	0.1
47	34.47	二十五烷 (Pentacosane)	$\text{C}_{25}\text{H}_{52}$	352	0.3

- [5] 兰瑞芳, 冯珊. 闽产罗勒油化学成分的研究[J]. 海峡药学, 2001, 13(1): 51-52.
- [6] 卢汝梅, 李耀华. 桂产罗勒芳香油化学成分的分析[J]. 广西植物, 2006, 26(4): 456-458.
- [7] 宋述芹, 谷茂, 陈飞鹏, 等. 固相微萃取气质联用分析罗勒花和叶的挥发性成分[J]. 质谱学报, 2008, 29(2): 110-114.

# 氮素浓度及形态对韭菜硝酸盐及硝酸还原酶活性的影响

卢凤刚<sup>1</sup>, 陈贵林<sup>2</sup>

(1. 保定职业技术学院, 河北 保定 071051; 2. 内蒙古大学 生命科学学院, 内蒙古 呼和浩特 010021)

**摘要:**水培条件下,研究了氮素浓度及氮素形态对“汉中冬韭”体内硝酸盐含量和硝酸还原酶活性的影响。结果表明:随营养液供氮浓度的提高,韭菜叶片硝酸盐含量及硝酸还原酶活性均呈上升趋势;随营养液中铵态氮浓度的增加,韭菜叶片的硝酸盐含量及硝酸还原酶活性均逐渐降低;以硝酸盐作为衡量标准,韭菜适宜的氮肥施用量为 4~8 mmol/L,适宜的  $\text{NO}_3^- \leftarrow \text{NH}_4^+$  为 1~3~0~4。

**关键词:**韭菜;水培;硝酸盐;硝酸还原酶

**中图分类号:**S 633.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)04-0041-03

氮素作为蔬菜需求量最大的营养元素之一,对蔬菜生长发育和品质起着重要作用。氮素供应过大,蔬菜产量虽然较高,但硝酸盐含量高,严重威胁人类健康。研究表明,人体内的硝酸盐有 72%~94%来自于蔬菜,人体摄入的硝酸盐在体内还原成有毒的亚硝酸盐,亚硝酸盐可导致高铁血红蛋白血症或引起消化道系统癌变。而适当降低氮肥用量<sup>[1-2]</sup>、恰当的硝态氮与铵态氮比例<sup>[3]</sup>,不仅可保障蔬菜的产量,也可降低蔬菜中硝酸盐的含量。为此,确定韭菜的氮素施肥量和适宜的硝态氮与铵态氮比例具有重要的实践指导作用。

**第一作者简介:**卢凤刚(1977-),男,讲师,现主要从事蔬菜及花卉生理方面的研究。E-mail: Fenggang1977@yahoo.cn。

**收稿日期:**2010-12-07

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

供试韭菜品种为“汉中冬韭”。

### 1.2 试验方法

1.2.1 不同供氮水平对韭菜硝酸盐含量及硝酸还原酶活性的影响 试验在河北农业大学蔬菜标本园日光温室和光照培养室内进行。将“汉中冬韭”种子直播于装有蛭石的槽体中。第 1 片真叶展开时,用 1/2 剂量营养液浇灌,15 d 后采用完全营养液浇灌。每 5 d 浇 1 次完全营养液。当韭菜长至 2~3 片真叶时,取生长一致的幼苗洗净根部蛭石,移至光照培养室中进行水培,水培容器为容量 1 L 的黑塑料盆,每盆设 6 孔,每孔栽 15 株,3 次重复。光照培养室内,昼温 23~25℃,夜温 18~20℃,相对湿度为 50%~70%,光照强度  $160 \mu\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ,每天光照 12 h。营养液大量元素参照日本千叶农式葱配方,设置如下(mmol/L):  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

## Effect of Dry Method and Extraction Pressure on Extraction Volatile Oil in Basil

REN Ji-jun, WANG Yan, ZHOU Rong, DENG Yu, LIU Xing-yu

(Department of Horticulture, Foshan University, Foshan, Guangdong 528231)

**Abstract:** This experiment designed with two factors of dry method and extraction pressure to study its influence on extraction volatile oil of basil by supercritical  $\text{CO}_2$  extraction. The results showed that the optimum combination was dry in shade and extraction pressure 15MPa. The extraction ratio of volatile oil was 0.59%, and separated by GC, and their compositions were identified by MS. the main constituents of volatile oil were terpenoids (69.83%), aromatic ethers (24.55%), esters (1.17%). The highest content of volatile oil was  $\beta$ -Linalool(26.12%).

**Key words:** basil; volatile oil; supercritical  $\text{CO}_2$  extraction