

基于水蒸气蒸馏法提取橙子皮柠檬烯的影响因素研究

向乾坤, 赵秀琴, 何自强

(武汉生物工程学院 化学与环境工程系, 湖北 武汉 430415)

摘要:采用水蒸气蒸馏的方法提取橙子皮中的柠檬烯, 研究加水量、物料粒度、添加助剂等因素对柠檬烯提取产率的影响。结果表明:将橙皮粉碎后加入 4 mL/g、添加助剂氯化钠的柠檬烯产率最好;采用旋转蒸发可以克服水蒸气蒸馏提取过程装置变换繁琐、加热不易控制、不能连续添加自来水等繁琐步骤。

关键词:柠檬烯;水蒸气;蒸馏;旋转蒸发

中图分类号:Q 946 **文献标识码:**B **文章编号:**1001-0009(2012)18-0046-03

柠檬烯是广泛存在于天然植物中的单环萜烯^[1], 学名为 1-甲基-4-异丙基环己烯, 是一种具有橙皮愉快香气的无色液体。柠檬烯的应用十分广泛^[2-4], 在食品工业上柠檬烯可以作为食品添加剂使用;在医学上具有抑菌、止咳、祛痰、抗肿瘤、溶解胆结石等功效;在香料工业上可以作为香精使用。橙子皮中含有大量的橙皮油, 橙皮油中 90% 为柠檬烯^[5], 因橙子皮在现实生活中往往作为垃圾而随意丢弃, 这样存在于橙皮中的柠檬烯就得不到利用。柠檬烯的提取方法主要有水蒸气蒸馏法^[6]、超临界 CO₂ 萃取法^[7]、超声辅助提取法^[8]、索氏提取法^[9]等。现采用水蒸气蒸馏的方法从橙子皮中提取柠檬烯, 同时对提取方法进行了改进, 提高了回收率。

1 材料与方法

1.1 试验材料

橙皮(农贸市场或水果店购买新鲜橙子剥皮备用); 蒸馏水(实验室自制); 二氯甲烷硫酸钠, 氯化钠, 以上试剂均为分析纯, 上海国药试剂厂。仪器设备:水蒸气蒸馏装置, 蒸馏装置, HHS-2S 型水浴锅(上海光地仪器设备有限公司), HK-06B 型粉碎机(广州市旭朗机械设备有限公司), RE-52AAA 型旋转蒸发器(上海嘉鹏科技有限公司)。

1.2 试验方法

先将橙皮切成碎片, 把橙皮碎片加一定量的蒸馏水放入 500 mL 蒸馏瓶中, 水蒸气发生器中加入约 2/3 体

积的自来水, 按图 1 所示搭好装置, 加热蒸馏。收集馏分, 当接受瓶中油层几乎不再增加时停止蒸馏。用二氯甲烷提取接收瓶中的馏分, 提取 3 次以上, 合并提取物用无水硫酸钠干燥, 然后将硫酸钠除去, 剩下的液体进行水浴蒸馏除去二氯乙烷, 得到的少量橙黄色液体即为柠檬烯。

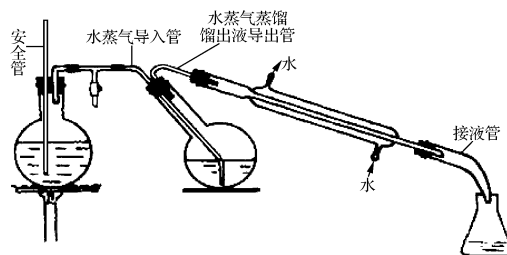


图1 水蒸气蒸馏装置

2 结果与分析

2.1 物理性质测定

为了判断提取产物是否为柠檬烯, 对提取产物进行了折光率和旋光度测定。由表 1 可知, 提取产物的折光率和比旋光度实测值与柠檬烯标准值基本吻合, 可以判断所得产物即为柠檬烯^[10]。

表 1 产物物理常数测定

物理常数	标准值	实测值
折光率	$n_D^{25} = 1.4710 - 1.4740$	1.4730
比旋光度/(°)	$D_4^{20} = 125.6$	124.90

2.2 加水量对柠檬烯产率的影响

为了考察加水量对柠檬烯产率影响, 采取不同的加水量进行试验。表 2 为加入蒸馏水量(mL/g)分别为 1、2、3、4、5 的情况下柠檬烯的产率。由表 2 可知, 水蒸气蒸馏提取橙皮受到加水量的影响, 随着加水量的增加,

第一作者简介:向乾坤(1980-), 男, 湖北宜昌人, 硕士, 讲师, 现主要从事纳米材料的水处理应用研究工作。E-mail: xqk2080@163.com.

基金项目:武汉市教育局资助项目(2010093)。

收稿日期:2012-04-25

柠檬烯的产率先增大后减小,在加水量为 4 mL/g 时效果最好。加水量是柠檬烯提取时的一个重要影响因素^[11],加水量少时,颗粒的水分散作用不明显,不利于提取;加水量多时,柠檬烯在水中的溶解量就会增大,蒸馏出的馏分中的柠檬烯量就会减少。考虑到提取效果和资源节约 2 个方面的因素,在提取时一定要控制好加水量。

表 2 加水量对柠檬烯产率的影响

加水量/mL · g ⁻¹	1	2	3	4	5
柠檬烯产率/%	0.5	0.6	0.8	1.1	1.0

2.3 橙皮处理方法对柠檬烯产率的影响

橙皮处理一般采取剪成碎片的方法,这样做会导致大块橙皮的存在,影响提取效果,采用过筛的方法可以去掉大块橙皮,但又导致橙皮的浪费和工序的复杂,为此,采取用粉碎机将橙皮粉碎的方法,降低橙皮粒度。分别对 200 g 橙皮进行剪切碎片和粉碎的试验。由表 3 可知,经粉碎机粉碎以后,柠檬烯的产率提高了,可能是因为颗粒越小,水蒸气和颗粒的接触面积越大,越有利于提取^[11];颗粒越大,提取时间变长,导致停止蒸馏时间的判断不准,导致产率降低。

表 3 橙皮处理方法对柠檬烯产率的影响

橙皮处理方法	柠檬烯产率/%			
	1	2	3	平均值
剪碎	1.1	1.0	1.1	1.1
粉碎	1.2	1.3	1.2	1.2

2.4 添加助剂对柠檬烯产率的影响

为了考察添加助剂对柠檬烯产率的影响,在橙皮加入时添加了不同量的氯化钠,并和没有添加助剂的氯化钠进行了对比。由表 4 可知,添加了氯化钠以后,橙皮的提取效果有所提高,但随着添加量的提高,产率不是越来越大,而呈现出不规则的变化趋势。可能的原因是,氯化钠的加入起到盐析作用使柠檬烯在水中的溶解度降低^[12],原来溶解在水中的那部分柠檬烯能被蒸出,提高了柠檬烯的产率,但是随着氯化钠投入量的增加,氯化钠会溶于水,导致橙皮的加水量相对来说变少,颗粒的水分散性不能达到最好,受到溶解度、水散性、盐析 3 个方面的影响,使得产率随着产率投入量的增加呈现不规则变化趋势。

表 4 助剂对柠檬烯产率的影响

NaCl 添加量/%	柠檬烯产率/%
0	1.1
1	1.2
3	1.3
5	1.1
7	1.2

2.5 提取柠檬烯方法的改进

采用水蒸气蒸馏的方法提取柠檬烯,试验装置简单,在实验室容易进行,但存在加热过程缓慢,不易控制等缺点;产生热源的自来水不能连续地供给;试验需玻璃仪器很多,水蒸气蒸馏完毕,要拆掉装置,改为水浴蒸馏提纯物质,试验过程存在较繁琐等方面的不足。

为了克服以上不足,可采用旋转蒸发器直接减压蒸馏柠檬烯,将粉碎后的橙皮加入旋转蒸发仪的蒸馏瓶中,控制温在 90℃,减压蒸馏出柠檬烯,用二氯甲烷提取柠檬烯,再在此装置上蒸馏提纯柠檬烯。采用选装蒸发器蒸馏提取柠檬烯的好处是:自动控温装置,可以控制加热温度;可以连续地添加自来水;提取柠檬烯以后,不用换另外的装置,可以继续在该装置上提纯柠檬烯,省去了水蒸气提取的许多繁琐步骤。

3 结论

水蒸气蒸馏法能提取存在于橙子皮中的柠檬烯,提纯以后的产物所测折光率和旋光度与柠檬烯标准值基本吻合;橙皮的粒度、加水量以及助剂都影响了水蒸气蒸馏提取柠檬烯的产率。采用旋转蒸发器可以提取橙皮中的柠檬烯,可以克服水蒸气蒸馏提取试验过程装置变换繁琐、加热不易控制、不能连续添加自来水等不足。

参考文献

- [1] 王伟江.天然活性单萜柠檬烯的研究进展[J].中国食品添加剂,2005(1):33-36.
- [2] Chemicald F. The using of I imonene r[J]. Aerosol Cormntmicmion, 1999(2):33-35.
- [3] 汪秋安,单扬.柑桔香精油的提取与食用柑桔香精的调制[J].食品工业科技,2002,23(6):41-43.
- [4] Gustafson R. D-limonene[J]. Spray Technology and Marketing, 2001(1):24.
- [5] 许景秋.从橙皮中提取柠檬烯无害化方法的研究[J].大庆师范学院学报,2005,25(4):19-20.
- [6] 刘天宝,彭艳芬,伍光辉.水蒸气蒸馏法提取橙子皮中的香精油[J].化学教育,2007,28(9):50-51.
- [7] 陈玲娟,赵良忠,林亲录,等.超临界 CO₂萃取雪峰蜜橘橘皮精油的中试条件研究[J].食品科学,2011,32(2):120-123.
- [8] 宋青云,钱蔚,陈晓红,等.“柠檬烯提取”教学实验的改进[J].广东化工,2010,37(9):175-176.
- [9] 温莉莉,王海英,蒋乃翔.小蓬草鲜叶正己烷提取物化学组分分析[J].中国林副特产,2009,100(3):8-10.
- [10] 陈静静,谷雪贤.从废弃的柑橘皮中提取 d-柠檬烯的工艺研究[J].化工时刊,2008,22(5):42-44.
- [11] 陈红英,郭巧玲,姚龙珠.水蒸气蒸馏法提取橙皮精油的影响因素研究[J].制剂技术,2011,20(1):39-40.
- [12] 包丽华,王林和,张国盛,等.水蒸气蒸馏法提取臭柏细枝叶精油的研究[J].安徽农业科学,2009,37(9):4121-4123.

杨凌地区四个欧美鲜食葡萄品种综合性状比较

吴 婧, 龚 倩, 丘 赛, 王 华

(西北农林科技大学 葡萄酒学院, 陕西 杨凌 712100)

摘 要:在陕西杨凌地区对“信农乐”、“巨玫瑰”、“户太八号”和“巨峰”4个欧美鲜食葡萄品种进行了为期1a的综合性状调查研究。所有品种均露地栽培并采用果实套袋技术,调查其物候期、果实经济性状以及抗病性等。结果表明:4个品种的综合性状在杨凌地区表现优良,细节方面存在一定的差异,其中“巨峰”和“户太八号”表现最优,“信农乐”次之,“巨玫瑰”相对较差。

关键词:欧美杂交种;鲜食葡萄;杨凌;综合性状

中图分类号:S 663.1 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2012)18-0048-03

陕西关中地区土层深厚、雨量适中,热量和光照非常充足,适宜葡萄的栽培。但由于雨热同季,病害问题给露地栽培的欧亚种鲜食葡萄造成了较大的困扰^[1-2]。然而,欧美种鲜食葡萄以其较强的抗病性^[2-3]和较高的产量成为该地区鲜食葡萄种植的首选。目前,此地区主栽的“巨峰”系鲜食葡萄品种,品质优秀,深受消费者喜爱,但同时也存在品种单一、成熟期较为集中、供货期短等问题。该试验通过选取4个欧美鲜食葡萄品种进行初步的综合性状调查,以期为该地区葡萄引种工作提供初步的科学依据,进而丰富该地区的葡萄品种资源,满足市场多方位需求,提高葡萄种植户收入。

第一作者简介:吴婧(1987-),女,在读硕士,现主要从事葡萄果实品质的研究工作。E-mail:284002845@qq.com.

责任作者:王华(1959-),女,教授,博士生导师,现主要从事葡萄与葡萄酒研究工作。E-mail:wanghua@nwsuaf.edu.cn.

基金项目:林业部 948 资助项目(2009-4-09);2008 年西安市科技创新支撑计划资助项目(NC08002)。

收稿日期:2012-04-23

1 材料与方法

1.1 试验地概况

该试验在陕西省杨凌区西北农林科技大学葡萄酒学院葡萄苗木基地及葡萄酒学院实验研究中心进行。该地区位于渭河流域关中平原腹地,属于大陆性暖温带季风气候,年平均气温 12.9℃,年日照时数 2 196 h,年平均降水量 580 mm,无霜期为 220 d。该园区位于北纬 33°17',东经 107°04',海拔 514 m,试验地土壤为垆土。

1.2 试验材料

试验所采用的葡萄品种为“信农乐”、“巨玫瑰”(Muscat kyoho)、“户太八号”和“巨峰”(Kyoho)4个欧美杂交鲜食葡萄品种。所有品种于 2009 年定植,扦插苗,采用双十字“V”形架,株行距为 1.0 m×2.5 m,南北行向,露地栽培,传统农业管理模式,在果实转色期前对果穗进行套袋处理。

1.3 试验方法

1.3.1 物候期调查 2011 年 4~11 月,每个品种固定选取 10 株,仔细观察,记载物候期。

Influence Factor of Extracting Limonene from Orange Peel Based on Water Steam Distillation

XIANG Qian-kun, ZHAO Xiu-qin, HE Zi-qiang

(Department of Chemistry and Environment Engineering, Wuhan Bioengineering Institute, Wuhan, Hubei 430415)

Abstract: Water steam distillation was adopted to collect limonene from orange skin. Influence of water addition, material particle size, additive added were studied. The results showed that in the condition of crushing orange peel addition amount 4 mL/g, add additive of sodium chloride limonene yield was the best. Co-evaporating method could conquer the trivial experiment transform trivial, difficult to control heating, can not add water continuously compared with steam distillation.

Key words: limonene; water vapor; distillation; co-evaporating