

影响玫瑰中挥发油提取率因素的研究

热罕古丽·托合提如孜, 刘昶红, 地力夏提·阿不都克热木, 阿布力米提·阿布都卡德尔*

新疆大学化学学院, 碳基能源资源化学与利用国家重点实验室, 新疆 乌鲁木齐

收稿日期: 2023年9月26日; 录用日期: 2023年12月4日; 发布日期: 2023年12月15日

摘要

玫瑰精油从玫瑰花中萃取而来, 因为香气优雅柔和, 芳香纯正, 是许多香精中的必不可少的成分, 被广泛地应用在美容及化妆品领域。玫瑰精油的提取方法主要包括以下几种, 其中超临界CO₂萃取技术是目前使用最多且有不少化学家研究的方法; 压榨法是使用最古老且实验操作最为简单的萃取方式; 水蒸气蒸馏法是操作最简单且对装置要求最低的一种方法, 也是工业提取玫瑰精油的常用方法; 另外, 玫瑰精油的提取方法还包括有机溶剂萃取法以及亚临界流体萃取技术等。本课题以和田地区紫枝玫瑰花为研究对象, 研究了影响玫瑰精油出油率各类因素, 探究出了提取玫瑰精油的最优条件。

关键词

玫瑰, 玫瑰精油, 水蒸气蒸馏法

Study on the Factors Affecting the Extraction Rate of Volatile Oil in Rose

Rehangul Tohtiruzi, Changhong Liu, Dilshat Abdukerem, Ablimit Abdukader*

State Key Laboratory of Chemistry and Utilization of Carbon Based Energy Resources, College of Chemistry, Xinjiang University, Urumqi Xinjiang

Received: Sep. 26th, 2023; accepted: Dec. 4th, 2023; published: Dec. 15th, 2023

Abstract

Rose essential oil is extracted from rose flowers. It is an essential ingredient in many fragrances because of its elegant, soft and pure fragrance, and is widely used in the field of beauty and cosmetics. The extraction methods of rose essential oil mainly include the following, among which supercritical CO₂ extraction technology is the most used method and has been studied by many chemists. Pressing is the oldest extraction method and the simplest experimental operation. Steam distillation is the simplest method for operation and the lowest requirement for equipment,

*通讯作者。

文章引用: 热罕古丽·托合提如孜, 刘昶红, 地力夏提·阿不都克热木, 阿布力米提·阿布都卡德尔. 影响玫瑰中挥发油提取率因素的研究[J]. 有机化学研究, 2023, 11(4): 165-170. DOI: 10.12677/jocr.2023.114016

and it is also a common method for industrial extraction of rose essential oil. In addition, the extraction methods of rose essential oil also include organic solvent extraction and subcritical fluid extraction technology. This project took the purple rose in the Hetian area as the research object, studied various factors affecting the oil yield of rose essential oil, and explored the optimal conditions for extracting rose essential oil.

Keywords

Rose, Rose Essential Oil, Steam Distillation

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

玫瑰油是玫瑰中的精华,香气迷人,具有抗菌[1]、抗氧化[2]、保护神经[3]、等生物活性,玫瑰精油具有延缓阿尔茨海默氏病样症状的作用[4],另外对原发性痛经患者有缓解疼痛的作用[5],玫瑰花含有黄酮、挥发油、色素、酚酸、氨基酸、维生素及矿物元素等多种化学成分和人体新陈代谢所需的营养成分[6][7][8][9],而玫瑰精油具有特殊的活性和香味,是高级香水、香料及化妆品中重要原料之一,是当今香料工业不可取代的原料[10]。此外,玫瑰精油可显著抑制阿尔兹海默病样蠕虫麻痹症状和对外源性 5-HT 的过敏反应,为玫瑰精油在生物水平上辅助治疗阿尔茨海默病提供了直接证据。因此,在药物合成,香料制作等领域均具有广泛的应用价值,所以在近年来玫瑰油的相关研究得到了研究人员的广泛关注。

目前国外种植的主要品种有大马士革、法国千叶玫瑰,白玫瑰等,以保加利亚、土耳其、摩洛哥、法国、俄罗斯等国家为主,近几年,埃及、阿富汗、巴基斯坦和沙特阿拉伯等国家的食用玫瑰也陆续发展起来,抢占了一定的国际玫瑰精油市场。玫瑰在我国有 2000 多年的栽培历史,目前玫瑰在全国各地均有种植,其中以山东、甘肃、北京、江苏、河南、河北、四川、辽宁、黑龙江、台湾、山西、新疆、陕西等地为主,尤其以山东平阴、甘肃苦水的平阴玫瑰和苦水玫瑰最有名。

玫瑰精油的主要来源是从新鲜玫瑰中提取而来,然而天然玫瑰精油提取量少,品质和价格也相差较大。所以找寻一种合适的提取玫瑰精油的方法是人类不断追求的目标。常见的传统提取玫瑰精油的技术方法有水蒸汽蒸馏法[11][12][13]、有机溶剂萃取法[14][15]、压榨法等;超临界 CO₂ 萃取法[16]、亚临界流体萃取技术法、分子蒸馏纯化技术等[17]。在前期研究工作的基础上,本文以新疆和田地区紫枝玫瑰花为研究对象,对影响玫瑰精油出油率的各类因素进行研究。

2. 实验部分

2.1. 主要仪器与试剂

电子天平,蒸馏烧瓶, KDM 型可调控温加热套(山东鄂城华鲁电热仪器有限公司),冷凝回流管,转接口,旋转蒸发仪,橡胶管,铁架台, H₂O, 10% NaCl, 15% NaCl, 甲醇, 乙醇。所用试验用水为蒸馏水。
实验原料:紫枝玫瑰花(新疆和田地区)。

2.2. 实验方法

水蒸气蒸馏法:将一定量的新鲜玫瑰洗净,再到电子秤上进行称量,装到蒸馏烧瓶中,安装实验装

置进行搭建, 通入冷凝水, 加热蒸馏一定时间, 精油随水蒸气带出, 经冷凝、油水分离后得玫瑰精油, 计算出油率。

2.3. 实验步骤

在电子天平上称取 100g 的新鲜玫瑰, 装到 1L 的蒸馏烧瓶中, 安装实验装置进行搭建, 通入冷凝水, 设置温度, 加热蒸馏一定时间, 实验结束后等到冷却至室温, 小心的取出挥发油提取器中的玫瑰精油, 放置分析天平称量, 计算出油率。

玫瑰精油出油率计算公式如下所示:

$$\text{玫瑰精油出油率} = \frac{\text{玫瑰精油的总质量}}{\text{玫瑰花的质量}} \times 100\%$$

3. 结果与讨论

3.1. 探究蒸馏时间对出油率的影响

受文献和我们之前工作的启发, 我们选择新疆和田地区紫枝玫瑰花为研究对象, 对最佳的出油条件进行探索(表 1)。首先称取 100 g 新鲜玫瑰, 加入到 1 L 蒸馏烧瓶中, 加 300 mL 蒸馏水(料液比 = 1:3), 打开加热套, 温度设置为 100 V, 设定蒸馏时间为 3 h, 停止加热, 取出挥发油测定器中的玫瑰精油, 出油率很低(表 1 中 1)。以此类推, 将蒸馏时间分别设置为 5、8、10、12 h, 探究出蒸馏时间对出油率的影响。

Table 1. Optimization of oil production conditions
表 1. 出油条件的优化

序号	蒸馏时间/h	溶剂	料液比	温度/v	出油率/%
1	3	水	100:300	100	很少
2	5	水	100:300	100	0.0097
3	8	水	100:300	100	0.0117
4	10	水	100:300	100	0.0128
5	12	水	100:300	100	0.0129
6	10	10% NaCl	100:300	100	0.0217
7	10	15% NaCl	100:300	100	0.0210
8	10	CH ₃ OH	100:300	100	0.0112
9	10	CH ₃ CH ₂ OH	100:300	100	0.0096
10	10	10% NaCl	100:150	100	0.0488
11	10	10% NaCl	100:200	100	0.0313
12	10	10% NaCl	100:400	100	0.0140
13	10	10% NaCl	100:150	60	0.0106
14	10	10% NaCl	100:150	80	0.0112
15	10	10% NaCl	100:150	120	0.0771

由实验数据可知(表 1 中 2~5), 玫瑰精油的收率随着蒸馏时间的增加而增加, 其中, 3~5 h 之间玫瑰精油的出油率明显发生变化。当蒸馏时间为 12 h 时, 玫瑰精油的出油率最高, 收率为 0.0129% (表 1 中

5), 但是当蒸馏时间为 10 h 时, 收率为 0.0128% (表 1 中 4), 考虑到实用性与经济性, 确定最佳的蒸馏时间为 10 h。接下来我们在不同的溶剂进行筛选(表 1 中 6~9), 当溶剂选用为不同浓度的 NaCl 溶液时, 出油率明显增加(表 1 中 6~7), 溶剂选用为 10% NaCl 玫瑰精油的出油率最好, 为 0.0217% (表 1 中 6); 选用醇类溶剂甲醇与乙醇作为蒸馏溶剂时, 出油率会有明显的降低(表 1 中 8~9), 分别为 0.0112% 和 0.0096%。考虑到实用性与经济性, 确定最佳的蒸馏溶剂为 10% NaCl。另外我们探索了料液比对出油率的影响(表 1 中 10~12), 我们发现加入的溶剂越多, 出油率会有一定程度的降低, 所以, 确定玫瑰花与溶剂比例为 1:1.5 时为最优的料液比(表 1 中 10)。最终我们对蒸馏温度进行筛选, 由实验数据可知, 玫瑰精油的出油率随温度的变化影响较大(表 1 中 13~15), 当温度设置为 120 V 时, 玫瑰精油的出油率为 0.0711% (表 1 中 15), 出油率最高。为了安全考虑我们没有进一步升高蒸馏温度。因此, 我们的最优出油条件为: 溶剂 10% 的 NaCl 溶液, 料液比为 1:1.5, 在温度为 120 V 的温度下蒸馏 10 h。

3.2. 玫瑰精油中的各成分分析

对提取出来的玫瑰精油做了 GC-MS 分析(表 2), 由实验数据可以看出, 玫瑰精油中含有的 46 种主要化学物质, 大致分为烷烃类、酯类、醇类、苯类、酚类、烯烃类、酮类、醚类、肼类等。

Table 2. Ingredients of rose essential oil

表 2. 玫瑰精油成分表

序号	化合物名称	分子式	分子量	保留时间(min)	样品相对含量(%)
1	丁烷	C ₄ H ₁₀	58.08	3.89	0.40
2	丙酮	C ₃ H ₆ O	58.04	3.97	0.40
3	二甲基二氮烯	C ₂ H ₆ N ₂	58.05	3.97	3.27
4	1,2,4,5-四氧杂-3,3,6,6-甲基环己烷	C ₆ H ₁₂ O ₄	148.07	3.97	3.27
5	(R)-3,7-二甲基-6-辛烯醇	C ₁₀ H ₂₀ O	156.15	46.42	3.27
6	香茅醇	C ₁₀ H ₂₀ O	156.15	46.42	3.41
7	甲酸香草酯	C ₁₁ H ₂₀ O ₂	184.15	46.42	3.27
8	丁酸香茅酯	C ₁₄ H ₂₆ O ₂	226.19	46.42	3.27
9	十九烷	C ₁₉ H ₄₀	268.31	53.23	3.27
10	十五烷	C ₁₅ H ₃₂	212.25	53.23	0.23
11	十六烷	C ₁₆ H ₃₄	226.27	53.23	0.23
12	2,6,11-三甲基十二烷	C ₁₅ H ₃₂	212.25	53.23	0.23
13	2,7,10-三甲基十二烷	C ₁₅ H ₃₂	212.25	53.23	0.23
14	3,5-二甲基十二烷	C ₁₄ H ₃₀	198.24	53.23	0.23
15	2-甲基十三烷	C ₁₄ H ₃₀	198.24	53.23	0.23
16	苯乙醇	C ₈ H ₁₀ O	122.07	53.78	0.23
17	苄基肼	C ₇ H ₁₀ N ₂	122.08	53.78	0.41
18	甲基丁香酚	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	178.10	59.01	0.41
19	(Z)-异丁香酚甲醚	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	178.10	59.01	1.35
20	异丁香酚甲醚	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	178.10	59.01	1.35
21	十六烷酸甲酯	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270.26	68.45	1.35

Continued

22	4-乙基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	0.24
23	6-乙基-2-甲基癸烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
24	2,3,5-三甲基癸烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
25	4,6-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
26	2,9-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
27	2,3,7-三甲基癸烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
28	3,6-二甲基癸烷	C ₁₂ H ₂₆	170.2	72.72	2.68
29	4,8-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
30	3,5-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
31	3,8-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	184.22	72.72	2.68
32	2,7-二甲基辛烷	C ₁₀ H ₂₂	142.17	72.98	2.68
33	3,3-二甲基己烷	C ₈ H ₁₈	114.14	114.14	0.66
34	2-甲基二十二烷	C ₂₅ H ₅₂	352.41	83.25	0.66
35	十五烷基戊酯	C ₂₀ H ₄₂ O ₃	362.28	83.25	4.31
36	二十碳烷基乙烯基酯	C ₂₃ H ₄₄ O ₃	368.33	83.25	4.31
37	己基十五烷基酯	C ₂₁ H ₄₄ O ₃	376.3	83.25	4.31
38	癸基十一烷基酯	C ₂₂ H ₄₄ O ₃	356.33	83.25	4.31
39	十六烷基辛基醚	C ₂₄ H ₅₀ O	354.39	83.25	4.31
40	十六烷基戊酯	C ₂₁ H ₄₄ O ₃	376.3	83.25	4.31
41	10-甲基十九烷	C ₂₀ H ₄₂	282.33	83.25	4.31
42	2-甲基二十二烷	C ₂₇ H ₅₆	380.44	83.25	4.31
43	五聚苯醚-1-烯	C ₂₅ H ₅₀	350.39	84.13	4.31
44	(Z,Z,Z)-亚麻酸甲酯	C ₁₉ H ₃₂ O ₂	292.24	84.27	0.73
45	(Z,Z,Z)-亚麻酸乙酯	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	306.26	85.10	0.40
46	亚麻酸乙酯	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	306.26	85.10	0.69

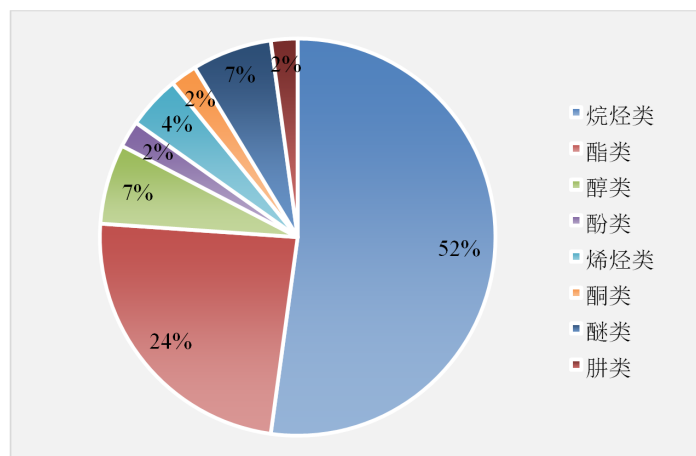


Figure 1. The proportion of various compounds in rose essential oil
图 1. 各类化合物在玫瑰精油中所占比例

另外,我们对所检测到的 46 个化合物进行了归纳整理,作了饼状图进行分析(图 1)。饼状图表明烷烃类化合物最多,占到所有化合物的 52%,其次是酯类化合物,占到所有化合物的 24%,接下来是醇类、醚类、烯烃类、酚类、酮类、以及胍类等,所占的比例依次为 7%、7%、4%、2%、2%和 2%。

4. 结论

针对影响玫瑰中挥发油提取率因素的研究,我们依次对蒸馏时间、溶剂、料液比、蒸馏温度等四种影响因素进行探究,并且发现最优的提取玫瑰精油的条件。另外我们也通过 GC-MS,对玫瑰精油的成分进行了分析,发现 46 个化合物,大致分为烷烃类、酯类醇类、醚类、烯烃类、酚类、酮类、胍类等。其中含量最多的是烷烃类化合物,占到所有化合物的 52%,其次是酯类化合物。同时,该方案优化了玫瑰精油的提取方法,提升了玫瑰精油的出油率。

基金项目

本文工作由国家自然科学基金项目(22061040 和 21562039)、国家重点研发计划子课题——科技部项目(2021YFD1100604)资助。

参考文献

- [1] Borchers, A. and Pieler, T. (2010) Programming Pluripotent Precursor Cells Derived from *Xenopus* Embryos to Generate Specific Tissues and Organs. *Genes*, **1**, 413-426. <https://doi.org/10.3390/genes1030413>
- [2] Luís, Â., Ramos, A. and Domingues, F. (2020) Pullulan Films Containing Rockrose Essential Oil for Potential Food Packaging Applications. *Antibiotics*, **9**, Article 681. <https://doi.org/10.3390/antibiotics9100681>
- [3] Muhammad, F., Liu, Y., Wang, N., et al. (2023) Rose Essential Oil Diminishes Dopaminergic Neuron Degenerations and Reduces α -Synuclein Aggregation in *Caenorhabditis elegans* Models of Parkinson's Disease. *Phytotherapy Research*, **37**, 2877-2893. <https://doi.org/10.1002/ptr.7783>
- [4] Zhu, S., Li, H., Dong, J., et al. (2017) Rose Essential Oil Delayed Alzheimer's Disease-Like Symptoms by SKN-1 Pathway in *C. elegans*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **65**, 8855-8865. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b03224>
- [5] Dağlı, S.S. and Dağlı, R. (2023) Pain Relief Effects of Aromatherapy with Rose Oil (*Rosa damascena* Mill.) Inhalation in Patients with Primary Dysmenorrhea: A Randomized Controlled Clinical Trial. *Journal of Herbal Medicine*, **38**, Article 100637. <https://doi.org/10.1016/j.hermed.2023.100637>
- [6] 陈卓君, 臧风顺, 戴蕴青, 等. 玫瑰果营养成分分析[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(8): 194-198.
- [7] Liu, H.Y. (2013) Studies on the Chemical Constituents of Rose. *Journal of Research and Development of Natural Products*, **25**, 47-49.
- [8] 刘嘉, 赵庆年, 曾庆琪. 玫瑰花的化学成分及药理作用研究进展[J]. 食品与药品, 2019, 21(4): 328-332.
- [9] 尉芹, 王永红, 胡亚云, 等. 玫瑰花渣化学成分与营养成分研究[J]. 西北林学院学报, 2005, 20(3): 140-141.
- [10] 桂雨豪, 孟潇, 陈庆生, 等. 植物精油的抑菌性探究及其在化妆品中的应用[J]. 日用化学工业, 2019, 49(3): 187-192.
- [11] 任君安, 杨丽娜, 王雁, 等. 响应面分析法优化保加利亚玫瑰挥发油提取工艺[J]. 食品工业科技, 2013, 34(15): 196-200.
- [12] 郭永来, 张海云, 刘泗明. 蒸馏法提取玫瑰油的工艺介绍[J]. 香料香精化妆品, 2005(4): 34-35.
- [13] 李斌, 孟宪军, 智红涛, 等. SCF-CO₂ 对玫瑰精油提取的研究及 GC/MS 分析[J]. 农业科技与装备, 2007(6): 46-49.
- [14] 常进文, 曹珊, 常进艳, 等. GC/MS 分析亚临界四号溶剂萃取苦水玫瑰油的化学成分[J]. 香料香精化妆品, 2013(4): 7-9.
- [15] 李于善, 贺艳, 邓静, 等. 柑橘香精油的提取及提高其香气品质的研究[J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(11): 51-54.
- [16] 何熹, 韩宁, 庄桂东. 利用 CO₂ 超临界二次萃取方法提取玫瑰精油[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(8): 3353-3354, 3356.
- [17] 陈洪玉, 李华, 刘琳琳, 等. 玫瑰花精油成分提取[J]. 中国科技信息, 2019(18): 53, 55.