

# 山杏挥发油提取工艺的研究

宋曰钦<sup>1,2</sup>, 王建中<sup>2</sup>, 王少伟<sup>2</sup>

(1 黄山学院, 安徽黄山 245041 2 北京林业大学, 北京 100083)

**摘要:** 苦杏仁挥发油是杏仁风味的主要来源之一, 具有很高的药用价值。文章系统研究了影响苦杏仁挥发油提取的因素, 通过实验确定了合理的料水比及最优的工艺条件组合, 即在原料粉碎为 80 目、pH 为 5、温度 45℃ 时浸泡 4h。通过检验, 提取样品中苯甲醛的含量达到 79.0%±1.3%。

**关键词:** 蒸汽蒸馏, 最优工艺

**Abstract:** Almond essential oil is the main flavor of apricot kernel, which has important value in medicine. The factors which influence the extraction of almond essential oil are investigated systematically. The ratio of raw material to water is ascertained. The optimum parameters are found out: particle size of 80 mesh, extraction at 45℃ water at pH5 for 4 hours. The benzaldehyde content in the extract reaches 79.0%±1.3%.

**Key words:** steam distillation; optimum factors combination

中图分类号: TS224 文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2006)10-0123-03

苦杏仁(*Semen Armeniaca Amarum*) 为蔷薇科植物山杏 (*Prunus armeniaca* L. var. *ansu* Maxim.) 西伯利亚杏 (*Prunus sibirica* L.) (东北杏 *Prunus mandshurica* (Maxim.) Koehne) 或杏 (*Prunus armeniaca* L.) 的干燥成熟种仁, 其中山杏主产于辽宁、河北、内蒙古、山东等省区, 多野生, 也有栽培, 东北杏主产于东北各地, 系野生。由于山杏适应性好, 三北防护林中广泛采用。苦杏仁性温味苦, 具有止咳、平喘、润肠通便之功效, 是一种传统中药。苦杏仁挥发油

(Almond essential oil) 又名苦杏仁芳香油(Aromatic oil of almond) 是杏仁风味的主要来源之一。苦杏仁挥发油有很高的药用价值, 是特异性天然抗癌成分, 它能阻止癌细胞蛋白质的合成, 而对正常细胞无伤害<sup>[1]</sup>。苦杏仁挥发油因其香气自然独特, 平和而无刺激, 用途广泛, 国际市场价位较高, 销路一直看好, 常用作合成制造月桂酸、月桂醛、品绿、亚苄基丙酮等的原料, 广泛应用于化妆品、食品和印染、油漆等行业中。目前国内对山杏仁的利用主要集中在杏仁油, 苦杏仁甙的开发利用, 对苦杏仁挥发油的研究方面, 史清华、回瑞华等主要从挥发油的化学成分分析方面进行了报道<sup>[2,3]</sup>, 而对提取工艺的系统研究方面则未见相关报道。本文以山杏仁为原料, 系统研究了苦杏仁挥发油的提取工艺, 以便为生产中提取苦杏仁挥发油确定工艺条件提供技术依据, 从而实现山杏的产业化发展。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

山杏仁 来自河北保定地区; 乙醚, 无水硫酸钠, 苯甲醛标样等。

旋转蒸发器, 紫外分光光度计, 万分之一电子天平。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 提取方法** 水蒸馏提取。50g 左右的经粉碎过筛的山杏仁粕粉样品装于 2000mL 圆底烧瓶中, 按一定比例加蒸馏水, 密封, 在一定温度下水解后, 或经超声波处理, 水蒸汽蒸馏, 收集蒸馏液, 用乙醚萃取 3 次, 收集乙醚萃取液, 加无水硫酸钠干燥后, 在 40~50℃ 水浴中回收乙醚, 即为挥发油样品。

**1.2.2 检测方法** 定量检测采用称重法即称量挥发油重量, 计算样品量占原料重量的百分比即为挥发油得率; 定性检测则以紫外分光法测定挥发油样品

收稿日期: 2006-01-24

作者简介: 宋曰钦 (1967-), 男, 硕士, 研究方向: 植物资源保护与利用。

基金项目: 2002 年国家现代农业、生物高技术产业化专项资助 (计高技[2002]1113)。

中苯甲醛含量作为衡量样品质量的标准。具体操作按文献[1]进行。

## 2 结果与分析

### 2.1 料水比的确定

在水蒸汽蒸馏过程中,需要以水作为溶剂,确定原料的浓度即料水比,这不仅有利于提高得率,而且山杏分布的三北地区水资源缺乏,因此研究确定合理的料水比可以节约生产用水,有利于减少后期的污水处理,节约生产成本。通过配制不同的浓度得结果如图 1。

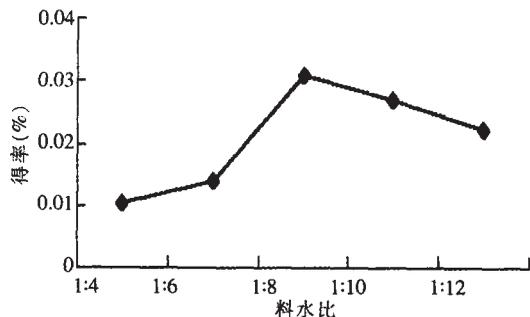


图 1 不同料水比时挥发油得率变化趋势图

从图 1 可以看出,料水比从 1:4 上升到 1:8 时,提取率随着上升,而后则随着料水比的上升而下降,这主要因为水分的增加,有利于促进酶的分解,提高挥发油的产量,但水分过多、分解过快,挥发油因不溶于水而在容器间转移时损失,同时原料浓度小,蒸馏液体积大,因油水分离后水中仍溶有少量挥发油,使收量相对减少,且浪费能源<sup>[4]</sup>。因此,在本次实验中确定 1:8 为合理的料水比。

### 2.2 单因素实验

由于苦杏仁挥发油来源于苦杏仁甙的酶解,因此影响酶活性的因素必然影响到苦杏仁甙的分解,从而影响到挥发油的提取率,为此在研究提取工艺时,我们首先对影响酶解的几种因素进行了单因素分析。

2.2.1 不同目数的影响分析 通过粉碎筛分不同颗粒的粉体在 1:8 的料水比、45℃水浴 4h 后,提取挥发油的得率如图 2 所示。

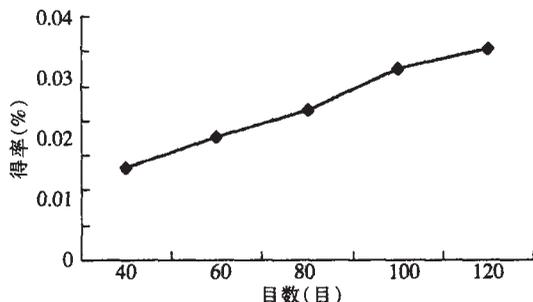


图 2 不同目数的挥发油得率变化趋势图

据研究,苦杏仁甙的分解是经苦杏仁酶与羟基

腈分解酶(Hydroxynitrilase)催化后逐步分解为樱叶甙与杏仁腈而后生成苯甲醛的,其中苦杏仁酶(Emullusin)又包括苦杏仁苷酶(Amygdalase)和樱苷酶(Prunase)两种,其中杏仁腈无论有没有酶的存在都分解较快<sup>[7]</sup>。同时认为,细胞膜因其妨碍了酶与苦杏仁甙的接触而影响了苦杏仁甙的分解,所以粉碎通过破坏细胞膜结构促进了酶与苦杏仁甙的分解,从而提高了得率,从图 2 可以看出,随着目数从 40 目增加到 120 目,颗粒逐渐变细时,促进了苦杏仁甙的酶解,从而增加了挥发油的得率,与文献的报道一致<sup>[5]</sup>。

2.2.2 不同浸泡时间的影响 在其他条件相同时,分析了不同浸泡时间对挥发油得率的影响,结果如图 3。

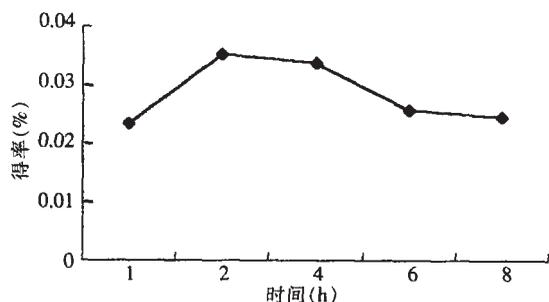


图 3 不同浸泡时间的挥发油得率变化趋势图

从图 3 可知,在浸泡 1h 到 2h 之间,随时间的延长挥发油的得率提高,但超过 2h 后,延长时间得率反而下降,这主要是因为浸泡时间即为酶解进行的时间,作为前期处理的浸泡在一定的时间内加快了苦杏仁甙的分解,从而提高挥发油的得率,但时间过长,挥发油不溶于水,必然引起挥发油的挥发,因此降低得率。

2.2.3 不同浸泡温度的影响 温度的高低是影响酶活力的重要因素之一,在生化反应中,每一种酶都有自己合适的催化温度。一般而言,在合适的温度范围内随温度的提高反应速度加快。为研究温度对挥发油得率的影响,我们根据文献资料可知苦杏仁甙酶的作用温度在 30~55℃之间,因此,设置了 5 个水平,结果如图 4。

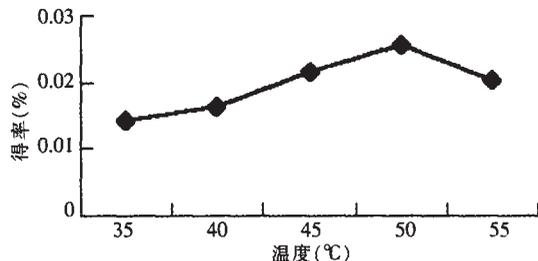


图 4 不同温度时挥发油得率变化趋势图

从图 4 可以看出,当温度从 35℃上升到 50℃时,挥发油的得率随着从 0.143%上升到 0.254%,当温度进一步上升到 55℃时,得率反而下降为 0.202%,这说明 55℃已超过苦杏仁甙酶的活性温度范围,抑制

了酶的活性,从而降低了得率。这不仅符合酶的作用特点,而且与其他研究结果相符<sup>[6,7]</sup>。

2.2.4 不同 pH 对挥发油得率的影响 溶液酸碱性是影响酶活性的又一重要因子,因此我们设定了不同 pH 水平,以确定不同 pH 时挥发油的得率。结果如图 5。

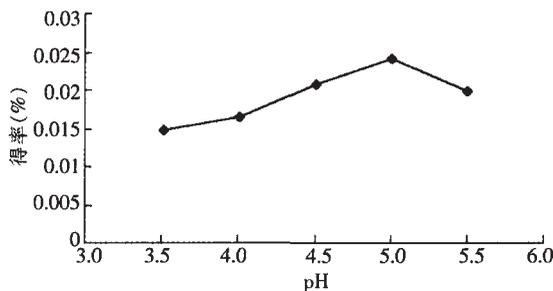


图 5 不同 pH 挥发油得率变化趋势图

从图 5 可以看出, pH 对挥发油得率的影响趋势与温度的影响基本相同, pH 从 3.5 上升到 pH5 时,挥发油得率亦随之增加,但 pH 到 5.5 时,挥发油得率比 pH5 时下降,但比 pH4.5 要高,说明此时酶的催化能力受到一定程度的抑制。这与林炳芳等在研究青梅种仁中苦杏仁酶的活性时确定的 pH 为 4.6 接近<sup>[7]</sup>。

### 2.3 正交实验筛选最优工艺组合的研究

由于以上影响酶活性的因子之间存在着相互作用,为了提供合理的工艺条件组合,我们根据四因素三水平的正交实验设计原则进行了实验,结果如表 1。

表 1 正交实验设计及结果分析表

实验号	目数 (目)	温度 (°C)	pH	浸泡时间 (h)	得率 (%)
1	1 (60)	1 (40)	1(4)	1(1)	0.0192
2	1	2 (45)	2(4.5)	2(2)	0.0200
3	1	3 (50)	3 (5)	3(4)	0.0213
4	2 (80)	1	2	3	0.0226
5	2	2	3	1	0.0215
6	2	3	1	2	0.0192
7	3 (100)	1	3	2	0.0205
8	3	2	1	3	0.0215
9	3	3	2	1	0.0189
K <sub>1</sub>	0.0605	0.0623	0.0599	0.0596	
K <sub>2</sub>	0.0633	0.0630	0.0615	0.0597	
K <sub>3</sub>	0.0609	0.0594	0.0633	0.0654	
R	0.0028	0.0036	0.0034	0.0058	

从极差分析结果可以看出,所选择的四因素中对得率的影响大小依次为浸泡时间、pH、温度和目数,以浸泡时间的影响最为显著。说明在四因素所确定的水平范围内,浸泡时间对挥发油提取得率影响

大。

同时根据正交实验结果可知,提取工艺的最优组合为物料细度为 80 目、提取温度 45°C、pH5、提取 4h 时得率最高。

### 2.4 挥发油中苯甲醛含量的测定

由于苦杏仁挥发油是以苯甲醛为主要成分的天然混合物,苯甲醛是苦杏仁挥发油天然气味的贡献者,因此其含量的高低被认为是衡量苦杏仁挥发油质量的指标,为此我们测定了 2.3 实验中 9 组结果挥发油样品的苯甲醛含量,结果表明,在所测定样品中,苯甲醛含量为 79%±1.3%,说明在提取的样品中主要成分为苯甲醛,但其含量低于文献中报道的 89%含量<sup>[3]</sup>,而与史清华等报道的结果较为接近<sup>[2]</sup>,造成这种差异的原因可能与萃取后的脱水程度,尤其是所使用的脱水剂乙醚及检测方法的差别有关。

## 3 结论

由以上实验结果,可以得到以下结论:通过正交实验确定了从苦杏仁中提取挥发油最优料水比为 1:8,最优工艺组合为:物料细度为 80 目,在水温 45°C、pH5 的条件下水解 4h 后通过水蒸汽蒸馏提取;提取的挥发油样品中主要成分为苯甲醛,含量达到 79%±1.3%。

### 参考文献:

- [1] 刘杰,卫放芳.紫外分光法测定无花果中苯甲醛[J].无锡轻工大学学报,1998,17(2):71~74.
- [2] 史清华,朱海兰.苦杏仁精油化学成分的研究[J].西北林学院学报,2003,18(3):73~75.
- [3] 回瑞华,侯冬岩,李铁纯,等.苦杏仁挥发油化学成分的微波-同时蒸馏萃取 GC-MS 分析[J].分析测试学报,2003,22(1):55~57.
- [4] 张志杰,肖爱,王朝君.用正交实验法探讨挥发油提取的工艺[J].河南中医药学刊,2000,15(5):42~43.
- [5] G Tuncel, M J R Nout, L Brimer. Degradation of cyanogenic glycosides of bitter apricot seeds (*Prunus armeniaca*) by endogenous and added enzymes as affected by heat treatments and particle size[J]. Food chemistry, 1998, 63(1):65~69.
- [6] Brimer, M J R Nout, G Tuncel.  $\beta$ -Glycosidase (amygdalase and linamarase) from *Endomyces fibuliger* (LU677): formation and crude enzyme properties [J]. Applied Microbiology and Biotechnology, 1998, 49(2):182~188.
- [7] 林炳芳,陶宁萍.梅果苦杏仁苷酶特性与青梅汁脱苦工艺的研究[J].南京农业大学学报,1996,19(4):87~91.

权威·核心·实用·全面