

文章编号: 1001-6880(2012)06-0784-07

玫瑰精油的提取和理化性质分析

余峰 张彬* 周武 任杰 王国宇

南昌大学中德食品工程中心 南昌 330047

摘要: 采用水蒸汽蒸馏法从江西首次引种的大马士革玫瑰(*Rose damascene* Miller)花中提取获得精油,得率为0.023%。按照ISO 9842:2003玫瑰精油标准方法测定精油的物理指标和主要组分,结果表明:该精油为黄色液体,具有天然的玫瑰花香,其物理指标和特征组分的百分含量符合标准要求,且主要组分构成与标准中保加利亚玫瑰精油相似。气相色谱-质谱(GC-MS)结合直观推导式演进特征投影法(HELP)分析江西大马士革玫瑰精油,共鉴定出73个组分,其中香质组分较为完整,高品质玫瑰精油的标识成分 β -突厥烯酮也被检出。

关键词: 玫瑰精油;物理指标;玫瑰精油组分;ISO 9842:2003玫瑰精油标准

中图分类号: S573+.7; O657.7

文献标识码: A

Extraction and Physicalchemical Properties Analysis of Rose Essential Oil

YU Feng ZHANG Bin* ZHOU Wu REN Jie WANG Guo-yu

Sino-German Food Engineering Center Nanchang University Nanchang 330047 China

Abstract: The essential oil of *Rose damascene* Miller which was planted first in Jiangxi province was obtained through steam distillation, with a yield of 0.023%. Physical indexes and major compositions of the rose essential oil were analyzed according to ISO 9842:2003 rose essential oil standard. The results indicated that the oil was yellow liquid with a natural rose flowers smell, having the similar constitution of major compositions to Bulgarian rose oil illustrated in ISO 9842:2003 standard, physical indexes and the percentage of characteristic compositions met criteria of the standard as well. A total of 73 compositions were identified using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) combined with heuristic evolving latent projection (HELP), in which flavor compounds were various and relatively comprehensive. β -Damascenone was also detected, of which the presence and quantity are considered as the marker for the quality of rose oil.

Key words: rose essential oil; physical indexes; compositions of rose oil; ISO 9842:2003 rose essential oil standard

玫瑰精油是一种使用历史悠久、价格昂贵的花香类香料,由于具有呵护般的芳香和卓越的美容保健功效而受到现代人的青睐。大马士革玫瑰是当今最受欢迎的玫瑰之一,特别是保加利亚产大马士革玫瑰精油,因为质地纯正、香气纯甜而享誉世界^[1]。大马士革玫瑰的引种及其精油的提取在中国早有人进行,并且不乏成功先例,如陕西商州已大规模种植此种玫瑰,并获得了符合ISO 9842:2003玫瑰油国际标准的精油^[2]。江西气候条件温和,适合多种花卉的生长,加之玫瑰本身对自然环境的适应力较强,因此,研究江西大马士革玫瑰及其精油是一次有益的探索。

ISO 9842:2003标准^[3]是玫瑰精油的国际质量标准。该标准以保加利亚、摩洛哥、土耳其三国生产的大马士革玫瑰精油为范本,规定了水蒸汽蒸馏法所提玫瑰精油的物理指标和化学组分的分析方法和结果,提供了保加利亚和土耳其玫瑰精油的典型气相色谱图,并标记了各自谱图的主要组分。此标准作为玫瑰精油进入国际市场的通行证而备受重视。本实验采用水蒸汽蒸馏法从江西首次引种的大马士革玫瑰花中提取精油,按照ISO 9842:2003标准分析精油的物理指标及主要组分,并用气相色谱-质谱结合直观推导式演进特征投影法(HELP)对玫瑰精油组分进行分析。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

新鲜大马士革玫瑰花瓣 2009年4~5月由江

收稿日期: 2010-12-10 接受日期: 2011-05-27

基金项目: 江西省教育厅科技项目(GJJ09067)

* 通讯作者 E-mail: binzhangsu@126.com

西省农业科学院蔬菜花卉研究所提供, 采摘时间为早上 6:00~8:00; 食盐, 市售; 乙醚(色谱纯), 天津市天大化学试剂厂。

水蒸汽蒸馏装置, 自制; 电子分析天平, 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司; Agilent-6890 气相色谱仪、Agilent-6890N/5973i 气相色谱-质谱联用仪, 美国 Agilent 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 玫瑰精油的提取

称取 5 kg 新鲜玫瑰花置于蒸馏釜中, 加入 10 L 浓度为 10% 的盐水, 总加料量不超过釜容积的 60%, 馏出液冷却保持在 30 ℃ 左右, 蒸馏 2 h。冷凝液经油水分离器分为油层和玫瑰露, 玫瑰露返回蒸馏釜复蒸。按同样条件进行蒸馏, 累积油层直至一批次(约 30 kg 玫瑰花瓣)蒸馏结束, 收集油层, 将其离心脱水即得玫瑰精油。此条件下共耗用玫瑰鲜花 118 kg, 提取获得玫瑰精油 26.6 g, 得率为 0.023%。

$$\text{玫瑰精油得率} = \frac{\text{玫瑰精油质量(g)}}{\text{新鲜玫瑰花质量(g)}} \times 100\%$$

1.2.2 玫瑰精油物理指标测定

邀请江西省农科院专家评价江西产大马士革玫瑰精油的外观、色泽和香气。按 ISO 9842:2003 的内容和方法, 测定精油的相对密度、折光指数、旋光度、冻点和酯值等物理指标。

1.2.3 玫瑰精油主要组分 GC 分析

配制 0.02 mL/mL 的玫瑰精油乙醚溶液样品, 取 1 μL 进样分析。ISO 9842:2003 的保加利亚玫瑰精油典型气相色谱图中标记了 19 个主要组分, 以这 19 个组分作为江西大马士革玫瑰精油 GC 分析的主要组分和目标组分, 根据标准提供的色谱条件, 用气相色谱-氢火焰离子化检测器(GC-FID)配 DB-WAX 聚乙二醇毛细管柱进行分析, 通过对比其它文献谱图^[2,3]和标品增加峰高法确定各组分, 并由色

谱工作站用峰面积归一化法计算得出各组分的百分含量。GC 分析平行进行 4 次。

1.2.4 玫瑰精油组分 GC-MS 分析

用 GC-MS 仪配 HP-5MS 柱分析玫瑰精油组分, 取 1 μL 样品进入 GC-MS 仪, 生成总离子流色谱图(TIC), 各色谱峰对应的质谱图于计算机 NIST02 谱库中匹配检索, HELP 法^[4]解析混合或掺杂色谱峰, 结合相关资料, 鉴定玫瑰精油的各个组分, 各组分百分含量通过峰面积归一化法计算得出。GC-MS 分析平行进行 3 次。

1.2.5 气相色谱条件

DB-WAX 毛细管柱(30 m × 0.20 mm, 0.20 μm), 氢火焰离子化检测器(FID); 升温程序: 线性升温从 50 ℃ 到 220 ℃, 速率 3 ℃/min; 载气(N₂)流速 0.5 mL/min; 进样量 1 μL, 分流比 5:1; 进样口温度 250 ℃, 检测器温度 250 ℃。

1.2.6 气相色谱-质谱条件

气相色谱: HP-5MS 石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm), 连接质谱(MSD); 升温程序: 75 ℃ 保持 2 min, 以 2.5 ℃/min 升至 210 ℃, 再以 10 ℃/min 升至 240 ℃, 保持 10 min; 载气(He)流速 1.0 mL/min, 压力 8.86 psi; 进样量 1 μL, 分流比 5:1; 进样口温度 250 ℃。质谱: 电子轰击(EI)离子源, 离子源温度 230 ℃; 四极杆温度 150 ℃; 质量扫描范围 m/z 20-400。

2 结果与分析

2.1 玫瑰精油的物理指标

采用水蒸汽蒸馏法从江西大马士革玫瑰花中提取的玫瑰精油为黄色液体, 并具有天然的玫瑰花香。按照 ISO 9842:2003 标准测定了酯值、折光指数等物理指标, 检测方法和结果见表 1, 通过比较, 上述指标符合标准规定。

表 1 江西大马士革玫瑰精油物理指标测定结果

Table 1 Physical indexes of *R. damascene* essential oil produced in Jiangxi

物理指标 Physical index	测定方法 Analytical method	测定结果 Analytical result	
		江西 Jiangxi	ISO 9842:2003
相对密度 Relative density (20/20 ℃)	ISO 279:1981	0.865	0.848~0.880
折光指数 Refractive index (20 ℃)	ISO 280:1998	1.4685	1.4520~1.4700
旋光度 Optical rotation (20 ℃)	ISO 592:1998	-3.2	-5~-1.8
冻点 Freezing point (℃)	ISO 1041:1973	+19.2	+16~23.5
酯值 Ester value	ISO 709:1980	14.4	7~24

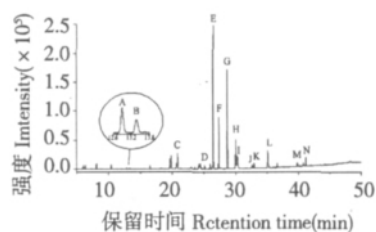


图1 江西大马士革玫瑰精油气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatogram of Jiangxi *R. damascene* essential oil

2.2 玫瑰精油主要组分 GC 分析结果

GC 色谱图如图 1 所示,分析结果见表 2。保加利亚玫瑰精油典型气相色谱图的 19 个主要组分中,有 14 个组分在江西大马士革玫瑰精油中被检出和确定,这包括了除乙醇以外的玫瑰精油特征组分。分析结果与 ISO 9842 : 2003 对比表明:江西大马士革玫瑰精油主要组分构成与保加利亚玫瑰精油相似,且特征组分的百分含量符合标准中保加利亚同类精油的要求。

表2 江西大马士革玫瑰精油主要组分 GC 分析结果

Table 2 Major compositions of Jiangxi *R. damascene* essential oil analyzed using GC

编号 Alphacode	组分 Composition	保留时间 Retention time (min)	百分含量 Percentage (%) ^c	
			江西 Jiangxi	ISO 9842 : 2003
—	乙醇 Ethanol	—	—	— ~2.0
A	顺式玫瑰醚 <i>cis</i> -Rose oxide	12.890	0.33 ± 0.08	N
B	反式玫瑰醚 <i>trans</i> -Rose oxide	13.366	0.20 ± 0.04	N
C	芳樟醇 Linalool	20.883	2.50 ± 0.09	N
D	* 十七烷 Heptadecane	25.133	1.02 ± 0.16	1.0 ~ 2.5
E	* L-香茅醇 L-Citronellol	26.476	24.93 ± 1.23	20.0 ~ 34.0
F	* 橙花醇 Nerol	27.368	8.98 ± 0.35	5.0 ~ 12.0
G	* 香叶醇 Geraniol	28.721	17.09 ± 0.40	15.0 ~ 22.0
H	* 十九烷 Nonadecane	30.036	8.12 ± 0.27	8.0 ~ 15.0
I	* 苯乙醇 Phenylethyl alcohol	30.356	2.86 ± 0.28	— ~3.5
J	甲基丁香酚 Methyl eugenol	32.630	0.88 ± 0.32	N
K	二十烷 Eicosane	32.923	1.01 ± 0.18	N
L	* 二十一烷 Heneicosane	35.135	4.74 ± 0.25	3.0 ~ 5.5
M	丁香酚 Eugenol	39.828	1.15 ± 0.11	N
N	(<i>E</i> / <i>E</i>) -金合欢醇 (<i>E</i> / <i>E</i>) -Farnesol	41.174	1.57 ± 0.33	N

注: ^c 均值 ± 标准偏差; * ISO 9842 : 2003 规定的玫瑰精油特征组分; N 未作规定。

Note: ^c Mean ± SD; * Characteristic composition of rose essential oil which is defined by ISO 9842 : 2003; N : Not defined by ISO 9842 : 2003.

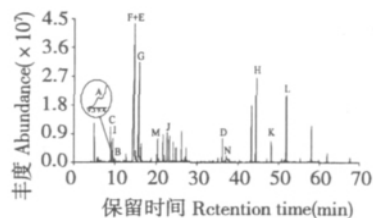


图2 江西大马士革玫瑰精油总离子流色谱图

Fig. 2 TIC of Jiangxi *R. damascene* essential oil

2.3 玫瑰精油组分 GC-MS 分析结果

江西大马士革玫瑰精油总离子流色谱图如图 2 所示,其中主要组分用表 2 中对应的字母编号标出。GC-MS 与 HP-5MS 柱或其类似柱,如 DB-5、HP-5 柱的搭配也常被用来分析玫瑰精油组分,但大部分的

分析结果似乎未检出橙花醇^[5-9]。本实验发现:玫瑰精油中应含的 L-香茅醇和橙花醇的色谱保留时间在 HP-5MS 柱或其类似柱条件下十分相近,若不注意香茅醇左旋(L-)和右旋(D-)的区别,很容易将二者的混合峰鉴定为 D-香茅醇,从而得出未检出橙花醇的结论。

本实验用 HELP 法^[4]解析 L-香茅醇和橙花醇疑似混合峰(后面统称为 Z 峰)的色谱-质谱二维数据。Z 峰在 NIST02 质谱库中的检索结果为 D-香茅醇,匹配度为 96。从 Z 峰的色谱-质谱二维数据谱图(图 3a)中分辨出了组分 1 和组分 2 的二维数据谱图(图 3b 和 3c),所得质谱于 NIST02 质谱库中匹配检索,组分 1 和组分 2 分别被确定为橙花醇和 L-

香茅醇,匹配度分别为 96 和 94。最终的解析 TIC 图见图 4,积分运算得出橙花醇和 L-香茅醇的百分

含量分别为 19.35% 和 10.40%。同样方法也用于其它混合或掺杂色谱峰的解析。

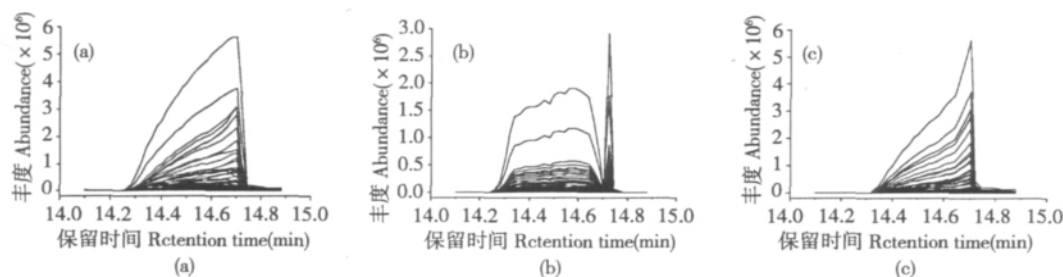


图 3 Z 色谱峰(a)及其组分 1(b)和组分 2(c)的二维谱图

Fig. 3 GC-MS data matrixes of peak cluster Z (a), components 1 (b) and 2 (c)

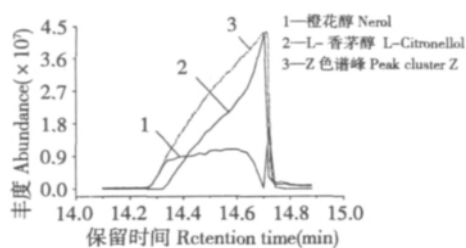


图 4 Z 色谱峰经解析后的纯色谱

Fig. 4 Resolved TICs for peak cluster Z

GC-MS 分析结果见表 3。经过解析的组分均用“*”标注,主要组分则用表 2 中对应的字母编号注明,所有组分的相似度不低于 90。从中可知江西产大马士革玫瑰精油除了主要组分,还有以罗勒烯为代表的单萜类,以石竹烯为代表的倍半萜类,以及衍生自萜醇类的化合物如香茅醇甲酯、香叶醇乙酸酯、橙花醛、香叶醛等;另外 β -突厥烯酮也被检出,这是高品质玫瑰精油的标识成分之一。上述香气成分的存在使江西大马士革玫瑰精油的香质香韵更加立体和完整。

表 3 江西大马士革玫瑰精油组分 GC-MS 分析结果

Table 3 Compositions of Jiangxi *R. damascene* essential oil analyzed using GC-MS

序号 No.	化合物 Composition	化学式 Formula	保留时间 Retention time (min)	匹配度 Match quality	百分含量 Percentage(%)	
					均值 Mean	标准偏差 SD
1	α -蒎烯 α -Pinene	$C_{10}H_{16}$	4.96	93	1.95	0.05
2	β -蒎烯 β -Pinene	$C_{10}H_{16}$	5.82	91	0.32	0.02
3	α -松油烯 α -Terpinene	$C_{10}H_{16}$	6.27	94	0.05	N
4	D-柠檬烯 D-Limonene*	$C_{10}H_{16}$	6.63	90	0.16	0.01
5	β -反式罗勒烯 β -trans-Ocimene	$C_{10}H_{16}$	6.83	93	0.05	N
6	β -顺式罗勒烯 β -cis-Ocimene	$C_{10}H_{16}$	7.17	94	0.08	0.01
7	γ -松油烯 γ -Terpinene	$C_{10}H_{16}$	7.55	96	0.05	N
8	α -异松油烯 α -Terpinolene	$C_{10}H_{16}$	8.58	96	0.11	0.00
9(C)	芳樟醇 Linalool	$C_{10}H_{18}O$	8.97	96	3.04	0.16
10(A)	顺式玫瑰醚 cis-Rose oxide*	$C_{10}H_{18}O$	9.38	91	0.36	0.04
11(I)	苯乙醇 Phenylethyl alcohol	$C_8H_{10}O$	9.49	94	2.63	0.24
12(B)	反式玫瑰醚 trans-Rose oxide*	$C_{10}H_{18}O$	10.03	92	0.23	0.01
13	4-孟烯醇 Menth-1-en-4-ol	$C_{10}H_{18}O$	12.09	96	0.21	0.03
14	α -松油醇 α -Terpinol*	$C_{10}H_{18}O$	12.68	90	0.86	0.04
15(F)	橙花醇 Nerol*	$C_{10}H_{18}O$	14.71	96	10.41	1.21

16(E)	L-香茅醇 L-Citronellol*	C ₁₀ H ₂₀ O		94	20.25	1.45
17	橙花醛 Neral	C ₁₀ H ₁₆ O	15.03	95	0.61	0.07
18(G)	香叶醇 Geraniol*	C ₁₀ H ₁₈ O	15.86	95	15.02	0.13
19	香叶醛 Geranial	C ₁₀ H ₁₆ O	16.37	94	0.99	0.00
20	香茅醇甲酸酯 Citronellyl formate	C ₁₁ H ₂₀ O ₂	16.57	91	0.06	N
21	香叶醇甲酸酯 Geranyl formate	C ₁₁ H ₁₈ O ₂	17.80	90	0.03	N
22	香茅酸 Citronellic acid	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	18.31	90	0.03	N
23	3,7-二甲基-2,6-辛二烯酸甲酯 3,7-dimethyl-2,6-Octadienoic acid methyl ester	C ₁₁ H ₁₈ O ₂	18.82	95	0.21	0.01
24	2,6-二甲基-2,6-辛二烯 2,6-dimethyl-2,6-Octadiene	C ₁₀ H ₁₈	20.25	96	0.50	0.02
25(M)	丁香酚 Eugenol	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	20.40	98	1.68	0.07
26	橙花醇乙酸酯 Nerylacetate	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	20.77	91	0.20	N
27	n-癸酸 n-Decanoic acid	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	21.02	95	0.05	N
28	α-荜澄茄苦素 α-Cubebene	C ₁₅ H ₂₄	21.23	96	0.02	N
29	香叶醇乙酸酯 Geranyl acetate	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	21.72	91	1.60	0.17
30	L-榄香烯 L-β-Elemene	C ₁₅ H ₂₄	22.03	91	0.37	N
31	β-突厥烯酮 β-Damascenone	C ₁₃ H ₁₈ O	22.34	93	0.02	N
32(J)	甲基丁香酚 Methyl eugenol	C ₁₁ H ₁₄ O ₂	22.72	97	1.90	0.12
33	β-石竹烯 β-Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	23.29	99	1.47	0.11
34	α-愈创木烯 α-Guaiene	C ₁₅ H ₂₄	24.21	99	1.19	0.03
35	α-石竹烯 α-Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	24.87	98	0.86	0.07
36	Z-β-金合欢烯 Z-β-Farnesene	C ₁₅ H ₂₄	25.15	95	0.02	N
37	β-荜澄茄烯 β-Cadinene	C ₁₅ H ₂₄	25.86	91	0.03	N
38	吉马烯 D Germacrene D	C ₁₅ H ₂₄	26.19	96	1.86	0.12
39	β-桉叶烯 β-Eudesmene	C ₁₅ H ₂₄	26.39	98	0.12	N
40	十五烷 Pentadecane	C ₁₅ H ₃₂	27.16	97	0.46	0.05
41	δ-愈创木烯 δ-Guaiene	C ₁₅ H ₂₄	27.35	99	1.05	0.04
42	δ-荜澄茄烯 δ-Cadinene	C ₁₅ H ₂₄	28.17	95	0.08	0.01
43	橙花叔醇 Nerolidol	C ₁₅ H ₂₆ O	30.07	91	0.11	0.00
44	石竹烯氧化物 Caryophyllene oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	30.77	90	0.06	N
45	十六烷 Hexadecane	C ₁₆ H ₃₄	31.73	98	0.08	0.01
46	月桂醛 Dodecanal	C ₁₂ H ₂₄ O	32.25	90	0.03	N
47	γ-桉叶醇 γ-Machilol	C ₁₅ H ₂₆ O	33.01	98	0.14	0.01
48	β-桉叶醇 β-Machilol	C ₁₅ H ₂₆ O	33.79	99	0.11	N
49	8-十七碳烯 8-Heptadecene	C ₁₇ H ₃₄	35.09	99	0.30	0.01
50(D)	十七烷 Heptadecane	C ₁₇ H ₃₆	36.15	98	1.35	0.10
51(N)	(E,E)-金合欢醇 (E,E)-Farnesol*	C ₁₅ H ₂₆ O	36.70	92	1.75	0.08
52	(E,E)-麝香草醛 (E,E)-Farnesal*	C ₁₅ H ₂₄ O	37.84	94	0.40	0.03
53	苯甲酸苄酯 Benzyl benzoate	C ₁₄ H ₁₂ O ₂	38.64	97	0.04	N
54	E-9-十八碳烯 E-9-Octadecene	C ₁₈ H ₃₆	39.26	99	0.06	N
55	十八烷 Octadecane	C ₁₈ H ₃₈	40.31	93	0.13	0.02
56	Z-5-十九碳烯 Z-5-Nonadecene	C ₁₉ H ₃₈	43.34	96	4.68	0.59

57(H)	十九烷 Nonadecane	C ₁₉ H ₄₀	44.49	98	8.03	1.42
58	香茅醇丁酸酯 Citronellyl butyrate	C ₁₄ H ₂₆ O ₂	44.92	90	0.03	N
59	十六烷酸甲酯 Methyl palmitate	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	45.34	91	0.04	N
60	<i>E</i> -9-二十碳烯 <i>E</i> -9-Eicosene	C ₂₀ H ₄₀	47.10	99	0.19	0.02
61	十六烷酸乙酯 Hexadecanoic acid ethyl ester	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	47.96	92	0.05	N
62(K)	二十烷 Eicosane	C ₂₀ H ₄₂	48.18	99	1.33	0.06
63	9-十九碳烯 9-Nonadecene	C ₁₉ H ₃₈	50.79	99	0.20	0.02
64	1-十九碳烯 1-Nonadecene	C ₁₉ H ₃₈	51.40	99	0.23	0.03
65(L)	二十一烷 Heneicosane	C ₂₁ H ₄₄	51.94	99	5.44	0.26
66	香叶醇丁酸酯 Geranyl butyrate	C ₁₄ H ₂₄ O ₂	53.49	91	0.04	N
67	亚油酸乙酯 Linoleic acid ethyl ester	C ₂₀ H ₃₆ O ₂	53.97	96	0.03	N
68 (Z Z Z)	-亚麻酸乙酯(Z Z Z)-Linolenic acid ethyl ester	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	54.19	99	0.03	N
69	二十二烷 Docosane	C ₂₂ H ₄₆	55.33	95	0.18	0.03
70	二十三烷 Tricosane	C ₂₃ H ₄₈	58.13	96	1.65	0.08
71	香茅醇丙酸酯 Citronellyl propionate	C ₁₃ H ₂₄ O ₂	58.35	90	0.05	N
72	香叶醇丙酸酯 Geranyl propionate	C ₁₃ H ₂₄ O ₂	59.00	90	0.04	N
73	十四烷基辛酸酯 Octanoic acid tetradecyl ester	C ₂₂ H ₄₄ O ₂	59.51	90	0.02	N

注: SD 统计只针对 3 次 GC-MS 分析都被检出的组分; N: 未统计; * 经过 HELP 法解析的组分; 14 个主要组分用表 2 中对应的字母编号在序号栏中注明。

Note: SD was only for 3 duplicate tests of GC-MS; N: No statistic; * The component which had been resolved by HELP; Fourteen Major compositions, signed as alphabets A-N in table 2, were marked by their corresponding signed alphabets in column this table.

本实验中, GC 仪采用的 DB-WAX 柱对醇类物质或某些氧合化合物有良好的分离效果, 常用以挥发性精油的分析; 而 HP-5MS 柱则是 GC-MS 专用弱极性柱, 具有超低流失性的特点, 适用于烃类、微量、痕量组分的鉴定分析。从表 2 和表 3 结果看, 对于玫瑰精油的主要组分, GC 以及 GC-MS 结合 HELP 的定量分析结果总体上是接近的。对于玫瑰精油的其它组分, 由于以萜烯类为主, 且含有不少微量和痕量组分, 因此 GC-MS 配 HP-5MS 的分析结果比 DB-WAX 更接近真实水平, 所以仅列出 GC-MS 的分析结果。以上表明, GC-MS 配 HP-5MS 柱结合 HELP 法能够较好满足玫瑰精油组分的分析工作。

3 结论

采用水蒸汽蒸馏法从江西种植的大马士革玫瑰花中提取获得精油, 得率为 0.023%, 处于文献报道^[10-12]的正常水平, 但从不同年份生长的玫瑰花瓣中提取精油的平均得率还有待记录观察。

依据 ISO 9842:2003 的内容和方法分析江西大马士革玫瑰精油的物理指标和主要组分, 结果表明物理指标符合标准规定; 江西大马士革玫瑰精油主要组分构成与保加利亚玫瑰精油相似, 且特征组分的百分含量符合标准中保加利亚玫瑰精油的要求。

GC-MS 结合 HELP 法分析玫瑰精油, 共鉴定出 73 个组分。对比其它文献^[5-9, 12-15], 江西大马士革玫瑰精油的香质组分较为完整, 除了主要组分, 酯类、醛类、单萜、倍半萜类, 甚至 β -突厥烯酮都被检出, 因此, 江西大马士革玫瑰精油具有较高的应用价值。

致谢: 特别感谢江西省农业科学院蔬菜花卉研究所为本次实验提供玫瑰鲜花原料, 感谢南昌大学分析测试中心申明月在 GC-MS 分析方面给予的支持和帮助。

参考文献

- 1 Meng XS(孟宪水). Brief review of rose oil market. *Flavour Frag Cosmet(香料香精化妆品)* 2006(3): 35-37.
- 2 Zhang R(张睿), Wei AZ(魏安智), Yang TX(杨途熙) *et al.* Essential oil of *Rose damascene* planted in Shangzhou prefecture. *Acta Bot Boreal-occident Sin(西北植物学报)*, 2005 25: 1179-1477.
- 3 ISO/TC54 committee. ISO 9842: 2003-Oil of rose(*Rosa x damascene* Miller). *Flavour Frag Cosmet(香料香精化妆品)* 2003 (6): 36-37.
- 4 Du YP(杜一平), Pan TY(潘铁英), Zhang YL(张玉兰). *Chemometrics Application(化学计量学应用)*. Beijing: Chemical Industry Press 2008. 172-198.

(下转第 807 页)

4 结论

本研究采用了三种不同溶剂提取千年桐种子油, 结果发现以氯仿为溶剂, 种子油得率最高。千年桐种子油最佳提取工艺为种子在常温下风干至恒重, 以氯仿为溶剂, 液料比为 12:1, 常温下提取 6 h。该方法具有操作简单, 成本低, 得油率高, 能保护千年桐种子油中各脂肪酸成分等优点。本研究以 2% 的硫酸-甲醇进行转酯化, 经气质联用分析脂肪酸组成, 油脂中富含不饱和脂肪酸, 饱和脂肪酸含量很低, 这表明了千年桐种子油是良好的干性油。本研究建立的提取法工艺及转酯化方法适用于千年桐种子油研究。同时研究表明, 千年桐种子油中富含不饱和脂肪酸, 这对利用千年桐资源开发植物多不饱和脂肪酸具有重要的指导意义。

参考文献

- Liao YZ(廖燕珍), Tan D(谭东). Processing and utilization of tung oil. *Guangxi Chem Eng*(广西化工), 1991, (1): 7-12.
- Huang K(黄坤), Xia JL(夏建陵). Progress of modification of tung oil and its derivatives in the application of polymer materials. *Chem Ind Eng Prog*(化工进展), 2008, 27: 1588-1592.
- Wei XZ(魏绣枝), Wang Y(王颖). Depth development and utilization of the tung oil resources. *Guangxi Forest Sci*(广西林业科学), 1994, 23: 105-106.
- Zhang PF(张平夫), Wang Q(王强), Liu HL(刘海林) *et al.* Study on the preparation of dimeric fatty-acid polyamide resin from Tung oil. *Chem Ind Forest Prod*(林产化学与工业), 1992, 12: 287-292.
- Xia JL(夏建陵), Huang H(黄焕), Li J(李健) *et al.* Synthesis and characterization of the adduct of methyl eleostearate with phenols. *Chem Ind Forest Prod*(林产化学与工业), 2000, 21: 1-3.
- Xia JL(夏建陵), Huang H(黄焕), Wang DX(王定选). Study on auto-oxidation and polymerization of methyl eleostearate. *Chem Ind Forest Prod*(林产化学与工业), 2000, 20: 25-29.
- Yang Y(阳艳), Zhang M(张敏). Study of the analysis method of fatty acid in tung oil of western hunan. *Forest By-Prod Special China*(中国林副特产), 2007, (4): 5-7.
- Fu CW(傅伟昌), Gu XH(顾小红), Tao GJ(陶冠军). A-nalysis of fatty acids and the structure identification of triacylglycerols in tung oil. *Nat Prod Res Dev*(天然产物研究与开发), 2008, 20: 964-968.
- (上接第 789 页)
- Zuo AL(左安连), Cai BG(蔡宝国), Li Q(李琼) *et al.* Research on the compositions of three different rose oils from China. The 7th Proceedings of the Seminar on Fragrance and Flavor China(第七届中国香料香精学术研讨会论文集), 2008, 16-25.
- Li B(李斌), Meng XJ(孟宪军), Yan TC(颜廷才) *et al.* Extracting rose essential oil with Supercritical Carbon Dioxide Fluid and analysing by GC/MS. *J Shenyang Agric Univ*(沈阳农业大学学报), 2007, 38: 170-173.
- Reverchon E, Porta GD. Rose concrete fractionation by supercritical CO₂. *J Supercrit Fluids*, 1996, 9: 199-204.
- Umezū T, Ito H, Nagano K *et al.* Anticonflict effects of rose oil and identification of its active constituents. *Life Sci*, 2002, (72): 91-102.
- Jalali-Heravi M, Parastar H, Sereshti H. Development of a method for analysis of Iranian damask rose oil- Combination of gas chromatography-mass spectrometry with Chemometric techniques. *Anal Chim Acta*, 2008, 623: 11-21.
- Guo YL(郭永来), Zhang HY(张海云), Liu SM(刘泗明). 蒸馏法提取玫瑰油的工艺介绍. *Flavour Frag Cosmet*(香料香精化妆品), 2005(4): 34-35.
- Baydar H, Baydar NG. The effects of harvest date, fermentation duration and Tween 20 treatment on essential oil content and composition of industrial oil rose (*Rosa damascene* Mill.). *Ind Crops Prod*, 2005, 21: 251-255.
- Babu KGD, Singh B, Joshi VP *et al.* Essential oil composition of Damask rose(*Rosa damascene* Mill.) distilled under different pressures and temperatures. *Flavour Frag J*, 2002, 17: 136-140.
- Özel MZ, Göğüş F, Lewis AC. Comparison of direct thermal desorption with water distillation and superheated water extraction for the analysis of volatile components of *Rosa damascene* Mill. using GCxGC-TOF/MS. *Anal Chim Acta*, 2006, 566: 172-177.
- Bayrak A, Akgül A. Volatile oil composition of Turkish rose (*Rosa damascene*). *J Sci Food Agric*, 1994, (64): 441-448.
- Kováts ES. Composition of essential oils: Part 7. Bulgarian oil of rose(*Rosa Damascene* mill.). *J Chromatogr A*, 1987, 406: 185-222.