

微波预处理提取肉桂皮中肉桂醛的研究

Extraction of Cinnamaldehyde in *Cinnamomum cassia* Bark by Means of Microwave Pretreatment

赵群莉 韦藤幼
Zhao Qunli Wei Tengyou

(广西大学化学化工学院 南宁市大学路 100号 530004)
(College of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University,
100 Daxuelu, Nanning, Guangxi, 530004, China)

摘要 先用微波对肉桂皮进行预处理, 改变肉桂皮的组织结构, 然后用热水提取肉桂皮中的肉桂醛, 并与传统的提取方法进行比较。结果得到微波预处理提取法的最佳工艺条件是用重量 1.2 倍的 75% 乙醇水溶液湿润肉桂皮, 然后用 750 W 功率微波处理, 处理时间为每增加 5g 桂皮, 时间增加 10s, 最后加入 50 倍热水提取 1h。微波预处理提取法的提取时间比传统方法缩短一半, 肉桂醛的提取率提高 20%。

关键词 肉桂醛 提取 微波预处理

中图分类号 R284.2

Abstract The method of extracting cinnamaldehyde from *Cinnamomum cassia* bark, which was disorganized by means of microwave pretreatment, is compared with the traditional one. The optimum technical conditions are as follows: wetting *Cinnamomum cassia* bark by ethanol liquor of concentration 75%, every 5 grams of *Cinnamomum cassia* increase by 10 seconds under 750 watts, then draw in hot water for an hour. The results showed that the extracting time has been shortened by half than the traditional one, while its extracting ratio has been improved by 20%.

Key words cinnamaldehyde, extraction, microwave pretreatment

天然的肉桂醛主要存在于肉桂 (*Cinnamomum cassia*) 树的枝、叶和皮中, 通常用水蒸汽蒸馏法提取, 提取过程机理可分为 2 个步骤, 一是肉桂醛从固体中提出到水中, 二是水和肉桂醛共沸, 把肉桂醛从水中蒸馏分离出来。由于水与肉桂醛能形成乳化物而导致分离困难, 目前大多数研究^[1-4]都是围绕第 2 步分离进行的, 对第 1 步的研究进行得很少。

肉桂醛为热敏性物质, 它容易被氧化及自身缩合, 不宜在高温下长时间处理, 因而加快肉桂醛从固体中提出, 可减少肉桂醛的损失。由于肉桂皮中的肉桂醛主要被细胞包埋, 所以本文先用微波对肉桂皮进行预处理, 破坏肉桂皮的细胞组织, 然后用热水提取。这种方法与传统的提取方法相比, 提取时间缩短一半, 肉桂醛的提取率提高了 20%。

1 实验部分

1.1 实验仪器及试剂

原料: 广西产肉桂皮。试剂: 乙醇及对苯二酚均为分析纯。分析对照品: 肉桂醛, 含量 > 95%, 分析纯。仪器: 水蒸汽蒸馏设备一套, W FZ800-D2C 紫外可见分光光度计; 格兰仕 W D750B 型微波炉; FW 100 型高速万能粉碎机。

1.2 实验原理

根据文献 [5, 6] 所述的方法, 用频率为 900~30000 MHz 电磁波对肉桂皮进行预处理。在微波预处理过程中, 使用乙醇水溶液作汽化介质。乙醇水溶液能有效渗透植物细胞组织, 细胞组织被乙醇水溶液湿润后, 在微波预处理过程中溶液迅速汽化, 植物组织内受压膨胀, 并产生一定程度破坏, 从而减少了提取溶剂在细胞组织内的扩散阻力, 大大加快提取速度。

1.3 实验步骤

将肉桂皮烘干后粉碎过 80 目筛, 然后分别按传统方法和微波预处理方法提取肉桂醛。

1.3.1 传统水提取

称取 5 g 粉碎后的肉桂皮于 500 ml 圆底烧瓶中, 加入 250 ml 蒸馏水, 冷凝回流一段时间, 过滤分析。

1.3.2 微波预处理提取

称取一定量粉碎后的肉桂皮, 加入尽量少的乙醇水溶液使物料充分湿润。把湿润的物料均匀地铺成一定厚度后, 置于微波场中, 用最大功率档 (750 W) 进行加热, 汽化湿润物料中的液体, 然后再加入热水中搅拌提取一定时间后, 过滤分析。

1.4 分析方法

准确称取肉桂醛 0.2169 g, 加入一定量的蒸馏水溶解, 转移到 1000 ml 棕色容量瓶中, 定容, 摇匀, 静置 3 h 分别取 0.1 ml, 0.2 ml, 0.3 ml, 0.4 ml, 0.5 ml 于 25 ml 比色管中稀释到刻度, 在常温下紫外分光光度计 288 nm 处测定, 得到的标准曲线为:

$$y = 0.0182x + 0.0089 (R^2 = 0.9998),$$

式中, x 为吸光度, y 为肉桂醛的浓度 (mg/L)。

2 结果与分析

2.1 传统水提取

由图 1 可知, 提取时间 2 h 时, 达到最大的提取率 2.34%。提取时间短, 提取不完全; 提取时间过长, 已提出的肉桂醛由于氧化或聚合而发生损失, 提取率下降。可见, 若能加快肉桂醛从固体中的提取速度, 减少提取时间, 提取率还能提高。

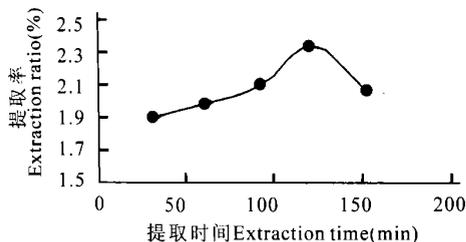


图 1 传统提取时间对提取率的影响

Fig. 1 Effects of time on extraction ratio

2.2 汽化介质溶液浓度的影响

图 2 是肉桂皮粉 5 g 6 ml 溶液用量, 微波加热 20 s 加入 250 ml 沸水洗脱 1 h 下, 用不同乙醇浓度进行微波预处理的提取结果。

从图 2 我们可以看出, 用 75% 的乙醇溶液作为微波预处理的汽化介质可得到最好的效果; 增加乙醇溶液的浓度, 则提取率反而略有下降; 而乙醇浓度低, 提取率下降较多, 从而可推断用纯水作汽化介质效果是不好的。

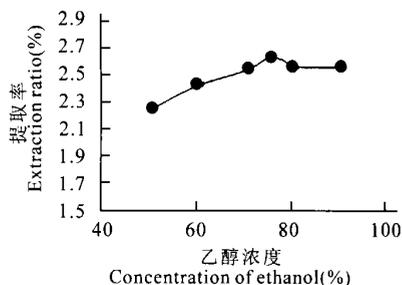


图 2 乙醇浓度对提取率的影响

Fig. 2 Effects of ethanol concentration on extraction ratio

以下的实验均选择 75% 的乙醇溶液作汽化介质

2.3 微波预处理时间对提取率的影响

图 3 是桂皮粉 5 g 6 ml 溶液用量, 加入 250 ml 沸水洗脱 1 h, 用不同微波处理时间的提取结果

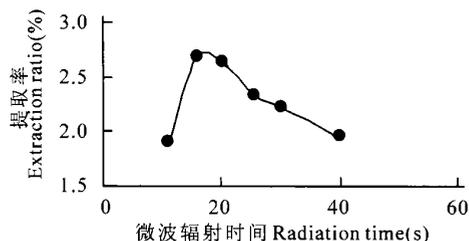


图 3 微波辐射时间对提取率的影响

Fig. 3 Effects of radiation time on extraction ratio

从图 3 可以看出, 微波辐射时间对提取率是比较敏感的。微波辐射时间短, 达不到破坏细胞的作用; 微波辐射时间长又容易造成肉桂醛挥发损失。在辐射 15 s 时, 提取率最大。

以下的实验都选择 15 s 的微波辐射时间。

2.4 预处理汽化介质溶液用量的影响

图 4 是 5 g 肉桂皮粉加入 250 ml 沸水洗脱 1 h 下, 用不同汽化介质乙醇水溶液用量的提取结果。

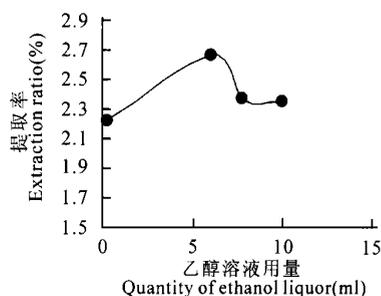


图 4 乙醇溶液的用量对提取率的影响

Fig. 4 Effects of the quantity of ethanol liquor on extraction ratio

从图 4 可以看出, 开始提取率随乙醇溶液的用量增加而增加, 这是因为乙醇的汽化对细胞的结构起了破坏作用, 使后续提取容易, 提取率提高; 但乙醇过多, 其中一部分游离在物料之外吸收了微波而使物料

得到的微波减少,使预处理效果变差。实验结果表明,用 6 ml 7% 的乙醇溶液恰好能使 5 g 桂皮粉润湿,提取率达到最高

2.5 洗脱水的用量对提取率的影响

图 5 是 5 g 肉桂皮粉 最佳微波预处理条件下,不同量的沸水洗脱提取结果。

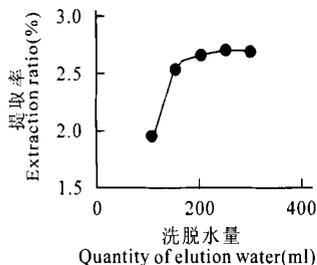


图 5 洗脱水量对提取率的影响

Fig. 5 Effects of elution water quantity on extraction ratio

从图 5 可见,洗脱水用量越多越好,但超过 250 ml 后,提取率已没有什么增加,说明用 250 ml 水洗脱完全达到洗脱的要求。

2.6 放大实验

为了验证微波预处理法在扩大投料量的情况下是否有实际应用价值,而将投料量成倍放大,同时按比例的加大预处理汽化介质的量和洗脱水的量,而微波功率保持 750 W 不变,其实验结果如表 1 所示

表 1 不同物料量的提取结果

Table 1 Results of extraction for different material quantity

肉桂醛的量 Cinnamaldehyde quantity (g)	加入洗脱水的量 Water quantity (ml)	辐射时间 Radiation time (s)	提取率 Extraction ratio (%)
5	250	15	2.71
10	500	25	2.79
15	750	35	2.77
20	1000	45	2.77

从表 1 可以看出, (1) 提取率 (2.7% ~ 2.8%), 并没有随着处理物料量的增加而下降,与传统的水提 2.3% 的提取率相比,提取率提高 20%; (2) 加大物料投量,微波处理时间(除开始点外)为每增加 5 g 物料,时间增加 10 s,单位处理量所需的功率是一定的,说明在一定预处理时间下,微波功率与处理量成正比关系。

3 结论

(1) 与传统的提取方法相比,微波预处理提取法具有提取时间短、肉桂醛提取率高的优点,并容易实现产业化

(2) 微波预处理提取法提取肉桂皮中的肉桂醛,其最佳工艺条件是用重量 1.2 倍的 75% 乙醇水溶液湿润肉桂皮,然后用 750 W 功率微波处理,处理时间为每增加 5 g 物料时间增加 10 s,最后加入 50 倍热水提取 1 h

参考文献

- 1 庞兆信.肉桂枝叶蒸油过程的出油率和桂油主要组分的浓度变化.广西林业科学,1997,26(1): 18~ 22.
- 2 陈祖洪.桂油生产技术概述.林产化工通讯,1998,(5): 31~ 32.
- 3 肖凯军,李琳等.肉桂的利用及天然精油的开发.中国油脂,2000,25(5): 52~ 54.
- 4 黄森科.肉桂油提取方法研究.漳州师范学院学报,2001,14(4): 59~ 61.
- 5 李嵘,金美芳.微波法提取银杏黄酮甙的新工艺.食品科学,2000,21(2): 39~ 41.
- 6 王威,刘传斌,修志龙.高山红景天苷提取新工艺.中草药,1999,30(11): 824~ 826.

(责任编辑: 邓大玉)

海洋中 CO₂ 含量的变化

主要温室气体 CO₂ 在大气中的浓度自 19 世纪以来一直在上升,这在很大程度上是由于化石燃料燃烧所释放出的 CO₂ 但是,大气中 CO₂ 的年度变化速度与来自化石燃料的排放相比要大得多。这种变化是由于在大气、海洋和生物圈的大 CO₂ 通量之间存在着小的不平衡,更好地了解这种不平衡可增加预测大气中 CO₂ 变化的准确性。从 1989 年 1 月起的 13 年时间对夏威夷周围北太平洋中溶解的有机碳、总碱度和盐度所做的分析,让我们看到海洋碳汇的变化会有多大。由最近的干旱诱发的盐度的升高降低了每年 CO₂ 沉降的力度,说明蒸发模式的区域变化在 CO₂ 的吸收中是一个重要因素。

(摘自《科学时报》,2003 年 8 月 15 日出版)