

不同方法提取组培百里香精油质量及成分的比较分析

徐世千^{1,2}, 李晓东², 张建国^{1*}

(1. 华南农业大学农学院, 广州 510642; 2. 深圳职业技术学院化生学院, 深圳 518055)

摘要: 采用水蒸气蒸馏法、有机溶剂萃取法、CO₂超临界萃取法 3 种提取方法提取组培百里香精油, 比较分析精油得率、精油化学成分以及相对含量, 以期得出最佳提取方法。结果表明: 水蒸气蒸馏法提取的百里香精油得率为 0. 21%, 主要化学成分为: 百里酚 (36. 53%)、间伞花烃 (14. 13%)、松油烯 (8. 09%) 和石竹烯 (4. 14%); 有机溶剂萃取法提取的精油得率为 0. 19%, 主要化学成分为: 1, 2-苯二甲酸-单-2-乙基己基酯 (55. 23%)、百里酚 (8. 73%)、松油烯 (5. 23%); CO₂超临界萃取法提取的精油得率为 0. 27%, 主要化学成分为: 百里酚 (26. 68%)、3-苯基-2-丙烯酸-甲酯 (21. 55%)、间伞花烃 (9. 69%)。从精油得率、精油质量以及精油主要化学成分综合比较 3 种方法, 水蒸气蒸馏法是提取百里香精油的最佳方法。

关键词: 水蒸气蒸馏; 有机溶剂萃取; CO₂超临界萃取; 百里香精油; 质量及成分

中图分类号: Q946. 85

文献标识码: A

文章编号: 2095-0837 (2013)06-0609-07

Comparative Analysis of Essential Oil Quality and Composition from Tissue Culture Seedlings of *Thymus vulgaris* L. Using Different Extraction Methods

XU Shi-Qian^{1,2}, LI Xiao-Dong², ZHANG Jian-Guo^{1*}

(1. College of Agriculture, South China Agriculture University, Guangzhou 510642, China;

2. School of Applied Biological Engineering, Shenzhen Polytechnic, Shenzhen 518055, China)

Abstract: The essential oils of *Thymus vulgaris* were extracted by steam distillation, organic solvent extraction and supercritical CO₂ extraction. The amounts, compositions and relative contents of the essential oils extracted from the three methods were compared. The results showed that the amount of essential oils extracted by steam distillation was 0. 21%, the main chemical components were thymol (36. 53%), benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)- (14. 13%), 1, 4-cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl) (8. 09%), and caryophyllene (4. 14%); the amount of essential oils extracted by organic solvent extraction was 0. 19%, the main components were 1, 2-benzenedicarboxylic acid, mono (2-ethylhexyl) ester (55. 23%), thymol (8. 73%), and 1, 4-cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl) (5. 23%); and the amount of essential oils extracted by supercritical CO₂ extraction was 0. 27%, the main components were thymol (26. 68%), 2-propenoic acid, 3-phenyl-, methyl ester (21. 55%), and benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl) (9. 69%). Based on the quality, major chemical compositions and extraction amount of essential oils, the steam distillation was the best method to extract essential oils from *Thymus vulgaris*.

Key words: Steam distillation; Organic solvent extraction; Supercritical CO₂ extraction; Essential oils of *Thymus*; Quality and composition

收稿日期: 2013-01-07, 修回日期: 2013-04-20。

基金项目: 十二五国家科技支撑计划项目 (2011BAD18B02) 资助; 深圳市重点科技项目 (2109k3070009) 资助。

作者简介: 徐世千 (1986-), 女, 重庆人, 硕士研究生, 研究方向为组织培养及次生代谢产物研究 (E-mail: xsq308@163. com)。

* 通讯作者 (Author for correspondence. E-mail: zhangjg@scau. edu. cn)。

百里香 (*Thymus vulgaris* L.) 属唇形科 (Lamiaceae) 百里香属 (*Thymus*) 植物, 俗称地椒或地花椒^[1], 该属植物在我国有 10 多个种, 主要分布于黄河流域以北, 它是一种重要的芳香和药用植物, 同时也可作为观赏、环保以及蜜源植物^[2]。百里香的花、茎及叶可提取百里香精油, 其精油是一类植物次生代谢物质, 具有强烈的草药及松油味^[3]。百里香精油作为重要的天然香料、天然防腐剂以及天然抗氧化剂, 广泛应用于食品加工、精细化工、日用化妆品以及医药等领域^[4-6]。已有研究报道, 百里香精油是一种安全无毒的生物杀虫剂^[7], 其精油中的酚类成分如百里酚和香芹酚具有强烈的抗真菌活性和高效防腐性, 可以防止血栓形成以及减缓身体器官组织衰老, 具有预防和治疗人类疾病的作用^[8,9], 同时百里香提取物还具有化感作用^[10,11], 有可能开发成为新型的生物除草剂, 最近的研究表明百里酚还具有抗肿瘤作用^[12,13]。随着百里香及其精油的广泛应用, 对百里香的研究不断深入。但是目前国内外关于百里香的报道主要集中在百里香植株快繁以及百里香实生苗精油提取方法及精油化学成分分析鉴定研究, 而关于采用不同的提取方法提取组培百里香精油鲜有报道, 不同提取方法提取的精油在精油得率、精油质量以及精油化学成分等方面存在着一定的差异, 这种差异将导致精油透明度、香气及功效的差异。本研究采用水蒸气蒸馏法、有机溶剂萃取法和 CO₂ 超临界萃取法 3 种提取方法来提取组培百里香精油, 并对 3 种方法提取的精油得率、精油质量以及精油的化学成分和相对含量进行综合比较研究, 以期获得提取百里香精油最适宜的方法, 为百里香精油的合理开发利用以及为其他芳香植物精油的提取方法提供可靠的科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料及主要仪器

材料均为普通百里香 (*Thymus vulgaris* L.) 组培苗, 采用 MS+NAA 0.25 mg/L+6-BA 0.25 mg/L 进行组培继代增殖, 培养温度 (25±1)℃、光照强度 2000~2500 lx、光照周期 12 h/d, 生长 3 个月, 切取百里香全草, 于 23℃ 下阴干, 放入 4℃ 冰

箱储存。

气质联用分析仪 HP6890GC/5975MSD (美国惠普公司), 附 G1701BA-B.0 1.00 ChemStation 软件; 精油提取器; 所用试剂除正己烷为色谱纯外, 其余试剂均为分析纯。

1.2 精油的制备

1.2.1 水蒸气蒸馏法提取百里香精油 (样品 I)

取干样 20~30 g, 粉碎, 置于 1 L 圆底烧瓶中, 以 1:10 (m/V) 的体积加入蒸馏水, 保持微沸 3~4 h, 将精油经正己烷萃取, 保存于 2 mL Agilent 样品瓶中, 放入 4℃ 冰箱中待测。

1.2.2 有机溶剂萃取法提取百里香精油 (样品 II)

取百里香粉末 10 g 加入 100 mL 正己烷, 装入带有磨口塞子的碘量瓶中, 放入转速 150 r/min、温度 18℃ 的摇床上萃取 20 h, 过滤得上清液, 上清液转入旋转蒸发器蒸发掉大部分溶剂, 旋转蒸发器温度设为 32℃, 待蒸馏瓶中溶液剩 2~3 mL 时, 倒出溶液, 用正己烷冲洗蒸馏瓶, 合并正己烷溶液, 然后自然挥发掉溶剂。

1.2.3 CO₂ 超临界萃取法提取百里香精油 (样品 III)

称取 50 g 百里香粉末装入萃取釜, 待制冷装置与萃取釜和分离釜加热装置正常工作后, 打开压缩机加压到工艺条件, 调整 CO₂ 流量, 循环萃取。萃取工艺为: 分离阀 I 压力 10 MPa, 分离温度 50℃; 分离阀 II 压力 5 MPa, 分离温度 50℃; CO₂ 萃取压力 24 MPa, 温度 40℃, 流量 25 L/min, 萃取时间 4 h 后萃取物从分离罐底部放出。

1.3 GC/MS 分析条件

1.3.1 色谱条件

色谱柱: HP-5MS, 5% 苯甲基聚硅氧烷弹性石英毛细管柱 (30 m×0.25 mm×0.25 μm), 进样口温度: 250℃, 程序升温: 初始温度 50℃ (5 min), 以 8℃/min 升温速率升至 150℃ (保持 10 min), 10℃ 升至 250℃ (保持 8 min), 载气: 高纯氦气, 柱前压 8.12 Psi, 流速 1 mL/min, 分流比 37:1。

1.3.2 质谱条件

接口温度: 280℃, 电离方式: EI, 电子能量: 70 eV, 离子源温度 250℃, 四极杆温度 130℃, 调谐方式: 标准调谐, 质量扫描方式: SCAN, 溶剂

延迟：3 min，扫描范围：35~550 amu。

1.4 分析方法

用 HP-5MS 色谱柱对色谱分离条件进行优化，确定最佳的分离条件，然后进行 GC/MS 分析，获得精油的总离子流色谱图(TIC)。利用该仪器所配的 Nist 2008 质谱库进行检索，再对所得的谱图进行人工核对和补充检索，然后用面积归一法测得各组分的百分含量。

2 结果与分析

2.1 精油物理性质的比较

采用水蒸气蒸馏、有机溶剂萃取、CO₂超临界萃取提取的百里香精油得率分别为 0.21%、0.19%、0.27%，其中水蒸气蒸馏提取的百里香精油外观质量较好，呈淡黄色透明状并能完全溶于正己烷；有机溶剂萃取的百里香精油外观质量也较好，呈金黄色透明状；而 CO₂超临界萃取的百里香精油不能完全溶于正己烷，含有部分橘红色的不溶物(表 1)。

2.2 精油化学成分的比较

采用气质联用色谱仪(GC-MS)分析 3 种提取方法的样品精油，总共分离出 58 个化合物(表 2)。由表 2 可见，不同提取方法对百里香精油的化学成分以及相对含量有较大的影响。从化学成分数量来看，水蒸气蒸馏法提取出 37 种，有机溶剂萃取法提取出 20 种，CO₂超临界萃取法萃取提取出 20 种。从化学成分种类来看，3 种提取方法的精油主要由萜类化合物、芳香族化合物、烷烃、小分子有机酸(醇)组成，但不同的提取方法其精油的化合物组成存在一定的差异。从主要化学成分来看，水蒸气蒸馏法提取的精油中含量最大的 4 个化学成分依次为百里酚(36.53%)、间伞花烃(14.13%)、松油烯

(8.09%)和石竹烯(4.14%)；有机溶剂萃取的百里香精油的主要化学成分依次为 1,2-苯二甲酸-单-2-乙基己基酯(55.22%)、百里酚(8.73%)、松油烯(5.23%)、2-甲氧基-苯酚(4.05%)、醋酸百里酚酯(3.96%)；CO₂超临界萃取法萃取的百里香精油的主要化学成分为百里酚(26.68%)、3-苯基-2-丙烯酸-甲酯(21.55%)、间伞花烃(9.69%)、正十六酸(3.06%)和角鲨烯(3.04%)。以上结果表明，3 种提取方法提取的精油的主要化学成分表现出一定的差异，含量最大的 4 种成分中都有百里酚，而百里酚是百里香精油的主要成分之一。

3 讨论

目前，植物精油的提取方法主要有水蒸气蒸馏、溶剂萃取、超临界 CO₂萃取、吸收法和压榨法等^[14-16]。不同的提取方法对精油的成分组成和含量影响较大，而水蒸气蒸馏是目前提取芳香植物精油普遍采用的方法。近年来，国内很多学者如樊明涛^[17]、孙晓彦等^[18]、张海英等^[19]均对水蒸气蒸馏法提取百里香精油进行了研究；张好^[20]采用水蒸气蒸馏法提取了东北百里香、兴凯百里香、兴安百里香、显脉百里香 4 个种的精油，并比较分析了其精油成分和含量的差异；贾红丽等^[21]利用水蒸气蒸馏法提取了新疆拟百里香(*Thymus Proximus* Serg.)精油并采用 GC-MS 对精油的化学成分进行了分离鉴定，其精油得率为 0.16%，主要成分为百里酚、p-聚伞花素、γ-松油烯、石竹烯。本研究为了筛选出最佳提取百里香精油的方法，采用了水蒸气蒸馏法、有机溶剂萃取法和 CO₂超临界萃取法 3 种提取方法，结果显示：采用水蒸气蒸馏法提取组培百里香精油，其提取率为 0.21%，主要化学成分为百里酚(36.53%)、间伞花烃(14.13%)、

表 1 3 种提取方法对百里香精油物理性质的比较
Table 1 The physical properties of the essential oil extracted by three extraction methods

方法 Methods	提取率(%) Extraction ratio	外观 Appearance	正己烷溶解性 n-hexane solubility
水蒸气蒸馏法(Ⅰ) Steam distillation	0.21	淡黄色透明 Light yellow transparent	全部溶解 Completely dissolved
有机溶剂萃取法(Ⅱ) Organic solvent extraction	0.19	金黄色透明 Golden yellow transparent	全部溶解 Completely dissolved
CO ₂ 超临界萃取法(Ⅲ) Supercritical CO ₂ extraction	0.27	淡黄色略带微红色 Light yellow with reddish	具有部分不溶物 Partly dissolved

表 2 3 种方法萃取的百里香精油的化学成分
Table 2 Components of essential oil extracted from three extraction methods

序号 No.	化合物名称 Compound name	分子式 Molecular formula	相对百分含量 Relative content (%)		
			I	II	III
1	2-甲基-5-(1-异丙基)-双环[3.1.0]2-己烯 Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene,2-methyl-5-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₆	0.301	—	—
2	1R- α -蒎烯 1S- α . -Pinene	C ₁₀ H ₁₆	0.234	1.221	—
3	蒎烯 Camphene	C ₁₀ H ₁₆	0.317	—	—
4	甘油 Glycerin	C ₃ H ₈ O ₃	—	—	1.434
5	蘑菇醇 1-Octen-3-ol	C ₈ H ₁₆ O	0.637	—	—
6	正己酸 Hexanoic acid	C ₆ H ₁₂ O ₂	—	—	2.338
7	β -蒎烯 beta-Pinene	C ₁₀ H ₁₆	1.384	—	—
8	3-辛醇 3-Octanol	C ₈ H ₁₈ O	0.173	—	—
9	(+)-4-萜烯 (+)-4-Carene	C ₁₀ H ₁₆	1.062	0.551	—
10	间伞花烃 Benzene,1-methyl-3-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₄	14.13	3.691	9.691
11	柠檬烯 Limonene	C ₁₀ H ₁₆	0.285	0.843	—
12	桉叶醇 Eucalyptol	C ₁₀ H ₁₈ O	0.535	—	—
13	松油烯 1,4-Cyclohexadiene,1-methyl-4-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₆	8.094	5.227	—
14	松油醇 Terpineol,cis-beta-	C ₁₀ H ₁₈ O	0.97	—	1.014
15	庚酸 Heptanoic acid	C ₇ H ₁₄ O ₂	—	—	1.087
16	2-甲氧基-苯酚 Phenol,2-methoxy-	C ₇ H ₈ O ₂	—	4.046	1.479
17	3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇 1,6-Octadien-3-ol,3,7-dimethyl-	C ₁₀ H ₁₈ O	2.217	—	1.311
18	樟脑 Camphor	C ₁₀ H ₁₆ O	0.856	—	1
19	龙脑 Borneol	C ₁₀ H ₁₈ O	2.179	1.3	2.521
20	(R)-4-甲基-1-(1-异丙基)-3-环己烯-1-醇 3-Cyclohexen-1-ol,4-methyl-1-(1-methylethyl)-,(R)-	C ₁₀ H ₁₈ O	0.768	—	—
21	$\alpha,\alpha,4$ -三甲基-3-环己烯-1-醇 3-Cyclohexene-1-methanol, $\alpha,\alpha,4$ -trimethyl-	C ₁₀ H ₁₈ O	0.29	—	—
22	2-甲氧基-4-甲基-1-(1-异丙基)-苯 Benzene,2-methoxy-4-methyl-1-(1-methylethyl)-	C ₁₁ H ₁₆ O	2.22	1.668	0.993
23	1-甲氧基-4-甲基-2-(1-异丙基)-苯 Benzene,1-methoxy-4-methyl-2-(1-methylethyl)-	C ₁₁ H ₁₆ O	3.351	—	—
24	(Z)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯醛 2,6-Octadienal,3,7-dimethyl-,(Z)-	C ₁₀ H ₁₆ O	4.4	—	—
25	1-乙基-2,4-二甲基-苯 Benzene,1-ethyl-2,4-dimethyl-	C ₁₀ H ₁₄	—	—	1.121
26	3,7-二甲基-2,6-辛二烯醛 2,6-Octadienal,3,7-dimethyl-	C ₁₀ H ₁₆ O	5.208	—	—
27	百里酚 Thymol	C ₁₀ H ₁₄ O	36.53	8.731	26.682
28	异百里酚 Phenol,2-methyl-5-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₄ O	2.566	3.828	2.622
29	醋酸百里酚酯 Phenol,5-methyl-2-(1-methylethyl)-,acetate	C ₁₂ H ₁₆ O ₂	0.596	3.96	—
30	丁香酚 Eugenol	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.33	—	—
31	3-苯基-2-丙烯酸-甲酯 2-Propenoic acid,3-phenyl-,methyl ester	C ₁₀ H ₁₀ O ₂	—	—	21.546
32	1-甲基-1-乙烯基-2,4-二异丙基环己烷(榄香烯) Cyclohexane,1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-,[1S-(1. α ,2. β ,4. β)]-	C ₁₅ H ₂₄	0.215	—	—
33	石竹烯 Caryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	4.14	1.487	2.257
34	1,2,4a,5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-(1-异丙基)-萘 Naphthalene,1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-	C ₁₅ H ₂₄	0.264	—	—
35	[s-(E,E)]-1-甲基-5-亚甲基-8-(1-异丙基)-1,6-环癸二烯 1,6-Cyclodecadiene,1-methyl-5-methylene-8-(1-methylethyl)-,[s-(E,E)]-	C ₁₅ H ₂₄	1.042	—	—
36	[1aR-(1a. $\alpha,4a,4a,\beta,7b,\alpha$)]-1a,2,3,4,4a,5,6,7b-十氢化-1,1,4,7-四甲基-1H-环丙烯并[e]莰 1H-Cycloprop[e]azulene,1a,2,3,4,4a,5,6,7b-octahydro-1,1,4,7-tetramethyl-,[1aR-(1a. $\alpha,4a,4a,\beta,7b,\alpha$)]-	C ₁₅ H ₂₄	0.256	—	—

续表 2

序号 No.	化合物名称 Compound name	分子式 Molecular formula	相对百分含量 Relative content (%)		
			I	II	III
37	1,2,4a,5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-(1-异丙基)-萜 Naphthalene, 1,2,4a,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-	C ₁₅ H ₂₄	0.345	—	—
38	(1S-cis)-1,2,3,5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-(1-异丙基)-萜 Naphthalene, 1,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-, (1S-cis)-	C ₁₅ H ₂₄	0.515	—	—
39	1-氢-1,7-二甲基-4-异丙基-2,7-环癸二烯 1-Hydroxy-1,7-dimethyl-4-isopropyl-2,7-cyclodecadiene	C ₁₅ H ₂₆ O	0.322	—	—
40	氧化石竹烯 Caryophyllene oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	1.069	—	—
41	硒乙酸甲酯 Methylselenoacetate	C ₃ H ₆ OSe	—	—	1.335
42	1,2,3,4,4a,5,6,7-八氢-a,a,4a,8-四甲基-2-萘甲醇 2-Naphthalenemethanol, 1,2,3,4,4a,5,6,7-octahydro-alpha, alpha,4a,8-tetramethyl-, (2R-cis)-	C ₁₅ H ₂₆ O	1.005	—	—
43	(+)-Epi-双环倍半水芹烯 (+)-Epi-bicyclosesquiphellandrene	C ₁₅ H ₂₄	0.384	—	—
44	α-杜松醇 α-Cadinol	C ₁₅ H ₂₆ O	0.386	—	—
45	3-(4-羟基-3-甲氧基苯基)-2-丙烯酸-甲酯 2-Propenoic acid, 3-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-, methyl ester	C ₁₁ H ₁₂ O ₄	—	—	1.163
46	邻苯二甲酸二丁酯 Dibutyl phthalate	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	0.172	0.926	—
47	正十六酸 n-Hexadecanoic acid	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	—	2.223	3.056
48	叶绿醇 Phytol	C ₂₀ H ₄₀ O	0.253	0.984	—
49	1-五十七醇 1-Heptatriacotanol	C ₃₇ H ₇₆ O	—	—	1.19
50	(Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸 9,12-Octadecadienoic acid(Z,Z)-	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	—	1.494	2.864
51	(Z,Z,Z)-9,12,15-十八碳三烯酸 9,12,15-Octadecatrienoic acid,(Z,Z,Z)-	C ₁₈ H ₃₀ O ₂	—	2.896	—
52	7-十五碳炔 7-Pentadecyne	C ₁₅ H ₂₈	—	1.279	—
53	角鲨烯 Squalene	C ₃₀ H ₅₀	—	—	3.045
54	2,2'-亚甲基双-6-(1,1-二甲基乙基)-4-甲基-苯酚 Phenol, 2,2'-methylenebis[6-(1,1-dimethylethyl)-4-methyl-	C ₂₃ H ₃₂ O ₂	—	2.165	—
55	2-环丙基-2-甲基-N-(1-环丙基乙基)-1,2-环丙烷甲酰胺 Cyclopropane carboxamide, 2-cyclopropyl-2-methyl-N-(1-cyclopropylethyl)-	C ₁₃ H ₂₁ NO	—	0.404	—
56	1,2-苯二甲酸-单-2-乙基己基酯 1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	—	55.22	—
57	待定 unknow		—	—	2.619
58	待定 unknow		—	—	3.936

注：Ⅰ. 水蒸气蒸馏；Ⅱ. 有机溶剂萃取；Ⅲ. CO₂超临界萃取；“—”表示未检测到。
Notes: I. Ssteam distillation; II. Organic solvent extraction; III. Supercritical CO₂ extraction; “—”indicates not detected.

松油烯(8.09%)和石竹烯(4.14%)，与大多数关于百里香精油的报道相比，其精油得率偏高，主要化学成分保持一致。

有机溶剂萃取是利用低沸点的有机溶剂如乙醚、正己烷等对芳香材料作选择性的萃取，萃取液于低温下挥发掉溶剂，有选择地提取精油成分，溶剂萃取法简便易行，但萃取的化合物种类较少并且有溶剂残留^[22]，因此应用不如水蒸气蒸馏法普遍。本实验也发现，水蒸气蒸馏法提取的百里香精油出峰 37 个，有机溶剂萃取法的百里香精油出峰仅为

20 个，并且其主要化学成分发生了较大的变化，其精油中含量最多的成分为 1, 2-苯二甲酸-单-2-乙基己基酯(55.216%)、其次才为百里酚(8.731%)，这可能是由于有机溶剂与精油中的某些成分发生了化学反应，一方面破坏了某些成分，另一方面合成了新的化合物。

超临界 CO₂ 萃取法则是一种集提取、分离、浓缩为一体的新技术，其工艺简单，选择性强，萃取效率高，无溶剂残留，温度低而有利于保护有效成分的活性^[23]。王娣等^[24]研究了超临界 CO₂ 萃取

百里香精油的提取分离技术,并应用正交实验优化出较佳的参数:CO₂萃取压力:25 MPa;温度:40℃;时间:4 h;流量:25 L/min,其提取精油的出油率高达4.22%。本实验显示,CO₂超临界萃取法萃取的百里香精油得率高于其他两种方法,但精油中的杂质也较多,含有部分不溶于正己烷的油状物质,这些油状物质可能是脂肪、脂肪油或其他类似物质,而这些可能的脂肪类物质在放置过程中容易产生酸败现象,因此不利于精油的储藏;另一方面,CO₂超临界萃取设备一次性投入大,生产成本低。

从精油得率来看,CO₂超临界萃取法精油得率最高为0.27%,但精油质量不高,不利于进一步的综合利用,同时生产成本低;有机溶剂萃取法出峰较少,精油得率偏低;水蒸气蒸馏法精油得率为0.21%,精油质量高,杂质少。三种提取方法提取的精油均含有百里香精油的主要化学成分百里酚,这与大多数关于百里香精油的化学成分相一致^[17-21],但水蒸气蒸馏法提取的百里酚的含量高达36.53%,比有机溶剂萃取法(8.73%)和CO₂超临界萃取法(26.68%)分别提高了318.39%和36.91%,因此,水蒸气蒸馏法能较好地提取并保留百里香的化学成分。综上所述,从生产成本、精油得率、精油质量以及精油主要化学成分综合比较三种方法,水蒸气蒸馏法是提取百里香精油的最佳方法。

参考文献:

[1] 敏丽,郝凤霞,韩军.宁夏固原百里香精油化学成分的GC-MS研究[J].宁夏大学学报:自然科学版,2004,25(4):353-355.

[2] 张继,田玉汝,刘忠旺,王凤霞.百里香属植物研究进展[J].北方园艺,2010(1):226-228.

[3] 姚蕾,张少艾.芳香植物[M].上海:上海教育出版社,2002:15-22,60-61.

[4] Grosso C, Figueiredo A C, Burillo J, Mainar A M, Urieta J S, Barroso J G, Coelho J A, Palavra A M. Composition and antioxidant activity of *Thymus vulgaris* volatiles: Comparison between supercritical fluid extraction and hydrodistillation [J]. *J Sep Sci*, 2010, 33: 2211-2218.

[5] Lopez-Reyes J G, Spadaro D, Gullino M L, Gari-

baldi A. Efficacy of plant essential oils on postharvest control of rot caused by fungi on four cultivars of apples *in vivo* [J]. *Flavour Fragr J*, 2010, 25: 171-177.

[6] Dawidowicz A L, Rado E, Wianowska D. Static and dynamic superheated water extraction of essential oil components from *Thymus vulgaris* L. [J]. *J Sep Sci*, 2009, 32: 3034-3042.

[7] Arslan M, Dervis S. Antifungal activity of essential oils against three vegetative compatibility groups of *Verticillium dahliae* [J]. *World J Microbiol Biotechnol*, 2010, 26: 1813-1821.

[8] Segvic K M, Kosalec I, Mastelic J, Piecková E, Pepeljnak S. Antifungal activity of thyme (*Thymus vulgaris* L.) essential oil and thymol against moulds from damp dwellings [J]. *Lett Appl Microbiol*, 2007, 44(1): 36-42.

[9] Pavela R, Vrchotová N, Trška J. Mosquitocidal activities of thyme oils (*Thymus vulgaris* L.) against *Culex quinquefasciatus* (Diptera: Culicidae) [J]. *Parasitol Res*, 2009, 105: 1365-1370.

[10] 张燕. 亚洲百里香对杂草化感作用的研究 [D]. 呼和浩特: 内蒙古农业大学, 2008.

[11] 张秀珍. 东北百里香组织培养再生体系的建立及化感作用研究 [D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2010.

[12] 殷清华, 庄英帆, 严奉祥. 百里香酚的抗肿瘤作用 [J]. 现代生物医学进展, 2010, 10(11): 2073-2075.

[13] Medina-Holguin A L, Holguin F O, Micheletto S, Goehle S, Simon J A, O'Connell M A. Chemotypic variation of essential oils in the medicinal plant, *Anemopsis californica* [J]. *Phytochemistry*, 2008, 69(4): 919-927.

[14] 瞿新华. 植物精油提取与分离技术 [J]. 安徽农业科学, 2007, 35(32): 10194-10195.

[15] 孙鹏, 刘文文. 植物精油提取和应用的研究进展 [J]. 甘肃科技, 2007, 23(5): 104-141.

[16] 赵华, 张金生, 李丽华. 植物精油提取技术的研究进展 [J]. 辽宁石油化工大学学报, 2006, 26(4): 137-138.

[17] 樊明涛, 陈锦屏. 采收时间对百里香芳香油产量和化学成分的影响研究 [J]. 西北植物学报, 2002, 22(6): 1451-1456.

[18] 孙晓彦, 杜广明, 赵波, 朱军涛. 百里香精油提取

工艺研究[J]. 安徽农业科学, 2006, 34(21): 5660-5668.

[19] 张海英, 李伟. 正交法优化异株百里香精油提取及 β -环糊精包合工艺研究[J]. 中药材, 2010, 33(12): 1942-1943.

[20] 张妤. 百里香精油成分含量及组分的比较研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2007.

[21] 贾红丽, 张丕鸿, 计巧灵, 朱国丽, 王雪华. 新疆阿勒泰百里香精油化学成分 GC-MS 分析及抗氧化活性测定[J]. 食品科学, 2009, 30(4): 224-229.

[22] 涂正顺, 李华, 李嘉瑞, 李可昌, 卢家灿. 猕猴桃品种间果香成分的 GC/MS 分析[J]. 西北农林科技大学学报: 自然科学版, 2002, 30(2): 96-97.

[23] 邢洁, 张典瑞, 张学顺, 高磊. 超临界流体萃取-柱色谱联用制备冬凌草甲壳素新工艺的研究[J]. 中国药学杂志, 2005, 40(23): 1804-1807.

[24] 王娣, 王家良. 利用超临界流体萃取制备百里香精油的工艺研究[J]. 中国调味品, 2007(8): 45-47.

(责任编辑: 王豫鄂)