

# 泰国罗勒挥发油的提取工艺优化、组成分析及感官评价

马晓静<sup>1,2\*</sup>, 韩建<sup>1</sup>, 王彤<sup>1</sup>, 姜荣悦<sup>1</sup>, 王淮<sup>1,2</sup>, 王献<sup>3</sup>, 姚日生<sup>1,2</sup>

(1. 合肥工业大学食品与生物工程学院, 安徽合肥 230009) (2. 合肥工业大学农产品生物化工教育部工程研究中心, 安徽合肥 230009) (3. 悦康药业集团, 安徽天然制药有限公司, 安徽阜阳 236033)

**摘要:** 该研究考察 SO<sub>3</sub> 微热爆 (SO<sub>3</sub> Micro-Thermal Explosion, STEX) 预处理辅助提取泰国罗勒挥发油的工艺, 并对所得挥发油化学成分和香气轮廓进行比较分析。结果表明: 阴干和 SD (水上蒸馏) 法是最优的干燥方式和提取方法; STEX 预处理的最佳工艺为 SO<sub>3</sub> 与干物质质量比 1:3、预处理温度 50 °C、预处理时间 30 min, 此条件下挥发油得率为 0.56%, 相比于 SD 法和 WD (水中蒸馏) 法分别提高了 41.41% 和 90.48%; 放大验证实验中挥发油得率可进一步提高至 0.60%; 扫描电镜观察发现 STEX 预处理后的罗勒表面微观结构发生明显改变, 表面皱缩严重, 气孔扩张明显; 元素和红外分析结果显示, STEX 预处理会显著提高罗勒 S 元素含量 ( $p < 0.05$ ), 但不影响其化学官能团构成; 经 GC-MS 鉴定, WD、SD 和 STEX-SD 来源的挥发油均以甲基胡椒酚和甲基丁香酚为主, 其中, STEX-SD 来源的挥发油可鉴定化合物 31 种, 种类最多; 感官评价结果表明, 三种挥发油均以茴香和柠檬香为主, 但 STEX-SD 来源的挥发油具有更明显的香气。STEX 可作为一种预处理方法用于提高罗勒等芳香性植物挥发油的得率和香气品质。

**关键词:** 泰国罗勒; 挥发油; SO<sub>3</sub> 微热爆预处理; 气质联用; 感官评价

文章编号: 1673-9078(2022)12-309-317

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2022.12.0088

## Extraction Process Optimization, Composition Analysis and Sensory

## Evaluation of Volatile Oil from

## Thai Basil (*Ocimum basilicum* var. *thyrsiflora*)

MA Xiaojing<sup>1,2\*</sup>, HAN Jian<sup>1</sup>, WANG Tong<sup>1</sup>, JIANG Rongyue<sup>1</sup>, WANG Huai<sup>1,2</sup>, WANG Xian<sup>3</sup>, YAO Risheng<sup>1,2</sup>

(1. School of Food and Biological Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China) (2. Engineering Research Center of Bio-process, Ministry of Education, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

(3. Yuekang Pharmaceutical Group, Anhui Nature Pharmaceutical Co. Ltd., Fuyang 236033, China)

**Abstract:** In this study, the SO<sub>3</sub> micro-thermal explosion (STEX) pretreatment-assisted extraction process for the volatile oil from Thai basil (*Ocimum basilicum* var. *thyrsiflora*) was investigated. The chemical composition and aroma profile of the obtained volatile oil were also analyzed. The results showed that shade-drying and steam distillation (SD) were the best drying method and extraction method. The optimum conditions of STEX were: SO<sub>3</sub> to dry matter mass ratio, 1:3; pretreatment temperature, 50 °C; pretreatment time, 30 min. The yield of volatile oil under such conditions was 0.56%, which was 46.41% and 90.48% higher than those of SD and water distillation (WD), respectively. The yield of volatile oil could be further increased to 0.60% in the scale-up validation experiment. Scanning electron microscopic examinations revealed that the microstructure of the STEX-pretreated Thai basil biomass was altered significantly, with severe surface wrinkling and significant stomatal expansion. The results of elemental and IR analyses revealed that the STEX pretreatment increased significantly the sulfur content in the Thai basil biomass without influencing the composition of chemical functional groups. GC-MS analysis revealed that methyl chavicol and methyl eugenol were the main components of the three volatile oils obtained from the basil biomass subjected to WD, SD and STEX-SD, among

引文格式:

马晓静, 韩建, 王彤, 等. 泰国罗勒挥发油的提取工艺优化、组成分析及感官评价[J]. 现代食品科技, 2022, 38(12): 309-317

MA Xiaojing, HAN Jian, WANG Tong, et al. Extraction process optimization, composition analysis and sensory evaluation of volatile oil from Thai basil (*Ocimum basilicum* var. *thyrsiflora*) [J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(12): 309-317

收稿日期: 2022-01-24

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项资金 (JZ2021HG7B0114); 企业委托 (W2020JSKF0603); 安徽省重点研究与开发计划 (202004a06020041)

作者简介: 马晓静 (1985-), 女, 博士, 副教授, 研究方向: 生物制药, E-mail: maxj@hfut.edu.cn

which, the volatile oil obtained by STEX-SD had the highest number of identified compounds (31 species). The sensory evaluation showed that fennel- and lemon-like notes were the main aromas of the three essential oils, with the aroma of the essential oil obtained by STEX-SD being more obvious. STEX can be used as an efficient pretreatment method to improve the yield and aroma quality of the volatile oils from aromatic plants such as basil.

**Key words:** Thai basil (*Ocimum basilicum* var. *thyrsiflora*); volatile oil; SO<sub>3</sub> micro-thermal explosion pretreatment; GC-MS; sensory evaluation

罗勒 (*Ocimum basilicum*) 为一年生唇形科罗勒属药食两用芳草植物<sup>[1]</sup>。罗勒属植物在全世界约有 100~150 种, 广泛分布于非洲和亚洲等地区<sup>[2]</sup>。罗勒的全草均可入药, 分布于茎、叶、花穗的芳香性挥发油是其主要的药效成分, 具有抗氧化、抗炎镇痛、抗腹泻、抗过敏和抗菌等药理作用<sup>[3,4]</sup>。泰国罗勒 (*Ocimum basilicum* var. *thyrsiflorum*) 是原生于东南亚的一种罗勒变种, 因其独特的茴香和辛辣味道被广泛使用于东南亚料理及欧洲餐食中<sup>[5]</sup>。泰国罗勒的独特感官属性归功于特定的挥发油成分, 甲基胡椒酚、甲基丁香酚、 $\alpha$ -蒎烯、桉叶油醇、柠檬烯、罗勒烯、萜品油烯、芳樟醇等均是泰国罗勒的气味活性化合物<sup>[6-8]</sup>。研究还表明高的甲基胡椒酚含量与低比例的其它气味活性化合物的组合可使泰国罗勒具有更新鲜和强烈的香气, 是体现其高品质的重要指标<sup>[6]</sup>。

芳草植物材料的保存技术和挥发油的提取工艺是影响挥发油得率和品质的关键因素。热干燥是最常用的干燥保存方法, 另外还有冷冻干燥、对流干燥及微波干燥等。但这些方法不可避免的会导致芳草植物挥发性成分的含量和种类发生变化, 因此芳草植物的最佳干燥方法只能通过评估挥发油得率或特定挥发性成分的回收率来选择<sup>[9,10]</sup>。在提取工艺方面, 水中蒸馏法、水蒸汽蒸馏法、超临界流体萃取法、有机溶剂萃取法等均可用于芳草植物挥发性成分的提取。其中, 有机溶剂萃取法具有萃取得率高、成分安全等优点, 但挥发油中易有溶剂残留。超临界流体萃取法具有处理温度低、提取率高等优势, 但设备较贵。传统水蒸气蒸馏法及水中蒸馏法以设备简单、易操作、无试剂污染等优点得到广泛应用。

对原料进行预处理也能在一定程度上提高挥发油得率, 常采用的预处理方法有机械粉碎法、浸泡法、微波辅助法、超声波法和酶预处理等<sup>[11-14]</sup>, 其原理又有所区别。对原料进行预处理也能在一定程度上提高挥发油得率, 常采用的预处理方法有机械粉碎法、浸泡法、微波辅助法、超声波法和酶预处理等, 其原理又有所区别。Thien 等人<sup>[15]</sup>采用了微波辅助水蒸气蒸馏法 (MAHD) 提取越南罗勒精油。结果显示, 采用优化后采用 MAHD 法可使罗勒精油得率达到 0.6%。这种提

高效率被归因于微波能量可对油腺细胞壁内部施加压力, 从而更有利于罗勒内部结构所含精油的有效浸出。艾薇等<sup>[16]</sup>采用微波辅助提取罗勒 (*Ocimum basilicum* Linn) 精油时还发现使用  $m=4\%$  NaCl 溶液浸泡 6 h 可以进一步提高罗勒精油的得率, 最优条件下罗勒精油的得率达到 0.38%。为了制备获得芳香化橄榄油, Chemat 等<sup>[17]</sup>使用超声波辅助技术将罗勒 (*Ocimum basilicum* L.) 中的精油提取到橄榄油中。这种工艺可以在短短几分钟内获得芳香化橄榄油, 大大缩短了芳香化的时间。主要原因是超声波产生的、射向罗勒植物表面的精油腺体的微射流导致了腺体的爆炸, 从而促进了精油释放到周围介质中。

SO<sub>3</sub> 微热爆 (SO<sub>3</sub> Micro-Thermal Explosion, STEX) 预处理技术是一种木质纤维素材料的预处理技术, 最早被用于去除秸秆中的木质素, 促进纤维素酶的酶解糖化。其作用原理是通过诱导 SO<sub>3</sub> 与结合水发生原位热爆破作用以打破生物质表层的刚性结构并形成孔洞和缝隙, 同时通过和木质素上酚羟基发生酯化反应, 使木质素分解为小片段, 帮助水进入植物内部组织从而更有利于物质的提取<sup>[18]</sup>。STEX 具有反应条件温和、设备要求低、可用于热敏生物质的预处理等优点, 目前已被用于秸秆生物质的综合利用和中草药有效成分提取, 如丹皮酚等的提取领域<sup>[19,20]</sup>。考虑到挥发油的易挥发性和热不稳定性, 采用 STEX 对泰国罗勒进行预处理时, 需先对 SO<sub>3</sub> 用量、预处理时间和温度等参数进行优化。

近年来, 对罗勒挥发油的研究大多集中在甜罗勒 (*Ocimum basilicum* L.) 挥发油的提取工艺比较及挥发性成分分析方面, 缺乏评估干燥方法、提取方式、预处理技术对挥发油得率、香气质量及感官香气影响的报告。对于知名度在不断提高的泰国罗勒更是如此。基于此, 本文在确定泰国罗勒干燥方式和挥发油提取方法的基础上, 首先优化并确定了 STEX 预处理的关键参数对挥发油提取率的影响; 随后比较了 STEX 预处理前后泰国罗勒叶片组织的微观结构、元素组成和官能团组成的变化; 最后利用 GC-MS 分析了 STEX 预处理对所得挥发油的化学组成的影响, 并结合感官评定确定了不同挥发油的感官香气轮廓, 以期通过开展上述

研究能在提高挥发油得率的同时, 满足消费者对挥发油品质的要求, 为泰国罗勒的综合利用提供参考依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 原料与试剂

原料为新鲜泰国罗勒 (*Ocimum basilicum* var. *thyrsiflora*), 2021年4月至6月购买于连云港中恒生态农业有限公司。Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, 江苏强盛功能化学股份有限公司;  $\phi=98\%$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 昆山金城试剂有限公司; P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 上海泰坦科技股份有限公司, 其余试剂均购自国药集团化学试剂有限公司。所用试剂均为分析纯。

### 1.2 主要仪器设备

JY 009 纯露机, 丽水市一鼎坊蒸馏设备; 101 A-3 鼓风干燥箱, 上海实验仪器厂; JSM-6490LV 扫描电子显微镜, 日本电子制造有限公司; Vario EL III 元素分析仪, 德国 Elementar 公司; Nicolet iS5 傅立叶变换红外光谱仪, 美国热电尼高力公司; Agilent 8890-7000D 气相色谱质谱联用仪, 美国安捷伦科技公司。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 泰国罗勒的干燥

取新鲜泰国罗勒全草各 5.0 kg, 采用阴干、40 °C 热烘干和 60 °C 热烘干的方式进行干燥处理, 待重量再无变化后停止干燥, 测定含水率后封入保鲜袋备用。其中, 阴干是将新鲜泰国罗勒置于自然通风且无阳光直射的房间中持续干燥 168 h; 40 °C 热烘干和 60 °C 热烘干是将新鲜泰国罗勒分别置于温度为 40 °C 或 60 °C 烘箱中干燥 44 h 或 24 h。

#### 1.3.2 泰国罗勒挥发油的提取

使用 JY 009 纯露机, 采用水中蒸馏 (Water Distillation, WD) 和水上蒸馏 (Steam Distillation, SD) 两种方式提取泰国罗勒挥发油。精油分离管收集挥发油, 无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥, 4 °C 避光保存备用。

$$C = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

C——挥发油得率, %;

$m_1$ ——挥发油质量, g;

$m_0$ ——罗勒干物质质量, g;

WD 法提取挥发油准确称取新鲜泰国罗勒 200 g, 阴干、40 °C 热烘干和 60 °C 热烘干的泰国罗勒各 30 g 置于纯露机中, 按 1:20 ( $m/V$ ) 加入蒸馏水, 与水共沸连续提取 1 h, 收集淡黄色泰国罗勒挥发油, 并计算挥

发油得率。每组实验重复 3 次。

SD 法提取挥发油准确称取新鲜泰国罗勒 200 g, 阴干、40 °C 热烘干和 60 °C 热烘干的泰国罗勒各 30 g 置于纯露机的蒸架上, 隔水蒸馏连续提取 1 h, 收集淡黄色泰国罗勒挥发油, 并计算挥发油得率。每组实验重复 3 次。

#### 1.3.3 SO<sub>3</sub> 微热爆预处理 (SO<sub>3</sub> Micro-Thermal Explosion, STEX)

准确称取阴干泰国罗勒 30 g, 与 CaO 颗粒相互层叠后置于不同量的 SO<sub>3</sub> 气体中 (SO<sub>3</sub> 气体由 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 与浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 反应制得), 在常压和不同温度下进行不同程度的 SO<sub>3</sub> 微热爆反应。反应结束后, 收集预处理后的泰国罗勒, 联合 SD 法提取罗勒挥发油, 并计算挥发油得率。每组实验重复 3 次。以泰国罗勒挥发油得率为指标, 分别考察预处理时 SO<sub>3</sub> 与罗勒质量比 (1:5、1:4、1:3、1:2、1:1)、预处理温度 (40、45、50、55、60 °C) 和预处理时间 (20、30、40、50、60 min) 对挥发油得率的影响, 确定最优预处理工艺参数。

#### 1.3.4 泰国罗勒表面微观结构的扫描电镜观察

采用扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscopes, SEM) 观察新鲜、40 °C 热烘干以及 STEX 预处理前后阴干的泰国罗勒样品的表面微观结构。将罗勒样品剪成大小适宜的块状, 粘贴于铜平台的导电胶上, 将平台置于喷金室进行喷金使样品具有导电性, 喷金后的平台置于观察室内, 此时设备加速电压为 2 kV。

#### 1.3.5 泰国罗勒的元素组成分析

取 STEX 预处理前后的阴干泰国罗勒样品, 粉碎并过 80 目筛后放入离心管中, 使用 Vario EL III 元素分析仪分析两种样品中 C、H、N、S 元素的含量。

#### 1.3.6 泰国罗勒的红外光谱分析

取 STEX 预处理前后的阴干泰国罗勒样品, 粉碎并过 80 目筛后放入离心管中, 采用 KBr 压片法制膜, 进行红外光谱分析, 扫描范围 4 000~500 cm<sup>-1</sup>。具体操作: 取颗粒状 KBr, 经研磨后制成透明且无损的空白压片, 取微量待测样品粉末与 KBr 混匀制成样品压片, 测试前用空白背景峰进行修正。

#### 1.3.7 泰国罗勒挥发油的 GC-MS 分析

使用 GC-MS 分析不同提取工艺下所得挥发油 (WD、SD、STEX-SD) 的化学组成。用 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 将挥发油稀释 500 倍后进样, 气相色谱条件: Rtx-5 MS 石英毛细管柱 (30 m×0.25 mm, 0.25  $\mu$ m)。升温程序: 初始温度 40 °C, 保持 0 min, 以 5 °C/min 速度升至 230 °C 并保持 10 min。载气为 He, 流速为 1 mL/min, 分流比 20:1。质谱条件: EI 电离源, 电子轰击能量为 70 eV, 接口温度 280 °C, 扫描质量范围 45~350  $m/z$ ,

溶剂延迟时间 3 min。使用峰面积归一化法计算挥发油中各成分的相对含量,使用 Willey 和 NIST 谱库检索并结合文献对挥发油中各成分进行比较、匹配和定性。

### 1.3.8 泰国罗勒挥发油的感官评价

泰国罗勒挥发油的感官评价参照文献报道的评定法进行<sup>[21,22]</sup>。选取 10 位前期经过培训的感官审评人员(女性和男性各 5 位,年龄在 24~45 岁)为评价主体。将泰国罗勒挥发油样品编码后根据挥发油香韵的十种属性(茴香、辛香、酯香、干草味、柠檬香、土味、花香、木香、青香和甜香)来描述香气。每组 3 个平行样品,将辨香纸浸入罗勒挥发油样品中 1 cm,瓶口刮掉多余的料液后在距离鼻子 2 cm 处进行感官评析。采用 10 分制描述性分析法进行评价,分值越高,香气嗅闻强度越大,未嗅闻到 0 分、香气较弱 3 分、香气适中 5 分、香气较强 7 分、香气强烈 10 分。以 10 位感官审评人员评分的平均值为描述该香气属性的最终得分制作雷达指纹图谱。

### 1.4 数据处理和统计学分析

所有实验均重复三次,除特别说明外,实验结果按照“平均值±标准差”表示。采用 SPSS 25.0 软件进行方差分析,Origin 2019 进行图表绘制。

## 2 结果与讨论

### 2.1 干燥方法和提取方式对泰国罗勒挥发油得率的影响

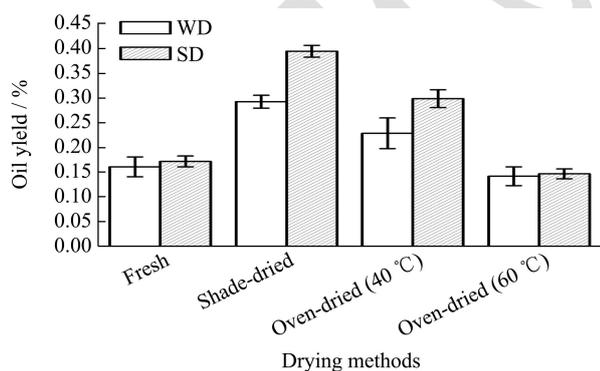


图 1 提取方式和干燥方法对泰国罗勒挥发油得率的影响

Fig.1 Effects of extraction and biomass drying methods on the yield of essential oil from Thai basil

考察并比较了干燥方式和提取方式对泰国罗勒挥发油得率的影响(图 1)。结果显示,新鲜泰国罗勒的含水量均在 86%~88%,阴干、40 °C 热烘干及 60 °C 热烘干下所得罗勒干物质的最终含水量均在 10%~12%;无论采取何种干燥方式,相比于 WD 法,SD 法均更利

于泰国罗勒挥发油的提取;使用 SD 法提取挥发油时,阴干泰国罗勒的挥发油得率最高(0.40%),其次是 40 °C 热烘干泰国罗勒(0.30%)和新鲜泰国罗勒(0.17%),最后是 60 °C 热烘干泰国罗勒(0.15%)。因此,本研究采用阴干法和 SD 法为最优的干燥方式和提取方法。

### 2.2 STEX 预处理的工艺参数优化

以挥发油得率为指标,考察 STEX 预处理关键工艺参数( $SO_3$ 与干物质质量比,预处理温度及预处理时间)对阴干泰国罗勒挥发油得率的影响,确定最优预处理工艺参数(图 2)。

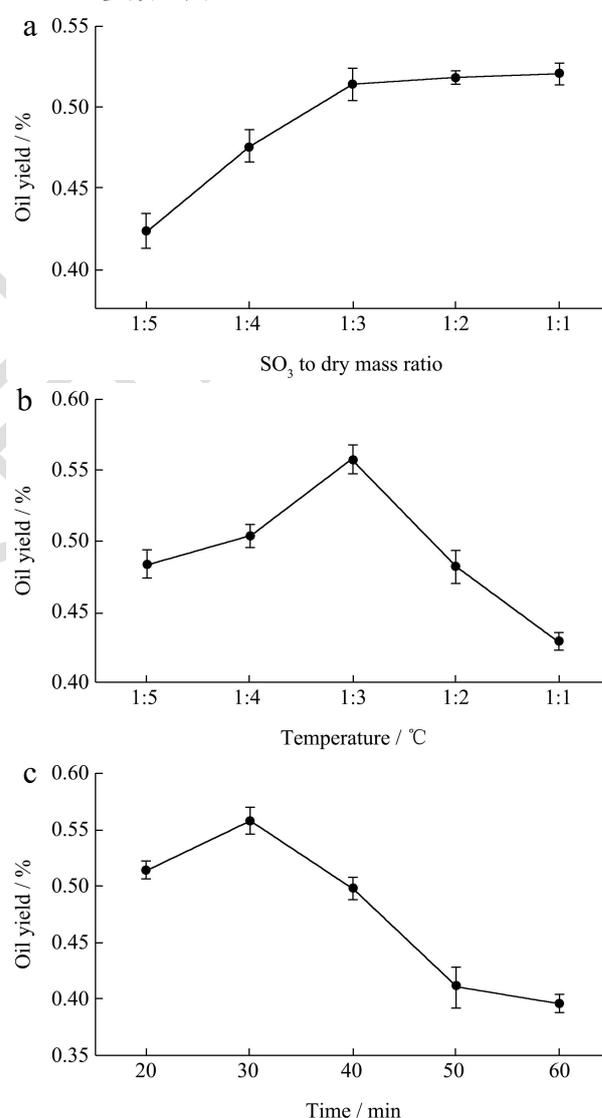


图 2 预处理时  $SO_3$ 与干物质质量比(a)、预处理温度(b)和预处理时间(c)对泰国罗勒挥发油提取得率的影响

Fig.2 Effects of  $SO_3$  to dry mass ratio (a), pretreatment temperature (b), and pretreatment time (c) on the yield of essential oil from Thai basil

由图 2a 可知,  $SO_3$ 与干物质质量比从 1:5 提高至

1:3 时,挥发油得率随比例增大而显著增大。挥发油的得率没有随  $\text{SO}_3$  与干物质质量比的继续增加而增加,而是保持在一定水平不再变化。原因可能是当  $\text{SO}_3$  与干物质质量比为 1:3 时,反应达到了饱和状态。综合考虑,最佳  $\text{SO}_3$  与干物质质量比为 1:3。

如图 2b 所示,当预处理温度从  $40\text{ }^\circ\text{C}$  升至  $50\text{ }^\circ\text{C}$  时,罗勒挥发油得率随着预处理温度的上升而增大。因为预处理温度的升高可使  $\text{SO}_3$  气体在罗勒内部的扩散速度加快,更易于与罗勒中的结合水发生反应并产生原位爆破,加快提取过程中挥发油成分的向外扩散,从而提高了挥发油得率。当预处理温度为  $50\text{ }^\circ\text{C}$  时,罗勒挥发油得率达到最大。随着预处理温度的继续升高,罗勒挥发油得率则会逐渐下降,原因是温度过高会导致已发生膨胀和气孔扩张的罗勒干物质中的挥发油挥发速度增快,致使挥发油在预处理过程中的损失率增高,从而导致提取时得率下降。因此,最佳预处理温度为  $50\text{ }^\circ\text{C}$ 。

预处理时间对挥发油得率的影响如图 2c 所示,随着预处理时间的延长,罗勒挥发油得率呈现先升高后降低的趋势。在 30 min 时,反应状态达到最优,挥发油得率最高。可以发现,若预处理过程中反应时间过短,则原位爆破发生不充分,对提取率的有利影响有限;若反应时间过长,反应饱和后将会引起挥发油中挥发性组分的散失或者破坏严重,对提取率产生有害影响,提取率下降。故预处理的最优反应时间为 30 min。

综上,使用 STEX 技术对阴干泰国罗勒进行预处理的最佳工艺参数为  $\text{SO}_3$  与罗勒干物质质量比 1:3、 $50\text{ }^\circ\text{C}$  下反应 30 min,此条件下,罗勒挥发油得率最高,达到 0.56%,比 SD 法和 WD 法分别提高了 41.41% 和 90.48%。

以 200 g STEX 预处理后的阴干泰国罗勒为提取对象,对上述最优预处理工艺进行了放大验证。结果显示,挥发油得率可进一步提高至 0.60%。因此,本研究所选 STEX 预处理工艺的放大效果良好,具有放大生产的可行性。

### 2.3 STEX 预处理对泰国罗勒表面微观结构的影响

使用 SEM 观察并比较了 STEX 预处理前后的阴干泰国罗勒与新鲜及  $40\text{ }^\circ\text{C}$  热烘干所得泰国罗勒在表面微观结构上的区别(图 3)。结果显示,不同干燥方式和预处理会给罗勒叶片的外观性状和微观结构带来不同影响。其中,新鲜罗勒的叶面平整,叶片细胞排列有序,细胞间界限不明显,储存精油的腺体和开放度较低的气孔清晰可见(图 3a、3b);阴干罗勒的叶面皱缩

凹陷,叶缘卷曲,呈勺状,细胞形态完整,细胞间界限明显,部分腺体内陷于凹陷区,气孔开放度较新鲜叶片高(图 3c、3d); $40\text{ }^\circ\text{C}$  热烘干罗勒的叶面稍鼓,叶缘两侧向中间卷起,呈卷筒状或勺状,叶表面角质层皱化现象明显,细胞失水皱缩变形严重,细胞间界限明显,精油腺体也出现一定程度的皱缩,气孔扩张度与阴干状态基本一致(图 3e、3f);STEX 预处理阴干罗勒的叶面粗糙程度显著增加,叶面皱缩凹陷程度增加,“爆破”现象明显,细胞形态完整度降低,细胞间界限模糊,精油腺体变大变蓬松,气孔扩张程度也显著增大(图 3g、3h)。

结合罗勒叶面的微观结构观察结果,我们认为阴干能够较完整的保持细胞形态,最大程度的降低挥发性成分在干燥过程中的挥发。 $40\text{ }^\circ\text{C}$  热烘干使罗勒表面角质层皱缩变硬,角质层结构的变化导致细胞结构的稍许膨胀,而这种膨胀效应可使罗勒所含挥发性化合物更易释放到大气中,最终造成提取过程中挥发油得率的降低<sup>[10]</sup>。该现象在留兰香的冷冻干燥<sup>[23]</sup>、罗勒的微波干燥<sup>[24]</sup>和牛至的微波干燥<sup>[25]</sup>过程中也被观察到。STEX 预处理后的泰国罗勒的微观形态出现了明显的“爆破”现象,致使其微观结构表面粗糙、气孔扩大且精油腺体暴露于植物表面,该现象的出现可以增加蒸馏过程中水蒸气与腺体的接触面积,且气孔的扩张也更有利于水蒸气在罗勒组织中的传递,对挥发油的提取有显著的增效作用。

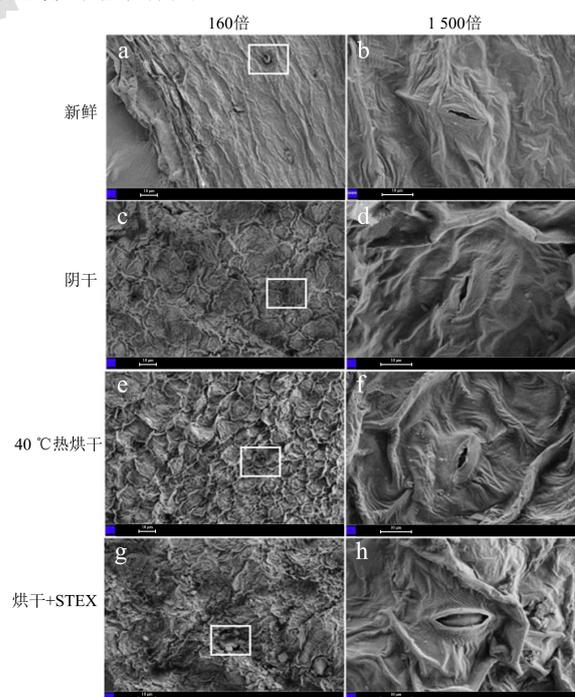


图 3 干燥方式和 STEX 预处理对泰国罗勒表面微观结构的影响  
Fig.3 Effects of drying methods and STEX pretreatment on the surface microstructure of Thai basil

注：方框圈出的为精油腺体。

## 2.4 STEX 预处理对泰国罗勒元素组成及官能团组成的影响

STEX 预处理技术的原理是  $\text{SO}_3$  与干物质中结合水生成  $\text{H}_2\text{SO}_4$  并发生原位爆破，因此，预处理后的罗勒干物质中会残留少量的  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 。本研究中，使用了元素分析仪和傅里叶变换红外光谱仪对预处理前后的罗勒干物质进行了元素（表 1）和主要官能团的分析比较（图 4）。由表 1 可以看出，STEX 预处理前后的罗勒干物质的 C、H、N 含量基本保持不变，但预处理后的罗勒干物质的 S 含量要显著高于未处理组 ( $p < 0.05$ )，差异具有统计学意义。但同时也发现，STEX 预处理前后的罗勒干物质的 FT-IR 谱图完全重叠，特征峰均在  $3\ 500\sim 500\ \text{cm}^{-1}$ ，且预处理后的罗勒干物质在  $810\ \text{cm}^{-1}$  处也无硫酯键的特征吸收峰，提示 STEX 预处理对罗勒干物质的化学组成（主要官能团）基本无影响。

表 1 STEX 预处理前后泰国罗勒干物质的元素含量变化

Table 1 Changes of elemental contents of Thai basil before and after STEX pretreatment

组别	C/%	H/%	N/%	S/%
阴干	44.61±0.53	5.46±0.07	4.77±0.02	0.14±0.02
STEX+阴干	42.78±0.24	5.39±0.05	5.38±0.03	0.31±0.06*

注：\*表示差异显著， $p < 0.05$ 。

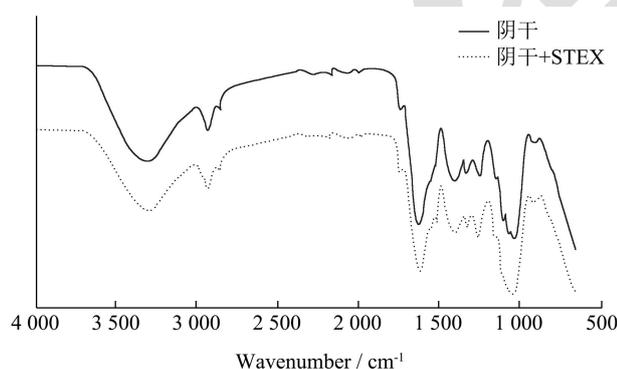


图 4 STEX 预处理前后泰国罗勒干物质的 FT-IR 图谱

Fig.4 FT-IR spectra of Thai basil before and after STEX pretreatment

## 2.5 STEX 预处理对泰国罗勒挥发油化学组成的影响

使用 GC-MS 考察了提取方式 (WD, SD) 和预处理 (STEX-SD) 对泰国罗勒挥发油主要化学组成的影响。经质谱库检索，三种挥发油共鉴定出 32 种化合物，其中 WD 法来源的挥发油共有 33 个峰，其中可鉴定化

合物 27 种，占挥发油总量的 99.33%；SD 法来源的挥发油共有 37 个峰，可鉴定化合物 30 种，占挥发油总量的 99.01%；STEX-SD 法来源的挥发油共有 42 个峰，可鉴定化合物 31 种，占挥发油总量的 98.53%。三种挥发油的共有成分共有 26 种，SD 和 STEX-SD 来源的挥发油各含有 1 种特有成分，分别是 1-石竹烯和胡椒酚，WD 来源的挥发油无特有成分。

使用面积归一法确定的各成分的相对百分含量如表 2 所示。可以看出，甲基胡椒酚均是 WD、SD、STEX-SD 来源的泰国罗勒挥发油的最重要成分，分别占 61.61%、65.36%和 57.76%；其次为甲基丁香酚，含量分别为 23.75%、12.14%和 17.65%。该结果与以芳樟醇或甲基胡椒酚为主要组分的来自不同产地的甜罗勒有显著不同<sup>[26,27]</sup>，与 Tibet 等<sup>[5]</sup>所得泰国罗勒挥发油的主要成分基本一致。

WD 来源的挥发油中醇类成分有 8 种，占总的 9.27%，其中含量较高有桉叶油醇 (2.89%)、芳樟醇 (3.34%) 和  $\tau$ -杜松醇 (2.24%) 等；萜烯类成分有 13 种，占总的 3.70%，其中含量较高的是罗勒烯 (0.37%)、 $\beta$ -榄香烯 (0.41%)、顺式- $\alpha$ -香柑油烯 (0.92%)、 $\gamma$ -依兰油烯 (0.45%) 等；另外，还含有酮类 (0.41%) 和酯类 (0.59%) 等微量成分。

桉叶油醇 (3.20%)、芳樟醇 (3.34%)、顺式- $\alpha$ -香柑油烯 (3.91%)、 $\gamma$ -依兰油烯 (1.28%) 和  $\tau$ -杜松醇 (1.14%) 是 SD 来源的挥发油中除甲基胡椒酚和甲基丁香酚外占比较多的化学成分；SD 来源的挥发油中醇类成分共有 7 种，占总的 8.19%；萜烯类成分有 17 种，占总的 12.20%，种类和含量均显著高于 WD 来源的挥发油。

除甲基胡椒酚和甲基丁香酚外，STEX-SD 来源的挥发油中占比高于 1.00% 的还包括桉叶油醇 (3.42%)、芳樟醇 (3.98%)、 $\beta$ -榄香烯 (1.12%)、顺式- $\alpha$ -香柑油烯 (3.65%)、 $\gamma$ -依兰油烯 (1.33%) 以及  $\tau$ -杜松醇 (1.88%)。含量和丰度均更高的上述组分可赋予此来源的挥发油以更丰富和明显的香气轮廓。此外，STEX-SD 来源的挥发油中醇类成分有 9 种，占总的 10.24%；萜烯类成分有 16 种，占总的 11.85%，较 WD 来源的挥发油中萜烯类含量高 8.10%。

综合比较可以发现，使用 WD 法提取挥发油时部分物质（特别是萜烯类物质）会发生热解/水解并溶解于水中，因此造成了部分物质的缺失或含量的降低，而 STEX-SD 来源的挥发油的化学组成和占比与 SD 来源的挥发油基本一致。泰国罗勒挥发油中所含醇类、酯类、萜烯类化合物在食品、化妆品和医药行业中的利用价值较高，不同品种来源和提取方式所得挥发油得率和化学组成的差异，决定了其使用范围和应用价

值。因此,结合 STEX 预处理具有的可显著提高挥发油得率的作用,我们认为 STEX 预处理在挥发油提取

表 2 WD、SD、STEX-SD 所得不同泰国罗勒挥发油的主要化学成分及相对含量

Table 2 Main chemical composition and content of Thai basil essential oil obtained by WD, SD, and STEX-SD

化合物类别	保留时间/min	中文名	分子式	挥发油各组相对质量分数/%		
				WD	SD	STEX-SD
酮类	11.91	葑酮	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.29	0.35	0.30
	13.56	2-蒎酮	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.12	0.12	0.12
合计				0.41	0.47	0.42
酯类	15.708	乙酸小茴香酯	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	0.09	0.11	0.09
	17.53	乙酸龙脑酯	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	0.50	0.54	0.52
合计				0.59	0.65	0.61
醚类	15.14	甲基胡椒酚	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O	61.61	65.36	57.76
	20.64	甲基丁香酚	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	23.75	12.14	17.65
合计				85.36	77.50	75.41
萜烯类	7.502	$\alpha$ -蒎烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.09	0.18	0.17
	8.59	$\beta$ -水芹烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.06	0.16	0.14
	8.68	$\beta$ -蒎烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.11	0.28	0.25
	9.07	月桂烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.22	0.59	0.51
	10.16	D-柠檬烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.10	0.27	0.22
	10.72	罗勒烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.37	0.92	0.79
	20.36	$\beta$ -榄香烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.41	0.93	1.12
	21.10	1-石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0	0.13	0
	21.46	顺式- $\alpha$ -香柑油烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.92	3.91	3.65
	21.55	$\alpha$ -愈创木烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0	0.31	0.31
	21.95	$\beta$ -石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.16	0.60	0.55
	22.19	顺-衣兰油-4(14),5-二烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0	0.16	0.15
	22.64	毕澄茄烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.31	0.95	0.98
	23.02	双环大牻牛儿烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.24	0.67	0.69
	23.23	$\alpha$ -布藜烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.26	0.70	0.82
23.43	$\gamma$ -依兰油烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0.45	1.28	1.33	
23.62	$\delta$ -杜松烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	0	0.16	0.17	
合计				3.70	12.2	11.85
醇类	10.23	桉叶油醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	2.89	3.20	3.42
	11.279	顺式-4-侧柏醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	0.09	0.08	0.11
	12.22	芳樟醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	3.34	3.34	3.98
	14.16	龙脑	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	0.12	0.09	0.13
	14.86	$\alpha$ -松油醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	0.24	0.18	0.28
	16.55	胡椒酚	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O	0	0	0.08
	19.422	丁香酚	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	0.10	0	0.12
	25.81	萜澄茄烯醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	0.25	0.16	0.24
26.38	$\tau$ -杜松醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	2.24	1.14	1.88	
合计				9.27	8.19	10.24
总计				99.33	99.01	98.53

## 2.6 STEX 预处理对泰国罗勒挥发油香气感官

### 评价的影响

对 WD、SD、STEX-SD 所得泰国罗勒挥发油进行了感官评价, 香气属性的雷达指纹图谱如图 5 所示。

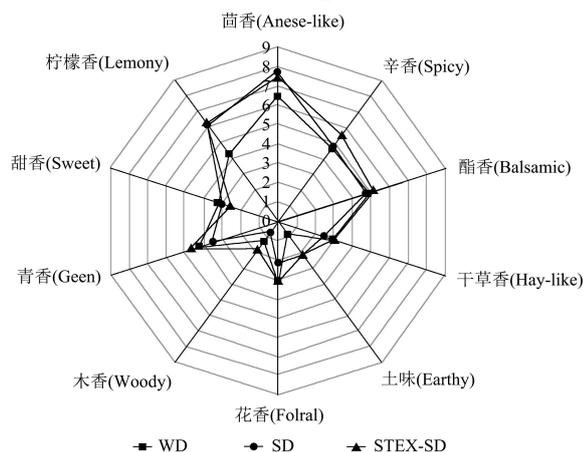


图 5 WD、SD、STEX-SD 所得泰国罗勒挥发油的香气轮廓图

Fig.5 Sensory aroma profile of Thai basil essential oils obtained by WD, SD and STEX-SD

WD 提取的泰国罗勒挥发油具有的主要香味有茴香 (6.50)、酯香 (4.75)、辛香 (4.63)、青香 (4.25)、柠檬香 (4.25); SD 提取的泰国罗勒挥发油具有强烈的茴香 (7.75)、柠檬香 (6.13)、辛香 (4.75)、酯香 (4.75) 和青香 (3.50); STEX-SD 提取的泰国罗勒挥发油也具有茴香 (7.38)、柠檬香 (6.25)、辛香 (5.50)、酯香 (5.13)、青香 (4.63) 气味。可以发现, 三种泰国罗勒挥发油均具有较强的茴香 (甲基胡椒酚)、柠檬香 (蒎烯、D-柠檬烯、 $\alpha$ -松油醇)、辛香 ( $\beta$ -石竹烯、甜没药烯)、酯香 (乙酸小茴香酯、乙酸龙脑酯) 和青香 (芳樟醇、龙脑、乙酸龙脑酯等单环单萜和双环双萜的含氧化合物), 但彼此间的感官香气仍存在一定差异, 这种感官香气的差异主要由挥发性物质的差异引起 (表 2)。SD、STEX-SD 法所得泰国罗勒挥发油的最主要香气是茴香和柠檬香香气, 而 WD 法所得挥发油的最主要香气仅为茴香香气; 茴香香气最强的是 SD 法所得挥发油, 其次是 STEX-SD 和 WD; 柠檬香香气最强的是 STEX-SD 所得挥发油, 其次为 SD 和 WD。该结论与 Lyczko 等<sup>[6]</sup>报道一致, 当具有高含量的甲基胡椒酚, 越具有浓烈的茴香味, 再次证明了 STEX 预处理不但能够大幅提高挥发油得率, 还能保证挥发油的品质。

此外, 由于 WD 提取过程中部分精油会溶解于水中, 因此 WD 来源的挥发油的香味整体弱于 SD 和

STEX-SD 法, 且 STEX-SD 来源的挥发油的香味最明显。结合对预处理前后的罗勒干物质的 SEM 图比较以及挥发油的主要组分分析, 认为 STEX 预处理可使泰国罗勒干物质上的精油腺体暴露, 气孔扩张, 从而更有利于蒸馏提取过程中挥发油在体系中的传质, 最终达到了提高挥发油得率并保证挥发油品质的目的。

## 3 结论

本研究结果显示, 选用阴干干燥方式, 采用 SD 法更利于泰国罗勒挥发油提取, 且 STEX 预处理可以显著提高挥发油的得率; 优化后确定 STEX 预处理的最佳工艺参数为  $\text{SO}_3$  与罗勒干物质质量比 1:3、 $50^\circ\text{C}$  下反应 30 min, 罗勒挥发油的得率可达到 0.56%, 相比于 SD 法和 WD 法分别提高 41.41% 和 90.48%; 放大验证后, 挥发油得率可进一步提高至 0.60%。

STEX 预处理后的泰国罗勒的微观形态出现了明显的“爆破”现象, 还出现了叶片表面粗糙、气孔扩大及精油腺体暴露等现象, 该微观形态的改变增加了蒸馏过程中水蒸气与腺体的接触面积, 提升了水蒸气在罗勒组织中的传递效率, 从而显著提高了挥发油的得率; STEX 预处理会显著提高泰国罗勒中 S 元素的含量, 但基本不影响其官能团组成, 提示经 STEX 预处理后的罗勒干叶除可用于挥发油的提取外, 仍可不受影响的应用于其它领域。

泰国罗勒挥发油的 GC-MS 分析和感官香气评价结果则提示, SD 和 STEX-SD 来源的挥发油所含组分基本一致, 种类均多于 WD 来源的挥发油, 特别是萜烯类物质; 且相比于 WD 和 SD 来源的挥发油, STEX-SD 来源的挥发油的香气丰度更高、香味更明显。

由此可见, STEX 作为一种简单、经济、有效的预处理方法, 可用于罗勒等芳香植物挥发油的提取领域以提高挥发油的得率并保证香气的质量。

## 参考文献

- [1] Santosh, Shiwakoti, Osama, et al. Yield, composition and antioxidant capacity of the essential oil of sweet basil and holy basil as influenced by distillation methods [J]. *Chemistry & Biodiversity*, 2017, 14(4): e1600417
- [2] 胡明, 权美平. 罗勒精油功效研究进展 [J]. *保鲜与加工*, 2017, 17(6): 122-125
- [3] Avetisyan A, Markosian A, Petrosyan M, et al. Chemical composition and some biological activities of the essential oils from basil *Ocimum* different cultivars [J]. *BMC Complementary and Alternative Medicine*, 2017, 17(1): 60
- [4] Kavooosi G, Amirghofran Z. Chemical composition, radical

- scavenging and anti-oxidant capacity of *Ocimum basilicum* essential oil [J]. Journal of Essential Oil Research, 2016, 29(2): 189-199
- [5] Tangpao T, Chung H H, Sommano S R, et al. Aromatic profiles of essential oils from five commonly used Thai basil [J]. Foods, 2018, 7(11): 175
- [6] Lyczko J, Masztalerz K, Lipan L, et al. Chemical determinants of dried Thai basil (*O.basilicum* var. *thyrsoiflora*) aroma quality [J]. Industrial Crops and Products, 2020, 155: 112769
- [7] Sonmezdag A S, Amanpour A, Kelebek H, et al. The most aroma-active compounds in shade-dried aerial parts of basil obtained from Iran and Turkey [J]. Industrial Crops and Products, 2018, 124(128): 692-698
- [8] Joshi R K. Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil of *Ocimum basilicum* L. (sweet basil) from Western Ghats of North West Karnataka, India [J]. Ancient Science of Life, 2014, 33(3): 155-156
- [9] Pirbalouti A G, Mahdad E, Craker L. Effects of drying methods on qualitative and quantitative properties of essential oil of two basil landraces [J]. Food Chemistry, 2013, 141(3): 2440-2449
- [10] Díaz-Maroto M C, Palomo E S, Castro L, et al. Changes produced in the aroma compounds and structural integrity of basil (*Ocimum basilicum* L) during drying [J]. Journal of the Science of Food & Agriculture, 2004, 84(15): 2070-2076
- [11] 何君,姚晓玲,冯桂仁,等.胡柚精油提取工艺优化与理化特性研究[J].食品工业,2015,36(3):9-12
- [12] 李凯利,刘兴泉,吴峰华,等.纤维素酶预处理对鼠尾草精油性质的影响[J].中国食品学报,2017,17(10):145-151
- [13] 肖娟,周康,胡滨,等.超声波辅助水蒸气提取柠檬精油工艺优化及成分分析[J].食品与机械,2018,34(9):172-178,190
- [14] Mohammed C, Douniazad E A, Njara R, et al. Comparative study of essential oils extracted from egyptian basil leaves (*Ocimum basilicum* L.) using hydro-distillation and solvent-free microwave extraction [J]. Molecules, 2016, 21(1): 113
- [15] Tran T H, Nguyen H, Nguyen D T, et al. Optimization of microwave-assisted extraction of essential oil from Vietnamese basil (*Ocimum basilicum* L.) using response surface methodology [J]. Processes, 2018, 6(11): 206
- [16] 艾薇,刘经伦,李晓娇.罗勒精油的微波辅助提取工艺及其抑菌效果研究[J].食品工业科技,2017,38(7):240-244
- [17] Veillet S, Tomao V, Chemat F. Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil [J]. Food Chemistry, 2010, 123(3): 905-911
- [18] 朱传喜.基于 SO<sub>3</sub> 微热爆预处理小麦秸秆的工艺及机理研究[D].合肥:合肥工业大学,2015
- [19] 李双凤,王淮,陈家丽,等.SO<sub>3</sub> 微热爆/酶催化 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 氧化联合稀碱预处理稻草秸秆的工艺研究[J].广东化工,2019,46(14): 3-5
- [20] 吴欢,汪水玲,姚日生,等.常压 SO<sub>3</sub> 微热爆技术在丹皮酚提取中的应用[J].现代化工,2021,41(5):182-185,190
- [21] Patel M, Lee R, Merchant E V, et al. Descriptive aroma profiles of fresh sweet basil cultivars (*Ocimum* spp.): Relationship to volatile chemical composition [J]. Journal of Food Science, 2021, 86(7): 3228-3239
- [22] 林德洪.金银花挥发油特征香气组分研究[D].广州:华南理工大学,2020
- [23] Díaz-Maroto M C, Perez-Coello M S, Vinas M A G, et al. Influence of drying on the flavor quality of spearmint (*Mentha spicata* L.) [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2003, 51(5): 1265-1269
- [24] Yousif A N, Scaman C H, Durance T D, et al. Flavor volatiles and physical properties of vacuum-microwave-and air-dried sweet basil (*Ocimum basilicum* L.) [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1999, 47(11): 4777-4781
- [25] Yousif A N, Durance T D, Scaman C H, et al. Headspace volatiles and physical characteristics of vacuum-microwave, air, and freeze-dried oregano (*Lippia berlandieri* Schauer) [J]. Journal of Food Science, 2000, 65(6): 926-930
- [26] 黎恩立,刘志霞,郑艳雁,等.三种不同方法提取罗勒挥发油的比较分析[J].中药材,2018,41(2):365-368
- [27] 李珊珊,郑开斌,杨敏,等.漳州产甜罗勒叶挥发油 GC-MS 成分分析[J].中药材,2019,42(4):809-812