

# 玫瑰精油的提取工艺及化学成分的 GC-MS 分析研究

母 多,徐兴梦,郭亚东,李发靖,胡珊珊,李 银,梁梦洁,吴双凤,林彦君,邓 亮\*  
(昆明医科大学药学院 暨云南省天然药物药理重点实验室,云南 昆明 650500)

**摘要:**采用超声提取法、溶剂提取法、水蒸馏提取法、索氏提取法 4 种方法分别提取云南玫瑰花中的精油,然后使用气相色谱-质谱联用法(GC-MS)分析上述 4 种方法所得玫瑰精油的化学成分.结果表明,超声提取法获得的玫瑰精油有 29 种化学成分,溶剂提取法获得的玫瑰精油有 62 种化学成分,水蒸馏提取法获得的玫瑰精油有 42 种化学成分,索氏提取法获得的玫瑰精油有 38 种化学成分.

**关键词:**玫瑰精油;提取方法;化学成分;气相色谱-质谱联用法(GC-MS)

**中图分类号:**R284.2 **文献标识码:**A **文章编号:**1674-5639(2017)06-0101-06

**DOI:**10.14091/j.cnki.kmxyxb.2017.06.023

## Study on Extraction Technology and Chemical Composition of Rose Essential Oil by GC-MS

MU Duo, XU Xingmeng, GUO Yadong, LI Fajing, HU Shanshan, LI Ying,  
LIANG Mengjie, WU Shuangfeng, LIN Yanyun, DENG Liang\*

(College of Pharmaceutical Sciences and Yunnan Key Laboratory of Pharmacology for Natural Products,  
Kunming Medical University, Kunming, Yunnan, China 650500)

**Abstract:** The essential oil in Yunnan rose was extracted with four methods respectively: ultrasonic extraction method, solvent extraction method, steam distillation extraction method and Soxhlet extraction method. Then the essential oils extracted by the four methods were used as samples to analyze the chemical compositions of Yunnan rose essential oil by gas chromatography mass spectrometry (GC-MS). The results showed that 29 chemical components were identified with ultrasonic extraction method; 62 chemical components were identified with solvent extraction method; 42 chemical components were identified with steam distillation extraction method and 38 chemical components were identified with Soxhlet extraction method respectively.

**Key words:** rose essential oil; extraction methods; chemical components; gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

玫瑰,属于蔷薇科蔷薇属落叶丛生灌木,是最重要的天然鲜花香料之一,也是生产玫瑰精油的原料.玫瑰精油是名副其实的“精油之后”,具有优雅、柔和、细腻、甜香如蜜、芬芳四溢的玫瑰花香,香味很浓,价格昂贵,有“液体黄金”<sup>[1]</sup>的美誉,是香料调香中最常用、最重要的名贵花香原料,被广泛的应用于食品、高档化妆品及烟草中<sup>[2]</sup>.此外,玫瑰精油入药还能够防治心脑血管、妇科、肠胃、肝气郁结及神经系统等多种疾病<sup>[3]</sup>.

从玫瑰花瓣中提取挥发性成分的提取方法主要有传统的有机溶剂提取法<sup>[4]</sup>、水蒸气蒸馏法<sup>[5]</sup>以及超临界流体萃取法(SFE)<sup>[6]</sup>等.其中有机溶剂提取法是利用有机溶剂直接浸泡玫瑰花瓣,浸出液真空浓缩后得到浸膏,然后通过进一步精制才能得到精油;水蒸气蒸馏法是提取玫瑰精油的常用方法,其设备简单、成本低、操作方便;超临界流体萃取玫瑰精油是一种新技术,其萃取率高、速度快、无污染;超声波提取法<sup>[7]</sup>具有高效快速、提取效率高等特点,在

收稿日期:2017-07-28

基金项目:云南省科技厅-昆明医科大学联合专项基金(2017);昆明医科大学大学生创新基金资助项目(2016060).

作者简介:母多(1991—),女,云南宣威人,硕士研究生,主要从事药物分析研究.

\* 通讯作者:邓亮(1979—),女,湖北恩施人,副教授,主要从事药物分析研究,E-mail:dengliangkmcc@163.com.

超声波的作用下可以快速破坏植物结构,使溶剂能够快速渗入植物组织从而提取有效成分;分子蒸馏技术<sup>[8]</sup>是一种新的挥发性成分提取方法;索氏提取法是利用溶剂回流,使物质每一次都能为纯的溶剂所萃取,因此萃取效率较高。

本文采用超声提取法、溶剂提取法、水蒸馏提取法、索氏提取法 4 种方法分别提取云南玫瑰花中的精油,然后使用气相色谱-质谱联用法(GC-MS)分析上述 4 种方法所得玫瑰精油的化学成分,并对 4 种提取方法进行评价。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器和试剂

RE-52A 型旋转蒸发仪(瑞士 BUCHI 公司);Clarus 600/Clarus 600T GC/MS 联用仪(美国 PE 公司);超声提取器(HS-10260D,250 W,50 KHz);电子天平(梅特勒-托利多 AL204)。乙醇(色谱纯);二氯甲烷(色谱纯)。

实验样品是云南楚雄的墨红玫瑰。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 超声提取法

20 g 玫瑰花瓣,150 mL 乙醇超声提取 40 min,浓缩,二氯甲烷溶解,无水硫酸钠除水后,将二氯甲烷浓缩至 1 mL,过滤,即可。

#### 1.2.2 溶剂提取法

20 g 玫瑰花瓣,150 mL 乙醇室温浸提 3 h,浓缩,二氯甲烷溶解,无水硫酸钠除水后,将二氯甲烷浓缩至 1 mL,过滤,即可。

#### 1.2.3 水蒸馏提取法

20 g 玫瑰花瓣,150 mL 水,水蒸馏提取 3 h,为进一步提取玫瑰水的有效香气成分,采用二氯甲烷和水[V(二氯甲烷):V(水)=1:1 混合 150 mL:150 mL]萃取,取二氯甲烷部分无水硫酸钠除水后浓缩至 1 mL,过滤,即可。

#### 1.2.4 索氏提取法

20 g 玫瑰花瓣,150 mL 乙醇,提取 3 h,浓缩,二氯甲烷溶解,无水硫酸钠除水后,将二氯甲烷真空浓缩至 1 mL,过滤,即可。

#### 1.2.5 气质联用分析条件

色谱条件. 进样口温度:250℃;程序升温:初始温度 50℃,保持 5 min,以 2℃/min 升至 80℃,再以 3℃/min 升至 230℃,保持 16 min,最后以 12℃/min 升至 250℃,保持 20 min;载气:高纯氦气,流速 0.7 mL/min;进样方式:分流进样,分流比 30:1;进样体积:1.0 μL。

质谱条件. 离子源:EI;电离能:70 eV;离子源温度:180℃;传输线温度:260℃;检测模式:全离子扫描监测,质量扫描范围为 35 ~ 400 amu;溶剂延迟:5 min。

#### 1.2.6 数据处理

采用 NIST 和 Wiley 图谱库检索对化合物定性。

## 2 结果

### 2.1 4 种提取方法获得的玫瑰精油 GC-MS 成分分析

4 种提取方法获得的玫瑰精油 GC-MS 成分分析分别见表 1、表 2、表 3 和表 4。

表 1 超声提取法测定结果

| 峰号 | 保留时间<br>/min | 化合物英文名   | 化合物中文名                  | $w_{\text{相对}}/\%$ |
|----|--------------|--|-------------------------|--------------------|
| 1  | 5.03         | (E)-1-chloro-1-butene-3-alkyne                         | (E)-1-氯-1-丁烯-3-炔        | 0.04               |
| 2  | 5.20         | (S)-2-propyl piperidine                                | (S)-2-丙基-哌啶             | 0.21               |
| 3  | 5.56         | 2,3-two-hydroxy aldehyde                               | 2,3-二羟基-丙醛              | 0.71               |
| 4  | 8.63         | Methoxy phenyl oxime                                   | 甲氧基-苯基-肟                | 0.24               |
| 5  | 9.04         | 4-methyl-3-hexyl alcohol                               | 4-甲基-3-己醇               | 0.64               |
| 6  | 9.98         | 3-butenyl propyl ether                                 | 3-丁烯基丙基醚                | 0.17               |
| 7  | 30.68        | 3,5-two methoxy toluene                                | 3,5-二甲氧基甲苯              | 1.11               |
| 8  | 37.44        | 1,3,5-trimethoxy benzene                               | 1,3,5-三甲氧基-苯            | 0.11               |
| 9  | 40.47        | $\beta$ -1,6-dehydration-D-Glucopyranose               | $\beta$ -1,6-脱水-D-吡喃葡萄糖 | 0.03               |
| 10 | 41.49        | 2,6-two tert butyl-para toluene methyl-methylcarbamate | 2,6-二叔丁基-对甲苯基甲基氨基甲酸酯    | 0.26               |
| 11 | 43.91        | N-decanoic acid  | 1-癸酸                    | 0.04               |
| 12 | 45.24        | 7-methyl-1-undecene                                    | 7-甲基-1-十一碳烯             | 0.05               |
| 13 | 52.62        | 11-thirty ene  | 11-三十碳烯                 | 0.03               |

续表 1

| 峰号 | 保留时间<br>/min | 化合物英文名  | 化合物中文名                 | $w_{\text{相对}}/\%$ |
|----|--------------|---|------------------------|--------------------|
| 14 | 57. 83       | Dibutyl phthalate                             | 邻苯二甲酸二丁酯               | 0. 86              |
| 15 | 58. 13       | N-Hexadecanoic acid                           | 十六烷酸                   | 0. 21              |
| 16 | 63. 36       | 1,10-eleven diene                             | 1,10-十一碳二烯             | 0. 22              |
| 17 | 64. 33       | Octadecanoic acid                             | 十八烷酸                   | 0. 08              |
| 18 | 68. 45       | 2-methyl-nonadecane                           | 2-甲基-十九烷               | 1. 76              |
| 19 | 70. 80       | Diisooctyl adipate                            | 己二酸二异辛酯                | 0. 24              |
| 20 | 70. 96       | 1,7-Dimethyl-4-(1-methylethyl)<br>decane ring | 1,7-二甲基-4-(1-甲基乙基) 环癸烷 | 0. 08              |
| 21 | 71. 69       | Dehydroabietic acid                           | 脱氢枞酸                   | 0. 11              |
| 22 | 74. 71       | Nonadecane                                    | 十九烷                    | 14. 6              |
| 23 | 75. 54       | 1,2-Benzenedicarboxylicdiisooctyl ester       | 1,2-苯二甲酸二异辛酯           | 0. 81              |
| 24 | 79. 15       | Heptacosane                                   | 二十七烷                   | 9. 49              |
| 25 | 84. 08       | Cyclobutyl octadecyl oxalic acidester         | 环丁基十八烷基草酸酯             | 0. 07              |
| 26 | 84. 51       | 1-Docosene                                    | 1-二十二烯                 | 6. 71              |
| 27 | 85. 15       | Heneicosane                                   | 二十一烷                   | 45. 63             |
| 28 | 93. 79       | 1-Nonadecene                                  | 1-十九烯                  | 4. 45              |
| 29 | 94. 18       | N-tetracosane                                 | 正二十四烷                  | 10. 88             |

表 2 溶剂回流法测定结果

| 峰号 | 保留时间/min | 化合物英文名  | 化合物中文名                           | $w_{\text{相对}}/\%$ |
|----|----------|---|----------------------------------|--------------------|
| 1  | 5. 51    | 2,3-dihydroxy-propanal                                | 2,3-二羟基-丙醛                       | 0. 11              |
| 2  | 7. 64    | Pentanoic acid  | 戊酸                               | 0. 02              |
| 3  | 8. 66    | Nonane  | 壬烷                               | 0. 11              |
| 4  | 9. 04    | 2-methyl-2-pentanol                                   | 2-甲基-2-戊醇                        | 0. 88              |
| 5  | 9. 97    | 2,5-dimethyl-3,4-hexanediol                           | 2,5-二甲基-3,4-己二醇                  | 0. 24              |
| 6  | 30. 68   | 3,5-dimethoxytoluene                                  | 3,5-二甲氧基甲苯                       | 1. 75              |
| 7  | 31. 32   | 2,4,6-trimethyl-decane                                | 2,4,6-三甲基-癸烷                     | 0. 01              |
| 8  | 35. 61   | N-decanoic acid                                       | 癸酸                               | 0. 04              |
| 9  | 36. 89   | nonyl-cyclopropane                                    | 壬基-环丙烷                           | 0. 08              |
| 10 | 37. 43   | 1,3,5-trimethoxy-benzene                              | 1,3,5-三甲氧基-苯                     | 0. 12              |
| 11 | 38. 26   | 2-formyl-9-[ $\beta$ -D-ribofuranosyl] hypoxanthine   | 2-甲酰基-9-[ $\beta$ -D-呋喃核糖基] 次黄嘌呤 | 0. 03              |
| 12 | 38. 38   | 1,6-dehydration-2,4-dideoxy- $\beta$ -D-glucopyranose | 1,6-脱水-2,4-二脱氧- $\beta$ -D-吡喃葡萄糖 | 0. 07              |
| 13 | 38. 89   | 4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexene)-2-butanol           | 4-(2,6,6-三甲基-1-环己烯基)-2-丁醇        | 0. 01              |
| 14 | 40. 55   | 1,6-dehydration- $\beta$ -D-glucopyranose             | 1,6-脱水- $\beta$ -D-吡喃葡萄糖         | 0. 10              |
| 15 | 41. 48   | Butylated hydroxytoluene                              | 丁基化羟基甲苯                          | 0. 61              |
| 16 | 41. 66   | 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)-phenol                     | 2,4-二(1,1-二甲基乙基)-苯酚              | 0. 01              |
| 17 | 43. 66   | Methyl-D-galactopyranoside                            | 甲基-D-吡喃半乳糖苷                      | 0. 14              |
| 18 | 43. 84   | $\alpha$ -methyl-D-glucopyranoside                    | $\alpha$ -甲基 D-吡喃葡萄糖苷            | 0. 18              |
| 19 | 43. 95   | Dodecanoic acid                                       | 十二烷酸                             | 0. 21              |
| 20 | 45. 23   | 1-hexadecene  | 1-十六碳烯                           | 0. 14              |
| 21 | 45. 48   | 1,2,3,5-cyclohexanetetrol                             | 1,2,3,5-环己四醇                     | 0. 14              |
| 22 | 51. 35   | Tetradecanoic acid                                    | 十四烷酸                             | 0. 07              |
| 23 | 52. 61   | 1-Tridecene   | 1-十三碳烯                           | 0. 11              |
| 24 | 54. 08   | 3,7,11,15-Tetramethyl-2-hexadecene-1-alcohol          | 3,7,11,15-四甲基-2-十六碳烯-1-醇         | 0. 03              |
| 25 | 54. 91   | 1-Octadecyne  | 1-十八碳炔                           | 0. 01              |
| 26 | 56. 27   | 1-Iodo-2-methylundecane                               | 1-碘-2-甲基十一烷                      | 0. 05              |
| 27 | 57. 81   | Dibutyl phthalate                                     | 邻苯二甲酸二丁酯                         | 0. 43              |
| 28 | 58. 18   | N-hexadecanoic acid                                   | 十六烷酸                             | 0. 57              |
| 29 | 59. 51   | Hexyl pentadecyl,sulfurous acidester                  | 己基十五烷基亚硫酸酯                       | 0. 09              |
| 30 | 62. 25   | (E)-3-eicosene  | (E)-3-二十碳烯                       | 0. 12              |
| 31 | 62. 37   | 1-N-heptadecanol                                      | 1-十七醇                            | 0. 07              |
| 32 | 62. 77   | Hexadecyloxirane                                      | 十六烷基环氧乙烷                         | 0. 05              |
| 33 | 63. 40   | (Z,Z)-9,12-octadecadienoic acid                       | (Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸                | 0. 73              |
| 34 | 63. 59   | Trans-13-octadecenoic acid                            | 反式-13-十八碳烯酸                      | 0. 24              |
| 35 | 64. 37   | Octadecanoic acid                                     | 十八烷酸                             | 0. 34              |
| 36 | 66. 24   | Tetradecyl oxirane                                    | 十四烷基环氧乙烷                         | 0. 01              |

续表 2

| 峰号 | 保留时间/min | 化合物英文名  | 化合物中文名                      | $w_{\text{相对}}/\%$ |
|----|----------|---|-----------------------------|--------------------|
| 37 | 67.98    | 10-Heneicosene                                  | 10-二十一烯                     | 0.08               |
| 38 | 68.16    | 1-Docosene                                      | 1-二十二烯                      | 2.35               |
| 39 | 68.48    | 2-methyl-nonadecane                             | 2-甲基-十九烷                    | 12.17              |
| 40 | 68.98    | E-14-Hexadecenal                                | E-14-十六碳烯醛                  | 0.02               |
| 41 | 69.51    | 4-Cyclohexyl-1-butanol                          | 4-环己基-1-丁醇                  | 0.03               |
| 42 | 70.81    | Bis(2-ethylhexyl) hexanedioic acid ester        | 双(2-乙基己基)己二酸酯               | 0.26               |
| 43 | 71.10    | 2,2'-methylenebis(4-methyl-6-tert butyl-phenol) | 2,2'-亚甲基双(4-甲基-6-叔丁基苯酚)     | 0.12               |
| 44 | 71.25    | Eicosane  | 二十烷                         | 1.17               |
| 45 | 71.67    | E,E-10,12-Hexadecadiene-1-ol                    | E,E-10,12-十六碳二烯-1-醇         | 0.12               |
| 46 | 72.09    | Pentadecanal                                    | 十五烷醛                        | 0.13               |
| 47 | 74.49    | 1-Heptacosanol                                  | 二十七烷醇                       | 0.02               |
| 48 | 74.74    | Nonadecane                                      | 十九烷                         | 1.47               |
| 49 | 75.56    | 1,2-Benzenedicarboxylic diisooctyl ester        | 1,2-苯二甲酸二异辛酯                | 1.97               |
| 50 | 79.16    | Tetracosane                                     | 二十四烷                        | 1.38               |
| 51 | 84.59    | 1-Octacosanol                                   | 1-二十八烷醇                     | 12.09              |
| 52 | 85.28    | Heneicosane                                     | 二十一烷                        | 41.79              |
| 53 | 87.35    | 12-Seventeen alkyne-1-ol                        | 12-十七炔-1-醇                  | 0.04               |
| 54 | 88.01    | 1-Nineteen alkyne                               | 1-十九炔                       | 0.01               |
| 55 | 89.33    | 9-Hexacosene                                    | 9-二十六碳烯                     | 0.45               |
| 56 | 93.53    | 1-Eicosanol                                     | 1-二十烷醇                      | 0.18               |
| 57 | 93.85    | 1-Nonadecene                                    | 1-十九烯                       | 7.46               |
| 58 | 94.20    | Hexacosane                                      | 二十六烷                        | 7.72               |
| 59 | 96.32    | 1-Hexadecyne                                    | 1-十六炔                       | 0.16               |
| 60 | 97.31    | 1-Bromine-5-heptadecene                         | 1-溴-5-十七碳烯                  | 0.01               |
| 61 | 99.79    | 7-Hexyl-eicosane                                | 7-己基-二十烷                    | 0.02               |
| 62 | 101.59   | 3 $\alpha$ -Chloroformate-cholest-5-ene-3-ol    | 3 $\alpha$ -氯甲酸酯-胆甾-5-烯-3-醇 | 0.34               |

表 3 水蒸气蒸馏法测定结果

| 峰号 | 保留时间/min | 化合物英文名  | 化合物中文名                                       | $w_{\text{相对}}/\%$ |
|----|----------|---|--|--------------------|
| 1  | 5.53     | 2-cyano-acetamide   | 2-氰基-乙酰胺                                     | 0.42               |
| 2  | 6.59     | 3-methyl-3-butene-2-ol  | 3-甲基-3-丁烯-2-醇                                | 0.07               |
| 3  | 8.64     | Nonane  | 壬烷   | 0.22               |
| 4  | 9.02     | 5-methyl-3-hexanol  | 5-甲基-3-己醇                                    | 4.41               |
| 5  | 9.27     | 4-hydroxy-3-(hydroxymethyl)-3-methyl-2-butanone                           | 4-羟基-3-(羟甲基)-3-甲基-2-丁酮                       | 0.06               |
| 6  | 9.64     | 2,3-dimethyl-3-butene-2-ol  | 2,3-二甲基-3-丁烯-2-醇                             | 0.07               |
| 7  | 9.95     | 2,5-dimethyl-3,4-hexanediol   | 2,5-二甲基-3,4-己二醇                              | 1.21               |
| 8  | 30.68    | 3,5-Dimethoxytoluene  | 3,5-二甲氧基甲苯                                   | 23.24              |
| 9  | 34.66    | Triacetin   | 三醋精  | 0.13               |
| 10 | 37.45    | 1,3,5-trimethoxy-benzene  | 1,3,5-三甲氧基-苯                                 | 2.70               |
| 11 | 37.59    | [s-(E,E)]-1-methyl-5-methyl-8-(1-methylethyl)-1,6-cyclodecadiene          | [s-(E,E)]1,5-二甲基-8-(1-甲基乙基)-1,6-环癸二烯         | 0.16               |
| 12 | 38.91    | 4-(2,6,6-Trimethyl-1-cyclohexenyl)-2-butanol                              | 4-(2,6,6-三甲基-1-环己烯基)-2-丁醇                    | 0.25               |
| 13 | 40.99    | 2,4-dimethyl-undecane   | 2,4-二甲基-十一烷                                  | 0.10               |
| 14 | 43.90    | $\alpha$ -Farnesene   | $\alpha$ -法尼烯                                | 0.20               |
| 15 | 45.25    | (Z)-3-Tetradecene   | (Z)-3-十四碳烯                                   | 0.21               |
| 16 | 45.57    | 1-chloro-hexadecane   | 1-氯-十六烷                                      | 0.08               |
| 17 | 47.45    | 1,2,3,4,4a,7,8,8a-octahydro-1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-1-naphthalenol | 1,2,3,4,4a,7,8,8a-八氢-1,6-二甲基-4-(1-甲基乙基)-1-萘酚 | 0.06               |
| 18 | 49.58    | 2-(1-phenylethyl)-phenol  | 2-(1-苯基乙基)-苯酚                                | 0.10               |
| 19 | 52.65    | N-tridecane-1-ol  | 十三碳-1-醇                                      | 0.61               |
| 20 | 53.05    | (E)-3-Eicosene  | (E)3-二十碳烯                                    | 0.22               |
| 21 | 53.47    | E-15-Seventeen carbon aldehyde  | (E)15-十七碳烯醛                                  | 0.25               |
| 22 | 54.71    | 1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl octyl ester                           | 邻苯二甲酸丁基辛酯                                    | 0.54               |
| 23 | 54.94    | 9,12,15 (Z,Z,Z)-Octadecatrienoic acid-2,3-dihydroxypropyl ester           | 9,12,15 (Z,Z,Z)-十八碳三烯酸-2,3-二羟丙基酯             | 0.25               |
| 24 | 56.30    | 9-hexyl-heptadecane   | 9-己基-十七烷                                     | 0.43               |
| 25 | 57.85    | Dibutyl phthalate   | 邻苯二甲酸二丁酯                                     | 2.85               |

续表 3

| 峰号 | 保留时间/min | 化合物英文名   | 化合物中文名                  | <i>w</i> <sub>相对</sub> /% |
|----|----------|--|-------------------------|---------------------------|
| 26 | 64.36    | Octadecanoic acid                                    | 十八烷酸                    | 0.93                      |
| 27 | 64.85    | 1-methyl-7-(1-methylethyl)-phenanthrene              | 1-甲基-7-(1-甲基乙基)-菲       | 1.51                      |
| 28 | 65.59    | 2,6,10-trimethyl-tetradecane                         | 2,6,10-三甲基-十四烷          | 0.90                      |
| 29 | 65.93    | Tetradecamethyl-hexasiloxane                         | 十四甲基六硅氧烷                | 0.49                      |
| 30 | 66.88    | 1-phenanthrenecarboxaldehyde                         | 脱氢松香醛                   | 12.44                     |
| 31 | 68.16    | 10-Heneicosene                                       | 10-二十一烯                 | 0.65                      |
| 32 | 68.46    | 2-methyl-nonadecane                                  | 2-甲基-十九烷                | 1.49                      |
| 33 | 70.84    | Bis(2-ethylhexyl) hexanedioic acidester              | 双(2-乙基己基)己二酸酯           | 2.70                      |
| 34 | 71.11    | 2-Dodecenyl-1-(-)-succinic anhydride                 | 2-十二碳烯基-1-(-)-琥珀酸酐      | 0.98                      |
| 35 | 71.21    | 13 $\alpha$ -tri(8)-dihydroabietic acid              | 13 $\alpha$ -三(8)-二氢枞酸  | 3.40                      |
| 36 | 71.95    | 1-Phenanthrenecarboxylic acid                        | 脱氢松香酸                   | 30.58                     |
| 37 | 74.71    | Nonadecane   | 十九烷                     | 1.10                      |
| 38 | 75.56    | 1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester       | 1,2-苯二甲酸二异辛酯            | 0.70                      |
| 39 | 78.91    | 17-Fifty-five ene                                    | 17-五十五碳烯                | 0.27                      |
| 40 | 85.10    | 7-hexyl-eicosane                                     | 7-己基-二十烷                | 0.58                      |
| 41 | 88.86    | 8,11,13-dehydration three allyl-18-acid methyl ester | 8,11,13-脱水三烯丙基-18-酸甲酯   | 0.73                      |
| 42 | 103.18   | 6-methoxy-2-methyl-3-phenyl-5-benzofuran alcohol     | 6-甲氧基-2-甲基-3-苯基-5-苯并呋喃醇 | 0.12                      |

表 4 索氏提取法测定结果

| 峰号 | 保留时间/min | 化合物英文名   | 化合物中文名                        | <i>w</i> <sub>相对</sub> /% |
|----|----------|--|-------------------------------|---------------------------|
| 1  | 8.65     | Octane   | 辛烷                            | 0.12                      |
| 2  | 8.98     | 4-allyloxy-2-methyl-pentane-2-ol                           | 4-烯丙氧基-2-甲基-戊-2-醇             | 0.21                      |
| 3  | 9.03     | 5-methyl-3-hexanol   | 5-甲基-3-己醇                     | 0.46                      |
| 4  | 9.95     | 2,2-dimethyl-1-pentanol                                    | 2,2-二甲基-1-戊醇                  | 0.20                      |
| 5  | 26.93    | 1-Nonene   | 1-壬烯                          | 0.02                      |
| 6  | 30.67    | 3,5-Dimethoxytoluene                                       | 3,5-二甲氧基甲苯                    | 0.78                      |
| 7  | 34.66    | Triacetin  | 三醋精                           | 0.02                      |
| 8  | 36.89    | (Z)-7-Tetradecene  | (Z)-7-十四烯                     | 0.09                      |
| 9  | 37.43    | 1,3,5-trimethoxy-benzene                                   | 1,3,5-三甲氧基-苯                  | 0.04                      |
| 10 | 41.47    | 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methyl-phenol-methylcarbamate | 2,6-双(1,1-二甲基乙基)-4-甲基-苯酚甲基甲酸酯 | 0.52                      |
| 11 | 43.30    | $\alpha$ -Methyl-D-Glucopyranoside                         | $\alpha$ -甲基 D-吡喃葡萄糖苷         | 0.08                      |
| 12 | 43.91    | Nonanoic acid  | 壬酸                            | 0.04                      |
| 13 | 45.23    | (Z)-3-Hexadecene   | (Z)-3-十六碳烯                    | 0.09                      |
| 14 | 52.62    | (E)-5-Octadecene   | (E)-5-十八碳烯                    | 0.06                      |
| 15 | 54.68    | Isobutyl octyl,phthalic acidester                          | 异丁基辛基邻苯二甲酸酯                   | 0.05                      |
| 16 | 57.82    | Dibutyl phthalate  | 邻苯二甲酸二丁酯                      | 0.68                      |
| 17 | 58.12    | N-hexadecanoic acid  | 正十六烷酸                         | 0.18                      |
| 18 | 59.26    | 1-(ethyleneoxy)-octadecane                                 | 1-(乙烯氧基)-十八烷                  | 0.02                      |
| 19 | 89.59    | Eicosane   | 二十烷                           | 2.33                      |
| 20 | 63.35    | 11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester                     | 11,14-二十碳二烯酸甲酯                | 0.34                      |
| 21 | 64.33    | Octadecanoic acid  | 十八烷酸                          | 0.08                      |
| 22 | 65.57    | 1-Iodo-2-methylundecane                                    | 1-碘-2-甲基十一烷                   | 0.10                      |
| 23 | 68.33    | (E)-5-Eicosene   | (E)-5-二十碳烯                    | 0.08                      |
| 24 | 68.44    | 2-methyl-nonadecane  | 2-甲基-十九烷                      | 4.46                      |
| 25 | 70.79    | Diisooctyl adipate   | 己二酸二异辛酯                       | 0.25                      |
| 26 | 71.24    | Heptacosane  | 二十七烷                          | 0.53                      |
| 27 | 71.64    | Z,Z-6,13-Octadecadienol-1-acetate                          | Z,Z-6,13-十八碳二烯 1-醇乙酸酯         | 0.03                      |
| 28 | 74.67    | Nonadecane   | 十九烷                           | 12.53                     |
| 29 | 75.52    | 1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester             | 1,2-苯二甲酸二异辛酯                  | 1.36                      |
| 30 | 78.67    | Hexadecyl trichloroacetic acidester                        | 十六烷基三氯乙酸酯                     | 0.04                      |
| 31 | 84.44    | 1-Docosene   | 1-二十二碳烯                       | 3.16                      |
| 32 | 85.13    | Heneicosane  | 二十一烷                          | 54.07                     |
| 33 | 85.60    | Tetratetracontane  | 四十四烷                          | 0.04                      |
| 34 | 89.27    | 17-Fifty-five ene  | 17-五十五碳烯                      | 0.10                      |
| 35 | 94.15    | Tetracosane  | 二十四烷                          | 16.60                     |

续表 4

| 峰号 | 保留时间/min | 化合物英文名                            | 化合物中文名            | $w_{\text{相对}}/\%$ |
|----|----------|-----------------------------------|-------------------|--------------------|
| 36 | 99.71    | 2,6,10,15-tetramethyl-heptadecane | 2,6,10,15-四甲基-十七烷 | 0.04               |
| 37 | 99.75    | 9-hexyl-heptadecane               | 9-己基-十七烷          | 0.05               |
| 38 | 101.49   | 1-Hepta tri acohol                | 1-庚三醇             | 0.05               |

## 2.2 4 种样品玫瑰精油 GC-MS 成分分析图谱

见图 1 所示.

4 种样品玫瑰精油 GC-MS 成分分析图谱分别

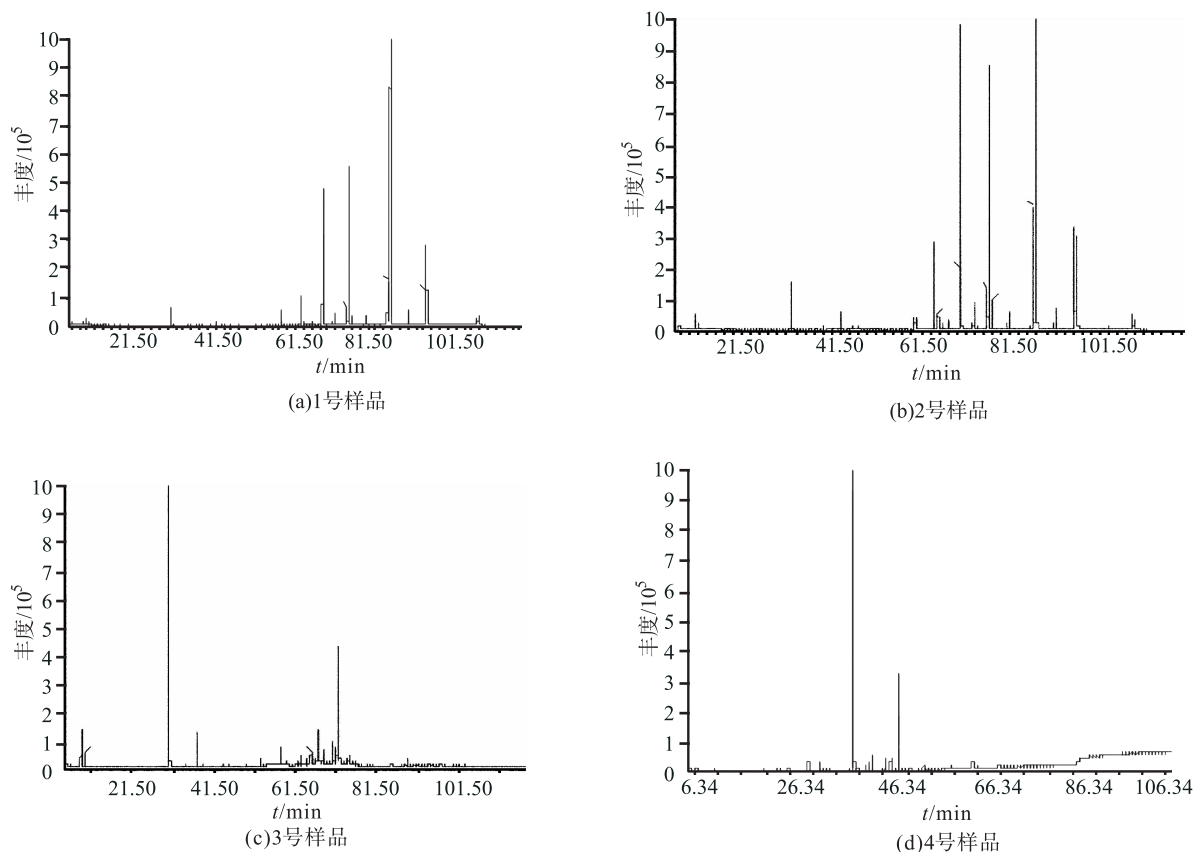


图1 4种样品的TIC色谱图

## 3 讨论

不同方法提取的玫瑰精油及化学成分在种类、化合物的质量分数上均有较大的差异,说明在分析样品中挥发油的时候提取方法影响很大.此次试验中采用4种提取方法,超声提取法得到的玫瑰精油鉴定了29种化学成分,溶剂提取法得到的玫瑰精油鉴定了62种化学成分,水蒸馏提取法得到的玫瑰精油鉴定了42种化学成分,索氏提取法得到的玫瑰精油鉴定了38种化学成分.

玫瑰精油所含的化学成分主要有烷烃、香茅醇、香叶醇、橙花醇、紫罗兰醇、单萜和倍半萜、庚醛、脂肪酸等多种化合物,其中香茅醇、香叶醇、 $\beta$ -苯乙醇和橙花醇及其酯类是玫瑰花香的基本成分<sup>[9]</sup>.

本文采用的4种提取方法中,3种有机溶剂参与的提取方法主要得到十九烷、二十一烷、二十四烷等玫瑰的蜡质成分,但玫瑰的主要香气成分指标偏低.水蒸气蒸馏提取法在检测到的成分中质量分数较高的主要成分为5-甲基-3-己醇、2,5-二甲基-3,4-己二醇、3,5-二甲氧基甲苯、1,3,5-三甲氧基-苯、邻苯二甲酸二丁酯、脱氢松香醛、13 $\alpha$ - $\delta$ (8)-二氢枞酸、脱氢松香酸,其中质量分数最高的是脱氢松香酸.检测物主要为醇类、酯类、酸类物质.由于挥发性成分富集原理的不同,所以不同的提取方法所得到的成分有显著的差异.

(下转第111页)

酶初筛结果表明,菌株 KC198 和 KC266 都有较好的蛋白酶活性.在此基础上,对 KC198 和 KC266 进行产酶条件的优化,主要对发酵培养基和发酵时间进行探究,结果表明,KC198 和 KC266 两株菌分别在发酵第 7 d 和第 8 d 酶活较高,且适合在酵母膏-蛋白胨培养基中发酵产酶.在最适产酶条件下获得粗酶液,并对其进行酶学性质探究,探究方法是采用紫外分光光度法在 680 nm 波长处测定不同质量浓度的酪氨酸溶液的 OD 值并绘制标准曲线,然后利用福林酚法测定该酶活性,最后以酪蛋白为底物对所产蛋白酶粗酶进行了酶学性质探究,主要探究酶活最适 pH 值及最适温度.结果显示,KC198 的酶活最适 pH 为 8.9,为碱性蛋白酶,而该酶最适温度为 28℃.KC266 的酶活最适 pH 为 10.0,仍为碱性蛋白酶,且该酶最适温度也为 28℃.

目前我国酶资源短缺,本研究可为工业生产蛋白酶制剂提供宝贵的菌种资源,同时对微生物资源的开发利用具有科研和现实意义.此外,对两株菌最佳产酶条件和蛋白酶粗酶酶学性质的初探,可为分离纯化得到 KC198 和 KC266 两株菌的蛋白酶纯酶提供参考数据,也可为其在实际生产中的研发与应用提供理论依据.

### [参考文献]

- [1] 王睿,刘桂超.论我国酶制剂工业的发展[J].畜牧与饲料科学,2011,32(1):68-69.
- [2] KUMAR C G, TAKAGI H. Microbial alkaline proteases: From a bioindustrial viewpoint[J]. Biotechnology Advances, 1999,17(7):561-594.
- [3] 王俊英,侯小歌,张杰,等.酒曲中高蛋白酶产生菌筛选及酶学性质研究[J].中国酿造,2012,31(4):33-36.
- [4] 代玉梅.蛋白酶高产菌株的筛选鉴定及酶学性质研究[D].青岛:青岛大学,2008.
- [5] 许树钦.产蛋白酶海洋细菌的筛选及其酶学性质的研究[D].厦门:厦门大学,2013.
- [6] 杨胜远,陆兆新.微生物低温碱性蛋白酶的研究进展[J].食品与发酵工业,2004,30(4):93-95.
- [7] 刘连盟.菌寄生真菌纤维齿梗孢蛋白酶基因克隆与表达[D].泰安:山东农业大学,2008.
- [8] 李婵娟,王婧,杨洁.蛋白酶产生菌的筛选、鉴定及酶学性质研究[J].湖北农业科学,2015,54(19):4794-4797.
- [9] 吴洁,吴远根,张远,等.黄曲霉固态发酵麻疯树饼粕产蛋白酶及其酶学性质研究[J].安徽农业科学,2010,38(4):1681-1683.
- [10] 曹艳茹,姜怡,李有龙,等.孟加拉虎粪便放线菌的分离及其多样性[J].微生物学报,2012,52(7):816-824.

(上接第 106 页)

### [参考文献]

- [1] 杨念慈.浅谈油用玫瑰花的品种及其应用[J].香料与香精,1982(4):8-12.
- [2] 叶为继,章德华.香精与调香[J].精细化工,1984(2):29-34.
- [3] 庄丽亚.玫瑰精油化学成分及其功能性研究[D].杭州:浙江大学,2012.
- [4] 单银花,王志祥,张丰.玫瑰精油提取与纯化工艺研究进展[J].精细与专用化学品,2008(16):15-17.
- [5] 马希汉,王永红,尉芹.玫瑰精油提取工艺研究[J].林产

化学与工业,2004,24(8):80-84.

- [6] 戴琳,单银花,王志祥.超临界 CO<sub>2</sub> 萃取玫瑰精油的工艺优化[J].食品工业科技,2015,36(3):266-269.
- [7] 黄俊魏,唐琳,陈浩.超声波分级提取玫瑰精油和色素的工艺优化[J].食品安全质量检测学报,2015,6(6):2123-2130.
- [8] 任艳奎,许松林,栾礼侠.应用分子蒸馏技术分离提纯玫瑰精油[J].应用化工,2005,34(8):509-512.
- [9] 王晓霞,魏杰,刘劲芸,等.云南食用玫瑰精油化学成分的 GC/MS 分析及其应用研究[J].云南大学学报(自然科学版),2011,33(S2):414-417.