



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103937613 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 23

(21) 申请号 201410166358. 1

(22) 申请日 2014. 04. 24

(71) 申请人 福建农林大学

地址 350002 福建省福州市仓山区建新镇金山学区

(72) 发明人 叶秋萍 金心怡 魏诗琴 王婷婷

(74) 专利代理机构 福州元创专利商标代理有限公司 35100

代理人 蔡学俊

(51) Int. Cl.

C11B 9/02 (2006. 01)

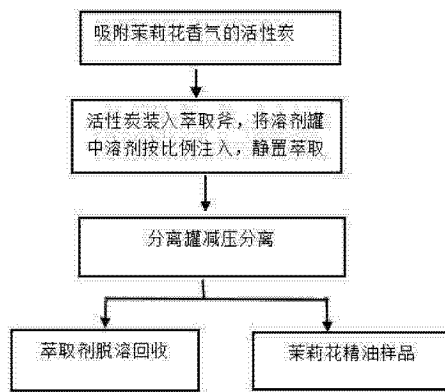
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,其特征在于:按如下步骤进行,将吸附茉莉花香气的活性炭颗粒混匀;将处理后活性炭装入萃取釜中;将萃取釜中溶剂压入分离罐蒸发,抽真空至分离罐的压力降低至负压,使萃取剂与茉莉花香气成分分离,得到香气萃取物;从茉莉花头香吸附物料中和萃取液中蒸发出的溶剂气体,经过压缩冷凝后液化,液态的溶剂流回溶剂罐循环使用。本发明不会产生溶剂残留,且可回收循环使用,减少萃取剂的消耗;具有提取回收率高达 90% 以上、纯度高的特点;通过溶剂汽化与液化进行热交换,能耗低,提取效率高,大大缩短了提取时间 2 ~ 5 小时;在常温和中、低压下萃取精油,且设备制造成本较低,便于工业化生产,具有良好的市场前景。



1. 一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,其特征在于:按如下步骤进行,

1) 将吸附茉莉花头香的活性炭颗粒混匀;

2) 将处理后活性炭装入萃取釜中,萃取剂按 1:1 ~ 1:5 的体积比加入,萃取温度为 30 ~ 50℃,萃取压力为 0.65 ~ 1.05MPa,每次萃取时间为 15 ~ 75min,连续萃取 1 ~ 4 次;

3) 将萃取釜中溶剂压入分离罐蒸发,抽真空至分离罐的压力降低至负压,使萃取剂与茉莉花香气成分分离,得到萃取物;

4) 从物料中和萃取液中蒸发出的溶剂气体,经过压缩冷凝后液化,液态的溶剂流回溶剂罐循环使用。

2. 根据权利要求 1 所述的一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,其特征在于:所述萃取剂为丁烷或二甲醚。

3. 根据权利要求 1 所述的一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,其特征在于:所述茉莉花头香的活性炭颗粒由如下步骤获取:

1) 提供一包括具有层架的茉莉花吐香的工作仓和 PLC 工控机,所述工作仓的顶端经吸风口与一吸附柱的一端连接,所述吸附柱的另一端与可调式负压真空泵连接,所述工作仓内设有温度传感器、湿度传感器和二氧化碳传感器,所述工作仓的内仓壁上均布有多排由送风组件实现工作仓内部风循环的风孔,所述工作仓的一侧壁上经湿气接口连接有一用以调控工作仓内部湿气的加湿器,所述工作仓的底侧设有用以控制工作仓内温度的压缩机制冷组件,所述工作仓的下部旁侧设有外部新鲜空气补给的进风口,所述工控机的输入端分别与温度传感器、湿度传感器和二氧化碳传感器电路连接,所述工控机的输出端分别与压缩机制冷组件、送风组件和加湿器电路连接,所述吸附柱内装有活性炭吸附材料,所述吸附柱高度为 25 ~ 35cm;

2) 将刚刚开放的茉莉鲜花以 3~5cm 的厚度均匀摊放在装置的层架上,设定温度 30 ~ 35℃,湿度 80 ~ 85%,并由温度传感器、湿度传感器根据工作仓的环境变化进行温度和湿度调控;

3) 打开可调式负压真空泵,以 5 ~ 35L/min 的流速从装置顶端抽出带有茉莉花香气的 airflow,压入高度为 25 ~ 35cm 的吸附柱内,通过具有一定高度的活性炭层被充分吸附,并将吸附香气后的无味气体排出;

4) 采用 CO<sub>2</sub> 传感器对工作仓内的 CO<sub>2</sub> 浓度进行在线监测,将其控制在 400 ~ 1000mg/kg,从新风口定时输入新鲜空气,以保证仓体内有足够的氧气供给茉莉花呼吸代谢,保持鲜花生机;

5) 装置连续运行 20 ~ 24 小时,直到茉莉花香气基本吸附完,将活性炭密封冷藏待后期提取用。

## 一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,适用于茉莉花精油提取生产线外,还可用于植物色素、功能性成分提取等方面。

### 背景技术

[0002] 茉莉花精油是鲜花开放过程中释放的次生代谢产物,主要为大量的酯类和醇类,被称为“精油之王”,具有高雅气味,可舒缓郁闷情绪、振奋精神、同时可护理和改善肌肤干燥、缺水、过油及敏感的状况,淡化疤痕,增加皮肤弹性等特点,目前已被广泛应用在花茶加工、化妆品、食品、医疗等领域方面。

[0003] 目前,我国茉莉花种植面积约为 0.8 万  $\text{hm}^2$ ,年产鲜花约 9 万 t,主要产区在广西、云南、福建、四川等地,主要用于窰制花茶。花茶生产采用传统茶花拼合的方式,鲜花开放时容易造成香气在空气中散失,且因窰制过程翻拌及茶堆湿热环境导致生机大大降低。因此,充分提取茉莉花香气成分有利于提高其利用率。

[0004] 茉莉头香精油提取传统采用油脂吸附法和吹气吸附法,容易造成油脂残留或后期萃取的溶剂残留,近年来有采用超临界  $\text{CO}_2$  萃取法,大大改善了传统吸附法的残留问题,但因萃取过程需较高压力、设备制造要求高、产能相对有限、设备投资大、产品成本高,因此在香精提取未能实现真正工业化生产。因此,针对上述问题是本发明研究的对象。

### 发明内容

[0005] 鉴于现有技术的不足,本发明提供一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,有助于解决现有茉莉花头香精油萃取效果差、残留量大等问题。

[0006] 本发明的技术方案在于:

一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,其特征在于:按如下步骤进行,

- 1) 将吸附茉莉花头香的活性炭颗粒混匀;
- 2) 将处理后活性炭装入萃取釜中,萃取剂按 1:1 ~ 1:5 的体积比加入,萃取温度为 30 ~ 50 $^{\circ}\text{C}$ ,萃取压力为 0.65 ~ 1.05MPa,每次萃取时间为 15 ~ 75min,连续萃取 1 ~ 4 次;
- 3) 将萃取釜中溶剂压入分离罐蒸发,抽真空至分离罐的压力降低至负压,使萃取剂与茉莉花香气成分分离,得到萃取物;
- 4) 从物料中和萃取液中蒸发出的溶剂气体,经过压缩冷凝后液化,液态的溶剂流回溶剂罐循环使用。

[0007] 所述萃取剂为丁烷或二甲醚。

[0008] 所述茉莉花头香的活性炭颗粒由如下步骤获取:

- 1) 提供一包括具有层架的茉莉花吐香的工作仓和 PLC 工控机,所述工作仓的顶端经吸风口与一吸附柱的一端连接,所述吸附柱的另一端与可调式负压真空泵连接,所述工作仓内设有温度传感器、湿度传感器和二氧化碳传感器,所述工作仓的内仓壁上均布有多排由送风组件实现工作仓内部风循环的风孔,所述工作仓的一侧壁上经湿气接口连接有一用

以调控工作仓内部湿气的加湿器,所述工作仓的底侧设有用以控制工作仓内温度的压缩机制冷组件,所述工作仓的下部旁侧设有外部新鲜空气补给的进风口,所述工控机的输入端分别与温度传感器、湿度传感器和二氧化碳传感器电路连接,所述工控机的输出端分别与压缩机制冷组件、送风组件和加湿器电路连接,所述吸附柱内装有活性炭吸附材料,所述吸附柱高度为 25 ~ 35cm;

2) 将刚刚开放的茉莉鲜花以 3~5cm 的厚度均匀摊放在装置的层架上,设定温度 30 ~ 35℃,湿度 80 ~ 85%,并由温度传感器、湿度传感器根据工作仓的环境变化进行温度和湿度调控;

3) 打开可调式负压真空泵,以 5 ~ 35L/min 的流速从装置顶端抽出带有茉莉花香气的气流,压入高度为 25 ~ 35cm 的吸附柱内,通过具有一定高度的活性炭层被充分吸附,并将吸附香气后的无味气体排出;

4) 采用 CO<sub>2</sub> 传感器对工作仓内的 CO<sub>2</sub> 浓度进行在线监测,将其控制在 400 ~ 1000mg/kg,从新风口定时输入新鲜空气,以保证仓体内有足够的氧气供给茉莉花呼吸代谢,保持鲜花生机;

5) 装置连续运行 20 ~ 24 小时,直到茉莉花香气基本吸附完,将活性炭密封冷藏待后期提取用。

[0009] 本发明的优点在于:

(1) 以丁烷、二甲醚为萃取剂,沸点低,不会产生溶剂残留,且可回收循环使用,减少萃取剂的消耗;(2) 对充分吸附茉莉花头香的活性炭进行提取,具有提取回收率高达 90% 以上、纯度高的特点;(3) 通过溶剂汽化与液化进行热交换,能耗低,提取效率高,缩短提取时间 2 ~ 5 小时;(4) 在常温和中、低压下萃取精油,有利于保持茉莉花精油鲜灵度,且设备制造成本较低,便于工业化生产,具有良好的市场前景。

## 附图说明

[0010] 图 1 本发明实施例流程图。

图 2 本发明实施例方法下的设备结构示意图。

[0011] 图 3 本发明实施例方法下的设备控制原理框图。

## 具体实施方式

[0012] 为了让本发明的上述特征和优点能更明显易懂,下文特举实施例,并配合附图,作详细说明如下。

[0013] 参考图 1,本发明涉及一种亚临界萃取茉莉花头香精油的方法,按如下步骤进行,

1) 将吸附茉莉花头香的活性炭颗粒混匀;

2) 将处理后活性炭装入萃取釜中,萃取剂按 1:1 ~ 1:5 的体积比加入,萃取温度为 30 ~ 50℃,萃取压力为 0.65 ~ 1.05MPa,每次萃取时间为 15 ~ 75min,连续萃取 1 ~ 4 次;

3) 将萃取釜中溶剂压入分离罐蒸发,抽真空至分离罐的压力降低至负压,使萃取剂与茉莉花香气成分分离,得到萃取物;

4) 从物料中和萃取液中蒸发出的溶剂气体,经过压缩冷凝后液化,液态的溶剂流回溶剂罐循环使用。

[0014] 上述萃取剂为丁烷或二甲醚。

[0015] 参考图 1 和图 2, 上述茉莉花头香的活性炭颗粒由如下步骤获取:

1) 提供一包括具有层架的茉莉花吐香的工作仓 1 和工控机, 所述工作仓 1 的顶端经吸风口 2 与一吸附柱 3 的一端连接, 所述吸附柱 3 的另一端与可调式负压真空泵 4 连接, 所述工作仓 1 内设有温度传感器 5、湿度传感器 6 和二氧化碳传感器 7, 所述工作仓 1 的内仓壁上均布有多排由送风组件实现工作仓内部风循环的风孔 8, 所述工作仓 1 的一侧壁上经湿气连接口连接有一用以调控工作仓内部湿气的加湿器 9, 所述工作仓 1 的底侧设有用以控制工作仓内温度的压缩机制冷组件 10, 所述工作仓的下部旁侧设有外部新鲜空气补给的进风口 11, 所述工控机的输入端分别与温度传感器、湿度传感器和二氧化碳传感器电路连接, 所述工控机的输出端分别与压缩机制冷组件、送风组件和加湿器电路连接。其中, 送风组件为内置风机, 以满足工作仓内部气流循环流动为目的, 可随意设置, 但均以风孔实现气流流入流出; 压缩机制冷组件类似冰箱制冷原理, 工作时, 能调节工作仓内温度; 上述吸附柱内装有活性炭吸附材料; 上述吸附柱高度为 25 ~ 35cm; 上述工控机为 PLC 控制器;

2) 将刚刚开放的茉莉鲜花以 3~5cm 的厚度均匀摊放在装置的层架上, 设定温度 30 ~ 35℃, 湿度 80 ~ 85%, 并由温度传感器、湿度传感器根据工作仓的环境变化进行温度和湿度调控;

3) 打开可调式负压真空泵, 以 5 ~ 35L/min 的流速从装置顶端抽出带有茉莉花香气的气流, 压入高度为 25 ~ 35cm 的吸附柱内, 通过具有一定高度的活性炭层被充分吸附, 并将吸附香气后的无味气体排出;

4) 采用 CO<sub>2</sub> 传感器对工作仓内的 CO<sub>2</sub> 浓度进行在线监测, 将其控制在 400 ~ 1000mg/kg, 从新风口定时输入新鲜空气, 以保证仓体内有足够的氧气供给茉莉花呼吸代谢, 保持鲜花生机;

5) 装置连续运行 20 ~ 24 小时, 直到茉莉花香气基本吸附完, 将活性炭密封冷藏待后期提取用。

[0016] 亚临界流体萃取是植物精油的一项新的工艺方法。该法是在常温和一定压力下, 将亚临界溶剂液化, 利用溶剂相似相溶的性质, 对物料进行逆流萃取, 萃取液(液相)在常温下减压蒸发, 使溶剂汽化与所萃取的目标成分分离, 得到液相的产品; 被萃取过的物料(固相)在常温下减压蒸发出其中吸附的溶剂, 得到另一产品。汽化的溶剂被再压缩液化后循环使用。

[0017] 本方法具有如下特点:

1、亚临界提取技术用于茉莉花精油提取, 无溶剂残留、提取效率高、能耗低、可工业化生产。以每个处理萃取二次计, 生产效率提高 3 ~ 5 倍, 省时 2 ~ 5 小时, 全程采用自动化控制, 仅需 1 ~ 2 人操作, 大大节省了人工成本。萃取工艺中溶剂的气化吸热与液化放出的热量是相等的, 通过使这些热量进行热交换, 可以最大限度地节能。

[0018] 2、亚临界提取技术用于茉莉花精油工艺参数: 物料为吸附茉莉花香气的活性炭, 萃取剂为丁烷(沸点为 -0.50)、二甲醚(沸点为 -24.90), 料液比为 1:1 ~ 1:5, 萃取温度 30 ~ 50℃, 萃取压力 0.65 ~ 1.05MPa, 每次萃取时间 15 ~ 75min, 连续萃取 1 ~ 4 次; 分离时抽真空至分离罐的压力降低至负压。

[0019] 具体实施例: 茉莉花 2250g 以每层 5cm 的厚度放置于茉莉花香气吸附装置内, 设置

一定的温湿度及抽气量,用 450g 活性炭连续吸附 22h, 活性炭重量达到 565g。取已吸附茉莉花头香香气的活性炭颗粒 308g 投入亚临界流体萃取回收精油,以二甲醚为萃取剂,料液比为 1:3,萃取温度为 40℃,萃取压力为 0.85MPa,每次萃取时间为 45min,连续萃取 2 次,茉莉花头香精油为 57g,得率为 4.6%,萃取率 90.9%。

[0020] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,凡依本发明申请专利范围所做的均等变化与修饰,皆应属本发明的涵盖范围。

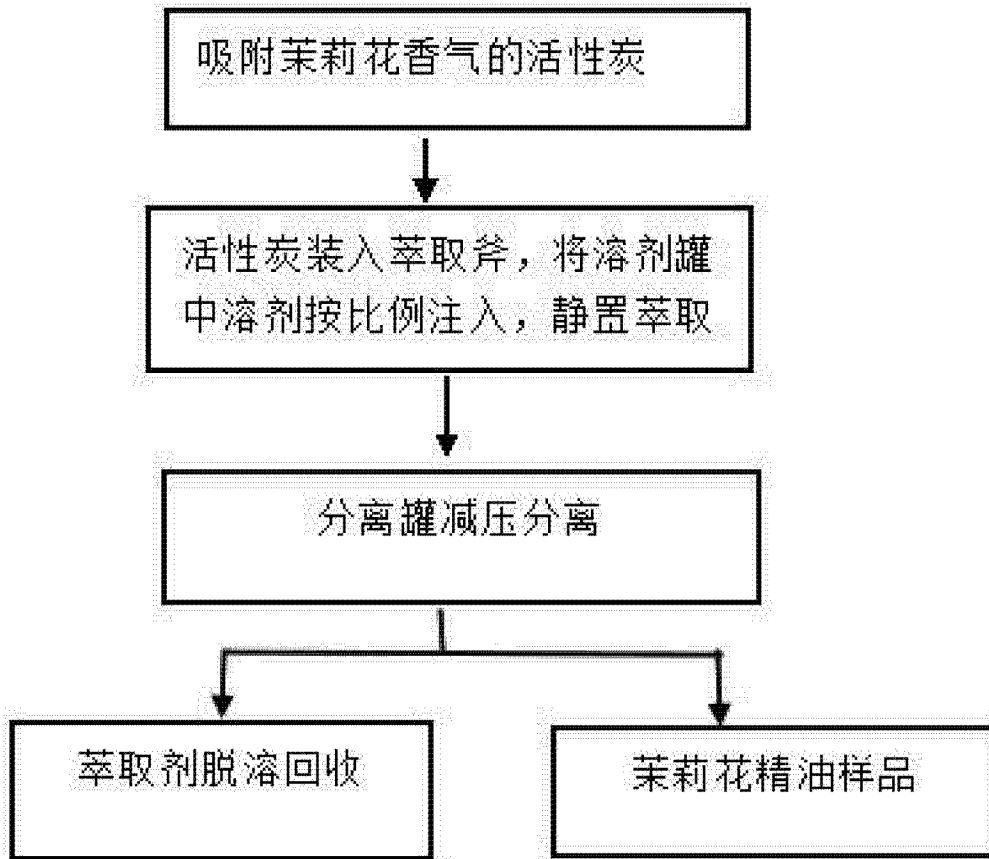


图 1

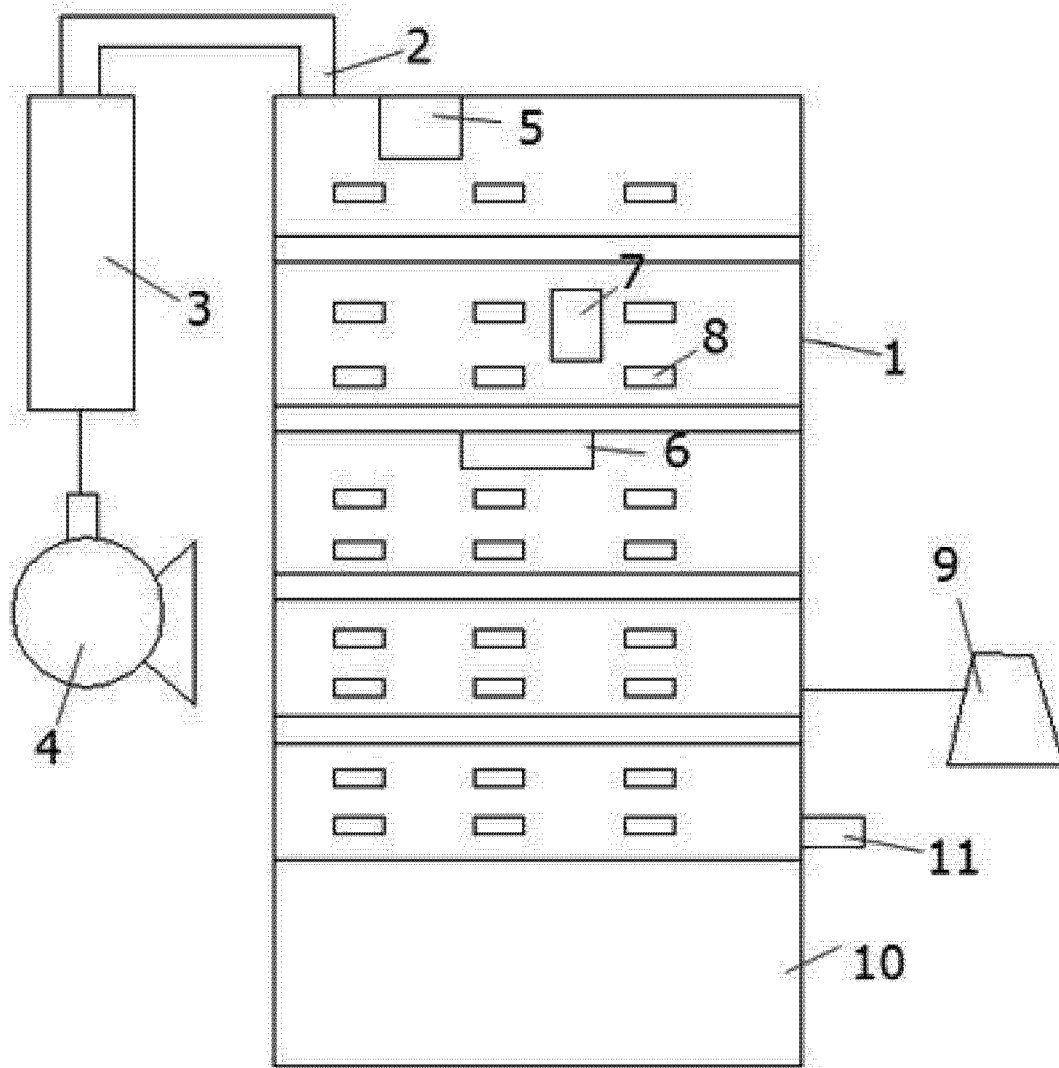


图 2



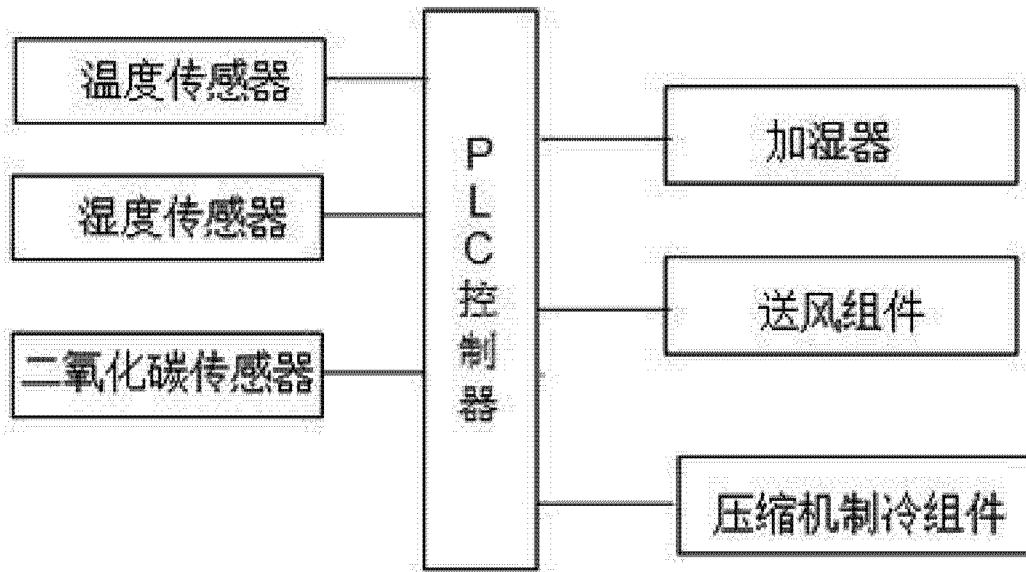


图 3