

桂油生产工艺的探讨

陈尊典 刘智华 谭逵

(林学系)

提 要

本文研究了在桂油生产中,不同工艺条件对桂油出油率和桂油质量的影响。主要研究了原料状态(切碎与不切碎)、蒸馏速率($35\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ 、 $70\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ 、 $105\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ 、 $140\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$)和蒸馏方式(水上蒸馏与水中蒸馏)等三因素进行试验。试验结果表明:上述诸因素对出油率均有显著的影响。其中以水上蒸馏效果最显著,不但提高出油率,缩短蒸馏时间,而且桂油质量也较高,原料切碎优于不切碎;蒸馏速率四个水平以 $70\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ 为最佳。

关键词 精油; 桂油; 肉桂

前 言

肉桂(*Cinnamomum cassia* Presl)又名玉桂,属樟科,樟属,为常绿乔木^[1]。其枝叶用水蒸汽蒸馏所得的挥发油称为桂油,它是一种成份复杂的精油,外观为黄色或黄棕色液体,主要成份为桂醛^{[3][4][7][9]}。桂油质量的好坏,以桂醛含量的高低衡量之,出口的桂油含醛量要求在85%以上^[2]。

桂油生产在我国已有一百多年历史。多年来,操作方法及生产设备已作了一些改进,但目前还停留在土法生产的基础上,各地操作条件有些差异,生产工艺控制不严格,因而影响出油率。许多文献^{[2][6][8][9]}对桂油生产都有描述,但不同工艺条件对桂油出油率和桂醛含量的影响未见报道。为了探明各种工艺条件对桂油出油率和桂油质量的影响,本文着重研究了蒸馏方式、蒸馏速率和原料状态三因素对桂油出油率和含醛量的影响,摸清它们的规律性,找出最优的生产工艺,为生产提供依据。

材 料 和 方 法

(一) 材料

试验用桂枝叶于1985年12月10日取自广东省德庆县高良区万星乡。该叶于9月下旬采于新屋垌集山松桂混交林,桂枝叶晒干后,扎成大捆,每捆干重6~8 kg,共160 kg露天堆放于屋旁空地,俗称“叠叶”,取回试验时已“叠叶”二个月以上。

• 本校林学专业86届张蕊、廖超林同志参加部分实验工作;文中数理统计部份承何昭珩副教授提出宝贵意见。特此致谢。

1987年4月29日收稿

试验前将枝叶和包装运输过程中的脱落叶分别进行混匀，按比例进行随机取样，每份枝叶的总重量为1.5kg，用塑料编织袋包装后备用。经测定桂枝叶的含水率为9.4%。

(二) 蒸馏装置

试验装置如图1所示，原料装于蒸馏甑(1)中，用电加热进行蒸馏，枝叶中的桂油随水蒸汽蒸出，由甑盖(2)的导气管引入冷凝器(3)冷凝，馏出液经三个串联的油水分离器(4)进行油水分离，因桂油比水重，沉于器底。由第三个油水分离器流出的水加入甑1中，以保持一定的液位。

蒸馏甑1直径为300mm，高500mm，甑底安装4支电热器，每支2.5kw，距底200mm处有一筛板，甑盖与甑联接采用“水封”，甑侧有一回液管(7)，甑及甑盖均用石棉绳保温。冷凝器(3)是根据桂油特性自行设计的一种结构特殊的冷凝器，它可以满足桂油蒸汽冷凝的需要。油水分离器(4)为漏斗状，上部用金属制造，下部为玻璃量筒，可直接读取桂油的读数，金属与玻璃接口用胶粘剂粘合，一二级油水分离器的口径为250mm，第三级口径为100mm。

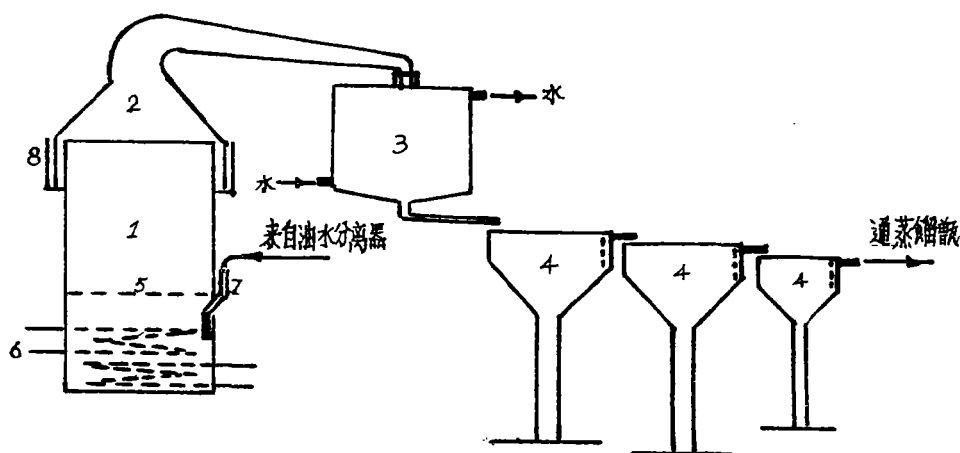
(三) 方法

本试验选定原料状态、蒸馏速率和蒸馏方式三个条件，研究对出油率和含醛量的影响。试验选用的因素和水平见表1。

表1 试验选用的因素和水平

试验因素 水平	A 原料* 状态	B 蒸馏速率 (kg/m ² ·h)	C 蒸馏 方式**
1	A ₁ 不切碎	B ₁ 35(2.5kw)	C ₁ 水上蒸馏
2	A ₂ 切碎	B ₂ 70(5.0kw)	C ₂ 水中蒸馏
3		B ₃ 105(7.5kw)	
4		B ₄ 140(10.0kw)	

- 不切碎原料长约30~35cm，切碎的枝叶长约2~3cm
- 水上蒸馏原料放于筛板上，不与水接触，水中蒸馏原料全部浸于水中。



1.蒸馏甑 2.瓶盖 3.冷凝器 4.油水分离器
5.筛板 6.加热器 7.回液管 8.水封

图1 试验装置示意图

蒸馏前, 先将桂枝叶放在水中浸泡24小时, 根据随机试验代号号码所要求的工艺条件进行操作。每个代号重复作三次试验, 分别测出每锅的出油率。

将同一工艺条件三次重复的桂油收集在一起, 用亚硫酸氢钠法测定其含醛量。

结果 和 分 析

桂油三因素试验的各种组合和结果见表2。

(一) A、B、C三因素对出油率的影响

为了分析各因素影响的显著性, 按方差分析方法进行计算, A、B、C三因素试验对出油率的方差分析见表3。

表 2

三因素试验的组合和结果

原料状态 蒸馏方式 速率	A ₁ (不切碎)						A ₂ (切碎)					
	C ₁ (水上)			C ₂ (水中)			C ₁ (水上)			C ₂ (水中)		
	代号	出油率* (%)	桂油含醛量 (%)	代号	出油率* (%)	桂油含醛量 (%)	代号	出油率* (%)	桂油含醛量 (%)	代号	出油率* (%)	桂油含醛量 (%)
B ₁ (35kg/m ² ·h)	(1)	0.77			0.59			0.65			0.65	
		0.80	89.6	(2)	0.49	86.8	(3)	0.80	86.5	(4)	0.65	85.8
		0.77			0.65			0.68			0.71	
B ₂ (70kg/m ² ·h)	(5)	0.80			0.75			1.11			0.67	
		0.99	86.0	(6)	0.77	86.5	(7)	1.05	88.8	(8)	0.80	86.4
		0.99			0.73			1.07			0.66	
B ₃ (105kg/m ² ·h)	(9)	0.82			0.79			0.88			0.44	
		0.85	90.0	(10)	0.67	83.5	(11)	1.19	88.2	(12)	0.59	87.4
		0.65			0.66			0.99			0.65	
B ₄ (140kg/m ² ·h)	(13)	0.65			0.57			0.82			0.43	
		0.65	89.0	(14)	0.49	88.8	(15)	0.88	88.2	(16)	0.57	83.3
		0.77			0.65			0.80			0.57	

* 指干基

从方差分析表3中可以看出,各因素对出油率特别显著影响的有C(蒸馏方式)、B(蒸馏速率)和二因子互作 $A \times C$ (原料状态 $\times$ 蒸馏方式)、三因子互作 $A \times B \times C$

表3 出油率的方差分析表

变异来源	自由度	平方和	均方	F值	$F_{0.05}$	$F_{0.01}$
A	1	0.0204	0.0204	3.04	4.15	7.50
B	3	0.3230	0.1077	16.07**	2.90	4.46
C	1	0.5698	0.5698	85.04**	4.15	7.50
$A \times B$	3	0.0036	0.0012	0.18	2.90	4.46
$A \times C$	1	0.0698	0.0698	10.42**	4.15	7.50
$B \times C$	3	0.0428	0.0143	2.13	2.90	4.46
$A \times B \times C$	3	0.1203	0.0401	5.99**	2.90	4.46
误差	32	0.2131	0.0067			
总的	47	1.3628				

表4 水上蒸馏出油率的方差分析表

变异来源	自由度	平方和	均方	F值	$F_{0.05}$	$F_{0.01}$
A	1	0.0829	0.0829	10.63**	4.45	8.40
B	3	0.2641	0.0880	11.28**	3.20	5.18
$A \times B$	3	0.0802	0.0267	3.42	3.20	5.18
误差	16	0.1249	0.0078			
总的	23	0.5521				

• A—原料状态 B—蒸馏速率

(原料状态 $\times$ 蒸馏速率 $\times$ 蒸馏方式),其余皆不显著。由于 $A \times C$ 和 $A \times B \times C$ 对出油率有特别显著影响,说明出油率与A(原料状态)是有关系的。若只考虑水上蒸馏,进行方差分析得表4。

从表4看出,A(原料状态)在水上蒸馏时,对出油率有特别显著的影响。由于F值的大小表示着效应或互作变异的大小,故从表3、表4显著的效应和互作中,其对出油影响大小的次序为 $C > B > A \times C > A \times B \times C > A$ 。

表5 蒸馏速率各水平间差异情况

$\overline{B_i} - \overline{B_j}$	$\overline{B_i} - \overline{B_4}$	$\overline{B_i} - \overline{B_1}$	$\overline{B_i} - \overline{B_3}$
$\overline{B_2} = 0.87$	0.22*	0.19*	0.1*
$\overline{B_3} = 0.77$	0.12*	0.09	
$\overline{B_1} = 0.68$	0.03		
$\overline{B_4} = 0.65$			

1. 蒸馏方式:从表3表2中知道,蒸馏方式对出油率影响特别显著,水上蒸馏优

于水中蒸馏,水上蒸馏的平均出油率为0.85%,水中蒸馏平均出油率为0.64%,水上蒸馏比水中蒸馏可提高出油率33%。

2. 蒸馏速率:蒸馏速率四个水平,用q检验^[5],分析各水平间的差异情况见表5。

从表3知道 $s_w^2 = 0.0067$, $f_w = 32$, $a = 4$ 以危险率 $\alpha = 0.05$ 查q表得

$$q_{0.05}(4, 32) = 3.84$$

$$\therefore D = 3.84 \times \sqrt{\frac{0.0067}{12}} = 0.09$$

从表5中看到 $|\overline{B_i} - \overline{B_j}| > D = 0.09$ 的比较有四个,即 $\overline{B_2}$ 与 $\overline{B_4}$, $\overline{B_2}$ 与 $\overline{B_1}$, $\overline{B_2}$ 与 $\overline{B_3}$ 和 $\overline{B_3}$ 与 $\overline{B_4}$,也就是说全部两两比较的结果表明,蒸馏速率 $B_2(70\text{kg/m}^2\cdot\text{h})$ 与 $B_4(140\text{kg/m}^2\cdot\text{h})$ 、 $B_1(35\text{kg/m}^2\cdot\text{h})$ 、 $B_3(105\text{kg/m}^2\cdot\text{h})$ 和 $B_3(105\text{kg/m}^2\cdot\text{h})$ 与 $B_4(140\text{kg/m}^2\cdot\text{h})$ 之间差异显著,而其他各组间差异不显著。其中以 B_2 为最佳, B_2 与 B_1 、 B_3 、 B_4 比较,分别可提高出油率各为28%、13%、34%。从这里可看出,并不是蒸馏速率越快越好,而是有一最适值。因桂油存在于桂枝叶的组织中,它必须扩散到枝叶的表面才能被蒸汽带走,当桂油还未扩散到表面,蒸馏速率增大也没用。另一方面,蒸馏速率太大,馏出液在油水分离器中停留时间短,油的损失增加,因而出油率反而减少。

3. 原料状态:在水上蒸馏时,原料切碎与不切碎对出油率有显著差异,切碎的出油率为0.91%,不切碎为0.79%,切碎比不切碎可提高出油率15%。因切碎原料有利于桂油的扩散。

综上所述,应采用 A_2 (切碎) $\times B_2(70\text{kg/m}^2\cdot\text{h}) \times C_1$ (水上)的组合,其出油率可达到1.08%。

(二) A、B、C三因素对含醛量的影响

含醛量的方差分析见表6。

从方差分析表6知, C(蒸馏方式)对桂油含醛量有显著影响,其余均不显著,从表2知,水上蒸馏比水中蒸馏可提高含醛量2.6%。

(三) 三因素与蒸馏时间的关系

在试验过程中,发现三因素对蒸馏时间有影响,其结果如表7。

从表8、表7可看出,蒸馏速率与蒸馏方式对蒸馏时间有特别显著的影响,随着蒸馏速率加大,蒸馏时间缩短。水上蒸馏比水中蒸馏省时。故采用水上蒸馏可节省能源。

表6 含醛量的方差分析表

变异来源	自由度	平方和	均方	F值	F _{0.05}
A (原料状态)	1	1.96	1.96	0.55	4.96
B (蒸馏速率)	3	0.38	0.13	0.04	3.71
C (蒸馏方式)	1	19.80	19.80	5.51*	4.96
误差	10	35.92	3.59		
总的	15	58.06			

表7 A、B、C三因素与蒸馏时间的关系(h)

原料状态 蒸馏方式 时间(h)	A ₁ (不切碎)		A ₂ (切碎)	
	C ₁		C ₂	
	(水上)	(水中)	(水上)	(水中)
B ₁ (35kg/m ² ·h)	4.13	6.33	4.50	5.42
B ₂ (70kg/m ² ·h)	3.50	3.75	3.50	4.50
B ₃ (105kg/m ² ·h)	3.00	3.66	3.08	3.50
B ₄ (140kg/m ² ·h)	2.00	2.50	2.25	3.00

表 8 蒸馏时间的方差分析表

变异来源	自由度	平方和	均方	F 值	$F_{0.05}$	$F_{0.01}$
A (原料状态)	1	0.0484	0.0484	0.30	4.96	10.00
B (蒸馏速率)	3	14.7978	4.9326	31.06**	3.71	6.55
C (蒸馏方式)	1	2.8057	2.8057	17.67**	4.96	10.00
误差	10	1.5883	0.1588			
总的	15	19.2402				

结 论

(一) 蒸馏方式对出油率、桂油质量和蒸馏时间都有很大的影响。以水上蒸馏效果最好。水上蒸馏比水中蒸馏可提高出油率33%, 桂油含醛量提高2.6%, 每锅可缩短蒸馏时间0.8小时。这一结论与E. Guenther^[8]介绍的精油蒸馏情况相符。

(二) 采用水上蒸馏时, 原料状态对出油率有影响, 切碎的比不切碎的可提高出油率约15%。

(三) 蒸馏速率对蒸馏时间和出油率有明显的影响。随着蒸馏速率的提高, 蒸馏时间相应减少。蒸馏速率与出油率的关系是, 开始时随蒸馏速率提高, 出油率也增加, 以 $0(\text{kg}/\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 为最好, 以后随蒸馏速率的提高, 出油率反而降低。

引 用 文 献

- [1] 中国树木志编委会主编:《中国主要树种造林技术》1162, 中国林业出版社, 1981年。
- [2] 中国土畜产进出口公司主编:《土特产品生产加工技术》65~66, 农业出版社, 1983年。
- [3] 邓卫慈等:广东桂油主要成分桂醛的研究,《化学通讯》3, 28~39, 1985年。
- [4] 刘树文等译:《精油手册》89~92, 轻工业出版社, 1982年。
- [5] 北京林学院主编:《数理统计》184~185, 中国林业出版社, 1980年。
- [6] 梁钜谋等:从肉桂皮、叶中提取桂油的初探,《林化科技通讯》10, 368~369, 1983年。
- [7] 焦启源:《芳香植物及其利用》103~108, 上海科学技术出版社, 1963年。
- [8] E. Guenther, The Essential Oils, Vol. I, 119~165, D. Van Nostrand Co. Inc. New York, 1948.
- [9] E. Guenther, The Essential Oils, Vol. IV, 241~256, D. Van Nostrand Co. Inc. New York, 1948.

A STUDY ON TECHNOLOGY OF PRODUCING CINNAMON OIL

Chen Zuhdian Liu Zhikua Tsh Kui

(Department of Forestry)

ABSTRACT

The effect on the productivity and quality of Cinnamon Oil due to different technical condition in Cinnamon Oil production was studied. It mainly studied following factors: the status of the raw material (cut or not cut), the distilling rates ($35\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$, $70\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$, $105\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$, $140\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$), and the approach of distillation (distilling in the water or distilling above the water), and so on. The results show that all the factors mentioned above have significant effect on the productivity of Cinnamon Oil. The distilling above the water has the most significant effects which not only increase the productivity of Cinnamon Oil, and shorten the distilling time but also increase the quality of the Cinnamon Oil. The cut raw material is better than the raw material to be not cut. $70\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ is the best in the four levels of distilling rates.

Key words: Essential Oil, Cinnamon Oil, Cinnamomum cassia