

T/GDVIA

广东省蔬菜产业协会团体标准

T/GDVIA 016—2022

龙脑樟精油亚临界萃取技术规程

Technical regulation for subcritical extraction of essential oil from
Cinnamomum camphora

2022 - 08 - 11 发布

2022 - 08 - 12 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由东莞市农业科学研究中心提出。

本文件由广东省蔬菜产业协会归口。

本文件起草单位：东莞市农业科学研究中心、广东省林业科学研究院。

本文件主要起草人：胡珊、黄皓、梁卫驱、谢佩吾、罗华建、连辉明、徐匆、候晨。

本文件为首次发布。

引 言

本文件的发布机构提请注意,声明符合本文件时,可能涉及到4.2, 5.2, 5.3, 5.4, 5.5[条]与“一种樟树精油的制备方法及其抑菌应用”相关的专利的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺,他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下,就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得:

专利持有人姓名:东莞市农业科学研究中心。

地址:广东省东莞市南城区绿色路133号东莞市现代农业科技园内。

请注意除上述专利外,本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

龙脑樟精油亚临界萃取技术规程

1 范围

本文件规定了龙脑樟精油亚临界萃取的术语和定义、原材料、精油提取、精油提取率计算、龙脑含量测定、产品分级、档案建立、标签、包装、储存与运输等技术要求。

本文件适用于龙脑樟精油亚临界萃取。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 11538 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法

GH/T 1327 日化用龙脑精油

DB44/T 2154 龙脑樟培育技术规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

龙脑樟精油 essential oil from *Cinnamomum camphora*

采用亚临界萃取技术从经预处理的龙脑樟枝叶中提取的植物精油。

3.2

亚临界萃取溶剂 subcritical extraction solvent

溶剂在高于沸点但低于临界点的温度区间内，在一定压力下以液化状态存在，定义为溶剂的亚临界状态，在此状态下利用其相似相溶的性质，用作生物成分萃取的溶剂为亚临界萃取溶剂，本文件使用的溶剂为四氟乙烷。

3.3

精油提取率 essential oil extraction rate

采用亚临界萃取技术得到的精油质量与用于提取精油的经预处理的原材料质量之比。

3.4

龙脑相对含量 relative content of borneol

精油经气相色谱（Gas Chromatography，以下简称 GC）检测，采用峰面积归一法，计算龙脑在精油中的相对百分含量，用百分比表示。

4 原材料

4.1 采集时间及方式

采集时间及方式应按照 DB44/T 2154 的规定执行。

4.2 原材料预处理及保存

原材料预处理及保存时，应将收获的原材料用热泵烘干机在 60 ℃ 干燥至含水率不大于 4%，使用粉碎机将烘干处理后的原材料粉碎并过 20 目筛，再真空包装后称重、标记净重及原材料的采收时间和地点，并放置于干燥阴凉处保存。称重应精确至 0.01 kg。

5 精油提取

5.3 设备和仪器

5.3.1 亚临界流体萃取成套设备

整套设备主要由四部分组成：

- a) 萃取部分，包含萃取罐 1 个、计量罐 1 个；
- b) 蒸发部分，包含蒸发罐 1 个、缓冲罐 1 个；
- c) 溶剂压缩回收系统，包含压缩机 1 台、真空泵 1 台、冷凝器 1 个、溶剂罐 1 个；
- d) 热水循环系统，包含热水循环泵 1 台及热水箱 1 个。

5.3.2 电子秤

电子秤称量范围应与被称量物料量相匹配，电子秤精确度值与被称量物料量之比不应大于 1%。

5.3.3 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪的溶剂回收能力应与樟树粗油精制过程的实际处理量相匹配。

5.4 亚临界溶剂萃取

5.4.1 检查

- a) 萃取开始前应检查设备的罐体、管路、阀门、仪表，确保罐体清洁，管路连接正确，阀门、仪表使用正常，冷凝水系统进水口及出水口管路正常。
- b) 操作人员应采取相应防护措施。

5.4.2 加料

- a) 将经过预处理的原材料装入 300 目滤袋，扎紧袋口，放入萃取罐内，萃取罐底部宜放置支架以避免物料袋堵住放料口，盖好罐盖，拧紧螺丝。
- b) 使用真空泵将系统压力降至 0.01 MPa，应确保系统气密性良好。

5.4.3 萃取

将液态溶剂四氟乙烷从溶剂罐导入萃取罐的过程中，通过计量罐控制液态溶剂与物料的溶料比为 1.5:1（体积质量比），使用热水循环系统将萃取罐加热至 40℃，萃取 40 min。

5.4.4 溶剂蒸发回收

萃取结束后将萃取液导入蒸发罐，使用热水循环系统将蒸发罐加热至 40℃，打开冷凝水，开启压缩机，使用溶剂压缩回收系统进行溶剂回收，回收的溶剂可重复利用。

5.4.5 龙脑樟粗油收集

将步骤 5.4.3 ~ 5.4.4 重复 4 次，收集萃取物，得到龙脑樟粗油。

5.5 龙脑樟粗油精制

- 5.5.1 将龙脑樟粗油加入 20 倍（质量体积比）无水乙醇，混匀，于 -20℃ 静置 24 h，过滤；
- 5.5.2 向滤液中加入 1.5%（质量体积比）活性炭，40℃ 条件下搅拌 30 min，过滤；
- 5.5.3 使用旋转蒸发仪将滤液在 45℃、0.01 MPa 条件下减压蒸馏回收乙醇，得到龙脑樟精油。

6 精油提取率计算

精油提取率应按照公式（1）进行计算：

$$G = \frac{m}{M} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

G - 提取率, 单位为 %;

m - 精油质量, 单位为千克 (kg);

M - 经过预处理的原材料质量, 单位为千克 (kg)。

7 龙脑含量测定

7.1 检测仪器

- a) 气相色谱仪应按照 GB/T 11538 的规定选择;
- b) 应采用内涂 5% 苯基甲基聚硅氧烷弱极性固定液的石英毛细管柱, 规格应为 $30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$;
- c) 应采用 FID 氢火焰离子化检测器。

7.2 取样

取样应按照 GH/T 1327 的规定执行。

7.3 检测方法

龙脑含量检测应按照 GB/T 11538 的规定执行, 龙脑含量以 C 表示。

8 产品分级

产品分级应根据精油提取率 (G) 和龙脑相对含量 (C) 确定, 见附录 A。

9 档案建立

档案应包括下列内容:

- a) 原材料收割时间、地点;
- b) 精油提取时间、地点;
- c) 精油提取率;
- d) 精油 GC 检测报告。

10 标签、包装、储存与运输

10.1 标签

产品外包装应标识标签, 并注明产品名称、生产日期与保质期、生产单位、生产地址、产品批号、产品重量、龙脑含量等信息。

10.2 包装

包装应按照 GH/T 1327 的规定执行。

10.3 储存

产品应储存于阴凉、干燥、通风的仓库内, 远离火源, 避免污染。

10.4 运输

运输应按照 GH/T 1327 的规定执行。

附 录 A
(规范性)
产品分级

A.1 产品分级

产品分级应根据精油提取率（G）和龙脑相对含量（C）确定。

A.1.1 精油提取率分级

精油提取率分级应符合表 A.1 的规定。

表 A.1 精油提取率分级表

提取率分级	评价指标
I 级	$G \geq 3.0\%$
II 级	$2.5\% \leq G < 3.0\%$
III 级	$2.0\% \leq G < 2.5\%$
IV 级	$G < 2.0\%$

A.1.2 龙脑含量分级

龙脑含量分级应符合表 A.2 的规定。

表 A.2 龙脑含量分级表

龙脑含量分级	评价指标
I 级	$C \geq 80.0\%$
II 级	$70.0\% \leq C < 80.0\%$
III 级	$60.0\% \leq C < 70.0\%$
IV 级	$C < 60.0\%$