GC-MS 指纹图谱结合主成分分析法评价不同产地陈皮 挥发油的质量

陈彤,曹庸,刘飞,郭斌

(华南农业大学食品学院,广东省天然活性物工程技术研究中心,广东广州 510642)

摘要:本文采用 GC-MS 建立 8 个不同产地 22 种陈皮挥发油的指纹图谱,选取了其中的 7 个色谱峰作为共有模式图的特征峰(左 旋-alpha-蒎烯、β-蒎烯、β-月桂烯、邻异丙基甲苯、D-柠檬烯、萜品烯和异松油烯),并将指纹图谱的共有特征峰和一些微量成分作为主成分分析法(PCA)的分析数据源,应用相似度分析法和 PCA 统计分析法找出 22 种陈皮挥发油之间的相似性及差异性。结果表明,22 种陈皮挥发油的相似度在 0.886~1 之间,来自广东四会、四川、江西南丰、广东新会和广西-桂林的样品获得了良好的区分,而来自广东云浮、广西梧州和广东清远这 3 个产地的样品聚成了一类,最终确定共有峰中左旋-α-蒎烯、α-法尼烯、β-蒎烯和微量组分中的大根香叶烯为显著贡献的主成分组分。根据主成分组分的含量变化能显著区分陈皮挥发油的不同产地,本研究可对陈皮挥发油质量的整体控制及其制剂的质量评价有一定的指导作用。

关键词: 陈皮挥发油; GC-MS 指纹图谱; 主成分分析法; 质量评价

文章篇号: 1673-9078(2017)2-217-222

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2017.2.033

Quality Evaluation of Tangerine Peel Volatile Oils from Different Origins

by GC-MS Fingerprint and PCA

CHEN Tong, CAO Yong, LIU Fei, GUO Bin

(Engineering Research Center for Natural Actives, College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China)

Abstract: The chromatographic fingerprints of 22 types of tangerine peel volatile oils from eight different regions were established by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) in this study. Seven volatile components (L-α-pinene, β-pinene, β-myrcene, o-cymene, D-limonene, terpinene, and terpinolene) were identified as common characteristic peaks. These seven identified peaks and some trace elements were used as the data sources for principal component analysis (PCA). PCA and semblance analysis methods were applied to assess similarities and differences among 22 types of tangerine peel volatile oils. The results showed that the similarities of the oils ranged between 0.886~1. The samples from Sihui, Szechwan, Nanfeng, Xinhui, and Guiling were well distinguished, and the samples from Yunfu, Wuzhou, and Qingyuan were grouped in one cluster. The L-α-pinene, α-farnesene, and β-pinene common characteristic peaks and germacrene from the trace composition in the fingerprints were determined as the principal components with a significant contribution. The changes in the content of the main components could be used to distinguish the origin of the samples, and this study provides guidance for the overall quality control of tangerine peel volatile oils and the quality evaluation of their preparation.

Key words: volatile oil of tangerine peel; gas chromatography mass spectrometry fingerprint; principal component analysis; quality evaluation

陈皮为芸香科植物橘(Citrus reticulata Blanco)及 其栽培变种的干燥成熟的果皮,具有理气健脾、燥湿 化痰的功能^[1,2]。药材分为"陈皮"(为福橘、朱橘、大红

收稿日期: 2016-03-06

基金项目:广东省科技厅应用型科技研发专项资金项目(2015B020230008)

作者简介: 陈彤(1992-),男,在读硕士研究生,研究方向: 食品化学

通讯作者:曹庸(1966-),男,博士,教授,研究方向:天然活性产物及功

能性食品

袍和温洲密柑等的干燥成熟果皮,产于四川、浙江、福建、江西和湖南)和"广陈皮"(为茶枝柑和行柑的干燥成熟果皮,产于广东新会和四会),其中以"广陈皮"的质量为优,"广陈皮"中又以新会陈皮为道地药材^[3]。挥发油是陈皮的主要成分之一,占药材总含量的2%~4%,其中陈皮挥发油含有多种活性成分,具有较强的抗氧化、抗癌和抑菌等生理活性,在医药、保健食品、香精香料及日化品等领域有着重要应用^[4-6]。

由于橘的栽培变种品种繁多,造成自古以来陈皮 商品来源复杂混乱。调研发现市场上陈皮商品大多有 混杂,人为添加多种不能入药品种的柑皮,从而造成 各批药材中挥发油的质量存在一定的差异,如何有效 地区分鉴别是亟待解决的问题。鉴于中药化学成分较 为复杂, 色谱指纹图谱作为一种综合的、可量化的色 谱鉴定手段, 在中药质量控制和鉴别中都起到重要作 用^[7~9]。主成分分析(principle component analysis, PCA) 是非监督类模式识别(pattern recognization, PR)中的一 种重要的分类方法,它是通过降维技术,根据贡献率 的大小, 用少数几个具有代表性的综合指标代替多个 原始变量的多元统计分析方法,如今该方法已广泛应 用于中药指纹图谱研究[10,11]。目前,文献主要集中研 究陈皮的化学指纹图谱^[12,13],本文收集广西和广东等 多个不同产地的陈皮, 采用低温连续相变提取陈皮挥 发油,鉴于陈皮挥发油产地体系的多样性和其挥发性 成分体系的复杂性,通过指纹图谱和主成分分析技术 鉴别和分析其复杂体系,找出不同产地陈皮挥发油产 地、成分、指纹图谱之间的规律性,确认各产地陈皮 油主成分含量的特点,从而建立多个产地陈皮油的质 量控制体系,以期为不同产地的陈皮挥发油差异、质 量考察、评价及划分提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器设备

1.1.1 原料

陈皮来自广西、广东和湖南等共8个不同产地22 种(见表1),均经华南农业大学植物教研室鉴定。烘 干法测其含水率为15%~16%,将陈皮粉碎过40目筛 后封袋保存备用。

表1 陈皮样品的来源

Table 1 Origin of Ca	arus renculata Bianco
标号	产地

标号	产地
S1	广西-桂林
S2	广西-梧州
S 3	广东云浮
S4	江西-南丰
S5	广东新会
S6	广东新会
S7	广东新会
S8	广西-梧州
S9	广西-梧州
S10	广西-梧州
S11	广东-清远

	=,
S12	广东-清远
S13	广东-清远
S14	广东清远
S15	广西-桂林
S16	广西-桂林
S17	广东四会
S18	四川
S19	四川
S20	广东云浮
S21	广东云浮
 S22	广东四会

1.1.2 试剂

正丁烷(99.99%),深圳深燃石油气公司;正己 烷(色谱纯),美国 J.T.Baker 公司;其余试剂均为分 析纯。

1.1.3 仪器

低温连续相变萃取装置, 珠海共同机械有限公 司; 7890A-5975 气相色谱-质谱联用分析仪(GC-MS), 美国 Agilent 公司; DB-5 毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 µm), 美国 Agilent 公司; Tiger 电子天平, 梅特勒-托利多(上海)有限公司;119型中草药万能 粉碎机, 浙江温岭市药材机械厂。

1.2 实验方法

1.2.1 供试品溶液制备[14]

称取 10.00 kg 己粉粹、过筛的陈皮, 装入 20 L 连 续相变萃取釜中密封,设定相关萃取参数进行连续相 变萃取操作,萃取压力为 0.60 MPa, 萃取温度为 30 ℃, 解析温度为70°C,萃取时间为60 min,收集提取物 陈皮挥发油。将精油用色谱纯的正己烷稀释至 10 mg/mL, 过 0.22 μm 的微孔滤膜滤过, 取滤液作为供 试品溶液。

1.2.2 方法学考察

1.2.2.1 陈皮挥发油GC-MS测定条件

色谱条件:色谱柱为 DB-5 弹性石英毛细管柱, 程序升温为进样口温度为 260 ℃,流速为 1.0 mL/min, 载气为高纯氦气; 柱初温 50 ℃, 保持 2 min, 以 10 ℃/min 的速率上升到 270 ℃,保持 10 min,分流比 为50:1。

质谱条件: 离子源为 230 °C, 电子能量 70 eV, MS 四级杆温度为 150 ℃;扫描范围: 50~550 m/z,质 谱检索库为 NIST08.L。

1.2.2.2 精密度试验

取陈皮挥发油供试品(S1),按 1.2.2.1 项下的条 件,连续进样5次,测定,记录其色谱图,计算各共 有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD。

1.2.2.3 稳定性试验

取同一供试品(S1),按 1.2.2.1.项下的条件,分别于 0、2、4、8、16、24 h 时进样,测定,记录其色谱图,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积的RSD。

1.2.2.4 重复性试验取

取 1.2.1 项下的方法平行制备 5 份陈皮挥发油供试品 (S1),按 1.2.2.1 项下的条件分别进样分析,记录其色谱图,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD。

1.2.3 数据处理

对表 1 中 22 种(S1~S22)陈皮挥发油进行 GC-MS 分析, GC-MS 数据由计算机检索并与图谱库 (NIST0.8L)的标准质谱图对照进行分析,再结合相关文献进行人工谱图解析,确认物质化学结构和名称,物质的相对含量采用峰面积归一化法分析,经软件"中药指纹图谱相似度评价系统(2004A版)"建立 GC-MS指纹图谱,处理得出它们的共有模式指纹图谱以及相似度系数,并采用 SIMCA-P13.0 软件对实验数据进行主成分统计分析。

2 结果与讨论

2.1 陈皮挥发油指纹图谱的测定

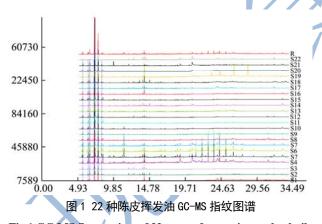


Fig.1 GC-MS fingerprints of 22 types of tangerine peel volatile oils

指纹图谱方法学考察的精密度实验中各共有峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 值结果显示, RSD 均<3.00%, 表明仪器精密度良好。重复性实验中各共有峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 值结果显示, RSD 均<2.80%, 表明该方法重复性良好。稳定性实验中各共有峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 值结果显示, RSD 均<2.02%, 表示供试品在 24 h 内稳定

性良好。

将 22 种陈皮按照 1.2.1 项下方法制备供试品溶液,在 1.2.2.1 项色谱条件下依次进行测定,得到陈皮挥发油 指纹图谱,见图 1。

2.2 指纹图谱共有模式的建立和相似度评价

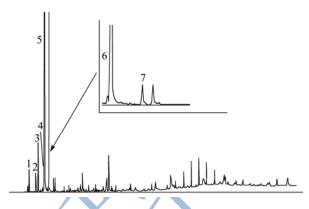


图 2 不同产地陈皮挥发油对照谱图

Fig.2 Reference fingerprint of tangerine peel volatile oil from different origins

注: 1 表示左旋-alpha-蒎烯; 2 表示 β-蒎烯; 3 表示 β-月 桂烯; 4 表示邻异丙基甲苯; 5 表示 D-柠檬烯; 6 表示萜品烯; 7 表示异松油烯。

将22种陈皮挥发油的色谱数据导入"中药色谱指 纹图谱相似度评价系统"(中国药典委员会2004A版), 各色谱图进行自动匹配,时间窗宽度设为 0.50 s,中 位数法生成对照图谱(见图2),确认了7个共有峰, 在各产地陈皮挥发油图谱中, D-柠檬烯(5号峰)的 色谱峰分离良好,峰位居中,峰面积较大,在图谱中 较稳定且为所有样品共有,所以确定5号峰为参比峰。 计算各共有特征峰的相对保留时间和相对峰面积,结 果见表 2 和表 3。结果表明不同产地陈皮挥发油的 GC-MS 指纹图谱共有峰相对保留时间差别较小, RSD 在 0.00%~1.42%之间, 说明以上 22 种陈皮挥发油主要 特征成分基本相同。但是其共有峰的相对峰面积差别 较大, RSD 在 62.00%~84.00%之间, 这说明以上 22 种陈皮挥发油的主要特征成分含量差别较大。以不同 产地陈皮挥发油生成的对照指纹图谱为标准,进行整 体相似性评价,结果如表 4 所示。结果表明 S2、S3、 S9、S10、S11、S13、S15 和 S20 样品与对照指纹图 谱相似度最接近,相似度为 1,样品 S19、S22 和 S4 与其他样品存在差异性,相似度较低,低于0.99,其 余样品之间差异性小,相似度大于0.99。结果同样可 以从 PCA 分析中得到证实,因此可以认为产地的不同 对陈皮挥发油的质量有一定影响。

表2 共有峰相对保留时间

Table 2 Relative retention times of common peaks

样品/峰序号	1	2	3	4	5(参考峰)	6	7
-							
S1	0.77	0.87	0.90	0.98	1	1.06	1.13
S2	0.77	0.88	0.90	0.99	1	1.06	1.13
S3	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S4	0.77	0.88	0.90	0.99	1	1.06	1.13
S5	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.07	1.13
S6	0.77	0.88	0.91	0.99	1	0.99	1.13
S7	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S8	0.77	0.88	0.90	0.99	1	1.06	1.13
S9	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S10	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S11	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.07	1.13
S12	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S13	0.77	0.88	0.90	0.99		1.06	1.13
S14	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S15	0.77	0.88	0.90	0.99	1	1.06	1.13
S16	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S17	0.77	0.88	0.91	0.99		1.06	1.13
S18	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S19	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S20	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S21	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
S22	0.77	0.88	0.91	0.99	1	1.06	1.13
RSD/%	0.00	0.24	0.49	0.21	0.00	1.42	0.00

表3 共有峰相对峰面积

Table 3 Relative areas of common peaks

_	样品/峰序号	1	2	3	4	5(参照峰)	6	7
	S1	0.01	0.01	0.00	0.00	1	0.11	0.01
	S2	0.01	0.01	0.02	0.02	1	0.15	0.01
	S3	0.01	0.01	0.01	0.01	1	0.10	0.01
*	S4	0.04	0.04	0.04	0.04	1	0.27	0.02
	S5	0.06	0.04	0.05	0.05	1	0.48	0.04
	S6	0.07	0.04	0.07	0.07	1	0.45	0.03
	S7	0.04	0.03	0.07	0.07	1	0.31	0.02
	S 8	0.02	0.01	0.01	0.01	1	0.21	0.01
4	S9	0.02	0.01	0.02	0.02	1	0.16	0.01
	S10	0.03	0.01	0.03	0.03	1	0.20	0.01
	S11	0.03	0.02	0.01	0.01	1	0.26	0.02
	S12	0.02	0.01	0.04	0.04	1	0.09	0.01
	S13	0.02	0.01	0.01	0.01	1	0.14	0.01
	S14	0.01	0.01	0.02	0.02	1	0.10	0.01
	S15	0.02	0.01	0.03	0.03	1	0.20	0.01
								11 — -

转下页

接上页							
S16	0.02	0.02	0.03	0.03	1	0.14	0.01
S17	0.01	0.00	0.01	0.01	1	0.05	0.00
S18	0.01	0.02	0.05	0.05	1	0.14	0.01
S19	0.01	0.01	0.01	0.01	1	0.10	0.01
S20	0.02	0.01	0.00	0.00	1	0.13	0.01
S21	0.02	0.00	0.00	0.00	1	0.12	0.01
S22	0.00	0.00	0.01	0.01	1	0.03	0.00
RSD/%	72.97	79.77	84.13	84.13	0.00	62.97	67.91

表4 22种陈皮挥发油相似度计算结果

Table 4 Similarity of 22 types of tangerine peel volatile oil

sar	nples	
样品号	相似度	
S1	0.999	
S2	1	
S3	1	
S4	0.986	
S5	0.991	
S6	0.996	
S7	0.992	
S8	0.999	
S9	1	
S10	1	
S11	1	
S12	0.999	7//
S13	1	
S14	0,998	W.
S15	1	
S16	0.999	
S17	0.998	
S18	0.982	
S 19	0.886	
S20		
S21	0.999	
S22	0.998	_

2.3 陈皮挥发油供试品指纹图谱的主成分分

析

采用 SIMCA-P13.0 统计软件对 22 种不同产地的 陈皮挥发油指纹图谱数据进行主成分分析 (PCA),由 于陈皮挥发油中一些微量的成分也可能对分类起到重大的作用,因此将指纹图谱的共有峰和挥发油当中的一些微量成分作为分析数据源,将标准化后的相对峰面积数据作为输入数据,对 22 种陈皮挥发油进行 PCA

分析。数据中多元变量通过计算使这些新变量按照方差依次递减的顺序排列,得到的第一变量能够表示数据中最大的方差,称为第一主成分(t1),第二变量(t2)表示的方差次之。经软件分析得到得分(score)图和负载图(loading)(见图 3),由 score 图可见,新生成的变量 t1 和 t2,解释说明了数据 73.06%的变化,22 个样品被很好的区分成了 6 类,S1、S16 和 S15 归于一类,S19 和 S18 归于一类,S22 和 S17 归于一类,S7、S6和 S5 归于一类,S4 单独归于一类,说明来自广东四会、四川、江西南丰、广东新会和广西-桂林 5 个产地样品获得了良好区分,而来自广东云浮、广西梧州和广东清远样品聚成了一类,可能由于 3 个产地地理位置相近,生态环境和栽培土壤的相似,所以造成这 3 个产地的陈皮挥发油质量很相似,这表明地理位置和生态环境可能对陈皮挥发油的质量产生一定的影响。

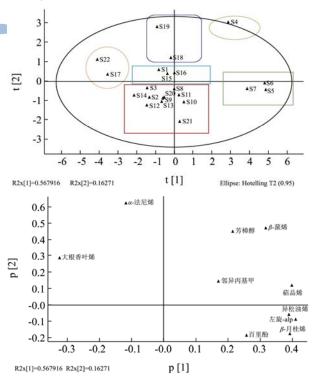


图 3 22 种陈皮挥发油的 PCA 的 score 图及 loading 图 Fig.3 PCA score and loading plots of 22 types of tangerine peel volatile oil samples

在 loading 图中,距离原点较远的点权重值越大, 其决定样品区分的作用也越大,以此得到主成分左旋-α-蒎烯、α-法尼烯、β-蒎烯和大根香叶烯。通过分析 发现:广东新会的陈皮挥发油中左旋-α-蒎烯含量高于 1.2%,为最高,来自广东四会的含量低于 0.39%,为 最低;四川的陈皮挥发油中 α-法尼烯的含量高于 5.8%,为最高,其次是广西桂林,来自广西梧州含量 低于 0.3%,为最低;江西南丰的陈皮挥发油中 β-蒎烯 的含量高于 1.30%,为最高,其次是广西桂林,广东 四会和广东云浮的含量低于 0.4%,为最低;广东四会 的陈皮挥发油中大根香叶烯的含量高于 2.5%,为最 高,广东清远和广西梧州的含量低于 0.3%,为最低。 根据这些贡献峰的含量变化,能够很好地区分不同产 地的陈皮挥发油。

3 结论

本文采用 GC-MS 方法建立 8 个不同产地 22 种陈 皮挥发油的指纹图谱,从22个样品指纹图谱中找到了 7 个共有峰,不同产地陈皮挥发油的指纹图谱基本吻 合,但共有峰的相对峰面积有一定的差异,以共有模 式图谱为对照,发现 22 批陈皮挥发油的相似度在 0.886~1 之间,说明了不同产地的陈皮挥发油中主要 的特征成分基本相同,但其含量差异较大,采用 PCA 可视化的统计学数据处理, 更直观形象地呈现了不同 产地陈皮挥发油的质量区分情况,结果表明来自广东 四会、四川、江西南丰、广东新会和广西-桂林这5个 产地的样品获得了良好的区分,而来自广东云浮、广 西梧州和广东清远的样品聚成了一类,原因可能是这 3 个产地的地理位置、生态环境和栽培土壤的相近。 同时获得了表达这种区分的几个重要的指标成分,即 左旋- α -蒎烯、 α -法尼烯、 β -蒎烯和大根香叶烯。通过 分析不同产地陈皮挥发油指纹图谱的特征和主成分分 析的特点,准确反映了不同产地样品间的定性和定量 关系。因此左旋- α -蒎烯、 α -法尼烯、 β -蒎烯和大根香 叶烯可作为分类陈皮挥发油产地和质量鉴定的指标, 同时能为陈皮挥发油质量的整体控制及其制剂的质量 研究提供一定的指导作用。

参考文献

- [1] 高蓓.广陈皮黄酮类化合物和挥发油成分及其活性研究 [D].武汉:华中农业大学,2011
 - GAO Bei. Studies on flavoids and essential oils and biological activities of flavoids and essential oils in PCR [D]. Wuhan: Huazhong Agricultural University, 2011
- [2] 王坚,韦正,陈鸿平,等.源于同一植株陈皮挥发油成分动态

- 变化规律研究[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(3):73-78 WANG Jian, WEI Zheng, CHEN Hong-ping, et al. Study on the dynamic change law of essential oil components in *Citri Reticulatae Pericarpium* from the same plant [J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2013, 19(3): 73-78
- [3] 韩鹏然,白明,苗明三.《中华人民共和国药典》2010年版中 药外用功能分析[J].中医学报,2013,28(6):863-864 HAN Peng-ran, BAI Ming, MIAO Ming-san, Analysis of the function of traditional chinese medicine for external use in 2010 edition of Chinese pharmacopoeia [J]. China Journal of Chinese Medicine, 2013, 28(6): 863-864
- [4] Ayoola G A, Johnson O O, Adelowotan T, et al. Evaluation of the chemical constituents and the antimicrobial activity of the volatile oil of citrus reticulata fruit (tangerine fruit peel) from south west Nigeria [J]. African Journal of Biotechnology, 2008, 7(13): 2227-2231
- [5] Wang D, Wang J, Huang X, et al. Identification of polymethoxylated flavones from green tangerine peel (*Pericarpium Citri Reticulatae Viride*) by chromatographic and spectroscopic techniques [J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2007, 44(1): 63-69
- [6] Wang X, Li F, Zhang H, et al. Preparative Isolation and purification of polymethoxylated flavones from tangerine peel using high-speed counter-current chromatography [J].

 Journal of Chromatography, 2005, 1090(1-2): 188-192
- [7] Cui J X, Hong W X, Zhou R J. Feature Extraction of Chinese materia medica fingerprint based on star plot representation of multivariate data [J]. Chinese Herbal Medicines, 2011, 3(2): 140-143
- [8] Yu F, Kong L, Zou H, et al. Progress on the screening and analysis of bioactive compounds in traditional chinese medicines by biological fingerprinting analysis [J]. Combinatorial Chemistry High Throughput Screening, 2010, 13(10): 855-868
- [9] 李强,杜思邈,张忠亮,等.中药指纹图谱技术进展及未来发展方向展望[J].中草药,2013,44(22):3095-3104 LI Qiang, DU Si-miao, ZHANG Zhong-liang, et al. Progress in fingerprint technology on Chinese material medica and prospect of its future development [J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2013, 44(22): 3095-3104
- [10] Sun J, Chen P, Jiang H. Differentiation of *Panax Quinquefolius* grown in the USA and China using LC/MS-based chromatographic fingerprinting and chemometric approaches [J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2011,

399(5): 1877-1889

- [11] Li N, Che Y, Zhang L, et al. Fingerprint analysis of Ophiopogonis Radix by HPLC-UV-ELSD coupled with chemometrics methods [J]. Journal of Chinese Pharmaceutical Sciences, 2013, 22: 55-63
- [12] 杨洋,蒋林,郑国栋,等.道地药材广陈皮的HPLC指纹图谱研究[J].中药材,2011,34(2):191-195
 YANG Yang, JIANG Lin, ZHENG Guo-dong, et al. HPLC Fingerprint of *Pericarpium Citri Reticultae* from Guangdong province [J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2011, 34(2): 191-195
- [13] 赵袆姗.源于同一植物的陈皮与青皮的品质评价研究[D].

成都:成都中医药大学,2011

ZHAO Wei-shan. The study of the quality evaluation of Pericarpium Citri Reticulatae and Pericarpium Citri Reticulatae Viride from the same plant source [D]. Chengdu: Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, 2011

[14] 周国海,苗建银,刘飞,等.陈皮挥发油的低温连续相变萃取及特性分析[J].现代食品科技,2013,29(12):2931-2936
ZHOU Guo-hai, MIAO Jian-yin, LIU Fei, et al. Extraction of volatile oil from tangerine peel by low-temperature continuous phase transition and analysis of its properties [J]. Modern Food Science and Technology, 2013, 29(12): 2931-2936