

不同方法提取草果油树脂及其成分分析

林毅^{1,2}, 黄梅^{2,3}, 吴桂苹³, 徐飞³, 和俊才⁴, 友胜军⁴, 高鹏慧⁵, 刘霖娜⁵, 段梦雅^{1,2}, 侯梅芳¹, 谷风林^{3*}
(1. 上海应用技术大学生态技术与工程学院, 上海 201418) (2. 中国热带农业科学院香料饮料研究所, 海南省特色热带作物适宜性加工与品质控制重点实验室, 海南万宁 571533)
(3. 宁夏大学食品与葡萄酒学院, 宁夏银川 750021) (4. 怒江绿色香料产业研究院, 云南怒江 673200)
(5. 怒江州农村科技与生产力促进中心, 云南怒江 673200)

摘要: 以熏干草果 (XGCG) 为原料, 分别采用热回流法中不同的提取温度 (RA、RB、RC)、超声波法 (C)、微波法 (W)、超声波-微波法 (CW) 辅助提取法提取草果油树脂, 并利用气相色谱-飞行时间质谱仪 (GC-TOF-MS) 定性和定量分析测定草果油树脂的成分及含量。结果表明, 不同提取方法所得油树脂得率及 1,8-桉叶油醇含量有所不同。XGCG 油树脂的得率大小依次是: CW<C<RA<W<RB<RC, 1,8-桉叶油醇的含量大小依次是: RC>CW>RB>RA>W>C。XGCG 油树脂的成分在共鉴定出 100 种芳香族化合物。RA、RB、RC、C、W、CW 提取的油树脂分别鉴定出 58、50、47、56、54、55 种, 不同提取方法的 XGCG 油树脂化合物总体相对含量分别为 88.28%、81.77%、87.45%、73.71%、55.65%、63.06%, 其中, 1,8-桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯的含量比例在不同的提取方法中也不同。所以, 在草果油树脂不同的提取方法中, RA 法提取草果油树脂的得率为 3.93%, 种类和总含量分别为 58 种和 88.28%。虽然油树脂得率不是最高, 但挥发性成分的种类和总含量最高, 说明 RA 法更适合香味物质的提取。这也为开发草果附加值产品及深加工产业升级提供了理论基础。

关键词: 草果油树脂; 气相色谱-飞行时间质谱仪 (GC-TOF-MS); 提取方法

文章编号: 1673-9078(2022)02-206-217

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2022.2.0524

Different Methods for Extracting Oleoresin from *Amomum Tsao-ko* and Its Composition Analysis

LIN Yi^{1,2}, HUANG Mei^{2,3}, WU Guiping³, XU Fei³, HE Juncai⁴, YOU Shengjun⁴, GAO Penghui⁵, LIU Linna⁵, DUAN Mengya^{1,2}, HOU Meifang¹, GU Fenglin^{3*}

(1.School of Ecological Technology and Engineering, Shanghai Institute of Technology, Shanghai 201418, China)

(2.Spice and Beverage Research Institute, Chinese Academy of Tropical Agriculture Science, Key Laboratory of Processing Suitability and Quality Control of the Special Tropical Crops of Hainan Province, Wanning 571533, China)

(3.School of Food and Wine, Ningxia University, Yinchuan 750021, China)

(4.Nujiang Green Spice Industry Research Institute, Nujiang 673200, China)

(5.Nujiang Prefecture Rural Science and Technology Productivity Promotion Center, Nujiang 673200, China)

Abstract: In this study, smoked *Amomum tsao-ko* (XGCG) was used as the raw material, and the thermal reflux method at different extraction temperatures (RA, Rb, RC), ultrasonic-assisted extraction method (C), microwave-assisted extraction method (W), ultrasonic-microwave-assisted extraction method (CW) were used to extract oleoresin from *Amomum tsao-ko* for the qualitative and quantitative analyses of its components and content by gas chromatography time of flight mass spectrometry (GC-TOF-MS). The results showed that the

引文格式:

林毅, 黄梅, 吴桂苹, 等. 不同方法提取草果油树脂及其成分分析[J]. 现代食品科技, 2022, 38(2): 206-217, +179

LIN Yi, HUANG Mei, WU Guiping, et al. Different methods for extracting oleoresin from *Amomum Tsao-ko* and its composition analysis [J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(2): 206-217, +179

收稿日期: 2021-05-19

基金项目: 怒江州产业扶贫科技示范项目 (2020CY007); 中国热带农业科学院基本科研业务费专项项目 (1630142020017)

作者简介: 林毅 (1994-), 男, 硕士研究生, 研究方向: 植物资源高值化利用, E-mail: 2418115548@qq.com

通讯作者: 谷风林 (1976-), 男, 博士, 研究员, 研究方向: 食品化学, E-mail: xiaogu4117@163.com

yield of oleoresin and the content of 1,8-eucalyptus oleanol obtained by different extraction methods were different. The yields of the XGCG oleoresins and the content of 1,8-cineole extracted by different methods varied and were in the orders of $CW < C < RA < W < RB < RC$ and $RC > CW > RB > RA > W > C$, respectively. A total of 100 aromatic compounds were identified in XGCG oleoresin. 58, 50, 47, 56, 54 and 55 kinds of XGCG oleoresins were extracted by RA, Rb, RC, C, W and CW, respectively. The total relative contents of XGCG oleoresins extracted by different extraction methods were 88.28%, 81.77%, 87.45%, 73.71%, 55.65% and 63.06%, respectively. Among them, the proportion of 1,8-eucalyptol, citronellol, 2-methyl-3-phenylpropanal, and nerol acetate contents varied with the extraction methods. Therefore, among the different oleoresin extraction methods, the *Amomum tsao-ko* oleoresin extracted by the RA method was 3.93%, with 58 types of oleoresin and 88.28% of the total oleoresin content, respectively. Although the yield of oleoresin was not the highest, the type and total content of volatile components were the highest, indicating that the RA method is more suitable for the extraction of flavoring substances. This also provides a theoretical basis for the development of value-added products of *Amomum tsao-ko* and the upgrading of deep processing industry.

Key words: *Amomum tsao-ko* oleoresin; Gas Chromatography Time-of-Flight Mass Spectrometry (GC-TOF-MS); extraction method

草果 (*Amomum tsao-ko* Crevast et Lemarie), 别称草果仁, 草果子, 主要分布在云南, 广西等地区, 具有药食同源的作用, 不仅作为香辛料的调味品, 可以增加食物的香气风味, 还具有调节胃肠功能、降脂减肥、降血糖、抗氧化、抗肿瘤、防霉和抗炎镇痛等作用^[1]。熏干草果(XGCG)主要是以成熟草果鲜果为原料, 对草果鲜果淋喷后采用传统柴火加热房烘干^[2], 得到表面黑红色 XGCG, 而后经过加工制成熏干草果油树脂, 并且油树脂风味和香气的使用范围要高于挥发油, 草果的化学成分主要为 1,8-桉叶油醇, 还有柠檬醛、 α -蒎烯、 β -蒎烯、柠檬烯、壬醛、癸醛、芳樟醇、樟脑、 α -松油醇、香叶醇、橙花叔醇等化合物。不同提取方法对其化学成分的组成及含量有一定的影响。并且, 在不同的提取方法中, 化学成分的含量影响其生物活性的作用等, 其中, 1,8-桉叶油具有疏风解热、祛湿解毒以及抗炎等作用。目前, 提取油树脂的方法较多, 如 Abhishek 等^[3]采用超临界二氧化碳法研究姜辣素油树脂的提取, Sadineni 等^[4]采用超声辅助提取法提取莱姆兰特种子油脂, Olusegun 等^[5]采用加热回流法对辣椒油树脂的提取。并且, 不同提取方法鉴定出的成分也存在差异。但是, 关于草果的研究中, 大多数仅针对草果挥发油成分进行研究, 目前尚未发现针对草果油树脂, 采用不同方法进行提取, 并对其成分进行报道研究。因此, 本实验以熏干处理后的草果为原料, 采用不同的提取方法对 XGCG 油树脂得率进行分析比较, 并用气相色谱-飞行时间质谱仪 (Gas Chromatography-Time-of-Flight Mass Spectrometry, GC-TOF-MS) 对不同提取方法所得 XGCG 油树脂成分进行鉴定分析, 以及对草果中的 1,8-桉叶油醇进行定量测定, 通过分析草果油树脂的组成更加了解草果中的挥发性成分, 为开发 XGCG 高附加值产品提供理论基础。

1 材料与amp;方法

1.1 试验材料

材料: 熏干草果原料购自云南怒江州。

试剂: 无水乙醇、二氯甲烷、无水硫酸钠, 均为分析纯。

1.2 仪器与设备

YF-1000 物料粉碎机, 瑞安市永利制药机械有限公司; ME4002E 电子天平, 上海梅特勒-托利多仪器有限公司; SHZ-D 真空抽滤装置, 巩义予华仪器有限责任公司; RV10 D S25 高效旋转蒸发器, 广州仪科科技有限公司; Agilent 7890B-LECO Pegasus HT 气相色谱-飞行时间质谱仪, 美国安捷伦科技有限公司, LECO 公司。

1.3 方法

1.3.1 样品预处理

整粒熏干草果粉碎过筛, 测得水分含量为 11.7%, 取 80 目的 XGCG 粉末样品待测。

1.3.2 1,8-桉叶油醇含量测定方法建立

标准溶液的制备: 参考戴玮等^[6]的方法, 并稍作修改。精密称取 1,8-桉叶油醇标准品 0.0709 g 于 25 mL 容量瓶中, 加无水乙醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 得到 1,8-桉叶油醇浓度为 2.836 mg/mL 的对照品储备液。分别精密吸取 1,8-桉叶油醇对照品储备液 0.05、0.1、0.15、0.2、0.25、0.3、0.35、0.4 mL 至 10 mL 容量瓶中, 分别加无水乙醇至刻度, 摇匀。按上述色谱条件进行分析, 以对照品峰面积为纵坐标, 对照品浓度为横坐标, 绘制标准曲线。色谱条件参考 1.4 分析条件。进样量为 1 μ L, 外标法定量分析。

1.3.3 1,8-桉叶油醇的标准曲线

建立 1,8-桉叶油醇标准品的标准曲线, 1,8-桉叶油醇 (x) 与峰面积 (y) 之间的关系式: $y=1.89051x+$

2.18912, 相关系数为 0.99627, 1,8-桉叶油醇标准曲线和熏干草果油树脂的 GC 图谱如图 1。

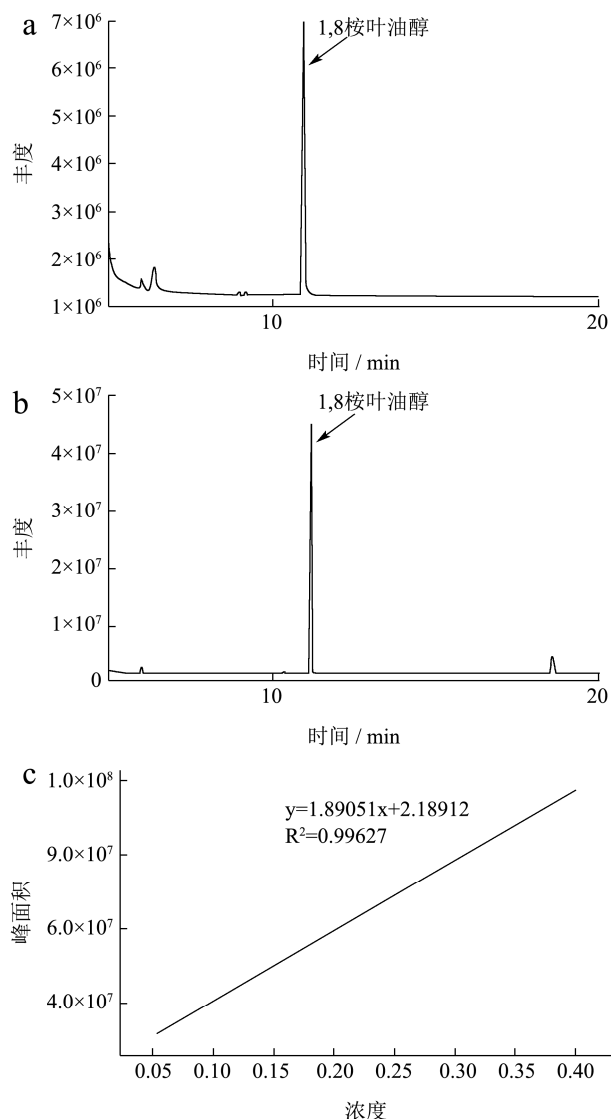


图 1 1,8-桉叶油醇(a)和熏干草果油树脂样品(b)色谱图及标准曲线(c)

Fig.1 GC-MS Chromatogram of 1,8-eucalyptol (a), *Amomum tsao-ko* oleoresin sample (b) and standard curve (c)

1.3.4 XGCG 油树脂提取

(1) 加热回流提取: 参照包振伟等^[7]方法, 并稍作修改, 精密称取 20.00 g 的 XGCG 粉末样品, 置于圆底烧瓶中, 料液比为 1:15, 分别以 55、65、75 °C 进行提取 3 h, 然后过滤, 旋转蒸发去除溶剂, 冷却后称其质量并计算得率。每组实验平行三次。该方法记为 RA、RB、RC。

(2) 超声波提取: 参考 Dai 等^[8]方法, 稍作修改。使用超声波-微波协同的超声波功能, 微波功能关, 设定超声提取时间 25 min, 料液比为 1:15, 萃取溶剂为无水乙醇、提取温度为 75 °C, 提取液过滤, 旋转蒸发去除溶剂, 冷却后称其质量并计算得率。每组实验

平行三次。该方法记为 C。

(3) 微波提取: 参考 Gonzalez-Rivera 等^[9]方法, 稍作修改。使用超声波-微波协同的微波功能, 超声波功能关, 设定超声提取时间 25 min, 微波功率 200 W, 料液比为 1:15, 萃取溶剂为无水乙醇、提取温度为 75 °C, 提取液过滤, 旋转蒸发去除溶剂, 冷却后称其质量并计算得率。每组实验平行三次。该方法记为 W。

(4) 超声波-微波协同萃取: 参考蒋新龙等^[10]方法, 稍作修改。在超声波-微波协同萃取仪上同时使用微波和超声波功能。即超声波功能开, 设定超声提取时间 25 min, 微波功率 200 W, 料液比为 1:15, 萃取溶剂为无水乙醇、提取温度为 75 °C, 提取液过滤, 旋转蒸发去除溶剂, 冷却后称其质量并计算得率。每组实验平行三次。该方法记为 CW。

1.3.5 油树脂得率计算

油树脂得率按照如下公式进行计算:

$$\text{油树脂得率} / \% = \frac{\text{XGCG 粉质量}(\text{g})}{\text{XGCG 油树脂质量}(\text{g})} \times 100\%$$

1.4 XGCG 油树脂不同提取方法的风味物质

分析鉴定

将 XGCG 油树脂用二氯甲烷稀释 50 倍, 经无水硫酸钠脱水, 用 0.45 μm 孔径尼龙膜过滤于气相色谱专用小瓶中, 用于 GC-TOF-MS 分析。GC-TOF-MS 分析条件参照吴桂苹等^[11]方法, 并稍作修改。

1.4.1 GC 分析条件

色谱柱为 DB-WAX, 30 m×0.25 mm×0.25 μm, 载气为氦气, 流速为 1.0 mL/min; 升温程序为 50 °C 保持 0.2 min, 以 4 °C/min 的速率升至 90 °C, 以 2 °C/min 的速率升至 160 °C, 20 °C/min 的速率升至 220 °C, 保持 2 min; 进样口温度为 250 °C; 解析 5 min; 进样量 1.0 μL, 不分流, 溶剂延迟 360 s。

1.4.2 TOF-MS 分析条件

EI 离子源, 电离能量: 70 eV, 离子源温度: 200 °C; 传输线温度: 250 °C, 质量数扫描范围: 35~450 m/z, 采集速率: 10 spec/s, 溶剂延迟 300 s。通过 Mainlib 和 Replib 谱库检索数据, 采用峰面积归一化法计算各化合物的相对百分比含量。

1.5 数据处理分析

所有数据用 Excel、Origin 8.6、SPSS 23.0 软件处理进行统计学分析。

2 结果与分析

2.1 不同提取方法所得 XGCG 油树脂的得率

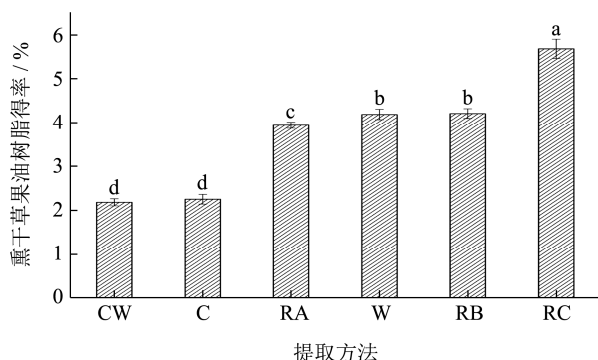


图2 提取方法对熏干草果油树脂得率的影响得率

Fig.2 Effect of extraction methods on the yield of smok *Amomum tsao-ko* oleoresin

注: 不同字母标注表示差异显著 ($p < 0.05$), 下同。

如图2所示, XGCG油树脂得率大小依次是: CW (2.18%) < C (2.25%) < RA (3.93%) < W (4.18%) < RB (4.20%) < RC (5.68%)。其中, RC法的XGCG油树脂得率最高, CW法中的油树脂得率最低。在热回流法中, 随着温度不断升高, XGCG的油树脂得率依次为: RA < RB < RC。当达到75℃时, 得率达到最高。所以, 热回流法在RC条件下, XGCG油树脂的得率显著高于其他提取方法。因为温度会影响溶剂在植物的提取过程中的一些物理性质, 如溶剂的粘度、密度、扩散率、溶解度、表面张力等^[12], 从而影响其提取得率。当温度提高时, 溶剂的流速和传质速度会随着温度的增加而提高, XGCG中的活性物质的挥发性和扩散系数也会增大, 从而促使XGCG油树脂易溶于乙醇中^[13], 提高XGCG油树脂的提取得率。范三红等^[14,15]研究花椒油树脂提取表明, 适当的提高温度, 可以增加花椒油树脂提取得率, 因为随着温度越高, 溶剂中的分子热运动越剧烈, 使其穿透辣椒组织的内部的能力增大, 有利于辣椒油树脂的浸透, 从而提高油树脂的得率。在C、W、CW法中, XGCG的油树脂得率依次为: CW < C < W, 可能是由于溶剂吸收了过多的微波和超声波辐射, 导致对XGCG粉的辐射减弱, 从而降低了CW提取得率^[16]。C法提取时, 由于超声波在第一阶段中的温度上升的时间较长, 导致超声波的震动、空化效应降低了传质速度, 造成XGCG有效成分和溶剂交互作用减弱, 从而使有效成分无法更加充分地融入溶剂, 造成XGCG油树脂的得率最低^[17]。Chen等^[18]研究超声波-微波协同法提取咖啡油表明, 随着温度升高, 咖啡油的提取得率越高, 因为在提取过程中, 增加温度可以提高溶剂流速和传质速度,

从而导致咖啡油容易在溶剂中溶解, 提高提取得率。根据以上研究发现, 在不同的提取方法中, 温度对提取得率的影响最大, 和本文的影响一致。

2.2 不同提取方式所得 XGCG 油树脂中的 1,8-桉叶油醇含量

由图3可知, RC法的1,8-桉叶油醇含量最高, 其次是CW法, 最低的为C法。并且, 1,8-桉叶油醇含量大小依次是 RC(10.14 g) > CW(5.54 g) > RB(5.42 g) > RA(4.19 g) > W(3.70 g) > C(3.37 g), 这与1,8-桉叶油醇的性质有关, 它属于单环单萜类化合物, 容易受光、温度等影响。在热回流法中的RC条件下, 当提取温度达到75℃时, 1,8-桉叶油醇的含量达到最高, 可能受XGCG油树脂提取液表面张力的影响。刘克果^[19]研究表明, 表面张力是影响许多化学反应和生物反应的关键因素, 当温度升高时, 提取液向内收缩的表面张力变小, 可以使溶剂与原料充分接触, 从而导致1,8-桉叶油醇的含量变大。其次在CW法中的1,8-桉叶油醇的含量也较高, 据研究表明^[20], 超声波频率及微波功率对液体的表面张力也具有一定影响, 超声波频率和微波功率也可以减小提取液的表面张力, 对溶剂的结构产生了一定的影响, 从而增加1,8-桉叶油醇的含量。由上述结果表明, 在热回流法中, 温度是影响1,8-桉叶油醇含量的主要因素。其他方法中, 超声时间、微波功率、料液比等对其含量都具有一定的影响。程璐璐等^[21]研究紫罗勒中的1,8-桉叶油醇含量表明, 随着温度的不断升高, 1,8-桉叶油醇含量也在不断的升高。并且温度对1,8-桉叶油醇含量具有主要的影响。

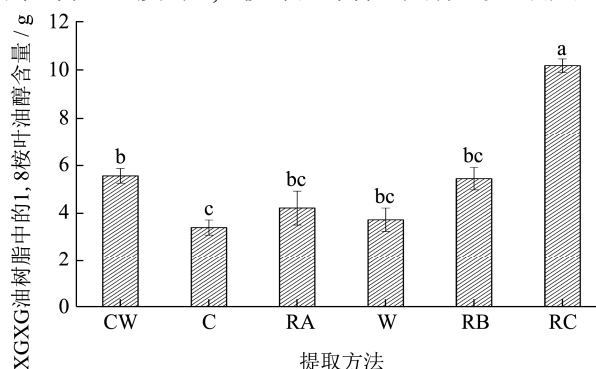


图3 不同提取方法所得熏干草果油树脂中的1,8-桉叶油醇含量

Fig.3 Effect of extraction methods on the content of 1,8-Eucalyptus of smok *Amomum tsao-ko* oleoresin

2.3 XGCG 油树脂的成分比较

表1 不同提取方法对熏衣草果油树脂的成分分析

Table 1 Analysis of volatile components in different extraction methods of *Amomum tsao-ko*

序号	R.T./min	类别	中文名称	化学式	CAS	Area/%					
						RA	RB	RC	C	W	CW
1	7.52	醛	正己醛	C ₆ H ₁₂ O	66-25-1	0.12			0.14	0.14	
2	9.32	烯	顺式-4-甲基-2-戊烯	C ₆ H ₁₂	4461-48-7					0.09	
3	10.35	醛	庚醛	C ₇ H ₁₄ O	111-71-7	0.21	0.17	0.08	0.23	0.28	0.17
4	10.96	醇	异戊醇	C ₅ H ₁₂ O	123-51-3	0.11	0.12		0.35	0.43	0.49
5	11.16	醇	1,8-桉叶油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	470-82-6	8.06	12.7	13.61	4.06	7.13	8.38
6	13.31	醛	辛醛	C ₈ H ₁₆ O	124-13-0	0.46	0.42	0.15	0.26		0.21
7	14.78	酮	甲基庚烯酮	C ₈ H ₁₄ O	110-93-0	1.74	0.68	0.81	1.02	0.59	0.61
8	16.69	醛	壬醛	C ₉ H ₁₈ O	124-19-6					0.12	
9	17.06	酯	2-丙烯酸乙酯	C ₅ H ₆ O ₂	2177-18-6				0.03	0.8	0.03
10	18.01	醇	2,6-二甲基-(2E,6E)-2,6-辛二烯-1,8-二醇	C ₈ H ₁₄ O	2548-87-0	0.44	0.99		0.82	0.83	0.47
11	18.60	酸	乙酸	C ₂ H ₄ O ₂	64-19-7	3.73	7.77	25.98	13.44	10.54	14.9
12	19.56	酯	乙酸辛酯	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	112-14-1			0.14			
13	19.77	酯	乙酸壬酯	C ₁₁ H ₂₂ O ₂	143-13-5			0.14			
14	21.16	酸	甲酸	CH ₂ O ₂	64-18-6			0.43	2.65	1.29	1.3
15	22.20	酯	(2Z)-2-己烯-1-醇-1-乙酸酯	C ₈ H ₁₄ O ₂	56922-75-9			0.25			
16	22.67	醇	芳樟醇	C ₁₀ H ₁₈ O	78-70-6	0.2	0.27	0.23			
17	23.09	醇	1-辛醇	C ₈ H ₁₈ O	111-87-5			0.05			
18	25.22	醇	萜烯醇	C ₁₀ H ₁₈ O	562-74-3	0.57	0.46	0.29	0.29	0.13	0.16
19	26.96	醛	反式-2-癸烯醛	C ₁₀ H ₁₈ O	3913-81-3			0.11	1.6	0.32	
20	27.21	醛	5-甲基-2-4-己烯醛	C ₁₀ H ₁₆ O	75697-98-2		0.11				0.26
21	27.22	醛	柠檬醛二乙醇缩醛	C ₁₄ H ₂₆ O ₂	7492-66-2	0.36	0.32				0.22
22	28.39	醇	橙花叔醇	C ₁₀ H ₁₈ O	7299-42-5	0.62	0.48	0.26	0.13		
23	28.40	醇	月桂烯醇	C ₁₀ H ₁₈ O	543-39-5						0.41
24	28.70	醛	顺式柠檬醛	C ₁₀ H ₁₆ O	106-26-3	4.72	4.32	0.22	2.65	1.07	1.09
25	28.70	醇	2-甲基-2,4-戊二醇	C ₆ H ₁₄ O ₂	107-41-5					0.12	
26	29.24	烯	1,6-环癸二烯	C ₁₅ H ₂₄	317819-80-0	0.15					
27	29.56	醇	α-萜品醇	C ₁₀ H ₁₈ O	98-55-5	4.51	3.9	2.2	2.52	1.49	1.82
28	31.42	醇	2,4-二甲基-3-庚醇	C ₉ H ₂₀ O	19549-72-5	0.24				0.13	
29	32.30	酯	乙酸香叶酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	16409-44-2						0.97
30	32.31	醇	反式-2-癸烯-1-醇	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	20777-39-3		2.14	4.25	1.02	0.84	0.98
31	32.33	酯	橙花醇乙酸酯	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	141-12-8	10.25	9.17	0.68	2.32	1.84	1.25
32	32.84	醇	2,6-二甲基-5-庚烯-1-醇	C ₉ H ₁₈ O	4234-93-9			0.14			
33	32.84	烯	二氢月桂烯	C ₁₀ H ₁₈	2436-90-0	0.04				0.28	
34	32.86	醇	香茅醇	C ₁₀ H ₂₀ O	106-22-9	10.29	9.64	17.63	7.14	7.45	7.09
35	32.88	醇	3,7-二甲基-6-辛烯醇	C ₁₀ H ₂₀ O	1117-61-9	0.23	0.27			0.13	
36	35.31	醇	反-2-十二烯-1-醇	C ₁₂ H ₂₄ O	69064-37-5		0.03				
37	35.31	醇	2-壬烯-1-醇	C ₉ H ₁₈ O	22104-79-6	0.37	0.25	1.31	0.43	0.7	0.23
38	35.34	醇	反式-2-癸烯醇	C ₁₀ H ₂₀ O	18409-18-2	0.31					0.35
39	36.04	醛	2-甲基-3-苯基丙醛	C ₁₀ H ₁₂ O	5445-77-2	10.33	8.45	3.77	4.2	2.89	3.13
40	36.51	酸	正戊酸	C ₅ H ₁₀ O ₂	109-52-4	0.12	0.14	0.09	0.32	0.28	0.15

续表 1

序号	R.T. /min	类别	中文名称	化学式	CAS	Area/%					
						RA	RB	RC	C	W	CW
41	36.73	醇	橙花醇	C ₁₀ H ₁₈ O	106-25-2	6.73			6.73		
42	37.23	醛	反-2-十二烯醛	C ₁₂ H ₂₂ O	20407-84-5	0.96	0.84			0.41	
43	37.47	酮	3-癸烯-2-酮	C ₁₀ H ₁₈ O	10519-33-2		0.8				
44	37.52	醇	(2E)-1-乙酸酯 2-癸-1-醇	C ₁₀ H ₁₂ O	2439-43-2	3.83	3.2	2.58	1.78	1.5	2.05
45	39.95	酸	6-壬二酸	C ₉ H ₁₄ O ₂	56630-31-0	0.49	0.23		0.53	0.2	0.22
46	41.30	酯	(2E)-2-十一烯-1-醇-乙酸酯	C ₁₃ H ₂₄ O ₂	100288-67-3	0.43					
47	41.32	醇	反-2-十一烯醇	C ₁₁ H ₂₂ O	75039-84-8					0.41	
48	41.32	醇	1-乙酸酯-(2E)-2-癸-1-醇	C ₁₂ H ₂₂ O ₂	2497-23-6	0.71	0.47	2.67	1	1	0.53
49	41.63	酸	正庚酸	C ₇ H ₁₄ O ₂	111-14-8	0.12		0.03		0.12	0.25
50	42.50	醛	2-苯基-2-丁烯醛	C ₁₀ H ₁₀ O	4411-89-6	0.19		0.77	2.2		1.78
51	42.53	醛	2,3-二氢-1H-茛-4-甲醛	C ₁₀ H ₁₀ O	51932-70-8	2.98	2.33		1.59	1.75	2.25
52	43.01	酮	2,3-辛二酮	C ₈ H ₁₄ O ₂	585-25-1	0.05	0.52				
53	44.21	醛	alpha-甲基肉桂醛	C ₁₀ H ₁₀ O	101-39-3	1.86	1.59	0.58	1.6	1.6	1.64
54	44.35	酚	2-叔丁基苯酚	C ₁₀ H ₁₆ O	89-81-6				0.06	0.17	
55	44.36	醇	顺-3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇	C ₁₅ H ₂₆ O	142-50-7	5.27	4.47	4.75	4.06	3.28	3.01
56	44.43	酯	乙二醇二丁酸酯	C ₁₀ H ₁₈ O ₄	105-72-6		0.05	0.1		0.1	
57	44.66	酸	辛酸	C ₈ H ₁₆ O ₂	124-07-2	0.38	0.34	0.19	0.56	0.52	0.53
58	44.71	烯	alpha-萜品烯	C ₁₀ H ₁₆	99-86-5						0.1
59	44.89	酮	2-甲基-1-戊烯-1-酮	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	26488-97-1	0.71	0.83		0.56		0.23
60	44.95	酚	对甲苯酚	C ₇ H ₈ O	106-44-5				0.07	0.11	0.07
61	45.01	醇	2-[(1R, 3S, 4S)-4-乙基-4-甲基-3-丙-1-烯-2-基环己基]丙醇	C ₁₅ H ₂₆ O	639-99-6	0.42	0.38	0.32	0.52	0.3	0.38
62	45.08	酚	邻甲酚	C ₇ H ₈ O	95-48-7	0.07	0.06	0.05		0.16	
63	45.13	醇	1-壬醇	C ₉ H ₂₀ O	143-08-8				0.08		
64	45.44	醇	邻苯二甲醇	C ₈ H ₁₀ O ₂	612-14-6	0.06	0.08		0.05	0.06	0.09
65	45.84	醛	5-羟甲基糠醛	C ₆ H ₆ O ₃	67-47-0		0.09		1.08	0.66	0.69
66	45.84	烯	反式-1,2-环氧-p-薄荷-8-烯	C ₁₀ H ₁₆ O	4959-35-7	0.98	0.39			0.9	1.03
67	45.95	酸	十一酸	C ₁₁ H ₂₂ O ₂	112-37-8	0.41					
68	45.98	醛	水茴香醛	C ₁₀ H ₁₆ O	21391-98-0				0.04	0.07	0.15
69	46.03	酮	2,5-二甲基-3-己酮	C ₈ H ₁₆ O	1888-57-9	0.07			0.06	0.06	
70	46.12	酸	壬酸	C ₉ H ₁₈ O ₂	112-05-0	0.2	0.16	0.27	0.44	0.4	0.73
71	46.13	醇	2-五癸-1-醇	C ₁₅ H ₂₈ O	2834-00-6				0.05		
72	46.15	酮	3-甲基-4-亚甲基-2-己酮	C ₈ H ₁₄ O	20690-71-5	1.05					
73	46.19	酚	3-乙基苯酚	C ₈ H ₁₀ O	620-17-7			0.03	0.1		0.05
74	46.27	酚	2,3-二甲基苯酚	C ₈ H ₁₀ O	95-65-8			0.04	0.06	0.17	
75	46.29	酸	2-辛烯酸	C ₈ H ₁₄ O ₂	1470-50-4				0.09		
76	46.30	酸	(E)-2-辛烯酸	C ₈ H ₁₄ O ₂	1871-67-6	0.07	0.09		0.02	0.05	
77	46.40	酮	3-氨基-4-苯基-2-丁酮	C ₁₀ H ₁₃ NO	40513-35-7				0.19		
78	46.41	烯	香茅烯	C ₉ H ₁₈	124-11-8	0.05					
79	46.41	酮	2-己基环戊酮	C ₁₁ H ₂₀ O	13074-65-2					0.19	
80	46.42	醛	(Z)-4-癸烯醛	C ₁₀ H ₁₈ O	21662-09-9	0.09		0.04	0.12		0.12

续表 1

序号	R.T./min	类别	中文名称	化学式	CAS	Area/%						
						RA	RB	RC	C	W	CW	
81	46.43	醇	6,6-二甲基二环庚-2-烯-2-甲醇	C ₁₀ H ₁₆ O	515-00-4		0.13		0.23		0.09	
82	46.49	醇	1,7-辛二烯-3-醇	C ₈ H ₁₄ O	30385-19-4				0.59			
83	46.50	醇	5-环丙基-1-戊醇	C ₈ H ₁₄ O	162377-97-1	0.5						
84	46.58	醇	2,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇	C ₁₀ H ₁₈ O	22410-74-8	0.05	0.13	0.22	0.09	0.11	0.05	
85	46.66	醇	3-苯丙醇	C ₉ H ₁₂ O	122-97-4						0.17	
86	46.66	酮	4-羟基-2-甲基苯乙酮	C ₉ H ₁₀ O ₂	875-59-2		0.11					
87	46.67	酚	麝香草酚	C ₁₀ H ₁₄ O	89-83-8		0.12		0.19			
88	46.67	酚	香芹酚	C ₁₀ H ₁₄ O	499-75-2	0.13		0.11	0.23	0.27	0.12	
89	46.79	醇	2,6-二甲基-1,7-辛二烯-3-醇	C ₁₀ H ₁₈ O	22460-59-9	0.17	0.23	0.16	0.33	0.27	0.27	
90	46.87	酮	6-甲基-6-庚-2-酮	C ₈ H ₁₄ O	10408-15-8	0.07	0.33	0.39	1.6	0.07	0.2	
91	47.00	醇	beta-桉叶醇	C ₁₅ H ₂₆ O	473-15-4	0.19	0.23	0.36	0.67	0.48	0.38	
92	47.03	酮	3,4-二甲基-(3Z)-3-己烯-2-酮	C ₈ H ₁₄ O	20685-45-4	0.56	0.55	0.13				
93	47.06	醛	香草醛	C ₈ H ₈ O ₃	121-33-5				0.07	0.19	0.14	0.25
94	47.17	酮	2-甲基-1-戊烯-1-酮	C ₆ H ₁₀ O	29336-29-6				0.04		0.17	0.12
95	47.29	烯	月桂烯	C ₁₀ H ₁₆	123-35-3							0.05
96	47.35	酸	8-甲基壬酸	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	5963-14-4				0.58			
97	47.40	醇	3-辛-2-醇	C ₈ H ₁₄ O	41746-22-9							0.34
98	47.41	醇	反-2-十二烯-1-醇	C ₁₀ H ₁₈ O	69668-93-5	0.19						0.44
99	47.41	醇	3-辛炔-1-醇	C ₈ H ₁₄ O	14916-80-4		0.23	0.14				
100	47.54	醇	2-壬炔-1-醇	C ₉ H ₁₆ O	5921-73-3	0.07					0.02	
合计						88.28	81.77	87.45	73.41	55.65	63.06	

2.3.1 不同提取方法中 XGCG 油树脂的成分分析

由表 1 可知,不同的提取方法对 XGCG 油树脂成分种类和含量都具有一定的影响, XGCG 油树脂在不同提取方法中,其成分经过检测共鉴定出 100 种芳香族化合物。其中, RA、RB、RC、C、W、CW 鉴定出油树脂的成分的种类分别是 58、50、47、56、54、55 种,其相对含量分别是 88.28%、81.77%、87.45%、73.71%、55.65%、63.06%。XGCG 油树脂在热回流法 RA 的条件下,其成分种类和含量高于其它法。但是, XGCG 油树脂成分种类和含量也会随温度升高而降低。在 C、W、CW 的提取方法中,其化合物的种类差异不大,含量具有明显差异,依次为 C>CW>W。其中 W 法的含量最低,可能是因为在提取过程中受到微波功率或微波辐射时间的影响,导致化合物含量降低^[22]。在 C 法提取中,其含量最高。可能是因为植物的有效成分大多数为细胞内产物,提取时将 XGCG 破碎,利用超声波空化作用,提高 XGCG 的细胞膜和细胞壁

的通透性,从而提高油树脂的成分含量。由此推断利用 C 法提取 XGCG 油树脂的代谢产物可以提高其含量。因为超声波和微波功率、料液比、提取时间等一些条件也会造成油树脂成分的种类及含量具有一定的差异性。Yang 等^[23]研究表明,采用 C 法提取丹参中的代谢产物优于微波法。黄名正等^[24]研究表明,在 C 法和 W 法提取紫苏挥发性成分时, C 法提取紫苏的成分总含量高于 W 法。说明 C 法提取的效率高于 W 法。这和用 C 法和 W 法提取草果油树脂的结果具有一致性。但是, C 法的提取得率明显小于 W、CW 及 RA、RB、RC 法,这可能是提取温度和微波特有的热效应有着重要的影响^[25]。因为提高温度,可以将其细胞膜内成分快速的提取出来,更易加速 XGCG 油树脂的溶出,但同时更多的挥发性成分会随着温度的上升含量会降低或者消失。适当的温度通常会增加化合物的溶解度,可以增强与细胞壁大分子结合的化合物释放^[26]。Francini 等^[27]研究表明,高温会导致水果和可可等基质中的化合物成分流失。

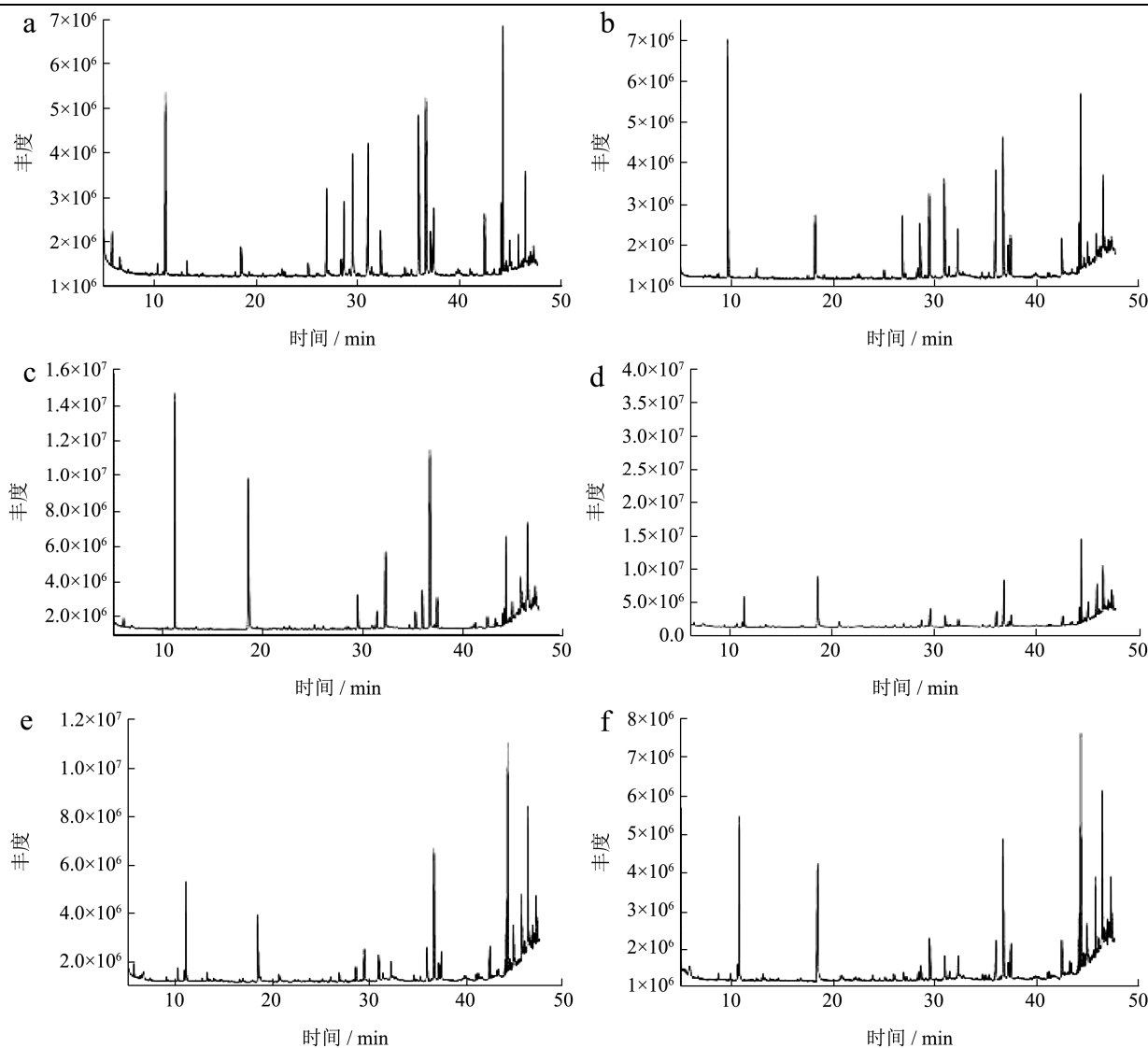


图4 草果不同提取方法中油树脂成分的GC-TOF-MS总离子流图

Fig.4 The TIC of oleoresin compounds of different methods of *Amomum tsaoko* using GC-TOF-MS

注: a: RA; b: RB; c: RC; d: C; e: W; f: CW。

由图4和表1可知, XGCG油树脂在不同提取方法中的成分有 1,8-桉叶油醇、 α -蒎品醇、香茅醇、顺式柠檬醛、橙花醇乙酸酯等, 其含量也相对较高, 可能是形成这些物质的前体物含量较高或者草果的不同提取方法影响油树脂成分含量^[28]。XGCG的主要成分是 1,8-桉叶油醇, 并且在不同的提取方法中的 1,8-桉叶油醇相对含量分别为 8.06%、12.70%、13.61%、4.06%、7.13%、8.38%。其中, 在热回流法中的RC条件下, 其相对含量要高于其他提取方法, 这可能与 1,8-桉叶油醇的性质有关, 容易受到温度和外界因素等干扰。还有一些较为重要且含量较低的一些成分, 可能是因为在萃取过程中存在着某种物理或者化学结合力的束缚作用, 导致成分含量不易从植物体中萃取, 从而无法检测到一些物质成分或含量很少的成分。以上研究表明, 进行XGCG油树脂的提取时, 根据其提取

得率、成分种类以及成分的相对含量, 选择RC法进行 1,8-桉叶油醇进行定性和定量测定的研究。

2.3.2 XGCG 油树脂中不同类别成分及药用分析

由图5和表1可知, XGCG油树脂中不同提取方法检测到成分有醇类、醛类、烯类、酮类、酯类、酸类、酚类。其中醇类物质的种类分别为 24、22、19、21、21、22 种, 含量分别为 44.15%、40.82%、51.76%、32.36%、26.82%、28.18%; 醛类物质分别为 11、10、9、13、12、13 种, 含量分别为 22.26%、18.63%、5.79%、15.92%、9.46%、11.96%。烯类物质仅在RA、RB、W、CW的中, 分别为 4、1、2、3 种, 含量分别为 1.23%、0.39%、0.37%、1.18%, 可能由于提取液较长时间暴露在微波和超声波辐射的环境下造成化合物降解, 导致未检测出烯类化合物^[29]。酮类物质分别为 7、7、4、

5、5、4种,含量分别为4.25%、3.81%、1.37%、3.43%、1.08%、1.16%。酯类物质分别为2、2、5、2、3、3种,含量分别为10.68%、9.22%、1.31%、2.35%、2.75%、2.25%;酸类物质分别为8、6、6、9、8、7种,含量分别为5.52%、8.73%、27.00%、18.64%、13.39%、18.08%;酚类类物质分别为2、2、3、6、5、3种,含量分别为0.20%、0.17%、0.23%、0.71%、0.88%、0.24%。在不同的提取方法中,醇类和醛类的含量明显高于其他成分的含量。在热回流法中RC条件下,醇类的含量最高,RA中醛类的含量最高,可能是因为不同温度对化合物的释放和逸散程度有差异^[30]。C法的醇类、醛类、酮类和酸类物质含量也最高,同样,在C法中提取紫苏成分时,酯类类的含量呈下降趋势,但醇类、醛类、酮类和酸类等成分含量具有显著上升^[25]。王希梅等^[31]研究表明,采用微波法提取当归提取物的挥发性成分的种类最低。W法的烯类、酯类、酚类的含量最高,可能是由于超声频率和微波的功率的作用,造成植物基质的分解和细胞内成分产生化合物含量的差异^[32],这和本研究中采用微波提取草果油树脂挥发性成分的结果一致。

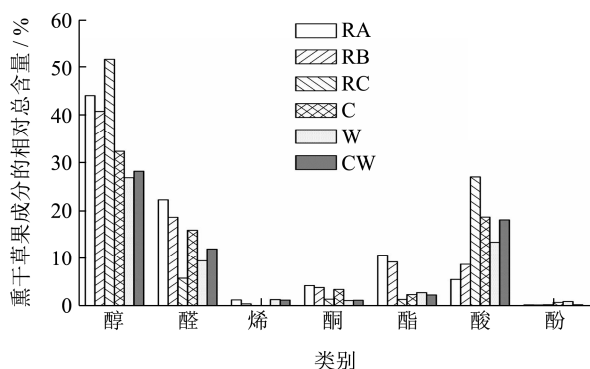


图5 不同提取方法对熏干草果油树脂的成分种类比较

Fig.5 Comparison of components of oleoresin from smoked hay fruits by different extraction methods

由表1可知, XGCG油树脂中不同提取方法的成分主要集中在醇类、醛类及酮类和酸类等,其中相对成分含量较高分别有1,8-桉叶油醇(8.06%、12.70%、13.61%、4.06%、7.13%、8.38%)、 α -萜品醇(4.51%、3.90%、2.20%、2.52%、1.49%、1.82%)、香茅醇(10.29%、9.64%、17.63%、7.14%、7.45%、7.09%)、2-甲基-3-苯基丙醛(10.33%、8.45%、3.77%、4.20%、2.89%、3.13%)、顺式柠檬醛(4.72%、4.32%、0.22%、2.65%、1.07%、1.09%)、橙花醇乙酸酯(10.25%、9.17%、0.68%、2.32%、1.84%、1.25%)、乙酸(3.73%、7.77%、25.98%、13.44%、10.54%、14.90%),由于XGCG的主要成分是1,8-桉叶油醇,热回流法中RC条件下的1,8-桉叶油醇含量明显高于其他提取方法,并且草果

具有药食同源的作用,尤其是药用价值的研究日益受到关注。研究表明,草果中的1,8-桉叶油醇和香叶醇具有协同作用,在高浓度下出现凋亡小体,诱导细胞凋亡,具有抗肿瘤的作用^[33]。Shin等^[34]研究表明,草果甲醇提取物具有显著的抗炎镇痛作用,在目前的新冠肺炎中,将草果作为防治新冠药物之一,其中草果中1,8-桉叶油醇、 α -蒎烯、 β -蒎烯、橙花叔醇等成分,在新冠防治中具有调节肠胃、抑菌和改变药物通透性、促进药物吸收的作用^[35]。1,8-桉叶油醇有镇静催眠的作用,研究表明,桉树精油通过促进脑内不同区域的GABA释放,降低多巴胺水平,抑制乙酰胆碱酯酶活性来减轻氯胺酮诱导的大鼠精神障碍^[36],因为不同药理作用,其机制也不同。研究发现,采用同位素稀释法在人体血浆和尿液中检测到1,8-桉叶油醇的代谢产物为2-羟基-1,8-桉叶油醇,可经乳汁分泌^[37]。所以,关于草果化学成分和代谢产物有待进一步通过药效物质基础及活性化合物的提取分离、结构鉴定等进行深入研究,为了在新药开发和临床应用提供更多的理论依据。

2.3.3 不同提取方法中 XGCG 油树脂成分的比例关系

表2 草果油树脂在同一提取方法中的不同成分比率

Table 2 Different component ratios of *Amomum oleoresin* in the same extraction method

名称	Area/%					
	RA	RB	RC	C	W	CW
1,8-桉叶油醇	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
香茅醇	1.28	0.76	1.30	1.76	1.04	0.85
2-甲基-3-苯基丙醛	1.28	0.67	0.28	1.03	0.41	0.37
橙花醇乙酸酯	1.27	0.72	0.05	0.57	0.26	0.15

表3 草果油树脂中同一成分在不同提取方法中的比率

Table 3 Different extraction methods ratio of *Amomum oleoresin* in the same component

名称	Area/%					
	RA	RB	RC	C	W	CW
1,8-桉叶油醇	1.00	1.58	1.69	0.50	0.88	1.04
香茅醇	1.00	0.94	1.71	0.69	0.72	0.69
2-甲基-3-苯基丙醛	1.00	0.82	0.36	0.41	0.28	0.30
橙花醇乙酸酯	1.00	0.89	0.07	0.23	0.18	0.12

由表2和表3可知,根据上述研究的分析结果表明,XGCG油树脂的主要成分特性是由1,8-桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯含量及其比例所决定,不同量比的1,8-桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯形成了XGCG油树脂不同提取方法中的成分特征。不同提取方法中的代谢

产物可能与XGCG品种的基因表达或者草果的处理方式有关系。分析表明,在RA、RB、RC、C、W、CW中桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯之间的比例为1:1.28:1.28:1.27、1:0.76:0.67:0.72、1:1.30:0.28:0.05、1:1.76:1.03:0.57、1:1.04:0.41:0.26、1:0.85:0.37:0.15;在RA、RB、RC、C、W、CW中,它们的比例都是随着温度的升高,呈现降低的趋势。同一成分在不同提取方法中的比例也具有差异,其中,1,8-桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯含量比例在RA、RB、RC、C、W、CW中分别为1:1.58:1.69:0.50:0.88:1.04、1.00:0.94:1.71:0.69:0.72:0.69、1:0.82:0.36:0.41:0.28:0.30、1:0.89:0.07:0.23:0.18:0.12,在RA、RB、RC法中,这四种的比例都随着温度升高其含量比例都呈现上升趋势。在C、W、CW中,其比例变化的差异小于RA、RB、RC法。由此可以表明,这可能是因为草果品种遗传基因所控制的这四种成分会受到温度等影响,受其他影响可能行会较小,会在一个定的范围区间波动。

2.4 XGCG 油树脂成分的热图分析

热图 (Heatmap) 是一种软件统计的方法,可以将大量的数据聚集在一起,将结果用一种渐进的色带直观地展现,可以看出数据的疏密和频率的高低,并广泛的应用在各个领域之中。XGCG 油树脂中不同提取方法的过程形成了复杂的成分,为了进一步研究 XGCG 油树脂在不同提取方法中的成分变化,本研究选取在 RA、RB、RC、C、W、CW 法检测到的含量变化较为突出的 42 种 XGCG 油树脂成分,对含量变化进行了热图分析。如图 6 所示,不同提取方法中,XGCG 油树脂成分存在较大差异,醇类物质明显高于其他类物质的含量,醛类和酮类的含量仅次于醇类含量,其他含量都相对较低。本研究结果表明,其中,RA、RB、RC、C、W、CW 鉴定出 XGCG 油树脂的成分的种类分别是 58、50、47、56、54、55 种,其相对含量分别是 88.28%、81.77%、87.45%、73.71%、55.65%、63.06%。XGCG 油树脂中不同提取方法的成分主要集中在醇类、醛类及酮类和酸类等,RA 法中油树脂成分最高的是 2-甲基-3-苯基丙醛 (10.33%),其次是反式柠檬醛 (10.25%)、香茅醇 (10.29%)、橙花醇乙酸酯 (10.25)。RB 法中油树脂成分最高的是 1,8-桉叶油醇 (12.70%),其次是香叶醇 (9.64%)、橙花醇乙酸酯 (9.17%)、2-甲基-3-苯基丙醛 (8.45%)、乙酸 (7.77%)。RC 法中油树脂成分最高的是 1,8-桉叶油醇 (13.61%),其次是乙酸 (25.98%)。C 法中油树脂成分最高的是乙酸 (13.44%),其次是香茅醇

(7.14%)、2-甲基-3-苯基丙醛 (4.2%)。W 法中油树脂成分最高的是乙酸 (10.54%),其次是香茅醇 (7.45%)。CW 法中油树脂成分最高的是乙酸 (14.90%),其次是 1,8-桉叶油醇 (8.38%)、2-甲基-3-苯基丙醛 (3.13%)。其他油树脂成分的种类和含量虽然较少,但在风味中具有关键作用。据本研究的油树脂成分分析结果表明,不同提取方法的 XGCG 油树脂成分在种类依次为 RA>C>CW>W>RB>RC,在含量依次为 RA>RC>RB>C>CW>W。由此可见,影响 XGCG 油树脂的成分种类及含量因素较多,其适当的提取温度可以有利于成分的提取,增加化合物的种类和含量,对 XGCG 油树脂影响较为显著,其他影响因素较小。

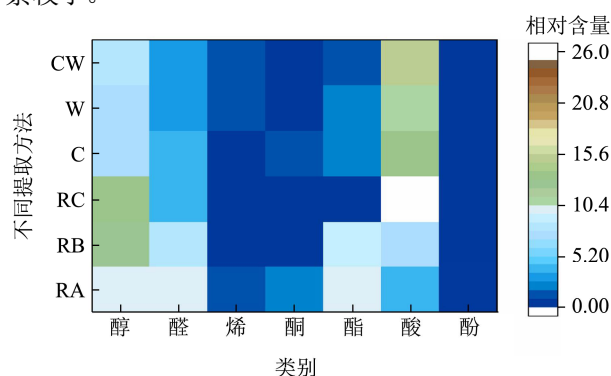


图 6 草果含量的热图分析

Fig.6 Thermographic analysis of the content of tsaok

3 结论

3.1 由数据表明,采用不同的提取方法对XGCG油树脂进行提取,温度对XGCG油树脂的得率以及成分种类和含量都有一定的影响。XGCG油树脂得率大小依次为: CW<C<RA<W<RB<RC,经过检测共鉴定 100 种化合物。其中,RA、RB、RC、C、W、CW鉴定出油树脂的成分的种类分别是 58、50、47、56、54、55 种,其相对含量分别是 88.28%、81.77%、87.45%、73.71%、55.65%、63.06%。XGCG油树脂中不同提取方法的成分主要集中在醇类、醛类及酮类和酸类等,热回流法中的RA、RB、RC条件下的油树脂成最高的分别为是 2-甲基-3-苯基丙醛 (10.33)、1,8-桉叶油醇 (12.70%)、1,8-桉叶油醇 (13.61%)。C、W、CW法中油树脂成分最高的分别是是乙酸 (13.44%、10.54%、14.90%)。

3.2 根据XGCG油树脂相对成分含量比较可以看出,在不同提取方法中,其主要成分特性是由 1,8-桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯含量及其比例所决定,分析表明,1,8-桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯在RA和RB之间的

比例高于在其他提取方法中的比例,其比例分别为1:1.28:1.28:1.27、1:0.76:0.67:0.72;并且,在RA和RB中的桉叶油醇、香茅醇、2-甲基-3-苯基丙醛、橙花醇乙酸酯比例要高于其它提取方法,其含量比例分别为1:1.58:1.69:0.50:0.88:1.04、1.00:0.94:1.71:0.69:0.72:0.69。

3.3 根据分析表明,含量成分的高低受到不同提取方法的影响,尤其温度是重要的影响因素,从而造成成分种类、含量及含量的比例具有明显差异。所以为了对下一步XGCG油树脂的营养物质以及油树脂物质基础的研究,选择热回流法在合适的温度下进行营养成分和物质基础的研究,以及开发XGCG附加值产品及深加工产业升级提供了理论基础。

参考文献

- [1] 石亚娜,金航,杨雁,等.草果药用本草考证[J].中国现代中药,2013,15(10):913-916
SHI Yana, JIN Hang, YANG Yan, et al. Textual research on medicinal herbs of Caoguo [J]. Modern Chinese Medicine 2013, 15(10): 913-916
- [2] 王斌,杨大为,李宗军.2种槟榔干果风味品质的比较[J].食品科学,2019,40(12):245-252
WANG Bin, YANG Dawei, LI Zongjun. Comparison of the flavor quality of two dried betel nuts [J]. Food Science, 2019, 40(12): 245-252
- [3] Abhishek Shukla, S N Naik, Vaibhav V, et al. Supercritical CO₂ extraction and online fractionation of dry ginger for production of highquality volatile oil and gingerols enriched oleoresin [J]. Industrial Crops and Products, 2019, 130: 352-362
- [4] Raluca Sanda Komartin, Marta Stroescu, Nicoleta Chira, et al. Optimization of oil extraction from *Lallemantia iberica* seeds using ultrasound-assisted extraction [J]. Journal of Food Measurement and Characterization, 2021, 15(2): 1-11
- [5] Olalere O A, Abdurahman N H, Yunus R, et al. Multi-response optimization and neural network modeling for parameter precision in heat reflux extraction of spice oleoresins from two pepper cultivars (*Piper nigrum*) [J]. Journal of King Saud University Science, 2019, 31(4): 789-797
- [6] 戴玮,肖苏萍,郭凯,等.GC测定苗药大果木姜子中1,8-桉叶素的含量[J].中国现代中药,2013,15(9):741-743
DAI Wei, XIAO Suping, GUO Kai, et al. Determination of 1,8-cineole in Miao medicine Daguomujiangzi by GC [J]. China Modern Chinese Medicine, 2013, 15(9): 741-743
- [7] 包振伟,顾林,白东辉,等.响应面法优化黑胡椒油树脂提取工艺[J].食品科学,2013,34(14):17-21
BAO Zhenwei, GU Lin, BAI Donghui, et al. Optimization of black pepper oleoresin extraction process by response surface methodology [J]. Food Science, 2013, 34(14): 17-21
- [8] DAI Lixia, LI Juncai, MIAO Xiaolou, et al. Ultrasound-assisted extraction of five anthraquinones from *Rheum palmatum* water extract residues and the antimicrobial activities [J]. Industrial Crops and Products, 2021, 162(3): 113288
- [9] Jose Gonzalez-rivera, Due C, Campanella B, et al. Insitu microwave assisted extraction of clove buds to isolate essential oil, polyphenols, and lignocellulosic compounds [J]. Industrial Crops and Products, 2021, 161: 113203
- [10] 蒋新龙,蒋益花.八角金盘籽油和果油的超声波-微波协同提取及其脂肪酸组成比较[J].中国粮油学报,2020,35(11):80-85
JIANG Xinlong, JIANG Yihua. Ultrasonic-microwave synergistic extraction of seed oil and fruit oil of star anise golden disk and comparison of fatty acid composition [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2020, 35(11): 88-93
- [11] 吴桂苹,谷凤林,朱科学,等.云南怒江草果的微波无溶剂萃取及其挥发性风味物质的GC-TOF-MS分析[J].中国调味品,2020,45(1):172-179
WU Guiping, GU Fenglin, ZHU Kexue, et al. Microwave solvent-free extraction of Yunnan Nujiang grass fruits and GC-TOF-MS analysis of volatile flavor compounds [J]. Chinese Condiments, 2020, 45(1): 172-179
- [12] Bachtler S, Bart H J. Increase the yield of bioactive compounds from elder bark and annatto seeds using ultrasound and microwave assisted extraction technologies [J]. Food and Bioproducts Processing, 2021, 125: 1-13
- [13] Wong Lee Peng, Hasmida Mohd Nasir, Siti Hamidah Mohd Setapar, et al. Optimization of process variables using response surface methodology for tocopherol extraction from Roselle seed oil by supercritical carbon dioxide [J]. Industrial Crops and Products, 2019, 143: 111886
- [14] 范三红,王娇娇,白宝清,等.响应面法优化辣椒油树脂提取工艺及其抗氧化和抑菌性研究[J].中国食品添加剂,2019,30(7):89-97
FAN Sanhong, WANG Jiaojiao, BAI Baoqing, et al. Optimization of extraction process of capsicum oleoresin and its antioxidant and antibacterial properties by response surface methodology [J]. China Food Additives, 2019, 30(7):

- 89-97
- [15] 邓祥元,刘约翰,高坤,等.超声波辅助提取辣椒红色素的工艺研究[J].食品研究与开发,2013,34(6):25-29
DENG Xiangyuan, LIU Yuehan, GAO Kun, et al. Study on the technology of ultrasonic-assisted extraction of capsaicin [J]. Food Research and Development, 2013, 34(6): 25-29
- [16] Hossein Mohammadpour, Seyed Mojtaba Sadrameli, Fatemeh Eslami, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of *Moringa peregrina* oil with response surface methodology and comparison with Soxhlet method [J]. Industrial Crops & Products, 2019, 131: 106-116
- [17] 耿直.超声波法提取凹叶厚朴内生真菌代谢产物[J].安徽农业科学,2017,45(1):122-123
GENG Zhi. Ultrasonic extraction of endophytic fungal metabolites of *Magnolia officinalis* [J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2017, 45(1): 122-123
- [18] Chen Q, Dong W, Wei C, et al. Combining integrated ultrasonic-microwave technique with ethanol to maximise extraction of green coffee oil from Arabica coffee beans [J]. Industrial Crops and Products, 2020, 151: 112405
- [19] 刘克果.桉叶油体系分离工艺模拟与优化[D].昆明:昆明理工大学,2013
LIU Keguo. Simulation and optimization of separation process of eucalyptus oil system [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2013
- [20] 王建英,汪洋,张雪峰,等.微波加热对无水乙醇表面张力的影响[J].兰州理工大学学报,2017,43(1):165-168
WANG Jianying, WANG Yang, ZHANG Xuefeng, et al. The effect of microwave heating on the surface tension of absolute ethanol [J]. Journal of Lanzhou University of Technology, 2017, 43(1): 165-168
- [21] 程璐璐,陈敏,冷平生,等.不同温度对紫罗勒萜烯类挥发物释放的影响[J].北京农学院学报,2015,30(2):78-82
CHENG Lulu, CHEN Min, LENG Pingsheng, et al. Effects of different temperatures on the release of purple basil terpene volatiles [J]. Journal of Beijing Agricultural College, 2015, 30(2): 78-82
- [22] GUO Zebin, ZHAO Beibei, LI Huang, et al. Optimization of ultrasound-microwave synergistic extraction of prebiotic oligosaccharides from sweet potatoes (*Ipomoea batatas* L.) [J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2019, 54: 51-63
- [23] YANG Qiao, ZHANG Xiaoling, LI Xiyin, et al. Coupling continuous ultrasound-assisted extraction with ultrasonic probe, solid-phase extraction and highperformance liquid chromatography for the determination of sodium Danshensu and four tanshinones in *Salvia miltiorrhiza* Bunge [J]. Analytica Chimica Acta, 2007, 589(2): 231-238
- [24] 黄名正,李鑫,张厚芳.比较不同预处理方式提取紫苏挥发性成分的差异[J].中国食品添加剂,2018,2:80-86
HUANG Mingzheng, LI Xin, ZHANG Houfang. Comparison of the difference of volatile components extracted from perilla with different pretreatment methods [J]. China Food Additives, 2018, 2: 80-86
- [25] 胡蕾琪,郭长凯,潘志海,等.微波场对食品的非热效应研究进展[J].食品与发酵工业,2020,46(16):270-275
HU Leiqi, GUO Changkai, PAN Zhihai, et al. Research progress on the non-thermal effects of microwave fields on food [J]. Food and Fermentation Industries, 2020, 46(16): 270-275
- [26] Salvatore M, Alexis M V, Marjo K, et al. Effects of different drying temperatures on the content of phenolic compounds and carotenoids in quinoa seeds (*Chenopodium quinoa*) from Finland [J]. Journal of Food Composition & Analysis, 2018, 72: 75-82
- [27] Francini A, Romeo S, Cifelli M, et al. 1H NMR and PCA-based analysis revealed variety dependent changes in phenolic contents of apple fruit after drying [J]. Food Chemistry, 2017, 221(2): 1206-1213
- [28] Haleva-toledo E, Naim M, Zenavi U, et al. Formation of α -terpineol in citrus juices, model and buffer solutions [J]. Journal of Food Science, 1999, 64(5): 838-841
- [29] Oluwaseun, Ruth, Alara, et al. Microwave-assisted extraction of phenolics from *Hibiscus sabdariffa* calyces: kinetic modelling and process intensification [J]. Industrial Crops and Products, 2019, 137: 528-535
- [30] Sajjad, Ahmad, Farhat, et al. Chemical composition, antioxidant and anticholinesterase potentials of essential oil of *Rumex hastatus* D. Don collected from the north west of Pakistan [J]. BMC Complementary & Alternative Medicine, 2015, 16(1): 29
- [31] 王希梅,赵泽军,师霞,等.当归不同提取方法提取物中挥发性成分比较研究[J].中兽医医药杂志,2018,37(1):61-65
WANG Ximei, ZHAO Zejun, SHI Xia, et al. Comparative study of volatile components in the extracts of angelica with different extraction methods [J]. Journal of Traditional Chinese Veterinary Medicine, 2018, 37(1): 61-65

(下转第 179 页)