

亚临界提取蜜桔皮精油成分分析及其微乳液制备

Analysis of essential oil extracted by subcritical fluid extraction from
honeyorange peel and preparation of microemulsion

詹少颖^{1,2} 何静仁^{1,2} 常琳萍^{1,2} 岁鲁姗^{1,2}
ZHAN Shao-ying^{1,2} HE Jing-ren^{1,2} CHANG Ling-ping^{1,2} SUI Lu-shan^{1,2}
杨 宁^{1,2} 何 毅^{1,2} 金伟平^{1,2}
YANG Ning^{1,2} HE Yi^{1,2} JIN Wei-ping^{1,2}

(1. 武汉轻工大学食品科学与工程学院,湖北 武汉 430023;2. 湖北省农产品加工与转化重点实验室,湖北 武汉 430023)
(1. College of Food Science and Engineering, Wuhan Polytechnic University, Wuhan, Hubei 430023, China;
2. Hubei Key Laboratory for Processing and Transformation of Agricultural Products, Wuhan, Hubei 430023, China)

摘要:采用亚临界流体萃取法提取宜昌蜜桔皮精油,用顶空固相微萃取—气相色谱—质谱联用技术(SPME-GC-MS)分析蜜桔皮精油中挥发性成分及脂肪酸组成,用高速分散及超高压均质制备 O/W 型蜜桔皮精油微乳液,确定高稳定性微乳液的乳化剂最适用量、最适油水比和最佳均质条件。结果表明:亚临界流体萃取蜜桔皮精油,平均得率约 1%。精油挥发性成分主要由烃类和酸类化合物组成,分别占总量的 58.68% 和 40.34%;宜昌蜜桔皮精油脂肪酸中主要含不饱和脂肪酸,达 77.35%,其中亚油酸含量占总脂肪酸含量的 37.80%,饱和脂肪酸主要为棕榈酸,含量为 14.18%。均一微乳液制备的最适乳化剂 SE-15 质量分数为 6%,最适油水质量比为 1:25,最佳均质条件为:压力 50 MPa,均质 4 次。

关键词:蜜桔皮精油;亚临界流体萃取;顶空固相微萃取—气相色谱—质谱;挥发性成分;脂肪酸;微乳液

Abstract: The essential oils of Yichang honeyorange peel were extracted by subcritical fluid extraction, and the headspace solid-phase microextraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry (SPME-GC-MS) method was applied to analysis the volatile components and fatty acids. O/W-type essential oil microemulsion was prepared by using SE-15 as emulsifier to determine the optimum amount of emulsifier, optimum ratio of oil-to-water and optimum homogenization condition of emulsifier for stable microemulsion. The results showed that the yield of essential oil was 1% by subcritical fluid extraction. And the volatile components in essential oil were mainly

composed of hydrocarbons compounds and acid compounds, accounting for 58.68% and 40.34% of the total, respectively. GC-MS analysis of fatty acids showed that the essential oils mainly include unsaturated fatty acids, which account for 77.35%. linoleic acid account for 37.80% of the total. Saturated fatty acid mainly included palmitic acid, accounting for 14.18%. To prepare the homogeneous microemulsion, the optimum emulsifier content is 6%, the optimum quality ratio of oil to water is 1:25, the optimum homogenization condition is: pressure 50 MPa, the number is 4 times.

Keywords: honeyorange peel essential oil; subcritical fluid extraction; SPME-GC-MS; volatile compounds; fatty acids; microemulsion

蜜桔属于芸香科柑橘属植物果实。全世界柑橘类果实的产量位居所有水果产量之首,在 2000 年全世界柑橘类水果产量就已经达到了 1 亿 t^[1],2013 年全球柑橘产量为 1.355 亿 t^[2]。中国是世界上主要蜜桔原产国之一,产量居世界前三^[3]。蜜桔可鲜食或加工成罐头,果肉外的桔皮也是天然柑橘香精、精油的优质资源。据文献^[4]报道,桔皮中含有多种挥发性香气成分,主要以低沸点的单萜类化合物为主。因其独特风味,已被制备成高稳定性的水溶性乳液,张淑玲等^[5]研究了影响甜橙乳化香精稳定性的乳化剂因素,张忠慧等^[6]研究了甜橙油微乳的制备工艺,极大方便了精油在食品领域的应用^[7]。

目前,提取柑橘类精油的方法主要有水蒸气蒸馏、超临界 CO₂ 萃取、超声波辅助溶剂萃取法等^[8],但它们各有不足,其中水蒸气蒸馏法由于操作温度较高,会引起精油中热敏性化合物分解,降低精油的质量。超临界 CO₂ 萃取技术虽然具有萃取率高、操作温度低等优点,但设备昂贵、需专门技术人

作者简介:詹少颖,男,武汉轻工大学在读硕士研究生。
通信作者:何静仁(1974—),男,武汉轻工大学教授,博士。
E-mail: jingren.he@whpu.edu.cn

收稿日期:2017—04—16

员操作,难以实现工业化生产^[9]。超声波辅助溶剂萃取法具有有机试剂不易除去,易残留的缺点。亚临界流体萃取法具有萃取温度低、设备要求低、操作简单、易工业化生产等优点^[10],使用亚临界流体萃取法提取桔皮精油的研究鲜有报道。本试验拟采用亚临界流体萃取法提取宜昌蜜桔皮精油,采用 SPME-GC-MS 分析宜昌蜜桔皮精油中挥发性香气成分及其脂肪酸组成,并通过高速分散及超高压均质制备稳定的 O/W 型桔皮精油微乳液,为桔皮精油的提取分析和精油乳液的制备提供一定的参考依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

蜜桔皮:由宜昌蜜桔种植基地提供;
石油醚:分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司;
环己烷:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;
SE-15 蔗糖脂肪酸酯:食品级,杭州瑞霖化工有限公司;
聚二甲基硅氧烷(CAR/PDMS)涂层萃取头:75 μm ,美国 Supelco 公司;
实验室用水:去离子水。

1.2 仪器与设备

微型高速万能粉碎机:FW80 型,郑州科丰仪器有限公司;
气相色谱—质谱联用仪:7890A+5975C 型(配有 FID 检测器),美国 Agilent 公司;
亚临界流体萃取实验室成套设备:CBE-5L 型,河南省亚临界生物技术有限公司;
高压均质机:AH-2010 型,安拓思纳米技术有限公司;
纳米粒度、Zeta 电位和分子量分析仪:Zetasizer Nano ZS 型,英国马尔文仪器有限公司;
分散机:IKA T18 数显型,德国 IKA 仪器设备有限公司;
超声波清洗机:SB3200 DTS 型,巴克超声波科技有限公司;
高速冷冻离心机:TGL205 型,长沙平凡仪器仪表有限公司;
多头磁力搅拌器:HJ-6 型,江苏金坛市中天仪器厂;
电热恒温干燥箱:202 型,上海一恒科学仪器有限公司;
电子天平:AL204 型,梅特-勒托利多仪器有限公司;
超纯水机:PGE-Z-10J 型,成都品成科技有限公司。

1.3 方法

1.3.1 亚临界流体萃取法提取蜜桔皮精油 取烘干的蜜桔皮,粉碎,过 40 目筛,得蜜桔皮粉,放置干燥器内保存备用。准确称取 300 g 蜜桔皮粉末,放入 200 目干燥滤袋中,扎紧袋口,置于亚临界萃取釜,萃取溶剂为正丁烷,萃取温度(35 $\pm$ 5) $^{\circ}\text{C}$,分离罐温度 30 $^{\circ}\text{C}$,萃取压力 0.4 MPa,单次萃取时间 1 h,循环萃取 2 次。萃取结束后,萃取混合物通过分离系统减压蒸发脱除溶剂,得到蜜桔皮精油粗提物。粗提物在 4 $^{\circ}\text{C}$,4 000 r/min 条件下离心 20 min,得到蜜桔皮精油^[11]。

1.3.2 超声波辅助提取法提取蜜桔皮精油 准确称取 300 g

蜜桔皮粉,按 1:4 (g/mL)的料液比加入石油醚,35 $^{\circ}\text{C}$ 、超声功率 150 W 条件下,超声波提取 30 min,滤渣重复提取一次,合并提取液。4 000 r/min 离心 20 min,除去有机溶剂,得到蜜桔皮精油^[12]。

1.3.3 挥发性成分的 GC-MS 分析方法

(1) 顶空固相微萃取条件:在气相色谱进样口老化萃取头 30 min,老化温度 270 $^{\circ}\text{C}$ ^[13]。取 5 mL 桔皮精油置于 20 mL 样品瓶中,60 $^{\circ}\text{C}$ 下震荡孵化 5 min,将老化好的萃取头插入 SPME 样品瓶,并顶空吸附 40 min,于 240 $^{\circ}\text{C}$ 下解吸 5 min^[14-16]。

(2) 气相色谱—质谱条件:气相色谱条件:HP-5MS 石英毛细管色谱柱(30 m $\times$ 0.25 mm,0.25 μm);进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 。升温程序:初始温度 140 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min;140~190 $^{\circ}\text{C}$,升温速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$;190~220 $^{\circ}\text{C}$,保持 14 min。载气(He)流速 1.0 mL/min;分流比为 10:1^[17]。质谱条件:电子轰击(EI)离子源;电子能量 70 eV;离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$;溶剂延迟时间 3.6 min;质量扫描范围:50~550 amu;采集方式:全扫描模式(scan);质谱库:NIST.11。

1.3.4 脂肪酸组成的 GC-MS 分析方法 气相色谱条件:HP-FFAP 石英毛细柱(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm);进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 。升温程序:初始温度 140 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min;140~190 $^{\circ}\text{C}$,升温速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$;190~220 $^{\circ}\text{C}$,保持 14 min。载气(He)流速 1.0 mL/min;进样体积 1 μL ;分流比为 10:1^[18]。质谱条件:电子轰击(EI)离子源;电子能量 70 eV;离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$;溶剂延迟时间 3.6 min;质量扫描范围为:50~550 amu;采集方式:全扫描模式(scan);质谱库:NIST.11^[19]。

1.3.5 桔皮精油微乳液的制备工艺 将乳化剂加入到水中,充分溶解后,按一定的油水质比加入桔皮精油,在 10 000 r/min 条件下分散 5 min,在一定压力下均质一定次数制备乳液,对乳液的平均粒径以及粒径分布系数进行检测^[20-21]。平均粒径越小,粒径分布越集中即 PDI 值越小,乳液越稳定,乳化效果也就越理想^[22-23]。

(1) 乳液粒径的检测:选取适宜样品稀释倍数,避免检测时产生多重光散射,影响测定结果^[22]。取 10 μL 均质的乳液分别稀释 500,5 000,10 000,15 000,20 000,25 000 倍,充分混匀后检测粒径。当在一定浓度范围内,检测到的粒径偏差小于 3%~5%时,即达到理想稀释倍数。

(2) 乳化剂用量对乳液粒径的影响:乳化剂(蔗糖脂肪酸酯)质量分数分别为 0.5%,1%,2%,4%,6%,8%,在 100 g 60 $^{\circ}\text{C}$ 去离子水中搅拌溶解,温度降至常温后,以 1:30 的油水质比加入蜜桔皮精油,10 000 r/min 分散 5 min,在 40 MPa 压力下均质乳化 3 次。

(3) 油水质比对乳液粒径的影响:乳化剂质量分数为 6%,在 100 g 60 $^{\circ}\text{C}$ 去离子水中充分搅拌溶解,温度降至常温后,以 1:20,1:25,1:30,1:35,1:40,1:45 的油水质比加入桔皮精油,10 000 r/min 分散 5 min,在 40 MPa 压力下均质乳化 3 次。

(4) 均质条件对乳液粒径的影响:乳化剂质量分数为 6%,在 100 g 60 $^{\circ}\text{C}$ 去离子水中充分搅拌溶解,温度降至常温后,以 1:30 的油水质比加入蜜桔皮精油,10 000 r/min 分

散 5 min,分别在 30 MPa 压力下均质 1,2,3,4,5 次,改变压力为 40,50,60 MPa 重复以上步骤。

2 结果与分析

2.1 蜜桔皮精油的萃取

采用亚临界流体萃取法和超声波辅助萃取法提取宜昌蜜桔皮精油,结果(见表 1)表明,亚临界流体萃取法精油得率高于超声波辅助萃取法,且平均得率分别约为 1.00%,0.91%。与李燕等^[24]所用的超临界 CO₂ 萃取法、水蒸气减压蒸馏萃取法得率相当。

表 1 2 种不同方法提取蜜桔皮精油得率
Table 1 Two different ways of extracting the essential oil from honeyorange peel %

提取次数	亚临界流体萃取法	超声波辅助萃取法
1	1.06	0.94
2	0.96	0.93
3	1.04	0.82
4	1.03	0.92
5	0.97	0.88
6	0.96	0.93
平均得率	1.00±0.04	0.91±0.04

2.2 蜜桔皮精油挥发性成分分析

采用 SPME-GC-MS 法对桔皮精油挥发性成分进行分析,谱图见图 1。

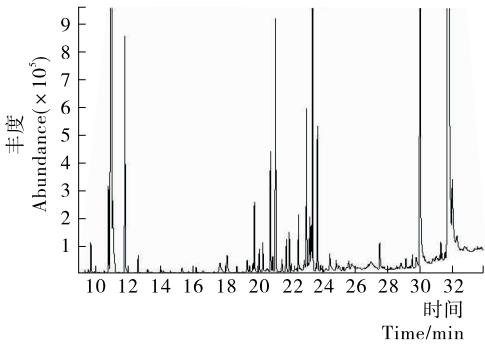


图 1 蜜桔皮精油挥发性成分 GC-MS 分析总离子流图
Figure 1 Chromatogram of analysis of total ion flow in volatile components of essential oil from honeyorange peel

由图 1 可知,挥发性成分总离子流图中主要有 24 个色谱峰,通过 NIST.11 质谱库对其进行检索并分析其化学组成,同时采用峰面积归一化法确定各组分所占总挥发物的相对百分含量,结果见表 2。

由表 2 可知,宜昌蜜桔皮精油中挥发性成分主要由烃类和酸类化合物组成,分别占总量的 58.68%,40.34%。烯烃类化合物主要为右旋萜二烯(33.37%)、反式-β-罗勒烯(4.63%)、萜品烯(3.72%)、[S-(E,E)]-1-甲基-5-亚甲基-8-(1-甲基乙基)-1,6-环癸二烯(2.27%)、α-蒎烯(1.89%)、(3R-反)-4-乙烯基-4-甲基-3-(1-甲基乙烯基)-1-(1-甲基乙烯基)-环己烯(1.15%),其它烯烃类物质各自占总量不到 1%。酸

表 2 蜜桔皮精油挥发性成分组成分析
Table 2 The volatile components identified of essential oil from honeyorange peel

保留时间/min	化合物名称	相对含量/%
9.712	2-丙基吡啶	0.49
10.791	邻异丙基甲苯	1.57
10.969	右旋萜二烯	33.37
11.804	萜品烯	3.72
17.677	壬酸	1.12
19.791	(3R-反)-4-乙烯基-4-甲基-3-(1-甲基乙烯基)-1-(1-甲基乙烯基)-环己烯	1.15
20.085	α-蒎烯	0.40
20.303	橙花乙酸酯	0.49
20.772	α-蒎烯	1.89
21.088	[1S-(1α,2β,4β)]-1-乙烯基-1-甲基-2,4-1-异丙烯基-环己烷	4.33
21.763	石竹烯	0.69
21.938	γ-榄香烯	0.69
22.504	蛇麻烯	0.82
22.995	[S-(E,E)]-1-甲基-5-亚甲基-8-(1-甲基乙基)-1,6-环癸二烯	2.27
23.212	[1R-(1α,7β,8Aα)]-1,2,3,5,6,7,8,8A-八氢-1,8A-二甲基-7-萜	0.51
23.289	(4AR-反式)-十氢-4α-甲基-1-亚甲基-7-(1-甲基乙烯基)-萜	0.68
23.376	反式-β-罗勒烯	4.63
23.670	(1S-CIS)-1,2,3,5,6,8A-八氢-4,7-二甲基-1-(1-甲基乙烯基)-萜	1.96
24.433	月桂酸	0.53
27.506	肉豆蔻酸	0.69
29.761	棕榈酸	0.39
29.990	十六烷酸	9.70
31.755	油酸	25.86
31.973	硬脂酸	2.05

类化合物中以油酸(25.86%)、十六烷酸(9.70%)、硬脂酸(2.05%)、壬酸(1.12%)为主要成分,其它还有月桂酸(0.53%),肉豆蔻酸(0.69%),棕榈酸(0.39%)。邻异丙基甲苯占 1.57%,萜类化合物以(1S-CIS)-1,2,3,5,6,8A-八氢-4,7-二甲基-1-(1-甲基乙烯基)-萜(1.96%)为主。

单杨等^[3]报道温州蜜桔精油挥发性成分中烃类化合物占总量的 96.56%,李松等^[25]报道琯溪蜜柚精油挥发性成分中烃类化合物占总量的 95.14%,这 2 个柑橘类物种精油中烃类化合物含量均高于宜昌蜜桔皮精油。但是,宜昌蜜桔皮精油中酯类挥发性成分高于温州蜜桔(分别为 0.49%,0.17%),而酯类是对蜜桔香气贡献最主要的物质之一。夏湘等^[26]分析雪峰蜜桔果皮精油成分得到,对柑橘香气贡献较小且易氧化变质的萜烯烃类化合物占主要成分,醇类、醛类、酮类及酯类含量相对较少,与宜昌蜜桔的挥发性成分含量较为一致^[27]。

2.3 蜜桔皮精油的脂肪酸组成分析

采用 GC-MS 法分析宜昌蜜桔皮精油的脂肪酸组成,谱图见图 2。

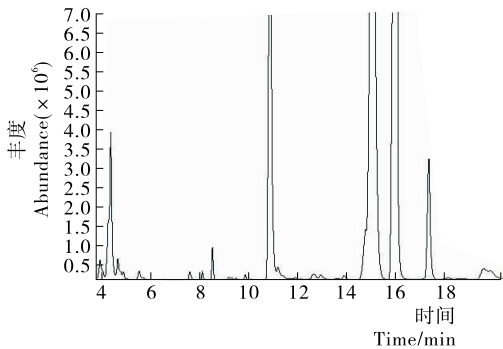


图 2 GC-MS 分析蜜桔皮精油脂肪酸组成的总离子流图
Figure 2 Chromatogram of analysis of total ion flow in fatty acid of essential oil from honeyorange peel

由图 2 可知,该蜜桔皮精油脂肪酸的 GC-MS 图谱主要有 12 个色谱峰,使用 NIST.11 质谱库对其进行检索并分析化学组成,采用峰面积归一化法确定各组分所占总挥发物的相对百分含量,结果见表 3。

表 3 蜜桔皮精油脂肪酸组成及相对含量
Table 3 Fatty acid composition and relative content of essential oil from honeyorange peel

保留时间/min	化合物名称	相对含量/%
4.89	月桂酸	0.17
7.60	肉豆蔻酸	0.24
9.19	十五烷酸	0.08
10.88	棕榈酸	14.18
11.18	十七碳烯酸	0.25
12.95	十八碳烯酸	0.18
13.90	十八碳二烯酸	0.15
14.77	硬脂酸	1.49
15.11	油酸	35.03
16.04	亚油酸	37.80
17.35	亚麻酸	3.94
19.60	花生酸	0.68

由表 3 可知,宜昌蜜桔皮精油主要成分为不饱和脂肪酸,占脂肪酸总量的 77.35%,其中油酸含量为 35.03%,亚油酸含量为 37.80%。十七碳烯酸、十八碳烯酸、十八碳二烯酸的含量都低于 1%。在苏东林等^[28]的研究中,温州蜜柑皮中含有 11 种脂肪酸,不饱和脂肪酸占总量的 66.20%,主要是亚油酸(37.14%)和亚麻酸(19.06%)。比较得出,宜昌蜜桔皮精油中亚油酸(37.80%)和总不饱和脂肪酸(77.35%)含量都高于温州蜜柑皮(分别为 37.14%,66.20%)。饱和脂肪酸中主要成分为棕榈酸(14.18%)和硬脂酸(1.49%),月桂酸、肉豆蔻酸、十五烷酸、十五甲基棕榈酸、花生酸的含量都低于 1%。

2.4 蜜桔皮精油微乳液的制备

2.4.1 稀释倍数对乳液粒径的影响 由图 3 可知,随着稀释倍数的增大,乳液粒径逐渐增大,可能是随稀释倍数的增大,乳液颗粒均一的平衡被打破,会互相聚集,形成较大的颗粒。当稀释倍数为 15 000 时,PDI 值达到最小,表明此时乳液处于最佳稀释倍数。

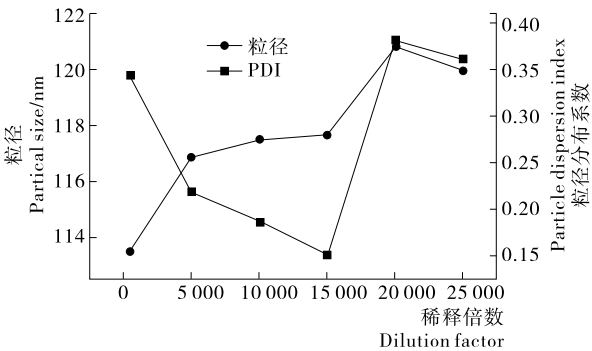


图 3 稀释倍数对乳液粒径的影响
Figure 3 Effect of dilution factor on particle size of emulsion

2.4.2 乳化剂用量对乳液粒径的影响 由图 4 可知,随着乳化剂用量的增加,乳液粒径逐渐减小,PDI 值在一定范围内较为稳定。当乳化剂质量分数达到 6%以后,乳液粒径变化不再显著,同时 PDI 变化也不显著,表明继续增加乳化剂用量不会影响乳液粒径及分布。所以选择最佳乳化剂质量分数为 6%。

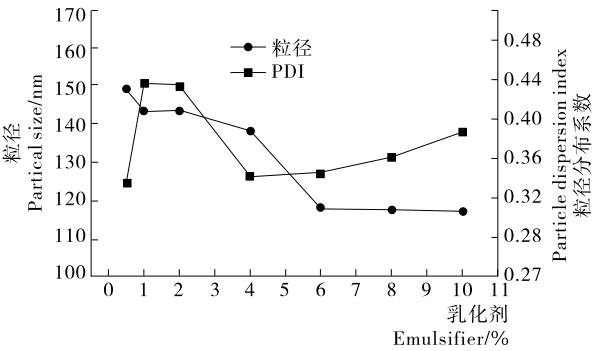


图 4 乳化剂用量对乳液粒径的影响
Figure 4 Effect of emulsifier on particle size of emulsion

2.4.3 油水质量比对微乳液粒径的影响 由图 5 可知,随着水的比例增大,乳液粒径增大,PDI 值在一个较小的范围波动。可能是原有用量的乳化剂不足以将全部的油相包埋,使乳液颗粒之间的距离较近,易于发生碰撞而合并,导致粒径变大,并使乳液均一性降低^[29]。在油水质量比 1:25 时,PDI 值较小,乳化液的粒度也较小,选择 1:25 为最佳油水比。

2.4.4 高压均质条件对乳液粒径的影响 由表 4 可知,同一均质次数下,随着均质压力的增大,乳液粒径相应减小;在同一均质压力下,随着均质次数增多,乳液粒径也相应减小。而当均质压力达到 50 MPa,均质次数达到 4 次之后,进一步

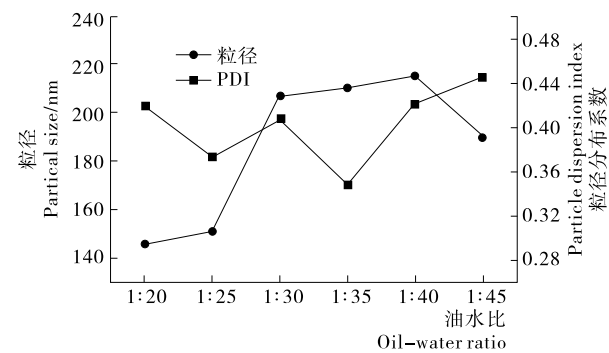


图 5 油水比对乳液粒径的影响

Figure 5 Effect of oil-water ratio on particle size of emulsion

表 4 均质条件对乳液粒径的影响

Table 4 Effect of homogeneous condition on particle size of emulsion

均质次数	粒径/nm			
	30 MPa	40 MPa	50 MPa	60 MPa
1	154.7	150.6	147.0	146.2
2	152.9	148.6	146.2	145.8
3	151.8	147.1	144.3	143.7
4	149.7	145.4	142.7	142.4
5	148.1	143.2	142.5	142.3

提高均质压力和均质次数,乳液粒径变化并不显著,可能是均质压力过大之后,乳液粒径过小,粒子的布朗运动加快^[30],互相之间碰撞的可能性增大,容易聚集,无法形成均一的体系。所以,最佳均质条件为:压力 50 MPa,均质 4 次。

由表 4 和图 3~5 可知,通过以上步骤制备出的乳液粒径范围在 100~300 nm。经过验证,在最佳条件下制备出的乳液符合微乳对粒度的要求。

3 结论

本试验采用了亚临界流体萃取法提取宜昌蜜桔皮精油,对精油成分进行了 SPME-GC-MS 分析,并对制备精油微乳液的条件进行了优化。结果表明,亚临界流体萃取法提取精油得率约 1%,可作为桔皮精油提取的一种适宜方法。宜昌蜜桔皮精油中挥发性成分主要为烃类和酸类化合物,作为香气主要来源的酯类成分占总量的 0.49%。精油脂肪酸主要含不饱和脂肪酸,其中亚油酸占 37.80%。酯类成分和亚油酸含量都高于温州蜜桔,表明宜昌蜜桔的部分品质优于温州蜜桔,具有一定的市场竞争力。经过优化,在 SE-15 乳化剂质量分数为 6%、油水质量比 1:25、均质压力 50 MPa、均质次数为 4 次的条件下,制得的乳液属于微乳液的范畴,具有最佳的稳定性。微乳液制备工艺简单,对精油乳液的应用具有一定的参考意义。

目前,国内外对桔皮精油的功能研究多集中在抑菌作用,在食品行业和其它生理活性方面研究较少,有待进一步研究。此外,桔皮精油的成分非常复杂,且得率较低,制备方法、工艺条件的不同对其得率和成分有很大的影响。要进行工业化生产,制备方法、工艺条件还需进一步优化、考量。并且,为了将桔皮精油广泛地应用到食品行业,需要建立更加

科学的控制评价方法,综合其生物活性及感官评价,提高其实际应用性。

参考文献

[1] 徐贵华,胡玉霞,叶兴乾,等. 椪柑、温州蜜桔果皮中酚类物质组成及抗氧化能力研究[J]. 食品科学, 2007, 28(11): 171-175.

[2] 沈兆敏. 我国柑橘业在世界柑橘业中的优势和差距[J]. 果农之友, 2015(7): 3-5.

[3] 单杨,李忠海. 固相微萃取/气象色谱-质谱法分析蜜桔精油挥发性成分[J]. 食品科学, 2006, 27(11): 421-422.

[4] 毕春慧. 蜜桔幼果化学成分的提取、分离及生物活性研究[D]. 杭州: 浙江工商大学, 2011: 1-4.

[5] 张淑玲,江波,王文智. 乳化剂在甜橙乳化香精中的应用研究[J]. 食品科学, 2005, 26(4): 164-166.

[6] 张忠慧,曾慧,黄健. 甜橙油微乳的植被研究[J]. 香料香精化妆品, 2012, 4(2): 14-16.

[7] 郭润霞,谭兴和,张喻,等. 橘皮精油的提取与应用研究进展[J]. 食品工业, 2011, 32(8): 100-102.

[8] 刘涛,谢功昀. 柑橘类精油的提取及应用现状[J]. 包装与食品机械, 2009, 27(1): 45-46.

[9] 宋平,吴厚玖,沈海亮. 柚皮精油提取工艺与应用研究现状[J]. 保鲜与加工, 2012, 12(1): 51-53.

[10] 李双,王成忠,唐晓璇,等. 植物精油提取技术的研究进展及应用现状[J]. 江苏调味副食品, 2014(4): 7-8.

[11] LIU Zeng-gen, MEI Li-juan, WANG Qi-lan, et al. Optimization of subcritical fluid extraction of seed oil from *Nitraria tangutorum* using response surface methodology[J]. Food Science and Technology, 2014, 56: 168-173.

[12] 王琪,刘琨磊,刘跃红,等. 超声波辅助提取桔皮精油的工艺研究[J]. 南方工业, 2016, 10(3): 251-252.

[13] 郭润霞,谭兴和,蔡文,等. 柑桔皮精油成分分析[J]. 粮油食品科技, 2011, 19(6): 26-30.

[14] 梁建钦,杨焕琪,熊万娜,等. 超临界 CO₂ 萃取砂糖桔叶挥发油及其 GC-MS 分析[J]. 食品与机械, 2010, 26(3): 28-29.

[15] VICHÍ S, CASTELLOTE A I, PIZZALE L, et al. Analysis of virgin olive oil volatile compounds by headspace solid-phase microextraction coupled to gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection[J]. Journal of Chromatography A, 2003, 983(1/2): 19-33.

[16] CUEVAS F J, MORENO-ROJAS J M, RUIZ-MORENO M J. Assessing a traceability technique in fresh oranges (*Citrus sinensis* L. Osbeck) with an HS-SPME-GC-MS method. Towards a volatile characterisation of organic oranges[J]. Food Chemistry, 2017, 221: 1 930-1 932.

[17] ZHOU Jin-hua, ZHOU Chun-shan, JIANG Xin-yu, et al. Extraction of essential oil from shaddock peel and analysis of its components by gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Central South University of Technology, 2006, 13(1): 44-45.

[18] DHARMAWAN J, KASAPIS S, SRIRAMULA S, et al. Evaluation of aroma-active compounds in pontianak orange peel oil (*Citrus nobilis* Lour. Var. microcarpa Hassk.) by Gas chromatography-olfactometry, aroma reconstitution, and omission test [J]. Agriculture and Food Chemistry, 2009, 57(1): 239-244.

(下转第 179 页)

化,则干燥机的产能将可以进一步提升。

3 结论

(1) 试验说明:依据干燥机内水分、粮温及尾气相对湿度的在线检测数据,在线控制干燥介质的工况参数,使粮食内部水分向表层转移的潜在速度>粮食表层水分蒸发的速度,可以对稻谷进行持续干燥。

(2) 将静止干燥与循环干燥相结合的间歇循环干燥技术可以应用于多干燥层的批次式循环干燥机,且稻谷烘后品质符合国家标准。

(3) 将多干燥层间歇循环干燥工艺应用于稻谷干燥,当静止时间>循环时间时,可以节省排粮机构、提升机构、布粮机构的机械能耗 40%以上;可使干燥机运动部件对粮食的损伤率减少 50%以上,且可提高产能约 3%。

采用多干燥层间歇循环稻谷干燥技术和工艺,有利于节能、减损及保护环境,有利于提高稻谷干燥品质及产能,有利于减少设备磨损,延长设备的使用寿命,是一项性价比较高的新技术。该新型批次式粮食干燥机,已形成批量生产并进入湖北省农机补贴目录。

参考文献

[1] 徐凤英, 黄木水, 陈震, 等. 稻谷烘干过程中的水分扩散特性与品质特性[J]. 农业工程学报, 2016, 32(15): 261-267.

[2] 杨国峰, 周雯, ROSE Prabin Kingsly Ambrose, 等. 高温连续干燥与干燥一通风联合对稻谷品质的影响[J]. 食品科学, 2014, 35(17): 1-7.

[3] THATCHAPOL Chungcharoen, SOMKIAT Prachayawarakorn, SOMCHART Soponronnarit. Effect of drying temperature on drying characteristics and quality of germinated rices prepared from paddy and brown rice[J]. Drying Technology, 2012, 30(13): 1 844-1 853.

[4] XIAN Zhe-zheng, CHENG Hai-liu, ZHI Ying-chen. Effect of drying conditions on the texture and taste characteristics of rough rice [J]. Drying Technology, 2011, 29(11): 1 297-1 305.

[5] 任广跃, 王芳, 张忠杰, 等. 干燥温度及缓苏操作对稻谷爆腰的影响[J]. 食品研究与开发, 2013, 34(19): 112-114.

[6] 李长友, 方壮东. 高湿稻谷多段逆流干燥缓苏解析模型研究[J]. 农业机械学报, 2014, 45(5): 179-184.

[7] 任广跃, 张伟, 陈曦, 等. 缓苏在粮食干燥中的研究进展[J]. 食品科学, 2016, 37(1): 279-285.

[8] 杨洲, 罗锡文, 李长友. 稻谷干燥风量与谷物质量比的优化研究[J]. 农业机械学报, 2007, 38(5): 122-125.

[9] LAOHAVANECH J, WONGPICHET S. Drying characteristics and milling quality aspects of paddy dried with gas-fired infrared [J]. Journal of Food Process Engineering, 2009, 32(3): 442-461.

[10] ZHENG Xian-zhe, LIU Cheng-hai, CHEN Zhi-ying, et al. Effect of Drying Conditions on the Texture and Taste Characteristics of Rough Rice [J]. Drying Technology, 2010, 29(11): 1 297-1 305.

[11] 杨国峰, 夏宝林, KINGSLY A R P, 等. 间歇干燥及缓苏对高水分稻谷干燥品质的影响[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(1): 102-106.

[12] WEERACHET Jittanit, GEORGE Szednicki, ROBERT Driscoll. Corn, rice, and wheat seed drying by two-stage concept [J]. Drying Technology, 2010, 28(6): 807-815.

[13] 刘怀海, 王继焕. 稻谷变温干燥与在线控制研究[J]. 粮油加工, 2009(2): 89-92.

[14] 李东, 谭书明, 邓毅, 等. 稻谷干燥过程中整精米率的影响因素研究[J]. 粮食与油脂, 2015, 28(5): 21-23.

[15] 李长友. 稻谷干燥含水率在线检测装置设计与试验[J]. 农业机械学报, 2008, 39(3): 56-59.

[16] 李长友, 麦智炜, 方壮东, 等. 高湿稻谷节能干燥工艺系统设计与试验[J]. 农业工程学报, 2014, 30(10): 1-9.

[17] 姜亚南, 赵冉冉, 杨帅. 基于余热回收的粮食烘干系统的设计与实现[J]. 安徽农业科学, 2016, 44(26): 228-230.

[18] MANIKANTAN M R, BARNWAL P, GOYAL R K. Drying characteristics of paddy in an integrated dryer [J]. Journal of Food Science and Technology, 2014, 51(4): 813-819.

[19] 刘启觉. 高水分稻谷干燥工艺试验研究[J]. 农业工程学报, 2005, 21(2): 135-139.

[20] 王继焕, 刘启觉. 高水分稻谷分程干燥工艺及效果[J]. 农业工程学报, 2012, 28(12): 245-250.

[21] 赵思孟. 粮食干燥技术[M]. 郑州: 河南科技出版社, 1987: 98-104.

(上接第 164 页)

[19] 付复华, 李忠海, 单杨, 等. GC-MS 法分析三种柑橘皮精油成分[J]. 食品与机械, 2010, 26(3): 30-31.

[20] 杨洁, 孙翠霞, 李蕊蕊, 等. 槲皮万寿菊素纳米乳液的制备和性质表征: 乳化剂类型、pH、离子强度、热处理的影响[J]. 中国食品添加剂, 2016(9): 128-133.

[21] 李群英, 廖红梅, 方正, 等. 牛至精油—白藜芦醇乳液的制备及抑菌活性研究[J]. 食品与机械, 2017, 33(3): 110-111.

[22] KAL TSA O, SPILIOPOULOUS N, YANNIOTIS S, et al. Stability and physical properties of model macro-and nano/sub-micron emulsions containing fenugreek gum[J]. Food Hydrocolloids, 2016, 61: 625-627.

[23] 桂仕林, 邢慧敏, 李琳, 等. 藻油乳化液的制备及稳定性研究[J]. 食品研究与开发, 2014(3): 51-54.

[24] 李燕, 黄萧逸. 超临界 CO₂ 萃取与水蒸汽减压蒸馏萃取柑桔皮

精油比较[J]. 广州华工, 2012, 40(5): 118-119.

[25] 李松, 吴光斌, 陈发河. 超临界萃取琯溪蜜柚精油工艺优化及组分分析[J]. 食品与机械, 2013, 29(1): 116-117.

[26] 夏湘, 赵良忠, 谭宝秀, 等. 雪峰蜜桔果皮精油组分与 CO₂ 超临界萃取工艺条件的相关性研究[J]. 食品科学, 2008, 29(5): 222-225.

[27] 杨荣华. 酸桔果皮油挥发性成分的研究[J]. 食品科学, 2001, 22(3): 71-73.

[28] 苏东林, 李高阳, 何建新, 等. 温州蜜柑皮中氨基酸及脂肪酸的组成分析研究[J]. 食品工业科技, 2012(2): 100-102.

[29] 杜艳, 殷丽君, 韩清华, 等. 紫苏油乳液的制备及其稳定性研究[J]. 中国粮油学报, 2017, 32(4): 89-90.

[30] 刘华杰, 柳松. 甜橙油多重乳液的稳定性研究[J]. 食品与机械, 2007, 23(3): 49-50.