

超临界 CO₂ 提取葛缕子精油及其成分分析

Extraction of *Carum carvi* L. essential oil by supercritical carbon dioxide and its composition analysis

庞敏¹ 崔秀明²

PANG Min¹ CUI Xiu-ming²

(1. 上海杉达学院, 上海 200120; 2. 华宝香精股份有限公司, 上海 201800)

(1. Sanda University, Shanghai 200120, China;

2. Huabao Flavours & Fragrances Co., Ltd., Shanghai 201800, China)

摘要:目的:优化葛缕子精油的提取工艺并对其成分进行分析。方法:以葛缕子籽粒为原料,采用超临界 CO₂ 技术提取葛缕子精油,并通过气相色谱—质谱(GC-MS)对精油挥发性成分进行分析。结果:超临界 CO₂ 提取葛缕子精油的最佳工艺条件为提取釜温度 50 ℃,分离釜温度 40 ℃,提取釜压力 30 MPa,分离釜压力 0.4 MPa,二氧化碳流速 20 g/min,提取时间 90 min,此条件下精油得率为 4.79%。与同时蒸馏萃取(SDE)法相比,超临界 CO₂ 流体能快速扩散到样品颗粒内部并充分溶解其中的精油成分,具有提取时间短、得率高、无溶剂残留的优点。超临界 CO₂ 法制备的葛缕子精油中,主要成分为 D-柠檬烯(50.96%)和香芹酮(46.65%),挥发性成分种类及含量均高于同时蒸馏萃取法的。结论:超临界 CO₂ 法比同时蒸馏萃取法更适合葛缕子精油的提取。

关键词:葛缕子;精油;超临界 CO₂;气相色谱—质谱(GC-MS);挥发性成分;同时蒸馏萃取(SDE)

Abstract: Objective: Optimized extraction technology of *Carum carvi* L. essential oil and analyzed the volatile components. **Methods:** Supercritical carbon dioxide was used to extract essential oil from *Carum carvi* L. seeds and the volatile components of essential oil were analyzed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Results:** The suitable extraction conditions of supercritical carbon dioxide were: temperature of extraction kettle 50 ℃, temperature of separation kettle 40 ℃, pressure of extraction kettle 30 MPa, pressure of separation kettle 0.4 MPa, flow rate of carbon dioxide 20 g/min, extraction time 90 min, extraction yield of essential oil was 4.79%. Compared with simultaneous distillation extraction (SDE), supercritical carbon dioxide required less time and had higher extraction yield by diffusing into

the sample particles quickly and dissolving the essential oil components fully without solvent residue. D-limonene (50.96%) and carvone (46.65%) were the main components of the essential oil extracted by supercritical carbon dioxide, and the type and relative content of volatile compounds were both higher than the essential oil obtained by SDE. **Conclusion:** Compared with SDE, the supercritical carbon dioxide was more suitable for the extraction of *Carum carvi* L. essential oil.

Keywords: *Carum carvi* L.; essential oil; supercritical carbon dioxide; gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS); volatile components; simultaneous distillation extraction (SDE)

葛缕子(*Carum carvi* L.)又称藏茴香,具有特色香味,其籽中精油含量为 3%~6%^[1],具有抑菌^[2-3]、抗氧化^[4-5]、抗肿瘤^[6]、助消化^[7]等作用,可作为天然防腐剂和抗氧化剂。目前,有关葛缕子精油的提取方法主要有传统的水蒸气蒸馏提取^[8]、超声波辅助—盐析—蒸馏法^[9-11]、微波辅助蒸馏提取^[12],这类方法效率偏低,长时间的高温操作会导致热敏性成分分解和损失,此外也有学者^[13]采用索式提取等以溶剂浸提为基础的提取方法,这类方法得到的精油成分较复杂、得率较低、有溶剂残留。由于天然产物的独特性质以及人类对环境健康的要求日益严格,超临界 CO₂ 提取技术逐渐受到重视,CO₂ 不易燃,无毒无味,且无残留,近年来被应用于山茶油^[14]、牡丹籽油^[15]、蚕蛹油脂^[16]、苹果多酚^[17]的提取中。文章拟对超临界 CO₂ 提取葛缕子精油的工艺进行优化,通过气相色谱—质谱(GC-MS)对葛缕子精油成分进行分析,并与同时蒸馏萃取法对比,为葛缕子的深度开发和精准加工提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

葛缕子籽粒:产地西藏;

作者简介:庞敏(1988—),女,上海杉达学院讲师,硕士。

E-mail: pangmin2007@126.com

收稿日期:2021-07-11

无水乙醚:分析纯,国药集团上海有限公司;

正己烷:色谱纯,国药集团上海有限公司;

CO₂ 气体:纯度 99.9%,上海娄氧气体灌装有限公司。

1.1.2 主要仪器设备

离心机:SL-16 型,赛默飞世尔科技(中国)有限公司;

超临界提取系统:SFE500 型,美国 Thar 科技公司;

气相色谱质谱联用仪:7890A-5975C 型,美国安捷伦公司。

1.2 试验方法

1.2.1 超临界 CO₂ 法提取葛缕子精油工艺流程

葛缕子籽粒→45℃干燥 5 h→粉碎过 40 目筛→超临界 CO₂ 提取→解压放料→4 000 r/min 离心 15 min→精油

1.2.2 超临界提取单因素试验

(1) 提取压力:固定提取釜温度 50℃,分离釜温度 40℃,分离釜压力 0.4 MPa,二氧化碳流速 15 g/min,提取时间 60 min,考察提取压力(17,20,25,30,35 MPa)对葛缕子精油得率的影响。

(2) 提取温度:固定分离釜压力 0.4 MPa,提取压力 30 MPa,二氧化碳流速 15 g/min,提取时间 60 min,分离釜温度 40℃,考察提取温度(40,45,50,55,60℃)对葛缕子精油得率的影响。

(3) CO₂ 流速:固定提取时间 60 min,提取压力 30 MPa,分离釜压力 0.4 MPa,提取温度 50℃,分离釜温度 40℃,考察 CO₂ 流速(10,15,20,25,30 g/min)对葛缕子精油得率的影响。

(4) 提取时间:固定提取压力 30 MPa,提取温度 50℃,分离釜温度 40℃,分离釜压力 0.4 MPa,CO₂ 流速 15 g/min,考察提取时间(30,60,90,120 min)对葛缕子精油得率的影响。

1.2.3 正交试验 在单因素试验基础上,选择提取釜温度、提取釜压力、CO₂ 流速、提取时间 4 个因素进行正交试验,以精油得率为评价指标,确定提取工艺。

1.2.4 同时蒸馏萃取法提取葛缕子精油 按 1.2.1 粉碎过筛,取 30 g 样品置于同时蒸馏萃取仪一端的蒸馏烧瓶中,按料液比($m_{\text{葛缕子}} : V_{\text{蒸馏水}}$)1:10 (g/mL)加蒸馏水,加热至沸腾;按料液比($m_{\text{葛缕子}} : V_{\text{乙醚}}$)1:4 (g/mL)加入无水乙醚,置于同时蒸馏萃取仪的另一端,60℃水浴加热,萃取 210 min,将萃取液用无水硫酸钠干燥后旋转蒸发浓缩,得葛缕子精油。

1.2.5 葛缕子精油 GC-MS 分析

(1) 葛缕子精油前处理:参照文献[18]。

(2) GC-MS 分析色谱柱条件:DB-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm);进样口温度 250℃,载气为高纯氮气,流速为 1.0 mL/min,进样量 1 μL。质谱条件:EI 离子源,电子能量 70 eV,质量扫描范围 33~450 amu,四极杆温度 150℃,离子源温度 230℃。

1.3 葛缕子精油得率计算

按式(1)计算葛缕子精油得率。

$$w = \frac{w_1}{w_2} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

w ——葛缕子精油得率,%;

w_1 ——葛缕子精油质量,g;

w_2 ——葛缕子原料质量,g。

1.4 数据处理

数据均为 3 次重复试验的平均值,并采用 Excel 2019 软件进行数据处理和绘图;GC-MS 分析采用 NIST2005 谱库进行检索,采用峰面积归一化法计算各组分的质量分数。

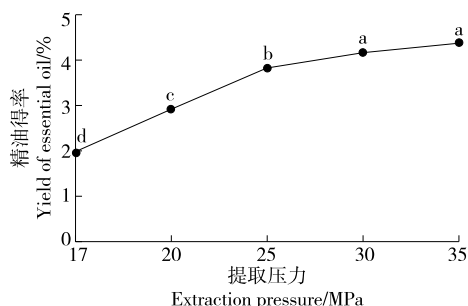
2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 提取压力对葛缕子精油得率的影响 由图 1 可知,精油得率随提取压力的增大呈升高趋势,提取压力升高,二氧化碳密度逐渐增大,对物质的溶解能力增强,故精油得率逐渐增大。当提取压力为 35 MPa 时,精油得率与 30 MPa 的无显著增加,且考虑到设备要求及生产成本,故选择提取压力为 30 MPa。

2.1.2 提取温度对葛缕子精油得率的影响 由图 2 可知,提取温度升高,精油得率先升高后降低,由于提取温度对二氧化碳溶解目标物质的影响较为复杂,提取温度升高,精油在超临界流体中的溶解度增大,另一方面,等压条件下,提取温度升高,二氧化碳密度降低,溶解能力降低,这两种相反的影响导致一定压力下,精油溶解度与提取温度间的关系曲线会出现一个极值点^[19],为满足得到较高的精油得率,故选择提取温度为 50℃。

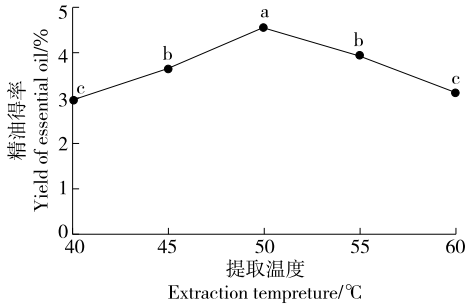
2.1.3 CO₂ 流速对葛缕子精油得率的影响 由图 3 可知,随着 CO₂ 流速的增加,精油得率先升高后逐渐平稳,由于 CO₂ 流速的大小正比于液料比,流速较小时,CO₂ 流体中已溶出的精油浓度与颗粒内的浓度相差不大,故颗粒内的目标物质难以溶出,所以 CO₂ 流速增大,意味着液料比增加,精油得率会逐渐增加,当 CO₂ 流速>15 g/min



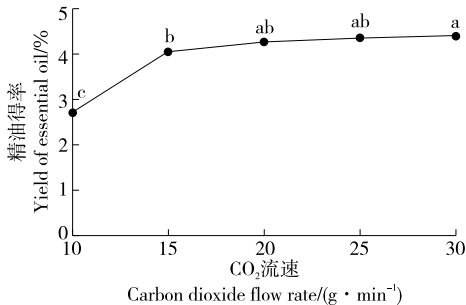
字母不同表示差异显著($P < 0.05$)

图 1 提取压力对精油得率的影响

Figure 1 Effects of extraction pressure on essential oil



字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$)
图 2 提取温度对精油得率的影响
Figure 2 Effects of extraction temperature on essential oil



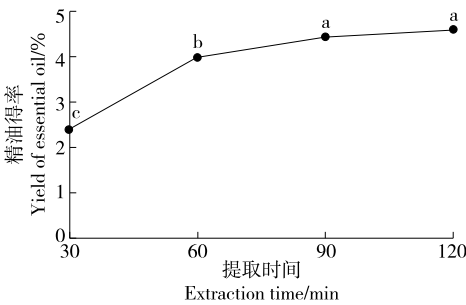
字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$)
图 3 CO₂ 流速对精油得率的影响
Figure 3 Effects of carbon dioxide flow rate on essential oil

时,继续增大 CO₂ 流速并未明显提高精油得率,考虑到工艺成本,选择 CO₂ 流速为 15 g/min。

2.1.4 提取时间对葛缕子精油得率的影响 由图 4 可知,随着提取时间的延长,精油得率先升高后逐渐稳定,这是因为提取时间短,二氧化碳与葛缕子颗粒不能深度接触,难以渗入颗粒内部,90 min 后,精油大部分已被提取出来,提取时间延长至 120 min 时,精油得率与 90 min 时无显著提高,故选择提取时间为 90 min。

2.2 正交试验

在单因素试验基础上选择提取温度、提取压力、CO₂ 流速和提取时间 4 个因素进行正交试验,正交试验因素



字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$)
图 4 提取时间对精油得率的影响
Figure 4 Effects of extraction time on essential oil

水平见表 1,试验结果及分析见表 2。

由表 2 可知,各因素对葛缕子精油得率影响的主次顺序为提取压力>提取温度>CO₂ 流速>提取时间。综合各因素作用,得到超临界 CO₂ 提取葛缕子精油的最适工艺条件为提取釜温度 50 °C,提取釜压力 30 MPa,二氧化碳流速 20 g/min,提取时间 90 min。

根据最适提取工艺进行 3 次平行实验,计算得到精油的平均得率为 4.79%,均高于单因素组和正交试验组的精油得率,故可确定该组合为最适提取工艺条件。

2.3 与同时蒸馏萃取比较

由表 3 可知,超临界 CO₂ 提取葛缕子精油的得率高于同时蒸馏萃取的,并且提取时间缩短,这是因为超临界技术通过提高压力和温度,使 CO₂ 达到超临界流体状态,快速扩散并能充分溶解分子中的精油成分,从而提高精油得率。

2.4 葛缕子精油成分 GC-MS 分析

由表 4 可知,超临界 CO₂ 法制备的精油中挥发性成分种类更多,质量分数>0.01%的有 22 种,同时蒸馏萃取法的为 14 种。两种方法制备的葛缕子精油中主要成分均为 D-柠檬烯和香芹酮,超临界 CO₂ 法中二者占精油成分总质量的 97.61%,同时蒸馏萃取中二者占精油成分总

表 1 正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal design				
水平	A 提取温度/°C	B 提取压力/MPa	C CO ₂ 流速/(g · min ⁻¹)	D 提取时间/min
1	45	20	10	60
2	50	25	15	90
3	55	30	20	120

表 2 超临界 CO₂ 提取正交试验结果

Table 2 Orthogonal design results of supercritical carbon dioxide extraction					
试验号	A	B	C	D	精油得率/%
1	1	1	1	1	3.62
2	1	2	2	2	3.96
3	1	3	3	3	4.52
4	2	1	2	3	3.78
5	2	2	3	1	4.22
6	2	3	1	2	4.63
7	3	1	3	2	3.81
8	3	2	1	3	3.33
9	3	3	2	1	4.44
k_1	4.033	3.737	3.860	4.093	
k_2	4.210	3.837	4.060	4.133	
k_3	3.860	4.530	4.183	3.877	
R	0.350	0.793	0.323	0.256	

质量的 92.12%。与超临界 CO₂ 法相比,同时蒸馏萃取法制备的精油中有 12 种挥发性成分含量均存在不同程度的下降,可能是由于制备过程中存在的热处理导致了挥发性成分的分解与损失,由此推断,超临界 CO₂ 法比同时蒸馏萃取法更适合葛缕子精油的提取。

葛缕子精油中的 *D*-柠檬烯具有新鲜橙子香气及柠檬样香气,可作为修饰剂用于食用香精配方^[20],此外还具

表 3 不同提取方法的比较
Table 3 Comparison of different extraction methods ($n=3$)

提取方法	提取时间/min	提取溶剂	精油得率/%
超临界 CO ₂ 法	90	CO ₂	4.79±0.05
同时蒸馏萃取法	210	无水乙醚	3.52±0.03

表 4 葛缕子精油成分 GC-MS 分析
Table 4 GC-MS analysis of essential oil from *Carum carvi* L. seeds

类别	化合物	质量分数/%	
		超临界 CO ₂ 提取	同时蒸馏萃取
烯烃类	α -蒎烯	0.05	0.01
	β -水芹烯	0.09	0.03
	β -蒎烯	0.57	0.34
	<i>D</i> -柠檬烯	50.96	47.25
	β -罗勒烯	0.08	0.05
	γ -松油烯	0.07	—
	2,6-二甲基-2,4,6-辛三烯	0.11	—
	顺式-氧化柠檬烯	0.13	0.01
	反式-氧化柠檬烯	0.10	0.08
	榄香烯	0.02	—
	石竹烯	0.07	—
	α -葑烯	0.01	—
酮类	顺式-二氢香芹酮	0.15	0.04
	反式-二氢香芹酮	0.30	0.17
	香芹酮	46.65	44.87
	5-异丙烯基-2-甲基环己酮	—	0.06
醛类	柠檬醛	0.05	0.01
	4-丙烯基-1-环己烯醛	0.13	0.09
酯类	乙酸葛缕酯	0.02	—
	4-癸内酯	0.01	—
	3,7-二甲基-2,6-辛二烯酸甲酯	0.02	—
醇类	香芹醇	—	0.23
烷烃类	1-甲基-5-亚甲基-8-(1-甲基乙基)-1,6-二烯环十烷	0.05	—
	正二十一烷	0.20	—

有抑菌^[21]、抗肿瘤^[22]作用,也是合成萜醇类物质的基础原料。香芹酮具有清凉和特有的芳香甜味,有抑菌作用,也可抑制马铃薯发芽^[23]; α -蒎烯和 β -蒎烯为同分异构体,二者均存在于多种天然精油中, α -蒎烯具有松木和松节油香气^[24],感官阈值很低,香气明显,微量可用于调配薰衣草、香叶等日用香精和肉豆蔻、柑橘等食用香精,也可用于合成松油醇、香叶醇、芳樟醇等一些檀香型香料; β -蒎烯与 α -蒎烯类似,也具有松木和树脂样香气。 β -水芹烯具有柑橘和胡椒香气^[25],可用于调配柑橘、辛香等香型的食用香精, β -罗勒烯具有花香、药草香和甜香^[26],柠檬醛具有浓郁的柠檬香气,这些不同成分的协同作用使葛缕子精油具有清甜香型和良好的抗菌活性,可用于医药、农药^[27-28]、食品添加剂和精细化工领域,具有较好前景。

3 结论

以葛缕子籽粒为原料,采用正交试验设计对超临界 CO₂ 提取葛缕子精油的工艺条件进行了优化。结果表明,超临界 CO₂ 提取葛缕子精油的最佳工艺条件为提取釜温度 50 ℃,分离釜温度 40 ℃,提取釜压力 30 MPa,分离釜压力 0.4 MPa,二氧化碳流速 20 g/min,提取时间 90 min,此条件下精油得率为 4.79%,与同时蒸馏萃取法相比,其精油得率提高,说明此方法能使 CO₂ 达到超临界流体状态,快速扩散到样品颗粒中并充分溶解精油成分,具有提取时间短、无溶剂残留的优点,可避免长时间高温条件下导致的活性物质分解,是一种较为理想的制取葛缕子精油的方法。

经 GC-MS 分析发现,与同时蒸馏萃取法相比,超临界 CO₂ 法制备的葛缕子精油中所含挥发性成分含量高,种类丰富,主要成分为烯烃类和酮类化合物,其中质量分数最高的是 *D*-柠檬烯 (50.96%),其次为香芹酮 (46.65%)。不同成分的协同作用使葛缕子精油具有特色清甜香味和抑菌活性,在此基础上可将葛缕子精油进一步分离提纯,将各组分按其功效用途应用到风味食品、日化加工、医药和农药等产品中,以扩展葛缕子精油精准加工的途径和范围。

参考文献

[1] 孙默雷, 姜子涛, 李荣. 天然调味香料葛缕子的研究进展及应用[J]. 中国调味品, 2009, 34(7): 24-26.
SUN Mo-lei, JIANG Zi-tao, LI Rong. Research progress and application of natural food spice *Carum carvi* L.[J]. China Condiment, 2009, 34(7): 24-26.
[2] STRASAKOVA Monika, PUMMEROVA Martina, FILATOVA Kateryn, et al. Immobilization of caraway essential oil in a polypropylene matrix for antimicrobial modification of a polymeric surface[J]. Polymers, 2021, 13(6): 906.
[3] PAWEŁ Kwiatkowski, STEFANIA Giedrys-kalemba, MAŁGORZATA Mizielnińska, et al. Antibacterial activity of rosemary, caraway

- and fennel essential oils[J]. *Herba Polonica*, 2015, 61(4): 31-39.
- [4] HOSSEINI Sepideh, RAMEZAN Yousef, ARAB Shabnam. A comparative study on physicochemical characteristics and antioxidant activity of sumac (*Rhus coriaria* L.), cumin (*Cuminum cyminum*), and caraway (*Carum carvi* L.) oils [J]. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 2020, 14(6): 3 175-3 183.
- [5] NEVENA M Hromiš, SANDRA N Bulut, VERA L Lazic, et al. Effect of caraway essential oil on the antioxidant and antimicrobial activity of chitosan film[J]. *Food and Feed Research*, 2015, 42(1): 31-42.
- [6] SALMA Lasram, HASSÈNE Zemni, ZOHRA Hamdi, et al. Antifungal and antiaflatoxinogenic activities of *Carum carvi* L., *Coriandrum sativum* L. seed essential oils and their major terpene component against *Aspergillus flavus* [J]. *Industrial Crops & Products*, 2019, 134: 11-18.
- [7] 朱慧明, 乔莉, 冯小龙. 复方藏茴香治疗功能性消化不良作用机制及药效验证研究[J]. *世界科学技术(中医药现代化)*, 2021(4): 980-987.
- ZHU Hui-ming, QIAO Li, FENG Xiao-long. Study on the mechanism and efficacy of zanghuixiang enteric liquid capsule in the treatment of functional dyspepsia [J]. *Modernization of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica (World Science and Technology)*, 2021(4): 980-987.
- [8] 姜丽红, 田汝芳, 马宏伟, 等. 正交试验优选藏茴香挥发油的提取与包合工艺[J]. *中国药房*, 2014, 25(23): 2 139-2 141.
- JIANG Li-hong, TIAN Ru-fang, MA Hong-wei, et al. Optimization of extraction and inclusion technology of volatile oil from *Carum carvi* L. by orthogonal test [J]. *China Pharmacy*, 2014, 25(23): 2 139-2 141.
- [9] 司学政, 沈宁东, 朱惠琴, 等. 藏茴香精油提取工艺优化研究[J]. *青海大学学报*, 2020, 38(6): 27-33.
- SI Xue-zheng, SHEN Ning-dong, ZHU Hui-qin, et al. Optimization of extraction process of caraway essential oil[J]. *Journal of Qinghai University*, 2020, 38(6): 27-33.
- [10] TAVAKOLIZADEH M, HADIAN G, KHOSHAYAND M R. Effect of powder sizes, pH of water, ultrasound and method of distillation on extraction of fennel essential oil[J]. *Iranian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2018(1): 35-44.
- [11] 李敏杰, 陆兆新, 赵海珍. 超声波辅助一盐析一水蒸气蒸馏法提取葛缕子精油的研究[J]. *食品工业科技*, 2013, 34(11): 99-103, 107.
- LI Min-jie, LU Zhao-xin, ZHAO Hai-zhen. Extraction of Caraway essential oils by ultrasonic-assisted salting-out hydro distillation[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2013, 34(11): 99-103, 107.
- [12] 姜子涛, 孙默雷, 李荣. 调味香料葛缕子精油的微波辅助提取及其抗氧化性研究[J]. *中国调味品*, 2012, 37(4): 109-112.
- JIANG Zi-tao, SUN Mo-lei, LI Rong. Extraction of caraway essential oil microwave-assisted hydro distillation and its antioxidant activity[J]. *China Condiment*, 2012, 37(4): 109-112.
- [13] 李赵敏, 索郎多吉, 杨林, 等. 正交试验优化藏茴香精油提取工艺[J]. *内江科技*, 2020, 41(12): 37-38.
- LI Zhao-min, SUOLANG Duo-ji, YANG Lin, et al. Optimization of extracting essential oil from cumin by orthogonal test[J]. *Nei Jiang Ke Ji*, 2020, 41(12): 37-38.
- [14] 张美娜. 提取工艺对山茶油活性成分及抑菌效果的影响[J]. *食品与机械*, 2019, 35(1): 177-180.
- ZHANG Mei-na. Effect of extraction technology of *Camelia* oil on its active ingredients and the related antibacterial effect[J]. *Food & Machinery*, 2019, 35(1): 177-180.
- [15] 樊永康, 项婷, 王微, 等. 牡丹籽油营养成分及加工工艺研究进展[J]. *食品与机械*, 2018, 34(10): 196-201.
- Fan Yong-kang, XIANG Ting, WANG Wei, et al. Research progress on nutrients and processing technology of peony seed oil[J]. *Food & Machinery*, 2018, 34(10): 196-201.
- [16] 石威, 廖森泰, 邹宇晓, 等. 蚕蛹油脂加工技术研究进展[J]. *食品与机械*, 2018, 34(10): 202-205, 211.
- SHI Wei, LIAO Sen-tai, ZOU Yu-xiao, et al. Progress in the processing technology of silkworm pupal oil[J]. *Food & Machinery*, 2018, 34(10): 202-205, 211.
- [17] 许先猛, 张增帅, 郭俊花, 等. 苹果多酚提取和纯化关键技术研究进展[J]. *食品与机械*, 2021, 37(2): 211-214, 228.
- XU Xian-meng, ZHANG Zeng-shuai, GUO Jun-hua, et al. Research progress on the extraction and purification technology of apple polyphenols[J]. *Food & Machinery*, 2021, 37(2): 211-214, 228.
- [18] 郭婷婷, 从仁怀, 寇秀颖, 等. 不同产地小茴香挥发油成分分析及反式茴香脑含量的测定[J]. *中国调味品*, 2018, 43(8): 127-130.
- GUO Ting-ting, CONG Ren-huai, KOU Xiu-ying, et al. Analysis of volatile oil components of fennel from different areas and determination of trans anethole content[J]. *China Condiment*, 2018, 43(8): 127-130.
- [19] 程健, 申文忠, 刘以红. 天然产物超临界 CO₂萃取[M]. 北京: 中国石化出版社, 2009: 36-37.
- CHENG Jian, SHEN Wen-zhong, LIU Yi-hong. *Supercritical CO₂ extraction of natural products* [M]. Beijing: China Petrochemical Press, 2009: 36-37.
- [20] 朱亚杰, 于豪杰, 谷令彪, 等. 不同方法所得小茴香籽净油成分的比较分析[J]. *食品科技*, 2018, 43(8): 248-253.
- ZHU Ya-jie, YU Hao-jie, GU Ling-biao, et al. Comparison and analysis of the pure oil from fennel seeds extracted by different methods[J]. *Food Science and Technology*, 2018, 43(8): 248-253.
- [21] 洪耿德, 蒋振杰, 陈思旭, 等. D-柠檬烯纳米乳对牛肉中食源性致病菌的影响[J]. *中国农业科技导报*, 2019, 21(5): 121-128.
- HONG Geng-de, JIANG Zhen-jie, CHEN Si-xu, et al. Effect of D-limonene nano emulsion against foodborne pathogens in raw beef[J]. *Journal of Agricultural Science and Technology*, 2019, 21(5): 121-128.
- [22] YU Xiao, LIN Hong-yan, WANG Yu, et al. D-limonene exhibits antitumor activity by inducing autophagy and apoptosis in lung cancer[J]. *Onco Targets and Therapy*, 2018(11): 1 833-1 847.