

减压水蒸气蒸馏提取绿橙皮挥发油 及其体外抗氧化活性

A study on extraction of volatile oil from green orange peel by
reduced-pressure steam distillation and in vitro antioxidant activity

李桂娟^{1,2} 赵会平^{1,2} 肖叶芝² 甘文程² 范思琪²

LI Guijuan^{1,2} ZHAO Huiping^{1,2} XIAO Yezhi² GAN Wencheng² FAN Siqu²

(1. 海南科技职业大学化学与材料工程学院, 海南 海口 571126;

2. 海南科技职业大学应用化学研究中心, 海南 海口 571126)

(1. School of Chemistry and Materials Engineering Hainan Vocational University of Science and Technology, Haikou, Hainan 571126, China; 2. Applied Chemistry Research Center of Hainan Vocational University of Science and Technology, Haikou, Hainan 571126, China)

摘要: [目的] 建立一种减压水蒸气蒸馏提取绿橙皮挥发油的方法。[方法] 将挥发油测定器与真空装置组合进行绿橙皮挥发油提取, 真空度由装置中的调节阀控制, 通过单因素和正交试验, 确立减压条件下挥发油提取最佳工艺, 利用气相色谱—质谱联用技术 (GC-MS) 测定减压与常压条件下挥发油组分和含量, 并对挥发油体外抗氧化活性进行评价。[结果] 减压水蒸气蒸馏提取挥发油最佳工艺为: 物料粒度 8 目, 固液比 ($m_{\text{绿橙皮}} : V_{\text{水}}$) 1 : 7 (g/mL), 真空度 0.082 MPa, 时间 40 min, 该条件下挥发油得率为 1.769 mL/100 g。减压水蒸气蒸馏提取的绿橙皮挥发油中鉴定出 163 种成分, 比常压水蒸气蒸馏法多出 33 种, 且主要成分含量提高。减压提取的挥发油对超氧阴离子自由基和羟自由基的清除能力显著高于常压水蒸气蒸馏方法提取的。[结论] 采用减压水蒸气蒸馏法提取挥发油具有温度低、时间短、得率高、操作简单、可操作性强的特点, 所得挥发油具有较好的抗氧化作用, 该方法适于热敏性物质提取分离。

关键词: 挥发油; 绿橙皮; 减压水蒸气蒸馏法; 抗氧化活性

Abstract: [Objective] This study aimed to develop a method for extracting volatile oil from green-orange peel by reduced-pressure steam distillation. [Methods] A volatile oil tester was combined with a vacuum device for the extraction of volatile oil from green-orange peel, and a regulating valve in the device controlled the vacuum level. The composition and content of volatile oil under

reduced pressure and atmospheric pressure were determined by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), and the *in vitro* antioxidant activity was evaluated. [Results] The optimum process for the extraction of volatile oil by reduced-pressure steam distillation was: particle size of 8 mesh, solid-liquid ratio of 1 : 7 (g/mL), vacuum of 0.082 MPa, time of 40 min, yield of 1.769 mL/100 g. 163 kinds of components were identified in the volatile oil of green orange peel extracted by reduced-pressure steam distillation, which was 33 kinds more than that by atmospheric pressure steam distillation, and the content of major components was increased. The scavenging ability of the volatile oil extracted under vacuum to superoxide anion free radical and hydroxyl free radical was significantly higher than that extracted by atmospheric steam distillation. [Conclusion] The reduced-pressure steam distillation volatile oil extraction has the characteristics of low temperature, short time, high yield, simple operation, and high operability. The obtained volatile oil has a good antioxidant effect, and the method is suitable for the extraction and separation of heat-sensitive substances.

Keywords: volatile oils; green-orange; reduced-pressure steam distillation; antioxidant activity

天然植物中提取的挥发油具有抗菌消炎^[1-2]、抗过敏、抗氧化、抑菌^[3-4]、抗肿瘤^[5]、杀虫驱虫^[6]等功能, 且有显著的生物活性。目前挥发油的提取方法有水蒸气蒸馏法、溶剂法、压榨法、吸收法、微波法、超声法、超临界流体萃取法和亚临界水提取法等^[7]。水蒸气蒸馏法具有操作简便、设备简单等优点, 但温度高, 时间长^[8]。溶剂提取法常用溶剂有石油醚、乙醚、四氯化碳等, 多属于易燃、有毒性化学

基金项目: 海南省自然科学基金 (编号: 521RC1154)

作者简介: 李桂娟 (1957—), 女, 海南科技职业大学教授, 博士。

E-mail: liguijuan@ccut.edu.cn

收稿日期: 2023-07-09 **改回日期:** 2024-04-20

试剂,而且还存在有机溶剂残留等问题^[9]。压榨法多用于新鲜原料中挥发油的提取,但得率低,压榨后的残渣还会含有一定挥发油,需要进一步提取。微波提取法和超声提取法具有提取时间短、能耗低、溶剂用量少等优点^[10-11],但需要专用设备,与水蒸气蒸馏法相比显著提高了生产成本。超临界萃取法,不适用于极性较大或以结合状态存在的物质,而且超临界流体萃取是在高压环境中进行,对设备要求高,一次性投资大^[12]。亚临界水提取法虽然收率高,但提取温度高,不适用于热敏物质的提取,而且耗水量大,耗水量约为水蒸气蒸馏提取法的 10 倍^[13]。为降低挥发油的提取温度,近年来出现了采用瞬时控制降压法、超声联合减压提取、微波联合减压提取和超临界二氧化碳联合减压提取技术提取挥发油的报道^[14-16]。但这些方法不仅需要专用设备,而且大大增加了生产成本。

绿橙为热带水果,果皮中富含有机酸和黄酮类、橙皮甙和挥发油等。目前有关绿橙的报道主要是种植防病虫害和果实品质方面的研究,关于绿橙皮的研究报道较少。吴月仙等^[17]采用改进的水蒸气回流与萃取同时进行的方法对海南琼中绿橙果皮挥发油进行提取,该方法提取时间 4 h,提取温度 100 ℃,提取中还需要乙醚和氮气,且提取的绿橙挥发油中仅有 52 种成分。为了克服水蒸气蒸馏法提取挥发油存在的温度高、时间长、热敏性物质易被氧化、分解等不足,研究拟以海南琼中绿橙作为试验材料,将挥发油测定器与真空装置结合用于绿橙皮挥发油的提取。通过单因素和正交试验,确立减压条件下挥发油提取的最佳工艺,利用气相色谱—质谱联用技术(GC-MS)测定绿橙皮挥发油的组分和含量,并对挥发油的体外抗氧化活性进行评价,以期为橙皮挥发油减压提取工艺研究及在抗氧化方面的应用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

绿橙:海南省琼中黎族苗族自治县绿橙果园;

无水硫酸钠、盐酸、邻苯三酚、三羟甲基氨基甲烷(Tris)、L-抗坏血酸(含量≥99.7%):AR 级,国药集团化学试剂有限公司;

水杨酸、七水合硫酸亚铁、过氧化氢:AR 级,天津市福晨化学试剂厂;

氯化硝基四唑氮蓝(NBT):GR 级,上海惠世生化试剂有限公司;

数显加热套:DZTW 型,上海力辰仪器科技有限公司;

循环水真空泵:SHZ-DIII 型,巩义市予华仪器有限责任公司;

三重四极杆气质联用仪:TSQ 8000 Evo 型,美国 Thermo Fisher Scientific 公司;

电子天平:ML4002E 型,梅特勒—托利多仪器上海有限公司;

电热鼓风干燥箱:DHG-9070 型,上海一恒科学仪器有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 减压水蒸气蒸馏提取绿橙皮挥发油 取新鲜绿橙剥皮,将橙皮于 50 ℃电热鼓风干燥箱中干燥 12 h,粉碎,过筛,按一定固液比称取橙皮和水,置于单口烧瓶内,连接测定器、冷凝管和真空装置,在一定温度下,通过真空系统旋塞阀调节真空度至液体沸腾。保持回流沸腾一定时间,收集提取器上层白色油状液体,即为绿橙皮挥发油,加入无水硫酸钠,置于 4 ℃冰箱中密封保存,待测。

1.2.2 挥发油得率计算

$$X = \frac{V}{M} \times 100, \quad (1)$$

式中:

X ——挥发油得率, mL/100 g;

V ——挥发油体积, mL;

M ——橙皮质量, g。

1.2.3 单因素试验 在固液比($m_{\text{绿橙皮}} : V_{\text{水}}$)1 : 7 (g/mL),真空度 0.082 MPa,提取时间 30 min 条件下,探究物料粒度(2,4,6,8,10 目)对挥发油得率的影响;在物料粒度 4 目,固液比($m_{\text{绿橙皮}} : V_{\text{水}}$)1 : 7 (g/mL),提取时间 30 min 条件下,探究真空度(0.054,0.071,0.082,0.089,0.092 MPa)对挥发油得率的影响;在物料粒度 4 目,固液比($m_{\text{绿橙皮}} : V_{\text{水}}$)1 : 7 (g/mL),真空度 0.082 MPa 条件下,探究提取时间(10,20,30,40,50 min)对挥发油得率的影响;在真空度 0.082 MPa,提取时间 30 min,物料粒度 4 目条件下,探究固液比[$m_{\text{绿橙皮}} : V_{\text{水}}$ 分别为 1 : 5,1 : 7,1 : 9,1 : 11,1 : 13 (g/mL)]对挥发油得率的影响。

1.2.4 正交试验 在单因素试验基础上,以挥发油得率为评价指标,选取物料粒度、固液比、真空度、提取时间 4 个因素进行四因素三水平的正交试验,优化减压水蒸气蒸馏提取绿橙皮挥发油的工艺条件。

1.2.5 常压水蒸气蒸馏提取绿橙皮挥发油 在正交试验确立的最佳物料粒度、固液比条件下,进行常压水蒸气蒸馏提取,温度 100 ℃,提取时间 2.5 h,收集挥发油,加入无水硫酸钠,置于 4 ℃冰箱中密封保存,待测。

1.2.6 挥发油组分测定与分析

(1) 气相色谱条件: TG-1701MS 毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),程序升温为初始温度 50 ℃,保持 2.0 min,以 5 ℃/min 的升温速率升至 250 ℃,保持 15 min,载气为高纯 He(纯度:99.999%),恒流模式,柱流量为 1.0 mL/min,进样量 1.0 μL,进样口温度 250 ℃,分流比 100 : 1。

(2) 质谱条件: EI 电离模式,电子倍增管电压 1 917 V,电子能量 70 eV,离子传输管温度 250 ℃,离子源温度 250 ℃,质量扫描范围(m/z)30~550。

(3) 挥发油成分分析:对提取的绿橙皮挥发油通过气

相色谱仪的自动进样器进样测试,得到绿橙皮挥发油总离子流图。总离子流图中各色谱峰经质谱扫描后得到的挥发性化学成分色谱图由质谱工作站 Xcalibur3.0 结合 NIST08 标准质谱图数据库对比进行检索,并对图谱进行综合分析。

1.2.7 体外抗氧化性测定 参考文献[18]。

2 结果与分析

2.1 挥发油提取单因素试验

2.1.1 物料粒度对挥发油得率的影响 由图 1 可知,挥发油得率随物料粒度(目数)的增加呈先提高后下降的趋势。这是因为物料粒度较大时,聚集在一起的原料有比较大的间隙,利于传质传热及挥发油的提取,物料粒度较小时,虽然固液接触面积增大,但由于橙皮中含有果胶和纤维,料液会变得黏稠,流动性降低,不利于挥发油的提取。试验中还观察到,物料粒度较小时,由于黏性较大,料液表面会有一层较厚的料层覆盖,不利于料液挥发,累积量过多还会导致爆沸现象。因此,物料粒度以 6 目为宜。

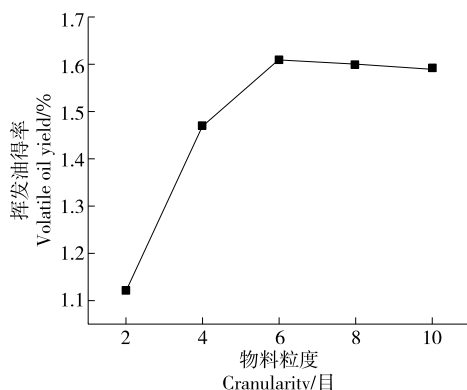


图 1 物料粒度与挥发油得率关系曲线

Figure 1 Granularity versus volatile oils yield curve

2.1.2 固液比对挥发油得率的影响 由图 2 可知,挥发油得率随固液比的增加先升后降。这是因为,当固液比较小时,体系黏性较大,挥发油的溶出较慢,随着固液比增加,黏度下降,挥发油得率提高,达到最佳固液比时挥发油得率达到峰值,之后挥发油得率下降,可能是因为随着水的增多吸附作用会增强,导致扩散的速度会受到影响。所以,固液比以 1:7 (g/mL) 为宜。

2.1.3 真空度对挥发油得率的影响 保持微沸是挥发油提取的必要条件,在低温下为保持体系沸腾,就要提高真空度。由图 3 可知,挥发油得率与真空度之间呈先增加后降低趋势。这是因为真空度增加,流体密度提高,挥发油溶解性增加,挥发油得率提高。当真空度超过 0.082 MPa 后,随着真空度增加挥发油得率降低,可能是真空度提高,体系沸腾剧烈,上升的蒸气不能及时回流,减弱了分子间的相互作用力,从而导致得率降低。综合工艺条件,最适宜真空度为 0.082 MPa,此时对应提取温度为 50 ℃。

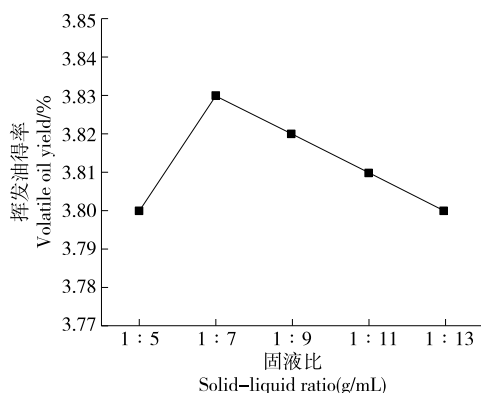


图 2 固液比与挥发油得率关系曲线

Figure 2 Relationship curve between solid-liquid ratio and volatile oils yield

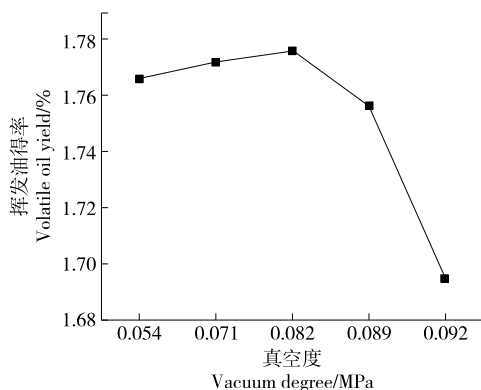


图 3 真空度与挥发油得率关系曲线

Figure 3 Vacuum degree versus yield of volatile oils relationship curve

2.1.4 提取时间对挥发油得率的影响 由图 4 可知,前 30 min,挥发油得率随提取时间增大而增大,超过 30 min 后,得率增加较平缓,40 min 后收率呈下降趋势,可能是绿橙皮挥发油最佳的提取时间为 30 min 左右,提取 30 min 时绿橙皮细胞中的挥发油已基本被提取。因此,提取时间选择 30 min 较适宜。

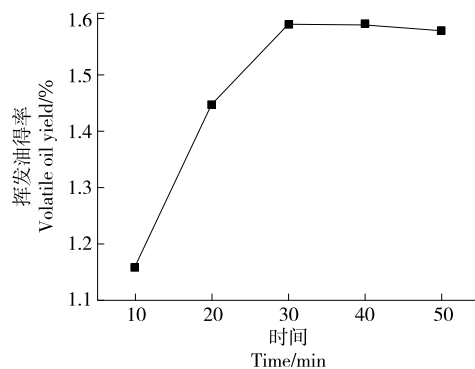


图 4 提取时间与挥发油得率关系曲线

Figure 4 Curve of the relationship between extraction time and volatile oils yield

2.2 正交试验

正交试验的因素水平取值见表 1,试验设计及结果见表 2。

由表 2 可知:各因素对绿橙皮挥发油得率影响大小顺序为真空度>提取时间>物料粒度>固液比;最优工艺组合为固液比 1:7 (g/mL),真空度 0.082 MPa,提取时间 40 min,物料粒度 8 目,得率为 1.768 mL/100 g。按最佳条件做 3 次平行实验,挥发油得率分别为 1.768,1.767,1.773 mL/100 g,平均得率为 1.769 mL/100 g。

2.3 绿橙皮挥发油成分分析

对提取的绿橙皮挥发油进行测试,得到绿橙皮挥发油总离子流图(见图 5、图 6)。由质谱工作站 Xcalibur3.0 结合 NIST08 标准质谱图数据库对比进行检索,确定了两种不同提取方法挥发油的主要化学成分,按照峰面积归一化法计算其化学成分的相对含量。减压水蒸气蒸馏法提取的绿橙皮挥发油中共鉴定出 163 个化合物,相对含量大于 0.12%有 22 个组分;水蒸气蒸馏法提取的绿橙皮挥发油中共鉴定出 130 种化合物,相对含量大于 0.12%有 17 个。在相对含量大于 0.12%化合物中,减压水蒸气蒸馏法提取总含量为 0.971%,常压水蒸气蒸馏法提取总含量为 0.672%。两种不同方法提取绿橙中挥发油主要

成分相对含量比对见表 3。由表 3 可知,12 种共有化合物含量中,减压比常压条件下含量提高的有 7 种组分,且总体提高幅度较大,最高为[2R-(2 α ,4 $\alpha\alpha$,8 $\alpha\alpha$)]-十氢- α , α ,4 α -三甲基-8-亚甲基-2-萘甲醇,从 0.04%提高到 3.19%,常压比减压提取条件下含量有所提高的有 5 种,但提高幅度均较低。这可能是由于常压水蒸气蒸馏提取温度较高,时间长,对热不稳定物质易被氧化或降解,从而使含量降低。减压水蒸气蒸馏法提取的绿橙皮挥发油不仅组分多,而且总含量高。可见,减压水蒸气蒸馏法是提取绿橙皮挥发油较好的方法。

两种提取方法中,减压回流提取含量最高的成分为(R)-1-甲基-5-(1-甲基乙烯基)环己烯,常压回流提取含量最高的是 D-柠檬烯,二者在结构式上只是甲基位置的不同。可见不同提取方法中,由于温度、压力等因素的影响使挥发油成分存在显著差异^[19-20]。(R)-1-甲基-5-(1-甲基乙烯基)环己烯和 D-柠檬烯均具有特殊香气及生理活性^[21-22],相关(R)-1-甲基-5-(1-甲基乙烯基)-环己烯活性研究未见报道,D-柠檬烯生物活性体现在消炎、抑菌、抗氧化、抗肿瘤等多种功效,应用于医药、食品、日化 and 农药等领域^[23-24]。

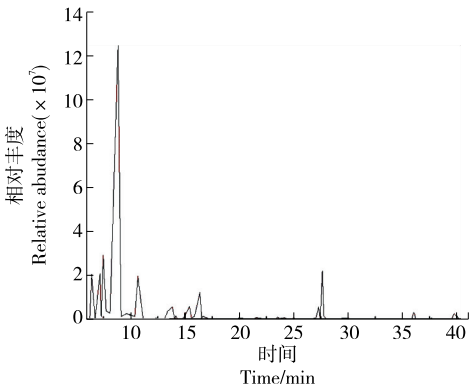


图 5 减压水蒸气蒸馏绿橙皮挥发油总离子流图
Figure 5 Total ion flow diagram of green orange volatile oil sample refluxed by vacuum steam

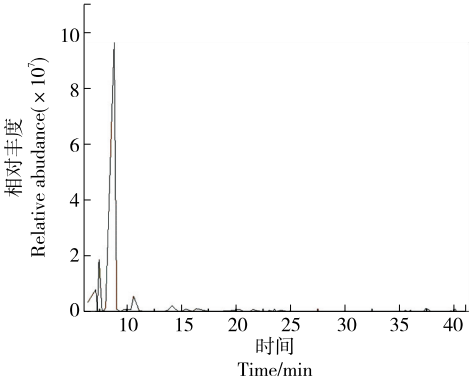


图 6 常压水蒸气蒸馏提取绿橙皮挥发油总离子流图
Figure 6 Total ion flow diagram of water vapor reflux green orange volatile oil sample

表 1 正交试验因素水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal test				
水平	A 固液比 (g/mL)	B 真空度/ MPa	C 提取时间/ min	D 物料粒 度/目
1	1:5	0.071	20	4
2	1:7	0.082	30	6
3	1:9	0.089	40	8

表 2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test					
试验号	A	B	C	D	挥发油得率/ (10 ⁻² mL · g ⁻¹)
1	1	1	1	1	1.592
2	1	2	2	2	1.761
3	1	3	3	3	1.750
4	2	1	2	3	1.687
5	2	2	3	1	1.745
6	2	3	1	2	1.725
7	3	1	3	2	1.668
8	3	2	1	3	1.738
9	3	3	2	1	1.728
k ₁	1.700	1.649	1.685	1.702	
k ₂	1.732	1.753	1.717	1.710	
k ₃	1.711	1.750	1.750	1.741	
R	0.023	0.104	0.065	0.039	

2.4 绿橙皮挥发油抗氧化性

2.4.1 超氧阴离子自由基清除能力 由图 7 可知,无论是减压提取还是常压提取的绿橙皮挥发油,对超氧阴离子自由基均具有一定的清除能力,且清除能力随着挥发油含量增加而提高。当超氧阴离子基的清除率达到 50%时,减压提取挥发油的质量浓度需要达到 5.05 mg/mL,而常压提取的质量浓度需要达到 6.87 mg/mL,可见,常

压提取挥发油清除超氧阴离子自由基的能力与减压提取相比清除能力相对减弱。

2.4.2 羟自由基清除能力 由图 8 可知,两种提取方法制备的绿橙皮挥发油对羟自由基均具有清除能力,与清除超氧阴离子自由基能力规律相同,清除率与挥发油浓度成正比。但清除能力均低于 L-抗坏血酸。

当减压提取挥发油质量浓度为 2.56 mg/mL 时,挥

表 3 减压和常压水蒸气蒸馏绿橙皮主要挥发油成分 GC-MS 分析结果

Table 3 GC-MS analysis results of main volatile oil components of green orange under vacuum and atmospheric steam reflux

化合物名称	减压水蒸气蒸馏提取		常压水蒸气蒸馏提取	
	保留时间/min	相对含量/%	保留时间/min	相对含量/%
(R)-1-甲基-5-(1-甲基乙烯基)环己烯	8.83	75.61		
α -蒎烯	7.47	4.98	7.44	4.41
[2R-(2 α ,4 α ,8 α)]-十氢- α , α ,4a-三甲基-8-亚甲基-2-萘甲醇	27.62	3.19		
3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇	10.66	2.41	10.61	1.13
4-亚甲基-1-(1-甲基乙基)双环[3.1.0]己烯	7.17	2.23	7.15	1.31
α -蒎烯	6.41	1.62	6.39	0.43
(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯醛	16.36	1.48		
茅术醇	27.26	0.71		
萹烯	8.11	0.67		
(Z)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯醛	15.40	0.65	15.40	0.23
α -松油醇	13.83	0.64	13.82	0.17
辛醛	7.70	0.58		
4-甲基-1-(1-甲基乙基)-3-环己烯-1-醇	13.40	0.41		
戊基环丙烷	9.61	0.36	9.45	0.29
(Z)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-3-醇	15.01	0.27		
香叶醇	15.84	0.27		
三十烷	36.00	0.22		
1-甲基-4-(1-甲基亚乙基)e-环己烯	9.46	0.21		
十醛	14.14	0.19	14.14	0.40
1-甲基-4-(1-甲基亚乙基)环己烯	10.38	0.14	10.37	0.15
4-(1-甲基乙基)-1-环己烯-1-甲醛	16.62	0.14		
顺丁烯	23.51	0.12		
D-柠檬烯			8.83	86.94
1-萹烯			8.05	0.57
柠檬醛			16.36	0.37
(ZE)-3,7,11-三甲基-1,3,6,10-十二碳四烯			23.52	0.22
[3aS(3a α ,3b α ,4 α ,7 α ,7aS*)]-八氢-7-甲基-3-亚甲基-4-(1-甲基乙基)-1H-环戊烷[1.3]环丙烷[1.2]苯			20.32	0.15
(Z)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇			15.07	0.14
α -古巴烯			21.54	0.14
3-萹烯			9.06	0.12
1-异丙基-4,7-二甲基-1,2,3,5,6,8a-六氢萘			24.11	0.11
α -古巴烯			19.93	0.10
[3aS(3a α ,3b α ,4 α ,7 α ,7aS*)]-八氢-7-甲基-3-亚甲基-4-(1-甲基乙基)-1H-环戊二烯[13]环丙基[1.2]苯			23.04	0.10

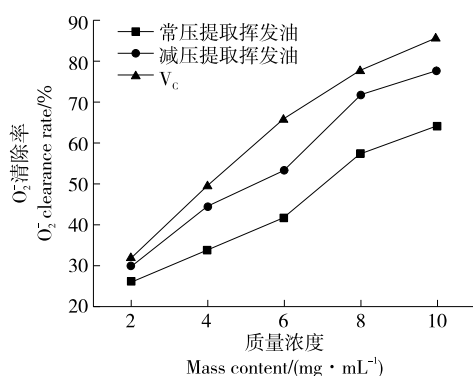


图 7 不同提取条件下挥发油质量浓度与清除超氧阴离子自由基由关系曲线

Figure 7 Relationship curve between volatile oil and superoxide anion radical scavenging under different extraction conditions

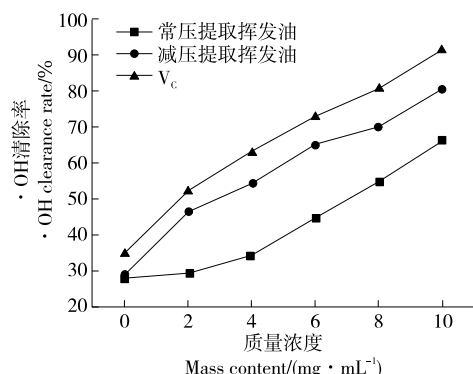


图 8 不同提取条件下挥发油质量浓度与清除羟自由基关系曲线

Figure 8 Relationship curve between volatile oil and superoxide anion radical scavenging under different extraction conditions

发油对羟自由基的清除率就达到 50%，而常压提取挥发油的则需要 5.95 mg/mL，经计算，减压提取和常压提取挥发油的 IC_{50} 分别为 0.6, 10.1 mg/mL。可见，减压提取挥发油具有更好的清除羟自由基的能力。这可能是由于提取真空度、提取时间、提取温度不同，避免了水蒸气蒸馏由于温度高、时间长致使某些成分的分解、氧化或变质。由 GC-MS 测试得出两种不同方法提取绿橙中挥发油的相对含量，由此可知减压回流提取和常压回流提取挥发油的主要成分和含量均有不同，从而使其抗氧化性出现差异^[25-26]。减压回流提取保留了更多有效成分，从而使抗氧化性得到提高。

3 结论

利用单因素和正交试验，对减压条件下水蒸气蒸馏提取绿橙皮挥发油进行了影响因素的研究，确定了挥发油提取最佳工艺，研究表明，减压条件下提取挥发油的组

分比常压下的多出 36 个成分，萜类化合物是最主要的挥发性成分，萜烯类化合物占 88.01%，其次为醇类化合物，占 7.23%，醛类 2.9%。减压回流提取挥发油中烯烃类化合物组分不仅多，而且含量高，说明减压水蒸气蒸馏提取挥发油具有温度低、时间短、得率高特点，避免了热敏性物质的氧化降解。抗氧化试验表明，减压提取挥发油对超氧阴离子自由基和羟自由基清除能力与挥发油浓度呈相关，均具有一定的抗氧化能力，且抗氧化能力高于常压提取方法，作为天然抗氧化剂具有较好的应用前景。可见，减压水蒸气蒸馏提取挥发油工艺是可行的。

参考文献

- [1] 哈立洋, 杨斌, 尹可欢, 等. 竹叶花椒挥发油提取工艺优化及镇痛抗炎活性研究[J]. 中药药理与临床, 2021, 37(3): 127-132.
HA L Y, YANG B, YIN K H, et al. Extraction process optimization of volatile oil from *Zanthoxylum armatum* DC. and study of analgesic and anti-inflammatory activity [J]. Pharmacology and Clinics of Chinese Materia Medica, 2021, 37(3): 127-132.
- [2] 郭金鹏, 王萍, 孙如宝, 等. 苍术挥发油化学成分及其抗菌活性的研究[J]. 时珍国医国药, 2011, 22(3): 566-568.
GUO J P, WANG P, SUN R B, et al. Study on chemical constituents and antibacterial activity of volatile oil from *Atractylodes rhizoma* [J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2011, 22(3): 566-568.
- [3] SINHA S, BISWAS D, MUKHERJEE A. Antigenotoxic and antioxidant activities of palmarosa and citronella essential oils[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2011, 137(3): 1 521-1 527.
- [4] 黄培池. 响应面法优化白芷挥发油提取工艺及其抗氧化活性研究[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(9): 31-38.
HUANG P C. Optimization of extraction process and antioxidant activity of volatile oil from *Angelica dahurica* by response surface methodology[J]. China Food Additives, 2021, 32(9): 31-38.
- [5] 张彬, 张蕾, 范文进, 等. 不同产地奇异南星挥发油 GC-MS 分析及抗肿瘤活性[J]. 精细化工, 2021, 38(9): 1 830-1 833, 1 866.
ZHANG B, ZHANG L, FAN W J, et al. GC-MS analysis and antitumor activity of volatile oils from *Arisaema decipiens* Schott from various habitats[J]. Fine Chemicals, 2021, 38(9): 1 830-1 833, 1 866.
- [6] 周峰, 逯靖, 王书红, 等. 直茎蒿挥发油化学成分分析及其对仓储害虫的杀虫活性研究[J]. 中国粮油学报, 2022, 37(3): 114-119.
ZHOU F, LU J, WANG S H, et al. Chemical composition and insecticidal activities of essential oil of *Artemisia stricta* against two storage insects [J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2022, 37(3): 114-119.
- [7] 伍振峰, 王赛君, 杨明, 等. 中药挥发油提取工艺与装备现状及问题分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(14): 224-229.
WU Z F, WANG S J, YANG M, et al. Present situation and problem analysis of extraction technology and equipment of volatile oil from

- traditional Chinese medicine[J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2014, 20(14): 224-229.
- [8] 李慧, 王一涛. 不同方法提取川芎挥发油的比较分析[J]. 中国中药杂志, 2003(4): 94-95.
- LI H, WANG Y T. Comparative analysis of volatile oil extracted from Chuanxiong by different methods[J]. China Journal of Chinese Materia Medica, 2003(4): 94-95.
- [9] 陆钊, 高凯, 潘淑霞, 等. 加速溶剂萃取/气相色谱—质谱法分析朝鲜淫羊藿挥发油成分[J]. 哈尔滨工业大学学报, 2011, 43(8): 145-148.
- LU Z, GAO K, PAN S X, et al. Analysis of constituents of volatile oil of *Epimedium grandiflorum* korea by accelerated solvent extraction-GC-MS-chromatographic[J]. Journal of Harbin Institute of Technology, 2011, 43(8): 145-148.
- [10] 余汉谋, 肖海鸿, 姜兴涛, 等. 千年健挥发油微波辅助提取研究[J]. 精细化工, 2011, 28(12): 1 183-1 187, 1 223.
- YU H M, XIAO H H, JIANG X T, et al. Microwave-assisted solvent extraction of essential oils from *Homalomena occulta* [J]. Fine Chemicals, 2011, 28(12): 1 183-1 187, 1 223.
- [11] 肖娟, 周康, 胡滨, 等. 超声波辅助水蒸气提取柠檬精油工艺优化及成分分析[J]. 食品与机械, 2018, 34(9): 172-178, 190.
- XIAO J, ZHOU K, HU B, et al. Ultrasonic-assisted extraction essential oil of lemon and chemical composition analysis[J]. Food & Machinery, 2018, 34(9): 172-178, 190.
- [12] 齐富友, 蹇顺华, 刘吟, 等. 白苏叶挥发油超临界 CO₂ 萃取工艺优化、成分分析及抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2021, 37(12): 142-148.
- QI F Y, JIAN S H, LIU Y, et al. Extraction process optimization, composition analysis of volatile oil from *Perilla frutescens* leaf and its antioxidant activity [J]. Food & Machinery, 2021, 37(12): 142-148.
- [13] 陈赞, 田景奎, 程翼宇. 中草药挥发油提取新技术—亚临界水萃取[J]. 化学工程, 2006, 34(8): 59-62.
- CHEN Y, TIAN J K, CHENG Y Y. A novel technique of extracting essential oil from Chinese herb and medicine-subcritical water extraction[J]. Chemical Engineering, 2006, 34(8): 59-62.
- [14] 柴向华, 张浩, 吴克刚, 等. 肉桂精油的微波减压提取及组成分析[J]. 粮食与油脂, 2018, 31(1): 19-22.
- CHAI X H, ZHANG H, WU K G, et al. Microwave decompress extraction and composition analysis of Cinnamon essential oil[J]. Cereals & Oils, 2018, 31(1): 19-22.
- [15] 喻芬, 万娜, 伍振峰, 等. 减压提取及其联合技术在中药挥发油中的研究进展[J]. 中草药, 2020, 51(13): 3 561-3 568.
- YU F, WAN N, WU Z F, et al. Research progress of vacuum extraction and its combined technologies in volatile oil from traditional Chinese medicine[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2020, 51(13): 3 561-3 568.
- [16] 杜惠蓉, 朱辉, 陈安银. 超声辅助减压回流技术提取山苍子油的研究[J]. 山东农业科学, 2018, 50(2): 133-138.
- DU H R, ZHU H, CHEN A Y. Study on extracting *Litsea cubeba* oil by ultrasonic-assisted vacuum distillation [J]. Shandong Agricultural Sciences, 2018, 50(2): 133-138.
- [17] 吴月仙, 倪燕, 尹贵豪. 海南琼中绿橙皮香精油成分的 GC-MS 分析[J]. 热带农业科学, 2010, 30(5): 18-20.
- WU Y X, NI Y, YIN G H. Component analysis of the essential oil from Hainan Qiongzong green orange peel by GC-MS[J]. Chinese Journal of Tropical Agriculture, 2010, 30(5): 18-20.
- [18] 李桂娟, 李冲, 姜雪, 等. 松籽壳多糖超声辅助溶剂法提取及抗氧化性研究[J]. 食品与机械, 2012, 28(3): 133-138.
- LI G J, LI C, JIANG X, et al. Study on ultrasonic-solvent assisted extraction and antioxidant activity of pine nut shell polysaccharide [J]. Food & Machinery, 2012, 28(3): 133-138.
- [19] WU Z F, XIE L Z, LI Y H, et al. A novel application of the vacuum distillation technology in extracting *Origanum vulgare* L. essential oils[J]. Ind Crops Pro, 2019, 139: 111516.
- [20] 彭青梅, 方锐琳, 赖敏, 等. 不同提取方法对牡丹籽油品质的影响[J]. 食品科学, 2021, 42(3): 104-111.
- PENG C M, FANG R L, LAI M, et al. Effects of different extraction methods on the quality of peony seed oil [J]. Food Science, 2021, 42(3): 104-111.
- [21] 邓敏. 柑橘皮渣超临界 CO₂ 萃取及其 d-柠檬烯潜在利用价值研究[D]. 重庆: 西南大学, 2020: 3-7.
- DENG M. Supercritical carbon dioxide extraction of citrus peel residue and its potential utilization value of d-limonene [D]. Chongqing: Southwest University, 2020: 3-7.
- [22] 刘欢, 赵巨, 邓丽娟, 等. 柑橘类植物精油的提取及其应用研究进展[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(20): 173-179.
- LIU H, ZHAO J, DENG L J, et al. Research progress on extraction and application of essential oil from citrus plant[J]. Food Research and Development, 2021, 42(20): 173-179.
- [23] 曹珊. 柑橘精油的化学成分、抗氧化及抑菌活性研究[D]. 赣州: 赣南师范大学, 2021: 1-2.
- CAO S. Study on chemical composition, antioxidant and antibacterial activities of Citrus essential oils [D]. Ganzhou: Gannan Normal University, 2021: 1-2.
- [24] 黄巧娟, 孙志高, 龙勇, 等. D-柠檬烯抗癌机制的研究进展[J]. 食品科学, 2015, 36(7): 240-244.
- HUANG Q J, SUN Z G, LONG Y, et al. Recent progress in research on anticancer mechanism of D-limonene[J]. Food Science, 2015, 36(7): 240-244.
- [25] 薄福民, 张丽, 孙越, 等. 减压提取与常压提取柴胡挥发油品质比较[J]. 分析测试学报, 2021, 40(1): 119-125.
- BO F M, ZHANG L, SUN Y, et al. Quality comparison of essential oils extracted from *Bupleurum chinense* under decompression and atmospheric pressure[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2021, 40(1): 119-125.
- [26] 秦轶, 侯小桢, 章斌, 等. 柠檬精油的化学成分分析及其抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2014, 30(3): 169-173.
- QIN Y, HOU X Z, ZHANG B, et al. Study on chemical composition analysis and antioxidant activities of lemon peel essential oil[J]. Food & Machinery, 2014, 30(3): 169-173.