

从山苍子油中提纯高品质柠檬醛 工艺的研究

程晶^{1,2}, 石宝俊², 姜洪芳², 朱羽尧², 张卫明^{2,*}

(1.南京农业大学食品科技学院, 江苏南京 210095;

2.南京野生植物综合利用研究院, 江苏南京 210042)

摘要:以山苍子油为研究对象,用GC-MS联用仪对山苍子油的重馏分馏余物进行分析,用以香草醛为内标物的内标法对柠檬醛进行定量测定。采用分子蒸馏技术,先通过单因素试验,探讨蒸馏温度、蒸馏压力、物料流速对柠檬醛纯度及得率的影响。在此基础上,以柠檬醛纯度及得率的综合权重评分为指标,采用L₉(3⁴)正交试验,确定最佳水平组合。实验结果表明最佳工艺条件为:蒸馏温度55℃、蒸馏压力0.18kPa、物料流速15mL/min,在此条件下,柠檬醛的纯度高达98.0%,得率高达77.2%。经中试试验验证,此最佳工艺条件可以运用到工业化生产中。

关键词:柠檬醛,分子蒸馏,山苍子油,提纯,内标法

Study on purifying high quality citral from *Litsea cubeba* oil

CHENG Jing^{1,2}, SHI Bao-jun², JIANG Hong-fang², ZHU Yu-yao², ZHANG Wei-ming^{2,*}

(1.College of Food Science and Technology, Nanjing Agricultural University, Nanjing 210095, China;

2.Nanjing Research Institute for Comprehensive Utilization of Wild Plants, Nanjing 210042, China)

Abstract: Taking the *Litsea cubeba* oil the research object, the heavy constituent residue fractionation of *Litsea cubeba* oil was analyzed by gas chromatography-mass spectrometry system (GC-MS) using vanillin as an internal standard to determined quantity of citral. The experiment explored the effect of distillation temperature, distillation pressure and material flow on citral purity and the yield rate molecular distillation technology by single factor experiment firstly. On the basis, the experiment applied L₉(3⁴) orthogonal test with the comprehensive weight score of citral content and yield rate as the indicators to determine the optimal combination of three factors. The experimental results showed that the optimum conditions was 55℃ distillation temperature, 0.18kPa distillation pressure, 15mL/min material flow with 1L inventory. Under this condition, the purity of citral was up to 98% and the yield rate was up to 77.2%. The pilot test verified that this optimum conditions could be applied to industrial production.

Key words: citral; molecular distillation; *Litsea cubeba*; purification; internal standard method

中图分类号: TS202.3

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2015)12-0231-05

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2015.12.040

山苍子,又名山胡椒、木姜子、山鸡椒、萆澄茄等,广泛分布于我国四川、湖南、福建、广西等长江以南的地区。山苍子油是一种成分复杂的天然香料,其中柠檬醛为主要成分,一般含量在60%~80%之间,有的可高达90%^[1-6],其含量随产地,收获期不同而有所差异。本实验所购买的山苍子油原料中柠檬醛的含量经测定为80.9%。柠檬醛是调配、合成香料及制药工业的中间体,在食品工业中,是一种良好的天然增香剂、防腐剂^[7-9]。精制的山苍子油可直接用于糖果糕点、调味油、酱类调味品的调味增香,并且对多种霉

菌具有较强的抗菌作用,可作为天然防腐剂,安全有效的延长食品的保质期^[9-11]。

分子蒸馏(Molecular Distillation,简称MD)技术,是一种较新型的液-液分离技术,采用分子蒸馏高纯化山苍子油中的柠檬醛,是一种高效,绿色的工艺过程。这一分离技术,保持了原料的天然性,有效提高了醛的含量^[12-13]。因此,利用分子蒸馏法提纯山苍子油中的柠檬醛从而得到高品质柠檬醛的研究有利于野生植物的综合利用开发,并具有可观的经济价值。

收稿日期: 2014-08-29

作者简介:程晶(1989-),女,硕士研究生,研究方向:食品科学与工程。

* 通讯作者:张卫明(1957-),男,硕士研究生,研究员,研究方向:野生植物综合利用。

基金项目:科研院所发展专项基金(2013EG163228)。

目前,对于柠檬醛含量的测定多采用面积归一法^[2-12],而这种方法要求所有组分都要出峰并分离良好,因此具有一定的局限性,测量结果不够准确。由于GC-MS进样量小,微小进样变化及色谱条件改变,都会引起测量结果的不准确,而内标法则可以有效减小误差,使实验结果更加准确^[14]。本实验采用分子蒸馏技术提纯山苍子油中的柠檬醛,以香草醛为内标物的内标法测定柠檬醛的含量,并且进行正交实验,以确定最优工艺条件,从而得到高品质的柠檬醛,旨为工业化生产提供参考。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

山苍子油 江西雪松天然药用油有限公司;丙酮 分析纯,南京化学试剂有限公司;柠檬醛标准品 $\geq 99.2\%$, Dr.Ehrenstorfer GmbH-Bgm.-Schlosser-Str.6A-86199 Augsburg-Germany;香草醛标准品 天津市科密欧化学试剂有限公司。

7820A气相串联5975质谱检测器气(GC-MS) 安捷伦科技有限公司;分子蒸馏设备 无锡海源生化设备有限公司;FA2004电子天平 感量0.0001g,上海越平科学仪器有限公司;100 μ L移液针 安捷伦科技有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 内标物的确定 选择合适的内标物是内标法的关键。将适量香草醛标准品与山苍子油原料的混合液,稀释至合适浓度,分别进行GC-MS测定,对其总离子图进行分析,从而确定内标物。

1.2.2 标准曲线的绘制 标准品母液:精密称取0.0786g柠檬醛标准品,用丙酮定容至1mL容量瓶中,摇匀,得到溶液浓度约为78.6mg/mL。

标准工作溶液:分别用移液针准确移取200、150、100、50、25 μ L。标准品母液于2mL容量瓶,再分别准确移取内标物母液各200 μ L,用丙酮定容至刻度,摇匀。得到标准工作溶液柠檬醛纯度分别为7.860、5.895、3.930、1.965、0.9825mg/mL,内标物香草醛的浓度为3.0mg/mL。

以标准工作溶液中柠檬醛的浓度 C_i 为横坐标,柠檬醛峰面积与香草醛峰面积比值 A_i/A_s 为纵坐标建立标准曲线。

1.2.3 样品准备及柠檬醛得率的测定 准确称取一定量的不同蒸馏条件下的山苍子油重组分馏余物(约9mg),准确移取浓度为3mg/mL的内标物母液200 μ L,用丙酮定容至2mL棕色容量,摇匀,用GC-MS上机检测。从标准曲线方程得到样品的柠檬醛质量分数,按下式计算柠檬醛得率。

柠檬醛得率(%)=重组分馏余物量/总进样量 \times (柠檬醛质量分数/原料中柠檬醛质量分数) $\times 100$

1.2.4 单因素实验 在分子蒸馏提纯柠檬醛的实验中,选择蒸馏压力、蒸馏温度、物料流速三个影响因素作为分离选择因素,在刮膜蒸馏转速为400r/min,投料量1L,冷却水温度在12 $^{\circ}$ C左右条件下,设定蒸馏温度为50 $^{\circ}$ C,进料速率为10ml/min,改变蒸馏压力(分别为0.10、0.18、0.28、0.50、0.70、1.00、2.00kPa);设定

蒸馏压力为0.28kPa,进料速度为10mL/min,改变蒸馏温度(分别为35、40、45、50、55、60、65 $^{\circ}$ C);设定蒸馏温度为50 $^{\circ}$ C,蒸馏压力为0.18kPa,改变进料速度(分别为5、10、15、20、25、30mL/min)。以柠檬醛纯度为主要参考指标,柠檬醛得率为次要参考指标(在满足纯度要求的情况下,尽量提高柠檬醛得率,以适应工业化生产),平行取样并重复三次,取平均值作为实验结果。

1.2.5 正交实验 根据单因素实验的结果,以综合权重评分为指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交实验来确定蒸馏温度(A),蒸馏压力(B),进料速度(C)三个影响因素的对柠檬醛纯度及得率的影响,每个因素均设计了3个水平,见表1。通过正交实验,确定用分子蒸馏技术从山苍子油中生产高纯度柠檬醛的最佳工艺条件。

表1 正交实验因素水平表
Table 1 The level of orthogonal design

水平	因素		
	A 蒸馏温度 ($^{\circ}$ C)	B 蒸馏压力 (kPa)	C 进料速度 (mL/min)
1	45	0.18	10
2	50	0.28	15
3	55	0.70	20

1.2.6 综合权重评分^[15-16] 根据生产要求以及实验经验,设定主要参考指标柠檬醛纯度的权 $\omega_1=2.5$,次要参考指标柠檬醛得率的权 $\omega_2=0.5$,两个指标均是越大越好。综合权重评分= $\omega_1 \times$ 柠檬醛纯度 $+$ $\omega_2 \times$ 柠檬醛得率。

1.2.7 GC-MS检测条件 色谱条件 气相色谱条件:Agilent HP-5MS(30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m);程序升温:100 $^{\circ}$ C保持5min,以3 $^{\circ}$ C/min升至140 $^{\circ}$ C,以8 $^{\circ}$ C/min升至240 $^{\circ}$ C;检测温度250 $^{\circ}$ C;载气氮气流速1mL/min;尾吹气流速2mL/min;分流比为100:1。

质谱条件:离子源温度250 $^{\circ}$ C,四极杆温度150 $^{\circ}$ C,EI离子源,电子能量70eV,质量扫描范围33~600amu,溶剂延迟3min。标准谱库NIST11.L检索,内标法计算各组分相对百分含量。

2 结果与分析

2.1 内标物的确定

对配制好的山苍子油原液、香草醛与山苍子油原液的混合溶液分别进行GC-MS测定,得到总离子流图如图1、图2。根据图1和图2可以看出,香草醛(14.871min时出峰)与山苍子油中的组分峰不重叠,且与两种柠檬醛出峰时间(8.929、9.960min)较为接近,香草醛性质稳定,不与被测物柠檬醛发生化学反应,所以香草醛可以作为内标物。

2.2 标准曲线的建立

以标准工作溶液中柠檬醛的浓度 C_i 为横坐标,柠檬醛峰面积与香草醛峰面积比值 A_i/A_s 为纵坐标建立标准曲线,见图3,得到回归方程 $Y=0.2243X+0.0545$, $R^2=0.9994$,柠檬醛浓度为1~7.86mg/mL范围内,呈良好的线性关系。

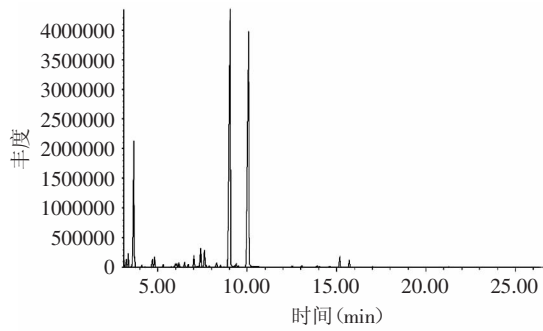


图1 山苍子油原料总离子流图
Fig.1 GC-MS total ion chromatogram of *Litsea cubeba* oil feedstock

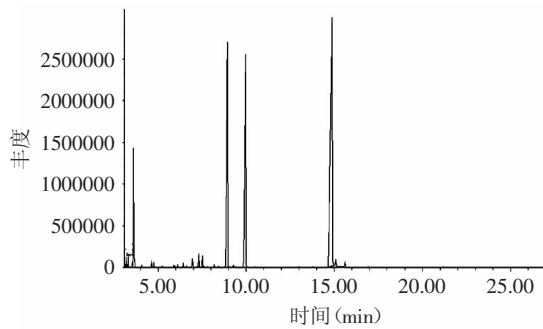


图2 香草醛和山苍子油原料总离子流图
Fig.2 GC-MS total ion chromatogram of Vanillin and *Litsea cubeba* oil feedstock

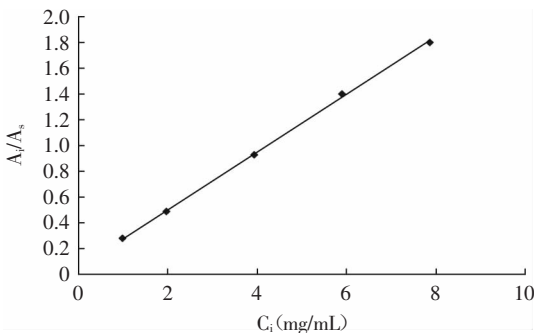


图3 柠檬醛标准曲线
Fig.3 The standard curve of citral

2.3 蒸馏条件的单因素实验

2.3.1 蒸馏温度对柠檬醛纯度及得率的影响 由图4可以看出,随着温度的升高,柠檬醛得率减小。柠檬醛纯度在35~55℃范围内,随着温度的升高而增大,超过55℃,纯度基本保持不变。在35~45℃范围内,由于温度的升高会使物质分子运动平均自由程增大,轻分子的平均自由程增大,大量的轻组分被蒸发到冷凝面上被冷凝收集;而少数的重组分获得能量平均自由程也增大,也被冷凝收集,随着轻组分馏出;因此柠檬醛的纯度增大,而柠檬醛的得率减小。温度继续升高,大量重组分平均自由程增大,被冷凝收集,因此在45℃后,出现柠檬醛得率急剧下降的现象。在35~55℃范围内由于轻组分被冷凝馏出,所以柠檬醛的纯度从84.3%升高到92.4%,温度超55℃过后,由于沸点小于柠檬醛的成分基本全部从轻组分

收集罐中被冷凝收集,且部分柠檬醛也从轻组分中被馏出,因此重组分中柠檬醛纯度略有下降。因此,从柠檬醛的纯度以及得率两方面综合考虑,选择45~55℃,作为正交实验的温度范围。

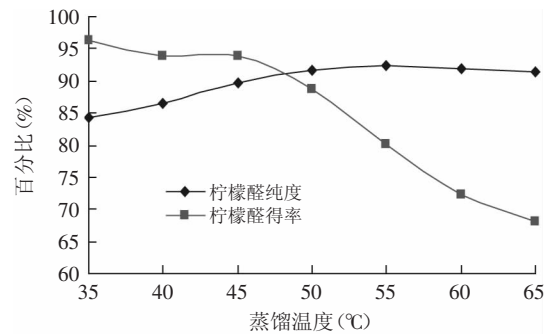


图4 蒸馏温度对柠檬醛纯度和得率的影响
Fig.4 The effect of distillation temperature on citral purity and the yield rate

2.3.2 蒸馏压力对柠檬醛纯度及得率的影响 实验结果见图5。

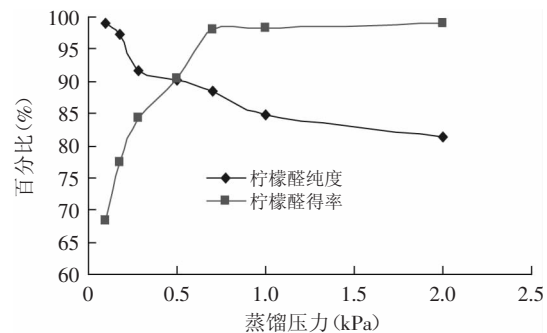


图5 蒸馏压力对柠檬醛纯度和得率的影响
Fig.5 The effect of distillation pressure on citral purity and the yield rate

由图5可以看出,随着压力的增大,柠檬醛的纯度减小,而柠檬醛的得率增大。在0.10~0.70kPa范围内,由于在温度一定时,随着压力的增大,分子的平均自由程减小,有些较轻分子平均自由程小于冷凝面与蒸发面的距离,与重分子一起从重组分馏余物中馏出,因此轻组分馏余物减少,而重组分馏余物增多。重组分馏余物中的主要成分柠檬醛的得率,随着压力的增大而增大,由于轻分子杂质被收集到重组分中,因此柠檬醛纯度随着压力的增大而减小。因此柠檬醛得率急剧升高,从68.3%升高到98.0%,而柠檬醛的纯度也有大幅下降,从98.9%降低到88.4%。0.70kPa后,能够达到冷凝面的轻组分量、柠檬醛得率及柠檬醛纯度均随着压力的增大,趋于平衡。综合考虑柠檬醛纯度和得率,选择0.18kPa~0.70kPa作为正交实验的压力范围。

2.3.3 进料速度对柠檬醛纯度及得率的影响 由图6可见,随着进料速度的增加,柠檬醛纯度减小,柠檬醛得率增加。在分子蒸馏过程中,进料速率的大小,会影响物料在蒸发面的受热程度和停留时间,进而

影响柠檬醛的纯度及得率。进料速度在5~15mL/min范围内,进料速率太小,停留时间长,部分柠檬醛与轻分子杂质一起蒸到冷凝面上被收集,导致柠檬醛得率低,但轻组分能够比较充分的被冷凝收集,因此柠檬醛纯度较高。当进料速度大于15mL/min时,由于物料在蒸发面停留时间较短,轻组分还没来得及蒸发到冷凝面上,就随着重组分一起馏出来,所以柠檬醛纯度急剧下降,而被冷凝收集的柠檬醛会逐渐减少,柠檬醛得率会逐渐增大。进料速率从5mL/min提高到10mL/min时,柠檬醛含量从97.4%降到97.0%,减小幅度很小。从10mL/min提高到20mL/min时,柠檬醛含量从97.2%降低到90.1%,降低幅度稍大;但是在10~20mL/min范围内柠檬醛得率从74.5%增加到84.6%。考虑到在生产中,进料速率过小,会影响到生产效率,因此,结合柠檬醛纯度,柠檬醛得率以及生产率等因素综合考虑,进料速率选择在10~20mL/min。

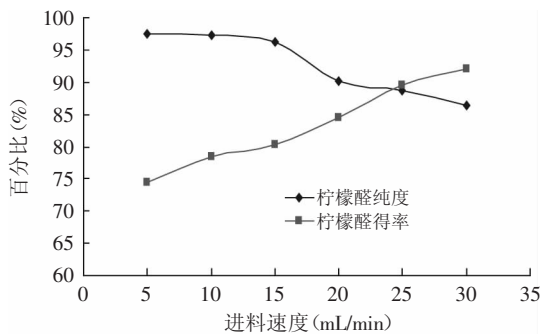


图6 进料速度对柠檬醛纯度和得率的影响

Fig.6 The effect of feeding rate on citral purity and the yield rate

2.4 正交实验

根据以上单因素实验结果,选择合适的实验范围,以综合权重评分为指标,建立 $L_9(3^4)$ 正交实验,结果如表2。方差分析表见表3。

根据正交表统计分析,各因素对柠檬醛纯度和得率的影响顺序是:蒸馏压力(B)>蒸馏温度(A)>进料速度(C)。由表3可以看出,三个因素中,蒸馏压力的影响显著($p < 0.05$)。在实验范围内,优化最佳水平组合为 $A_3B_1C_2$,即蒸馏温度55℃、蒸馏压力0.18kPa、进料速度15mL/min。

2.5 验证实验及中试实验

在 $A_3B_1C_2$ 条件下,做三次投料量为1L的平行实验,柠檬醛的纯度平均值为98.0%,得率为77.2%,综合权重评分283.6,高于表2中的其他水平组合。为了模拟工业化生产,在此优化条件下做了投料量为20L的中试实验,柠檬醛的纯度为97.9%,得率为77.5%。因此,此最佳工艺条件,可以运用到工业化生产中。

3 结论

从山苍子油中提纯高品质柠檬醛的最佳优化工艺条件在刮膜蒸馏转速为400r/min、投料量1L、冷却水温度12℃左右的条件下,蒸馏温度55℃、蒸馏压力0.18kPa、物料流速15mL/min。在实验水平范围内,三

表2 $L_9(3^4)$ 正交实验结果

Table 2 Results of $L_9(3^4)$ orthogonal design

实验号	A	B	C	柠檬醛得率 (%)	柠檬醛纯度 (%)	综合权重评分
1	1	1	1	84.2	92.8	274.1
2	1	2	2	93.5	88.5	268.0
3	1	3	3	99.2	86.0	264.6
4	2	1	2	80.3	96.2	280.7
5	2	2	3	85.3	90.8	269.7
6	2	3	1	96.8	89.3	271.7
7	3	1	3	78.0	97.8	283.5
8	3	2	1	80.0	92.4	271.0
9	3	3	2	95.2	91.5	276.4
k_1	268.90	279.43	272.27			
k_2	274.03	269.57	275.03			
k_3	276.97	270.90	272.60			
R	8.07	9.87	2.77			

表3 方差分析表

Table 3 Analysis of variance

方差来源	离差平方和	自由度	F值	p值	显著性
A	100.03	2	12.53	0.074	
B	171.95	2	21.55	0.044	*
C	13.69	2	1.72	0.368	
误差	7.98	2			

注:*表示显著($p < 0.05$)。

个影响因素中蒸馏压力影响显著,蒸馏温度的影响次之,进料速度影响最不明显。此最佳工艺条件也适合山苍子油量放大的中试实验,本研究为未来产业化奠定了基础。

参考文献

- [1] 周欣, 莫彬彬. 山苍子油化学成分的气相色谱-质谱分析[J]. 分析测试学报, 2009, 20(S1): 75-76.
- [2] 于长江, 宋小平, 武晗, 等. 海南山苍子分离纯化工艺[J]. 天然产物研究与开发, 2013(25): 695-697.
- [3] 钟东洋, 钟文静. 浅谈山苍子的利用与产业化开发措施[J]. 科技信息: 科学教研, 2008(25): 362-363.
- [4] 王发松, 杨发松, 任三香, 等. 山苍子叶挥发油的化学成分与抗真菌活性[J]. 中药材, 1999(8): 400-402.
- [5] 唐松云. 香料生产技术应用[M]. 广州: 广东科技出版社, 2000: 134.
- [6] 郑秋霞, 黄敏. 从山苍子油中提取柠檬醛新工艺的研究[J]. 辽宁化工, 2008, 37(7): 442-445.
- [7] 莫开林. 山苍子油的深加工及产品利用[J]. 四川林业科技, 2005, 26(4): 61-65.
- [8] 范东翠. 山苍子抗氧化研究[J]. 中国调味品, 2008(10): 30-32.
- [9] 刘晓棠, 张卫明, 张玫. 山苍子资源开发利用的研究[J]. 中国野生植物资源, 2008, 27(4): 22.
- [10] 和承尧. 山苍子油的深加工综合利用[J]. 云南化工, 2005(6): 1-25.

(下转第238页)

表3 得率正交实验方差分析表

Table 3 Variance analysis of orthogonal experiment of the yield

变异来源	自由度	偏差平方和	均方和	F值	F_{α}
A	2	63.735	31.868	33.075*	
B	2	60.433	30.217	31.361*	$F_{0.05}(2,2)=19$
C	2	26.691	13.346	13.851	$F_{0.01}(2,2)=99$
误差	2	1.930	0.965		
合计	8	152.789			

注:*为显著,**为极显著;表4同。

表4 酸价正交实验方差分析表

Table 4 Variance analysis of orthogonal experiment of the acid value

变异来源	自由度	偏差平方和	均方和	F值	F_{α}
A	2	104.393	52.196	37.69*	
B	2	59.363	29.682	21.43*	$F_{0.05}(2,2)=19$
C	2	32.904	16.452	11.88	$F_{0.01}(2,2)=99$
误差	2	2.770	1.385		
合计	8	199.429			

方差分析结果(表3、表4)表明,萃取温度和萃取次数对酸价和得率均有显著影响,而料液比对二者影响不显著,这可能是由于料液比从1:1增大到1:2,猪网油中游离脂肪酸的脱除及猪油在有机溶剂中的溶解均已达到较高状态,故结合单因素实验结果,选择料液比为1:1.5。萃取温度对酸价影响较大,因此选择45℃为萃取工艺最适温度,而萃取次数虽对得率影响较大,但由表2可见,在萃取温度45℃,料液比1:1.5,萃取次数2次的条件下,即便猪油得率较高,但脱酸效果不佳,酸价仍高于食用猪油相关标准,因此以酸价为指标,确定较优萃取次数为4次。即猪网油萃取脱酸的较优工艺条件为:萃取温度45℃,萃取次数4次,料液比1:1.5,萃取时间10min。在此条件下进行双平行验证性实验萃取脱酸所得猪网油酸价为0.8560mg KOH·g⁻¹,得率为81.94%。

3 结论

粗炼猪网油在适宜条件下,经萃取脱酸处理可以使其酸价显著降低。在本实验室条件下,得到猪网油最佳萃取脱酸条件为萃取温度45℃,萃取次数4次,料液比1:1.5,萃取时间10min。在此条件下萃取脱酸所得猪网油酸价为0.8560mg KOH·g⁻¹,得率为81.94%。

参考文献

[1] 冀聪伟. 低胆固醇猪油基焙烤起酥油[D]. 无锡:江南大学,

2012.

[2] 代小容,张宝勇. 脂肪和猪油的食用价值[J]. 肉类研究, 2008(7):65-68.

[3] Tiankui-Yang, Xuebing-Xu, Chuan He, et al. Lipase-catalyzed modification of lard to produce human milk fat substitutes [J]. Food Chemistry, 2003, 80(4):473-481.

[4] Silva R C D, De Martini Soares F A S, Fernandes T G, et al. Interesterification of lard and Soyben Oil Blends Catalyzed by Immobilized Lipase in a Continuous Packed Bed Reactor [J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2001, 88(12): 1925-1933.

[5] Best D. New technology for cholesterol reduction[J]. Food Processing, 1989(12):156.

[6] 陈强,赖桦,李长强,等. 猪脂肪组织代谢及其调控[J]. 云南农业大学学报, 2006, 21(5):635-640.

[7] 张金廷,苏屹宾,袁鹤吟. 乳化法从猪油中分离液体猪油[J]. 粮食与油脂, 1998(4):21-23.

[8] BM Bhosle, R Subramanian. New approaches in deacidification of edible oils—a review[J]. Journal of Food Engineering, 2005, 69(4):481-494.

[9] ECR Christianne, MO Marcia, JAM Antonio. Optimization of the rice bran oil deacidification process by liquid-liquid extraction [J]. Journal of Food Engineering, 2006(73):370-378.

[10] 刘书成,谢燕,章超桦,等. 油脂脱酸新方法研究进展[J]. 粮油加工, 2007(6):81-84.

[11] 熊春兰,陈彭生,刘光斌,等. 茶油的精制及其在化妆品中的应用[J]. 应用化工, 2011, 40(2):235-238.

[12] 任娜,刘玉环,韩东平,等. 超声波辅助法在光皮树油脱酸工艺中的应用研究[J]. 粮油加工, 2010(4):21-23.

[13] 刘晔. 高酸值米糠油萃取脱酸工艺的研究[J]. 粮油加工与食品机械, 2005(12):48-49.

[14] 王卫芬. 蛋黄油脱酸及蛋黄卵磷脂纯化工艺研究[D]. 无锡:江南大学, 2008.

[15] 王亚东,梁少华,杨国龙,等. 米糠油甲醇萃取脱酸工艺条件的研究[J]. 中国油脂, 2013, 38(5):5-8.

[16] 敬思群,欧阳位麒,王耀祥,等. 油莎豆油溶剂萃取法脱酸工艺研究[J]. 食品科技, 2013, 38(7):211-213.

[17] 章挺,江香梅,付宇新. 樟树籽油溶剂萃取脱酸工艺优化[J]. 食品科技, 2012, 37(6):194-196.

[18] 肖志红,刘汝宽,李昌珠,等. 光皮树油溶剂萃取脱酸工艺研究[J]. 粮油加工, 2006(11):45-46.

[19] 杨修斌,吴炜亮,郑建仙. 改性茶油中游离脂肪酸的脱除工艺研究[J]. 现代食品科技, 2011, 27(5):564-567.

[20] 胡晓军,刘森,安鸣. 花椒籽油精炼工艺的实验研究[J]. 农业工程学报, 2012, 28(1):322-325.

(上接第234页)

[11] 范青生. 木姜子属主要药用植物的品种品质研究[M]. 北京:中国轻工业出版社, 2000.

[12] 黄敏,钟振声. 分子蒸馏纯化天然香料山苍子油[J]. 食品科技, 2005, 8:52-54.

[13] 刘华. 分子蒸馏新技术在天然产物分离和其他领域中的应用[J]. 中药材, 2000, 22(3):152.

[14] 汪正范. 色谱定性与定量[M]. 北京:化学工业出版社, 2000:169-172.

[15] 陶菊春,吴建民. 综合加权评分法的综合权重确定新探索[J]. 系统工程理论与实践, 2001, 8:43-48.

[16] 伍艺,阮竞兰,伍维维. 基于多指标实验设计的胶辊磨谷机工作参数综合优化分析[J]. 包装与食品机械, 2012, 30(3):1-5.