

水蒸气蒸馏法提取柚子花精油工艺研究 及其成分分析

饶建平¹ 王文成² 张远志^{1*} 陈宏坤¹ 许大华¹ 尤惠君¹ 沈春松¹ 林雅敏¹

(1.福建省饮料用植物提取加工企业重点实验室 大闽食品(漳州)有限公司 福建漳州 363000;
2.漳州职业技术学院 福建漳州 363000)

摘要:以冻干柚子花为原料,采用单因素、响应面实验方法优化水蒸气蒸馏提取柚子花精油工艺,建立二次多项数学模型,得到水蒸气蒸馏法提取柚子花精油最优工艺参数:液料比 16:1、盐水浓度 3.51%、蒸馏时间 8.15 h,柚子花精油提取得率为 0.3856%。采用 GC-MS 对水蒸气蒸馏法提取所得柚子花精油进行成分分析,共分离鉴定出 50 种化合物,占总萃取物的 87.60%,其中主要成分为法呢醇、亚油酸乙酯、亚麻酸乙酯、棕榈酸乙酯、橙花叔醇等化合物。

关键词:水蒸气蒸馏法 柚子花精油 提取 成分 气质联用

Study on the extracting process of essential oil from *Citrus maxima* flower by steam distillation and the analysis for the composition of the essential oil

RAO Jian-ping¹, WANG Wen-cheng², ZHANG Yuan-zhi^{1*}, CHEN Hong-kun¹,
XU Da-hua¹, YOU Hui-jun¹, SHEN Chun-song¹, LIN Ya-min¹

(1. Fujian Provincial Key Laboratory for Extracting & Processing Technology of Edible Plant,
DAMIN Foodstuff(Zhangzhou) Co., Ltd. Zhangzhou 363000, China;
2. Zhangzhou Institute of Technology, Zhangzhou 363000, China)

Abstract: The extraction condition of essential oil from freeze-dried *Citrus maxima* flower by steam distillation was studied by single factor experiment and further the response surface method. The optimum condition was obtained as follows: the liquid to solid ratio 16:1, the concentration of salt solution 3.51%, extraction time 8.15 h. The extraction ratio was 0.3856%. The composition of essential oil from *Citrus maxima* flower by steam distillation was analyzed by GC-MS, a total of 50 compounds which accounted for 87.60% of the essential oil were identified including farnesol, ethyl linoleate, ethyl linolenate, ethyl palmitate, nerolidol as the main components.

Key words: steam distillation; essential oil from *Citrus maxima* flower; extraction; composition; GC-MS

中图分类号: TS255.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2017)04-0278-06

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2017.04.044

柚子(*Citrus maxima*) 又被称为文旦、内紫、朱栾等,为芸香科柑橘属乔木,盛产于中国长江以南各地,广东的沙田柚和福建平和的琯溪蜜柚最为有名^[1]。目前,行业中对柚子的深加工研究以柚肉、柚皮为主,主要产品为饮料、果脯、软糖、果酱、果茶、果冻等休闲食品,如蜜柚软糖、蜜柚茶点、蜜柚馅饼、蜜柚饮料、蜜柚浓缩清汁、蜜柚果酒、蜜柚花茶等。而行业中对柚子种植过程中的副产物柚子花的研究则少之甚少^[2-3]。

柚子花有很多功效,食用可以清热解毒、美容养颜、解酒提神等。从柚子花中提取的柚子花精油也

有提神安眠、舒缓精神等多种功效,大多应用于保健品、化妆品中。因为柚子花的花期早而短,且不到一个月(每年的3月下旬至4月下旬期间),若采用新鲜的柚子花则不易储存,不利于实际工业生产。而柚子花挥发成分受到光、热后极易挥发,采用传统的晾干或烘干不利于保存柚子花的挥发性成分,所以本实验采用冷冻干燥方式来干燥柚子花,在低温条件下进行干燥,可以较好地保存柚子花的挥发性成分,同时可以在柚子花非花期提取柚子花精油。

截止到目前,关于柚子花精油的提取方法研究主要集中在超临界二氧化碳萃取、同时蒸馏萃取法

收稿日期: 2016-08-12

作者简介: 饶建平(1988-),男,硕士研究生,工程师,研究方向:农产品加工及贮藏, E-mail: rjp30503@163.com。

* 通讯作者: 张远志(1970-),男,高级工程师,研究方向:天然植物加工, E-mail: turelife@163.com。

基金项目: 漳州市自然科学基金(ZZ2014J04)。

等方法。当然不同的提取方法、不同状态柚子花都会影响到精油的含量、化学组成和精油的提取效率^[4-6]。与其他提取方法相比,水蒸汽蒸馏法设备成本低、操作简单、条件简单且无污染(无溶剂残留),很多花精油的提取都采用此方法。本文以冻干柚子花为原料,采用水蒸汽蒸馏法结合响应面实验法,优选出柚子花精油水蒸汽蒸馏提取最佳工艺条件,并用 GC-MS 对提取所得柚子花精油进行了成分分析,为柚子花精油的开发和实际生产提供参考,以变废为宝,利用果农在“疏花保果”时丢弃的柚子花,开发柚子花精油香料,增加果农的收入,提高柚子树的综合利用率。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

柚子花 采收于福建省漳州市平和县板仔镇;二氯甲烷、无水硫酸钠、石油醚、氯化钠、无水乙醇、氢氧化钠、柠檬酸 均为分析纯;水 蒸馏水。

ZNHW 型 2000W 智能恒温电热套 重庆东悦仪器有限公司; CP513 型电子分析天平 上海微川仪器有限公司; 水蒸气蒸馏装置 常州普天仪器制造有限公司; HB43-S 快速水分测定仪 长沙市秋龙仪器设备有限公司; 6890N 气相色谱/5973i 质谱联用仪 配有电子轰击离子源(electron impact ,EI),美国 Agilent 公司; FD-1E-50 冷冻干燥机 上海沪沁仪器设备有限公司; himac.CR21G III 高速离心机 日本日立(HITACHI)。

1.2 实验方法

1.2.1 提取工艺 新鲜柚子花→速冻、冻干→浸泡盐水→水蒸气蒸馏→集液瓶收集→离心分离→无水硫酸钠干燥→柚子花精油。

冻干柚子花: 采收的新鲜柚子花为花后期(已经开放或是刚开始开放的柚子花),或者是已掉落还未腐烂的花瓣,采收后立即进行速冻,速冻完全后再进行冻干。

柚子花精油提取: 称取一定量的冻干柚子花,以一定液料比,在一定浓度的盐水中浸泡 30 min,将浸泡有柚子花的盐水置于水蒸气蒸馏装置中开始水蒸气蒸馏提取精油,蒸馏过程控制好火力(馏出液以 1~2 滴/s 的速度馏出),集液瓶收集馏出液,馏出液在高速 5000 r/min 下离心 15 min 进行油水分离,分离得到的油层再用无水硫酸钠干燥,即得柚子花精油。

1.2.2 柚子花精油提取得率的计算

$$\text{柚子花精油提取得率}(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100$$

其中 m_2 : 装有柚子花精油的瓶子重量(g); m_1 : 空瓶重量(g); m : 原料质量(g)。

1.2.3 单因素实验 以柚子花精油提取得率为指标,研究盐水浓度、液料比、蒸馏时间等因素对柚子花精油水蒸气蒸馏提取得率的影响。

盐水浓度对柚子花精油提取得率的影响: 称量冻干柚子花 250 g,采用水蒸气蒸馏法来提取柚子花精油,在提取时间为 8 h 和液料比为 15:1(g: g) 的条

件下,研究盐水浓度分别为 2.0%、2.5%、3.0%、3.5%、4.0% 时,柚子花精油的提取得率。

液料比对柚子花精油提取得率的影响: 称量冻干柚子花 250 g,采用水蒸气蒸馏法来提取柚子花精油,在提取时间为 8 h 和盐水浓度为 3.5% 的条件下,研究液料比分别为 5:1、10:1、15:1、20:1、25:1(g: g) 条件下,柚子花精油的提取得率。

蒸馏时间对柚子花精油提取得率的影响: 称量冻干柚子花 250 g,采用水蒸气蒸馏法来提取柚子花精油,在液料比为 15:1(g: g) 和盐水浓度为 3.5% 的条件下,研究蒸馏时间分别为 2、4、6、8、10 h 时,柚子花精油的提取得率。

1.2.4 响应面实验 结合单因素实验结果,以柚子花精油提取得率为考察指标,选取液料比(x_1)、盐水浓度(x_2)、蒸馏时间(x_3) 3 个因素为考察因素,每个因素设计 3 个水平,进行响应面实验。因素水平设计见表 1。

表 1 响应面实验分析因子及水平表

Table 1 Factors and levels of response surface experiment

因子	水平		
	-1	0	1
x_1 液料比(g: g)	10:1	15:1	20:1
x_2 NaCl 浓度(%)	3.0	3.5	4.0
x_3 蒸馏时间(h)	6	8	10

1.2.5 柚子花精油成分分析 采用 GC-MS 对水蒸气蒸馏法提取所得柚子花精油进行成分分析,实验条件参考文献 [7]。

1.3 数据处理

统计数据采用 Microsoft Excel 2003 和 Design-Expert V 8.0.6 软件进行分析

2 结果与分析

2.1 单因素实验

2.1.1 NaCl 浓度对柚子花精油提取得率的影响 由图 1 可以看出,在 NaCl 浓度 2.0%~3.5% 时,柚子花精油提取得率随着 NaCl 浓度的增加而不断提高,这可能主要是因为,在蒸馏水中增加 NaCl,一方面可以促进柚子花与水的水溶作用,使其充分接触,从而加速精油从细胞壁中渗出;另一方面,NaCl 可以降低精油在水中的溶解度,保证从柚子花中提取出来的精

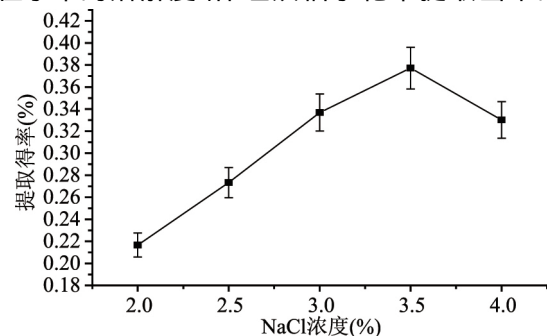


图 1 NaCl 浓度对柚子花精油提取得率的影响

Fig.1 Effect of the concentration of salt solution on extraction rate

油不溶解在水中^[8]。而当 NaCl 浓度大于 3.5% 后, 柚子花精油提取率随着 NaCl 浓度的增加反而下降, 可能是因为随着 NaCl 浓度的增加, 提取液渗透压增加, 而柚子花精油主要存在于细胞壁中且由于柚子花成分较复杂, 高含量的内容物(果胶、单宁、纤维等)使精油在外界高渗透压下不易蒸出, 精油从细胞壁中渗出的速率有所减小, 同时增加 NaCl 浓度也会增加生产成本, 也会给后续的提取液废液处理增加难度。综上所述, NaCl 浓度控制在 3.0%~4.0% 较为合适。

2.1.2 液料比对柚子花精油提取率的影响 从图 2 可以看出, 当液料比由 5:1 增加到 15:1 时, 柚子花精油提取率随着液料比的增加而不断提高, 而当液料比大于 15:1 之后, 柚子花精油提取率却随着液料比的增加反而降低。这可能是因为液料比太低, 冻干柚子花吸收一部分盐水使盐水减少, 同时在加热的情况下, 可能出现局部过热, 从而使得精油提取率过低。而当液料比过大时, 随着提取液的增加, 精油在提取液中的溶解量也会增加, 从而可能导致精油提取率降低^[9]。同时液料比增加也会增加生产成本, 所以综合考虑, 液料比范围为 10:1~15:1 较为合适。

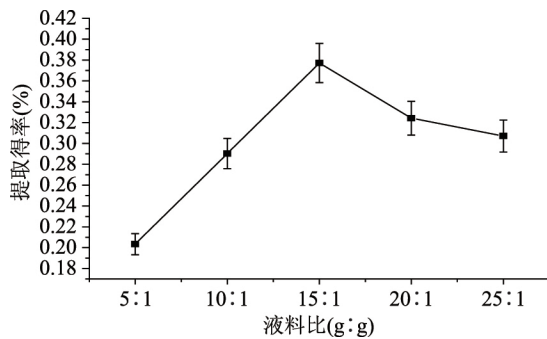


图 2 液料比对柚子花精油提取率的影响

Fig.2 Effect of the liquid to solid ratio on extraction rate

2.1.3 蒸馏时间对柚子花精油提取率的影响 从图 3 可以看出, 蒸馏时间由 2 h 增加到 8 h, 柚子花精油提取率随着蒸馏时间的增加而增大, 而当蒸馏时间增加到 8 h 以后, 随着蒸馏时间的延长提取率几乎不变, 说明蒸馏 8 h 后, 柚子花精油已基本被蒸馏出来。再增加蒸馏时间, 柚子花精油提取率增加不明显, 而且还增加了生产成本, 所以选择蒸馏时间范围 6~10 h 为宜。

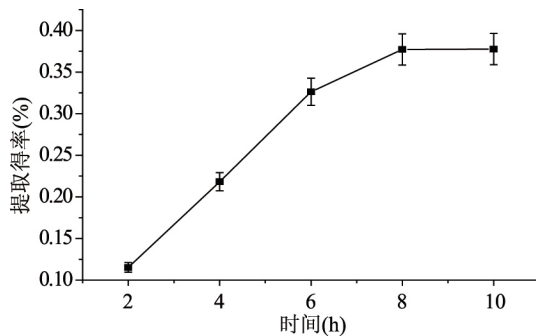


图 3 蒸馏时间对柚子花精油提取率的影响

Fig.3 Effect of extraction time on extraction rate

2.2 响应面实验

2.2.1 水蒸气蒸馏提取柚子花精油工艺回归模型的建立 采用软件 Design-Expert 8.06 对实验所得结果进行二次多元回归拟合和方差分析, 得到柚子花精油提取率对液料比、NaCl 浓度、蒸馏时间的回归方程为: 提取率 Y (编码) = $0.38 + 0.025x_1 - 0.001525x_2 + 0.004162x_3 + 0.016x_1x_2 + 0.0038x_1x_3 - 0.004325x_2x_3 - 0.068x_1^2 - 0.03x_2^2 - 0.028x_3^2$

表 2 响应面实验结果

Table 2 Results of response surface experiment

实验号	x_1	x_2	x_3	Y 提取率(%)
1	1	-1	0	0.2963
2	-1	1	0	0.2445
3	0	0	0	0.3946
4	0	1	-1	0.3259
5	-1	0	-1	0.2626
6	0	0	0	0.3772
7	0	1	1	0.3311
8	0	-1	-1	0.3138
9	0	0	0	0.3785
10	-1	0	1	0.2578
11	0	-1	1	0.3363
12	1	1	0	0.3193
13	0	0	0	0.3863
14	-1	-1	0	0.2866
15	1	0	-1	0.3123
16	1	0	1	0.3227
17	0	0	0	0.3869

对回归模型进行方差分析得到失拟项 $p = 0.2995 > 0.05$, 二次多项式模型 $p < 0.001$, 整体回归方程的误差小, 拟合程度较好; 但是交互作用项 x_1x_3 和 x_2x_3 失拟项较大, 说明交互作用不显著, 为了提高方程的拟合程度予以手动剔除^[10], 仅保留 x_1x_2 一项, 剔除后的回归方程为:

$$\text{提取率 } Y(\text{编码}) = 0.38 + 0.025x_1 - 0.001525x_2 + 0.004162x_3 + 0.016x_1x_2 - 0.068x_1^2 - 0.03x_2^2 - 0.028x_3^2$$

对剔除后的回归方程进行方差分析后如表 3 所示, 该模型在剔除不显著的交互作用项后失拟项降低(p 值升高), 说明非正常误差所占比例小, 回归方程的 $R^2 = 0.9834$ 与校正 $R^2_{\text{adj}} = 0.9705$ 相差很小, 说明模型设计合理可行, 而 $R^2_{\text{pre}} = 0.9141$ 说明水蒸气提取柚子花精油提取率和预测值的拟合度较好, 可以用于实验结果的预测^[11-12]。此外, 从各项对应的 p 值可以看出, 液料比 x_1 、交互作用项 x_1x_2 、液料比 x_1 的平方、NaCl 浓度 x_2 的平方、蒸馏时间 x_3 的平方对于柚子花精油提取率的影响极显著 ($p < 0.01$); 而 NaCl 浓度 x_2 、蒸馏时间 x_3 对于柚子花精油提取率的影响不显著 ($p > 0.05$)。对柚子花精油提取率影响的大小依次是: 液料比 > 蒸馏时间 > NaCl 浓度。

2.2.2 响应面分析 从图 4 可以直观地看出当固定蒸馏时间 $x_3 = 8.15$ 时, 液料比和 NaCl 浓度的交互作用对柚子花精油提取率影响显著, 水蒸汽蒸馏法

表3 回归模型方差分析

Table 3 Variance analyse for the regression mode

差异来源	平方和	自由度	均方	F 值	p	显著性
模型项	0.035	7	0.003915	76.31	<0.0001	**
x_1	0.004955	1	0.004955	75.40	<0.0001	**
x_2	0.0000186	1	0.00001860	0.28	0.6076	
x_3	0.0001386	1	0.0001386	2.11	0.1804	
$x_1 x_2$	0.00106	1	0.001060	16.12	0.0030	**
x_1^2	0.019	1	0.019	296.03	<0.0001	**
x_2^2	0.003802	1	0.003802	57.85	<0.0001	**
x_3^2	0.003272	1	0.003272	49.78	<0.0001	**
残差	0.0005915	9	0.00006572			
失拟度	0.0003914	5	0.00007828	1.56	0.3426	
纯误差	0.0002001	4	0.00005002			
总变异	0.036	16				
$R^2 = 0.9834$		$R^2_{adj} = 0.9705$		$R^2_{pred} = 0.9141$		

注: * 代表影响显著 ($p < 0.05$); ** 代表影响极显著 ($p < 0.01$)。

提取柚子花精油提取率随液料比和 NaCl 浓度的增加而表现出先低到高再降低的趋势,即水蒸汽蒸馏法提取柚子花精油提取率在合适的液料比 (14:1~17:1) 及 NaCl 浓度 (3.3%~3.7%) 下具有极大值。

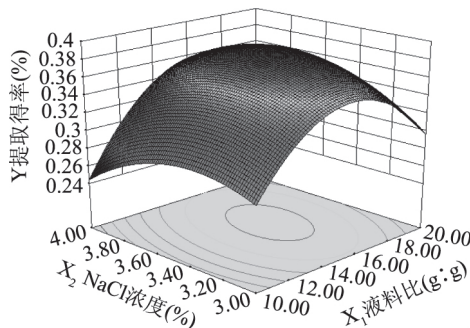


图4 NaCl 浓度与液料比交互项对柚子花精油提取率影响的响应面图

Fig.4 Response surface of the effect of the salt solution and the liquid to solid ratio on extraction rate

2.2.3 最佳工艺验证性实验 利用软件 Design-Expert 8.06 分析得到水蒸气蒸馏法提取柚子花精油的最优工艺为:液料比 15.93:1、NaCl 浓度 3.51%、蒸馏时间 8.15 h,在最佳工艺条件下柚子花精油提取率的预测值为 0.387152%。为了方便实际操作,将柚子花精油提取的最佳工艺条件修正为:液料比 16:1、NaCl 浓度 3.51%、蒸馏时间 8.15 h,并且再进行重复实验验证 3 次,所得到的柚子花精油提取率平均值为 0.3856% 和理论的预测值相差很小,结果表明利用该模型对柚子花精油的提取进行分析与预测是可行的。

2.3 柚子花精油 GC-MS 成分分析

通过对水蒸汽蒸馏法提取所得柚子花精油进行 GC-MS 分析,获得柚子花精油总离子流色谱图(图 5) 根据谱图资料库和相关文献对柚子花精油成分进行分析和鉴定^[13-16],获得柚子花精油主要成分,通过峰面积归一化法计算出柚子花精油中各化学成分

的相对含量(如表 4),占总成分的 87.60%。

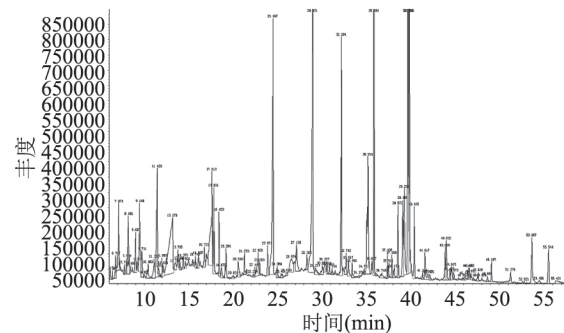


图5 柚子花精油总离子流色谱图

Fig.5 Total ion chromatogram of essential oil from *Citrus maxima* flower by steam distillation

从水蒸汽蒸馏法提取所得柚子花精油中共分离鉴定出 50 种化合物,其中相对含量较大的成分为法呢醇 10.39%、亚油酸乙酯 9.61%、亚麻酸乙酯 7.55%、棕榈酸乙酯 7.05%、橙花叔醇 6.25% 等主要成分,还含有芳樟醇氧化物 0.84%、芳樟醇 0.87%、吲哚 0.31%、8-羟基芳樟醇 1.40% 等挥发性成分。对分离鉴定出的化学成分进行归类分析,发现其中包括醇类有 7 种,占 21.48%;酯类有 11 种,占 24.52%;酸类有 6 种,占 14.27%;烯类有 5 种,占 2.72%;其他类有 21 种,占 24.61%。

柚子花精油中分离鉴定出的法呢醇 (10.39%)、橙花叔醇 (6.25%) 都是具有特殊花香的物质,橙花叔醇更是具有类似橙花的香气,所以被广泛应用在在香精香料中。而分离鉴定出的烯类 β -月桂烯 (0.47%)、蒎品烯 (0.60%) 等具有特殊的芳香气味,价值很高。同时,还分离鉴定出芳樟醇 (0.87%)、苯乙醛 (1.44)、苯甲酸 (5.88%) 等物质,都是香精香料中常用的物质,芳樟醇常用于改善烟气的沉闷、不透发;苯乙醛用于花香型中,具有赋予青的头香,有提调香气的作用。综上所述,柚子花精油有着良好的开发和应用前景。

表4 柚子花精油主要成分分析

Table 4 Chemical composition of essential oil from *Citrus maxima* flower by steam distillation

序号	保留时间 (min)	英文名称	中文名称	相对含量 (%)
1	6.747	beta.-Myrcene	β -月桂烯	0.47
2	8.166	Benzeneacetaldehyde	苯乙醛	1.44
3	9.007	linalool oxide cis	顺式芳樟醇氧化物	0.84
4	9.448	Cyclotrisiloxane hexamethyl-	六甲基环三硅氧烷	2.00
5	9.711	Linalool	芳樟醇	0.87
6	11.102	2,5-Pyrrolidinedione	丁二酰亚胺	0.70
7	11.989	2,5-Cyclohexadiene-1,4-dione 2-chloro-	2-氯-1,4-苯醌	0.26
8	13.179	Benzoic acid	苯甲酸	5.88
9	13.516	1,2-Benzenediol	儿茶酚	0.30
10	13.785	2,3-Dihydrobenzofuran	2,3-二氢苯并呋喃	0.37
11	16.097	Indole	吲哚	0.31
12	16.755	ortho-Methoxyacetophenone	邻甲氧基苯乙酮	0.46
13	17.613	Methyl anthranilate	邻氨基苯甲酸甲酯	3.73
14	17.831	8-Hydroxylinalool	8-羟基芳樟醇	1.40
15	18.672	4-(1-Pyrrolyl) butanoic Acid	4-(1-吡咯)丁酸	0.32
16	19.204	2-Furanmethanol 5-ethenyltetrahydro-.alpha., .alpha. 5-trimethyl- cis-	顺- α , α -5-三甲基-5- 乙烯基四氢化呋喃-2-甲醇	0.68
17	20.560	4-Pyridinamine	4-氨基吡啶	0.53
18	21.270	(E)-.beta.-Farnesene	反式- β -金合欢烯	0.33
19	22.826	.alpha.-Farnesene	α -法呢醇	0.82
20	23.873	3-(Trifluoromethoxy) aniline	3-三氟甲氧基苯胺	0.57
21	24.497	Nerolidol	橙花叔醇	6.25
22	26.574	Quinic acid	右旋奎宁酸	1.20
23	27.135	Pyridine 4-methyl-	4-甲基吡啶	0.94
24	28.971	2,6,10-Dodecatrien-1-ol 3,7,11-trimethyl-	法呢醇	10.39
25	30.047	Tetradecanoic acid	肉豆蔻酸	0.32
26	30.327	β -D-Glucopyranoside methyl;	甲基- β -D-吡喃葡萄糖苷	0.38
27	32.204	Caffeine	咖啡因	4.46
28	35.214	n-Hexadecanoic acid	正十六碳酸	3.67
29	35.884	Hexadecanoic acid methyl ester	棕榈酸乙酯	7.05
30	37.400	9,12-Octadecadienoic acid methyl ester	9,12-十八碳二烯酸甲酯	0.34
31	37.531	9,12,15-Octadecatrienoic acid methyl ester	亚麻酸甲酯	0.20
32	37.898	1-Octadecene	1-十八烷烯	0.36
33	38.172	Heptadecanoic acid methyl ester	十七酸乙酯	0.25
34	38.573	Phytol	植醇	1.07
35	39.145	9,12-Octadecadienoic acid(Z,Z)-	(Z,Z)-9,12-十八碳二烯酸	1.99
36	39.294	9,12,15-Octadecatrienoic acid(Z,Z,Z)-	亚麻酸	2.09
37	39.723	Linoleic acid ethyl ester	亚油酸乙酯	9.61
38	39.866	9,12,15-Octadecatrienoic acid methyl ester(Z,Z,Z)-	亚麻酸乙酯	7.55
39	40.415	Octadecanoic acid methyl ester	硬脂酸乙酯	1.07
40	41.617	gamma-Terpinene	萜品烯	0.60
41	43.889	9-Octadecenamamide(Z)-	油酸酰胺	0.60
42	44.032	3,7-dimethyl-2,6-octadienyl ester(E)-Butanoic acid	丁酸香叶酯	0.86
43	44.426	Octadecanamamide	硬脂酸酰胺	0.15
44	44.615	Heptadecanoic acid methyl ester	十七烷酸乙酯	0.41
45	48.666	Docosanoic acid methyl ester	山嵛酸乙酯	0.12
46	49.107	2H-1-Benzopyran-2-one 7-[(3,7-dimethyl-2,6-octadienyl)oxy]- (E)-	橙皮油内酯	0.38
47	51.276	Heptacosane	二十七烷	0.32
48	53.667	13-Docosenamamide(Z)-	芥酸酰胺	1.40
49	55.544	Supraene	角鲨烯	0.96
50	56.431	Naringenin	柚皮素	0.33

(下转第299页)

[J]. Processing & Impact on Active Components in Food ,2015 (25) : 207-213.

[5] Ni Hui ,Feng Chen Ze Dong Jiang ,et al. Biotransformation of tea catechins using *Aspergillus niger* ,tannase prepared by solid state fermentation on tea byproduct [J]. LWT-Food Science and Technology 2015 60(2) : 1206-1213.

[6] 马磊 严文静 赵见营,等. 纳米 SiO₂ 及 TiO₂ 改性复合涂膜提高松花蛋的保鲜效果 [J]. 农业工程学报 ,2015 31(18) : 269-280.

[7] Bin Xu ,Feng Wu ,Daobin Mu ,et al. Activated carbon prepared from PVDC by NaOH activation as electrode materials for high performance EDLCs with non-aqueous electrolyte [J]. International Journal of Hydrogen Energy ,2010 ,35 (2) : 632-637.

[8] Lim L T ,Tung M A. Vapor Pressure of Allyl Isothiocyanate and Its Transport in PVDC/PVC Copolymer Packaging Film [J]. Journal of Food Science ,1997 62(5) : 1061-1062.

[9] Jomekian A ,Mansoori S ,Monirimanesh N. Synthesis and characterization of novel PEO-MCM-41/PVDC nanocomposite membrane [J]. Desalination 2011 276(1-3) : 239-245.

[10] Bhaskar T ,Negoro R ,Muto A ,et al. Prevention of chlorinated hydrocarbons formation during pyrolysis of PVC or PVDC mixed plastics [J]. Green Chemistry 2006 8(8) : 697-700.

[11] Quercia G ,Spiesz P ,Hüsken G ,et al. SCC modification by use of amorphous nano-silica [J]. Cement & Concrete Composites 2014 45(1) : 69-81.

[12] Fihri A ,Cha D ,Bouhrara M ,et al. Fibrous Nano-Silica (KCC-1)-Supported Palladium Catalyst: Suzuki Coupling Reactions Under Sustainable Conditions [J]. Chemsus Chem ,2012 5(1) : 85-92.

[13] Zheng Y ,Zheng Y ,Ning R. Effects of nanoparticles SiO₂ on the performance of nanocomposites [J]. Materials Letters 2003 57(19) : 2940-2944.

[14] 雷艳雄 尹月玲 靳国锋,等. 纳米 SiO₂ 对 PVA 基复合涂膜包装材料成膜透湿性能的影响 [J]. 农业工程学报 ,2011 27(10) : 359-364.

[15] Rong M Z ,Zhang M Q ,Zheng H M ,et al. Structure-property relationships of irradiation grafted nano-inorganic particle filled polypropylene composites [J]. Polymer 2001 42(1) : 167-183.

[16] 李璨 王佳媚 龙门,等. 纳米 α -Fe₂O₃ 改性聚乙烯醇基蜂蜡复合涂膜材料工艺优化 [J]. 农业工程学报 ,2014 30(3) : 243-250.

[17] 邓云 朱立伟 罗文. 壳聚糖蜂蜡复合膜对冷冻黄桃片生理和品质的影响 [J]. 农业工程学报 ,2010 26(4) : 368-374.

[18] And K E S ,Manias E. Structure and Properties of Poly(vinyl alcohol) Na⁺ Montmorillonite Nanocomposites [J]. Chemistry of Materials 2000 12(10) : 2943-2949.

[19] Hu Y ,Topolkaev V ,Hiltner A ,et al. Measurement of water vapor transmission rate in highly permeable film [J]. Journal of Applied Polymer Science 2001 81(7) : 1624-1633.

[20] 刘桂超. 聚乙烯醇基复合材料纳米蒙脱土改性及清洁鸡蛋涂膜保鲜包装研究 [D]. 南京: 南京农业大学 ,2014.

(上接第 282 页)

3 结论

3.1 采用响应面实验优化水蒸气蒸馏法提取柚子花精油工艺,获得水蒸气蒸馏法提取柚子花精油最佳工艺条件:液料比 16:1、NaCl 浓度 3.51%、蒸馏时间 8.15 h 柚子花精油提取得率为 0.3856%,理论值与实验实际值相差很小,表明利用该模型对柚子花精油的提取进行分析与预测是可行的。同时,获得提取过程各因素对柚子花精油提取得率影响的大小依次是:液料比 > 蒸馏时间 > NaCl 浓度。

3.2 对水蒸气蒸馏法提取所得柚子花精油进行 GC-MS 分析,共分离鉴定出 50 种化合物,占总萃取物的 87.60% 其中主要成分为法呢醇、亚油酸乙酯、亚麻酸乙酯、棕榈酸乙酯、橙花叔醇等化合物。通过对水蒸气蒸馏法提取所得柚子花精油进行成分分析可知 柚子花精油有着良好的开发和应用前景,也为柚子花进一步开发利用提供了相关依据。

参考文献

[1] 郑淑娟 罗金辉. 中国柚类产业现状与发展分析 [J]. 广东农业科学 2010(1) : 192-194.

[2] 杨宁. 柚子全果综合利用及生物活性研究进展 [J]. 广州化工 2015 43(5) : 9-11.

[3] 王文成 饶建平 林衍生. 柚子花浸膏工艺对抑制羟自由基能力影响研究 [J]. 闽南师范大学学报: 自然科学版 ,2016 ,92(2) : 80-86.

[4] 谢慧明 张文成 潘见. 柚子花芳香油超临界 CO₂ 萃取研究 [J]. 农业工程学报 ,2005 21(2) : 140-143.

[5] 张文成 潘见 胡学桥. 超临界柚子鲜花芳香性成分的研

究 [J]. 中国野生植物资源 2004 23(4) : 43-45.

[6] 王文成 饶建平. 柚子花浸膏工艺中试优化研究 [J]. 河南工业大学学报: 自然科学版 ,2016 37(1) : 104-108.

[7] 王晓霞 魏杰 阴耕云,等. 不同方法提取的柚子花的挥发性成分分析 [J]. 云南师范大学学报: 自然科学版 ,2013 33(4) : 52-59.

[8] 吴丽萍 朱妞 臧鲍. 超声波辅助蒸馏法提取胡椒皮中香精油的研究 [J]. 黄山学院学报 2014 16(5) : 58-61.

[9] 柯杨 程友史 钟漫,等. 正交实验法优选金刺梨花精油提取工艺条件 [J]. 食品研究与开发 2014 35(20) : 43-44.

[10] 徐向宏 何明珠. 实验设计与 Design-Expert、SPSS 应用 [M]. 北京: 科学工业出版社 2010: 146-160.

[11] 张泽志 韩春亮 李成未. 响应面法在实验设计与优化中的应用 [J]. 河南教育学院学报: 自然科学版 ,2011 20(4) : 34-37.

[12] 饶建平 王文成 张远志,等. 响应面法优化咖啡生豆水提绿原酸工艺研究 [J]. 食品工业科技 2015 36(22) : 298-301

[13] 王晓霞 魏杰 刘劲芸,等. 云南食用玫瑰精油化学成分 GC/MS 分析及其应用研究 [J]. 云南大学学报: 自然科学版 2011 33(S2) : 414-417.

[14] 黄相中 张润芝 关小丽,等. 云南楚雄杜仲叶挥发油的化学成分分析 [J]. 云南民族大学学报: 自然科学版 ,2011 20(5) : 356-360.

[15] 杨虎 高国强. 超临界 CO₂ 萃取及气质联用分析沙枣花精油成分 [J]. 食品科学 2013 34(14) : 152-157.

[16] 郭刚军 李海泉 徐荣,等. 超临界 CO₂ 萃取柚子叶、花精油的 GC-MS 分析 [J]. 食品与发酵工业 ,2013 39(3) : 192-195.