

## 响应面法优化熏干草果油树脂提取工艺及成分分析

林毅, 黄梅, 吴桂苹, 徐飞, 和俊才, 友胜军, 高鹏慧, 刘霖娜, 侯梅芳, 谷凤林

### Optimization of Extraction Process and Component Analysis of Oleoresin from Smoked *Amomum tsaoko* by Response Surface Methodology

LIN Yi, HUANG Mei, WU Guiping, XU Fei, HE Juncai, YOU Shengjun, GAO Penghui, LIU Linna, HOU Meifang, and GU Fenglin

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021040002>

## 您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 黔产草果不同部位精油化学成分分析及体外抗氧化活性评价

Chemical Component Analysis and *in Vitro* Antioxidant Activity Evaluation of Essential Oils from Different Parts of *Amomum tsaoko* in Guizhou Province

食品工业科技. 2020, 41(14): 52-57,64

#### 富含 $\gamma$ -氨基丁酸的黑苦荞发芽的条件优化及成分分析

Optimization of Germination Conditions for  $\gamma$ -Aminobutyric Acid Accumulation and Component Analysis of Black Tartary Buckwheat

食品工业科技. 2021, 42(24): 144-150

#### 藜蒿茎抑制黄嘌呤氧化酶活性成分提取条件优化及其成分分析

Optimization of Extraction Conditions of Anti-xanthine Oxidase Active Compounds from *Artemisia selengensis* Turcz Stems and Its Components Analysis

食品工业科技. 2020, 41(2): 108-114

#### 响应面结合主成分分析优化面片配方

Optimization of Instant Dough Slice Formula by Response Surface-Principal Component Analysis

食品工业科技. 2021, 42(21): 197-204

#### 响应面法优化磨盘柿果胶的提取工艺

Optimization of Extraction Process of Pectin from Mopan Persimmon by Response Surface Method

食品工业科技. 2018, 39(13): 167-172

#### 制糖脱钙树脂再生工艺的响应面法优化

Optimization of the regeneration process of decalcification resins in sugar industry by response surface method

食品工业科技. 2017(12): 243-247



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

林毅, 黄梅, 吴桂苹, 等. 响应面法优化熏干草果油树脂提取工艺及成分分析 [J]. 食品工业科技, 2022, 43(1): 163-171. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2021040002

LIN Yi, HUANG Mei, WU Guiping, et al. Optimization of Extraction Process and Component Analysis of Oleoresin from Smoked *Amomum tsaoko* by Response Surface Methodology[J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(1): 163-171. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2021040002

· 工艺技术 ·

# 响应面法优化熏干草果油树脂提取工艺及成分分析

林毅<sup>1,2,3</sup>, 黄梅<sup>2,3,4</sup>, 吴桂苹<sup>2,3,\*</sup>, 徐飞<sup>2,3</sup>, 和俊才<sup>5</sup>, 友胜军<sup>5</sup>, 高鹏慧<sup>6</sup>, 刘霖娜<sup>6</sup>, 侯梅芳<sup>1,\*</sup>, 谷凤林<sup>2,3</sup>

(1.上海应用技术大学, 生态技术与工程学院, 上海 201418;

2.中国热带农业科学院香料饮料研究所, 海南万宁 571533;

3.海南省特色热带作物适宜性加工与品质控制重点实验室, 海南万宁 571533;

4.宁夏大学食品与葡萄酒学院, 宁夏银川 750021;

5.怒江绿色香料产业研究院, 云南怒江 673200;

6.怒江州农村科技与生产力促进中心, 云南怒江 673200)

**摘要:**为获得熏干草果(SDAT)油树脂提取的最佳工艺条件,以提取溶剂、提取温度、料液比、提取时间和细度为影响因素,在单因素实验的基础上,应用Box-Behnken方法进行三因素三水平的实验设计,以SDAT油树脂提取得率为响应值,运用响应面法(RSM)对提取条件进行进一步的优化。并采用GC-TOF-MS对SDAT油树脂成分进行检测分析。结果表明,SDAT油树脂的最佳工艺条件为:提取温度75℃,料液比1:20(g/mL),提取时间7h。回归方程预测SDAT油树脂得率理论值可达9.57%,3次验证实验的平均得率为9.48%,预测值与实际结果接近。采用GC-TOF-MS对SDAT油树脂成分进行检测分析,鉴定出化合物成分有58种,分别是醇类(31.59%)、醛类(21.13%)、烯类(1.23%)、酮类(1.56%)、酯类(2.38%)、酚类(0.79%),主要化合物有1,8-桉叶醇(9.28%)、 $\alpha$ -蒎品醇(3.55%)、香叶醇(8.4%)、反式柠檬醛(5.78%)、2-甲基-3-苯基丙醛(6.33%)等。通过SDAT油树脂最佳工艺的确定,检测出的成分主要集中在醇类和醛类,这为后期草果油树脂的营养成分以及生物活性提供理论依据。

**关键词:**熏干草果油树脂,加热回流法,响应面法,气相色谱-飞行时间质谱仪,成分分析

中图分类号:TS224

文献标识码:B

文章编号:1002-0306(2022)01-0163-09

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2021040002



本文网刊:

## Optimization of Extraction Process and Component Analysis of Oleoresin from Smoked *Amomum tsaoko* by Response Surface Methodology

LIN Yi<sup>1,2,3</sup>, HUANG Mei<sup>2,3,4</sup>, WU Guiping<sup>2,3,\*</sup>, XU Fei<sup>2,3</sup>, HE Juncai<sup>5</sup>, YOU Shengjun<sup>5</sup>, GAO Penghui<sup>6</sup>, LIU Linna<sup>6</sup>, HOU Meifang<sup>1,\*</sup>, GU Fenglin<sup>2,3</sup>

(1.School of Ecological Technology and Engineering, Shanghai Institute of Technology, Shanghai 201418, China;

2.Spice and Beverage Research Institute, Chinese Academy of Tropical Agriculture Science, Wanning 571533, China;

3.Key Laboratory of Processing Suitability and Quality Control of the Special

Tropical Crops of Hainan Province, Wanning 571533, China;

收稿日期: 2021-04-02

基金项目: 云南省怒江州产业扶贫科技示范项目(2020CY007);中国热带农业科学院基本科研业务费专项项目(1630142020017);云南省科协谷凤林专家工作站项目。

作者简介: 林毅(1994-),男,硕士研究生,研究方向:植物资源高值化利用,E-mail:2418115548@qq.com。

\*通信作者: 吴桂苹(1981-),女,硕士,副研究员,研究方向:调味品加工技术,E-mail:guiping81@163.com。

侯梅芳(1976-),女,博士,教授,研究方向:生态环境修复,E-mail:mfhou@sit.edu.cn。

4.School of Food and Wine, Ningxia University, Yinchuan 750021,China;

5.Nujiang Green Spice Industry Research Institute, Nujiang 673200, China;

6.Nujiang Prefecture Rural Science and Technology Productivity Promotion Center, Nujiang 673200, China)

**Abstract:** In order to obtain the best extraction process of smoked *Amomum tsaoko*(SDAT) oleoresin, the extraction solvent, extraction temperature, solid-liquid ratio, extraction time and particle size were regarded as the influence factors. On the basis of single factor experiment, the experimental design of three factors and three levels was used by Box-Behnken central composite method, according to the extraction rate of SDAT oleoresin as the response value, and the extraction conditions were further optimized by response surface methodology(RSM). The results showed that the optimum process conditions of SDAT oleoresin was as follows: Anhydrous methanol as solvent, extraction temperature was 75 °C, solid-liquidratio was 1:20(g/mL), extraction time was 7 h and particle size was 80 mesh. The regression equation predicted that the theoretical extraction rate of SDAT could reach 9.57%, the average extraction rate of the three validation experiments was 9.48%, and the predicted value was close to the actual result. And 58 compounds were identified by GC-TOF-MS, including alcohols(31.59%), aldehydes(21.13%), alkenes(1.23%), ketones(1.56%), esters(2.38%) and phenols(0.79%), 1,8-eucalyptol(9.28%),  $\alpha$ -terpineol(3.55%), gera-niol(8.4%), trans citral(5.78%), 2-methyl-3-phenylpropanal(6.33%), etc. Through the determination of the best process of SDAT oleoresin, the detected components are mainly concentrated in alcohols and aldehydes, which provides a theoretical basis for the nutritional components and biological activity of grass fruit oleoresin in the later stage.

**Key words:** smoked *Amomum tsaoko*; heating reflux method; response surface method; GC-TOF-MS; component analysis

草果(*Amomum tsaoko* Crevost et Lemarie), 姜科豆蔻属多年生草本植物, 又称草果子、草果仁<sup>[1]</sup>, 主要分布于我国的云南、广西、贵州等地区, 种植范围达到全国 90% 以上<sup>[2]</sup>。在《本草品汇精要》中记载, 草果形状犹如橄榄, 皮较薄且颜色为紫色, 果仁和缩砂仁相似, 全株具有辛香气, 喜在阴蔽、潮湿、土壤肥沃的环境中生长<sup>[3]</sup>。草果主要作为香辛料调味品, 属于药食同源, 不仅可以去除肉食腥、膻味, 增加食品的香气风味, 还兼具调节胃肠功能、降脂减肥、降血糖、抗氧化、抗肿瘤、防霉和抗炎镇痛等功效<sup>[4]</sup>。熏干草果(SDAT)主要是以成熟草果鲜果为原料, 对草果鲜果淋喷后采用传统柴火加热房烘干<sup>[5]</sup>, 得到表面黑红色 SDAT。制备 SDAT 油树脂, 其风味和香气成分要高于 SDAT 原料, 并且 SDAT 油树脂包含了草果挥发油, 且香气比挥发油更加丰富, 又含有不易挥发的色素等成分<sup>[6]</sup>, 使用范围比挥发油广。

近些年, 随着草果产量的增大, 其贮藏和运输成本不断增加, 因此, 将草果鲜果采用熏干的处理方式进行加工干燥, 以便于贮藏和运输草果, 从而降低草果生产成本。同时熏干的加工方式也会对草果化学成分的种类及含量产生不同的影响, 有助于增加草果的香气风味。胡智慧等<sup>[6]</sup>研究表明, 在熏干处理中, 草果的化学成分的种类及含量比鲜果高。因此, 人们对不同香辛料植物的油树脂进行提取, 但尚未见直接以熏干处理后的草果为原料提取油树脂的研究报道。目前, 针对油树脂的报道主要有 DEVANI 等<sup>[7]</sup>研究了超临界二氧化碳萃取洋葱油树脂的工艺优化。OLUSEGUM 等<sup>[8]</sup>等采用加热回流法提取辣椒油树脂的工艺优化。吴桂苹等<sup>[9]</sup>采用超声波-微波辅助溶剂对胡椒鲜果油树脂进行工艺研究。因此, 本实验以 SDAT 为原料, 采用热回流法提取草果油树脂, 并对其工艺进行响应面优化, 以及对优化后的

SDAT 油树脂化合物成分进行分析鉴定, 为开发 SDAT 附加值产品及深加工产业升级提供了理论基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

熏干草果原料 购自云南怒江州, 采用物料粉碎机将 SDAT 粉碎成不同粒径备用; 无水甲醇、无水乙醇、丙酮、乙酸乙酯、石油醚、正己烷、二氯甲烷、无水硫酸钠 均为分析纯。

YF-1000 物料粉碎机 瑞安市永利制药机械有限公司; ME4002E 电子天平 上海梅特勒—托利多仪器有限公司; SHZ-D 真空抽滤装置 巩义予华仪器有限公司; RV10 D S25 高效旋转蒸发仪 广州仪科科技有限公司; 7890B-LECO 气相色谱-飞行时间质谱仪 美国安捷伦科技有限公司。

### 1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理 整粒熏干草果粉碎过筛, 测得水分含量为 11.7%, 分别收集 20、40、60、80 目数的粉末样品待测。

1.2.2 油树脂提取工艺 参照包振伟等<sup>[10]</sup>方法, 并稍作修改, 精密称取 20.00 g 的 SDAT 粉末样品, 置于圆底烧瓶中, 进行热回流实验, 然后进行过滤, 旋转蒸发去除溶剂, 直至不再有溶剂旋蒸出为止, 然后冷却称其质量并计算得率。每组实验平行三次。以 SDAT 油树脂得率为考察指标, 进行工艺优化。油树脂得率的计算公式:

$$\text{油树脂得率(\%)} = \frac{\text{SDAT 油树脂质量(g)}}{\text{SDAT 粉末质量(g)}} \times 100$$

1.2.3 单因素实验 通过单因素实验, 考察提取溶剂、提取温度、料液比, 提取时间、细度五个因素对 SDAT 油树脂提取得率的影响。提取条件: 保持提取

温度 65 ℃, 料液比为 1:10 g/mL、提取时间为 3 h、细度为 20 目的条件不变, 比较不同提取溶剂(无水甲醇、无水乙醇、丙酮、乙酸乙酯、石油醚和正己烷)对熏干草果油树脂得率的影响。保持提取温度为无水甲醇、料液比为 1:10 g/mL、提取时间为 3 h、细度为 20 目的条件不变, 比较不同提取温度(65、70、75 和 80 ℃)对熏干草果油树脂得率的影响。保持提取溶剂为无水甲醇、提取温度为 75 ℃, 提取时间为 3 h、细度为 20 目的条件不变, 比较不同料液比(1:10、1:15、1:20 和 1:25 g/mL)对熏干草果油树脂得率的影响。保持提取溶剂为无水甲醇、提取温度为 75 ℃、料液比为 1:20 g/mL, 比较提取时间(3、5、7 和 9 h)对熏干草果油树脂得率的影响。保持提取溶剂为无水甲醇、提取温度为 75 ℃、料液比为 1:20 g/mL, 提取时间 7 h), 比较细度(20、40、60 和 80 目)对熏干草果油树脂得率的影响。根据以上单因素条件, 进行熏干草果油树脂的提取。

1.2.4 响应面试验 根据单因素实验结果, 利用 Design Expert 8.0.5 软件进行响应面试验设计, 把 SDAT 油树脂的提取温度、料液比、提取时间作为响应面的三个实验因素, 并且根据响应面的分析方法, 优化三因素三水平提取草果油树脂的工艺, 并综合考虑草果油树脂得率对草果油树脂提取工艺的影响, 实验因素与水平见表 1。

表 1 Box-Behnken 实验的因素水平  
Table 1 Factor and level of Box-Behnken experiment

| 因素          | 水平   |      |      |
|-------------|------|------|------|
|             | -1   | 0    | 1    |
| A 提取温度(℃)   | 70   | 75   | 80   |
| B 料液比(g/mL) | 1:15 | 1:20 | 1:25 |
| C 提取时间(h)   | 5    | 7    | 9    |

### 1.3 SDAT 油树脂风味物质分析鉴定

1.3.1 样品测定 将 SDAT 油树脂用二氯甲烷稀释 50 倍, 经无水硫酸钠脱除水分, 用 0.45 μm 孔径尼龙膜过滤于气相色谱专用小瓶中, 用于 GC-TOF-MS 分析。GC-TOF-MS 分析条件: 参照吴桂莘等<sup>[11]</sup>方法, 并稍作修改。

1.3.2 GC 分析条件 色谱柱为 DB-WAX, 30 m×0.25 mm×0.25 μm, 载气为氦气, 流速为 1.0 mL/min; 升温程序为 50 ℃ 保持 0.2 min, 以 4 ℃/min 的速率升至 90 ℃, 以 2 ℃/min 的速率升至 160 ℃, 20 ℃/min 的速率升至 220 ℃, 保持 2 min; 进样口温度为 250 ℃; 解析 5 min; 进样量 1.0 μL, 不分流, 溶剂延迟 360 s。

1.3.3 TOF-MS 分析条件 EI 离子源, 电离能量: 70 eV, 离子源温度: 200 ℃; 传输线温度: 250 ℃, 质量数扫描范围: 35~450 m/z, 采集速率: 10 spec/s, 溶剂延迟 300 s。通过 Mainlib 和 Replib 谱库检索数据, 采用峰面积归一化法计算各化合物的相对百分比含量。

### 1.4 数据处理

所有数据用 Excel, Origin8.6, SPSS23.0, Design Expert8.0.5 软件处理, 通过模型方程的决定系数  $R^2$  及方差进行分析判定, 统计显著性和回归系数显著性由  $F$  值来检测,  $P$  值取 0.05、0.01 两个不同水平。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素实验分析

2.1.1 不同溶剂对 SDAT 油树脂得率的影响 由图 1 可知, SDAT 中的不同溶剂提取油树脂得率具有明显差异, 其中, SDAT 油树脂在不同提取溶剂中的提取得率依次为: 无水甲醇(6.48%)>无水乙醇(5.68%)>丙酮(4.53%)>乙酸乙酯(4.23%)>石油醚(1.42%)>正己烷(1.18%)。当提取溶剂为无水甲醇时, SDAT 油树脂的提取得率最高, 其次为无水乙醇。但是, 提取溶剂为石油醚和正己烷时, 油树脂的提取得率最低。因为溶剂的极性具有不同的强度, 当溶剂的极性越强时, 提取物中原料的溶解能力越强, 从而导致 SDAT 油树脂的提取得率越高, 并且极性较强的溶剂更易提取不挥发性成分。如树脂、脂肪、抗氧化剂、色素等<sup>[12-13]</sup>。因此, 后续单因素实验均选取无水甲醇为提取溶剂。

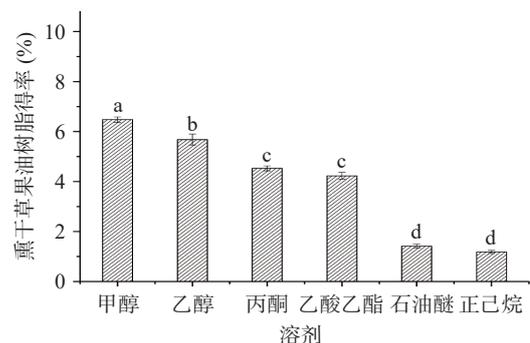


图 1 提取溶剂对草果油树脂得率的影响

Fig.1 Effect of extraction solvent on the yield of *Amomum tsaoko* oleoresin

注: 不同字母表示差异显著,  $P < 0.05$ , 图 2~图 5 同。

2.1.2 提取温度对 SDAT 油树脂得率的影响 由图 2 可知, 随着提取温度的升高, SDAT 油树脂得率呈先增加后缓慢下降的趋势, 当温度从 65 ℃ 上升到 70 ℃

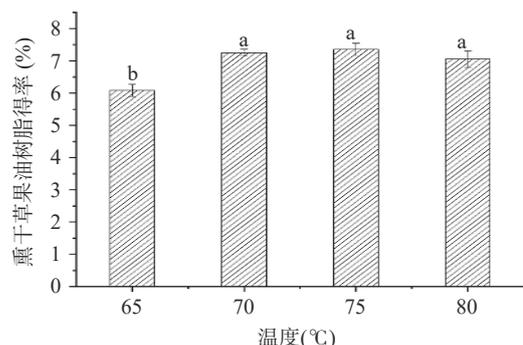


图 2 温度对草果油树脂得率的影响

Fig.2 Effects of extraction temperature ratio on yield of *Amomum tsaoko* oleoresin

时,SDAT 油树脂的提取得率从 6.08% 上升到 7.25%, 然后温度继续从 75 °C 上升到 80 °C 时,SDAT 油树脂的提取得率从 7.35% 下降至 7.28%。当提取温度为 75 °C 时,SDAT 油树脂的得率达到最高。这是因为随着温度的初步上升,溶剂流速和传质速度会随着温度升高而增大,导致 SDAT 粉中物质更易溶于无水甲醇中<sup>[14]</sup>,从而使 SDAT 油树脂得率增加。但是随着温度不断的升高后,油树脂得率呈下降趋势。这是因为随着温度持续升高,油树脂中部分成分由于温度较高,造成成分挥发损失<sup>[15]</sup>,导致 SDAT 油树脂得率下降。在实际的生产过程中,应该适当选取提取温度,因为当温度过高时,提取溶剂易沸腾,造成一定的安全隐患以及 SDAT 油树脂的提取得率下降,因此后续单因素实验的选取提取温度为 75 °C。

**2.1.3 料液比对草果油树脂得率的影响** 由图 3 可知,当 SDAT 油树脂的提取溶剂过多或者不足时,都会给提取得率造成一定的影响。料液比对 SDAT 油树脂得率存在显著性影响( $P<0.05$ )。当料液比增加到 1:20 g/mL 时,SDAT 油树脂的得率为 9.57%, 然后继续将料液比的体积至 1:25 g/mL 时,SDAT 油树脂的得率下降至 8.98%。结果显示,随着料液比的增加,草果的油树脂乳状液得率呈现先增加后下降的趋势,料液比为 1:20 g/mL 时,SDAT 油树脂得率达到最高。由于料液比增大,固体基质到溶剂的传质速率就会越快<sup>[16]</sup>。溶剂过少,SDAT 粉易在萃取过程中结块,溶剂无法穿透植物的细胞壁,导致油树脂得率降低,但是过量溶剂会造成溶剂油树脂扩散速度减慢,所以,当料液比过高时,主要传质应该限制在料液比范围内,从而减少溶剂使用率和实验成本<sup>[17]</sup>,因此后续单因素实验的选取料液比为 1:20 (g/mL)。

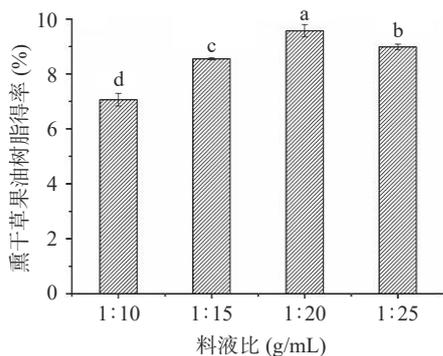


图 3 料液比对草果油树脂得率的影响

Fig.3 Effects of solid to solvent ratio on yield of *Amomum tsaoko* oleoresin

**2.1.4 提取时间对草果油树脂得率的影响** 由图 4 结果显示可知,提取时间也是影响 SDAT 油树脂得率的重要因素之一,不同提取时间下草果油树脂的得率存在显著性差异( $P<0.05$ )。当提取时间从 3~5 h 时,SDAT 油树脂的提取得率呈缓慢上升阶段,SDAT 油树脂的提取得率从 6.20% 增加到 7.05%。这可能由于 SDAT 粉表面的快速溶解的结果<sup>[18]</sup>。当

在 7 h 时,SDAT 油树脂的提取得率达到 7.10%, 此时得率最高。因为 SDAT 粉与溶剂充分接触,油树脂得率达到最高。当提取时间达到 9 h 时,其得率为 6.40%, 随着继续延长提取时间,SDAT 油树脂的提取得率下降,这可能说明 SDAT 中的成分大多数已经被完全提取,因为提取时间越长,部分油树脂成分受到破坏,导致成分损失,造成 SDAT 油树脂得率提取得率呈现下降趋势。因此,选择最佳的提取时间是可以保证 SDAT 粉中的成分可以从植物基质中扩散出来,从而避免生物活性物质的降解<sup>[19]</sup>。所以,因此后续单因素实验的选取提取时间为 7 h。

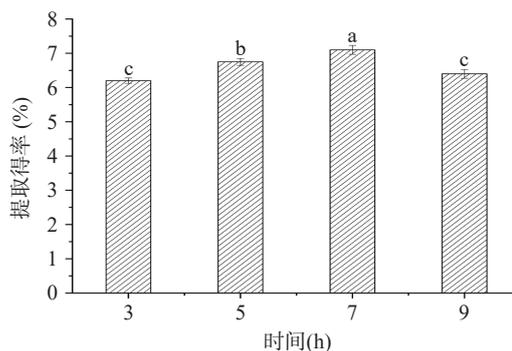


图 4 提取时间对草果油树脂得率的影响

Fig.4 Effects of extraction time on yield of *Amomum tsaoko* oleoresin

**2.1.5 细度对草果油树脂得率的影响** 由图 5 可知,当草果粉的细度在 20~40 目时,得率最高仅有 6.53%, 这可能是由于草果粉没有充分粉碎,不利于有效物质提取,从而造成提取得率偏低。随着细度的增大,SDAT 油树脂的得率不断增加。在 SDAT 粉细度达到 80 目时,SDAT 油树脂得率达到 7.55%, 此时油树脂得率最大。原料细度对草果油树脂得率存在显著性差异( $P<0.05$ )。这可能因为原料的细度越大时,提取溶剂可以与提取原料的表面积更加充分的接触,植物的细胞壁破坏程度就越高,溶剂的穿透能力增大,有效物质更易提取,从而提高油树脂的得率。由于草果自身硬度较硬,无法粉碎更大粒径过 100 目筛。周雪敏等<sup>[19]</sup>的研究表明,胡椒油树脂在提取时,随着粒径的不断增大,其油树脂的得率也在不

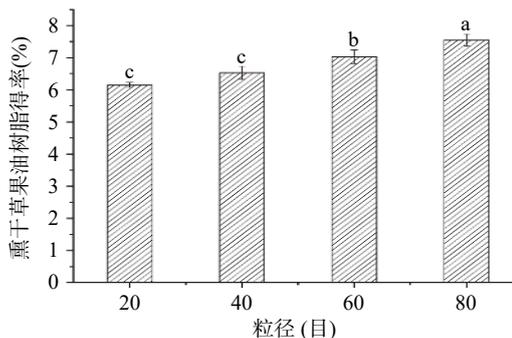


图 5 原料细度对草果油树脂得率的影响

Fig.5 Effects of particle size on yield of *Amomum tsaoko* oleoresin

断增加,柳中等<sup>[20]</sup>研究表明,白胡椒油树脂依然是随着粒径的目数增加,其油树脂的得率也不断增加,这和本文的研究一致。所以,因此单因素实验的选取 SDAT 粉为 80 目。

## 2.2 响应面试验结果

2.2.1 试验设计与结果 Box-Behnken 进行三因素三水平的试验设计,考察提取温度(A)、料液比(B)、提取时间(C)对 SDAT 油树脂得率的影响,试验设计及结果见表 2。

表 2 Box-Behnken 试验设计及结果  
Table 2 Design and results of Box-Behnken

| 序号 | A温度 | B料液比 | C时间 | 得率(%) |
|----|-----|------|-----|-------|
| 1  | -1  | 1    | 0   | 7.67  |
| 2  | -1  | 0    | -1  | 6.52  |
| 3  | 0   | 0    | 0   | 9.55  |
| 4  | 0   | 1    | -1  | 7.8   |
| 5  | 1   | 1    | 0   | 8.32  |
| 6  | 0   | 1    | 1   | 7.65  |
| 7  | 1   | 0    | 1   | 8.17  |
| 8  | 1   | 0    | -1  | 8.47  |
| 9  | 0   | -1   | -1  | 6.93  |
| 10 | 0   | 0    | 0   | 9.33  |
| 11 | 0   | 0    | 0   | 9.45  |
| 12 | 0   | 0    | 0   | 9.26  |
| 13 | 0   | -1   | 1   | 6.53  |
| 14 | -1  | 0    | 1   | 6.52  |
| 15 | 1   | -1   | 0   | 8.42  |
| 16 | 0   | 0    | 0   | 9.56  |
| 17 | -1  | -1   | 0   | 6.73  |

对回归方程进行显著性检验分析,结果如表 3 所示。由表 3 可以看出,该模型极显著( $P<0.001$ ),失拟项不显著( $P=0.0787>0.05$ ),通过数据表明,回归方程的拟合度较好,模型实验的误差不显著。因此,可以将回归方程作为油树脂得率预测与分析的依据。得到的多元二次回归模型为:SDAT 油树脂得率 $=9.43+0.77A-0.38B-0.11C-0.31AB-0.075AC+$

表 3 响应面试验结果的方差分析

Table 3 Variance analysis of response surface

| 来源             | 平方和   | 自由度 | 均方    | F值    | P值      | 显著性 |
|----------------|-------|-----|-------|-------|---------|-----|
| Model          | 20.58 | 9   | 2.29  | 48.27 | <0.0001 | **  |
| A-温度           | 4.71  | 1   | 4.71  | 99.46 | <0.0001 | **  |
| B-料液比          | 1.15  | 1   | 1.15  | 24.22 | 0.0017  | *   |
| C-时间           | 0.09  | 1   | 0.09  | 1.91  | 0.2099  |     |
| AB             | 0.38  | 1   | 0.38  | 8.11  | 0.0247  | *   |
| AC             | 0.023 | 1   | 0.023 | 0.47  | 0.5129  |     |
| BC             | 0.016 | 1   | 0.016 | 0.33  | 0.5838  |     |
| A <sup>2</sup> | 2.38  | 1   | 2.38  | 50.15 | 0.0002  | *   |
| B <sup>2</sup> | 3.75  | 1   | 3.75  | 79.15 | <0.0001 | **  |
| C <sup>2</sup> | 6.67  | 1   | 6.67  | 140.8 | <0.0001 | **  |
| 残差             | 0.33  | 7   | 0.047 |       |         |     |
| 失拟项            | 0.26  | 3   | 0.087 | 4.93  | 0.0787  |     |
| 纯误差            | 0.071 | 4   | 0.018 |       |         |     |
| 总和             | 20.92 | 16  |       |       |         |     |

注: \* $P<0.05$ , 差异显著; \*\* $P<0.0001$ , 差异极显著。

$0.063BC-0.75A^2-0.94B^2-1.26C^2$ , 其中模型的 A、B<sup>2</sup>、C<sup>2</sup> 为极显著 ( $P<0.0001$ ), B、A<sup>2</sup>、AB 为显著 ( $P<0.05$ )。由提取温度(A)、料液比(B)、提取时间(C)3 个影响因素的 F 值可知,各单因素对草果油树脂得率影响的大小依次为: A>B>C;交互项对草果油树脂得率影响的大小依次为 AB>AC>BC。模型中回归方程的相关系数  $R^2=0.9841$ , 说明模型精确度高,可准确地对试验结果进行预测和分析,变异系数 C.V.%=2.71,表明试验结果与真实值存在 2.71% 的偏差,模型可靠性较高。调整系数  $R^2_{adj}=0.9638$ ,说明通过调整系数可以较好的解释 96.38% 的响应值变化,从而论证了回归方程的拟合度良好,精确度较高,实验误差不显著,重复性好的优点。

2.2.2 各因素间的相互作用 利用 Design Expert 绘制因子间的响应曲面图,对拟合的响应面形状进行分析,以及各因素之间的交互作用对 SDAT 油树脂得率的影响,其响应曲面见图 6。

2.2.3 SDAT 油树脂的响应面图分析 在响应面中,最高点就是等高线图的最小椭圆的圆心,并且响应面图中的陡峭形状反应两两因素之间交互作用对响应值的变化情况。当响应面图的曲面越陡峭,两两因素的交互作用就越明显。相反,当响应面图的曲面越平缓,两两因素的交互作用就越不显著,等高线的形状就越趋于椭圆形,表明两个因素之间交互作用显著,反之则不显著<sup>[21]</sup>。由图 6 可知,各图均开口向下,凸形曲面,都存在极值。AB 的交互作用对响应值影响较大,整个曲面陡峭程度较为明显,等高线的形状也接近椭圆,从而说明两两因素的交互作用较为显著。由图 6a 可知,提取温度对 SDAT 油树脂得率的影响大于料液比;由图 6b 可知,提取温度对 SDAT 油树脂得率的影响大于提取时间;由图 6c 可知,料液比对 SDAT 油树脂得率的影响大于提取时间。因此,各因素影响 SDAT 油树脂得率依次为 A(提取温度)>B(料液比)>C(提取时间),其结果与方差分析结果相同,证明了该模型可靠性高。

2.2.4 验证试验 通过 Design-Expert 8.0.6 对回归方程求解,得出 SDAT 油树脂提取最佳条件:提取温度为 76.11 °C,料液比为 21.11 g/mL,提取时间为 6.73 h。在此条件下 SDAT 油树脂得率的理论值为 9.57%。考虑实际操作可行性,将最佳工艺条件修正为:提取温度 75 °C,料液比为 1:20 g/mL,提取时间为 7 h。经三次平行试验验证,SDAT 油树脂平均得率为 9.48%,结果与理论值相差不大,由此表明试验模型可靠,实验结果理想。

## 2.3 草果油树脂的 GC-TOF-MS 分析

对最佳工艺条件提取 SDAT 油树脂进行 GC-TOF-MS 分析,其总离子流图如图 7 所示。经质谱工作站检索、人工谱图解析,并查对有关质谱图集资料<sup>[22]</sup>,鉴定 SDAT 草果油树脂中的化学成分,用峰面积归一化法计算各组分的相对百分含量,结果如表 4 所示。

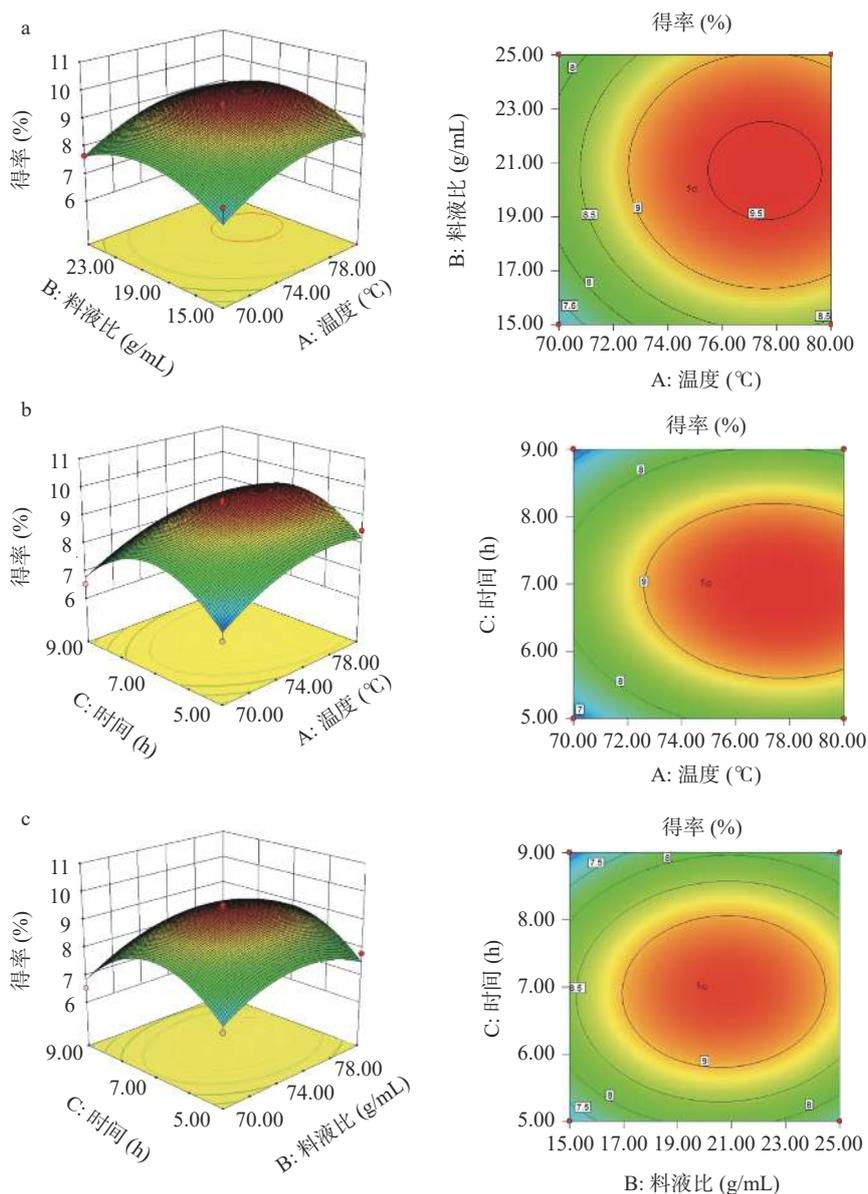


图6 因素间交互作用对熏干草果油树脂得率影响的响应面图和等高线图

Fig.6 Response surface and contour of interaction effects of factors on smoked *Amomum tsaoko*

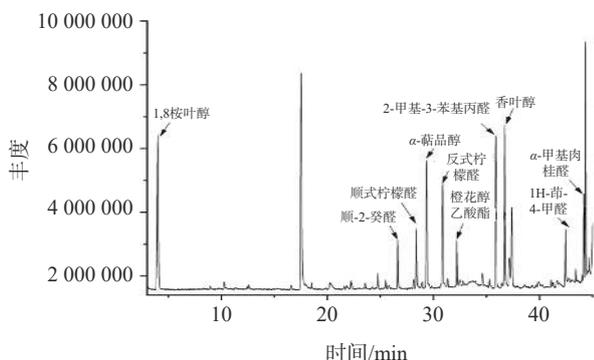


图7 草果油树脂挥发性风味物质 GC-TOF-MS 总离子流图

Fig.7 The TIC of volatile flavor substances extracted from smok *Amomum tsaoko* by GC-TOF-MS

由表4可知,采用GC-TOF-MS对草果油树脂中的香气成分进行检测分析,共鉴定出58种香气成分。主要包括醇类(23种)、醛类(13种)、烯类(4种)、酮类(6种)、酯类(7种)、酚类(5种)。

由表4和图7可知,草果油树脂中,醇类占总化合物相对含量的31.59%、醛类占21.13%、烯类占1.23%、酮类占1.56%、酯类占2.38%、酚类占0.79%。其主要化合物成分相对含量最高的有1,8桉叶醇(9.28%)、香叶醇(8.4%)、反式柠檬醛(5.78%)、2-甲基-3-苯基丙醛(6.33%)、 $\alpha$ -萜品醇(3.55%)等,相对含量较高的还有顺式柠檬醛(2.70%)、 $\alpha$ -甲基肉桂醛(1.46%)、顺-2-癸醛(1.44%)、橙花醇乙酸酯(1.40%)等。其中大多数成分可在临床上用于治疗呼吸道疾病以及具有抗炎、抗氧化、抗肿瘤等药理作用<sup>[23-24]</sup>。

### 3 结论

本研究采用加热回流提取技术对SDAT油树脂进行提取,通过不同溶剂提取熏干草果油树脂,采用响应面试验对提取时间、料液比、提取温度三个重要变量进行了工艺优化,得到了SDAT油树脂的最佳

表 4 SDAT 油树脂的化合物成分

Table 4 The aroma components of smok *Amomum tsaoko* oleoresin

| 序号 | 分类 | 中文名称                          | 化学式  | CAS         | 相对峰面积(%) |
|----|----|-------------------------------|--|-------------|----------|
| 1  |    | (S)-1,2-丙二醇                   | C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>   | 4254-15-3   | 0.27     |
| 2  |    | 4,8-二甲基-1,7-壬二烯-4-醇           | C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O              | 17920-92-2  | 0.20     |
| 3  |    | 1,7-辛二烯-3-醇                   | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 22460-59-9  | 0.20     |
| 4  |    | 2,3-萘烷二醇                      | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub> | 18680-27-8  | 2.96     |
| 5  |    | 反式-2-癸烯-1-醇                   | C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O              | 22104-80-9  | 0.21     |
| 6  |    | $\beta$ -桉叶醇                  | C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O              | 473-15-4    | 0.27     |
| 7  |    | 3-癸炔-2-醇                      | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 69668-93-5  | 0.38     |
| 8  |    | 2-十一烯-1-醇                     | C <sub>13</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub> | 100288-67-3 | 0.37     |
| 9  |    | $\alpha$ -萜品醇                 | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 98-55-5     | 3.55     |
| 10 |    | 己二醇                           | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 15537-55-0  | 0.17     |
| 11 |    | 己烷-3-醇                        | C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O              | 3310-02-9   | 0.30     |
| 12 | 醇  | 双环壬烷-2,9-二醇                   | C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>  | 14690-19-8  | 0.11     |
| 13 |    | 1,8桉叶醇                        | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 470-82-6    | 9.28     |
| 14 |    | 香叶醇                           | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 106-24-1    | 8.40     |
| 15 |    | 芳樟醇                           | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 78-70-6     | 0.26     |
| 16 |    | 顺-3,7,11-三甲基-1,6,10-十二碳三烯-3-醇 | C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O              | 142-50-7    | 2.10     |
| 17 |    | (R)-1,2-丙二醇                   | C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>   | 4254-14-2   | 0.33     |
| 18 |    | 萜烯醇                           | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 562-74-3    | 0.41     |
| 19 |    | 反式-2,6-二甲基-2,6-辛二烯-1,8-二醇     | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub> | 26488-97-1  | 1.08     |
| 20 |    | 反-2-十一烯醇                      | C <sub>11</sub> H <sub>22</sub> O              | 75039-84-8  | 0.14     |
| 21 |    | 2,3-丁二醇                       | C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>  | 513-85-9    | 0.43     |
| 22 |    | 2,4-十一二烯-1-醇                  | C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O              | 77657-78-4  | 0.08     |
| 23 |    | 香茅醇                           | C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O              | 106-22-9    | 0.09     |
| 24 |    | 1H-萜-4-甲醛                     | C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O              | 51932-70-8  | 1.38     |
| 25 |    | 反式柠檬醛                         | C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O              | 141-27-5    | 5.78     |
| 26 |    | 顺-2-癸醛                        | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 2497-25-8   | 1.44     |
| 27 |    | 2-十二烯醛                        | C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O              | 20407-84-5  | 0.40     |
| 28 |    | 反式-2-辛烯醛                      | C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O               | 2548-87-0   | 0.39     |
| 29 |    | 甲基肉桂醛                         | C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O              | 101-39-3    | 1.46     |
| 30 | 醛  | 羧乙醛                           | C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>   | 141-46-8    | 0.16     |
| 31 |    | 对丙基苯甲醛                        | C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O              | 28785-06-0  | 0.27     |
| 32 |    | 2-甲基-3-苯基丙醛                   | C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O              | 5445-77-2   | 6.33     |
| 33 |    | 庚醛                            | C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O               | 111-71-7    | 0.11     |
| 34 |    | 顺式柠檬醛                         | C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O              | 106-26-3    | 2.70     |
| 35 |    | 辛醛                            | C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O               | 124-13-0    | 0.26     |
| 36 |    | 正戊醛                           | C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O               | 110-62-3    | 0.45     |
| 37 |    | 1,6-环癸二烯                      | C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>                | 317819-80-0 | 0.12     |
| 38 | 烯  | 1,4-戊二烯                       | C <sub>8</sub> H <sub>14</sub>                 | 756-02-5    | 0.14     |
| 39 |    | 1,4-过氧-p-薄荷-2-烯               | C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub> | 512-85-6    | 0.13     |
| 40 |    | 反式-1,2-环氧-p-薄荷-8-烯            | C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O              | 4959-35-7   | 0.84     |
| 41 |    | 3-甲基-2-(5H)-呋喃酮               | C <sub>5</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>   | 22122-36-7  | 0.12     |
| 42 |    | 2-羟基-丁酸酮                      | C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>   | 19444-84-9  | 0.23     |
| 43 | 酮  | 2,4-二甲基-3-庚酮                  | C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O               | 18641-71-9  | 0.02     |
| 44 |    | 4-甲基-2(5H)-呋喃酮                | C <sub>5</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>   | 6124-79-4   | 0.09     |
| 45 |    | 甲基庚烯酮                         | C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O               | 110-93-0    | 0.21     |
| 46 |    | 3-双环庚烯-2-酮                    | C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O                | 19093-11-9  | 0.23     |
| 47 |    | (E)-乙酸癸酯                      | C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub> | 2497-23-6   | 0.66     |
| 48 |    | 橙花醇乙酸酯                        | C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub> | 141-12-8    | 1.40     |
| 49 | 酯  | 4-乙氧基丁内酯                      | C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>  | 1126-51-8   | 0.30     |
| 50 |    | $\gamma$ -丁内酯                 | C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>   | 96-48-0     | 0.51     |
| 51 |    | 柠檬酸二甲酯                        | C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>  | 617-54-9    | 0.02     |
| 52 |    | 十三酸甲酯                         | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 1731-88-0   | 0.06     |
| 53 |    | 异丁酸异丙酯                        | C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>  | 617-50-5    | 0.09     |

续表 4

| 序号 | 分类 | 中文名称       | 化学式   | CAS      | 相对峰面积(%) |
|----|----|------------|---|----------|----------|
| 54 |    | 对甲苯酚       | C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O               | 106-44-5 | 0.04     |
| 55 |    | 2,6-二甲氧基苯酚 | C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub> | 91-10-1  | 0.40     |
| 56 | 酚  | 香芹酚        | C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O             | 499-75-2 | 0.16     |
| 57 |    | 间甲酚        | C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O               | 108-39-4 | 0.10     |
| 58 |    | 麝香草酚       | C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O             | 89-83-8  | 0.09     |
|    |    | 合计         |   |          | 58.68    |

提取条件为:提取温度为 75 ℃,料液比为 1:20 (g/mL),提取时间为 7 h,此时 SDAT 油树脂得率为 9.48%。在最佳的工艺条件下,采用 GC-TOF-MS 对 SDAT 油树脂进行了成分测定。根据测定结果可知,共鉴定出 58 种化合物,相对总含量为 58.68%。其中醇类化合物(31.59%)和醛类化合物(21.13%)的含量最高,占总化合物的 52.72%。并且,在 SDAT 油树脂中的醇类、醛类、烯类、酮类、酯类、酚类的化合物之比分别为 1:0.67:0.04:0.05:0.08:0.03。其中主要化合物相对含量最高的有 1,8 桉叶醇、香叶醇、反式柠檬醛、2-甲基-3-苯基丙醛、 $\alpha$ -萜品醇,分别之比为 1:0.91:0.62:0.68:0.38。提取的油树脂中 1,8 桉叶醇相对含量最高为 9.28%。因此,根据 SDAT 油树脂的提取工艺及成分研究,可以为后期草果油树脂的营养成分以及生物活性提供理论依据,为开发草果附加值产品及深加工产业升级奠定理论基础。

#### 参考文献

- [1] 柳航,王敏,许耶,等.草果化学成分的研究[J].*中成药*, 2020, 42(10): 2648-2651. [LIU Hang, WANG Min, XU Ye, et al. Studies on the chemical constituents of tsaokuo[J]. *Journal of Chinese Medicinal Materials*, 2020, 42(10): 2648-2651.]
- [2] 杨志清,徐绍忠,张薇,等.云南草果茎叶挥发油含量及主要化学成分分析[J].*中药材*, 2019, 42(2): 339-343. [YANG Zhiqing, XU Shaozhong, ZHANG Wei, et al. Analysis on the content and main chemical components of volatile oils from *Amomum tsaoko* stems and leaves in Yunnan Province[J]. *Journal of Chinese Medicinal Materials*, 2019, 42(2): 339-343.]
- [3] 覃慧薇,王元忠,杨美权,等.草果的本草考证[J].*中国实验方剂学杂志*, 2021, 27(6): 139-148. [QIN Huiwei, WANG Yuanzhong, YANG Meiquan, et al. Medicinal textual research of tsaoko fructus[J]. *Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae*, 2021, 27(6): 139-148.]
- [4] 王斌,杨大伟,李宗军.2种槟榔干果风味品质的比较[J].*食品科学*, 2019, 40(12): 245-252. [WANG Bin, YANG Dawei, LI Zongjun. A comparative study on the flavor quality of two kinds of dried areca nut[J]. *Food Science*, 2019, 40(12): 245-252.]
- [5] 王萌. 香辛料油树脂在羊肉产品深加工中的应用研究[D]. 济南: 济南大学, 2014. [WANG Meng. research on application of spice oleoresins in the deep processing of lamb products[D]. Jinan: University of Jinan, 2014.]
- [6] 胡智慧,白佳伟,杨文熙,等.新鲜草果中关键香气成分的分析[J].*食品科学*, 2020, 41(16): 173-178. [HU Zhihui, BAI Jiawei, YANG Wenxi, et al. Analysis of key aroma components in fresh grass and fruits[J]. *Food Science*, 2020, 41(16): 173-178.]
- [7] DEVANI B M, JANI B L, BALANI P C, et al. Optimization of supercritical CO<sub>2</sub> extraction process for oleoresin from rotten onion waste[J]. *Food and Bioproducts Processing*, 2020: 119.287-295.
- [8] OLUSEGUM A O, NOUR H A, ROSLIB M Y, et al. Multi-response optimization and neural network modeling for parameter precision in heat reflux extraction of spice oleoresins from two pepper cultivars(*Piper nigrum*)[J]. *Journal of King Saud University-Science*, 2019, 31(4): 789-797.
- [9] 吴桂革,贾雯,谷凤林,等.超声波-微波辅助溶剂提取胡椒鲜果油树脂的工艺研究[J].*中国调味品*, 2019, 44(5): 124-129. [WU Guiping, JIA Wen, GU Fenglin, et al. Study on the extraction of oleoresin from fresh fruit of piper by ultrasonic and microwave Assisted Solvent[J]. *China Condiment*, 2019, 44(5): 124-129.]
- [10] 包振伟,顾林,白东辉,等.响应面法优化黑胡椒油树脂提取工艺[J].*食品科学*, 2013, 34(14): 17-21. [BAO Zhenwei, GU Lin, BAI Donghui, et al. Optimization of extraction process for black pepper oleoresin using response surface methodology[J]. *Food Science*, 2013, 34(14): 17-21.]
- [11] 吴桂革,谷凤林,朱科学,等.云南怒江草果的微波无溶剂萃取及其挥发性风味物质的 GC-TOF-MS 分析[J].*中国调味品*, 2020, 45(1): 172-179. [WU Guiping, GU Fenglin, ZHU Kexue, et al. Microwave solvent-free extraction and GC-TOF-MS analysis of volatileflavor substances from Nujiang *Amomum tsaoko* in Yunnan[J]. *China Condiment*, 2020, 45(1): 172-179.]
- [12] GUIOMAR M L, ALAN J HÁI, Maribel J F, et al. Oleoresins from *Capsicum* spp: Extraction methods and bioactivity[J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2017, 10(1): 51-76.
- [13] WONG L P, HASMIDA M N, SITI H M S, et al. Optimization of process variables using response surface methodology for tocopherol extraction from *Roselle* seed oil by supercritical carbon dioxide[J]. *Industrial Crops & Products*, 2020, 143: 111886.
- [14] 李萍,石春韬,舒婷,等.索氏提取肉桂油树脂及其纯化前后抑菌活性的比较[J].*中国食品添加剂*, 2017(4): 88-94. [LI P, SHI C T, SHU T, et al. Soxhlet extraction of cinnamon oleoresin and its antibacterial activity comparison before and after purification[J]. *China Food Additives*, 2017(4): 88-94.]
- [15] HOSSEIN M, SEYED M S, FATEMEH E, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of *Moringa peregrina* oil with-response surface methodology and comparison with Soxhlet method[J]. *Industrial Crops & Products*, 2019: 106-116.
- [16] YANG B Y, ZHANG M Y, WENG H Y, et al. Optimization of ultrasound assisted extraction (UAE) of kinsenoside compound from *Anoectochilus roxburghii* (Wall.) Lindl by response surface

- methodology (RSM)[J]. *Molecules*(Basel, Switzerland), 2020, 25(1): 193.
- [ 17 ] CHEN Q Y, DONG W J, WEI C Q, et al. Combining integrated ultrasonic microwave technique with ethanol to maximise extraction of green coffee oil from Arabica coffee beans[J]. *Industrial Crops & Products*, 2020, 151: 112405.
- [ 18 ] OLUWASEUN R A, NOUR H A. Microwave-assisted extraction of phenolics from *Hibiscus sabdariffa* calyces: Kinetic modelling and process intensification[J]. *Industrial Crops & Products*, 2019, 137: 528–535.
- [ 19 ] 周雪敏, 朱科学, 房一明, 等. 黑胡椒油树脂乙醇浸提工艺研究[J]. *中国调味品*, 2016, 41(10): 1–7. [ ZHOU Xuemin, ZHU Kexue, FANG Yiming, et al. Research on ethanol extraction technology of black pepper oleoresin[J]. *Chinese Seasoning*, 2016, 41(10): 1–7. ]
- [ 20 ] 柳中, 李银聪. 索氏法提取白胡椒油树脂的工艺研究[J]. *食品与发酵科技*, 2011, 47(1): 65–67. [ LIU Zhong, LI Yincong. Study on the extraction process of white pepper oleoresin by Soxhlet method[J]. *Food and Fermentation Technology*, 2011, 47(1): 65–67. ]
- [ 21 ] 吴静. 花椒精油的提取工艺、化学成分分析与抗菌活性研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2017. [ WU Jing. Research on extraction and chemical composition of *Zanthoxylum bungeanum* essential oil and its antibacterial activity[D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2017. ]
- [ 22 ] AD R P . Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry[M]. 4th ed. Carol Stream: Allured Publishing Corporation, 2009: 100–546.
- [ 23 ] JUERGEND L J, WORTH H R, JUERGENS U R. New perspectives for mucolytic, antiinflammatory and adjunctive therapy with 1, 8-cineole in COPD and asthma: Review on the new therapeutic approach[J]. *Advances in Therapy*, 2020, 37(5): 1737–1753.
- [ 24 ] 尹晓燕, 王燕燕. 1, 8-桉叶素药理作用及其机制研究进展[J]. *生命的化学*, 2020, 40(11): 2026–2034. [ YIN Xiaoyan, WANG Yanyan. Research progress on pharmacological activities and mechanism of 1, 8-cineole[J]. *Chemistry of Life*, 2020, 40(11): 2026–2034. ]