doi:10.11751/ISSN.1002 - 1280.2021.5.07

超临界 CO_2 萃取桃金娘果及其挥发性成分研究

银慧慧[1,2],冀晓雯[3],孟 菲[1,2],赵 武[1,2],姜源明[1,2],覃振华[1,2],刘 伟[1,2]

(1. 广西壮族自治区兽医研究所,南宁 530001;2. 广西兽医生物技术重点实验室,南宁 530001;

3. 广西壮族自治区药用植物园,南宁 530023)

[收稿日期] 2020 - 11 - 03 [文献标识码]A [文章编号]1002 - 1280 (2021)05 - 0052 - 08[中图分类号]S859.2

[摘 要] 为研究超临界 CO_2 萃取桃金娘果工艺条件及其挥发性成分的物质组成,实现桃金娘资源综合利用,考察了不同夹带剂、萃取温度、CO_2 流量、萃取压力、萃取时间对桃金娘果提取得率的影响,通过单因素、正交试验,以桃金娘果萃取物得率为考察指标对超临界 CO_2 萃取工艺参数进行优化;采用气相色谱 - 质谱分析桃金娘果萃取物中的挥发性成分。结果显示,最佳萃取工艺条件为:萃取压力 12 Mpa、萃取温度 35 ℃、CO_2 流量 17.5 g/min、萃取时间为 150 min。在优化的萃取条件下桃金娘果萃取物得率为 10.52%。桃金娘果萃取物共分离鉴定出 20 种挥发性成分,占总量的 74.56%,主要为酯类、酸类、烃类、醇类、醛类成分。此研究为超临界 CO_2 萃取桃金娘果中的活性成分提供基础数据,并为桃金娘的进一步开发利用提供参考。

[关键词] 超临界 CO_2; 桃金娘果;挥发性成分;单因素;正交实验

Study on Supercritical CO_2 Extraction of *Rhodomyrtus tomentosa* Fruit and Its Volatile Components

YIN Hui - hui[1,2], JI Xiao - wen[3], MENG Fei[1,2], ZHAO Wu[1,2], JIANG Yuan - ming[1,2], QIN Zhen - hua[1,2], LIU Wei[1,2]

(1. *Guangxi Veterinary Research Institute*, *Nanning* 530001, *China*; 2. *Guangxi Key Laboratory of Veterinary Biotechnology*, *Nanning* 530001, *China*; 3. *Guangxi Botanical Garden of Medicinal Plants*, *Nanning* 530023, *China*)

Abstract: This study was to investigate the optimum extraction conditions of *Rhodomyrtus tomentosa* fruit by supercritical CO_2 fluid extraction and the composition of its volatile components. The effects of different cosolvent, extraction temperature, CO_2 flow rate, extraction pressure, extraction time on the yield of extraction were investigated, and the single factor test and orthogonal test were used to optimize the extraction of *Rhodomyrtus tomentosa* fruit by supercritical CO_2 fluid. The extraction rate of *Rhodomyrtus tomentosa* fruit was the index. The

---

基金项目:广西科技重大专项 - 畜禽重大病害生态综合防控技术创新示范(桂科 AA17204057);广西基本科研业务费专项(桂科专项 17 - 5,桂科专项 19 - 5)

作者简介:银慧慧,硕士,从事兽药及天然药物研究。E - mail: huihui981@foxmail.com

volatile ingredients in *Rhodomyrtus tomentosa* fruit were analyzed by gas chromatography – mass spectrometry. As a result, the optimal operation conditions included extraction temperature 35 ℃, CO_2 flow rate 17.5 g/min, extraction pressure 12 Mpa, extraction time 150 min, and the extraction rate was 10.52%. 20 volatile compounds were isolated and identified from *Rhodomyrtus tomentosa* fruit, accounting for 74.56% of the total volatile compounds. Hydrocarbons, alcohols, aldehydes, acids and esters were the major components. Supercritical CO_2 fluid is suitable for the extraction of *Rhodomyrtus tomentosa* fruit, which can provide a reference for its further development and utilization.

Key words: supercritical CO_2 fluid; *Rhodomyrtus tomentosa* fruit; volatile ingredients; single factor; orthogonal experiments

桃金娘(*Rhodomyrtus tomentosa*),隶属于桃金娘科(Mytraceae),是一种优良的野生药用植物资源,广泛分布于东南亚国家和地区,尤其是中国南部、日本、泰国和越南等地[1-2],具有清热解毒、收敛止泻、活血止血的功效,临床用于治疗痢疾、肠炎、肝炎等症。桃金娘全株可入药,其不同部位的药用价值已得到越来越多的关注,近年来,也作为饲料添加剂在畜禽养殖中得到了应用。桃金娘果实中富含黄酮、多酚以及多糖等多种活性成分,目前对于桃金娘果的研究主要是在饮料、酿酒和保健品等方面[3-5]。由于中药中挥发油一般具有很好的抗菌活性[6-7],而有关桃金娘果的提取及其挥发性物质等的相关研究报道甚少。超临界 CO_2 流体萃取技术是利用超临界 CO_2 的特殊溶解能力来进行萃取的一种新型绿色提取技术[8],由于超临界 CO_2 萃取在萃取过程中无试剂残留,并且 CO_2 在生产过程中能够被循环使用,具有无污染、能耗少、操作简单以及萃取效率高等优点,使其在食品、生物、化工、中草药等研究方面都得到了广泛的应用[9-11]。本研究以桃金娘果为研究对象,应用超临界 CO_2 对桃金娘果进行萃取,同时通过单因素和正交试验优化萃取的最佳工艺,采用气相色谱 – 质谱联用仪(gas chromatography – mass spectrometry, GC – MS)对萃取物中挥发性成分进行主成分分析,旨在为进一步开发和利用桃金娘奠定理论基础。

1　材料与仪器

1.1 材料与试剂　桃金娘果(产地:广西桂平,经广西兽医研究所孙建华研究员鉴定为桃金娘果实);甲醇、95%乙醇、无水乙醇(分析纯,成都科隆化学品有限公司);甲醇(色谱级,美国 Tedia 公司)。

1.2　仪器　Thar – SFE – 5000 超临界 CO_2 萃取系统(Waters 公司);Milli – Q 超纯水仪(Millipore 公司);F160 型粉碎机(北京中兴伟业);SQP 型(精度 0.01 mg)电子天平(德国Sartorious公司);CAP225D 型(精度 0.1 mg)电子天平(德国 Sartorious 公司);Varian 300 – MS 气相色谱质谱联用仪(美国);气体 CO_2(99.99%,购于南宁国信气体有限责任公司)。

2　方　法

2.1　样品预处理　挑选颗粒饱满、无损坏、成熟度一致的桃金娘果,清洗干净,65 ℃下烘干,粉碎后过 40 目筛,得到桃金娘果粉末,置于 –4 ℃密封避光保存备用。

2.2 桃金娘果萃取得率　准确称取 50.0 g 桃金娘果粉末,用 10 mL 相应的夹带剂进行浸润后置于萃取釜中进行萃取,萃取完毕,收集萃取粗提液,进行减压干燥后得到样品物质称重,并计算提取得率。

萃取得率 /% $= \frac{m_1}{m_0} \times 100$,式中:$m_0$ 为桃金娘果粉末重量;m_1 为干燥后得到萃取物重量。

2.3　单因素实验设计　影响超临界 CO_2 萃取的因素主要有不同夹带剂、萃取温度、萃取压力、萃取时间、CO_2 流量等。本研究分别对夹带剂、萃取温度、萃取压力、萃取时间、CO_2 流量 5 个因素进行单因素实验,考察这些因素对桃金娘果萃取物的影响。

实验夹带剂分别选择 95% 乙醇、80% 乙醇、

60% 乙醇、100% 甲醇、60% 甲醇；萃取温度分别选择 25、30、35、40、45 ℃；CO_2 流量选择分别为 10.5、14、17.5、21 mL/min；萃取压力分别为 8、10、12、15 Mpa；萃取时间分别为 30、60、90、120、150、180 min。

2.4　正交实验设计　正交实验设计根据单因素实验的结果，以萃取得率为实验的考察指标。从中选择合适的萃取温度、CO_2 流量、萃取压力、萃取时间进行四因素三水平的正交实验，因素水平表见表 1。

表 1　正交实验因素水平表

Tab 1　Factors and levels of orthogonal test

水平	因素			
	A 萃取温度 /℃	B CO_2 流量 /(g·min^{-1})	C 萃取压力 /MPa	D 萃取时间 /min
1	30	14	8	120
2	35	17.5	10	150
3	40	21	12	180

2.5　GC－MS 分析条件　气相色谱条件：色谱柱：VF－5 ms 石英毛细管色谱柱（30 m×0.25 mm×0.25 μm），柱温：40 ℃保持 4 min，然后以 10 ℃/min的速率升温至 160 ℃，维持 5 min，再以 10 ℃/min的速率升温至 200 ℃，维持 10 min，再以 10 ℃/min的速率升温至 280 ℃，维持 15 min，。载气：He。载气流速：1 ml/min。进样温度：250 ℃。进样量：1 μL。分流比：40。质谱条件：EI（电子轰击）：70 eV，倍增器电压 1250 V，扫描质量范围45～500 u。

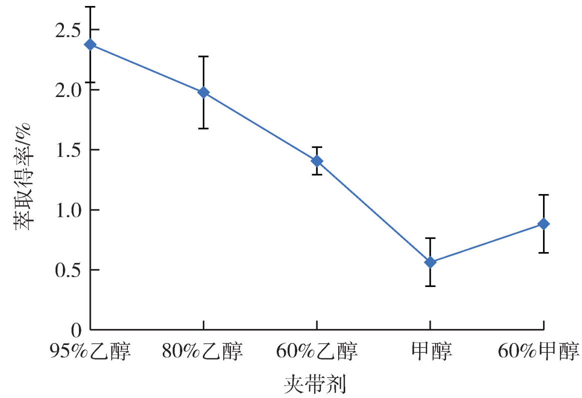
2.6　化合物鉴定　采用计算机检索各峰相应的质谱图，与 NIST08.L、RTLPEST3.L 标准质谱数据库匹配，筛选匹配度大于 80% 化合物，结合人工解析和相关文献报道鉴定化合物，成分定量分析采用峰面积归一化法。

2.7　数据统计分析　采用 Excel 和 SPSS 17.0 对实验数据进行统计分析。

3　结果与分析

3.1　单因素实验

3.1.1　夹带剂的选择　固定萃取温度 40 ℃、萃取压力 10 Mpa、萃取时间 30 min、CO_2 流量为 14 g/min，选择不同的夹带剂对桃金娘果进行萃取，结果如图 1 所示，当夹带剂为 95% 乙醇时萃取得率最大，因此，选择 95% 乙醇作为正交试验萃取的夹带剂。



（萃取条件：萃取温度为 40 ℃；CO_2 流量 14 g/min；萃取压力 10 Mpa；萃取时间为 30 min）

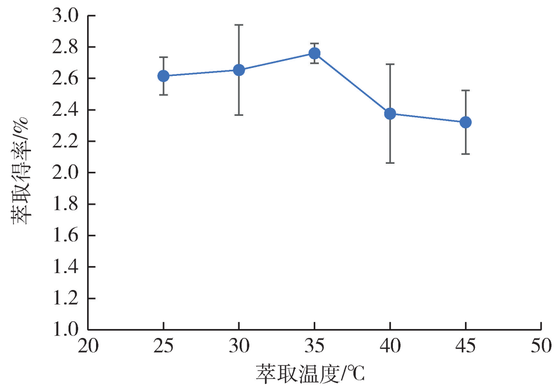
（Extraction conditions: extraction temperature 40 ℃; CO_2 flow rate 14 g/min; extraction pressure 10 MPa; extraction time 30 min）

图 1　夹带剂的影响

Fig 1　Effects of cosolvent

3.1.2　萃取温度的选择　固定萃取的夹带剂为 95% 乙醇、萃取压力 10 Mpa、提取时间 30 min、CO_2 流量 14 g/min，考察不同温度对萃取得量的影响。由结果看到（图 2），温度越高萃取得量越低，当温度在 35 ℃时，萃取得率最高，这是由于过高的温度使得 CO_2 的密度降低，导致了其溶解能力下降，此外，过高的温度也使得萃取物不稳定，溶解量减少，因此，根据此单因素实验，选择正交实验的萃取温度为 30、35、40 ℃。

3.1.3　CO_2 流量的选择　固定夹带剂为 95% 乙醇，采用萃取压力 10 Mpa，萃取温度 35 ℃，提取时间 30 min，分别设置 CO_2 流量在 10.5、14、17.5、21 g/min时进行实验，考察 CO_2 流量对萃取量的影响，结果如图 3。随着 CO_2 流量的增加，萃取得率增加，当流量超过 17.5 g/min 后，萃取得率开始减少，这是由于 CO_2 流量增加使得萃取物不能及时分离，部分挥发油可能随 CO_2 流失使提取率降低。因此，



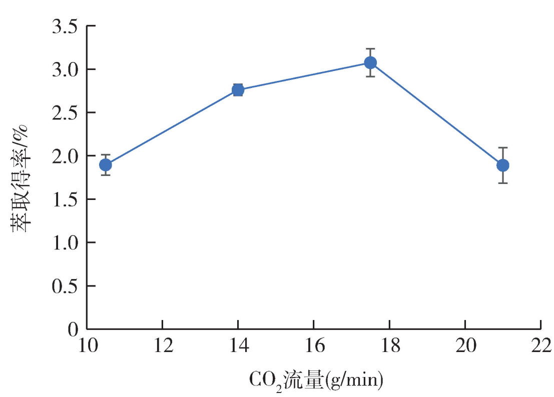
（萃取条件：CO_2 流量 14 g/min；萃取压力 10 Mpa；萃取时间为 30 min）

（Extraction conditions：CO_2 flow rate 14 g/min；extraction pressure 10 MPa；extraction time 30 min）

图 2　萃取温度的影响

Fig 2　Effects of extraction temperature

根据此单因素实验，选择 14、17.5、21 g/min 的 CO_2 流量进行正交实验分析。



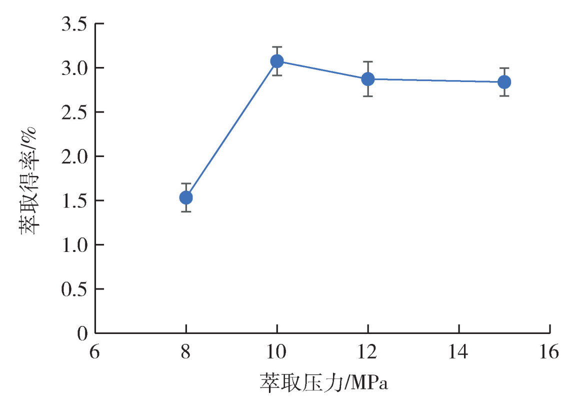
（萃取条件：萃取温度为 35 ℃；萃取压力 10 Mpa；萃取时间为 30 min）

（Extraction conditions：extraction temperature 35 ℃；extraction pressure 10 MPa；extraction time 30 min）

图 3　CO_2 流量的影响

Fig 3　Effects of CO_2 flow rate

3.1.4　萃取压力的选择　萃取压力是影响超临界 CO_2 萃取过程中桃金娘果挥发性物质溶解度的一个重要参数。采用 95% 乙醇作为夹带剂，在萃取实验温度为 35 ℃、CO_2 流量为 17.5 g/min、萃取时间为 30 min 的条件下，分别测定不同萃取压力下对萃取得率的影响（图 4）。由图 4 显示，萃取得率随着萃取压力的增高而升高，当压力超过 10 Mpa 时，萃取得率变化不大，甚至有下降的趋势。当增大萃取压力时，使得萃取过程中超临界 CO_2 的密度增加，溶质和溶剂之间的传质效率得到了提高，从而增大了目标萃取物的溶解度，提高了萃取得率。当萃取压力升高到一定程度时，超临界流体的可压缩性小，目标萃取物的萃取率并无明显变化，并且高压力萃取也存在诸多不安全因素。因此，本实验选取萃取压力为 8、10、12 Mpa 进行正交实验。



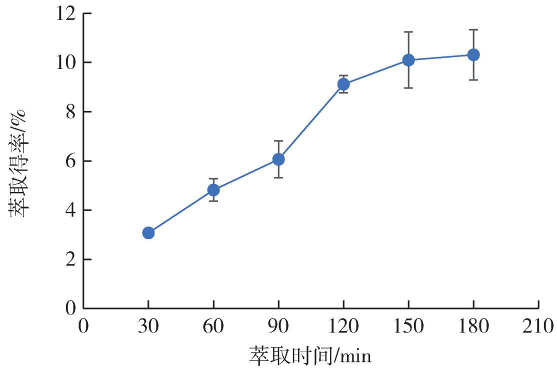
（萃取条件：萃取温度为 35 ℃；CO_2 流量 17.5 g/min；萃取时间为 30 min）

（Extraction conditions：extraction temperature 35 ℃；CO_2 flow rate17.5 g/min；extraction time 30 min）

图 4　萃取压力的影响

Fig 4　Effects of extraction pressure

3.1.5　萃取时间的选择　由图 5 的结果看到，随着萃取时间的增加，萃取得率不断增高，当萃取时间为 150 min 后，萃取得率增加缓慢。由于萃取时间越长，CO_2 流体能够更充分的接触桃金娘果，萃取也就越完全。但当萃取达到一定时间后，萃取得率并无明显变化，此外，萃取时间过长也可能导致部分萃取物不稳定，从而影响提取率，过长时间的萃取还会带来过高的萃取成本。因此，在本实验研究中，根据此单因素实验，选择 120、150、180 min 萃取时间进行正交实验分析。



(萃取条件:萃取温度为 35 ℃;CO_2 流量 17.5 g/min;萃取压力为 10 Mpa)

(Extraction conditions: extraction temperature 35 ℃; CO_2 flow rate17.5 g/min; extraction pressure 10 MPa)

图 5 萃取时间的影响

Fig 5 Effects of extraction time

3.2 正交实验结果与分析 根据 3.1 项的单因素试验结果,选定萃取温度、CO_2 流量、萃取压力、萃取时间进行四因素三水平的正交试验,结果见表 2。

表 2 正交实验设计结果

Tba 2 Result and analysis of orthogonal test

实验号	A	B	C	D	萃取得率/%
1	1	1	1	1	7.54
2	1	2	2	2	10.22
3	1	3	3	3	9.56
4	2	1	2	3	10.04
5	2	2	3	1	9.86
6	2	3	1	2	9.41
7	3	1	3	2	10.08
8	3	2	1	3	8.26
9	3	3	2	1	6.85
*K*1	27.32	27.66	25.21	24.25	
*K*2	29.31	28.34	27.11	29.71	
*K*3	25.19	25.82	29.5	27.86	
k_1	9.11	9.22	8.41	8.09	
k_2	9.77	9.45	9.04	9.91	
k_3	8.4	8.61	9.84	9.29	
R	1.37	0.84	1.43	1.82	

表 3 方差结果分析

Tab 3 The analysis of variance

来源	第 III 类平方和	*df*	平均值平方	*F*	显著性
修正的模型	36.554a	8	4.569	3.674	0.01
截距	2231.504	1	2231.504	1794.455	0
A	8.49	2	4.245	3.414	0.055
B	3.399	2	1.7	1.367	0.28
C	9.242	2	4.621	3.716	0.045
D	15.422	2	7.711	6.201	0.009
错误	22.384	18	1.244		
总计	2290.442	27			
校正后总数	58.938	26			

由表 2 可知,影响桃金娘果中挥发性成分萃取得率最显著的因素是萃取时间,其次为萃取压力、萃取温度、CO_2 流量,各因素不同水平影响次序为 $A_2>A_1>A_3$, $B_2>B_1>B_3$, $C_3>C_2>C_1$, $D_2>D_3>D_1$, $A_2B_2C_3D_2$ 为极差分析得到的最优萃取条件组合,即萃取温度 35 ℃、萃取压力 12 Mpa、CO_2 流量 17.5 g/min、萃取 150 min,方差分析结果见表 3。在本研究优化的工艺条件下对桃金娘果进行 3 次萃取平行试验,得到萃取物平均萃取得率为 10.52%。

3.3 桃金娘果萃取物挥发性化合物组成及含量分析 超临界 CO_2 萃取的桃金娘果萃取物经 GC-MS 分析,挥发性成分离子流图见图 6,通过计算机检索,扣除不加样品时出现的杂质峰,共鉴定出 20 种可能化合物,定性定量结果见表 4,鉴定出的成分占总量的 74.56%。其中含量最高的为顺-11,14-二十碳二烯酸甲酯,占总含量的 27.73%。

由表 4 可见,桃金娘果中挥发性成分包含有 5 类物质,主要有烃类 7 种、酸类 4 种、酯类 4 种、醛类 4 种以及醇类 1 种。其中相对含量最高的为酯类,占总挥发性成分的 34.43%,酸类占 22.73%、烃类占 9.12%、醇类 5.84%、醛类 2.44%。酯类棕榈酸乙酯、正己酸乙酯、顺-11,14-二十碳二烯酸甲酯是分离得到的主要酯类物质,其中顺-11,14-二十碳二烯酸甲酯含量为 27.73%,是总挥发性

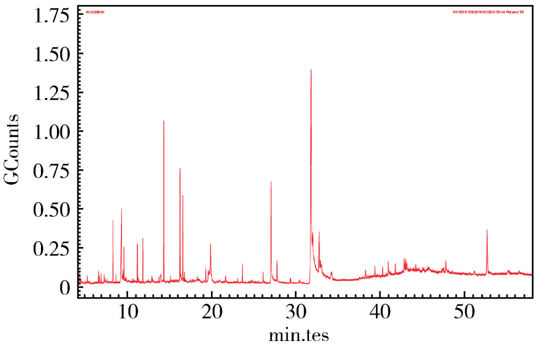


图 6　GC－MS 全扫描总离子流图

Fig 6　GC－MS full scan total ion current diagram

物质中相对含量最高的物质,这些低酯类物质都存在一定的香气[12],是桃金娘果萃取物气味的主要来源[13]。桃金娘果中分离到的酸类物质主要为己酸、棕榈酸和亚油酸,其相对含量较高,分别为 7.62%、7.76%、6.85%,其中,亚油酸是人和动物必需的一种脂肪酸[14],具有降血脂、软化血管、降低血压等作用[15]。烃类物质又可分为烷类、萜烯等,从桃金娘果种分离得到的主要萜烯类化合物为(1R)－(＋)－α－蒎烯(2.39%)、石竹烯(4.11%),其中石竹烯是一种食品香料[16]。醇类主要分离到的为 β－谷甾醇,相对含量为 5.84%,β－谷甾醇广泛存在于植物油、坚果等植物种子中,有降胆固醇、止咳、祛痰及抑制肿瘤和修复组织作用[17],被较多地应用到医药行业中。醛类物质主要为己醛二乙缩醛,相对含量为 1.38%,可用于花香、风信子以及梨香精的调配[18]。超临界 CO_2 萃取桃金娘果得到的主要挥发性成分与梁洁怡等[19]采用乙醚提取桃金娘果挥发油成分相近。

表 4　桃金娘果中挥发性物质组成及相对含量

Tab 4　Composition of volatile compounds in *Rhodomyrtus tomentosa* fruit and their relative contents

	RT /min	Peak Name	相对含量/%	匹配度/%
1	4.36	Toluene 甲苯	0.618	87.1
2	5.263	Hexanal 己醛	0.286	88.7
3	6.6	Butane, 1,1－diethoxy－丁醛二乙缩醛	0.463	82.4
4	6.68	Ethylbenzene 乙苯	0.295	91.1
5	6.895	o－Xylene 邻二甲苯	0.499	89.8
6	7.257	Butanoic acid 丁酸	0.494	85.3
7	8.301	1R－. alpha. －Pinene (1R)－(＋)－α－蒎烯	2.39	95.8
8	8.659	1,1－diethoxy－3－methylbutane－异戊醛二乙缩醛	0.313	85.2
9	9.327	Hexanoic acid 己酸	7.621	95.3
10	9.607	Hexanoic acid, ethyl ester 正己酸乙酯	1.115	92.6
11	11.196	Hexane, 1,1－diethoxy－己醛二乙缩醛	1.381	93.3
12	16.252	Caryophyllene 石竹烯	4.107	94.9
13	16.791	α－Caryophyllene α－石竹烯	0.376	82.3
14	19.298	Caryophyllene oxide 石竹素	0.833	82.3
15	27.039	n－Hexadecanoic acid 棕榈酸	7.761	91.5
16	27.747	Hexadecanoic acid, ethyl ester 棕榈酸乙酯	1.383	89.5
17	31.792	11,14－Eicosadienoic acid, methyl este 顺－11,14－二十碳二烯酸甲酯	27.73	89.5
18	31.979	9,12－Octadecadienoic acid (Z,Z)－ 亚油酸	6.851	89
19	32.746	Linoleic acid ethyl ester 十八碳二烯－[9,12]－酸乙酯	4.198	86.3
20	52.66	β－Sitosterol β－谷甾醇	5.838	87.9

4 结 论

本研究通过单因素实验对桃金娘果萃取得率进行研究,选择 95% 乙醇为夹带剂,并确定了萃取温度、萃取压力、萃取时间以及 CO_2 四个主要影响因素,通过四因素三水平的正交实验,优化桃金娘果超临界 CO_2 流体萃取的最佳提取工艺,建立了一种超临界 CO_2 流体萃取桃金娘果的方法。传统的提取方法主要有超声提取、水浴提取、加热回流提取等,但这些方法提取温度较高,很容易让提取物中的挥发性物质流失得不到保留,并且使用乙醚等有机溶剂提取污染较高,而超临界 CO_2 流体萃取能够在低温下萃取桃金娘果,并使得挥发性物质能够最大限度地保留,在整个过程中使用的有机溶剂仅为 95% 乙醇,在萃取结束后能够进行回收,有机试剂残留少、污染低。

本研究建立的桃金娘果超临界 CO_2 流体萃取法工艺条件稳定,具有较好重现性。得到超临界 CO_2 萃取桃金娘果中挥发性成分的优化工艺条件为萃取压力 12 Mpa、萃取温度 35 ℃、CO_2 流量 17.5 g/min、萃取时间 150 min;此条件下桃金娘果的提取率为 10.52%。GC－MS 对超临界 CO_2 流体萃取桃金娘果中挥发性成分分离效果较好,共鉴定出 20 种主要化合物,分别为酯类、酸类、烃类、醇类和醛类,其中酯类顺－11,14－二十碳二烯酸甲酯含量最高(27.73%),烃类含量最高为石竹烯(4.11%),酸类拥有最高含量的物质是棕榈酸(7.76%)。本次研究分析鉴定出只有 20 种主要化合物,这可能与此次实验的桃金娘采摘时期和产地有关。这些研究结果为进一步探讨野生药用植物资源桃金娘的有效成分及其药理作用提供了理论依据。

参考文献:

[1] 刘伟, 赵武, 孟菲, 等. 桃金娘化学成分及生物活性研究进展[J]. 中国畜牧兽医, 2014,41(3): 241－244.
Liu W, Zhao W, Meng F, *et al*. Research Progress on Chemical Components and Biological Activity of *Rhodomyrtus tomentosa* [J]. China Animal Husbandry & Veterinary Medicine, 2014,41(3): 241－244.

[2] Limsuwan S, Trip E N, Kouwen T R, *et al*. Rhodomyrtone: a new candidate as natural antibacterial drug from *Rhodomyrtus tomentosa*[J]. Phytomedicine, 2009, 16(6):645－651.

[3] Zhuang L, Chen L F, Zhang Y B, *et al*. Watsonianone A from *Rhodomyrtus tomentosa* Fruit Attenuates Respiratory－Syncytial－Virus－Induced Inflammation *In Vitro*[J]. J Agric Food Chem, 2017, 65(17):3481－3489.

[4] 肖婷, 崔炯谟, 郭正红, 等. 不同产地桃金娘果中 5 种酚类成分的测定及其抗氧化作用研究[J]. 中草药, 2014, 45(18):2703－2706.
Xiao T, Cui J M, Guo Z H, *et al*. Determination of five phenolic compounds from fruits of *Rhodomyrtus tomentosa* in different regions and its antioxidant effect[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2014, 45(18):2703－2706.

[5] 黄璇莹, 黄启红, 吴庆晖,等. 紫外分光光度法测定桃金娘果油脂中熊果酸的含量[J]. 山东化工, 2018,45(5):79－82.
Huang X Y, Huang Q H, Wu Q H, *et al*. Determination of Ursolic Acid in Myrtle Fruit oil by UV Spectrophotometry[J]. Shangdong Chemical Industry, 2018,45(5):79－82.

[6] 王艳宏, 刘书博, 王锐, 等. 中药挥发油促透皮吸收及透皮吸收作用的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017,23(3):192－199.
Wang Y H, Liu S B, Wang R, *et al*. Research Progress on Skin Penentration Enhancing Effect and Skin Penentration Effect of Volatile Oil from Chinese Medicine[J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2017, 23(3): 192－199.

[7] Guo S S, You C X, Liang J Y, *et al*. Chemical Composition and Bioactivities of the Essential Oil from Etlingera yunnanensis against Two Stored Product Insects[J]. Molecules, 2015, 20(9):15735－15747.

[8] Ahn Y, Bae S J, Kim M, *et al*. Review of supercritical CO_2 power cycle technology and current status of research and development[J]. Nuclear Engineering & Technology, 2015, 47(6):647－661.

[9] Yue J, Xu Q, Zhiwei Zhang A, *et al*. Periodic Patterning on Carbon Nanotubes: Supercritical CO_2－Induced Polyethylene Epitaxy[J]. Macromolecules, 2016, 40(25):8821－8826.

[10] Lu H M, Ni W D, Liang Y Z, *et al*. Supercritical CO_2 extraction of emodin and physcion from Polygonum cuspidatum and subsequent isolation by semipreparative chromatography[J]. Journal of Separation Science, 2015, 29(14):2136－2142.

[11] 张娟, 郑来久, 闫俊,等. 超临界二氧化碳无水工程化染色

中羊毛纤维的力学性能[J]. 纺织学报, 2017, 38(2):53 –59.

Zhang J, Zheng L J, Yan J, *et al*. Mechanical properties of wool fibers in engineering anhydrous dyeing using supercritical carbon dioxide[J]. Journal of Textile Research, 2017, 38(2):53 –59.

[12] 王 博, 李霁昕, 李经纬, 等. 采后苯并噻重氮处理对"玉金香"甜瓜氨基酸代谢酯类香气物质及其代谢机理的影响[J]. 食品科学, 2018, 39(17):212 –220.

Wang B, Li J X, Li J W, *et al*. Effects of Postharvest BTH treatment on Ester Aromas through amino acid metabolism and metabolic mechanism in " Yujinxiang" Melon[J]. Food Science, 2018, 39(17):212 –220.

[13] Lai T N H, André C M, Chirinos R, *et al*. Optimisation of extraction of piceatannol from *Rhodomyrtus tomentosa* seeds using response surface methodology[J]. Separation & Purification Technology, 2014, 134:139 –146.

[14] 王红卫, 孔望欣, 上官光进, 等. 尿素包合法从混合脂肪酸中分离亚油酸[J]. 精细石油化工, 2017, 34(6):62 –65.

Wang H W, Kong W X, Shangguan G J, *et al*. Separation of Linoleic Acid from Mix Fatty Acids by Urea Complex Method[J]. Speciality Petrochemicals, 2017, 34(6):62 –65.

[15] Knez M, Tako E, Glahn R P, *et al*. Linoleic Acid:Dihomo –γ –Linolenic Acid Ratio Predicts the Efficacy of Zn – Biofortified Wheat in Chicken (Gallus gallus)[J]. J Agric Food Chem, 2018, 66(6):1394 –1400.

[16] 刘晓宇, 陈旭冰, 陈光勇. β – 石竹烯及其衍生物的生物活性与合成研究进展[J]. 林产化学与工业, 2012, 32(1):104 –110.

Liu X Y, Chen X B, Chen G Y. Research Progress in Bioactivity and Synthesis of β – caryophyllene and Its Derivatives[J]. Chemistry and Industty of Forest Products, 2012, 32(1):104 –110.

[17] 刘 娟, 赵秋艳, 李鹏程, 等. 反相高效液相色谱测定太白泡沙参中 β – 谷甾醇的含量[J]. 陕西师范大学学报(自然科学版), 2017, 45(1):61 –63.

Liu J, Zhao Q Y, Li P C, *et al*. RP – HPLC determination of β – sitosterol in A. potaninii Korsh from Shaanxi Taibai Mountainous area[J]. Journal of Shaanxi Normal University(Natural Science Edition), 2017, 45(1):61 –63.

[18] 贡 慧, 杨 震, 刘 梦, 等. 秋刀鱼热加工后挥发性风味成分变化的分析[J]. 肉类研究, 2017, 31(1):25 –31.

Gong H, Yang Z, Liu M, *et al*. Changes in Volatile Flavor Compounds during Heat Processing of Cololabis saira[J]. Meat Research, 2017, 31(1):25 –31.

[19] 梁洁怡, 徐阳纯, 李维嘉, 等. 桃金娘果实中挥发油提取工艺的优化及 GC – MS 鉴定[J]. 食品工业, 2018, 39(12):124 –127.

Liang J Y, Xu Y C, Li W J, *et al*. Optimization of Extraction Technology of Volatile Oil from *Rhodomyrtus tomentosa* and GC – MS Analysis[J]. The Food Industry, 2018, 39(12):124 –127.

(编 辑:侯向辉)