

黑胡椒挥发油 β -环糊精包合物的制备及 化学组分的GC-MS分析

盛琳^{1,2}, 周梦丽², 王勇², 尹蓉莉^{1*}, 罗海燕^{2*}

(1. 成都中医药大学药学院, 成都 611137; 2. 海南医学院药学院, 海口 571199)

[摘要] 目的:建立黑胡椒挥发油的 β -环糊精(β -CD)包合工艺,分析挥发油化学组分,为固化黑胡椒挥发油粉末的内在品质评价、制剂工艺及质量控制提供参考。方法:采用饱和水溶液法制备黑胡椒油 β -CD包合物,以黑胡椒油与 β -CD的配比、包合温度和包合时间为考察因素,包合物含油率、挥发油包合率和包合物收得率的综合评分为指标,通过均匀设计法优化制备工艺,经显微观察和热重分析进行包合物形成的验证,采用气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)比较包合前后挥发油及经再次蒸馏原料油中组分的种类和含量。结果:最佳制备工艺为加6倍量 β -CD于60℃包合4h;包合物平均含油率11.56%,黑胡椒挥发油平均包合率75.32%,包合物平均收率86.13%。黑胡椒挥发油、包合物和经再次蒸馏的挥发油中分别鉴定出了46、40、45种化学成分,主要成分的构成基本一致,含量较高的6种成分总和占挥发油的70%以上;包合物和再次蒸馏后的黑胡椒挥发油新增和减失的成分比例均不到1%。结论:优选的包合工艺简便可行,可供黑胡椒油固化粉末的生产及质量控制参考。

[关键词] 黑胡椒; 挥发油; β -环糊精; 含油率

[中图分类号] R283.6;R284.1;R942 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2015)09-0004-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2015090004

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20150317.1049.009.html>

[网络出版时间] 2015-03-17 10:49

Preparation of β -Cyclodextrin Inclusion of Volatile Oil from Piperis Fructus and Analysis of Volatile Components by GC-MS SHENG Lin^{1,2}, ZHOU Meng-li², WANG Yong², YIN Rong-li^{1*}, LUO Hai-yan^{2*}
(1. School of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China; 2. School of Pharmacy, Hainan Medical University, Haikou 571199, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a preparation technology of β -cyclodextrin (β -CD) inclusion of volatile oil from Piperis Fructus and to analysis of volatile components by GC-MS. **Method:** β -CD inclusion of volatile oil from Piperis Fructus was prepared by saturated aqueous solution method, with ratio of β -CD to volatile oil from Piperis Fructus, inclusion temperature and time as factors, comprehensive score of oil content in inclusion, inclusion rate of volatile oil and inclusion yield as index, inclusion conditions were optimized by uniform design. Inclusion was verified through microscopic examination and thermo-gravimetric analysis. GC-MS was employed to compare chemical compositions and percentages of samples which included volatile oil from Piperis Fructus, β -CD inclusion and redistilled volatile oil. **Result:** Optimum preparation conditions were as follows: β -CD to volatile oil ratio of 6:1, inclusion time of 4 h, inclusion temperature at 60℃. Oil content in inclusion, inclusion rate of volatile oil and inclusion yield were 11.56%, 75.32% and 86.13%, respectively. These were 46, 40 and 45 chemical components were identified from volatile oil, β -CD inclusion and redistilled volatile oil, respectively. But compositions in these samples were very similar, proportions of six main components in total contents of samples were more than 70%. There were some new chemicals appeared and some chemicals disappeared after inclusion and being redistilled, but the total content of these compounds was less than 1%, so that major components of each sample were almost the same. **Conclusion:** This inclusion process is simple and

[收稿日期] 20141210(008)

[基金项目] 海南省教育厅高校科研项目(Hjkj2012-34)

[第一作者] 盛琳,在读博士,副教授,从事药物制剂及热带药用植物的研究与开发,Tel:0898-31911615,E-mail:shenglin333@163.com

[通讯作者] *尹蓉莉,博士生导师,教授,从事中药制剂研究,Tel:028-68289191,E-mail:yinronglili@163.com;

*罗海燕,博士,教授,从事南药黎药的研究与开发,Tel:0898-31350722,E-mail:shellow-2@163.com

feasible for production and quality evaluation of solidified powder of volatile oil from *Piperis Fructus*.

[Key words] *Piperis Fructus*; volatile oil; β -cyclodextrin; oil content

黑胡椒中挥发油含量较高,常采用水蒸气蒸馏法提取,具有特殊香味和抗氧化功能,且无辣味,是食品及日化行业中重要添加剂^[1-2]。研究证实不同加工方法对胡椒油化学成分的种类与含量都有显著影响^[3]。为提高黑胡椒挥发油的稳定性,本实验采用 β -环糊精(β -CD)包合技术对黑胡椒油进行微粉化,通过气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)分析挥发油包合前后内在组分的变化,并比较再次蒸馏对黑胡椒挥发油内在组分的影响,为该类成分的制剂成型工艺和质量控制提供参考。

1 材料

2WA-J 型阿贝折射仪(上海光学仪器厂),WZZ-2B 型自动旋光仪(上海精密科学仪器有限公司),JB-3A 型定时恒温磁力搅拌器(上海雷磁新泾仪器有限公司),DP21 型数码成像系统(日本奥林巴斯公司),Q600 型热重分析仪(美国 TA 仪器公司),QP 2010 plus 型气质联用仪(日本岛津公司)。 β -环糊精(β -CD,陕西礼泉化工有限实业公司),试剂均为分析纯。黑胡椒购自海口市东门市场,经海南医学院田建平副教授鉴定为胡椒科植物胡椒 *Piper nigrum* 的干燥近成熟或成熟果实,由四川九渊医药科技有限公司采用水蒸气蒸馏法生产黑胡椒挥发油;经无水硫酸钠脱水,得浅黄绿色的澄明液体,具有类似胡椒的香气,在 20 °C 下测得折光指数 1.483,在 1 dm 旋光管中

旋光度 -3.198 度,符合黑胡椒油标准^[4]。

2 方法与结果

2.1 黑胡椒挥发油 β -CD 包合物的制备

2.1.1 包合物制备工艺 采用饱和水溶液法进行挥发油的 β -CD 包合。称取一定量 β -CD,按规定温度下形成饱和溶液的溶解度加入水,加热使完全溶解,降温至规定温度,均匀缓慢滴加黑胡椒挥发油 3.0 mL 相混合,恒温搅拌至规定时间,置冰箱冷藏 24 h,取出抽滤,沉淀用无水乙醇洗涤,40 °C 干燥,即得黑胡椒挥发油的 β -CD 包合物。精密称取包合物适量,加水 200 mL,按《中国药典》2010 年版一部附录 X D 挥发油测定法(甲法)提取,读取挥发油数据,测定挥发油回收量;另取挥发油 1 mL,同法测定,计算空白回收率。

2.1.2 均匀试验 根据预试验,选取黑胡椒挥发油与 β -CD 的配比、包合温度和包合时间为考察因素,按 $U_{10}(10^2 \times 5)$ 表安排试验^[5],以包合物含油率、挥发油包合率和包合物收率的综合评分为指标,权重系数依次为 30,40,30,试验安排及结果见表 1。

利用 excel 进行数据回归分析^[6],得回归方程 $Y = 27.43 + 1.52X_1 + 3.53X_2 + 0.58X_3$ ($r = 0.9490$), $F = 18.11 > F_{0.05}(3, 6) = 4.76$,具有显著性意义。根据回归方程,计算最优组合 $X_1 = 12$, $X_2 = 6$ h, $X_3 = 57$ °C 时, $Y = 100$ 。考虑到原辅料配比

表 1 黑胡椒挥发油包合工艺均匀试验分析

Table 1 Uniform test analysis of inclusion process for volatile oil from *Piperis Fructus*

No.	X_1 β -CD 与黑胡椒挥发油配比/ $g \cdot mL^{-1}$	X_2 包合时间/h	X_3 包合温度/ $^{\circ}C$	含油率(y_1)/%	包合率(y_2)/%	收率(y_3)/%	综合评分(Y)/%
1	4	2.0	70	10.54	54.90	90.82	77.26
2	6	3.5	70	10.71	82.35	94.96	90.80
3	8	5.0	60	10.83	91.88	81.03	90.81
4	10	1.0	60	8.97	89.92	78.07	84.65
5	12	2.5	50	7.78	92.69	78.37	83.11
6	3	4.0	50	12.43	46.57	82.36	75.43
7	5	5.5	40	12.72	64.71	73.57	81.17
8	7	1.5	40	9.94	58.43	63.31	68.67
9	9	3.0	30	10.65	58.40	47.06	65.20
10	11	4.5	30	9.18	81.81	63.60	77.05

注: $Y = 30 \times \frac{y_1}{y_{1max}} + 40 \times \frac{y_2}{y_{2max}} + 30 \times \frac{y_3}{y_{3max}} \times 100\%$ 。

较大,则含油率会较低,而包含时间过长也不恰当,故调整原辅料比例为 6 倍,时间 4 h,温度 60 ℃。在此条件下按 2.1.1 项下进行 3 次重复试验,计算包合物平均含油率 11.56%,黑胡椒挥发油的平均包合率 75.32%,包合物的平均收率 86.13%。

2.2 黑胡椒挥发油 β -CD 包合物的验证及性能

2.2.1 显微镜观察

将 β -CD 及黑胡椒油 β -CD 包合物分别用稀甘油制片,置光学显微镜下观察,见图 1。结果发现 β -CD 呈板块状晶体,而包合物中没有明显的结晶,证明包合物已经形成新的物相,且基本包含完全。

2.2.2 热重分析

分别取黑胡椒挥发油、物理混合物、黑胡椒油 β -CD 包合物和 β -CD 适量,在热重分析仪上进行测试。使用 N_2 吹扫气,升温速率 $10\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$,升温至 500 ℃,记录热重分析 (TGA) 曲线及微分热重分析 (DTG) 曲线,见图 2。结果显示黑胡椒挥发油的损失从初始温度延伸到约 200 ℃,峰值约 129 ℃;而包合物、物理混合物和 β -CD 的损失可分为 2 个阶段,后两者第一阶段从初始温度延伸到约 100 ℃,峰值略有不同,第二阶段从约 250 ℃ 延伸到约 450 ℃,峰值约 317 ℃;黑胡椒挥发油 β -CD 包合物的损失的第一阶段从初始温度延伸到约

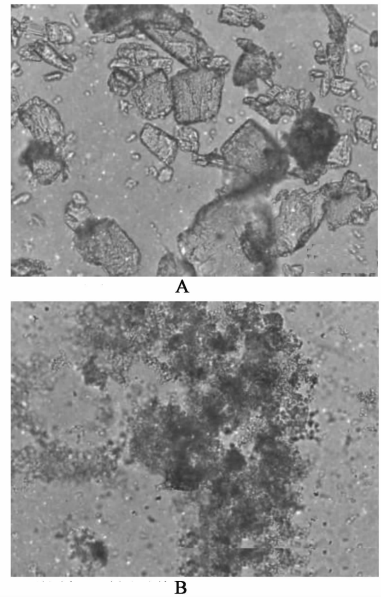


图 1 β -CD(A)和黑胡椒挥发油 β -CD 包合物(B)光学显微照片 ($\times 400$)
Fig.1 Optical micrographs of β -CD (A) and β -CD inclusion of volatile oil from Piperis Fructus (B) ($\times 400$)

150 ℃,峰值约 62 ℃,第二阶段从约 200 ℃ 延伸到约 450 ℃,峰值约 319 ℃。说明包合后的物相与物理混合物已有较大改变,且黑胡椒挥发油 β -CD 包合物较包合前稳定性大大提高。

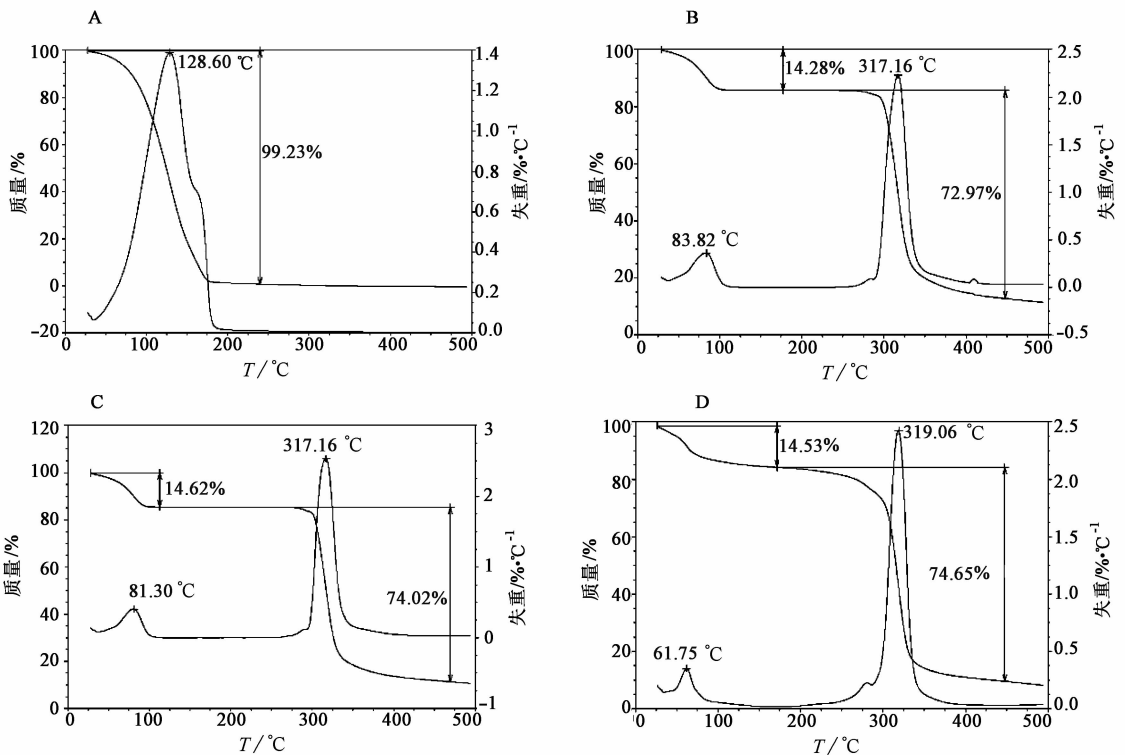


图 2 黑胡椒挥发油(A), β -CD(B),物理混合物(C)和黑胡椒油 β -CD 包合物(D)的 TGA/DTG 曲线
Fig.2 TGA/DTG curves of volatile oil from Piperis Fructus (A), β -CD (B),physical mixture (C) and inclusion (D)

2.3 黑胡椒油包合前后及再蒸馏油的 GC-MS 分析 气相色谱条件为 SE-54 石英毛细管柱 (0.25 mm × 30 m, 0.25 μm), 程序升温 (初始温度从 60 °C 开始, 保持 3 min; 以 3 °C · min⁻¹ 升至 90 °C, 以 5 °C · min⁻¹ 升至 170 °C, 以 10 °C · min⁻¹ 升到 220 °C, 保持 6 min), 载气 He, 进样量 1.0 μL, 进样口温度 250 °C, 分流比 40:1。质谱条件为 EI 电离方式, 电子倍增管电压 0.85 kV, 离子源温度 230 °C, 接口温度 250 °C, 扫描质量范围 *m/z* 40 ~ 550。取黑胡椒挥发油和挥发油再次经水蒸气蒸馏得到的挥发油, 用无水乙醇稀释成含油率 1%; 另称取黑胡椒挥发油 β-CD 包合物 1 g, 加无水乙醇 10 mL, 超声处理 10 min, 滤过, 按上述色谱条件检测, 各样品的 GC-MS 总离子流色谱图见图 3。辅料及溶剂空白在相同条件下测试无干扰。经 NIST08 和 NIST08s 谱库进行检索与分析, 确定挥发油中的化学成分, 并用面积归

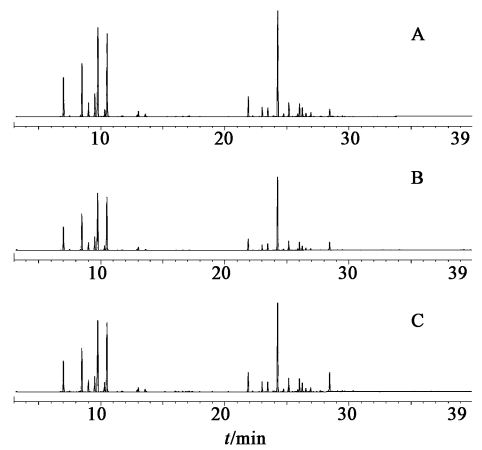


图 3 黑胡椒挥发油 (A), β-CD 包合物 (B) 和再蒸馏油 (C) 的 GC-MS 总离子流

Fig. 3 Total ion chromatograms of volatile oil from Piperis Fructus (A), β-CD inclusion (B) and redistilled volatile oil (C)

一化法计算各组分的相对质量分数, 结果见表 2。

表 2 黑胡椒挥发性物质的化学组成及含量

Table 2 Chemical compositions and contents of volatile components in Piperis Fructus

化合物	英文名	中文名	分子式	CAS 号	相对质量分数/%		
					黑胡椒挥发油	包合物	再蒸馏油
1	toluene	甲苯	C ₇ H ₈	108-88-3	-	0.37	-
2	3-thujene	侧柏烯	C ₁₀ H ₁₆	2867-5-2	0.33	0.25	0.25
3	α-pinene	α-蒎烯	C ₁₀ H ₁₆	80-56-8	9.11	9.24	8.58
4	camphene	茨烯	C ₁₀ H ₁₆	79-92-5	0.16	0.20	0.17
5	β-terpinene	β-萜品烯	C ₁₀ H ₁₆	99-84-3	0.29	0.39	0.36
6	(1S)-(1)-β-pinene	1-β-蒎烯	C ₁₀ H ₁₆	18172-67-3	13.42	15.30	13.17
7	myrcene	月桂烯	C ₁₀ H ₁₆	123-35-3	2.91	2.61	2.86
8	α-phellandrene	α-水芹烯	C ₁₀ H ₁₆	99-83-2	7.14	6.88	5.55
9	3-carene	3-萜烯	C ₁₀ H ₁₆	13466-78-9	24.32	23.38	22.71
10	1,3,8-p-menthatriene	1,3,8-对-薄荷三烯	C ₁₀ H ₁₄	21195-59-5	0.18	0.18	0.30
11	1-methyl-2-(1-methylethyl)-benzene	邻异丙基甲苯	C ₁₀ H ₁₄	527-84-4	2.66	2.71	4.22
12	D-limonene	D-柠檬烯	C ₁₀ H ₁₆	5989-27-5	16.13	15.56	15.63
13	eucalyptol	桉叶油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	470-82-6	0.08	0.07	0.08
14	γ-terpinene	γ-萜品烯	C ₁₀ H ₁₆	99-85-4	0.29	0.26	0.23
15	4-carene	4-萜烯	C ₁₀ H ₁₆	29050-33-7	1.37	1.22	1.29
16	linalool	芳樟醇	C ₁₀ H ₁₈ O	78-70-6	0.47	0.23	0.37
17	α-phellandren-8-ol	α-水芹烯-8-醇	C ₁₀ H ₁₆ O	1686-20-0	-	0.07	0.25
18	(-)-4-terpineol	(-)-4-萜品醇	C ₁₀ H ₁₈ O	20126-76-5	0.12	0.10	0.13
19	2-(4-methylphenyl)propan-2-ol	2-(4-甲基苯基)丙-2-醇	C ₁₀ H ₁₄ O	1197-01-9	-	-	0.14
20	α-terpineol	α-萜品醇	C ₁₀ H ₁₈ O	98-55-5	0.19	0.16	0.19

续表 2

化合物	英文名	中文名	分子式	CAS 号	相对质量分数/%		
					黑胡椒挥发油	包合物	再蒸馏油
21	1-phenyl-2-pentanone	1-苯基-2-戊酮	C ₁₁ H ₁₄ O	6683-92-7	0.05	-	-
22	cis-anethol	茴香脑	C ₁₀ H ₁₂ O	104-46-1	-	-	0.10
23	4-ethenyl-4-methyl-1-(propan-2-yl)-3-(prop-1-en-2-yl)cyclohexene	δ-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	20307-84-0	3.03	2.79	3.54
24	(+)-cycloisotivene	(+)-环异萨替文烯	C ₁₅ H ₂₄	-	0.03	-	0.03
25	(-)-α-copaene	(-)-α-古巴烯	C ₁₅ H ₂₄	3856-25-5	1.24	1.05	1.47
26	cyclobutane, 1,3-diisopropenyl-, trans	反式-1,3-二异丙烯基-环丁烷	C ₁₀ H ₁₆	-	0.02	0.02	-
27	cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-, [1S-(1	β-榄香烯	C ₁₅ H ₂₄	515-13-9	0.72	0.82	0.89
28	(+)-2-carene, 4-α-isopropenyl-	4α-异丙烯基-2-萜烯	C ₁₃ H ₂₀	-	-	0.05	-
29	isodene	异喇叭烯	C ₁₅ H ₂₄	95910-36-4	-	0.04	-
30	α-gurjunene	α-古芸烯	C ₁₅ H ₂₄	489-40-7	0.07	-	0.08
31	1,4-pentanedione, 2,2-dimethyl-1-(4-methylphenyl)-	2,2-二甲基-1-(4-甲基苯基)-1,4-戊二酮	C ₁₄ H ₁₈ O ₂	71821-99-3	-	0.04	-
32	bicyclo[3.1.1]heptane,6-methyl-2-methylene-6-(4-methyl-3-pentenyl)	(1R,5R,6R)-6-甲基-2-亚甲基-6-(4-甲基-戊烯基)双环[3.1.1]庚烷	C ₁₅ H ₂₄	55123-21-2	0.03	-	0.04
33	caryophyllene	石竹烯	C ₁₅ H ₂₄	87-44-5	9.03	9.08	8.93
34	α-guaiene	α-愈创木烯	C ₁₅ H ₂₄	3691-12-1	0.23	0.15	0.26
35	1,4,7,-cycloundecatriene, 1,5,9,9-tetramethyl-,Z,Z,Z-	(Z,Z,Z)-1,5,9,9-四甲基-1,4,7-环-十一碳(三)烯	C ₁₅ H ₂₄	-	2.78	2.90	3.12
36	1-(2-ethyl-3-cyclohexenyl)ethanol	1-(2-乙基-3-环己烯基)乙醇	C ₁₀ H ₁₈ O	-	-	0.03	-
37	1-methyl-6-methylenebicyclo[3.2.0]heptane	1-甲基-6-亚甲基双环[3.2.0]庚烷	C ₉ H ₁₄	-	-	-	0.04
38	santolinatriene	亚麻三烯	C ₁₀ H ₁₆	2153-66-4	0.03	-	-
39	α-cubebene	α-萜澄茄油烯	C ₁₅ H ₂₄	17699-14-8	0.02	-	-
40	germacrene D	吉马烯	C ₁₅ H ₂₄	23986-74-5	0.34	0.28	0.34
41	β-selinene	β-瑟林烯	C ₁₅ H ₂₄	17066-67-0	0.73	0.72	0.84
42	α-selinene	α-瑟林烯	C ₁₅ H ₂₄	473-13-2	0.49	0.40	0.58
43	α-murolene	α-衣兰油烯	C ₁₅ H ₂₄	10208-80-7	0.05	-	0.06
44	β-bisabolene	β-甜没药烯	C ₁₅ H ₂₄	495-61-4	0.34	0.36	0.40
45	5,7-diethyl-5,6-decadien-3-yne	5,7-二乙基-5,6-癸二烯-3-炔	C ₁₄ H ₂₂	61227-89-2	0.03	-	-
46	α-panasinsen	α-人参烯	C ₁₅ H ₂₄	56633-28-4	0.06	0.05	0.07
47	δ-cadinene	δ-杜松烯	C ₁₅ H ₂₄	483-76-1	0.41	0.27	0.47
48	1-ethenyl-1-methyl-4-methylidene-2-(2-methylprop-1-enyl)cycloheptane	1-乙烯基-1-甲基-4-亚甲基-2-(2-甲基丙烯基)环庚烷	C ₁₅ H ₂₄	826337-63-7	-	-	0.13
49	1,5,9,11-tridecatetraene, 12-methyl-,(E,E)-	(E,E)-12-甲基-1,5,9,11-十三碳(四)烯	C ₁₄ H ₂₂	62338-27-6	0.03	0.12	-
50	3-carene,2-acetyl-	2-乙酰基-3-萜烯	C ₁₂ H ₁₈ O	-	0.02	-	-
51	caryophyllene oxide	氧化石竹烯	C ₁₅ H ₂₄ O	1139-30-6	0.49	0.80	1.42
52	diethyl phthalate	酞酸二乙酯	C ₁₂ H ₁₄ O ₄	84-66-2	0.44	0.62	0.46
53	naphthalene, decahydro-, cis-	萘烷	C ₁₀ H ₁₈	493-01-6	0.03	-	-
54	spathulenol	桉油烯醇	C ₁₅ H ₂₄ O	6750-60-3	0.06	0.06	0.09
55	longipinocarveol, trans-	反式-松香芹醇	C ₁₅ H ₂₄ O	-	-	-	0.06

续表 2

化合物	英文名	中文名	分子式	CAS 号	相对质量分数/%		
					黑胡椒挥发油	包合物	再蒸馏油
56	10,10-dimethyl-2,6-dimethylenebicyclo[7.2.0]undecan-5 β -ol	10,10-二甲基-2,6-二亚甲基二环[7.2.0]十一烷-5 β -醇	C ₁₅ H ₂₄ O	19431-80-2	0.03	-	0.02
57	3-keto-isosteviol	3-氧代-异甜菊醇	C ₂₀ H ₂₈ O ₄	-	-	-	0.02
58	α -farnesene	α -法尼烯	C ₁₅ H ₂₄	502-61-4	0.02	-	-
59	3-ethyl-3-hydroxy-5 α -androstan-17-one	3-乙基-3-羟基-5 α -雄甾烷-17-酮	C ₂₁ H ₃₄ O ₂	57344-99-7	-	-	0.08

注：“-”表示无 CAS 号或未检出。

结果 3 种供试品检出的化合物中均以单萜类化合物居多,质量分数 > 70%,倍半萜类化合物约含 20%。黑胡椒挥发油中共鉴定出 46 种化学成分,含量较高的成分依次是 3-萜烯(24.32%),*D*-柠檬烯(16.13%),1- β -蒎烯(13.42%), α -蒎烯(9.11%),石竹烯(9.03%)及 α -水芹烯(7.14%),6 种成分合计 79.15%;化学组分中含氧化合物有 10 种,占 1.94%。黑胡椒油包合物中共鉴定出 40 种化学成分,含量较高的前 6 种成分中除了 1- β -蒎烯(15.30%)外,其他成分与原料油的种类和含量接近,6 种成分合计 79.44%;组分中含氧化合物 10 种,占 2.17%。黑胡椒挥发油经再次蒸馏所得的挥发油中鉴定出 45 种化学成分,含量较高的前 6 种成分含量均低于黑胡椒挥发油,变化稍大的是 α -水芹烯(5.55%),6 种成分合计 74.56%;组分中含氧化合物 13 种,占 3.32%。包合物与黑胡椒挥发油相比,新增 6 种成分,含量占 0.60%;减失的 12 种成分,占黑胡椒挥发油的 0.41%。再蒸馏油与黑胡椒挥发油相比,新增 8 种成分,含量占 0.82%;减失的 9 种成分,占原料油的 0.24%。说明包合物的挥发油组成与包合前基本一致,且再次经水蒸气蒸馏的挥发油变化也不是很明显的,说明黑胡椒挥发油的组成较稳定。

3 讨论

均匀试验中各评价指标设定不同综合评分权重对回归分析的结果有较大影响,应了解试验条件对结果的影响,权衡设定的比例。如果单独对 3 个指标进行回归分析,表明原辅料比例较低对包合物含油率有利,对挥发油的包合率则是比例越大越好,对于收率的影响可忽略,故考虑辅料比例在回归方程预测组合上降低,使含油率不致过低,最终选择原辅料比例 6 倍。温度对含油率影响极小,对其他指标都是越高越好,故选取预测值接近的 60℃。时间的

选取考虑到生产周期,故降低至 4 h。

在对包合物的内在组分进行 GC-MS 分析时,选用无水乙醇为溶剂,提取包合物挥发油,并与原料油及经再次蒸馏的原料油进行比较,结果表明包合和再蒸馏操作,新增和减失的成分所占比例均较少,虽然含氧化合物都会增加,但各主要成分的构成还是与原料油基本一致的。特别是包合物中挥发油组分,氧化物仅略有增加,主要成分含量比例变化不大,基本保存了原料油的原有组成,且热稳定性较好,经再次加热蒸馏得到的组分也较稳定。文献报道不同提取方式所得黑胡椒挥发油中组分含量有差异^[7],实验所用的黑胡椒挥发油来自于工厂设备大批量生产,其组成比例也与该报道的实验室水蒸气蒸馏得到的挥发油组成有所不同。

[致谢] 海南医学院科学实验中心提供的 GC-MS 检测及海南大学分析测试中心提供的 TGA 测试。

[参考文献]

- [1] 王俊贤. 胡椒油[J]. 热带作物译丛, 1981(2): 39.
- [2] 邢旭, 冯建成, 窦志浩, 等. 胡椒油的研究进展[J]. 农业工程技术: 农产品加工业, 2010, 4(11): 34-37.
- [3] 谭乐和, 赵建平, 刘红, 等. 不同加工方法对胡椒精油化学成分的影响[J]. 热带作物学报, 2009, 30(3): 282-285.
- [4] 汪雅芬译. 国际标准 ISO 3061 黑胡椒油[J]. 香料香精化妆品, 1985(2): 44-45.
- [5] 方开泰. 均匀设计与均匀设计表[M]. 北京: 科学出版社, 1994: 116.
- [6] 张一芳, 耿昭. 用电子表格 Excel 进行均匀设计的数据处理[J]. 数理医药学杂志, 2008, 21(5): 534-535.
- [7] 柳中, 阚建全, 李银聪, 等. 不同方法提取的海南黑、白胡椒香气物质 GC-MS 比较分析[J]. 食品工业科技, 2012, 33(2): 175-179, 198.

[责任编辑 刘德文]