

花椒油和花椒籽油提取技术研究进展

胡晴文^{1,2}, 彭郁^{1,2}, 李茉^{1,2}, 温馨^{1,2}, 倪元颖^{1,2}

(1. 中国农业大学食品科学与营养工程学院, 北京 100083; 2. 中国农业大学四川现代农业产业研究院, 成都 610000)

摘要:花椒作为一种传统的药食同源经济作物,在我国具有悠久的栽培和使用历史。近年来,消费者对花椒精深加工产品的需求逐步趋于多样化。为了促进花椒系列产品的开发,对花椒油和花椒籽油的定义、分类和主要提取方法进行了总结。花椒油和花椒籽油分别是以花椒果皮和花椒籽为原料制备的产品,花椒油根据制备方式不同分为花椒调味油、花椒精油和花椒油树脂。花椒籽油的主要制备方式为压榨法和溶剂浸提法。综合创新花椒中脂肪的精深加工技术,拓宽花椒食用、药用等范围,是实现花椒资源增值的有效途径。

关键词:花椒;花椒油;花椒籽油;提取技术

中图分类号:TS224;TS225.1 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2024)01-0016-06

Research progress on extraction process of *Zanthoxylum bungeanum* oil and *Zanthoxylum bungeanum* seed oil

HU Qingwen^{1,2}, PENG Yu^{1,2}, LI Mo^{1,2}, WEN Xin^{1,2}, NI Yuanying^{1,2}

(1. College of Food Science and Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China; 2. CAU-SC Advanced Agricultural & Industrial Institute, Chengdu 610000, China)

Abstract: As a traditional medicinal and edible economic crop, *Zanthoxylum bungeanum* has a long history of cultivation and use in China. In recent years, consumers' demand for deep processing products of *Zanthoxylum bungeanum* has gradually diversified. In order to promote the development of *Zanthoxylum bungeanum* series products, the definition, classification and main extraction methods of *Zanthoxylum bungeanum* oil and *Zanthoxylum bungeanum* seed oil were summarized. *Zanthoxylum bungeanum* oil and *Zanthoxylum bungeanum* seed oil are prepared from *Zanthoxylum bungeanum* peel and *Zanthoxylum bungeanum* seed respectively. *Zanthoxylum bungeanum* oil is divided into *Zanthoxylum bungeanum* seasoning oil, *Zanthoxylum bungeanum* essential oil and *Zanthoxylum bungeanum* oleoresin according to different preparation methods. The main preparation methods of *Zanthoxylum bungeanum* seed oil are pressing method and solvent extraction method. Innovating the deep processing technology of fat in *Zanthoxylum bungeanum* and widening edible and medicinal applications are effective approaches to level up the added value of *Zanthoxylum bungeanum* resource.

Key words: *Zanthoxylum bungeanum*; *Zanthoxylum bungeanum* oil; *Zanthoxylum bungeanum* seed oil; extraction technology

收稿日期:2022-10-15;修回日期:2023-09-27

基金项目:2022年四川农业重点领域关键技术攻关项目(SCB-ZNCY-2022004)

作者简介:胡晴文(1999),女,硕士研究生,研究方向为花椒脂溶物的提取及药用价值研究(E-mail)2373395819@qq.com。

通信作者:温馨,副教授,博士(E-mail)xin.wen@cau.edu.cn。

花椒属芸香科花椒属落叶小乔木,原产于我国,是一种药食同源、低成本、高收益的经济作物。我国目前种植的花椒品种有45种以及13个变种^[1],常见花椒品种有大红袍、藤椒和九叶青等。花椒具有香味浓郁、麻味持久的特点,是我国八大香辛料之一,也是主要调味品之一,其消费空间巨大。目前,花椒产品主要以干花椒和花椒粉等初级产品为主,

产品类型单一,加工方式主要集中为烘烤或晾晒,精深加工方式较少,因此花椒产品附加值不高。近年来,随着人们生活水平的提高,速食料理包、预制菜、自热火锅等产品的兴起,花椒需求也逐渐呈现多样化趋势。

花椒的粗脂肪含量较高,鲜花椒皮与花椒籽的粗脂肪含量分别为10.8%和25.3%^[2],是具有一定发展潜力的特色木本油料资源^[3]。花椒中粗脂肪的提取是花椒精深加工系列产品之一,根据提取原料的不同,又可分为花椒油和花椒籽油。目前针对花椒油和花椒籽油的加工工艺和化学性质研究较多(集中在香气成分和化学稳定性),少有研究从花椒

油和花椒籽油提取工艺的角度对其进行信息汇总和对比分析。本文总结概括了花椒油和花椒籽油的定义、特征、分类和主要提取方法,并分析比较了花椒油和花椒籽油的应用领域和不同提取方法的优缺点,以期为研制开发食品调味、日用化工、生物医药、香精香料等花椒系列产品和明确花椒精深加工方向和目标提供参考。

1 花椒油

花椒油是以花椒果皮为原料生产的油脂,根据其制备方式不同,主要有花椒调味油、花椒精油、花椒油树脂等产品,详见表1。

表1 花椒油的产品分类、提取技术以及化学成分和脂肪酸组成比较

产品分类	提取技术	化学成分/脂肪酸组成	参考文献
花椒调味油	植物油浸提法	调味油脂肪酸组成与植物油相似;烷烃类、酮类、醛类、酯类、烯烃类、酰胺类等	[4-5]
花椒精油	水蒸气蒸馏、超临界CO ₂ 萃取、同时蒸馏萃取等	醇类(芳樟醇,4-萜品醇)、烯类(柠檬烯、月桂烯)、酯类(乙酸芳樟酯)、爱草脑等挥发性成分,黄酮类、酰胺类、生物碱类、酚类等	[6-8]
花椒油树脂	有机溶剂浸提、超临界CO ₂ 萃取等	烯醇类、酯类及其衍生物、萜烯类、酮类、花椒素等	[9-10]

1.1 花椒调味油

食用调味油是指以食用植物油为原料,从食用植物或植物籽粒中提取呈香呈味物质混溶于食用植物油中的调味品^[11],因此植物油浸提法是传统的食用调味油制备方法,其中常用的浸提植物油为大豆油、花生油和菜籽油等烹饪油。根据浸提温度的不同,植物油浸提法可分为低温浸提法(70~90℃)和高温浸提法(120~180℃),其中低温浸提法能够很好地保留香辛料中的热敏性成分,而高温浸提法则能够引发美拉德反应,促进新的熟化风味如熟香型、爆香型和烤香型等的形成^[12]。

花椒调味油是以花椒果皮和植物油为主要原料,经过浸提、过滤、包装等工艺制成的^[13]。王立艳等^[14]用菜籽油以1:3(质量比)的料液比于65℃恒温浸提新鲜青花椒2h,得到麻味素含量为(2.0±0.1)mg/g的青花椒油,GC-MS分析发现其主要挥发性成分为芳樟醇。高夏洁等^[15]以17种不同产区的红花椒为原料,以1:5(质量比)的料液比在180℃菜籽油中恒温浸提6min得到红花椒油,SPME-GC-MS分析发现,产区和品种是红花椒油香气差异的重要因素,红花椒油主要呈香物质为芳樟醇、桉叶油醇、月桂烯和柠檬烯。Sun等^[16]使用菜籽油在130℃下以1:6(质量比)的料液比对汉源红花椒和韩城红花椒恒温浸提20min以提取红花椒油,在两种红花椒油中分别检出44种和34种香

气活性化合物, β -月桂烯和1,8-桉树脑分别在汉源红花椒油和韩城红花椒油中的香气活度值最高。Ni等^[17]以青、红花椒为原料,使用130℃的菜籽油,按照1:6(质量比)的料液比恒温浸提青、红花椒15min,得到青花椒油和红花椒油,分析发现青花椒油的香气特征为青香和柑橘香,而红花椒油的香气特征为草本香、辛香、脂肪香和木香,芳樟醇、乙酸芳樟酯和1,8-桉树脑可以作为挥发性香气标记物对红花椒油和青花椒油进行鉴别。

现有的研究表明,花椒调味油的制备主要使用菜籽油作为浸提油,这可能是因为菜籽油本身风味清香,能更好地衬托出花椒的风味。植物油浸提法制备花椒调味油可以使植物油风味成分与花椒香味物质在热加工过程中充分反应,减轻花椒的辛麻感,同时增添青香味,使产品香气更丰富柔和。此外,中医认为花椒生品具有一定的毒性,经过一定程度的热处理后,花椒中的热敏性成分被破坏,部分挥发性成分逸出,能够降低花椒的毒性,提高花椒油类产品的安全性^[18-19]。但是,植物油浸提温度过高会使花椒调味油产生焦糊味,浸提温度过低花椒调味油会有生青味甚至苦味。因此,需要根据花椒调味油用途精准控制浸提温度,以达到相应花椒油的最优提取效果。

1.2 花椒精油

花椒精油也称花椒挥发油,主要是采用水蒸气

蒸馏和超临界 CO₂ 萃取等方法制备的含有挥发性成分的精油^[20]。花椒精油的主要成分为烯烃、酯类、醇类和酮类等化合物,但是由于花椒产地、品种、采后加工处理方式不同,所得到的花椒精油中主要成分的相对含量差异较大^[6-7,21-22]。花椒精油的香气浓郁,有效成分浓度高,常作为调香底料添加到日化产品中。花椒精油的抗炎、杀菌、杀虫、抗氧化等作用也随着花椒精油浓度的提高而有明显提升,生物活性呈现出明显的浓度和时间依赖性^[23-24]。

1.2.1 水蒸气蒸馏法

水蒸气蒸馏法是指将浸泡湿润后的植物原料与水共热至沸腾,使挥发性成分随水蒸气一并馏出,经冷凝分取而实现分离纯化的方法^[25]。在中药制药生产中,水蒸气蒸馏法是提取和纯化挥发油的常用方法^[26]。

Yang^[6]以料液比 1:5 分别将青、红花椒粉与蒸馏水混合,采用水蒸气蒸馏法加热蒸馏 2 h 后,使用无水 Na₂SO₄ 干燥,获得了青、红花椒精油,GC-MS 分析发现,青花椒精油的主要化学成分是芳樟醇(29.3%)、柠檬烯(14.0%)和桉烯(13.1%),而红花椒精油的主要化学成分是乙酸芳樟酯(15.2%)、芳樟醇(13.2%)和柠檬烯(12.3%)。刘飞等^[8]分别将青、红花椒粉与蒸馏水以料液比 1:10 混合 2 h 后,加热至微沸回流提取 5 h 得到花椒精油,GC-MS 分析发现,青花椒精油的主要成分为爱草脑(72.6%~91.4%),而红花椒精油中主要成分为芳樟醇(24.3%~32.2%)和乙酸芳樟酯(15.7%~32.1%)。陈光静等^[7]将 8 个不同产地的干红花椒果皮磨粉过 0.425 mm(40 目)筛后,以料液比 1:15 与蒸馏水混合,加热蒸馏 4 h 得到红花椒精油,GC-MS 分析发现,8 个产地的红花椒精油中含量最高的为(+)-柠檬烯(121.8~243.5 mg/mL),其次为桉树醇(41.3~89.9 mg/mL)和月桂烯(37.6~77.0 mg/mL)。

水蒸气蒸馏法操作简便,但耗时较长,通过其他方法辅助提取可在保持产品原有品质的基础上,极大地缩短花椒精油的提取时间,提高提取效率^[20]。房信胜等^[27]使用微波辅助水蒸气蒸馏法提取花椒精油,结果发现,微波辅助提取 20 min 的花椒精油产率与水蒸气蒸馏法提取 5 h 的产率无显著性差异,所得花椒精油的化学组成基本相同,相对含量较高的成分有枞萜(15.2%)、4-萜品醇(10.5%)、桉萜(3.7%)和 β -月桂烯(8.3%)等。Wang 等^[28]按照 1:5(质量比)的比例将碳基铁粉和干花椒粉搅拌

混合,利用碳基铁粉良好的微波吸收能力加快传热,采用微波辅助水蒸气蒸馏 30 min 提取的花椒精油,其产率和化学组成与水蒸气蒸馏 3 h 提取的花椒精油无显著性差异。

水蒸气蒸馏法是传统精油提取方法之一,由于其具有设备简单、操作安全环保、成本低、无有机溶剂残留等特点,是目前工业提取精油的重要方法,能够实现连续动态提取;但是由于存在原料受热易焦化、提取过程耗时长、非极性成分(烃类等)提取率低、蒸馏过程中热不稳定物质氧化或分解严重、蒸馏产物功能活性下降等问题^[26,29],对于花椒精油的水蒸气蒸馏法提取工艺仍需优化改进,如增加前处理工艺等以缩短提取时间,提高产品品质,从而满足不同领域的应用需求。

1.2.2 超临界 CO₂ 萃取法

超临界流体萃取技术是指通过改变温度和压力,调节超临界流体的溶解性,选择性地萃取出目标单体或混合物,然后通过减压、升温的方式将超临界流体转变为普通气体除去,从而实现化合物分离提纯的新型提取技术^[30]。超临界 CO₂ 流体临界温度低,价格低廉,便于储运,安全性高,是目前使用最广泛的超临界流体^[31]。

马铃等^[32]使用超临界 CO₂ 萃取技术(温度 40℃,压力 35 MPa,CO₂ 流量 12 L/min,时间 2 h)提取红花椒精油,分子蒸馏除水后将其复配入牛油火锅底料中。Lei 等^[33]使用超临界 CO₂ 萃取技术(温度 50℃,压力 26 MPa,CO₂ 流量 21 L/h,时间 2.5 h)提取花椒精油,其主要化学成分是 6,9,12,15-四烯酸甲酯(12.4%)、4-松油烯乙酸酯(11.9%)、D-柠檬烯(8.3%)和桉叶油醇(5.7%)。刘琳琪等^[31]对超临界 CO₂ 萃取花椒精油的工艺条件进行了优化,发现在温度 42℃、压力 30 MPa、时间 180 min 时,花椒精油的得率最高(12.7%),是水蒸气蒸馏法的 2.27 倍,所提取的花椒精油主要成分是花椒油素(33.0%)和萜类物质。

超临界流体萃取技术对待分离组分选择性高^[30],能够较好地保留萃取物料中的热敏性成分^[34];但是超临界流体萃取技术所需萃取压力大,设备昂贵,生产成本较高,且提取物中易混有脂肪和油树脂等非挥发性成分,限制了超临界产品的大规模工业化推广,其在花椒精油的提取和应用拓展上有待进一步优化。

1.3 花椒油树脂

花椒油树脂是以萃取法制备的花椒半固态浓缩萃取物,主要含有花椒精油等挥发性成分,以及色

素、呈味物质、蛋白质、多糖等非挥发性成分^[35]。花椒油树脂的制备主要采用有机溶剂浸提法。常用的有机溶剂有石油醚、乙醇、乙醚、丙酮、甲醇、乙酸乙酯等,其中乙醇因其安全性高,应用较为广泛^[12]。

Wang等^[24]使用95%乙醇以料液比1:4对10种花椒粉分别浸提72 h,除去溶剂后得到花椒醇提取物,分析鉴定出黄酮类、酚类衍生物、生物碱、木脂素和香豆素等化学成分。曹雁平等^[9]将花椒粉与无水乙醇以1:1(质量比)的料液比混合,并在50℃恒温水浴下超声辅助提取30 min,除去乙醇后得到花椒油树脂,其主要挥发性成分为1-乙基-6亚乙基环辛烯(32.0%)、D-柠檬烯(20.9%)、乙酸芳樟酯(12.1%)和芳樟醇(10.3%)。

张郁松^[36]以甲醇、乙醇、乙酸乙酯、乙醚和丙酮作为浸提溶剂,按照1:3的料液比对大红袍花椒粉连续浸提4 h,脱除溶剂后得到花椒油树脂,结果发现,甲醇的浸提效率最高,花椒油树脂得率最高(6.8%),但所得产品杂质多、颜色深、黏度高,丙酮和乙酸乙酯对酰胺类物质的提取率较低,所得产品辛麻味物质少,综合考虑认为乙醚的脱溶温度低,浸提效率较高且能有效浸提出花椒中的辛麻味物质及香气成分,因此乙醚为提取花椒油树脂的较优溶剂。Ma等^[37]以花椒果皮为原料,比较了水和6种有机溶剂(甲醇、乙醇、乙酸、乙酸乙酯、氯仿、苯)对花椒提取物成分的影响,结果显示,乙酸对脂溶性成分的提取率最高(24.7%),甲醇能高效提取黄酮类物质,乙醇和苯能高效提取酚类物质,乙酸乙酯更适用于提取酰胺类物质。

与花椒精油相比,花椒油树脂中所含化学组分多,香气丰富,食用感官厚重、丰满,更适宜制作食品添加剂,但是花椒油树脂的纯度较低,乳化性较差,具有较强的疏水性,因此在食品加工中需要添加乳化剂或将花椒油树脂干燥后制成微胶囊以改善花椒油树脂的应用性^[38]。有机溶剂浸提法提取花椒油树脂的工艺简单,设备成本低,提取率高,可以不加温或在低温下进行,能够最大程度保留花椒中的热敏性成分。但是该方法也存在浸提时间长,有机溶剂的消耗量大,产品杂质多等问题,同时,脱溶处理易造成产品品质下降,因此限制了其在工业上的大范围应用^[31]。有机溶剂浸提法配合超声、微波等物理辅助手段,可在一定程度上减少有机溶剂的用量,缩短提取时间,降低能量损耗,提高提取效果,是花椒油树脂提取技术优化的主要方向^[39-40]。

花椒果皮中的活性成分,尤其是挥发性成分种类和生物功能使其在食品、药品和日化领域应用广

泛。单一的花椒油提取方法无论是技术、成本、设备、提取效率还是提取效果都具有各自的优缺点,通过探索两种及两种以上的提取技术联用提取花椒油产品,能够克服单一方法的不足,节省提取时间,减少溶剂残留,提高产品品质^[41]。同时蒸馏萃取法是一种将水蒸气蒸馏与溶剂萃取合二为一的萃取方法。张郁松^[42]按照1:10的料液比对花椒粉进行水蒸气蒸馏,同时将乙醚连接到同时蒸馏萃取器的另一端,水浴加热连续萃取3 h,脱水脱溶后得到花椒精油,其得率高于水蒸气蒸馏法蒸馏5 h提取的花椒精油,同时,水蒸气蒸馏法提取的花椒精油辛麻味物质损失较多,而同时蒸馏萃取法可以有效地提取花椒中的极性和非极性风味物质,保留花椒的香味和麻味。王花俊等^[43]以水蒸气蒸馏和二氯甲烷萃取相结合的同时蒸馏萃取法提取花椒中挥发性香味成分,结果表明,同时蒸馏萃取法得到的花椒提取物中鉴定出110种组分,远高于二氯甲烷提取物的(53种),其主要挥发性成分为柠檬烯、花椒素和月桂烯等。与单一溶剂浸提法相比,同时蒸馏萃取法溶剂使用量小,耗能少,提取时间短,得率较高,有利于较高分子质量的挥发性风味化合物的萃取,是一种较优的花椒精油提取方法^[44]。

2 花椒籽油

花椒籽是花椒果实中含油量最高的部分。花椒籽油是以花椒籽为原料制成的油品。花椒籽油中富含亚油酸、亚麻酸等多不饱和脂肪酸,是一种食用价值较高的植物油。根据制油工艺的不同,主要分为压榨法和溶剂浸提法。

2.1 压榨法

压榨法是传统的花椒籽油制备方法,其对花椒的麻味物质及挥发性成分保留较好,能够较大程度还原花椒本身的香味特征^[45]。刘通等^[45]以陕西韩城大红袍花椒籽为原料,使用碱皂化-低温压榨工艺提取花椒籽油,结果表明,花椒籽在80℃的NaOH溶液(质量分数为10%)中皂化处理45 min后,用螺旋压榨机压榨4次(螺距40 mm,压榨温度低于60℃,花椒籽含水率18%),出油率可达15.2%,所得花椒籽原油不经过精炼工艺即可达到GB/T 22479—2008中花椒籽油的一级标准,提取的花椒籽原油中不饱和脂肪酸含量接近90%,多不饱和脂肪酸含量超过60%,不含反式脂肪酸。刘玉兰等^[2]在25℃和40~60 MPa压力下,采用液压榨油机对陕西韩城大红袍新鲜花椒籽进行多次压榨制取花椒籽原油,然后通过水化脱胶和碱炼脱酸等工艺对原油进行精炼获得花椒籽油,所得花椒籽油中挥发性

风味成分含量最高的为烯烴类化合物,其次为醇类、酰胺类化合物。Li 等^[46]以陕西韩城花椒籽为原料,压榨制得花椒籽油,其脂肪酸组成主要为 α -亚麻酸(46.2%)、亚油酸(20.3%)、油酸(14.5%)、棕榈酸(5.2%)、硬脂酸(2.4%)和棕榈油酸(1.3%)。边凤霞等^[47]采用碱液去除花椒籽壳中93.85%的油脂后,用螺旋压榨机在温度低于60℃条件下进行2次榨油,得到的花椒籽原油经初步精炼后得到花椒籽油,其主要脂肪酸组成为亚麻酸、亚油酸和油酸。

2.2 溶剂浸提法

溶剂浸提法也是生产花椒籽油的常用方法。Bai 等^[48]采用超声辅助95%乙醇提取花椒籽油,超高效液相色谱-质谱联用分析得到花椒籽油中主要成分为不饱和脂肪酸,此外花椒籽油中还含有酯类和酮类等挥发性成分。张森等^[49]在料液比1:3(正己烷为溶剂)、浸提温度60℃、浸提时间30 min条件下浸提青花椒籽粉,脱除青花椒浸提液中的正己烷后,继续使用超临界CO₂萃取花椒籽油,此法出油率高于正己烷浸提法,且花椒籽油澄清透亮,具有良好的香气品质。

3 结语

花椒果皮是目前科学研究使用较为广泛的实验原料,其油类产品种类多且应用场景多样、复杂,商品化高。花椒籽是花椒加工的主要副产物,可加工成食用油产品。花椒油类产品的提取加工技术较多,但每种技术都有其优缺点,多种技术联用可以起到协同增效的效果,但是多种技术联用增加了花椒油产品提取的工艺复杂度,工艺优化过程烦琐,有待进行中试化生产和应用推广。实现花椒资源的有效利用,还需要在花椒油精深加工产品、日化品、医药产品、保健食品、保健用品等花椒油衍生产品方面进行开发,在花椒油精深加工技术的综合创新,花椒食用、药用范围的拓宽等方向不断开展研究。

参考文献:

[1] ZHANG M, WANG J, ZHU L, et al. *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. (Rutaceae): A systematic review of its traditional uses, botany, phytochemistry, pharmacology, pharmacokinetics, and toxicology [J/OL]. *Int J Mol Sci*, 2017, 18(10): E2172 [2022-10-15]. <https://doi.org/10.3390/ijms.18102172>.

[2] 刘玉兰, 李锦, 王格平, 等. 花椒籽油与花椒油风味及综合品质对比分析[J]. *食品科学*, 2021, 42(14): 195-201.

[3] 黄伊嘉, 吴斌, 何光赞, 等. 花椒转型发展木本油料的可行性分析及建议[J]. *现代农业科技*, 2021(15): 218-220.

[4] CHANG C, WU G, ZHANG H, et al. Deep-fried flavor: Characteristics, formation mechanisms, and influencing factors [J]. *Crit Rev Food Sci Nutr*, 2020, 60(9): 1496-1514.

[5] 李航, 孙婧, 秦泽宇, 等. 花椒调味油加工过程品质变化研究[J/OL]. *中国油脂*, 2022: 1-11 [2022-10-15]. <https://kns.cnki.net/kcms/detail/61.1099.7s.20220530.0829.004.html>.

[6] YANG X. Aroma constituents and alkylamides of red and green Huajiao (*Zanthoxylum bungeanum* and *Zanthoxylum schinifolium*) [J]. *J Agric Food Chem*, 2008, 56(5): 1689-1696.

[7] 陈光静, 阚建全, 李建, 等. 不同产地红花椒挥发油化学成分的比较研究[J]. *中国粮油学报*, 2015, 30(1): 81-87.

[8] 刘飞, 梅国荣, 卢俊宇, 等. GC-MS-AMDIS 结合保留指数分析比较花椒与青椒挥发油的组成[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2017, 23(5): 84-89.

[9] 曹雁平, 张东. 超声辅助提取和超临界CO₂萃取花椒油树脂的挥发性成分对比分析[J]. *食品科学*, 2010, 31(16): 165-167.

[10] 柴丽琴. 花椒油树脂提取、成分分析、抗氧化性及抑菌性研究[D]. 西安: 陕西师范大学, 2018.

[11] 食用调味油: T/GZSX 015-2020[S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.

[12] 孟庆君, 李凤飞. 液体天然香辛料的开发与应用[J]. *中国调味品*, 2011, 36(8): 1-3.

[13] 牛欣欣, 祝瑞雪, 赵志峰, 等. 响应面法优化花椒油浸提工艺[J]. *食品工业*, 2015, 36(1): 86-91.

[14] 王立艳, 陈吉江, 安骏, 等. SPME-GC-MS 对五种加工工艺鲜花椒油挥发性风味成分的分析[J]. *中国调味品*, 2017, 42(9): 128-133, 137.

[15] 高夏洁, 高海燕, 赵镭, 等. SPME-GC-MS 结合 OAV 分析不同产区花椒炸花椒油的关键香气物质[J]. *食品科学*, 2022, 43(4): 208-214.

[16] SUN J, SUN B, REN F, et al. Characterization of key odorants in Hanyuan and Hancheng fried pepper (*Zanthoxylum bungeanum*) oil [J]. *J Agric Food Chem*, 2020, 68(23): 6403-6411.

[17] NI R, YAN H, TIAN H, et al. Characterization of key odorants in fried red and green Huajiao (*Zanthoxylum bungeanum* Maxim. and *Zanthoxylum schinifolium* Sieb. et Zucc.) oils [J/OL]. *Food Chem*, 2022, 377: 131984 [2022-10-15]. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.131984>.

[18] 边甜甜, 司昕蕾, 牛江涛, 等. 花椒挥发油部位经清炒法炮制前后在小鼠体内的抗炎与镇痛作用[J]. *中国临床药理学杂志*, 2019, 35(4): 369-371, 376.

[19] 边甜甜, 辛二旦, 张爱霞, 等. GC-MS 法分析花椒清炒法炮制前后挥发性成分变化[J]. *中国新药杂志*, 2019, 28(15): 1871-1875.

[20] PANJAITAN R, MAHFUD M, CAHYATI E D, et al. The study of parameters of essential oil extraction from black

- pepper seed using microwave hydrodistillation by modeling [J/OL]. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2021, 749 (1): 012032 [2022 - 10 - 15]. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/749/1/012032>
- [21] FAN L, HUANG Y, ZHAO R, et al. Geographical - origin discrimination and volatile oil quantitative analysis of *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. with a portable near - infrared spectrometer[J]. Anal Methods, 2019, 11(41): 5301 - 5310.
- [22] MA Y, LI J, TIAN M, et al. Authentication of Chinese prickly ash by ITS2 sequencing and the influence of environmental factors on pericarp quality traits [J/OL]. Ind Crops Prod, 2020, 155: 112770 [2022 - 10 - 15]. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112770>.
- [23] CHAKIRA H, LONG M, LIU S, et al. Repellency of essential oils against *Nephotettix cincticeps*: Laboratory and glasshouse assays[J]. J Appl Entomol, 2017, 141 (9): 708 - 720.
- [24] WANG Z, ZHOU Y, SHI X, et al. Comparison of chemical constituents in diverse *Zanthoxylum* herbs, and evaluation of their relative antibacterial and nematicidal activity [J/OL]. Food Biosci, 2021, 42: 101206 [2022 - 10 - 15]. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.101206>
- [25] NURAIN I O, BEWAJI C O, JOHNSON J S, et al. Potential of three ethnomedicinal plants as antisickling agents[J]. Mol Pharm, 2017, 14(1): 172 - 182.
- [26] 刘继鑫, 王克霞, 李朝品. 水蒸气蒸馏法提取中药挥发油存在的问题及解决方法[J]. 时珍国医国药, 2008, 19(1): 97 - 98.
- [27] 房信胜, 王超, 马伟志, 等. 微波辅助提取 - 气相色谱 - 质谱联用快速分析花椒挥发油[J]. 食品科学, 2011, 32(8): 262 - 266.
- [28] WANG Z, DING L, LI T, et al. Improved solvent - free microwave extraction of essential oil from dried *Cuminum cyminum* L. and *Zanthoxylum bungeanum* Maxim [J]. J Chromatogr A, 2006, 1102(1/2): 11 - 17.
- [29] 阎建辉, 唐课文, 许友, 等. GC/MS 法分析花椒挥发油的化学成分 [J]. 质谱学报, 2003, 24 (2): 326 - 331.
- [30] 莫彬彬, 连宾, 万固存, 等. 超临界 CO₂ 分步萃取花椒香气和麻味物质的初步研究[J]. 食品科学, 2009, 30(8): 201 - 203.
- [31] 刘琳琪, 赵晨曦, 李佩娟, 等. 花椒挥发油超临界 CO₂ 萃取的工艺优化及 GC - MS 分析[J]. 现代食品科技, 2020, 36(5): 73 - 80.
- [32] 马铃, 郭川川, 熊伟, 等. 花椒与其精油的复配应用对火锅风味的影响[J]. 中国调味品, 2021, 46(10): 136 - 143.
- [33] LEI H, WU J, WANG Q, et al. Inhibitory effect of *Zanthoxylum bungeanum* essential oil (ZBEO) on *Escherichia coli* and intestinal dysfunction [J]. Food Funct, 2017, 8(4): 1569 - 1576.
- [34] 陈振德, 许重远, 谢立. 超临界 CO₂ 流体萃取花椒挥发油化学成分的研究[J]. 中国中药杂志, 2001, 26(10): 687 - 688.
- [35] 柴丽琴, 原洪, 王立霞, 等. 花椒油树脂酶法提取工艺优化及 GC - MS 分析[J]. 食品与机械, 2017, 33(9): 162 - 166, 172.
- [36] 张郁松. 花椒风味物质超临界萃取与有机溶剂萃取的比较[J]. 中国调味品, 2014, 39(2): 25 - 27.
- [37] MA Y, LI X, HOU L, et al. Extraction solvent affects the antioxidant, antimicrobial, cholinesterase and HepG2 human hepatocellular carcinoma cell inhibitory activities of *Zanthoxylum bungeanum* pericarps and the major chemical components [J/OL]. Ind Crops Prod, 2019, 142: 111872 [2022 - 10 - 15]. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111872>.
- [38] 李利华. 花椒提取物对油脂的抗氧化性能研究[J]. 中国调味品, 2014, 39(11): 32 - 34, 49.
- [39] 高亚妮, 田呈瑞, 康宇新, 等. 超声波提取花椒总黄酮工艺及其抗氧化性研究[J]. 食品科学, 2012, 33(18): 77 - 82.
- [40] 陶志杰, 王睿, 王改玲, 等. 超声波法辅助提取花椒油树脂[J]. 食品与发酵工业, 2012, 38(7): 165 - 168.
- [41] YE Q. Rapid analysis of the essential oil components of dried *Zanthoxylum bungeanum* Maxim by Fe₂O₃ - magnetic - microsphere - assisted microwave distillation and simultaneous headspace single - drop microextraction followed by GC - MS [J]. J Sep Sci, 2013, 36(12): 2028 - 2034.
- [42] 张郁松. 花椒风味物质不同提取方法的比较[J]. 中国调味品, 2013, 38(6): 91 - 92, 102.
- [43] 王花俊, 李小福, 张文洁, 等. 不同提取方法的花椒挥发性香味成分分析研究[J]. 中国调味品, 2020, 45(6): 49 - 53.
- [44] 陈海涛, 孙丰义, 王丹, 等. 梯度稀释法结合气相色谱 - 嗅闻 - 质谱联用仪鉴定炸花椒油中关键性香气活性化合物[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(3): 191 - 198.
- [45] 刘通, 殷钟意, 郑旭煦, 等. 零反式脂肪酸的花椒籽仁油生产工艺及产品质量研究[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(3): 90 - 94.
- [46] LI X Q, KANG R, HUO J C, et al. Wound - healing activity of *Zanthoxylum bungeanum* Maxim seed oil on experimentally burned rats [J]. Pharmacogn Mag, 2017, 13(51): 363 - 371.
- [47] 边凤霞, 郑旭煦, 殷钟意, 等. 压榨花椒籽仁油的制备及其氧化稳定性[J]. 食品科学, 2013, 34(16): 46 - 51.
- [48] BAI Y, HOU J, ZHANG X T, et al. *Zanthoxylum bungeanum* seed oil elicits autophagy and apoptosis in human laryngeal tumor cells via PI3K/AKT/mTOR signaling pathway [J]. Anticancer Agents Med Chem, 2021, 21(18): 2610 - 2619.
- [49] 张森, 马寅斐, 葛邦国, 等. 花椒籽油提取工艺优化 [J]. 中国果菜, 2017, 37(9): 8 - 11, 15.