武佳, 刘小琳, 滕飞, 等. 超临界 $CO_2$ 萃取工艺优化及不同提取方法对花椒油树脂品质的影响分析 [J]. 食品工业科技, 2026, 47(11): 260−271. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025050190

WU Jia, LIU Xiaolin, TENG Fei, et al. Optimization of Supercritical $CO_2$ Extraction and Comparative Analysis of the Quality of *Zanthoxylum* Oleoresin Prepared by Different Extraction Methods[J]. Science and Technology of Food Industry, 2026, 47(11): 260−271. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025050190

·工艺技术·

# 超临界 $CO_2$ 萃取工艺优化及不同提取方法对花椒油树脂品质的影响分析

武　佳[1,2,3], 刘小琳[1,2,3,+], 滕　飞[1,2,3], 徐晓云[1,2,3,*], 吴　婷[1,2,3,*]

（1.华中农业大学食品科技学院, 湖北武汉 430072;
2.环境食品学教育部重点实验室, 湖北武汉 430072;
3.果蔬加工与品质调控湖北省重点实验室, 湖北武汉 430070）

**摘　要:** 以汉源南椒为原料，优化超临界 $CO_2$ 萃取（Supercritical Carbon Dioxide Extraction，SFE）工艺并系统比较其与乙醇提取法（Ethanol Solvent Extraction Method，SEM）、压榨法（Cold Pressing Method，CP）制得花椒油树脂在理化特性、感官特性、挥发性成分以及麻味物质含量上的差异。结果表明：SFE 最优工艺条件为萃取压力 30.4 MPa、温度 38.7 ℃、时间 1.9 h，花椒油树脂得率达 12.72%；SFE 产品麻感纯正浓烈（8.3 分），香味温和（松香、柑橘味），综合感官评分最优；花椒油树脂共检出 5 类 83 种挥发性成分，对比发现，3 种工艺花椒油树脂挥发性成分含量较高的化合物有柠檬烯、月桂烯、芳樟醇、乙酸芳樟酯；SFE 样品麻味物质总含量（597.75 mg/g）显著高于 SEM 样品（438.60 mg/g）和 CP 样品（384.52 mg/g）（$P<0.05$），10 种麻味酰胺类物质中，含量最高的 3 种麻味物质为羟基-$\alpha$-山椒素、羟基-$\beta$-山椒素和羟基-$\gamma$-山椒素。本研究为工业化生产高品质花椒油树脂提供了技术支撑，并证实超临界 $CO_2$ 萃取法在风味与功能性上的综合优势。

**关键词:** 花椒油树脂, 超临界 $CO_2$ 萃取, 理化指标, 感官品质, 挥发性成分, 麻味物质

**中图分类号:** TS225.1　　**文献标识码:** B　　**文章编号:** 1002−0306(2026)11−0260−12

**DOI:** 10.13386/j.issn1002-0306.2025050190

本文网刊:

# Optimization of Supercritical $CO_2$ Extraction and Comparative Analysis of the Quality of *Zanthoxylum* Oleoresin Prepared by Different Extraction Methods

**WU Jia[1,2,3], LIU Xiaolin[1,2,3,+], TENG Fei[1,2,3], XU Xiaoyun[1,2,3,*], WU Ting[1,2,3,*]**

（1.College of Food Science and Technology, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430072, China;
2.Key Laboratory of Environment Correlative Dietology, Ministry of Education, Wuhan 430072, China;
3.Hubei Key Laboratory of Fruit & Vegetable Processing & Quality Control, Wuhan 430070, China）

**Abstract:** Using Han Yuan Nan Jiao as raw material, the supercritical $CO_2$ extraction (SFE) process was optimized, and the differences in physicochemical properties, sensory characteristics, volatile components, and numbing compound contents of *Zanthoxylum* oleoresin prepared by SFE, ethanol solvent extraction method (SEM), and cold pressing method (CP) were systematically compared. Results showed that the optimal SFE conditions were an extraction pressure of 30.4 MPa, temperature of 38.7 ℃, and time of 1.9 h, achieving a *Zanthoxylum* oleoresin yield of 12.72%. The SFE product exhibited pure and

**收稿日期:** 2025−05−21　　+并列第一作者

**基金项目:** 湖北省技术创新计划项目（2024BBB028）。

**作者简介:** 武佳（2002−）, 女, 硕士研究生, 研究方向: 植物性食品基料加工, E-mail: 2303877705@qq.com。
刘小琳（1994−）, 男, 硕士研究生, 研究方向: 生物与医药, E-mail: liuxiaolin2021168@163.com。

*** 通信作者:** 徐晓云（1970−）, 女, 博士, 教授, 研究方向: 植物源农产品深加工及高值化利用, E-mail: xuxiaoyun@mail.hzau.edu.cn。
吴婷（1989−）, 女, 博士, 副教授, 研究方向: 天然产物与健康, E-mail: ting.wu@mail.hzau.edu.cn。

intense numbing sensation (8.3 points) with mild aromatic notes (rosin and citrus), achieving the highest comprehensive sensory score. A total of 83 volatile components across 5 categories were detected in the *Zanthoxylum* oleoresin, with limonene, myrcene, linalool, and linalyl acetate being the predominant compounds across all three methods. The total numbing compound content of the SFE sample (597.75 mg/g) was significantly higher than those of SEM (438.60 mg/g) and CP (384.52 mg/g) samples. Among the 10 numbing amides, hydroxyl-*α*-sanshool, hydroxyl-*β*-sanshool, and hydroxyl-*γ*-sanshool were the most abundant. This study provides technical support for the industrial production of high-quality *Zanthoxylum* oleoresin and confirms the comprehensive advantages of supercritical $CO_2$ extraction in flavor and functional properties.

**Key words:** *Zanthoxylum* oleoresin; supercritical $CO_2$ extraction; physicochemical indices; sensory quality; volatile components; numbing compounds

花椒油树脂是花椒精油和树脂的混合物，是用萃取法从花椒中提取的含有花椒香味和麻味全部风味特征的油状制品[1]。其中柠檬烯和芳樟醇是香气的主要成分，而主要麻感成分来自羟基-*α*-山椒素和羟基-*β*-山椒素[2]。花椒油树脂中有效成分浓度较高且食用方便，相比花椒粉和花椒酱等传统产品，花椒油树脂具有运输便利、占用空间小、不易霉变和方便定量使用等优点[3]。

目前，国内工业化生产花椒制品主要采用压榨法、热油浸提法、有机溶剂法等传统方法[4−6]，这些提取方法普遍存在一些缺陷：压榨法得率偏低，且高温压榨过程易导致热敏性风味物质（如酯类）损失和氧化劣变；溶剂法（如乙醇提取）虽可提高得率，但有溶剂残留味，且后续浓缩过程易造成香气成分逸散；热油浸提法则面临油脂氧化、风味稳定性差等问题[7−9]。以往花椒油树脂的研究主要集中在有机溶剂提取、抗氧化活性以及功能活性方面[10−11]，而提取工艺的研究多聚焦单一提取技术（如压榨法、有机溶剂法）的工艺优化[12]，缺乏对不同工艺制备花椒油树脂的理化指标、感官品质和风味物质组成及含量的系统比较；工艺参数优化多集中于单一指标（如得率）[13]，缺乏如萃取效率-化学组成-感官特性等多指标的关联分析；品质评价偏重得率，忽视了风味物质与感官特性之间的关联。

近些年来，随着超临界二氧化碳萃取技术迅速发展，其萃取无溶剂残留，处理量大，萃取效率高等优势被广泛应用于天然产物的提取[14]。超临界二氧化碳萃取技术，作为一种绿色环保提取分离技术，在低温（38.7 ℃ 近室温）和惰性（$CO_2$ 性质稳定）环境下操作[15]，可高效实现花椒油树脂的工业化生产，其对脂溶性成分（如油脂、精油）具有优异的溶解能力，同时对极性物质（如部分色素、多酚）的溶解性相对较低，显著减少了杂质溶出，这为获得高纯度、高感官品质的花椒油树脂提供了可能。但目前超临界二氧化碳萃取法的工艺优化研究多采用正交试验，该方法难以考察因素间的交互作用，无法准确定位整个区域内的最佳工艺参数组合及其对应的最优响应值。为满足工业生产的需求，需引入一种能够探究多因素交互效应的回归分析方法，而响应面法则恰好能满足这一要求。对此，本研究优化了超临界 $CO_2$ 萃取工艺，并全面分析比较了超临界 $CO_2$ 萃取法、乙醇溶剂法、压榨法制得的花椒油树脂的基本理化性质、感官评价、风味物质等相关品质指标的差异，以期为花椒油树脂的制备和高品质研发提供数据参考和理论依据。

## 1　材料与方法

### 1.1　材料与仪器

四川汉源南椒（收获于 2023 年，采自四川省汉源县）　四川家和原味香料有限公司；压榨花椒油树脂（市售商品，作为传统压榨工艺的代表性对照样品）　四川省汉源汉达食品厂；无水乙醇、无水碳酸钠、三氯甲烷、冰乙酸等分析级试剂　国药集团化学试剂有限公司；乙腈、甲醇　色谱级，美国 Fisher 公司；羟基-*β*-山椒素　HPLC（≥98.5%），天津阿尔塔科技有限公司；正癸烷　GC（≥99%，内标物），上海阿拉丁生化科技有限公司。

BY-300A 粉碎机　永康速锋工贸有限公司；Spe-ed SFE-2 超临界 CO2 萃取装置 1　美国 ASI 公司；HA120-50-005 超临界流体萃取装置 2　南通华安超临界萃取有限公司；GC-MS 7000D 气相色谱-质谱联用仪　安捷伦科技 (中国) 有限公司；HPLC Waters2695 高效液相色谱仪　美国沃特世公司；Ultra-ScanVIS 色差仪　美国 Bio-Rad公司。

### 1.2　实验方法

1.2.1　超临界 $CO_2$ 萃取法制备花椒油树脂　参照 Uquiche 等[16] 和秦洋等[17] 的方法稍加修改进行制备，将干燥汉源南椒经粉碎机粉碎后，过 40 目筛，得到均匀花椒粉末。称取 20.0 g 花椒粉末，均匀填充于超临界萃取釜中，设定好萃取压力、温度及动态萃取时间，$CO_2$ 流量为 25 L/h，启动超临界萃取系统。液态 $CO_2$ 经加压加热转化为超临界流体，携带溶解的花椒油树脂进入分离釜Ⅰ；通过减压至 5 MPa 并升温至 45 ℃ 使 $CO_2$ 气化，油脂成分析出后经底部阀门收集，$CO_2$ 气体冷凝回收循环使用。收集的花椒油树脂转移至棕色玻璃瓶，于−20 ℃ 避光保存。称量计算花椒油树脂得率，计算公式如下：

$$\text{花椒油树脂得率}(\%) = \frac{\text{花椒油树脂质量}}{\text{花椒原料质量}} \times 100$$

1.2.2　单因素实验　为探究不同萃取参数对花椒油树脂得率的影响，采用单因素实验基于上述工艺流程

制备花椒油树脂: 固定温度 40 ℃、时间 1.5 h, 研究萃取压力(15、20、25、30、35 MPa)对花椒油树脂得率的影响; 固定压力 25 MPa、时间 1.5 h, 研究萃取温度(30、35、40、45、50、55 ℃)对花椒油树脂得率的影响; 固定温度 40 ℃、压力 25 MPa, 研究萃取时间(0.5、1、1.5、2、2.5、3 h)对花椒油树脂得率的影响。

1.2.3 响应面试验 根据单因素实验结果, 结合 Box-Behnken 原理设计响应面优化试验。以萃取压力($X_1$), 萃取温度($X_2$), 萃取时间($X_3$)为自变量, 以花椒油树脂得率为响应值, 响应面试验设计见表 1。

表 1 响应面试验设计

Table 1 Response surface experimental design

| 水平 | 因素 | | |
|---|---|---|---|
| | 萃取压力$X_1$(MPa) | 萃取温度$X_2$(℃) | 萃取时间$X_3$(h) |
| −1 | 25 | 35 | 1.5 |
| 0 | 30 | 40 | 2 |
| 1 | 35 | 45 | 2.5 |

1.2.4 有机溶剂法制备花椒油树脂 参照张雪松等[18] 的方法稍加修改制备, 将干燥汉源南椒去籽除杂后, 经高速粉碎机粉碎, 过 40 目筛得到均匀粉末; 称取 10.0 g 粉末置于 250 mL 锥形瓶中, 按料液比 1∶10(w/v)加入无水乙醇, 于 50 ℃ 恒温水浴振荡器中浸提 2 h; 浸提液经双层定性滤纸真空抽滤后, 滤液转移至旋转蒸发仪, 在−0.09 MPa、40 ℃ 条件下减压浓缩至无液滴滴出, 收集粘稠状花椒油树脂。

1.2.5 花椒油树脂制品理化指标及色泽的测定 水分及挥发物测定: 参照 GB 5009.236-2016《动植物油脂水分及挥发物的测定》[19]; 酸价测定: 参照 GB 5009.229-2016《食品中酸价的测定》[20]; 过氧化值测定: 参照 GB 5009.227-2023《食品中过氧化值的测定》[21]; 碘值测定: 参照 GB/T 5532-2022《动植物油脂碘值的测定》[22]。

色泽测定: 将花椒油树脂样品充分摇匀后, 准确量取 5 mL 样品, 注入光程为 10 mm 的洁净石英比色皿中, 确保液面平整无气泡。将比色皿置于色差仪样品台上, 选择 D65 标准光源和 2°观察者角度进行校准。每个样品平行测定 3 次, 分别记录国际照明委员会 LAB 色度空间中的 $L^*$值(明度指数, 范围 0~100)、$a^*$值(红绿度, 正值表示红色方向, 负值表示绿色方向)和 $b^*$值(黄蓝度, 正值表示黄色方向, 负值表示蓝色方向), 最终结果取三次测定的算术平均值。

1.2.6 花椒油树脂定量感官分析方法 在食品科学与工程、食品加工与技术和生物与医药专业的学生中, 按照《感官分析选拔、培训与管理评价员一般导则第 1 部分: 优选评价员》(GB/T 16291.1-2012)[23] 的要求进行感官评价人员的选拔和感官品评培训, 最终筛选出 10 人(食品专业背景、5 男 5 女、进行过相关香气属性训练)组成感官评价小组在华中农业大学食品科学技术学院感官实验室采用定量描述分析(Quantitative Descriptive Analysis, QDA)法进行感官评价。每位感官评价员首先单独评价 3 种花椒油树脂样品, 尽可能多地产生描述外观、组织状态、香气、口感等感官性质的描述语。为保证评价结果的准确性, 要求评价小组成员在评价前 12 h 不吸烟、不喝酒、不食用辛辣刺激的食物。在样品评价过程中, 要求每位评价小组成员每完成一个样品的评价后, 用纯净水漱口并休息 20 min, 然后进行下一个样品的评价。

先对评价小组成员进行花椒油树脂的相关培训, 让其了解花椒油树脂的风味特性。然后小组成员参考《感官分析通过多元分析方法鉴定和选择用于建立感官剖面的描述词》(GB/T 16861-1997)[24] 和《感官分析术语》(GB/T 10221-2021)[25], 通过删减、合并从色泽、粘稠度、草药味、柑橘味、松香味、木香味、涩感、苦味、麻感 9 个方面对花椒油树脂进行感官评价描述, 并通过讨论确定花椒油树脂的描述词汇表, 花椒油树脂的感官描述词及定义如表 2 所示。

表 2 感官描述词与其定义

Table 2 Sensory descriptors and their definitions

| 描述词 | 定义 |
|---|---|
| 色泽 | 样品棕色的强度, 颜色越深, 数值越大 |
| 粘稠度 | 样品铺开所用的力或者观察流动状态 |
| 草药味 | 熬制中草药的香气, 类似于酚类化合物的气味 |
| 柑橘味 | 类似于柠檬的味道 |
| 松香 | 类似于松木树提炼出来的树脂味 |
| 木香味 | 类似于木质香 |
| 涩感 | 某些物质在口腔内产生的发干、收敛收缩的复合感觉 |
| 苦味 | 由苦味物质如奎宁、咖啡等产生的味感 |
| 麻感 | 由酰胺类麻味物质如羟基-*α*-山椒素等产生的味感 |

本研究采用 9 点数字标度作为花椒油树脂的感官评分标尺, 数字由低到高表示花椒油树脂的感官特性由弱到强。具体见表 3。

表 3 花椒油树脂感官评分标尺

Table 3 Sensory scale of *Zanthoxylum* oleoresin

| 评分 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 强度 | 极弱 | 很弱 | 较弱 | 稍弱 | 中等 | 稍强 | 较强 | 很强 | 极强 |

评价小组成员根据花椒油树脂的描述词汇表和感官评分标尺, 按照评价要求对 3 种花椒油树脂样品的感官特性指标进行逐一定量的描述分析, 并分别进行 3 次感官评分, 取平均分纳入统计分析, 最后对评分表进行汇总计算, 分析数据, 结果用感官特性风味剖面图表示。

1.2.7 花椒油树脂挥发性成分分析方法 参考高夏洁等[26] 的方法并进行适当修改, 利用顶空固相微萃取-气相色谱-质谱(HS-SPME-GC-MS)联用技术对花椒油树脂中挥发性风味成分进行检测。取 0.5 g 花椒油树脂样品加入 20 mL 顶空瓶内, 加入 10 μL 的标准品正癸烷(浓度: 10 mg/mL)作为内标, 将顶空

瓶加盖密封后自动测样，先于 75 ℃ 的恒温箱中孵育，平衡 20 min 后，插入 HS-SPME 进样针，推出吸附涂层，萃取 30 min，萃取结束后将萃取头自动从样品瓶中拔出，立即插入 GC 进样口，250 ℃ 解吸 5 min，进行 GC-MS 采集数据。

GC 条件：色谱柱：HP-5MS（30 m×0.25 mm×0.25 μm）；进样口温度 250 ℃；进样方式：分流比 20∶1；程序升温：50 ℃ 保持 2 min，以 5 ℃/min 升温至 70 ℃，保持 2 min，以 2 ℃/min 升温至 80 ℃，保持 2 min，以 18 ℃/min 升温至 140 ℃，保持 2 min，以 2 ℃/min 升温至 170 ℃，保持 2 min，再以 30 ℃/min 升温至 230 ℃ 保持 1 min；载气为氦气（纯度为 99.999%）；流速 1 mL/min。

MS 条件：离子源温度 230 ℃；电子电离源的电子能量 70 eV；传输线温度 280 ℃；四极杆温度 150 ℃；接口温度 250 ℃；质量扫描范围 40~450 amu；溶剂延迟 3.5 min。

定性方法：分离出的未知物与 NIST14.0 谱库进行检索（仅选匹配度大于 80% 的鉴定结果），并与标准品的保留指数（Retention Index，RI）值进行对比分析，通过直接和相应的标准品比较及质谱图的方式定性，化合物 RI 计算见如下公式：

$$RI = 100 \times \frac{t_x - t_n}{t_{n+1} - t_n}$$

式中：n 为碳数；$t_x$ 为保留在碳数 n 和 n+1 正构烷烃之间目标化合物保留时间；$t_n$ 为碳数是 n 的正构烷烃的保留时间；$t_{n+1}$ 为碳数是 n+1 的正构烷烃的保留时间。

定量方法：使用内标法定量，正癸烷（浓度：10 mg/mL）标准溶液为内标，并根据内标质量浓度计算样品中每一个挥发性香气物质的质量浓度，定量计算见如下公式：

$$C_i = C_s \times \frac{A_i}{A_s}$$

式中：$C_i$ 为化合物质量浓度（mg/mL）；$C_s$ 为内标质量浓度（mg/mL）；$A_i$ 为化合物的色谱峰面积；$A_s$ 为内标物色谱峰面积。

1.2.8　花椒油树脂麻味物质成分分析方法　对 3 种工艺制备出的花椒油树脂样品进行麻味物质成分分析。采用高效液相色谱-串联质谱法（HPLC-MS/MS）进行分析。参考徐珊珊等[27]的方法并进行适当修改。分别称取 0.2 g（精确到 0.0001 g）花椒油树脂，加甲醇溶液定容于 100 mL 容量瓶中，超声 10 min 后，用 0.22 μm 有机系微孔滤膜过滤，即得供试品溶液。每次实验均进行 3 次平行。

HPLC 色谱条件：色谱柱为 TSKgelODS-100V（4.6 mm×250 mm，5 μm）；以乙腈-去离子水为流动相梯度洗脱（A：去离子水，B：乙腈）。洗脱程序：梯度洗脱（0~5 min：流动相 A 为 65%，流动相 B 为 35%；5~10 min：流动相 A 为 60%，流动相 B 为 40%；10~15 min：流动相 A 为 45%，流动相 B 为 55%；15~35 min：流动相 A 为 35%，流动相 B 为 65%；35~50 min：流动相 A 为 65%，流动相 B 为 35%），洗脱流速 0.8 mL/min，柱温 35 ℃，检测波长 268 nm，进样 10 μL，时间 50 min。

质谱条件：离子源：电喷雾电离源（ESI）；测定模式：全扫描模式，扫描质量范围：40~450 amu；喷雾电压：3300 V；气化温度：300 ℃；鞘气（氮气）压力：50 psi；辅助气（氩气）压力：20 bar；毛细管温度：325 ℃。

花椒酰胺类物质的定性分析：采用液质联用法对样品中色谱峰进行定性分析，定性确认采用多离子监测原则，要求每个目标化合物至少监测一个母离子及其对应的两个特征子离子。通过对样品总离子流图、提取离子流图及分子量在 40~450 amu 之间的离子二级碎片信息进行分析，确定其化合物分子量，计算化合物组成等，并比对 NIST 质谱库及文献报道的山椒素裂解规律对色谱峰进行定性[28]。

花椒酰胺类物质的定量分析：根据张敬文等[29]报道的半定量方法，以羟基-$\beta$-山椒素标准品对花椒酰胺类物质进行半定量分析。标准曲线的绘制：取羟基-$\beta$-山椒素对照品 10 mg（精确至 0.1 mg），置于容量瓶中，用色谱级甲醇溶解，定容至 10 mL；用色谱级甲醇稀释制成浓度为 5、10、50、100、200、400 μg/mL 的对照品工作溶液，待测。得到标准曲线方程：y=88789X−697152（$R^2$=0.9989）。

### 1.3　数据处理

所有实验重复测定三次，结果经 Excel 2021 处理后，采用 IBM SPSS Statistics 25 进行显著性分析与方差分析，以 $\overline{X}$±SD 表示；图形采用软件 OriginPro 2022 进行绘制；响应面试验由软件 Design-Expert 12 设计分析。

## 2　结果与分析

### 2.1　超临界 $CO_2$ 萃取法制备花椒油树脂工艺优化

2.1.1　单因素实验　由图 1 可知，当萃取压力升高时，花椒油树脂得率显著升高（$P$<0.05），当达到 30 MPa 萃取压力时，花椒油树脂得率最大，为 10.81%。当

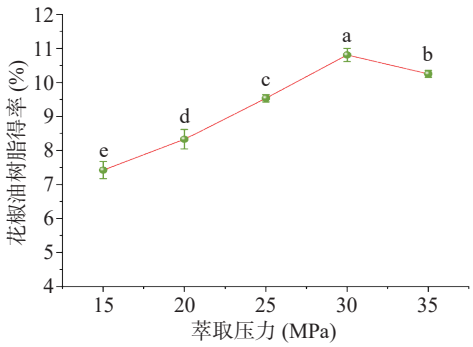



图 1　萃取压力对花椒油树脂得率的影响

Fig.1　Influence of extraction pressure on yield of *Zanthoxylum* oleoresin

注：图中不同小写字母表示差异显著，$P$<0.05，图 2、图 3 同。

萃取压力继续增大时，得率不升反降，萃取压力为 35 MPa 时，得率为 10.28%，与萃取压力为 30 MPa 时相比，降低了 4.90%。可能原因是随着压力的升高，$CO_2$ 流体的密度也随之增加，提高了花椒油树脂的溶解度，然而当萃取压力超过 30 MPa 时，$CO_2$ 流体的可压缩性变小，密度增大受到限制，导致溶出率提升不大。同时，萃取压力增大到一定程度，花椒粉在压力作用下会被挤压收缩，导致其堆密度升高，减少了花椒粉与 $CO_2$ 流体接触的表面积，反而阻止流体扩散，这对花椒油树脂的萃取十分不利[30]。综上，选择 30 MPa 为原料的最佳萃取压力。

由图 2 可知，当萃取温度升高时，花椒油树脂得率也显著升高（$P$<0.05），当达到 40 ℃ 萃取温度时，花椒油树脂得率最大。当萃取温度继续升高，花椒油树脂得率显著下降（$P$<0.05），在萃取温度达到 55 ℃ 时，花椒油树脂得率降低为 8.12%。在萃取温度从 30 ℃ 上升到 40 ℃ 的过程中，花椒油树脂得率显著升高（$P$<0.05），可能原因是温度升高分子热运动增强，传质效率提升，可有效补偿 $CO_2$ 密度降低导致的溶解能力下降；当温度超过 40 ℃，流体密度下降幅度加剧，其对溶解能力的负面影响占据主导地位，致使得率显著下降[31]。综上，选择 40 ℃ 为原料的最佳萃取温度。

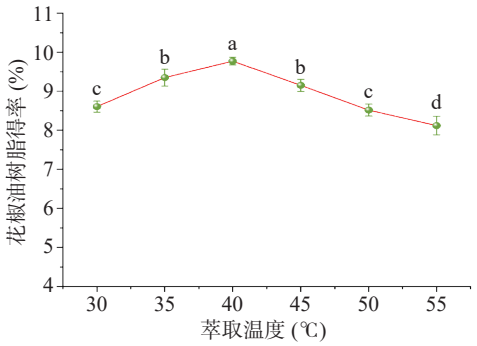



图 2 萃取温度对花椒油树脂得率的影响

Fig.2 Influence of extraction temperature on yield of *Zanthoxylum* oleoresin

由图 3 可知，1.5 h 前，当萃取时间延长时，花椒油树脂得率显著升高（$P$<0.05），当达到 2.0 h 的萃取时间时，花椒油树脂得率较大，为 9.65%。当萃取时间超过 2 h 后，花椒油树脂得率的增加幅度没有显著性差异；说明随着萃取时间的延长，花椒粉中的主要成分萃取得更加充分，当传质达到极点时，传质的效率大幅下降，花椒油树脂得率则不再大幅度提高，这与姚惠芳等[32]的研究结果一致：在超临界 $CO_2$ 提取姜黄素时，发现在固定温度和压力下姜黄素得率在前 70 min 内显著升高，但在 70 min 后得率增长停滞，表明传质效率已接近饱和。综上，选择 2 h 为原料的最佳萃取时间。

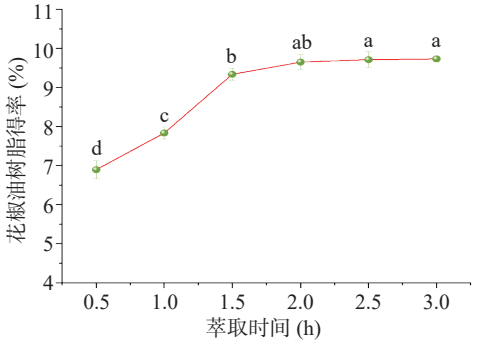



图 3 萃取时间对花椒油树脂得率的影响

Fig.3 Influence of extraction time on yield of *Zanthoxylum* oleoresin

2.1.2 响应面试验优化 超临界二氧化碳萃取花椒油树脂响应面试验设计与结果如表 4 所示。

表 4 响应面试验结果

Table 4 Response surface test results

| 试验号 | 萃取压力$X_1$ | 萃取温度$X_2$ | 萃取时间$X_3$ | 花椒油树脂得率Y(%) |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 1 | 1 | 0 | 9.45 |
| 2 | −1 | 1 | 0 | 10.31 |
| 3 | 1 | −1 | 0 | 9.29 |
| 4 | −1 | −1 | 0 | 9.66 |
| 5 | 1 | 0 | 1 | 9.42 |
| 6 | −1 | 0 | 1 | 10.39 |
| 7 | 1 | 0 | −1 | 9.65 |
| 8 | −1 | 0 | −1 | 9.81 |
| 9 | 0 | 1 | 1 | 11.75 |
| 10 | 0 | −1 | 1 | 11.25 |
| 11 | 0 | 1 | −1 | 11.76 |
| 12 | 0 | −1 | −1 | 11.3 |
| 13 | 0 | 0 | 0 | 12.37 |
| 14 | 0 | 0 | 0 | 12.28 |
| 15 | 0 | 0 | 0 | 12.09 |
| 16 | 0 | 0 | 0 | 12.45 |
| 17 | 0 | 0 | 0 | 12.23 |

通过表 5 进行响应面分析得到相应的花椒油树脂得率的回归方程为：

$$Y=12.28+0.2950X_1-0.2212X_2-0.0362X_3-0.1225X_1X_2-0.2025X_1X_3+0.01X_2X_3-2.15X_1^2-0.4045X_2^2-0.3145X_3^2$$

表中模型 $F$ 值为 178.42，$P$<0.01，失拟项 $P$ 值为 0.7354，$R^2$=0.9957，$R^2_{Adj}$=0.9901，即该模型极显著，此响应面模型可用来分析与预测花椒油树脂得率响应值。萃取压力、萃取温度对花椒油树脂得率有极显著影响（$P$<0.01），萃取时间影响不显著；$X_1^2$、$X_2^2$、$X_3^2$、交互项 $X_1X_3$ 对花椒油树脂得率影响显著（$P$<0.05），说明影响花椒油树脂得率的因素是非线性关系，且各因素之间存在交互作用。根据各因素 $F$ 值大小，确定各因素影响花椒油树脂得率的重要性从大到小为：萃取压力（$X_1$）>萃取温度（$X_2$）>萃取时间（$X_3$）。

2.1.3 各因素交互作用对花椒油树脂得率的影响

由图 4 可知，等高线图能够直接反映不同变量之间相互作用的显著性差异，其中图 4d 为圆形，说明萃取压力和萃取温度交互作用不显著，图 4e 为椭圆形，说明萃取压力和萃取时间两因素之间存在显著的交

表 5　花椒油树脂得率响应面试验方差分析

Table 5　Variance analysis of response surface test for yield of *Zanthoxylum* oleoresin

| 变异源 | 平方和 | 自由度 | 均方 | *F*值 | *P*值 | 显著性 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 模型 | 23.08 | 9 | 2.56 | 178.42 | <0.0001 | ** |
| $X_1$ | 0.69 | 1 | 0.70 | 48.45 | 0.0002 | ** |
| $X_2$ | 0.39 | 1 | 0.39 | 27.25 | 0.0012 | ** |
| $X_3$ | 0.01 | 1 | 0.01 | 0.73 | 0.4207 | |
| $X_1X_2$ | 0.06 | 1 | 0.06 | 4.18 | 0.0803 | |
| $X_1X_3$ | 0.16 | 1 | 0.16 | 11.41 | 0.0118 | * |
| $X_2X_3$ | 0.001 | 1 | 0.001 | 0.03 | 0.8722 | |
| $X_1^2$ | 19.50 | 1 | 19.50 | 1356.88 | <0.0001 | ** |
| $X_2^2$ | 0.87 | 1 | 0.87 | 60.52 | 0.0001 | ** |
| $X_3^2$ | 0.42 | 1 | 0.42 | 28.98 | 0.0010 | ** |
| 残差 | 0.10 | 7 | 0.01 | | | |
| 失拟项 | 0.03 | 3 | 0.01 | 0.44 | 0.7354 | 不显著 |
| 误差 | 0.08 | 4 | 0.02 | | | |
| 总和 | 23.18 | 16 | | | | |
| | | | $R^2$=0.9957, $R^2_{Adj}$=0.9901 | | | |

注：*表示差异显著（$P$<0.05），**表示差异极显著（$P$<0.01）。

互作用，由图 4f 可知，交互作用图为圆形，说明萃取温度和萃取时间交互作用不显著，这与模型方差分析中交互项的显著性结果一致。通过回归模型优化得到超临界二氧化碳萃取法萃取花椒油树脂的最优条件：萃取压力为 30.400 MPa，萃取温度为 38.721 ℃，萃取时间为 1.956 h，模型预测的花椒油树脂得率为 12.326%。

2.1.4　优化工艺参数与验证实验　考虑到实际生产过程中的可操作性，修正最终工艺参数：萃取压力为 30.4 MPa，萃取温度为 38.7 ℃，萃取时间为 1.9 h，在此工艺条件下进行 3 组重复实验，实验结果得出：花椒油树脂得率为 12.72%±0.24%，与模型的理论值相对误差为 3.20%，说明响应面法的预测值可以反映花椒油树脂得率。

## 2.2　不同方法制备的花椒油树脂的品质比较

为系统比较超临界 $CO_2$ 萃取（SFE）、乙醇提取（SEM）与压榨法（CP）三种工艺对花椒油树脂品质的影响，本研究对三组样品进行了对比分析。需要说明的是，由于 CP 样品为市售商品，其与实验室自制的 SFE/SEM 样品在原料批次上不完全一致，部分差异可能同时受到原料批次与提取工艺这两种因素的影响。然而，花椒油树脂的核心品质指标（如酸价、过氧化值、挥发性成分、麻味物质组成等）主要受提取工艺的条件（如温度、溶剂极性、氧化环境）所制约。本研究重点关注三者在这些指标上表现出的系统性、规律性差异，以评估不同工艺的优劣。

2.2.1　不同方法制备的花椒油树脂的理化指标测定

为全面比较三种工艺所得花椒油树脂的品质差异，对实验室自制的超临界 $CO_2$ 萃取所得花椒油树脂、乙醇提取所得花椒油树脂与市售的压榨花椒油树脂在理化指标上的差异进行了对比分析，结果如表 6 所示，不同提取方式对花椒油树脂的理化性质有较大的影响。CP 花椒油树脂和 SFE 花椒油树脂的水分及挥发物含量显著高于 SEM 花椒油树脂（$P$<0.05）。这可能是因为 SEM 花椒油树脂在旋蒸浓缩的过程

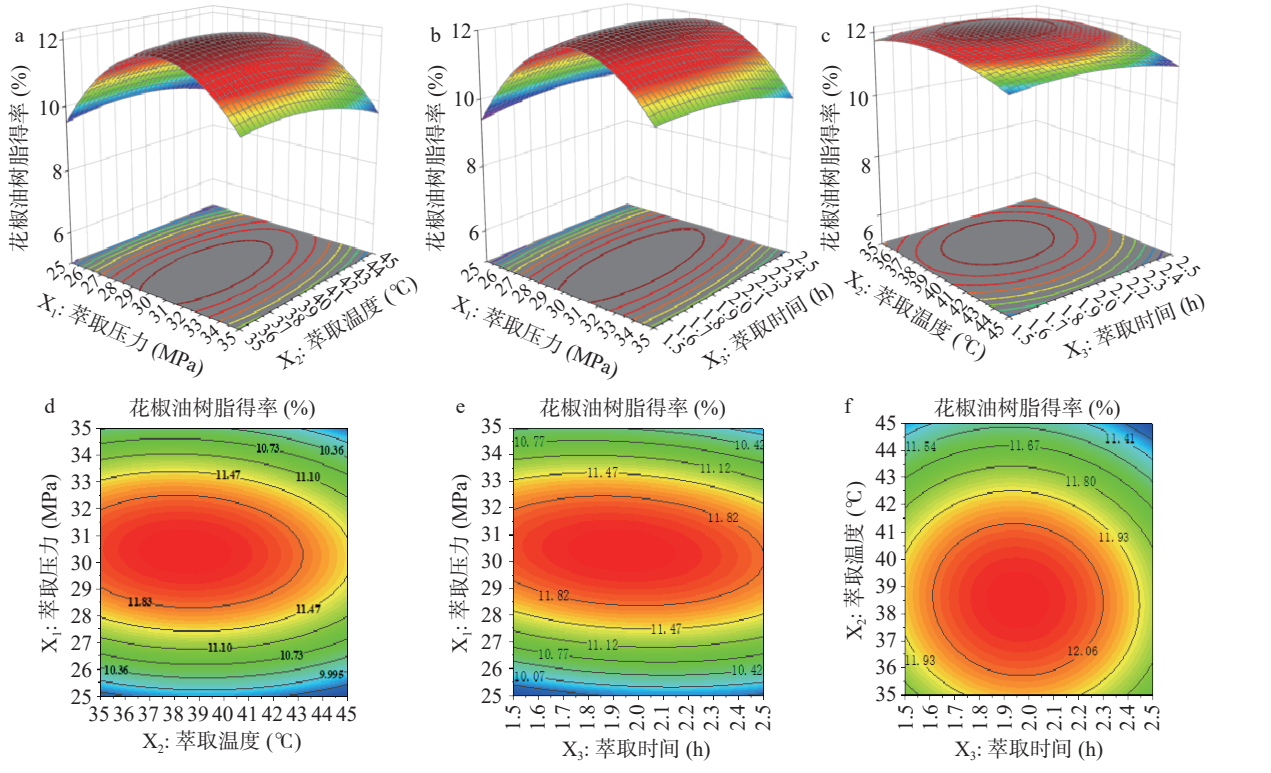



图 4　各因素交互作用对花椒油树脂得率的影响

Fig.4　Effect of interaction of various factors on yield of *Zanthoxylum* oleoresin

表 6 不同工艺花椒油树脂理化性质的比较

Table 6 Comparison of physicochemical properties of different techniques of *Zanthoxylum* oleoresin

| 提取方式 | 水分及挥发物（%） | 酸价（mg/g） | 过氧化值（mmol/kg） | 碘值（mmol/kg） |
|---|---|---|---|---|
| SFE | 17.08±0.15$^{b}$ | 5.59±0.49$^{b}$ | 4.49±0.07$^{a}$ | 42.18±1.57$^{a}$ |
| SEM | 11.16±0.36$^{c}$ | 7.50±0.41$^{a}$ | 5.11±0.65$^{a}$ | 44.77±0.75$^{a}$ |
| CP | 18.53±0.28$^{a}$ | 3.54±0.11$^{c}$ | 2.54±0.15$^{b}$ | 33.69±1.12$^{b}$ |

注：SFE：指超临界二氧化碳萃取法制取的花椒油树脂，SEM：指乙醇提取法制取的花椒油树脂，CP花椒油树脂：指压榨法制取的花椒油树脂，同一指标不同字母表示差异显著（$P$<0.05），表7~表9同。

中，大部分的挥发性成分随溶剂一起蒸发损失。此外，花椒在低温烘干过程中对挥发性成分的损失有一定影响，也就是 SFE 花椒油树脂水分及挥发物低于 CP 花椒油树脂而高于 SEM 花椒油树脂的原因[33]。

由表 6 可知，三种工艺制得的花椒油树脂的酸价存在显著性差异（$P$<0.05），在（3.54~7.50）mg KOH/g 之间，过氧化值在（2.54~5.11）mmol/kg 之间，SEM 花椒油树脂的酸价和过氧化值最高，CP 花椒油树脂的酸价和过氧化值最低。这可能是因为花椒原料经过低温烘干处理以及在 50 ℃ 乙醇溶液中浸提时，导致花椒油树脂中游离脂肪酸增加，以及在一定程度下加速油脂氧化，导致过氧化值偏高。此外，乙醇属于极性成分能萃取更多的极性物质，导致花椒油树脂的酸价和过氧化值偏高[33]。SFE 组氧化程度虽然低于 SEM 组，但是显著高于 CP 组（$P$<0.05），可能是因为该工艺提取过程高压（30.4 MPa）导致细胞破裂促进氧化，并且油脂中水分含量较高，使得甘油三酯更易于水解产生较多的游离脂肪酸[34]。虽然三种工艺对花椒油树脂的酸价和过氧化值有影响，但三种花椒油树脂均符合国标要求。三种工艺制得的花椒油树脂的碘值在（33.69~44.77）mmol/kg 之间，SFE 花椒油树脂和 SEM 花椒油树脂的碘值比 CP 花椒油树脂的稍高，这说明 SFE 花椒油树脂和 SEM 花椒油树脂的不饱和程度大。

2.2.2 不同方法制备的花椒油树脂的色泽品质 为全面比较三种工艺所得花椒油树脂的品质差异，对实验室自制的超临界 $CO_2$ 萃取所得花椒油树脂、乙醇提取所得花椒油树脂与市售的压榨花椒油树脂在色泽上的差异进行了对比分析。由表 7 结果可知，花椒油树脂的主体色泽表现为偏红、偏黄、明度较高的特点。不同提取方式的花椒油树脂的 3 个指标呈显著性差异（$P$<0.05）。由此可见，在色调上 SEM 花椒油树脂相对以明度偏暗，颜色偏红为主，呈暗红棕色；CP 花椒油树脂色泽则以明度偏亮，颜色偏黄为主，呈深黄色；SFE 花椒油树脂的颜色则呈棕褐色。SEM 花椒油树脂呈暗红棕色可能是因为脂溶性色素类物质易溶解于乙醇溶剂；SFE 花椒油树脂的颜色呈棕褐色可能是超临界二氧化碳流体对花椒油树脂的溶解性较大而对色素类物质的溶解性相对偏小；CP 花椒油树脂颜色呈深黄色可能是油水分离时，水溶性色素类物质易溶于水而分离除去[35]。

表 7 不同工艺花椒油树脂色泽品质的比较

Table 7 Comparison of color quality of different techniques of *Zanthoxylum* oleoresin

| 提取方式 | $L^*$ | $a^*$ | $b^*$ |
|---|---|---|---|
| SFE | 55.05±0.81$^{b}$ | 6.72±0.03$^{b}$ | 54.31±0.91$^{b}$ |
| SEM | 28.66±0.18$^{c}$ | 11.21±0.02$^{a}$ | 11.52±0.18$^{c}$ |
| CP | 60.26±0.22$^{a}$ | 3.46±0.01$^{c}$ | 63.10±0.45$^{a}$ |

2.2.3 不同方法制备的花椒油树脂的感官定量描述分析 为全面比较三种工艺所得花椒油树脂的品质差异，对实验室自制的超临界 $CO_2$ 萃取所得花椒油树脂、乙醇提取所得花椒油树脂与市售的压榨花椒油树脂在感官上的差异进行了对比分析。由描述词得分图 5 可知，蛛网图可以直观表征出 3 种花椒油树脂在不同特征上的差异程度，SEM 花椒油树脂在色泽（8.2 分）、粘稠度（7.9 分）、草药味（8.0 分）、涩感（7.4 分）和苦味（6.8 分）5 个特征上得分最高，因此 SEM 花椒油树脂具有较强的草药味、涩味和苦味，风味较差。SFE 样品的负面风味强度居中（苦味 5.1 分、涩感 6.8 分、草药味 6.0 分），而 CP 花椒油树脂在这 3 种风味中得分最低（苦味 3.6 分、涩感 4.8 分、草药味 4.0 分）；在柑橘味方面，CP 花椒油树脂得分最高为 8.3 分，柑橘味浓厚，其次是 SFE 花椒油树脂，得分最少的是 SEM 花椒油树脂；在松香、木质味和麻感方面，SFE 花椒油树脂的得分最高，分别为松香（7.7 分）、木质味（7.5 分）、麻感（8.3 分），不仅松香味浓郁还有较强的柑橘味，风味更加温和丰满，麻味也纯正浓烈，其次是 SEM 花椒油树脂和 CP 花椒油树脂。总体而言，CP 花椒油树脂在香味方面表现突出，SFE 花椒油树脂在麻感上表现更加突出，且在香味上更加柔和，使人容易接受。

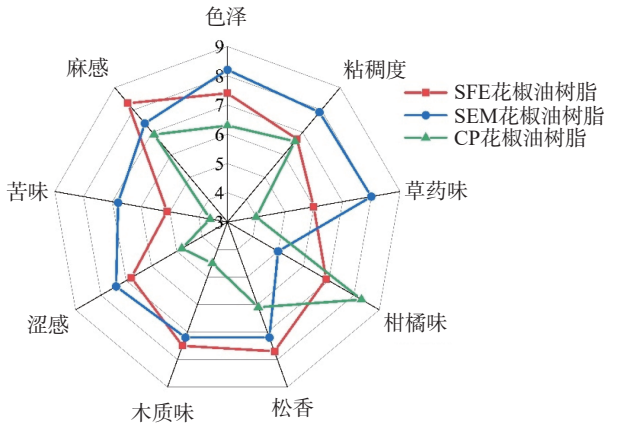



图 5 不同工艺花椒油树脂的感官定量描述分析

Fig.5 Quantitative description and analysis for sensory evaluation of *Zanthoxylum* oleoresin from different techniques

2.2.4 不同方法制备的花椒油树脂的挥发性成分测定 为全面比较三种工艺所得花椒油树脂的品质差异，对实验室自制的超临界 $CO_2$ 萃取所得花椒油树脂、乙醇提取所得花椒油树脂与市售的压榨花椒油

树脂在挥发性成分上的差异进行了对比分析。由表 8 可知，在 3 种工艺花椒油树脂中共检测出 5 大类 83 种挥发性成分，包括 43 种烯烃类、23 种醇类、8 种酯类、4 种醛类和 5 种酮类。不同工艺花椒油树脂的挥发性风味成分的种类和含量均存在显著性差异（$P$<0.05）。SFE 与 SEM 花椒油树脂的挥发性物质种类相对较多，分别为 66 种和 62 种，CP 花椒油树脂检出种类相对较少，为 50 种。在总含量方面，CP 花椒油树脂的挥发性成分含量最高（173.95 mg/g）；SFE 样品次之（163.37 mg/g）；SEM 样品最低（91.97 mg/g）。此外，从各类挥发性成分的分布来看，烯烃类物质在 CP 样品中含量最高，其中 D-柠檬烯（71.91 mg/g）和月桂烯（22.01 mg/g）含量显著高于其他两组（$P$<0.05），这与 CP 样品在感官评价中

表 8　不同工艺花椒油树脂的挥发性成分比较

Table 8　Comparison of volatile components in different techniques of *Zanthoxylum* oleoresin

| | 序号 | 化合物 | 含量(mg/g) | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | SFE | SEM | CP |
| 烯类 | 1 | D-柠檬烯 | 40.69±1.74$^{b}$ | 12.62±0.29$^{c}$ | 71.91±1.90$^{a}$ |
| | 2 | 月桂烯 | 5.28±0.25$^{b}$ | 2.18±0.08$^{b}$ | 22.01±0.67$^{a}$ |
| | 3 | *δ*-杜松烯 | 5.84±0.11$^{a}$ | 3.39±0.09$^{b}$ | 1.82±0.06$^{c}$ |
| | 4 | *γ*-杜松烯 | 3.73±0.06$^{a}$ | 2.02±0.07$^{b}$ | 0.62±0.02$^{c}$ |
| | 5 | 大根香叶烯D | 3.37±0.06$^{a}$ | 2.05±0.05$^{c}$ | 2.64±0.07$^{b}$ |
| | 6 | *α*-衣兰油烯 | 2.14±0.05$^{a}$ | 1.38±0.09$^{b}$ | ND |
| | 7 | (-)-*α*-蒎烯 | 1.45±0.04$^{a}$ | 0.87±0.04$^{b}$ | 0.16±0.01$^{c}$ |
| | 8 | 反式石竹烯 | 1.48±0.03$^{a}$ | 0.84±0.03$^{b}$ | 0.77±0.03$^{b}$ |
| | 9 | *γ*-衣兰油烯 | 1.14±0.02$^{a}$ | 0.66±0.04$^{b}$ | 0.41±0.02$^{c}$ |
| | 10 | 罗勒烯 | 1.08±0.06$^{b}$ | 0.75±0.06$^{c}$ | 5.55±0.16$^{a}$ |
| | 11 | *α*-侧柏烯 | 0.06±0.01$^{b}$ | 0.05±0.01$^{b}$ | 1.04±0.08$^{a}$ |
| | 12 | *α*-蒎烯 | 0.11±0.01$^{b}$ | ND | 1.21±0.07$^{a}$ |
| | 13 | 桧烯 | 0.82±0.04$^{b}$ | 0.16±0.01$^{c}$ | 16.7±0.47$^{a}$ |
| | 14 | *β*-蒎烯 | 0.13±0.03$^{b}$ | ND | 1.08±0.16$^{a}$ |
| | 15 | *α*-水芹烯 | 0.2±0.01$^{b}$ | 0.13±0.02$^{c}$ | 0.26±0.03$^{a}$ |
| | 16 | *α*-松油烯 | 0.24±0.01$^{b}$ | 0.11±0.01$^{c}$ | 0.58±0.05$^{a}$ |
| | 17 | 反式*β*-罗勒烯 | 0.89±0.05$^{b}$ | 0.49±0.05$^{c}$ | 3.86±0.10$^{a}$ |
| | 18 | *γ*-松油烯 | 0.37±0.02$^{b}$ | 0.14±0.01$^{c}$ | 1.11±0.06$^{a}$ |
| | 19 | 环氧化蛇麻烯II | 0.25±0.02$^{a}$ | 0.22±0.01$^{a}$ | ND |
| | 20 | *α*-荜澄茄油烯 | 0.56±0.01$^{a}$ | 0.39±0.01$^{b}$ | ND |
| | 21 | *α*-柏木烯 | 0.62±0.01$^{a}$ | 0.38±0.02$^{b}$ | ND |
| | 22 | (+)-香橙烯 | 0.10±0.01$^{b}$ | 0.10±0.01$^{b}$ | 0.16±0.01$^{a}$ |
| | 23 | *β*-柏木烯 | 0.22±0.01$^{a}$ | 0.11±0.01$^{b}$ | ND |
| | 24 | *α*-石竹烯 | 0.92±0.02$^{a}$ | 0.47±0.04$^{b}$ | 0.37±0.01$^{c}$ |
| | 25 | 白菖烯 | 0.56±0.02$^{a}$ | 0.34±0.01$^{b}$ | 0.20±0.01$^{c}$ |
| | 26 | *α*-香柠檬烯 | 0.28±0.01$^{a}$ | 0.14±0.04$^{b}$ | 0.10±0.02$^{c}$ |
| | 27 | 金合欢烯 | 0.25±0.02$^{a}$ | 0.14±0.04$^{c}$ | 0.17±0.01$^{b}$ |
| | 28 | 异喇叭烯 | 0.08±0.01 | ND | ND |
| | 29 | 毕澄茄烯 | 0.27±0.01$^{a}$ | 0.16±0.01$^{b}$ | 0.09±0.01$^{c}$ |
| | 30 | *α*-杜松烯 | 0.59±0.01$^{a}$ | 0.34±0.01$^{b}$ | 0.21±0.01$^{c}$ |
| | 31 | 二去氢菖蒲烯 | 0.36±0.01$^{a}$ | 0.22±0.01$^{b}$ | 0.12±0.01$^{c}$ |
| | 32 | *γ*-榄香烯 | 0.61±0.03$^{a}$ | 0.33±0.03$^{b}$ | ND |
| | 33 | 氧化石竹烯 | 0.51±0.06$^{a}$ | 0.16±0.01$^{b}$ | ND |
| | 34 | 愈创木烯 | 0.35±0.03$^{a}$ | 0.15±0.04$^{b}$ | ND |
| | 35 | *α*-异松油烯 | ND | ND | 0.67±0.03 |
| | 36 | 别罗勒烯 | ND | ND | 0.49±0.03 |
| | 37 | (-)-*α*-古芸烯 | 0.06±0.01$^{a}$ | 0.04±0.01$^{a}$ | ND |
| | 38 | *γ*-榄香烯 | ND | ND | 0.10±0.02 |
| | 39 | A-布藜烯 | ND | ND | 0.28±0.02 |
| | 40 | 古巴烯 | ND | ND | 0.18±0.02 |
| | 41 | (+)-双环大根香叶烯 | ND | ND | 1.05±0.03 |
| | 42 | 大根香叶烯B | ND | ND | 0.23±0.01 |
| | 43 | (+)-A-蒎烯 | ND | 0.05±0.01 | ND |

**续表 8**

| | 序号 | 化合物 | 含量(mg/g) | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | SFE | SEM | CP |
| 醇类 | 44 | 芳樟醇 | 22.93±0.73[b] | 16.23±0.64[c] | 24.95±0.71[a] |
| | 45 | 桉叶油醇 | 2.16±0.04[a] | 1.88±0.11[b] | ND |
| | 46 | (Z)-香芹醇 | 0.99±0.02[a] | 0.63±0.03[b] | ND |
| | 47 | 桉油烯醇 | 1.05±0.07[a] | 0.37±0.11[b] | ND |
| | 48 | (E)-香芹醇 | 0.71±0.02[a] | 0.38±0.01[b] | ND |
| | 49 | (Z)-氧化芳樟醇 | 0.47±0.04[a] | 0.30±0.03[b] | ND |
| | 50 | (E)-氧化芳樟醇 | 0.73±0.04[a] | 0.45±0.03[b] | ND |
| | 51 | 松油烯-4-醇 | 0.54±0.01[b] | 0.27±0.01[c] | 1.15±0.03[a] |
| | 52 | *α*-松油醇 | 2.50±0.02[a] | 0.29±0.02[c] | 1.94±0.05[b] |
| | 53 | 苯乙醇 | 0.13±0.01[c] | 0.17±0.01[a] | 0.15±0.01[b] |
| | 54 | 枯茗醇 | 0.10±0.01[a] | 0.06±0.01[b] | ND |
| | 55 | (-)-紫苏醇 | 0.11±0.01[a] | 0.07±0.01[b] | ND |
| | 56 | 榄香醇 | 0.16±0.01[b] | 0.06±0.02[c] | 0.19±0.02[a] |
| | 57 | 蓝桉醇 | 0.07±0.01 | ND | ND |
| | 58 | *γ*-桉叶油醇 | 0.17±0.01[a] | 0.08±0.02[b] | ND |
| | 59 | A-菖蒲醇 | 0.12±0.03 | ND | ND |
| | 60 | T-松烷醇 | 0.57±0.02[a] | 0.20±0.08[c] | 0.34±0.01[b] |
| | 61 | *β*-桉叶醇 | 0.26±0.01[a] | 0.17±0.05[b] | ND |
| | 62 | 茅苍术醇 | 0.27±0.02[a] | 0.30±0.06[a] | ND |
| | 63 | 橙花醇 | ND | ND | 0.34±0.02 |
| | 64 | 异戊烯醇 | ND | ND | 0.14±0.01 |
| | 65 | *α*-毕橙茄醇 | ND | ND | 0.63±0.03 |
| | 66 | 紫苏醇 | ND | 0.14±0.02 | ND |
| 酯类 | 67 | 乙酸芳樟酯 | 47.13±0.80[a] | 34.54±1.09[b] | 3.29±0.10[c] |
| | 68 | 乙酸松油酯 | 2.48±0.04[a] | 1.47±0.05[b] | 0.56±0.02[c] |
| | 69 | 乙酸苯乙酯 | 0.64±0.03[a] | ND | 0.57±0.05[a] |
| | 70 | 乙酸橙花酯 | 0.43±0.01[b] | 0.28±0.02[c] | 0.91±0.03[a] |
| | 71 | 丁酸芳樟酯 | 0.24±0.01[a] | 0.07±0.01[b] | ND |
| | 72 | 苯乙酸异丁酯 | 0.13±0.01[a] | 0.08±0.01[b] | ND |
| | 73 | 反式,反式-十八烷基乙酸酯 | 0.13±0.01 | ND | ND |
| | 74 | 乙酸香叶酯 | ND | ND | 1.74±0.06 |
| 醛类 | 75 | 2,4-己二烯醛 | 0.24±0.02[a] | 0.04±0.01[c] | 0.15±0.01[b] |
| | 76 | 枯名醛 | 0.10±0.02[a] | 0.07±0.01[a] | ND |
| | 77 | 紫苏醛 | 0.09±0.03[a] | 0.09±0.01[a] | ND |
| | 78 | 桃金娘烯醛 | ND | ND | 0.09±0.01 |
| 酮类 | 79 | 香芹酮 | 2.01±0.05[a] | 1.31±0.05[b] | ND |
| | 80 | *α*-侧柏酮 | ND | ND | 0.47±0.02 |
| | 81 | 异辣薄荷烯酮 | 0.10±0.03[a] | 0.08±0.01[a] | ND |
| | 82 | 4-异丙基-2-环己烯酮 | ND | 0.31±0.01 | ND |
| | 83 | 侧柏酮 | ND | ND | 0.19±0.02 |
| 总含量(mg/g) | | | 163.37±0.83[b] | 91.97±0.59[c] | 173.95±1.36[a] |

注: ND: 未检出该物质。

柑橘味得分最高(8.3 分)的结果相一致。SFE 样品中 *δ*-杜松烯、*γ*-杜松烯等高沸点萜烯类物质含量较高,反映出超临界流体对高沸点成分的良好萃取能力[36];醇类物质中以芳樟醇为代表,在 CP 中含量最高(24.95 mg/g),SFE 次之(22.93 mg/g),SEM 最低(16.23 mg/g)。SFE 样品中还检出较多氧化芳樟醇、松油烯-4-醇等高沸点醇类物质。这些物质挥发速率较慢、香气阈值低、气味柔和,与芳樟醇共同贡献了 SFE 花椒油树脂的松香风味特征(感官评价中松香味得分最高,7.7 分);酯类物质在 SFE 样品中保留效果最佳,其中乙酸芳樟酯含量(47.13 mg/g)显著高于 SEM(34.54 mg/g)和 CP(3.29 mg/g)($P$<0.05),说明超临界 $CO_2$ 能有效避免高温或溶剂处理导致的酯类水解[37],有利于香气成分的保留;醛酮类物质总量较低,但在 SFE 和 SEM 中检出种类较多,香芹酮(2.01 mg/g,薄荷香)、2,4-己二烯醛(0.24 mg/g,青香)等香气活性极高的物质,能够增强香气的复杂度和层次感,这可能是 SFE 样品香气表现更温和丰满

的原因之一。相比之下，CP 工艺醛酮种类少且特征单一，其香气表现则更偏向直接的柑橘调[38]。综上所述，SEM 工艺的草药味（8.0 分）、涩感（7.4 分）可能与其高酚类物质及低酯类保留有关，而 SFE 工艺的松香味（7.7 分）和麻感（8.3 分）优势，则源于芳樟醇（22.93 mg/g）和麻味酰胺类物质（597.75 mg/g）的协同作用。

2.2.5　不同方法制备的花椒油树脂的麻味成分测定

为全面比较三种工艺所得花椒油树脂的品质差异，对实验室自制的超临界 $CO_2$ 萃取所得花椒油树脂、乙醇提取所得花椒油树脂与市售的压榨花椒油树脂在麻味成分上的差异进行了对比分析。表 9 中不同工艺花椒油树脂样品的麻味成分定量结果表明，3 种工艺花椒油树脂样品麻味物质组成上相同但在含量上存在显著性差异（$P$<0.05）。总麻味物质含量最高的是 SFE 花椒油树脂样品，为 597.75 mg/g；其次是 SEM 花椒油树脂样品，为 438.60 mg/g；而 CP 花椒油树脂样品的含量最低，为 384.52 mg/g，这与定量感官中的麻感评价得分结果一致，说明麻味物质含量与麻度具有极强的相关性。10 种麻味酰胺类物质中，羟基-$\alpha$-山椒素、羟基-$\beta$-山椒素和羟基-$\gamma$-山椒素是含量最高的 3 种麻味物质，3 种物质之和分别占 3 个样品中总麻味物质含量的 90.47%、93.11% 和 91.91%。在 10 种麻味酰胺类物质中，SFE 花椒油树脂样品相比于 SEM 花椒油树脂和 CP 花椒油树脂样品都呈现含量最高的特点，具有显著性差异（$P$<0.05），而 SEM 花椒油树脂在羟基-$\alpha$-山椒素、羟基-$\gamma$-山椒素和花椒素这 3 种酰胺类成分上也显著性高于 CP 花椒油树脂（$P$<0.05）。SFE 花椒油树脂中羟基-$\alpha$-山椒素（377.86 mg/g）占比最高（63.2%），其强烈的麻刺感直接贡献了“麻感纯正浓烈（8.3 分）”的感官特征，而羟基-$\beta$-山椒素（48.73 mg/g）和羟基-$\gamma$-山椒素（114.19 mg/g）通过协同作用进一步增强了麻感的持久性与层次感，SFE 萃取方法麻感强的主要原因可能是超临界 $CO_2$ 萃取通常在低温下进行，低温结合 $CO_2$ 惰性环境可显著减少羟基-$\alpha$-山椒素等热敏性酰胺类物质的热解和氧化损失[39]；SEM 花椒油树脂中麻味物质总量（438.60 mg/g）虽低于 SFE，但其羟基-$\alpha$-山椒素（291.04 mg/g）和花椒素（4.44 mg/g）含量显著高于 CP（$P$<0.05），赋予其“麻感较强（7.4 分）”但略带刺激性苦味的特征；CP 花椒油树脂中麻味物质总量最低（384.52 mg/g），羟基-$\alpha$-山椒素（243.05 mg/g）含量仅为 SFE 的 64.3%，导致麻感评分（6.9 分）显著偏低，且麻感呈现短暂、后劲不足。感官-麻味成分的定量关联表明：羟基-$\alpha$-山椒素作为核心麻味物质，其含量与麻感强度呈线性关系（SFE>SEM>CP），花椒素与异花椒素等次要麻味成分（如 SEM 中花椒素 4.44 mg/g）可能通过增强神经末梢敏感性，间接提升麻感复杂度，但过量时易引发苦味（SEM 苦味评分 6.8 分）[40]。

表 9　不同工艺花椒油树脂的麻味成分比较

Table 9　Comparison of numbing ingredients in different techniques of *Zanthoxylum* oleoresin

| 化合物 | 含量（mg/g） | | |
|---|---|---|---|
| | SFE | SEM | CP |
| 羟基-$\varepsilon$-山椒素 | 9.67±0.61$^a$ | 5.59±0.33$^c$ | 8.02±0.44$^b$ |
| 羟基-$\alpha$-山椒素 | 377.86±3.34$^a$ | 291.04±2.64$^b$ | 243.05±3.24$^c$ |
| 羟基-$\beta$-山椒素 | 48.73±1.78$^a$ | 31.03±0.61$^c$ | 36.17±1.71$^b$ |
| 羟基-$\gamma$-山椒素 | 114.19±4.6$^a$ | 86.3±0.81$^b$ | 74.19±0.37$^c$ |
| 羟基-$\gamma$-异山椒素 | 7.26±0.66$^a$ | 4.7±0.11$^b$ | 5.77±0.69$^b$ |
| 花椒素 | 9.37±0.34$^a$ | 4.44±0.27$^b$ | 3.31±0.12$^c$ |
| 异花椒素 | 7.04±0.63$^a$ | 3.54±0.20$^b$ | 2.94±0.16$^b$ |
| $\beta$-山椒素 | 1.18±0.14$^a$ | 0.12±0.01$^b$ | 0.21±0.04$^b$ |
| $\gamma$-脱氢山椒素 | 2.57±0.37$^a$ | 1.11±0.05$^b$ | 0.89±0.06$^b$ |
| $\gamma$-山椒素 | 19.88±2.14$^a$ | 10.73±0.30$^b$ | 9.97±0.21$^b$ |
| 总含量 | 597.75±13.58$^a$ | 438.60±4.41$^b$ | 384.52±0.37$^c$ |

## 3　结论

通过响应面法优化得到超临界 $CO_2$ 萃取花椒油树脂的最佳工艺参数为萃取压力 30.4 MPa、萃取温度 38.7 ℃、萃取时间 1.9 h，此条件下油树脂得率为 12.72%。SFE 法制备的花椒油树脂麻感纯正浓烈，麻味物质总含量（597.75 mg/g）显著高于乙醇提取法（438.60 mg/g）和压榨法（384.52 mg/g），其中羟基-$\alpha$-山椒素含量最高（377.86 mg/g），占总麻味物质的 63.2%；其香味温和（具松香、柑橘味特征），关键挥发性物质芳樟醇（22.93 mg/g）和柠檬烯（40.69 mg/g）含量较高；SFE 油树脂挥发性成分种类丰富（66 种），总含量 163.37 mg/g，酯类物质（如乙酸芳樟酯 47.13 mg/g）保留较好，香气层次丰富。相比之下，SEM 油树脂存在溶剂残留异味（苦味、涩味、草药味），CP 油树脂加工中挥发性成分（尤其酯类）损失较大。结果表明，超临界 $CO_2$ 萃取技术利用低温、惰性（$CO_2$）环境，有效保留了热敏性麻味物质和易挥发性香味成分，产品兼具纯正麻感与温和香气，为高品质花椒油树脂工业化生产提供了可行的技术方案。

© The Author(s) 2026. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

## 参考文献

[1] 高露，赵镭，史波林，等. 气相色谱-质谱联用结合气味活度值分析红花椒油的关键香气物质特征[J]. 食品与发酵工业，2023，49(22)：295−301. [GAO Lu, ZHAO Lei, SHI Bolin, et al. GC-MS combined with odor activity value to analyze key aroma substance characteristics of red Chinese pepper oil[J]. Food and Fermentation Industries, 2023, 49(22): 295−301.]

[2] 段萍. 花椒油风味品质的变化研究[D]. 重庆：西南大学，2024. [DUAN Ping. Study on the change of flavor quality of *Zanthoxylum bungeanum* oil[D]. Chongqing: Southwest University, 2024.]

[3] 雷瑞萍. 一种新型花椒调味料的制取工艺研究[J]. 中国调味品，2017，42(9)：93−95,108. [LEI Ruiping. Research on prepara-

tion process of a new-type prickly ash seasoning[J]. China Condiment, 2017, 42(9): 93−95,108. ]
[4] 石雪萍. 花椒中生物碱测定方法及提取工艺研究[J]. 中国调味品, 2017, 42(12): 101−105. [ SHI Xueping. Study on determination method and extraction technology of *Zanthoxylum bungeanum* alkaloids[J]. China Condiment, 2017, 42(12): 101−105. ]
[5] 陈凯. 典型香辛料精油品质调控机理及其应用研究[D]. 无锡: 江南大学, 2023. [ CHEN Kai. Study on quality control mechanism and application of typical spice essential oil[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2023. ]
[6] SUPARDAN M D, FUADI A, ALAM P N, et al. Solvent extraction of ginger oleoresin using ultrasound[J]. Makara of Science Series, 2012, 15(2): 107−114.
[7] 胡晴文, 彭郁, 李茉, 等. 花椒油和花椒籽油提取技术研究进展[J]. 中国油脂, 2024, 49(1): 16−21. [ HU Qingwen, PENG Yu, LI Mo, et al. Research progress on extraction process of *Zanthoxylum bungeanum* oil and *Zanthoxylum bungeanum* seed oil[J]. China Oils and Fats, 2024, 49(1): 16−21. ]
[8] 胡丽丽. 花椒调味油制备的研究[D]. 成都: 西华大学, 2013. [ HU Lili. Study on the processing technology of *Zanthoxylum* oil[D]. Chengdu: Xihua University, 2013. ]
[9] LI Hang, SUN Jingxuan, HE Xinyi, et al. Study on production technology and volatile flavor analysis of fragrance *Zanthoxylum* seasoning oil[J]. Foods, 2023, 12(11): 14.
[10] 张炯. 花椒油树脂感官风味评价、调控及其应用研究[D]. 无锡: 江南大学, 2024. [ ZHANG Jiong. Evaluation and regulation of sensory flavor of Sichuan pepper oleoresin and its applied research[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2024. ]
[11] 赵强, 徐未芳, 王桂林, 等. 花椒油树脂提取工艺及其生物活性研究进展[J]. 粮食与油脂, 2021, 34(1): 4−6,15. [ ZHAO Qiang, XU Weifang, WANG Guilin, et al. Research progress on extraction process and bioactivity of oleoresin from *Zanthoxylum bungeanum*[J]. Cereals & Oils, 2021, 34(1): 4−6,15. ]
[12] 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. [ CHAI Liqin, YUAN Hong, WANG Lixia, et al. Extraction optimization of enzyme hydrolysis method and GC-MS analysis on oleoresin from *Zanthoxylum*[J]. Food & Machinery, 2017, 33(9): 162−166,172. ]
[13] 邵杰, 宋瑞雯, 王改玲, 等. 响应面法优化花椒油树脂的超声提取工艺[J]. 食品工业科技, 2012, 33(24): 329−331. [ SHAO Jie, SONG Ruiwen, WANG Gailing, et al. Optimization of extraction process conditions of oleoresin from *Zanthoxylum bungeanum* by response surface methodology[J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(24): 329−331. ]
[14] 张瑞, 刘波, 周娟妮, 等. 超临界 $CO_2$ 萃取技术提取麻辣火锅油工艺优化研究[J]. 食品与发酵科技, 2024, 60(5): 38−43,73. [ ZHANG Rui, LIU Bo, ZHOU Juanni, et al. Research on optimization of extracting spicy hot pot oil process by supercritical $CO_2$ extraction technology[J]. Sichuan Food and Fermentation, 2024, 60(5): 38−43,73. ]
[15] OU H, ZUO J, GREGERSEN H, et al. Combination of supercritical $CO_2$ and ultrasound for flavonoids extraction from *Cosmos sulphureus*: Optimization, kinetics, characterization and antioxidant capacity[J]. Food Chemistry, 2024, 435: 137598.
[16] UQUICHE E, MILLAO S, del VALLE J M. Extrusion affects supercritical $CO_2$ extraction of red pepper (*Capsicum annuum* L.) oleoresin[J]. Journal of Food Engineering, 2022, 316: 110829.
[17] 秦洋, 李波, 迟晓君, 等. 低温超微粉碎对超临界二氧化碳萃取花椒籽油脂的影响[J]. 食品工业, 2024, 45(6): 25−29. [ QIN Yang, LI Bo, CHI Xiaojun, et al. Effect of low temperature ultrafine grinding on supercritical carbon dioxide extraction of *Zanthoxylum* seed oil[J]. The Food Industry, 2024, 45(6): 25−29. ]
[18] 张雪松, 朱媛. 乙醇法提取花椒油树脂的研究[J]. 食品与生物技术学报, 2008, 27(2): 75-77. [ ZHANG Xuesong, ZHU Yuan. Ethanol extraction of *Zanthoxylum oleoresin*[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2008, 27(2): 75-77. ]
[19] 全国粮油标准化技术委员会. 动植物油脂水分及挥发物的测定: GB 5009.236-2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016: 5−7. [ National Technical Committee for Standardization of Grains and Oils. Determination of moisture and volatile matter in animal and vegetable fats and oils: GB 5009.236-2016[S]. Beijing: China Standards Press, 2016: 5−7. ]
[20] 全国食品工业标准化技术委员会. 食品中酸价的测定 GB 5009.229-2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016: 8−10. [ National Technical Committee for Standardization of Food Industry. Determination of acid value in foods GB 5009.229-2016[S]. Beijing: China Standards Press, 2016: 8−10. ]
[21] 全国食品工业标准化技术委员会. 食品中过氧化值的测定 GB 5009.227-2023[S]. 北京: 中国标准出版社, 2023: 6−8. [ National Technical Committee for Standardization of Food Industry. Determination of peroxide value in foods GB 5009.227-2023[S]. Beijing: China Standards Press, 2023: 6−8. ]
[22] 全国粮油标准化技术委员会. 动植物油脂碘值的测定 GB/T 5532-2022[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022: 3−5. [ National Technical Committee for Standardization of Grains and Oils. Determination of iodine value in animal and vegetable fats and oils GB/T 5532-2022[S]. Beijing: China Standards Press, 2022: 3−5. ]
[23] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 感官分析 选拔、培训与管理评价员一般导则 第 1 部分: 优选评价员 GB/T 16291.1-2012[S]. 北京: 中国标准出版社, 2012. [ General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Sensory analysis-General guidance for the selection, training and monitoring of assessors: Part 1: Selected assessors GB/T 16291.1-2012[S]. Beijing: Standards Press of China, 2012. ]
[24] 国家技术监督局. 感官分析 通过多元分析方法鉴定和选择用于建立感官剖面的描述词 GB/T 16861-1997[S]. 北京: 中国标准出版社, 1998. [ State Bureau of Quality and Technical Supervision of the People's Republic of China. Sensory analysis-Identification and selection of descriptors for establishing a sensory profile by a multidimensional approach GB/T 16861-1997[S]. Beijing: Standards Press of China, 1998. ]
[25] 国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. 感官分析术语 GB/T 10221-2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021. [ State Administration for Market Regulation, Standardization Administration of the People's Republic of China. Sensory analysis-Vocabulary GB/T 10221-2021[S]. Beijing: Standards Press of China, 2021. ]
[26] 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. [ GAO Xiajie, GAO Haiyan, ZHAO Lei, et al. Analysis of key aroma components in fried *Zanthoxylum bungeanum* oil from different production areas by solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry combined with odor activity value[J]. Food Science, 2022, 43(4): 208−214. ]
[27] 徐珊珊, 张璐璐, 高海燕, 等. 基于超高效液相色谱-质谱的

汉源花椒麻味物质构成研究[J]. 中国调味品，2018，43(5)：6−12. [XU Shanshan, ZHANG Lulu, GAO Haiyan, et al. Characterization of pungent components of Hanyuan *Zanthoxylum bungeanum* by ultra-high performance liquid chromatography-mass spectrometry[J]. China Condiment, 2018, 43(5): 6−12.]

[28] 四川五丰黎红食品有限公司，雅安市农产品质量监测检验中心. 采用 LC-MS/MS 同时测定汉源花椒中 6 种山椒素的方法：202311419126.8[P]. 2024-03-22. [Sichuan Wufeng Lihong Food Co., Ltd., Ya'an Agricultural Product Quality Monitoring and Inspection Center. Method for simultaneous determination of six sanshools in Hanyuan *Zanthoxylum* by LC-MS/MS: 202311419126.8[P]. 2024-03-22.]

[29] 张敬文，赵镭，黄帅，等. 花椒中麻味物质定量检测的研究概况[J]. 中国调味品，2015，40(3)：125−128. [ZHANG Jingwen, ZHAO Lei, HUANG Shuai, et al. Study on the quantitative detection of numb-taste components from *Zanthoxylum bungeanum* Maxim[J]. China Condiment, 2015, 40(3): 125−128.]

[30] 刘琳琪，赵晨曦，李佩娟，等. 花椒挥发油超临界 $CO_2$ 萃取的工艺优化及 GC-MS 分析[J]. 现代食品科技，2020，36(5)：73−80. [LIU Linqi, ZHAO Chenxi, LI Peijuan, et al. Optimization of supercritical $CO_2$ extraction process of essential oil from *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. and its chemical composition analyzed by GC-MS[J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(5): 73−80.]

[31] JITRANGSRI K, CHAIDEDGUMJORN A, SATIRAPHAN M. Supercritical fluid extraction (SFE) optimization of trans-resveratrol from peanut kernels (*Arachis hypogaea*) by experimental design[J]. Journal of Food Science and Technology, 2020, 57(4): 1486−1494.

[32] 姚惠芳，樊蕊，刘艳双，等. 响应面法优化超临界 $CO_2$ 提取姜黄素工艺及抗氧化、抑菌活性研究[J]. 中国食品添加剂，2025，36(2)：26−33. [YAO Huifang, FAN Rui, LIU Yanshuang, et al. Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of curcumin using response surface methodology and evaluation of its antioxidant and antibacterial activities[J]. China Food Additives, 2025, 36(2): 26−33.]

[33] 黄忆真，李杰，谈满良，等. 西兰花籽油超临界 $CO_2$ 萃取工艺及脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂，2018，43(12)：1−4,17. [HUANG Yizhen, LI Jie, TAN Manliang, et al. Supercritical $CO_2$ extraction of broccoli seed oil and its fatty acid composition[J]. China Oils and Fats, 2018, 43(12): 1−4,17.]

[34] 于坤，禹晓，程晨，等. 制油工艺对亚麻籽油品质及脂质伴随物含量的影响[J]. 食品科学，2020，41(16)：233−243. [YU Kun, YU Xiao, CHENG Chen, et al. Effects of processing techniques on the quality properties and lipid concomitants of flaxseed oil[J]. Food Science, 2020, 41(16): 233−243.]

[35] XIAO L, SHUN-CHAO H, LIN G U. Purification of piperine from white pepper by HPD macroporous resin[J]. Food and Fermentation Industries, 2015, 41(1): 136−140.

[36] 董颖. 不同制备方法对辣椒和花椒调味油氧化稳定性及风味特性的影响[D]. 郑州：河南工业大学，2022. [DONG Ying. Effects of different preparation methods on oxidative stability and flavor character of *Capsicum annuum* L. and *Zanthoxylum bungeanum* M. flavored oils[D]. Zhengzhou: Henan University of Technology, 2022.]

[37] LI Jianlong, HOU Xiaoyan, JIANG Lingyan, et al. Optimization and characterization of Sichuan pepper (*Zanthoxylum bungeanum* Maxim) resin microcapsule encapsulated with *β*-cyclodextrin[J]. LWT, 2022, 171: 114120.

[38] LI Yugen, ZHANG Qiuyu, LIU Xinxin, et al. Flavor interactions in wine: Current status and future directions from interdisplinary and crossmodal perspectives[J]. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 2025, 24(3): e70199.

[39] 贵州玄德生物科技股份有限公司. 一种含有高浓度山椒素的花椒精油树脂的制备方法：202410328732.7[P]. 2024-05-07. [Guizhou Xuande Biotechnology Co., Ltd. Preparation method of *Zanthoxylum* essential oil resin with high sanshool content: 202410328732.7[P]. 2024-05-07.]

[40] 曹雁平，张东. 超声辅助提取和超临界 $CO_2$ 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. [CAO Yanping, ZHANG Dong. A comparative study of volatile components of Sichuan pepper oil resins derived from supercritical fluid ($CO_2$ extraction and ultrasonic-assisted extraction[J]. Food Science, 2010, 31(16): 165−167.]