

# 甘肃陇南大红袍花椒芳香油 成分分析及其抑菌活性

脱聪聪<sup>1,2</sup>, 丁旭<sup>1,2</sup>, 周韬<sup>1,2</sup>, 王小云<sup>1,2</sup>, 卢豆豆<sup>1</sup>, 张继<sup>1,2,\*</sup>

(1.西北师范大学, 生命科学学院, 甘肃兰州 730000;

2.甘肃省特色植物有效成分制品工程技术研究中心, 甘肃兰州 730070)

**摘要:**目的: 确定甘肃陇南大红袍花椒芳香油的化学成分及对于大肠杆菌、金黄色葡萄球菌、破伤风杆菌、荧光假单胞杆菌四种细菌的抑菌效果。方法: 采用水蒸气蒸馏法提取陇南大红袍花椒芳香油, 运用气相色谱-质谱联用(GC-MS)对其成分进行分析鉴定, 并研究了陇南大红袍花椒芳香油的抑菌活性。结果: 陇南大红袍花椒芳香油鉴定出50种化学成分, 占总量的(92.49%), 主要的化学成分包括D-柠檬烯(32.08%)、右旋香芹酮(20.02%)、石竹烯(12.26%)等; 通过抑菌实验发现陇南大红袍花椒芳香油对于4种细菌均具有抑菌活性, 其中对金黄色葡萄球菌和荧光假单胞杆菌抑菌效果较好, 最低抑菌浓度(MIC)和最低杀菌浓度(MBC)分别为2.5和5.0 mL/L、2.5和5.0 mL/L。结论: 本文确定了甘肃省陇南大红袍花椒芳香油的化学成分, 并得出了陇南大红袍花椒挥发油对于大肠杆菌、金黄色葡萄球菌、破伤风杆菌、荧光假单胞杆菌的MIC和MBC, 为花椒的进一步应用奠定一定的理论基础。

**关键词:** 陇南, 大红袍花椒, 芳香油, 气相色谱-质谱, 抑菌活性

## Composition Analysis and Antibacterial Activity of Aromatic Oil of Dahongpao Pepper from Longnan in Gansu Province

TUO Cong-cong<sup>1,2</sup>, DING Xu<sup>1,2</sup>, ZHOU Tao<sup>1,2</sup>, WANG Xiao-yun<sup>1,2</sup>, LU Dou-dou<sup>1</sup>, ZHANG Ji<sup>1,2,\*</sup>

(1.College of Life Science, Northwest Normal University, Lanzhou 730000, China;

2.Engineering Technology Research Center of Characteristic Plant Active Ingredient Products in GanSu Province, Lanzhou 730070, China)

**Abstract:** Objective: The purpose of this experiment was to determine the chemical constituents of *Zanthoxylum bungeanum* aromatic oil from Longnan Dahongpao, Gansu Province, and its bacteriostatic effect on four bacteria: *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Nicolaieri's bacillus* and *Pseudomonas fluorescens*. Methods: The aromatic oil from *Zanthoxylum bungeanum* L.in Longnan Dahongpao was extracted by steam distillation. The components were analyzed and identified by gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS). The antimicrobial activity of the aromatic oil from *Zanthoxylum bungeanum* L.in Longnan Dahongpao was studied. Results: An amount of 50 chemical constituents were identified in the aromatic oils of *Zanthoxylum bungeanum* in Dahongpao, Longnan accounting for 92.49% of the total. The main chemical constituents included D-limonene (32.08%), dextrorcarvone (20.02%) and  $\alpha$ -humulene (12.26%). The results showed that the aromatic oil of *Zanthoxylum bungeanum* had bacteriostatic activity against four kinds of bacteria. Among them, the antibacterial effect of *Staphylococcus aureus* and *Pseudomonas fluorescens* was better. The minimum inhibitory concentration (MIC) and minimum bactericidal concentration (MBC) were 2.5 and 5.0 mL/L, respectively. Conclusion: The chemical constituents of the aromatic oil of *Zanthoxylum bungeanum* from Longnan Dahongpao in Gansu Province were determined, and the minimum inhibitory concentration and bactericidal concentration of the essential oil of *Zanthoxylum bungeanum* for *E.coli*, *S.aureus*, *N.bacillus* and *P.fluorescens* were obtained, which laid a theoretical foundation for the further application of *Zanthoxylum bungeanum*.

**Key words:** Longnan; Dahongpao pepper; aromatic oil; gas chromatography-mass spectrometry; antibacterial activity

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2020)05-0227-06

doi:10.13386/j.issn1002-0306.2020.05.037

引文格式: 脱聪聪, 丁旭, 周韬, 等. 甘肃陇南大红袍花椒芳香油成分分析及其抑菌活性[J]. 食品工业科技, 2020, 41(5): 227-231, 238.

花椒(*Zanthoxylum bungeanum* Maxim.) 是芸香科 花椒属植物。据目前研究我国现有 45 种不同的花

收稿日期: 2019-05-08

作者简介: 脱聪聪(1995-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 农产品的保鲜与加工, E-mail: 15117152602@163.com。

\* 通讯作者: 张继(1963-), 女, 博士, 研究员, 研究方向: 西北特色农产品高值化开发, E-mail: zhangj@nwnu.edu.cn。

基金项目: 国家自然科学基金蕨麻多糖及其亚硒酸酯精细化学结构与抗辐射氧化损伤构效关系研究(51873175)。

椒,其中有13种属于变种花椒<sup>[1]</sup>。其在我国分布广泛,主要分布在四川、陕西、山西、甘肃等地区<sup>[2]</sup>。花椒中含有生物碱、脂肪酸、香豆素、木脂素、酰胺、芳香油等化学成分,在这些化学成分中芳香油的含量最高<sup>[3-4]</sup>。中医认为,花椒性温,味辛,除了可以作为调味品外,还具有众多药用功效,包括镇痛、麻醉、抗菌、杀虫、抗氧化等,在医药方面具有广泛的应用前景<sup>[5-6]</sup>。大红袍为芸香科落叶灌木或小乔蜀椒的果实,果皮名椒红,其被誉为“八大调味品”之一。研究表明大红袍花椒中不仅含有大量的芳香油成分,而且还含有丰富的脂肪油成分,主要包括油酸、亚油酸、亚麻酸、棕榈酸、棕榈烯酸、硬脂酸、花生酸等成分,经过提炼可以达到食用油的标准,是一种药食同源物质<sup>[7]</sup>。

甘肃省陇南市武都区栽植花椒历史悠久,自古就是优质花椒的故乡,素有“千年椒乡”之美誉。花椒适生范围广,全区36个乡镇中有34个乡镇适宜发展花椒产业。其盛产的花椒品质优异,民间冠以“大红袍”之称。“大红袍”花椒粒大饱满、麻味醇厚,其提取的芳香油含量高,且药效成分较多<sup>[8]</sup>。

对于花椒芳香油化学成分分析和抑菌效果研究,国内外学者主要研究的是不同地区大红袍花椒芳香油的化学成分和抑菌效果,但是对于甘肃陇南地区的大红袍花椒挥发油的化学成分和抑菌方面的研究未见报道。唐裕芳等<sup>[9]</sup>采用水蒸气蒸馏法提取四川红皮花椒中的芳香油,运用GC-MS对其成分进行分析鉴定,并对芳香油进行抑菌活性研究,研究发现花椒芳香油中含有的烯醇及其酯类衍生物、萜烯类化合物等物质,具有较强的抑菌活性。干信等<sup>[10]</sup>采用水蒸气蒸馏法提取陕西大红袍花椒中的芳香油,并对其芳香油的抑菌性进行研究,研究发现花椒芳香油不仅能抑制革兰氏阴性菌,也能抑制革兰氏阳性菌,同时对霉菌、真菌也有抑制作用,尤其对青霉和黑曲霉的抑菌效果最好。本文以甘肃陇南的大红袍花椒为研究对象,采用水蒸气蒸馏法提取其花椒芳香油,并对芳香油的化学成分和抑菌性进行分析研究,为陇南花椒的进一步开发利用奠定基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

大红袍花椒 采自甘肃陇南地区;金黄色葡萄球菌(*Staphylococcus aureus*, CMCC 26003)、大肠杆菌(*Escherichia coli*, ATCC 25922)、破伤风杆菌(*Nicolaieris bacillus*, ATCC 19406)、荧光假单胞杆菌(*Pseudomonas fluorescence*, ATCC 13525) 供试致病菌由西北师范大学微生物实验室提供;乙醚(AR) 天津市津冬天正精细化学试剂厂。

7890A型气相色谱-质谱联用仪 美国Agilent公司;DRT-TW型调热电热套、JY2002型电子天平 力辰科技公司;BSC-1300 II A2生物安全柜 苏州安泰公司;TS-100C恒温摇床 上海天呈公司;YXQ-SG46-280S高压灭菌锅 北京中西公司;培养基(LB) 南通凯恒生物科技有限公司。

### 1.2 实验方法

1.2.1 芳香油提取 参照文献[11]中提取芳香油的方法,进行修改。称取样品100g粉碎并过30目筛,装入2000mL的圆底烧瓶中,加蒸馏水800mL及数粒玻璃珠,浸泡过夜,连接挥发油测定器及回流冷凝管,并在挥发油测定器中加入蒸馏水至溢流入圆底烧瓶中,将圆底烧瓶于电热套上加热,调节加热温度为120℃,蒸馏10h后,停止加热并冷却。从挥发油测定器中放出提取物转移至分液漏斗,加入少量乙醚进行萃取,过滤,常温下挥干乙醚,得到黄色有特殊香味的芳香油,称重计算得油率为6.223%,4℃冰箱保存待测。

#### 1.2.2 芳香油的测定条件

1.2.2.1 气相色谱分析条件 气相色谱条件:石英毛细管柱HP-5MS,30m×0.25mm,膜厚0.25μm;升温程序:初始温度60℃以10℃/min升至210℃,保持2min,再以4℃/min升至280℃,保持2min;载气:He;柱流量:1mL/min;进样口温度:280℃<sup>[12]</sup>。

1.2.2.2 质谱分析条件 质谱条件:EI源;电离电压:70eV;离子源温度:250℃;扫描范围:50~650amu;进样量:2μL;分流比:20:1。

1.2.3 不同大红袍花椒芳香油成分的对比 对甘肃陇南、陕西韩城、四川茂县大红袍花椒芳香油成分进行对比。

#### 1.2.4 芳香油的体外抑菌实验

1.2.4.1 供试菌悬液和芳香油供试品溶液的制备 将实验所用菌种金黄色葡萄球菌、破伤风杆菌、大肠杆菌分别接种于营养培养基(LB)上,在适宜温度下37℃活化12h,荧光假单胞杆菌在27℃活化12h,最后再用无菌水制备成5mL/L(1.5×10<sup>8</sup>CFU/mL)的菌悬液,置于4℃冰箱中备用。将制得的大红袍花椒芳香油按照倍比稀释法,用营养培养基(LB)作为溶剂,将其稀释成80、40、20、10、5、2.5、1.25mL/L 7个浓度梯度的溶液。

1.2.4.2 芳香油抑菌活性的测定 采用滤纸片扩散法<sup>[10]</sup>。用打器将滤纸制作成直径为6.0mm的小圆纸片,将小圆片滤纸贴于已涂布5mL/L菌悬液的LB培养基上,取大红袍花椒芳香油5μL滴到每张小圆滤纸片上,用无菌水作为对照,并将其放入37℃的恒温培养箱中培养24h。观察细菌的生长情况并记录相关数据。测量抑菌圈的直径,重复3次。

1.2.4.3 芳香油的最小抑菌浓度(MIC)和最小杀菌浓度(MBC)测定 参照文献[10]的操作步骤,并稍作修改。将稀释至一系列浓度梯度的芳香油中加入菌悬液,并将其放入37℃的恒温培养箱中培养12h,观察菌体的生长情况,此时的浓度为芳香油的最小抑菌浓度。继续培养24h,观察菌体的生长情况,此时的浓度为芳香油的最小杀菌浓度。重复实验3次。

### 1.3 数据处理

运用Origin、SPSS 20软件对其所得数据进行分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 芳香油成分鉴定

运用气相色谱-质谱联用(GC-MS)对陇南大红袍花椒芳香油成分进行分析鉴定,并用色谱峰面积归一化法测定了各成分的相对百分含量,结果见图1、表1。

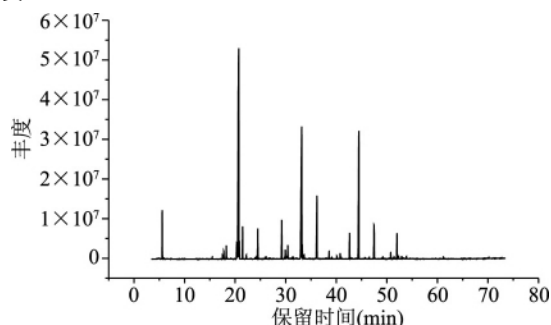


图1 陇南大红袍花椒芳香油总离子图

Fig.1 Total ionogram of aromatic oil in Longnan Dahongpao

### 2.2 芳香油成分分析

经过气相色谱-质谱联用进行分析,陇南大红袍芳香油共分离出67个组分,鉴定出50种化学成分,占总量的92.49%,其中萜类化合物的含量最高,芳

香族化合物含量次之。在已鉴定的化合物中,相对百分含量在1%以上的有12种,含量占被检出物质总量的81.83%,其主要的化学成分包括D-柠檬烯(32.08%)、右旋香芹酮(20.02%)、石竹烯(12.26%)、4-萜烯醇(2.92%)、肉豆蔻烯(2.76%)和芳樟醇(2.34%)等,其中含量最高的为D-柠檬烯,高达32.08%。上面八种主要化学成分占总量的76.96%。据最近研究表明,柠檬烯不仅是一种重要的香精香料添加剂,而且还具有抑菌性、防腐保鲜、抗氧化、抗炎症等多种功效<sup>[13]</sup>。右旋香芹酮是植物芳香油中重要的抑菌活性成分<sup>[14]</sup>。其中柠檬烯、石竹烯等均是天然精油中重要的萜烯组分,为可以直接使用的天然食品香料,石竹烯具有抗炎杀菌、局麻、驱蚊虫、抗抑郁等作用<sup>[15]</sup>。芳樟醇在花椒芳香油中的含量较高,其有抗菌杀虫的功效<sup>[16]</sup>。其中还检出了少数烷烃,其可能是芳香油本身含有的成分,就其原因还有待进一步研究。

### 2.3 与陕西韩城、四川茂县大红袍花椒芳香油成分的对比

由表2可知,甘肃陇南、陕西韩城、四川茂县的大红袍花椒芳香油中均含有柠檬烯、芳樟醇、 $\beta$ -月桂烯、 $\gamma$ -松油烯、罗勒烯等化学成分,其中柠檬烯的含

表1 陇南大红袍花椒芳香油化学成分及相对含量

Table 1 Chemical constituents and relative contents of aromatic oil of *Zanthoxylum bungeanum* in Longnan Dahongpao

峰号	化合物名称	化学式	分子量	保留时间 (min)	相对含量 (%)
1	左丙氧芬	$C_{22}H_{29}NO_2$	165	4.983	0.37
2	己烷	$C_6H_{14}$	86	5.601	2.57
3	环己烷	$C_6H_{12}$	84	18.189	0.04
4	蒎烯	$C_{10}H_{16}$	136	15.443	0.14
6	左旋- $\beta$ -蒎烯	$C_{10}H_{16}$	136	17.72	0.63
7	月桂烯	$C_{10}H_{16}$	136	18.218	0.96
8	$\gamma$ -松油烯	$C_{10}H_{16}$	136	19.116	0.1
9	异松油烯	$C_{10}H_{16}$	136	19.803	0.04
10	4-异丙基甲苯	$C_{10}H_{14}$	134	20.266	1.74
11	D-柠檬烯	$C_{10}H_{16}$	136	20.61	32.08
12	(Z)-3,7-二甲基-1,3,6-十八烷三烯	$C_{10}H_{16}$	136	21.411	2.01
13	(1S)-3,7,7-三甲基双环(4.1.0)庚-3-烯	$C_{10}H_{16}$	136	22.149	0.26
14	4-异丙基甲苯	$C_{10}H_{12}$	132	23.9	0.16
15	芳樟醇	$C_{10}H_{18}O$	154	24.398	2.34
17	3-甲基吡啶氧化物	$C_6H_7NO$	109	26.606	0.12
20	4-萜烯醇	$C_{10}H_{18}O$	154	29.112	2.92
21	$\alpha$ -松油醇	$C_{10}H_{18}O$	154	29.822	0.89
22	5-甲基-2-乙酰基咪喃	$C_7H_8O_2$	124	30.308	1.26
24	6-甲基-3-吡啶醇	$C_6H_7NO$	109	31.23	0.19
25	(R)-香芹醇	$C_{10}H_{16}O$	152	31.447	0.16
26	香芹醇	$C_{10}H_{16}O$	152	32.139	0.19
27	右旋香芹酮	$C_{10}H_{14}O$	150	33.009	20.02
28	3-甲基-6-(1-甲基乙基)-2-环己烯-1-酮	$C_{10}H_{16}O$	152	33.501	0.40
30	左旋乙酸冰片酯	$C_{12}H_{20}O_2$	196	35.103	0.04
32	1,2,3,5-四甲基苯	$C_{10}H_{14}$	134	37.701	0.04
34	1,7,7-三甲双环[2.2.1]庚-2-烯	$C_{10}H_{16}$	136	38.422	0.53

续表

峰号	化合物名称	化学式	分子量	保留时间 (min)	相对含量 (%)
35	乙酸橙花酯	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	196	38.977	0.12
36	乙酸香叶酯	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	196	39.967	0.27
37	B-波旁烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	40.602	0.43
38	B-榄香烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	40.802	0.15
39	β-石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	42.456	1.87
40	白菖烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	42.897	0.12
41	(E)-7,11-二甲基-3-亚甲基-1,6,10-十二碳三烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	43.761	0.15
42	石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	44.259	12.26
44	α-法呢烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	46.29	0.15
45	肉豆蔻烯	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	192	47.268	2.76
46	异薄荷醇	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	154	48.138	0.03
47	榄香醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	48.676	0.06
48	反式-橙花叔醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	49.036	0.16
49	桉油烯醇	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	50.221	0.09
50	(-)-氧化石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	50.553	0.58
51	罗勒烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	51.239	0.24
52	环氧化蛇麻烯 II	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	51.783	1.88
53	洋芹脑	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	222	52.086	0.24
58	杜烯	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	134	59.382	0.07
59	蒎烷	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub>	138	60.904	0.15
60	邻苯二甲酸二正丁酯	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	278	66.071	0.07
61	十四甲基六硅氧烷	C <sub>14</sub> H <sub>42</sub> O <sub>5</sub> Si <sub>6</sub>	458	66.414	0.05
62	正二十烷	C <sub>20</sub> H <sub>42</sub>	282	68.319	0.05
63	(E)-3,7,11,15-四甲基-2-十六碳烯	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O	296	69.693	0.10

表2 不同地区大红袍花椒芳香油的主要化学成分的对比

Table 2 Comparison of main chemical constituents of *Zanthoxylum bungeanum* aromatic oil from different regions

地区	大红袍花椒芳香油主要化学成分及各成分的相对百分含量(%)							
	柠檬烯	右旋香芹酮	石竹烯	芳樟醇	α-蒎品烯	β-月桂烯	γ-松油烯	罗勒烯
甘肃陇南	32.08	20.02	12.26	2.34	-	0.96	0.1	0.24
陕西韩城 <sup>[17]</sup>	25.58	-	-	3.35	-	6.92	4.76	3.04
四川茂县 <sup>[18]</sup>	18.482	-	-	18.273	5.557	5.095	3.212	3.086

注: -表示未检测到。

量在不同地区大红袍花椒芳香油的含量均为最高,然而甘肃陇南地区的大红袍花椒芳香油中柠檬烯的含量最高,达到32.08%。在甘肃陇南大红袍花椒芳香油中含量较高的右旋香芹酮和石竹烯,在陕西韩城和四川茂县的大红袍花椒中均未检测到。芳樟醇、罗勒烯在四川茂县大红袍花椒芳香油中含量均最高。而β-月桂烯、γ-松油烯在陕西韩城大红袍花椒芳香油中含量均最高。芳樟醇在花椒中的含量较高,具有抗菌杀虫的功效<sup>[6]</sup>。月桂烯本身可能具有一定的抑菌效果。罗勒烯、月桂烯等成分是花椒香气的主要来源物质。

## 2.4 芳香油抑菌效果

2.4.1 芳香油抑菌活性测定 通过对芳香油进行抑菌活性测定,得到图2、表3。

由表3可知,通过对陇南大红袍花椒芳香油进行抑菌实验,4种菌出现了大小不同的抑菌圈,说明了大红袍花椒芳香油对4种细菌有不同程度的抑菌效

果。其抑菌效果很可能与大红袍花椒挥发油中化学成分含量较高的柠檬烯、右旋香芹酮、石竹烯和芳樟醇等有关,其具体的作用机制,还有待进一步研究。

表3 陇南大红袍芳香油的抑菌圈直径(mm)

Table 3 Bacteriostasis circle diameter of aromatic oil from Longnan Dahongpao (mm)

菌种		抑菌圈	对照
大红袍 花椒芳香油	大肠杆菌	15.67 ± 0.88 <sup>a</sup>	0.00
	金黄色葡萄球菌	18.33 ± 0.88 <sup>b</sup>	0.00
	破伤风杆菌	15.0 ± 0.58 <sup>b</sup>	0.00
	荧光假单胞杆菌	19.17 ± 0.60 <sup>a</sup>	0.00

注: 同列不同小写字母表示差异显著  $P < 0.05$ 。

2.4.2 芳香油的最低抑菌浓度和最低杀菌浓度的测定 通过对芳香油进行等比稀释,测定其最低抑菌浓度(MIC)和最低杀菌浓度(MBC),结果如表4、表5。



表4 不同浓度的大红袍花椒芳香油的抑菌作用

Table 4 Bacteriostasis of Dahongpao *Zanthoxylum bungeanum* fragrant oil with different concentrations

菌种	芳香油的稀释液浓度( mL/L)							对照组	MIC ( mL/L)
	80.00	40.00	20.00	10.00	5.00	2.50	1.25		
大肠杆菌	-	-	-	-	-	-	+	+	2.50
金黄色葡萄球菌	-	-	-	-	-	-	+	+	2.50
破伤风杆菌	-	-	-	-	-	+	+	+	5.00
荧光假单胞杆菌	-	-	-	-	-	-	+	+	2.50

注: -表示不长菌, +表示长菌。

表5 不同浓度的大红袍芳香油的杀菌作用

Table 5 Sterilization of Dahongpao aromatic oil with different concentrations

菌种	芳香油的稀释液浓度( mL/L)							对照组	MBC ( mL/L)
	80.00	40.00	20.00	10.00	5.00	2.50	1.25		
大肠杆菌	-	-	-	-	+	+	+	+	10.00
金黄色葡萄球菌	-	-	-	-	-	+	+	+	5.00
破伤风杆菌	-	-	-	-	+	+	+	+	10.00
荧光假单胞杆菌	-	-	-	-	-	+	+	+	5.00

注: -表示不长菌, +表示长菌。

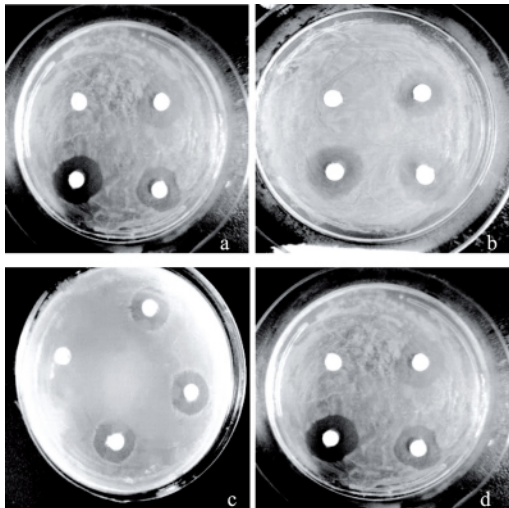


图2 陇南大红袍芳香油对4种菌的抑菌效果

Fig.2 Antimicrobial effect of aromatic oil from Longnan Dahongpao on four kinds of bacteria

注: a: 大肠杆菌; b: 金黄色葡萄球菌;  
c: 破伤风杆菌; d: 荧光假单胞杆菌。

由表4、表5可知,大红袍花椒芳香油对于这4种菌的抑菌效果会随着其浓度的变化而变化。对于大肠杆菌,大红袍花椒芳香油的MIC和MBC分别为2.5和10 mL/L;对于金黄色葡萄球菌,大红袍花椒芳香油的MIC和MBC分别为2.5和5 mL/L;对于破伤风杆菌,大红袍花椒芳香油的MIC和MBC分别为5.0和10 mL/L;对于荧光假单胞杆菌,大红袍花椒芳香油的MIC和MBC分别为2.5和5 mL/L。其对于金黄色葡萄球菌和荧光假单胞杆菌的抑菌效果较好。

### 3 结论与讨论

经过气相色谱-质谱联用进行分析,陇南大红袍芳香油共分离出67个组分,鉴定出50种化学成分,占总量的92.49%,其中萜类化合物的含量最高,芳香族化合物含量次之。其主要的化学成分包括D-柠

檬烯(32.08%)、右旋香芹酮(20.02%)、石竹烯(12.26%)、4-萜烯醇(2.92%)、肉豆蔻烯(2.76%)等,其中含量最高的为D-柠檬烯,高达32.08%。在甘肃陇南大红袍花椒芳香油中含量较高的右旋香芹酮和石竹烯在陕西韩城和四川茂县的大红袍花椒中均未检测到,这些不同之处可能与花椒的生长地区有关。目前研究表明,花椒芳香油主要化学成分的种类和含量会因其生长地区和品种的不同而不同<sup>[17-21]</sup>。在花椒芳香油中含量最高的柠檬烯不仅是一种重要的香精香料添加剂,而且具有抑菌性、防腐保鲜、抗氧化、抗炎症等多种功效<sup>[13]</sup>。

通过对陇南大红袍花椒芳香油进行抑菌性研究,发现其对于大肠杆菌、金黄色葡萄球菌、破伤风杆菌、荧光单胞杆菌这四种细菌均具有抑菌性,说明陇南大红袍花椒芳香油不仅对革兰氏阴性菌(大肠杆菌和荧光假单胞杆菌)有抑菌效果,而且对革兰氏阳性菌(金黄色葡萄球菌和破伤风杆菌)也有抑菌效果。芳香油的抑菌效果随着芳香油浓度的变化而变化,因此芳香油的MIC和MBC就至关重要,对于提取开发和生产天然抑菌剂并将其用于医疗行业提供了一定的理论基础。但是对于芳香油中各种化学成分的协同作用机制和其抑菌活性在生产应用中的实际效果都有待进一步深入研究。

### 参考文献

- [1]孙小文,段志兴.花椒属药用植物研究进展[J].药学学报,1996(3):231-240.
- [2]王利平,李占杰.陕西韩城大红袍花椒挥发油化学成分的研究[J].食品工业科技,2003(12):20-23.
- [3]Rout P, Naik S, Rao Y, et al. Extraction and composition of volatiles from *Zanthoxylum rhesta*; comparison of subcritical CO<sub>2</sub> and traditional processes[J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2007, 42(3):334-341.

(下转第238页)

for determination of Sudan dyes in different species [J]. Food Chemistry 2018 244(4): 1-6.

[9] Sciuto S, Esposito G, Dell'atti L, et al. Rapid screening technique to identify Sudan dyes (I to IV) in adulterated tomato sauce, chili powder, and palm oil by innovative high-resolution mass spectrometry [J]. Journal of Food Protection 2017, 80(4): 640-644.

[10] 国家质量监督检验检疫总局, 国家标准化管理委员会. GB/T 19681-2005. 食品中苏丹红染料的检测方法 高效液相色谱法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005: 1-6.

[11] 张鑫, 李爱军, 周鑫, 等. 高效液相色谱法测定禽蛋中苏丹红染料的方法研究[J]. 中国动物保健 2017, 19(2): 85-87.

[12] 刘俊, 朱吕, 陆春燕, 等. 超高效液相色谱串联质谱法同时检测禽蛋中的角黄素、对位红和苏丹红 I~IV [J]. 食品安全质量检测学报 2018 9(18): 4953-4958.

[13] 郑明明, 吴剑虹, 骆丹, 等. 腐殖酸键合硅胶固相萃取-液相色谱法测定辣椒粉及辣椒油中的苏丹红 [J]. 色谱 2007 25(5): 619-622.

[14] Qiao J D, Yan H Y, Wang H, et al. Simultaneous determination of four Sudan dyes in egg yolks by molecularly imprinted SPE coupled with LC-UV detection [J]. Chromatographia 2011 73(3-4): 227-233.

[15] 王洪涛, 宫小明, 赵晗, 等. 应用凝胶色谱与固相萃取净化技术检测食品中 6 中禁用染料 [J]. 分析实验室 2014 33(3): 346-350.

(上接第 231 页)

[4] 曾剑超, 马力. 青花椒保鲜技术的研究 [J]. 西华大学学报: 自然科学版 2007(2): 51-53.

[5] 谢小梅, 陈资文, 陈和利. 花椒肉豆蔻防腐作用实验研究 [J]. 时珍国医国药 2001 12(2): 100-101.

[6] 郭红祥, 袁超, 郭爱芳, 等. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取花椒挥发油的杀虫性研究 [J]. 河南农业大学学报 2005 39(1): 79-82.

[7] 樊建建. 花椒、花椒叶芳香油及椒籽油的成分分析 [J]. 中国油脂 1992(1): 32-34.

[8] 司昕蕾, 张爱霞, 边甜甜, 等. 气相色谱-质谱法测定甘肃陇南大红袍花椒挥发油乙酸芳樟酯和芳樟醇含量 [J]. 中国临床药理学杂志 2019 35(5): 468-470.

[9] 唐裕芳, 唐小辉, 张妙玲, 等. 花椒挥发油化学组成及抑菌活性研究 [J]. 湘潭大学自然科学学报 2013 35(2): 64-69.

[10] 干信, 吴士筠, 高雯琪. 花椒挥发油抑菌作用研究 [J]. 食品科学 2013 35(2): 64-69.

[11] 罗凯, 朱琳, 阚建全. 水蒸汽蒸馏、溶剂萃取、同时蒸馏萃取法提取花椒挥发油的效果比较 [J]. 食品科技 2012(10): 234-236.

[12] 马志刚, 张继, 杨林, 等. 刺异叶花椒不同部位挥发油的气相色谱-质谱分析比较 [J]. 中国药学杂志 2004(7): 26-27.

[13] 曹甜, 刘晓艳, 丁心, 等. 柠檬烯的研究与应用进展 [J]. 农

[16] 吴银良, 李存, 刘勇军, 等. 高效液相色谱法快速测定鸭肉和鸭蛋中苏丹红染料 [J]. 分析化学研究简报 2008 36(6): 843-845.

[17] 陈娜, 刘坤峰, 张裕平. 涂覆型不锈钢丝固相微萃取/高效液相色谱联用测定豆腐乳中的苏丹红 [J]. 分析测试学报 2014 33(8): 959-962.

[18] 刘向前, 李明, 季华国. 食品中苏丹红 I-IV 检测方法的研究 [J]. 食品安全导刊 2016(8): 134-136.

[19] 倪永付, 王勇, 朱莉萍, 等. 液相色谱-串联质谱法测定浓缩胡萝卜汁中 8 种苏丹红染料 [J]. 理化检验-化学分册 2013 49(3): 306-309.

[20] 陈美娟, 李亚明, 郝歆愚, 等. SPE-HPLC 和 HPLC-ESIMS 法测定食品中微量苏丹红 [J]. 分析实验室 2007 26(4): 77-80.

[21] Calbiani F, Careri M, Elviri L, et al. Development and in-house validation of a liquid chromatography-electrospray-tandem mass spectrometry method for the simultaneous determination of Sudan I, Sudan II, Sudan III and Sudan IV in hot chilli products [J]. Journal of Chromatography A. 2004, 1042(1-2): 123-130.

[22] Xu H Y, Heinze T M, Chen S W, et al. Anaerobic metabolism of 1-amino-2-naphthol-based azo dyes (Sudan dyes) by human intestinal microflora [J]. Applied and Environmental Microbiology 2007 73(23): 7759-7762.

产品加工 2017(16): 51-54.

[14] 白雪, 曾擎屹, 马家麟, 等. 藏茴香超临界 CO<sub>2</sub> 萃取物的化学成分及抗菌活性的研究 [J]. 中国食品添加剂 2016(2): 106-111.

[15] 乐薇, 吴士筠, 高欣. 大红袍花椒挥发油的提取及化学成分的气相色谱-质谱分析 [J]. 食品科学 2014 35(2): 261-265.

[16] 司昕蕾, 蔡秀荣, 曹瑞, 等. 基于 GC-MS 技术对甘肃陇南大红袍花椒挥发油柠檬烯芳樟醇含量的测定 [J]. 中国现代中药 2019 21(2): 173-175, 193.

[17] 黄森, 刘拉平, 贾礼. 韩城大红袍花椒挥发油化学成分的气相色谱-质谱分析 [J]. 中国农学通报 2006 22(10): 334-336.

[18] 陈训, 贺瑞坤. 顶坛花椒和四川茂县大红袍花椒挥发油的气相色谱-质谱分析比较 [J]. 安徽农业科学 2009 37(5): 1879-1880, 1885.

[19] 崔炳权, 郭晓玲, 林元藻. 陕西凤县大红袍花椒挥发油化学成分的气相色谱-质谱分析 [J]. 中国医药导报 2006 3(36): 21-22.

[20] 王利平, 李占杰. 陕北宜川(壶口)大红袍花椒挥发油化学成分的研究 [J]. 食品科学 2003(12): 99-100.

[21] 龚祝南, 弭向辉, 梁侨丽, 等. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取大红袍花椒挥发油的研究 [J]. 林产化学与工业 2005(2): 83-86.

传播科研知识, 共享科技成果