

## 石菖蒲无溶剂微波提取工艺的优化研究及其挥发性成分的 GC-MS 分析

王月亮<sup>1,2</sup>, 陈凯<sup>1,2</sup>, 李慧<sup>2\*</sup>, 张晓莉<sup>2</sup>, 刘宇灵<sup>2</sup>, 宋明铭<sup>1</sup>, 刘文丛<sup>1</sup>

1. 吉林农业大学中药材学院, 吉林 长春 130118

2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700

**摘要:** 目的 石菖蒲挥发油无溶剂微波提取法的工艺优化及其成分分析。方法 通过  $L_9(3^4)$  正交试验, 以  $\alpha$ -细辛醚提取量、挥发油体积、3 种细辛醚的百分比之和作为评价标准, 进行综合评分, 优选石菖蒲挥发油无溶剂微波提取法最佳提取工艺; 采用 GC-MS 法对最佳工艺提取的挥发油定性分析, 利用峰面积归一化法分析其主要成分, 并与水蒸气蒸馏法提取的挥发油对比。结果 2 种方法提取的挥发油中成分组成基本相同, 石菖蒲中主要挥发性成分为  $\alpha$ -细辛醚、 $\beta$ -细辛醚和  $\gamma$ -细辛醚, 其在无溶剂微波提取法的百分比为 4.12%、55.11%和 10.54%, 而水蒸气蒸馏提取法则分别为 5.39%、47.03%和 9.15%。从提取效率来看, 无溶剂微波法提油 0.235 mL 耗时 5 min, 得  $\alpha$ -细辛醚提取量为 31.99 mg; 水蒸气蒸馏法提油 0.175 mL, 需要 1 h, 得  $\alpha$ -细辛醚提取量为 29.09 mg。结论 无溶剂微波提取法是一种新的挥发油提取方法, 可以缩短提取时间, 增加提取效率。  
**关键词:** 石菖蒲; 挥发油; 无溶剂微波提取法; 水蒸气蒸馏提取法;  $\alpha$ -细辛醚;  $\beta$ -细辛醚;  $\gamma$ -细辛醚

中图分类号: R284.2 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2016)03-0414-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2016.03.010

## Optimization of solvent-free microwave extraction for *Acori Tatarinowii Rhizoma* and analysis on volatile components by GC-MS

WANG Yue-liang<sup>1,2</sup>, CHEN Kai<sup>1,2</sup>, LI Hui<sup>2</sup>, ZHANG Xiao-li<sup>2</sup>, LIU Yu-ling<sup>2</sup>, SONG Ming-ming<sup>1</sup>,  
LIU Wen-cong<sup>1</sup>

1. College of Chinese Medicine Materials, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China

2. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China

**Abstract: Objective** To study the solvent-free microwave extraction for oils of *Acori Tatarinowii Rhizoma* and analyze the volatile components. **Methods** The paper selected the best technological conditions by  $L_9(3^4)$  orthogonal test, with the index of  $\alpha$ -asarone, volume of volatile oils, and sum of the percentage. The essential oils in *Acori Tatarinowii Rhizoma* were analyzed with GC-MS. **Results** The percentage of volatile oils was calculated according to peak area normalization method. The results showed similar amount of volatile oil components by two methods, and the extraction rates of  $\alpha$ -asarone,  $\beta$ -asarone, and  $\gamma$ -asarone accounted for 4.12%, 55.11%, and 10.54% on the method of solvent-free microwave extraction, while the steam distillation was 5.39%, 47.03%, and 9.15%. To compare with two methods, solvent-free microwave extraction extracted volatile oil 0.235 mL and  $\alpha$ -asarone 31.99 mg for 5 min, while steam distillation extracted volatile oil 0.175 mL and  $\alpha$ -asarone 29.09 mg for 1 h. The method of solvent-free microwave extraction had the advantage of short reaction time and high yields. **Conclusion** Solvent-free microwave extraction is a new method with shorter extracting time and better extracting efficiency.

**Key words:** *Acori Tatarinowii Rhizoma*; volatile oils; solvent-free microwave extraction; steam distillation;  $\alpha$ -asarone;  $\beta$ -asarone;  $\gamma$ -asarone

石菖蒲 *Acori Tatarinowii Rhizoma* 为天南星科菖蒲属植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott. 的干燥根茎<sup>[1]</sup>。石菖蒲中挥发油性成分是其活性成

分, 有较好的益智、脑保护效果, 且具有平喘、增强肠管蠕动、抑制吗啡戒断症状等作用<sup>[2]</sup>。

据报道无溶剂微波提取法利用微波辐射能“内

收稿日期: 2015-08-29

基金项目: 中国中医科学院自主选题 (Z02063); 北京市共建项目专项资助

作者简介: 王月亮 (1988—), 女, 硕士在读。E-mail: 376099674@qq.com

\*通信作者 李慧, 女, 博士, 研究员, 主要从事中药新剂型、新工艺研究与新药研发。Tel: (010)64014411-2957 E-mail: lihuiyiren@163.com

加热”的特点可加快挥发油提取速度,是一种快速、高效的挥发油提取方法<sup>[3-4]</sup>。挥发油提取时将药材和羰基铁粉混合物装入瓶中,无任何溶剂,羰基铁粉吸收微波辐射加热,随温度升高,细胞内压逐渐增高,膨胀破裂,挥发性组分自动扩散,随着水蒸气一同被蒸馏出来<sup>[5-7]</sup>。水蒸气蒸馏法是提取挥发油的传统方法,在生产实验中应用广泛,但存在加热时间长,消耗能量大的不足。本实验主要对石菖蒲的无溶剂微波提取工艺进行优化,并与水蒸气蒸馏法提取成分对比分析。

## 1 材料与试剂

Agilent7890A 气相色谱仪,安捷伦公司;MDS-5 微波消解仪,上海新仪微波化学科技有限公司;Shimadzu QP 2010 气相色谱-质谱联用仪,日本岛津公司;色谱柱(Rtx-5 ms, 30 m×0.25 mm×0.25 μm);α-细辛醚(flukar analytital, 质量分数≥97.0%, 批号 101274717), Sigma 公司;正己烷,国药集团化学试剂有限公司;无水硫酸钠,北京化工厂;羰基铁粉(200 nm 粒径),北京兴荣源科技有限公司。

石菖蒲药材于2015年2月购于安国市昌达中药材饮片有限公司,经中国中医科学院中药资源中心陈敏研究员鉴定为天南星科菖蒲属植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott. 干燥根茎的饮片,粉碎过3号药典筛。

## 2 方法与结果

### 2.1 石菖蒲中 α-细辛醚及挥发油成分测定方法的建立

**2.1.1 色谱条件** 气相色谱条件:程序升温,初始温度 60 °C,以 3 °C/min 的升温速率升至 140 °C,保持 1 min,然后以 2 °C/min 的升温速率升至 190 °C,保持 1 min,最后以 40 °C/min 的升温速率升至 230 °C,保持 3 min;汽化室温度 260 °C;检测器温度为 250 °C,进样口温度为 230 °C,载气为高纯氦气,体积流量 1.0 mL/min。质谱条件:电离方式 EI,电子能量 70 eV,扫描范围  $m/z$  35~500。

**2.1.2 对照品溶液的制备** 取 α-细辛醚对照品适量,精密称定,加正己烷制成含 α-细辛醚 6.021 mg/mL 的溶液,即得,4 °C 储存,备用。

**2.1.3 供试品溶液的制备** 取收集到的挥发油,正己烷萃取<sup>[8]</sup>,定容于 10 mL 量瓶中,超声溶解,加过量无水硫酸钠吸水,即得,4 °C 储存,备用。

**2.1.4 线性关系考察** 精密吸取对照品溶液 0.2、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 μL,进行测定,以峰

面积为纵坐标(Y),α-细辛醚进样量为横坐标(X)进行线性回归,得回归方程为  $Y=968.82 X-58.854$ ,  $r=0.999 1$ ,α-细辛醚在 1.20~60.21 mg 线性关系良好。

**2.1.5 精密度试验** 精密吸取对照品溶液 1 μL,重复进样测定 6 次,测得峰面积的 RSD 为 0.48%,表明精密度良好。

**2.1.6 重复性试验** 取 6 份石菖蒲药材 10.0 g 在微波功率 600 W、微波加热时间 5 min 和羰基铁粉加入量为 4 g 的条件下提取,制备供试品溶液,测定,结果 α-细辛醚质量分数的 RSD 为 0.88%,表明本法重复性良好。

**2.1.7 稳定性试验** 取同一份供试品溶液,分别于制备后 1、2、4、8、12、24 h 进样 1 μL,测得 α-细辛醚峰面积的 RSD 为 0.97%。

**2.1.8 加样回收率试验** 取已测定的供试品溶液 6 份,每份约含有 α-细辛醚 15 mg,加入约 20 mg 的 α-细辛醚,进样 1 μL,计算其回收率和 RSD 值,结果平均回收率为 98.30%,RSD 为 1.07%。

## 2.2 考察指标

**2.2.1 α-细辛醚提取量(A)** α-细辛醚是石菖蒲的主要有效成分之一,且性质稳定不易氧化,列为工艺筛选所需考察的主要指标之一,权重系数定为 0.3。

**2.2.2 α-细辛醚、β-细辛醚、γ-细辛醚峰面积之和占总峰面积的百分比(B)** 据报道,α-细辛醚、β-细辛醚、γ-细辛醚为石菖蒲药材中质量分数最高的 3 个有效成分,以三者峰面积之和占总峰面积的百分比定为另一考察指标,权重系数设为 0.3。

**2.2.3 挥发油的总体积(C)** 挥发油的总体积是评价出油率的重要指标,也列入评价指标,权重系数设为 0.4。

**2.2.4 评价指标** 以 A、B、C 一同作为评价指标,3 个评价指标的权重设定计算公式:  $OD=0.3 A/A_{max}+0.3 B/B_{max}+0.4 C/C_{max}$

## 2.3 无溶剂微波提取工艺的优化

**2.3.1 无溶剂微波法提取工艺的正交设计试验** 称取石菖蒲药材 10.0 g,以微波加热功率(a)、单位质量药材羰基铁粉加入量(b)、微波加热时间(c)为因素,确立  $L_9(3^4)$  正交试验,设计见表 1。收集挥发性成分,4 °C 储存,备用。按“2.1.3”项下制备供试品溶液,测定,计算 α-细辛醚提取量,直观分析见表 1,方差分析见表 2。

表 1 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交试验设计与结果

Table 1 Design and results of L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) orthogonal test

试验号	a/W	b/(g·g <sup>-1</sup> )	c/min	d (误差)	A/mg	B/%	C/mL	OD
1	600 (1)	0.2 (1)	3 (1)	(1)	3.71	68.33	0.028	46.19
2	600 (1)	0.3 (2)	4 (2)	(2)	7.78	69.50	0.057	54.37
3	600 (1)	0.4 (3)	5 (3)	(3)	31.99	69.77	0.235	99.93
4	800 (2)	0.2 (1)	4 (2)	(3)	7.75	69.63	0.057	54.39
5	800 (2)	0.3 (2)	5 (3)	(1)	20.66	69.89	0.152	78.75
6	800 (2)	0.4 (3)	3 (1)	(2)	12.38	69.7	0.091	63.11
7	1 000 (3)	0.2 (1)	5 (3)	(2)	18.17	69.66	0.132	73.82
8	1 000 (3)	0.3 (2)	3 (1)	(3)	4.59	68.95	0.034	48.07
9	1 000 (3)	0.4 (3)	4 (2)	(1)	12.44	69.77	0.138	69.28
K <sub>1</sub>	200.49	174.40	157.37	194.22				
K <sub>2</sub>	196.25	181.19	178.04	191.30				
K <sub>3</sub>	191.17	232.32	252.50	202.39				
R	9.32	57.92	95.13	11.09				

表 2 方差分析

Table 2 Analysis of variance

误差来源	偏差平方和	自由度	F 比	显著性
a	14.516	2	0.659	
b	668.345	2	30.339	P<0.05
c	1 669.029	2	75.765	P<0.05
d (误差)	22.029	2		

F<sub>0.05</sub>(2, 2) = 19.00 F<sub>0.01</sub>(2, 2) = 99.00

方差分析结果表明, 3 因素对其影响顺序为微波加热时间>羰基铁粉加入量>微波加热功率。按 α=0.05, 微波加热时间对 α-细辛醚提取量具有显著影响, 微波加热功率和羰基铁粉加入量无显著影响, 收集得到挥发油 0.235 mL, 为正交试验中挥发油得率最优者, 结合挥发油得率与 α-细辛醚提取量, 优选最佳实验工艺为 A<sub>1</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>, 即微波功率 600 W, 2 g 羰基铁粉, 微波加热 5 min。

无溶剂微波提取样品的色谱图 (色谱条件同“2.1.1”项) 见图 1, 由气相色谱图可知 α-细辛醚、β-细辛醚、γ-细辛醚等峰面积较大的色谱峰均达到基线分离, 适用峰面积归一化法进行分析。

**2.3.2 验证试验** 为考察该工艺的合理性、稳定性, 按照正交试验优选的最佳工艺条件验证 3 批, 结果见表 3。3 批验证试验中 1 组结果小于正交试验最优工艺, 其余 2 组结果均大于最优工艺, 正交试验和 3 批验证 4 者的 RSD 为 0.94%, 说明该工艺稳定、可行。

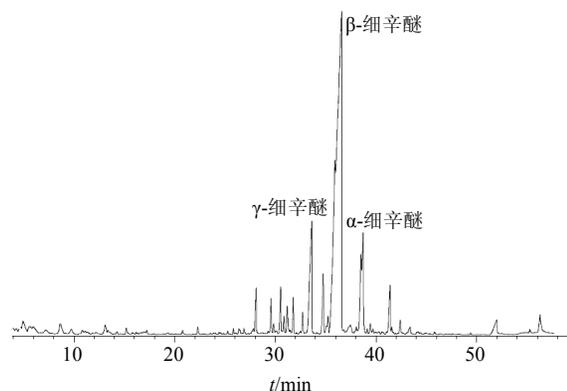


图 1 石菖蒲无溶剂微波提取法的 GC 图

Fig. 1 GC of solvent-free microwave extraction of *Acori Tatarinowii* Rhizoma

表 3 3 批验证结果

Table 3 Verification of three batches of samples

试验号	A/mg	B/%	C/mL	OD
1	29.80	75.01	0.223	98.10
2	30.81	73.36	0.233	100.04
3	30.68	73.83	0.232	99.95
RSD/%	1.81	1.15	2.40	1.10

**2.4 GC-MS 对挥发性成分的定性及定量分析**

**2.4.1 水蒸气蒸馏法样品的制备** 按《中国药典》2010 年版挥发油测定法 (附录 XD) 项下的乙法提取挥发性成分, 取石菖蒲药材 10.0 g, 加 12 倍量的水, 至挥发油不再增加为止, 收集挥发油 0.175 mL, 制样, 4 °C 储存, 备用。

**2.4.2 水蒸气蒸馏法  $\alpha$ -细辛醚提取量的测定** 按“2.13”项制备方法制备水蒸气蒸馏法的供试品溶液，按“2.1.1”项色谱条件测定  $\alpha$ -细辛醚提取量，共得  $\alpha$ -细辛醚提取量为 29.09 mg。

**2.4.3 无溶剂微波法与水蒸气蒸馏法 GC-MS 测定和结果的比较** 按“2.1.1”项下的色谱条件，测定无溶剂微波法与水蒸气蒸馏法样品，质谱图见图 2，经计算机谱库检索 (NIST 08, NIST 08s) 和人工解析，确定化合物的结构，见表 4，分析鉴定出 41 种挥发性物质，其中无溶剂微波提取法分析鉴定 36 种物质，占挥发油总量的 95.71%，共测得  $\alpha$ -细辛醚 31.99 mg，水蒸气蒸馏法分析鉴定 39 种物质，占挥发油总量的 93.67%，共测得  $\alpha$ -细辛醚 29.09 mg；采

用面积归一化法，石菖蒲挥发油中主要挥发性测定成分  $\alpha$ -细辛醚、 $\beta$ -细辛醚和  $\gamma$ -细辛醚百分比在无溶剂微波提取法为 4.12%、55.11%和 10.54%，而水蒸气蒸馏法则分别为 5.39%、47.03%和 9.15%。

### 3 讨论

无溶剂微波提取法中所用材料羰基铁粉已经广泛应用于食品、农学的研究中<sup>[9-11]</sup>，羰基铁粉在 300 °C、1 bar (100 kPa) 的条件下分解为 Fe 和 CO。本实验在常压条件下进行，羰基铁粉性质稳定，即便可能有痕量的羰基铁粉混入到挥发油中，也可便捷地采用溶解萃取等方式去除。

预试验对无溶剂微波提取法中各因素进行了单因素考察，发现如在微波功率 1 000 W、微波加热

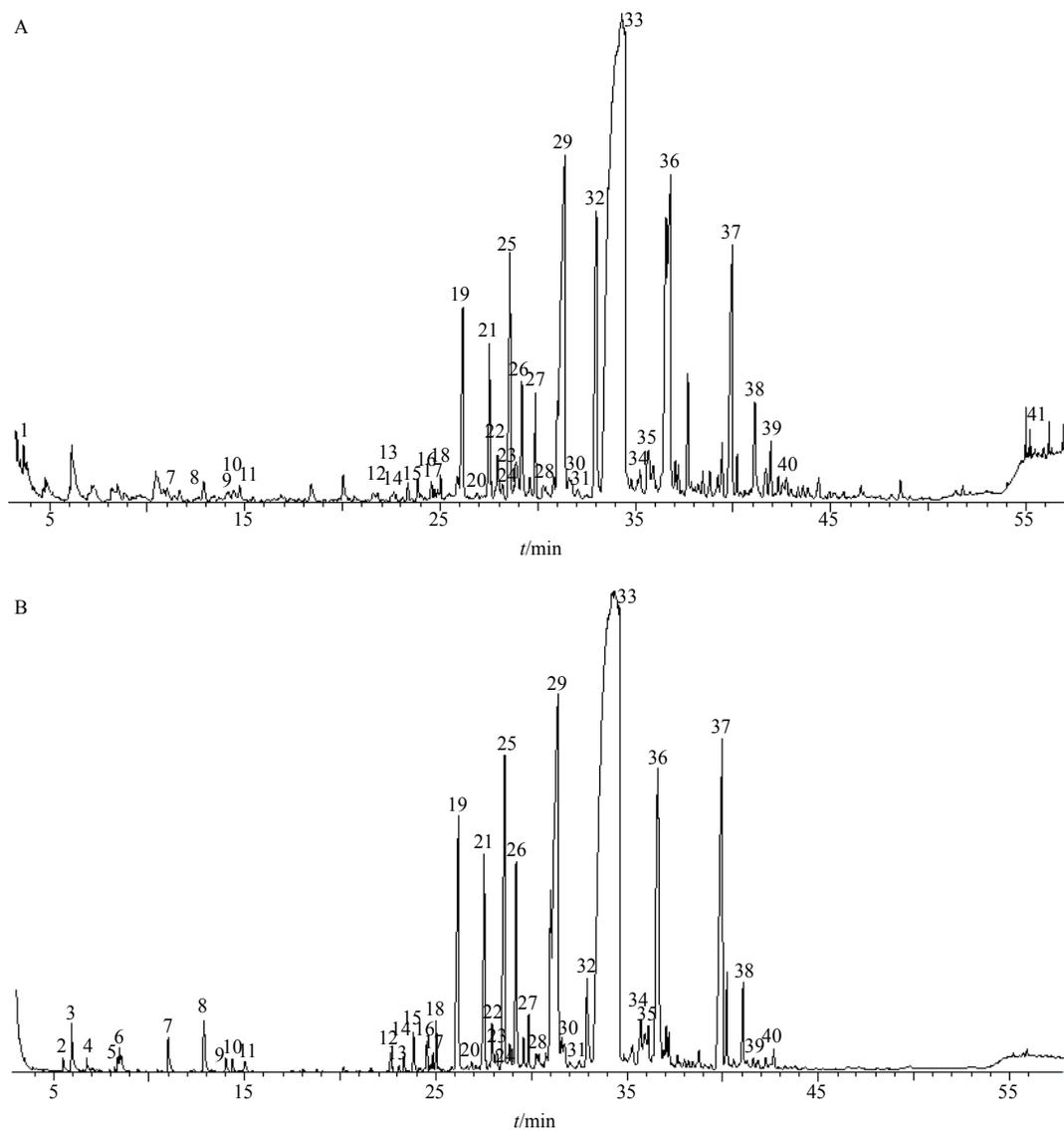


图 2 石菖蒲无溶剂微波提取法 (A) 和水蒸气蒸馏提取法 (B) 的 GC-MS 图

Fig. 2 GC-MS of solvent-free microwave extraction (A) and steam distillation (B) of *Acori Tatarinowii Rhizoma*

表 4 GC-MS 分析水蒸气蒸馏法与无溶剂微波法提取石菖蒲挥发性成分的结果

Table 4 GC-MS analyzed volatile oil constituents in *Acori Tatarinowii Rhizoma* of between solvent-free microwave extraction and steam distillation

序号	$t_R$ /min	化合物	分子式	相对分子质量	质量分数/%	
					无溶剂微波法	水蒸气蒸馏提取法
1	3.33	2-糠醛	C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	96	0.07	未检出
2	5.51	$\alpha$ -派烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	未检出	0.07
3	5.95	茨烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	未检出	0.33
4	6.73	$\beta$ -派烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	未检出	0.08
5	8.36	柠檬烯	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	未检出	0.08
6	8.45	桉油醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	未检出	0.16
7	11.00	芳樟醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.25	0.32
8	12.87	樟脑	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.31	0.47
9	14.01	龙脑	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.13	0.11
10	14.35	4-松油醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.04	0.09
11	15.00	$\alpha$ -松油醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.04	0.09
12	22.63	+(-)-长叶环烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.05	0.12
13	23.08	$\alpha$ -柏木烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.01	0.04
14	23.33	$\beta$ -榄香烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.10	0.09
15	23.84	丁香酚甲醚	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	178	0.73	0.31
16	24.54	香橙烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.20	0.27
17	24.86	$\beta$ -石竹烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.04	0.11
18	25.01	白菖烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.15	0.30
19	26.19	甲基丁香酚	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	178	2.69	2.94
20	26.87	香柠檬油烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.05	0.05
21	27.53	脱氢异菖蒲二醇	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	2.09	1.94
22	27.94	顺式甲基丁香酚	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	178	0.55	0.46
23	28.17	$\alpha$ -古云烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.15	0.20
24	28.59	$\beta$ -葑澄茄烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.43	0.28
25	28.86	菖蒲酮	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	4.86	3.47
26	29.20	喇叭烯氧化物	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	1.20	2.04
27	29.85	$\alpha$ -二去氧菖蒲烯	C <sub>15</sub> H <sub>20</sub>	200	0.43	0.42
28	30.59	$\gamma$ -榄香烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.04	0.05
29	31.40	$\gamma$ -细辛醚	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	208	10.55	9.15
30	31.58	(-)-斯巴醇	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	0.64	0.34
31	31.73	石竹烯氧化物	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	220	0.12	0.33
32	32.93	乙酸龙脑酯	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	196	5.84	1.17
33	35.08	$\beta$ -细辛醚	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	208	55.11	47.03
34	35.48	葑澄茄醇	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	208	0.72	0.47
35	36.28	$\alpha$ -葑澄茄醇	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O	222	0.39	0.19
36	36.62	$\alpha$ -细辛醚	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	208	4.13	5.39
37	39.68	紫丁香醛	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	168	2.90	5.65
38	40.24	喇叭茶醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	4.06	6.91
39	41.13	$\delta$ -愈创烯	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.11	0.22
40	41.88	$\alpha$ -甜没药萜醇醇	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	0.07	0.22
41	55.48	十九烷	C <sub>19</sub> H <sub>40</sub>	268	0.06	未检出

时间 5 min 和单位药材羰基铁粉量为 0.4 g 的条件下挥发油外观、气味均良好,若超过此条件会导致药材焦糊,使挥发油的颜色加深,产生焦糊味道,而条件低于微波功率 600 W、微波加热时间 3 min 和单位药材羰基铁粉量为 0.2 g 的条件下,难以提出挥发油。所以本实验设计表中 3 因素 3 水平均依据预试验结果而确定。

综合评分法分别以 3 种细辛醚百分比之和、 $\alpha$ -细辛醚提取量、挥发油体积作为评价指标,根据各指标的重要程度给予各自权重评分,然后采用加权相加,得到综合评分数据 OD 值,该值兼顾了挥发油的总量,也充分考虑了石菖蒲挥发油中有效成分  $\alpha$ -细辛醚、 $\beta$ -细辛醚、 $\gamma$ -细辛醚的贡献。

无溶剂微波提取法作为一种快速、高效的提取方法,具有绿色、节能的优点。羰基铁粉能很好的吸收微波,使微波的利用率提高,在时间上缩短微波加热时间,使石菖蒲挥发油能更快的被提取出来。与传统方法相比,此方法无需溶剂,节约能源,挥发油纯度高,有较好的应用价值和广阔前景。

#### 参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 周明哲,王嗣岑,陈湘,等. 石菖蒲水蒸气蒸馏提取物和超临界提取物的 GC-MS 分析 [J]. 药物分析杂志, 2010, 30(2): 185-189.
- [3] Li N, Deng C H, Li Y, *et al.* Gas chromatography-mass spectrometry following microwave distillation and headspace solid-phase microextraction for fast analysis of essential oil in dry traditional Chinese medicine [J]. *Chromatogr A*, 2006, 1133(1/2): 29-34.
- [4] 傅小红,陈华,杨丰庆,等. 莪术中挥发性成分的微波辅助固相顶空气相色谱法分析 [J]. 色谱, 2012, 30(5): 515-521.
- [5] Jiang C Z, Sun Y, Zhu X N, *et al.* Solvent-free microwave extraction coupled with headspace single-drop microextraction of essential oils from flower of *Eugenia caryophyllata* Thunb. [J]. *J Sep Sci*, 2010, 33(17/18): 2784-2790.
- [6] Lucchesi M E, Chemat F, Smadja J. An original solvent free microwave extraction of essential oils from spices [J]. *Flavour Frag J*, 2004, 19(2): 134-138.
- [7] Okoh O O, Sadimenko A P, Afolayan A J. Comparative evaluation of the antibacterial activities of the essential oils of *Rosmarinus officinalis* L. obtained by hydrodistillation and solvent free microwave extraction methods [J]. *Food Chem*, 2010, 120: 308-312.
- [8] 孙玉琼,夏东海,董新荣,等. 一种简易同时蒸馏萃取方法用于八角茴香挥发油的提取及其 GC-MS 分析 [J]. 应用化学, 2015, 32(3): 356-361.
- [9] 朱旭峰. 石菖蒲的研究进展 [J]. 中国民族民间医药, 2013, 3(6): 8-10.
- [10] 傅小红. 微波无溶剂提取的应用进展 [J]. 广东化工, 2014, 41(275): 123-125.
- [11] 赵方方,李培武,王秀嫔,等. 改进的无溶剂微波提取-全二维气相色谱/飞行时间质谱分析油菜籽和花生中挥发油 [J]. 食品科学, 2012, 33(22): 123-125.