

# 胡椒木叶片精油成分分析及其抗氧化、驱虫、抗菌活性

牛先前<sup>1</sup>, 杜丽君<sup>2</sup>, 林秀香<sup>1</sup>, 郑国华<sup>3\*</sup>

(1. 福建省热带作物科学研究所, 福建 漳州 363001; 2. 漳州城市职业学院, 福建 漳州 363002; 3. 福建农林大学园艺学院, 福州 350002)

**摘要:** 为解决在城市绿化中滥用化学农药引起的生态问题, 研究了胡椒木(*Zanthoxylum piperitum*)叶片的精油成分及其驱虫、杀虫、杀菌活性。结果表明, 采用石油醚萃取胡椒木叶片精油的最佳工艺条件为提取时间4 h、温度50℃、料液比1:5, 得率最高为0.5123%。从胡椒木叶片精油中共鉴定出25个化学成分, 主要为酯类、烃类和醇类, 占总峰面积的99.96%, 而具有驱虫、杀虫和抗菌活性的成分占88.50%, 包括肉桂酸甲酯(87.83%)、柠檬烯(0.18%)、薄荷醇(0.11%)、香茅醛(0.10%)、 $\alpha$ -蒎烯(0.08%)、 $\alpha$ -石竹烯(0.08%)、松油醇(0.04%)、石竹烯(0.03%)、羟基大牻牛儿-1(10),5-二烯(0.03%)和 $\beta$ -水芹烯(0.02%)等。20 mg mL<sup>-1</sup>的精油对DPPH自由基的清除率达85.38%, 接近BHT阳性对照; 但还原性低于Vc, 表现出较弱活性, 这可能与提取工艺有关。因此, 胡椒木叶精油含有多种驱虫、杀虫、抗菌等生物活性成分, 具有开发为天然植物农药的潜力。

**关键词:** 正交试验; 溶剂萃取法; 胡椒木; 精油; GC-MS

doi: 10.11926/j.issn.1005-3395.2016.01.013

## Components of Essential Oils from *Zanthoxylum piperitum* Leaves and Its Capacities of Antioxidant, Anthelmintic, and Bacteriostasis

NIU Xian-qian<sup>1</sup>, DU Li-jun<sup>2</sup>, LIN Xiu-xiang<sup>1</sup>, ZHENG Guo-hua<sup>3\*</sup>

(1. Fujian Institute of Tropical Crops, Zhangzhou 363001, Fujian, China; 2. Zhangzhou City College, Zhangzhou 363001, Fujian, China; 3. Horticulture College, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou 350002, China)

**Abstract:** In order to resolve a series of ecological problem caused by abuse of chemical pesticides in urban greening, the composition of essential oils from *Zanthoxylum piperitum* leaves were analyzed, and their insecticidal and antibacterial effects were studied. The results showed that the optimum process of petroleum ether extraction for essential oils was 4 h, 50℃, with solid-to-liquid ratio of 1:5, and the highest yield was 0.5123%. Twenty five compounds dominated by hydrocarbons, alcohols and esters were identified, accounting for 99.96% of total peak area. Among them, the components with anthelmintic, insecticidal and antibacterial activity accounted for 88.50%, such as methyl cinnamate (87.83%), limonene (0.18%), menthol (0.11%), citronellal (0.10%),  $\alpha$ -pinene (0.08%),  $\alpha$ -caryophyllene (0.08%), terpineol (0.04%), caryophyllene (0.03%), hydroxygermacra-1(10),5-diene (0.03%) and  $\beta$ -phellandrene (0.02%), et al. The DPPH· scavenging rate treated by 20 mg mL<sup>-1</sup> essential oils was 85.38% closed to the BHT positive control, but its reductibility was weaker than that of Vc, which might be associated with extraction process. Therefore, the essential oils of *Z. piperitum* leaves contained many kinds of bioactive substances, such as insecticide, insecticidal and antibacterial, it had

收稿日期: 2015-05-27 接受日期: 2015-07-28

**基金项目:** 国家科技支撑计划项目(2014BAD15B00); 福建省自然科学基金项目(2015J01119); 省属公益类科研院所基本科研专项(2013GY04)资助  
This work was supported by the Projects in the National Science & Technology Pillar Program (Grant No. 2014BAD15B00), the National Natural Science Foundation of Fujian, China (Grant No. 2015J01119), and the Special Projects for Basic Scientific Research of Provincial Public Research Institutes (Grant No. 2013GY04).

作者简介: 牛先前(1981~), 男, 硕士, 研究方向为植物生理生态。E-mail: nxq828@126.com

\* 通信作者 Corresponding author. E-mail:fafuzgh@126.com

development potential for nature plant pesticides.

**Key words:** Orthogonal test; Solvent extraction; *Zanthoxylum piperitum*; Oil; GC-MS

胡椒木(*Zanthoxylum piperitum*)是芸香科(Rutaceae)花椒属植物, 主要分布在长江以南地区, 具有耐热、耐寒、耐旱、耐风、耐修剪, 易造型、易栽培、易移植, 叶青翠适合作庭植美化。因胡椒木全株具浓烈胡椒香味, 自身少有病虫害(目前仅偶见炭疽病及蚜虫), 且周边植物也少有病虫害。这对减少农药使用和开发替代化学农药的植物天然保护剂具有重要意义。

农药使用者只考虑农药购买成本和施药时的劳动成本, 不承担农药使用后的环境成本和社会成本, 是导致农药使用不科学、不合理的重要原因<sup>[1]</sup>。尤其是在人口密度高度集中的城市绿地维护中农药滥用的问题更加突出。有调查表明, 城市农药污染问题普遍高于农村, 北京城区土壤中农药污染毒性高出农村约1.2~1.6倍<sup>[2~3]</sup>; 天津城区土壤中农药毒性高出近郊区约1.3倍, 高出远郊区约5.2倍<sup>[4]</sup>。有关胡椒木具有驱虫抗菌特点的研究尚未见报道, 但利用胡椒木驱虫抗菌的特点来减少养护管理中农药使用带来的污染, 营造利于人体健康的生态氛围, 是一条切实可行的可持续发展思路。本研究通过正交试验探索溶剂萃取法提取胡椒木叶片精油的工艺流程, 采用GC-MS分析胡椒木叶片精油中的化学成份, 并对其抗氧化性进行检测, 论证胡椒木驱虫抗菌的特性, 为避免或减少农药使用, 保护城市生态环境提供理论依据, 也为替代化学农药的植物天然保护剂的开发提供参考。

## 1 材料和方法

### 1.1 材料和仪器

胡椒木(*Zanthoxylum piperitum*)为2年生盆栽苗, 株高50 cm、冠径50 cm左右, 购于福建省福州市缤纷花木市场, 先在福建农林大学园艺学院盆栽试验场培养45 d, 于9月中旬采摘生长健壮、无病虫害的完整叶片, 单蒸水冲洗, 混匀、晾干后称重。

表1 正交试验的因子及水平

Table 1 Factors and levels for orthogonal test

水平 Level	因子 Factor		
	时间 Hour (A)	温度 Temperature (℃) (B)	料液比 Ratio of solid-to-liquid (C)
1	3	50	1:8
2	4	40	1:6.5
3	5	30	1:5

BS/BT系列电子天平(德国赛多丽斯); 旋转蒸发仪(日本 EYELA); LGJ-25C 冷冻干燥机(北京四环); ZHWY-100B 塑壳经典型小容量恒温培养振荡器(上海正慧); 气质联用仪(GC/MS)(美国 Varian Saturn3900/2100)。

### 1.2 精油提取

取叶片 20 g 于 250 mL 萃取瓶中按设定条件萃取, 滤渣重复萃取 2 次。滤液抽滤除去粗杂质后, 经旋转蒸发去有机溶剂, 得精油。精油得率(%)=( $M_2 - M_1$ )/样品质量×100%, 式中  $M_1$  为干燥的旋蒸瓶质量;  $M_2$  为旋转蒸发后旋蒸瓶质量。

### 1.3 正交试验

选择萃取杂质相对少且低沸点易蒸干的石油醚为萃取溶剂。在单因子研究基础上, 选取时间(A)、温度(B)和料液比(C)等 3 个因子, 按照正交试验法设计 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交试验(表 1)。以胡椒木叶片精油得率为依据, 确定最佳提取工艺。

### 1.4 GC-MS 分析

提取的精油干燥后, 用石油醚(60℃~90℃)稀释 20 倍, 过 0.22 μm 有机滤膜, 取 1.5 mL 待测。气相条件: 采用 DB-5MS 色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm), 传输线温度 280℃, 进样口温度 250℃; 升温顺序: 起始温度 50℃, 保留 5 min; 以 5 °C min<sup>-1</sup> 上升到 260℃, 保留 2 min; 载气为氦气(纯度≥99.999%), 流速为 1 mL min<sup>-1</sup> (横流模式), 进样量 10 μL; 质谱条件: 电离方式为 EI, 电子能量 70 eV, 阵温 220℃; 质量扫描范围为 40~650 amu。

### 1.5 抗氧化活性测定

将所得精油配制成 2、4、6、8、10、12、14、16、18、20 mg mL<sup>-1</sup> 的精油乙醇溶液。参考 Feresin 等<sup>[5]</sup>的方法测定 DPPH·自由基清除能力, 以同浓度

的BHT为阳性对照。还原力测定参考邢思雷等<sup>[6]</sup>的方法, 以同浓度的抗坏血酸(Vc)为阳性对照。

## 1.6 统计分析

采用DPS 7.05版软件新复极差法进行数据统计分析处理, SigmaPlot V 10.0软件作图。

## 2 结果和分析

### 2.1 最佳工艺流程

选择提取时间(A)、温度(B)、料液比(C)为主要因子, 依照L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)设计正交试验确定最优提取条件, 为防止漏掉对试验结果有重要影响的其它因子, 加入空列。由表2可知, A、B、C因子的极差分别为0.0395、0.1455、0.025, 即影响提取效果的主次顺序为: B>A>C。可见, 提取温度对精油得率影响最为关键, 其次是提取时间, 而料液比的影响最小。工艺优化以精油得率为考察指标, 因此选择各因子中得率最

大值所对应的水平, 得出最优方案为A<sub>2</sub>B<sub>1</sub>C<sub>3</sub>, 即提取时间为4 h, 温度为50℃, 料液比为1:5。

表3的统计分析表明, 因子B对精油得率的影响达极显著水平; 从F值也可看出, 各因子影响提取效果的主次顺序为B>A>C。

按A<sub>2</sub>B<sub>1</sub>C<sub>3</sub>的工艺条件, 即提取时间4 h, 温度50℃, 料液比1:5, 提取胡椒木叶片精油, 并重复3次, 精油得率的平均值为0.5123%, 高于正交试验方案中的最高值(0.4783%), 说明提取工艺的优化方案是有效的。

### 2.2 GC-MS 分析鉴定

采用GC-MS法对提取的胡椒木叶片精油进行分析, 在Thermo Frace化学工作站NIST (2005)质谱库检索与标准图进行对比, 并结合文献资料进行确认。从石油醚萃取的胡椒木叶片精油中共鉴定出25种化学成分(图1和表4), 占总量的99.96%。其中主要成分为脂类, 含量较高的有肉桂酸甲酯(87.83%)、

表2 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交试验

Table 2 Orthogonal test of L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)

编号 No.	A	B	C	空列 Blank	提取率 Yield (%)
1	1	1	1	1	0.355
2	1	2	2	2	0.2833
3	1	3	3	3	0.2983
4	2	1	2	3	0.4783
5	2	2	3	1	0.315
6	2	3	1	2	0.2617
7	3	1	3	2	0.4
8	3	2	1	3	0.3217
9	3	3	2	1	0.2367
K <sub>1</sub>	0.9366	1.2333	0.9384	0.9067	
K <sub>2</sub>	1.055	0.92	0.9983	0.945	
K <sub>3</sub>	0.9584	0.7967	1.0133	1.0983	
k <sub>1</sub>	0.3122	0.4111	0.3128	0.3022	
k <sub>2</sub>	0.3517	0.3067	0.3328	0.315	
k <sub>3</sub>	0.3195	0.2656	0.3378	0.3661	
R	0.0395	0.1455	0.025	0.0128	

K<sub>1</sub>、K<sub>2</sub>和K<sub>3</sub>为总和, 而k<sub>1</sub>、k<sub>2</sub>和k<sub>3</sub>为平均值; R: 极差。

K<sub>1</sub>, K<sub>2</sub> and K<sub>3</sub> present the sum, while k<sub>1</sub>, k<sub>2</sub> and k<sub>3</sub> for the average, respectively; R: Range.

表3 正交试验的方差分析

Table 3 ANOVA analysis of orthogonal test

变异来源 Source of variation	平方和 Sum of square	自由度 Degree of freedom	均方 Mean square	F	P
A	0.0079	2	0.004	1.6220	0.2251>0.05
B	0.1014	2	0.0507	20.7082	0.0001<0.01
C	0.0032	2	0.0016	0.6436	0.5371>0.05

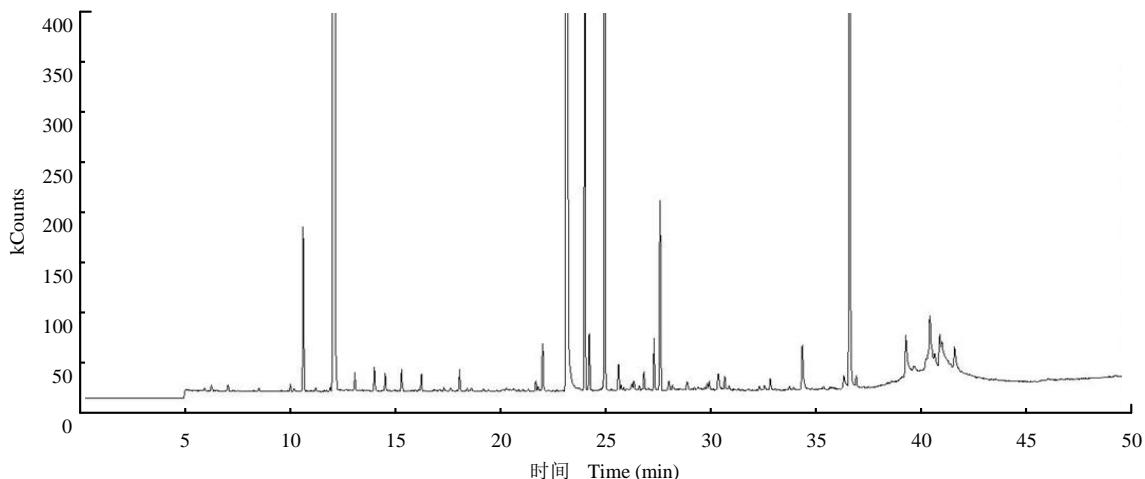


图1 溶剂萃取胡椒木叶片精油组分总离子图

Fig. 1 Total ion diagram of essential oils from *Zanthoxylum piperitum* leaves

表4 胡椒木叶片的精油成分

Table 4 Composition of essential oils from *Zanthoxylum piperitum* leaves

序号 No.	保留时间 Retention time (min)	化合物 Compound	分子式 Molecular formula	分子量 Molecular weight	相对含量 Relative content (%)
1	5.955	苯乙烷 Ethylbenzene	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106	0.12
2	6.273	邻二甲苯 o-Xylene	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106	0.52
3	7.684	α-蒎烯 α-Pinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.08
4	9.898	β-水芹烯 β-Phellandrene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.02
5	10.578	β-月桂烯 β-Myrcene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.01
6	11.172	α-水芹烯 α-Phellandrene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.01
7	11.975	柠檬烯 Limonene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.18
8	12.648	庚酮 2-Heptanone	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	114	0.04
9	13.473	邻甲苯胺 o-Toluidine	C <sub>7</sub> H <sub>9</sub> N	107	0.31
10	14.403	芳樟醇 Linalool	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.05
11	15.155	辛酸甲酯 Octanoic acid, methyl ester	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	158	0.03
12	16.057	香茅醛 Citronellal	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.10
13	17.444	α-松油醇 α-Terpineol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	154	0.04
14	17.847	薄荷醇 Menthol	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	156	0.11
15	20.598	肉桂酸甲酯 Methyl cinnamate	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	162	87.83
16	21.455	反式-乙酸香芹酯 trans-Carvyl acetate	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	194	0.08
17	21.717	α-松油烯 α-Terpinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	136	0.33
18	23.688	石竹烯 Caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.03
19	24.604	α-石竹烯 α-Caryophyllene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	204	0.08
20	27.885	羟基大牻牛儿-1(10),5-二烯 Hydroxygermacra-1(10),5-diene	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	222	0.03
21	29.873	顺式-对甲氧基肉桂酸甲酯 cis-Methyl p-methoxycinnamate	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	192	0.32
22	33.775	Scytalone	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	194	0.05
23	35.704	邻苯二甲酸丁基环己酯 1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl cycl	C <sub>18</sub> H <sub>25</sub> O <sub>4</sub>	305	8.78
24	35.995	泪杉醇 Manool	C <sub>20</sub> H <sub>34</sub> O	290	0.26
25	39.713	扁桃酸甲基酯 Mandelic acid methyl ester	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	166	0.55

邻苯二甲酸丁基环己酯(8.78%)、扁桃酸甲基酯(0.55%)等。

### 2.3 抗氧化活性测定

由图2可知, 石油醚提取的胡椒木叶片精油有清除DPPH自由基的能力, 精油浓度为1~20 mg mL<sup>-1</sup>时,

清除能力逐渐增强。精油浓度与清除能力呈现较好的量效关系, 其IC<sub>50</sub>为7.413 mg mL<sup>-1</sup>。精油浓度为20 mg mL<sup>-1</sup>时, 对DPPH自由基的清除率达到阳性对照BHT的85.38%。石油醚提取的胡椒木叶片精油还原能力随精油浓度的增加而逐渐增强, 但比对照的还原能力弱, 精油浓度为20 mg mL<sup>-1</sup>时的还原能力

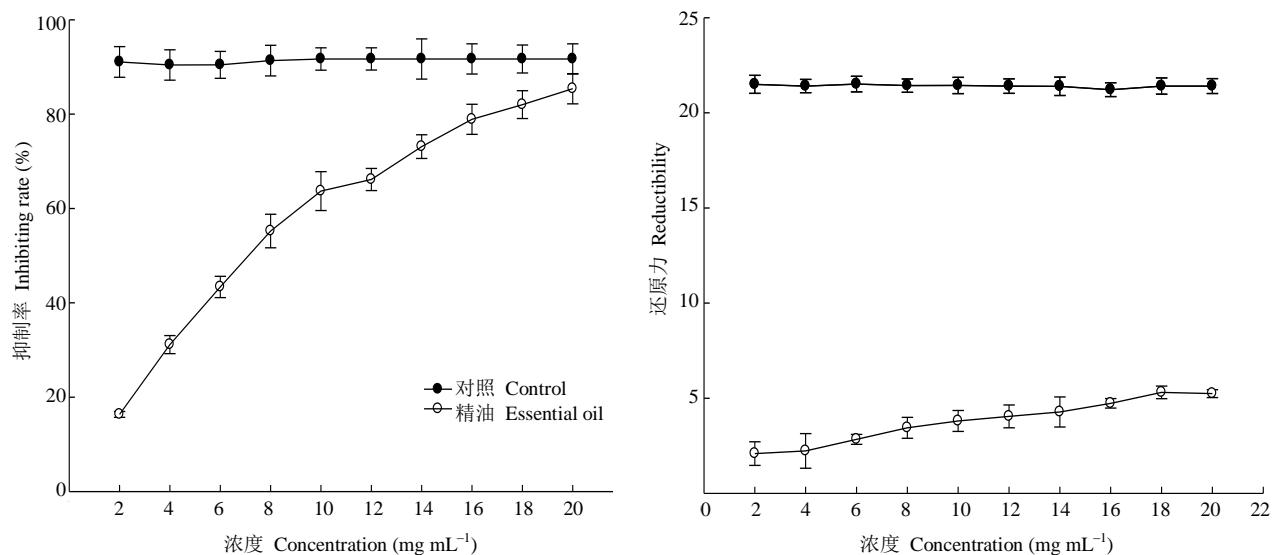


图2 胡椒木叶片精油的抗氧化能力

Fig. 2 Antioxidant capacities of essential oils from *Zanthoxylum piperitum* leaves

仅为Vc的24.49%。

### 3 讨论和结论

GC-MS分析表明, 胡椒木叶片精油含有大量的驱虫、杀虫、杀菌成分, 其中最有效成分是柠檬烯(0.18%)和肉桂酸甲酯(87.83%)<sup>[7]</sup>。柠檬烯和 $\alpha$ -蒎烯(0.08%)具有强大的抗菌活性, 可抑制多种病原菌的生长、繁殖<sup>[8]</sup>。柠檬烯对蚊虫及其他昆虫具有明显的驱避及毒杀活性<sup>[9-10]</sup>,  $\alpha$ -蒎烯对蚊虫具有毒杀活性<sup>[11]</sup>。 $\omega$ -松油醇(0.04%)对革兰阴性菌和革兰阳性菌均具有较强抗菌活性<sup>[12]</sup>, 可以通过细胞壁和细胞膜透性变化抑制细菌核酸的合成和可溶性蛋白的表达<sup>[13]</sup>。薄荷醇(0.11%)及薄荷醇类物质对白纹伊蚊具有一定的驱避效果<sup>[14]</sup>。香茅醛(0.10%)的缩醛类化合物对中华按蚊、白纹伊蚊、淡色库蚊表现出较理想的趋避活性<sup>[15]</sup>, 对红火蚁及小黄家蚁也都具有较好的驱避活性<sup>[16]</sup>。 $\beta$ -水芹烯(0.02%)对储粮害虫具有高效广谱的杀虫活性<sup>[17]</sup>, 被誉为是粮食的保护剂。 $\alpha$ -石竹烯(0.08%)、石竹烯(0.03%)、石竹烯氧化物(0.03%)等很可能是对蚊虫起驱避和毒杀作用的有效成分<sup>[18]</sup>。

此外, 有研究表明, 用乙醇提取的花椒属植物精油, 表现出体外抗甲型流感病毒活性, 且在相对高浓度时有抑制神经氨酸酶的活性<sup>[19]</sup>; 其还参与脂肪形成途径, 具有抑制脂肪生成的作用<sup>[20]</sup>; 还具有很强的清理DPPH自由基的能力<sup>[21]</sup>, 酚类物质是强有力的游离基清除剂和还原剂, 并可能有降低神经

疾病的风险<sup>[22]</sup>。本研究结果表明, 胡椒木叶片精油浓度为20 mg mL⁻¹时, 对DPPH自由基的清除率达85.38%, 接近BHT, 具有较强的清除能力; 但还原性仅为Vc的24.49%, 说明此提取方法可能忽视了某些还原性物质成分的提取。这可能与提取工艺的选择有关, 在50°C下萃取胡椒木叶片精油, 高温可能影响了精油中还原性和抗氧化性物质的萃取效果, 尤其是对还原性较强的多酚类化合物; 多酚类、 $\alpha$ -蒎烯类化合物具有相对较强的极性, 而石油醚是一种非极性有机溶剂, 可能影响萃取效果。要全面准确地了解胡椒木精油的成分, 需要运用多种方法综合分析, 以便于全面衡量其开发和利用价值。

以石油醚为溶剂提取胡椒木叶片精油的正交试验结果表明, 温度对精油得率的影响最为关键, 其次是提取时间和料液比, 以料液比为1:5, 50°C萃取4 h为最佳工艺条件, 此时精油得率为0.5123%, 其中已知的具有抗菌、驱虫、杀虫活性成分占88.50%。这是胡椒木少有病虫害发生的根本原因。同时表明, 胡椒木具有开发为植物天然杀虫剂、驱虫剂、抗菌剂的潜力。

### 参考文献

- [1] BU Y Q, KONG Y, ZHI Y, et al. Pollution of chemical pesticides on environment and suggestion for prevention and control countermeasures [J]. J Agri Sci Techn, 2014, 16(2): 19-25.
- 卜元卿, 孔源, 智勇, 等. 化学农药对环境的污染及其防控对策建议 [J]. 中国农业科技导报, 2014, 16(2): 19-25.

- [2] LI X H, MA L L, LIU X F, et al. Polycyclic aromatic hydrocarbon in urban soil from Beijing, China [J]. *J Environ Sci*, 2006, 18(5): 944–950. doi: 10.1016/S1001-0742(06)60019-3.
- [3] MA L L, CHU S G, WANG X T, et al. Polycyclic aromatic hydrocarbons in the surface soils from outskirts of Beijing, China [J]. *Chemosphere*, 2005, 58(10): 1355–1363. doi: 10.1016/j.chemosphere.2004.09.083.
- [4] DUAN Y H, TAO S, WANG X J, et al. Spatial distribution and sources of PAHs in Tianjin's topsoil [J]. *Acta Pedol Sin*, 2005, 42(6): 942–947.  
段永红, 陶澍, 王学军, 等. 天津表土中多环芳烃含量的空间分布特征与来源 [J]. 土壤学报, 2005, 42(6): 942–947.
- [5] FERESIN G E, TAPIA A, ANGEL G R, et al. Free radical scavengers, anti-inflammatory and analgesic activity of *Acaena magellanica* [J]. *J Pharm Pharmacol*, 2002, 54(6): 835–844. doi: 10.1211/0022357021779014.
- [6] XING S L, ZHANG P H, JI Q L, et al. Essential oil compositions and antioxidant activities of two *Ziziphora* species in Xinjiang [J]. *Food Sci*, 2010, 31(7): 154–159.
- [7] HIEU T T, KIM S I, KWON H W, et al. Enhanced repellency of binary mixtures of *Zanthoxylum piperitum* pericarp steam distillate or *Zanthoxylum armatum* seed oil constituents and *Calophyllum inophyllum* nut oil and their aerosols to *Stomoxys calcitrans* [J]. *Pest Manag Sci*, 2010, 66(11): 1191–1198. doi: 10.1002/ps.1993.
- [8] LEE J H, JANG M R, SEO J, et al. Antibacterial effects of natural volatile essential oil from *Zanthoxylum piperitum* A. P. DC. against foodborne pathogens [J]. *J Food Biochem*, 2012, 36(6): 667–674. doi: 10.1111/j.1745-4514.2011.00581.x.
- [9] JAENSON T G, PÅLSSON K, BORG-KARLSON A K. Evaluation of extracts and oils of mosquito (Diptera: Culicidae) repellent plants from Sweden and Guinea-Bissau [J]. *J Med Entomol*, 2006, 43(1): 113–119. doi: 10.1603/0022-2585(2006)043[0113:EOEAOO]2.0.CO;2.
- [10] GILLIJ Y G, GLEISER R M, ZYGADIO J A. Mosquito repellent activity of essential oils of aromatic plants growing in Argentina [J]. *Bioresour Techn*, 2008, 99(7): 2507–2515. doi: 10.1016/j.biortech.2007.04.066.
- [11] TRABOULSI A F, EL-HAJ S, TUENI M, et al. Repellency and toxicity of aromatic plant extracts against the mosquito *Culex pipiens molestus* (Diptera: Culicidae) [J]. *Pest Manag Sci*, 2005, 61(6): 597–604. doi: 10.1002/ps.1017.
- [12] DORMAN H J D, GDEANS S G. Antimicrobial agents from plants: Antibacterial activity of plant volatile oils [J]. *J Appl Microbiol*, 2000, 88(2): 308–316. doi: 10.1046/j.1365-2672.2000.00969.x.
- [13] SHI C F, YIN Z Q, WEI Q, et al. Bacteriostatic action and mechanism of  $\alpha$ -terpineol on *Escherichia coli* [J]. *Acta Vet Zoot Sin*, 2013, 44(5): 796–801. doi: 10.11843/j.issn.0366-6964.2013.05.018.  
石超峰, 殷中琼, 魏琴, 等.  $\alpha$ -松油醇对大肠杆菌的抑菌作用及其机理研究 [J]. 畜牧兽医学报, 2013, 44(5): 796–801. doi: 10.11843/j.issn.0366-6964.2013.05.018.
- [14] Chen J Z, Wang Z D, Song Z Q, et al. A preliminary study on the synthesis and mosquito repellency of ester derivatives of menthol [J]. *Acta Agri Univ Jiangxi*, 2006, 28(5): 765–768. doi: 10.3969/j.issn.1000-2286.2006.05.026.  
陈金珠, 王宗德, 宋湛谦, 等. 薄荷醇酯类衍生物的合成及其驱蚊活性的初步研究 [J]. 江西农业大学学报, 2006, 28(5): 765–768. doi: 10.3969/j.issn.1000-2286.2006.05.026.
- [15] WANG Z D, CHEN J Z, SONG Z Q, et al. Synthesis of acetal derivatives of hydroxycitronellal and their repellent activity against mosquitoes [J]. *Acta Entomol Sin*, 2010, 53(11): 1241–1247.  
王宗德, 陈金珠, 宋湛谦, 等. 羟基香茅醛缩醛类化合物的合成及对蚊虫的驱避活性 [J]. 昆虫学报, 2010, 53(11): 1241–1247.
- [16] WENG Y H, XIAO Z Q, XU X Z, et al. Synthesis of acetal derivatives of citronellal and their repellent activities against the pharaoh ant, *Monomorium pharaonis* (Hymenoptera: Formicidae) [J]. *Acta Entomol Sin*, 2014, 57(8): 921–926.  
翁玉辉, 肖转泉, 许锡招, 等. 香茅醛缩醛类化合物的合成及其对小黄家蚁的驱避活性 [J]. 昆虫学报, 2014, 57(8): 921–926.
- [17] Xiong J M, Cao H G, Ren Y H, et al. Toxicity test of synthetic  $\beta$ -phellandrene on several stored grain insects [J]. *Acta Agri Univ Jiangxi*, 2000, 22(3): 351–355. doi: 10.3969/j.issn.1000-2286.2000.03.009.  
熊件妹, 曹华国, 任宇红, 等. 人工合成  $\beta$ -水芹烯对几种储粮害虫的毒力测定 [J]. 江西农业大学学报, 2000, 22(3): 351–355. doi: 10.3969/j.issn.1000-2286.2000.03.009.
- [18] PENG Y H, ZHANG Y, ZENG D Q, et al. Bioactivity and chemical composition of essential oil from *Zanthoxylum beecheyanum* var. *alatum* leaves against *Culex pipens quinquefasciatus* (Diptera: Culicidae) [J]. *Chin J Appl Ecol*, 2009, 20(6): 1488–1494.  
彭映辉, 张云, 曾冬琴, 等. 一摸香叶精油对致倦库蚊的生物活性及其成分分析 [J]. 应用生态学报, 2009, 20(6): 1488–1494.
- [19] HA S Y, YOUN H, SONG C S, et al. Antiviral effect of flavonol glycosides isolated from the leaf of *Zanthoxylum piperitum* on influenza virus [J]. *J Microbiol*, 2014, 52(4): 340–344. doi: 10.1007/s12275-014-4073-5.
- [20] GWON S Y, AHU J Y, KIM T W, et al. *Zanthoxylum piperitum* DC. ethanol extract suppresses fat accumulation in adipocytes and high fat diet-induced obese mice by regulating adipogenesis [J]. *J Nutr Sci Vitamin*, 2012, 58(6): 393–401. doi: 10.3177/jnsv.58.393.
- [21] YAMAZAKI E J, INAGAKI M, KURITA O, et al. Antioxidant activity of Japanese pepper (*Zanthoxylum piperitum* DC.) fruit [J]. *Food Chem*, 2007, 100(1): 171–177. doi: 10.1016/j.foodchem.2005.09.036.
- [22] JEONG C H, KWAK J H, KIM J H, et al. Neuronal cell protective and antioxidant effects of phenolics obtained from *Zanthoxylum piperitum* leaf using *in vitro* model system [J]. *Food Chem*, 2011, 125(2): 417–422. doi: 10.1016/j.foodchem.2010.09.022.