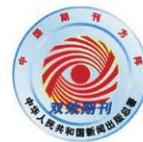


全国中文重点核心期刊 • 第三届国家期刊奖百种重点期刊

食品与发酵工业

FOOD AND FERMENTATION INDUSTRIES

F&FI 2017.03
第43卷



ISSN0253-990X

模拟移动床色谱分离技术



上海兆光色谱分离技术有限公司

地址：上海市张江高科技园区郭守敬路351号

联系人：王兆光

手机：13901778416

电话：021-68561199

传真：021-61304288

邮箱：13901778416@139.com

http://www.zhaoguang.com.cn

ISSN 0253-990X



9 770253 990175

中国期刊方阵期刊
第三届国家期刊奖百种重点期刊
中国科技核心期刊
中文核心期刊
中国学术期刊综合评价数据库来源期刊
中国科学引文数据库 (CSCD) 核心库来源期刊
科技部万方期刊数据库来源期刊
RCCSE 中国核心学术期刊 (A*)
《食品科学技术文摘》(FSTA) 收录期刊
《化学文摘》(CA) 收录期刊

《食品与发酵工业》编辑委员会

(以下按姓氏笔划为序)

编委会主任: 蔡木易

顾问委员: 贾志忍 梁仲康 齐庆中 石维忱
王廷才 吴秋林 赵亚利 朱念琳

编委会委员: 蔡木易 陈峰 陈坚 陈卫
丁钢强 堵国成 高晓冬 胡小松
贾凤超 江连洲 江正强 金征宇
励建荣 刘东红 路福平 罗云波
李斌 李诚 李华 李宁
李勇 林洪 孟宪军 邱树毅
饶平凡 任发政 孙宝国 孙远明
王洁 王莉 王敏 王硕
王兴国 吴永宁 谢明勇 徐宝财
徐岩 薛长湖 严斌 岳田利
张和平 赵改名 赵国华 郑宝东
周光宏 朱蓓薇 邹慧君

主管单位: 中国轻工业联合会

主办单位: 中国食品发酵工业研究院
全国食品与发酵工业信息中心

出版者: 《食品与发酵工业》编辑部

地址: 北京酒仙桥中路 24 号院 6 号楼

邮编: 100015

电话: (010)53218338 53218337

传真: (010)53218336

邮箱: ffeo@vip.sina.com

网址: <http://www.spfjgy.com>

投稿网址: <http://www.spfx.cbpt.cnki.net>

主编: 王洁

执行主编: 李志军

副主编: 林红华

责任编辑: 要永杰

编辑: 卢仝 刘芳

英文编辑: 毕群 霍秀岩

出版日期: 2017 年 3 月 25 日

国际刊号: ISSN 0253-990X

国内刊号: CN 11-1802/TS

印刷装订: 北京百善印刷厂

订购处: 全国各地邮局

邮发代号: 2-331

国外代号: M 350

海外总发行: 中国国际图书贸易集团有限公司

广告经营许可证: 京朝工商广字第 8006 号

食品与发酵工业

Shipin yu Fajiao Gongye

· 研究报告 ·

“低甲醇浓度 - 高溶解氧浓度”策略诱导毕赤酵母高效表达

HSA-GCSF[®] 及其转录组学机理分析

涂庭勇, 贾禄强, 孙俊文, 等 1

1 株 *Lodderomyces elongisporus* 酵母对浓香型白酒

发酵的影响

游玲, 李美华, 王陟垚, 等 9

乳酸菌代谢保护剂中糖产酸对冷冻保护的影响

崔树茂, 赵建新, 陈卫, 等 14

酿酒酵母高效自主复制区的筛选与鉴定

沈方琳, 黄双成, 侯朋晨, 等 20

脱脂乳的不同热处理工艺对酸奶质构和微观结构的影响

刘立鹏, 李雪晴, 李红娟, 等 26

泡菜中生物转化共轭脂肪酸的植物乳杆菌

杨波, 王奥纪东, 张灏, 等 31

小分子糖及糖醇体外抑制 α -葡萄糖苷酶活性的影响

刘国玉, 柳佳, 万宁, 等 36

亚硝酸盐对植物乳杆菌 FQR 细胞表面性质及形态的影响

韦田, 梅林, 王志耕, 等 42

耐镉乳酸菌对重金属镉的吸附机制

邵鑫, 孙凯, 熊婧, 等 48

群体感应 AHLs 对温和气单胞菌体外致腐因子分泌的影响

李婷婷, 崔方超, 马艳, 等 54

采用顶空固相微萃取和气质联用法分析氮源浓度对

酵母香气物质合成的影响

秦伟帅, 董书甲, 姜凯凯, 等 61

小麦蛋白胨促进乳酸菌增殖的研究

孙文敬, 辛晓亚, 郭文杰, 等 66

发状念珠藻、集胞藻及小球藻胞外多糖的理化性质以及

氧自由基清除能力的比较

蔡露阳, 范华, 焦文冬, 等 73

1 株总状毛霉 CGMCC8700 的鉴定及蛋白质谱分析

蒋立文, 谢靓, 廖卢艳, 等 78

竹笋不溶性膳食纤维对草莓果酱流变及质构特性的影响

代曜伊, 刘敏, 郑炯 83

加热温度对鹅肉理化性质、质构与微观结构的影响

计红芳, 张令文, 王方, 等 89

· 生产与科研经验 ·

桑葚果酒专用酵母的分离、筛选及鉴定

曹倩雯, 郑飞云, 赵佳迪, 等 94

‘媚丽’桃红葡萄酒的工艺优化及整体质量评价

孟强, 温静芳, 张文琴, 等 99

嗜盐古生菌混合菌株的鱼露发酵工艺优化

袁丽, 孙楚楚, 赵梦琴, 等 105

镇江香醋酿造过程中种子醪的优化

李信, 余永建, 朱胜虎, 等 111

四川泡菜中产 γ -氨基丁酸植物乳杆菌 BC114 发酵条件优化

曾林, 谭霄, 张庆, 等 116

新疆传统发酵食品中乳酸菌的分离鉴定及其生长代谢特性

凌空, 翟磊, 姚粟, 等 123

常用食品乳酸菌发酵蔬菜的研究

杨丽娜, 迟雪梅, 迟乃玉, 等 130

发酵条件对青稞红曲中 Monacolin K 和 β -葡聚糖的影响

胡久平, 鄢平, 戚珊珊, 等 134

目次 Contents

2017 年 43 卷 第 3 期 (总第 351 期) 月刊 国内外公开发行

1970 年创刊 1975 年国内外公开发行

- 植物乳杆菌发酵柚子汁复合饮料的研制 范俊华, 肖志剑, 张文 **140**
- 钙添加对切达奶酪品质的影响 王默谊, 殷俊玲, 刘小鸣, 等 **144**
- 电子束辐照对冷鲜猪里脊肉品质及蛋白特性的影响 程述震, 刘伟, 冯晓琳, 等 **151**
- 大米肽功能饮料的研制 谭春明, 孙通, 薛勇, 等 **157**
- 2 种紫薯化学抗氧化能力比较 孙海燕 **163**
- 甜菊双糖苷 / γ -环糊精包合物的制备 李丹, 万会达, 吴海燕, 等 **169**
- β -隐黄素纳米乳的制备及其稳定性研究 孙志高, 黄巧娟, 盛冉, 等 **175**
- 不同解冻方式对鲑鱼鱼肉蛋白及组胺变化的影响 李天翔, 包海蓉, 王锡昌, 等 **180**
- 加工方式对羊乳表皮生长因子 (EGF) 浓度的影响 雷飞艳, 云丹, 王毕妮, 等 **186**

· 分析与检测 ·

- 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 陈海涛, 孙丰义, 王丹, 等 **191**
- 红烧肉感官描述属性与各分指标测定值之间的相关性分析 刘登勇, 董丽, 刘欢, 等 **199**
- 基于可见 - 近红外光谱预测灵武长枣脆度及模型优化 王芹志, 强锋, 何建国, 等 **205**
- 香菇生物碱类物质的毛细管电泳指纹图谱 何晋浙, 毛隼杰, 冯婷婷, 等 **212**
- 四川白兔的氨基酸组成分析及营养价值评价 李杨梅, 贺雅非, 任灿, 等 **217**
- 高效液相色谱法测定四角蛤蜊、菲律宾蛤仔中呈味核苷酸 张倩, 刘睿, 王欣之, 等 **224**
- 纳米 ZnO/LDPE 食品包装膜及食品模拟物中 ZnO 含量的测定 史迎春, 胡长鹰, 黄金宇 **229**
- HPLC 法同时测定食品中酸性橙 II 和碱性嫩黄 O 的含量 李莎, 王银花, 叶麟, 等 **234**

· 贮运与保鲜 ·

- 保藏条件对低盐方便榨菜品质及保藏特性的影响 张静, 李阿敏, 张碧莹, 等 **239**
- 迷迭香与葡萄籽复合保鲜剂对白鲢鱼丸的保鲜效果 刘楠, 李婷婷, 王当丰, 等 **247**
- 低温贮藏期间“长富 2”果实细胞壁酶及基因表达的变化 易美君, 孔静, 许昕, 等 **254**

· 分离与提取 ·

- 番茄皮渣蛋白质提取及其性质表征 华霄, 徐沙楠, 陈颖, 等 **259**
- 微波辅助提取沙田柚囊衣中柚皮苷及其对抗氧化性的影响 李楠楠, 马亚琴, 李申, 等 **267**

· 综述与专题评论 ·

- 直链淀粉 - 脂质复合物的形成及其结构性研究进展 贾祥泽, 陈秉彦, 赵蓓蓓, 等 **276**
- 我国传统发酵肉制品中生物胺的研究进展 冉春霞, 陈光静 **285**
- 《微生物新菌种名称英解汉译检索表》(第 3 期) **295**

欢迎订阅

《食品与发酵工业》

邮发代号: 2-331



发行量大
覆盖面广
权威性强

欢迎投稿

投稿网址:
<http://spfx.cbpt.cnki.net>

编辑部地址:
北京朝阳区酒仙桥中路
24号院6号楼111室
电话: 010-53218338
传真: 010-53218336
网址: <http://www.spfjgy.com>

欢迎刊登广告

FOOD AND FERMENTATION INDUSTRIES

2017 Vol.43 No.3 (Monthly)

Contents

Enhanced HSA-GCSF [®] production by <i>Pichia pastoris</i> under "low methanol concentration-high dissolved oxygen" induction strategy and its transcriptome analysis	TU Ting-yong et al	1
Influences of a <i>Lodderomyces elongisporus</i> strain on fermentation of strong-flavored liquor	YOU Ling et al	9
Effect of acids produced by metabolizing carbohydrate of protectants on viability of <i>Lactobacillus</i> during freezing	CUI Shu-mao et al	14
A high effective autonomous replicative sequence in <i>Saccharomyces cerevisiae</i>	SHEN Fang-lin et al	20
Effect of different heat treatment processes of skim milk on texture and microstructure of yogurt	LIU Lipeng et al	26
Conjugated fatty acids production by <i>Lactobacillus plantarum</i> from Paocai	YANG Bo et al	31
The inhibitory effects of functional sugars and sugar alcohols on α -glucosidase activity <i>in vitro</i>	LIU Guo-yu et al	36
Effect of nitrite on the cell surface property and morphology of <i>Lactobacillus plantarum</i> FQR	WU EITian et al	42
The cadmium removal mechanism of <i>Lactobacillus</i> strains	SHAO Xin et al	48
Influence of quorum sensing AHLs on spoilage factor secretion of <i>Aeromonas sobria</i>	LITing-ting et al	54
Effect of the different concentration of nitrogen sources on the formation of aroma compounds produced by yeast	QIN Weishuai et al	61
Promoting growth of four lactic acid bacteria by using prepared wheat peptones	SUN Wen-jing et al	66
Comparison of physicochemical property and oxygen radical absorbance capacity between <i>Nostoc flagelliforme</i> , <i>Synechocystis</i> sp. PCC6803 and <i>Chlorella pyrenoidosa</i> exopolysaccharides	CAILu-yang et al	73
Identification and protein spectrum analysis of <i>Mucoracemosus</i> CGMCC8700	JANG Liwen et al	78
Effect of the bamboo shoots insoluble dietary fiber on physical properties of strawberry jam	DAIYao-yi et al	83
Effects of heating temperature on physicochemical properties, texture and microstructure of goose meat	JIHong-fang et al	89
The isolation, screening and identification of yeasts for mulberry wine	CAO Qian-wen et al	94
Improved wine making process and integrated quality evaluation of 'Meli' rose wine	MENG Qiang et al	99
Optimization of mixed <i>Halophilic archaea</i> fermentation for fish sauce	YUAN Liel et al	105
Optimization of starter solid-state vinegar culture in acetic fermentation of Zhenjiang aromatic vinegar	LIXin et al	111
Optimization of γ -aminobutyric acid production by <i>Lactobacillus plantarum</i> BC114 from Sichuan pickle	ZENG Lin et al	116
Isolation, identification and characterization of lactic acid bacteria from traditionally fermented foods in Xinjiang	LING Kong et al	123
Study on lactic acid bacteria fermented vegetable	YANG Lina et al	130
The effect of fermentation conditions on the production of Monacolin K and β -glucan of hulled barley <i>Monascus</i>	HU Jun-ping et al	134
Development of <i>Lactobacillus plantarum</i> fermented grapefruit compound beverage	FAN Jun-hua et al	140
Effect of calcium chloride on the characteristics of cheddar cheese	WANG Mo-yi et al	144
Effect of electron beam on the quality and protein attributes of vacuum-packaged pork	CHENG Shu-zhen et al	151
Research and development on rice peptide functional beverage	TAN Chun-ming et al	157
Comparison of chemical antioxidant capacities in two kinds of purple sweet potato	SUN Haiyan et al	163
Research on steviolbioside inclusion complex preparation by γ -cyclodextrin	LIDan et al	169
Preparation and stability of β -cryptoxanthin nanoemulsion	SUN Zhigao et al	175
Effect of different thawing methods on muscle proteins and histamine variation of skipjack tuna	LITian-xiang et al	180
The effect of processing methods on the concentrations of EGF in goats' milk	LEIFEIyan et al	186
Identification of key aroma-active compounds of fried zanthoxylum essential oil by aroma extract dilution analysis and gas chromatography-olfactometry-mass spectrometry	CHEN Haitao et al	191
Correlation analysis between sensory descriptive attributes and analysis indexes of stewed pork with brown sauce	LIU Deng-yong et al	199
The model of predicting of the bitterness of Lingwu jujube by visible-near infrared spectroscopy and its optimization	WANG Qian-zhi et al	205
Study on capillary electrophoresis fingerprints of alkaloids from lentinus edodes	HE Jin-zhe et al	212
Analysis of amino acids composition in different ages of Sichuan white rabbit and their nutrition evaluation	LIYang-mei et al	217
Determination of flavor nucleotides in <i>Macrura veneriformis</i> and <i>Ruditapes philippinarum</i> by high performance liquid chromatography	ZHANG Qian et al	224
Quantification of ZnO in nano ZnO /LDPE food packaging films and food simulant	SHI Ying-chun et al	229
HPLC simultaneous determination of acid orange II and auramine O in foods	LISHa et al	234
The effects of preservation conditions on qualities and storage characteristics of instant low-sodium pickled tuber mustard	ZHANG Jing et al	239
Rosemary and grape seed compound on the quality of silver carp fish balls quality during refrigerated storage	LIU Nan et al	247
Changes of cell wall-enzymes activity and gene expression in 'Changfu 2' apple fruit during refrigerated storage	YIM ei-jun et al	254
Extraction and characterization of protein from tomato peel waste	HUA Xiao et al	259
Effect of microwave-assisted extraction on the yield of naringin and antioxidant activities of extracts from Shatian pomelo white layer	LINan-nan et al	267
Research advance in the formation and structural properties of amylose-lipid complex	JIA Xiang-ze et al	276
Research progress of biogenic amines in Chinese traditional fermented meat products	RAN Chun-xia et al	285

ADVERTISING IN THE PERIODICAL IS WELCOME

"FOOD & FERMENTATION INDUSTRIES" is a specialized information periodical of science and technology with certain academic level in the Chinese food and fermentation industries. Started publication earliest in the Chinese food and fermentation industries, it has certain influence both at home and abroad.

The Editorial Office

China National Research Institute of Food and Fermentation Industries
Nation Information Center of Food and Fermentation Industry
No.6 Building
24, Jiuxiangqiao Middle Road
Chaoyang District
Beijing, 100015, China
E-mail: ffeo@vip.sina.com
http://www.spfx.cbpt.cnkinet

Printed by Beijing Baishan Printery

Distributed by Beijing Post Office

Subscription Domestic Local Post Office

Foreign Distribution

China International Book Trading Corporation (P.O. Box 399, Beijing, China)
Code No. M350

Zhongmu 上海中牧

卫生阀门 | 卫生管件 | 卫生泵业 | 卫生钢管

详情请访问: www.zhong-mu.com

魅力流体 ...

无论源自哪个角度, 通过使用中牧公司的高洁净流体设备和智能化控制技术, 您将获得卓越的产品品质和更优化的原材料使用效率, 您将不会为这项决定而感到后悔!



上海中牧流体设备有限公司

地址: 上海市金山区海涸新村 122 号 -102

电话: 021-37311277 传真: 37311377

温州中牧流体设备有限公司

地址 (老厂): 浙江温州市永强高新区永昌路 184 号

地址 (新厂): 温州市经济技术开发区明珠路滨海五道万洋工业园 15 号

电话: 0577-85983777 传真: 85981187

手机: 13818096397

ISO9001 SGS CE

邮发代号: 2-331

国内统一刊号: CN11-1802/TS

国外代号: M350

定价: 40.00

广告经营许可证号: 京朝工商广字第8006号

微波辅助提取沙田柚囊衣中柚皮苷及其对抗氧化性的影响

李楠楠, 马亚琴*, 李申, 张震

(西南大学 柑桔研究所, 重庆 400712)

摘 要 采用微波提取技术对沙田柚囊衣中柚皮苷的提取工艺进行优化,并对提取液的抗氧化活性进行分析。以单因素试验为基础,选取溶剂体积分数、微波功率和料液比 3 个因素,根据 Box-Behnken Design 中心组合设计原理进行响应面分析,建立柚皮苷得率的二次多项数学模型。得到提取柚皮苷的最佳工艺条件:提取溶剂为体积分数 52% 乙醇,微波功率 587 W,料液比 1:20 (g/mL),柚皮苷的提取量为 15.581 0 mg/g。此外,根据 DPPH 法、FRAP 法及 ABTS 法 3 种方法测定的提取液的抗氧化性表明,有效的微波处理能显著影响提取物的抗氧化性。

关键词 沙田柚囊衣;柚皮苷;微波提取;抗氧化性

柚子是芸香科植物柚的成熟果实,常见的有沙田柚、葡萄柚、蜜柚等多个品种^[1]。目前,柚皮除少量加工成蜜饯类产品及药用外,绝大多数没有得到合理利用,一般直接作为垃圾处理,这不仅造成资源的浪费,还造成严重的环境污染^[2]。国内外研究表明,柚皮中不仅含有丰富的营养成分如氨基酸、抗坏血酸、 β -胡萝卜素等^[3-4],还含有多种生物活性成分,其中黄酮类、类柠檬苦素等含量甚至高于果实中的含量,因此具有极高的开发价值^[5]。

研究显示,柚皮中的主要活性成分为黄酮类物质^[6],如柚皮苷、新橙皮素等,其中柚皮苷含量最高^[7-8]。柚皮苷具有抗菌^[9]、抗肿瘤^[10-11]、改善局部微循环和营养供给等功效,还可用于防治心脑血管疾病^[12-13]。但由于柚皮苷在人体内不能合成,因此天然柚皮苷的研究与开发受到研究人员的高度关注^[14-15]。

目前,天然活性物质的高效绿色提取已成为提取技术的研究热点和发展趋势,最大限度地降低提取时间和节约能耗的同时,还应有效提高提取率。文献资料显示,柚皮苷的主要提取方法包括:溶剂提取法^[15-17]、热水提取法、碱提酸沉法^[18]、微波辅助提取法^[19]、超声波辅助提取法^[20]、超滤法等。微波提取技术具有快速、高效、绿色的工艺条件等优势^[21-22],已被广泛应用于提取各种生物活性物质^[23-26]。微波

高效提取活性物质的机理在于微波能对植物组织细胞产生生物效应,其高能量使细胞内温度升高,根据摩尔方程,温度升高,细胞内压力增大,当压力大于细胞膜的承受力时,细胞立即破裂,释放出内含物^[27]。因此,加快了细胞内含物流出,大大降低提取时间,增强活性物质的抗氧化能力^[28-29]。

因此,本文以重庆地区广泛种植的成熟沙田柚 (Shatian pomelo) 为原料,微波辅助提取柚皮囊衣中的柚皮苷,并采用响应面设计优化柚皮囊衣中油皮苷的工艺条件,通过分析柚皮苷提取液抗氧化性的变化,综合得到油皮苷的最佳提取工艺条件,以期柚类副产物综合利用的开发寻找有效途径。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

沙田柚,采摘于西南大学柑桔研究所资源室;甲醇、乙醇、冰乙酸,均为分析纯,均购于成都市科龙化工试剂厂;柚皮苷标准品,纯度均为 $\geq 95.5\%$,购于 Sigma 公司。

1.2 试验仪器与设备

HWC-3LA 型微波提取设备,天水华圆制药设备科技有限责任公司;高效液相色谱仪 Ultimate3000,戴安中国有限公司;电子分析天平 FAZ004B,上海精密仪器有限公司;氮吹仪 TTL-DCI,北京同泰联科技发展有限公司;TU-4901 紫外可见分光光度计,北京普析通用仪器有限责任公司。

1.3 实验方法

1.3.1 样品制备

新鲜沙田柚去除柚子果皮表面的油胞层,取白囊

第一作者:硕士研究生(马亚琴副研究员为通讯作者,E-mail:myaya211@163.com)。

基金项目:国家现代农业柑橘产业技术体系(CARS-27-05B);中央高校基本科研业务费专项(XDJK2015B004)

收稿日期:2016-07-22 改回日期:2016-09-07

衣,切成 1 cm^2 大小的碎片, $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温箱烘干,粉碎机制得粉末(粒径 60 目)备用。

1.3.2 柚皮苷含量的测定

采用高效液相色谱测定柚皮苷的含量。检测条件^[30]: Thermo Fisher 色谱柱($5\text{ }\mu\text{m}$, $100\text{ }\text{\AA}$, $4.6\text{ mm} \times 250\text{ mm}$) 柱温 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$, $V(1\% \text{ 冰乙酸}):V(\text{ 甲醇})=68:32$, 流速 1.0 mL/min , 进样量 $20.0\text{ }\mu\text{L}$, 紫外检测线 283 nm 下测定柚皮苷的峰面积, 外标法定量测定。

标准曲线的绘制: 标品用纯甲醇定容进样, 将以上母液分别稀释成不同的浓度, 绘制标准曲线。标准曲线方程为: $y=23.73x+9.0172$ (式中 y 为柚皮苷标品的峰面积, x 为柚皮苷标品的含量, $R^2=0.9977$)。

1.3.3 总酚含量的测定

以没食子酸(GA)为对照品, 参考 HE 等^[31]采用的 Folin-酚法对总酚含量进行测定, 以 GA 当量表示样品的总酚含量。GA 标准曲线: $y=0.1039x+0.0029$ (式中 y 为波长 760 nm 处的吸光度, x 为每克干样所含微克当量没食子酸, $R^2=0.9995$)。

1.3.4 不同微波参数对柚皮苷及总酚提取量的影响

1.3.4.1 单因素试验

称取 1 g 囊衣粉末作为样品, 分别研究乙醇体积分数(0% 、 20% 、 40% 、 60% 、 80% 、 100%)、微波功率(200 、 300 、 400 、 500 、 600 、 700 W)、微波时间(1 、 2 、 4 、 6 、 8 min)和料液比($1:10$ 、 $1:20$ 、 $1:30$ 、 $1:40$ 、 $1:50$ ($\text{g}:\text{mL}$)) 确定各因素的最佳条件。每组对照处理, 将 1 g 样品浸泡在蒸馏水中 30 min , 料液比为 $1:30$ ($\text{g}:\text{mL}$)。

1.3.4.2 响应面试验

基于单因素试验结果, 选择乙醇体积分数、微波功率、料液比为影响因素, 并以 A 、 B 、 C 分别表示 3 个因素, 以 -1 、 0 、 1 分别表示各因素的 3 个水平。采用 Design Expert3 因素 3 水平的 Box-Behnken Design (BBD) 试验设计原理, 研究响应值以及最佳变量的优化组合。试验因素水平见表 1。

表 1 微波辅助提取沙田柚囊衣中柚皮苷的工艺优化响应面分析因素水平表

Table 1 Coded values and corresponding actual values of the optimization parameters used in response surface analysis

水平	A(乙醇体积分数)/%	B(微波功率)/W	C(料液比)($\text{g}:\text{mL}$)
-1	50	500	1:20
0	60	600	1:30
1	70	700	1:40

1.3.5 不同微波参数对提取液抗氧化性的影响

1.3.5.1 FRAP 法^[32]

标准曲线: 准确称取 0.05 g Trolox, 用甲醇容易定容于 25 mL 的容量瓶。稀释标准品浓度至 0.1 mg/mL , 用移液枪分别准确移取 0 、 50 、 80 、 100 、 150 、 $200\text{ }\mu\text{L}$ Trolox 标准溶液于试管中, 并加入 4.9 mL FRAP 试剂在暗室反应 10 min , 在 593 nm 处测定其最大吸收光值。

标准曲线方程为: $y=0.0235x+0.004$ (式中 y 为波长 593 nm 处的吸光度, x 为每克干样所含毫克当量 Trolox, $R^2=0.9986$)。

样品测定: 0.1 mL 的提取液与 4.9 mL 的 FRAP 工作液在暗室中充分反应 10 min 后, 采用紫外分光光度计在 593 nm 处测定其最大吸收值, 结果以每克干样所含毫克当量 Trolox 来表示。

1.3.5.2 DPPH 法^[33]

标准曲线: 配制不同浓度的 Trolox 溶液, 加 4 mL DPPH 溶液, 于 517 nm 下测吸光值, 以吸光值的减少值与 Trolox 含量作标准曲线。标准曲线方程为: $y=2.934x-0.367$ (式中 y 为 DPPH 自由基清除率, x 为每克干样所含微克当量 Trolox, $R^2=0.9991$)。

样品测定: $100\text{ }\mu\text{L}$ 的提取液加入 4 mL DPPH 溶液, 在暗室中静置 10 min , 接着在 517 nm 测定其吸收值, 结果以每克干样所含毫克当量 Trolox 来表示。

1.3.5.3 ABTS 法^[34]

标准曲线: 先配制 140 mmol/L 过硫酸钾储备液和 7 mmol/L 的 ABTS 储备液, 然后取过硫酸钾溶液 $440\text{ }\mu\text{L}$ 与 ABTS 溶液 25 mL 混合避光反应 $12\sim16\text{ h}$, 然后用乙醇稀释 ABTS 溶液至吸光值为 (0.7 ± 0.002) , 准确称取 0.05 g Trolox, 用甲醇容易定容于 25 mL 的容量瓶。配制不同浓度梯度的 Trolox 溶液于试管中, 加 3.9 mL ABTS⁺ 溶液, 于 734 nm 下测吸光值。标准曲线方程为: $y=0.0385x+0.0023$ (式中 y 为 ABTS⁺ 清除率, x 为每克干样所含毫克当量 Trolox, $R^2=0.9991$)。

样品测定: 取 3.95 mL ABTS⁺ 溶液与 $50\text{ }\mu\text{L}$ 提取液, 混合均匀后反应 10 min , 于 734 nm 下测吸光值, 结果以每克干样所含毫克当量 Trolox 来表示。

1.4 统计分析

所有测得的实验数据都以 3 个重复的“平均值 \pm 标准差”表示。数据处理采用 Design-Expert 8.0, 方差分析 (ANOVA) 通过 SPSS 20.0.0 完成, 采用 Duncan 多元回归方法分析了在 0.05 的水平上均值

的显著性差。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 乙醇体积分数对提取液中柚皮苷及总酚的影响

由图 1 可知,在微波功率 600 W、微波时间 6 min 料液比 1:30 (g: mL) 条件下,随乙醇体积分数的增大,柚皮苷提取量增加,随后增幅变缓,当乙醇体积分数为 60% 时,柚皮苷提取量达到 14.28 mg/g,之后随着乙醇体积分数的增大,柚皮苷提取量反而降低。提取液中总酚的提取量与柚皮苷提取量具有相同的趋势,随着乙醇体积分数的上升而增大,总酚溶解越彻底,当乙醇体积分数为 60% 时,总酚提取量达到 392 $\mu\text{g/g}$,当乙醇体积分数大于 80% 时,总酚提取量呈显著下降趋势。与本实验研究结果一样,蒋志国等^[35]在利用超声-微波协同提取菠萝蜜果皮中多酚类物质,乙醇体积分数对其得率的影响同样呈先增大后减小的趋势;XIAO 等^[36]利用微波辅助提取黄芪中黄酮,研究表明黄酮得率随着乙醇体积分数显著增加,当乙醇体积分数超过 90% 时迅速下降。柚皮苷溶于乙醇,乙醇体积分数越大,溶解越彻底,当乙醇体积分数达到 80% 不再增加柚皮苷溶解度,乙醇体积分数增大则产生较大的渗透压,影响柚皮苷的提取速度,同时高浓度的乙醇与液相中的柚皮苷发生反应,影响柚皮苷提取量,不利于柚皮苷的提取^[36-38]。综合分析选取提取溶剂为体积分数 60% 的乙醇。

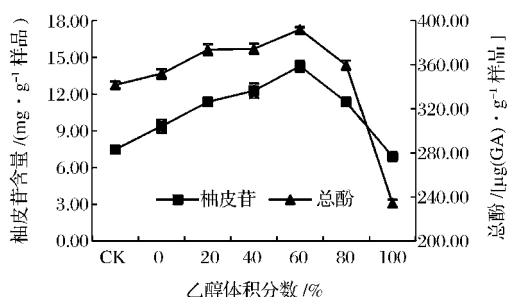


图 1 乙醇体积分数对沙田柚囊衣中柚皮苷及总酚提取量的影响

Fig. 1 Effect of ethanol concentration on the yield of naringin and total phenolics from Shatian pomelo white white layer.

2.1.2 微波功率对提取液中柚皮苷及总酚的影响

由图 2 可知,因微波的破壁效应和热效应,当微波功率增大时,柚皮苷提取量显著增加 ($P < 0.05$)。

在乙醇体积分数 60%、微波时间 6 min,料液比 1:30 (g: mL) 条件下,当微波功率达到 600 W 时,柚皮苷提取量达到 17.79 mg/g,当微波功率的增大到 700 W 时,柚皮苷提取量迅速降低。提取液中总酚提取量随着微波功率增大而增加,在超过 600 W 之后,微波功率过大造成内部温度过高,导致酚类物质分解,总酚提取量下降。与 CK 相比较,在微波功率为 600 W 时的总酚提取量增加了 14.73%。项昭保等^[39]分别利用超声波、微波在提取橄榄多酚的研究中,其功率的影响与本结果相似。由于微波功率的增加,物料吸收微波能导致内部升温加剧,提取溶剂温度升高引发内部压力增大而导致细胞快速破裂^[40],同时,微波所产生的电磁场加快了被提取组分由物料内部趋向提取溶剂界面的扩散速度,增强了柚皮苷溶解到提取溶剂的速率。随微波功率的继续增加,或会导致柚皮苷的分解。因此,在本研究中,选择提取柚皮苷的最佳微波功率为 600 W。

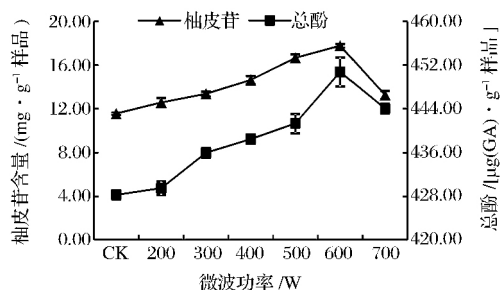


图 2 微波功率对沙田柚囊衣中柚皮苷及总酚提取量的影响

Fig. 2 Effect of microwave power on the yield of naringin and total phenolics from Shatian pomelo white white layer.

2.1.3 微波时间对提取液中柚皮苷及总酚的影响

由图 3 可知,在乙醇体积分数 60%、微波功率 600 W,料液比 1:30 (g: mL) 条件下,柚皮苷提取量随着微波时间的延长而增加,当处理时间 2 min 时,柚皮苷提取量达到 13.03 mg/g,继续延长时间柚皮苷提取量反而下降。在微波电磁场,物质吸收微波能,细胞内部温度迅速上升,高温使其内部压力超出细胞空间膨胀力,导致细胞破裂,细胞内有效成分快速溶解到介质中,从而提高了提取量。当提取量达到最大值之后,随微波处理时间的延长,热能急剧增加,高温导致柚皮苷分子降解,最终造成柚皮苷含量下降^[41]。综合经济效益和柚皮苷产量等因素,微波时间为 2 min 对柚皮苷的提取效果最好。

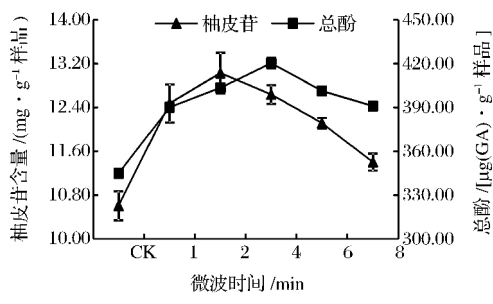


图3 微波时间对沙田柚囊衣中柚皮苷及总酚提取量的影响

Fig. 3 Effect of microwave treatment time on the yield of naringin and total phenolics from Shatian pomelo white layer.

由图3可知,随着微波时间的延长,总酚提取量增加,在微波时间延长到4 min时,与CK相比较总酚含量增加了22%,总酚提取量达到420 μg/g,当微波时间超过6 min,总酚含量反而有所下降,可能是处理时间过长,温度上升过高,对总酚成分有所破坏。

2.1.4 料液比对提取液中柚皮苷及总酚的影响

由图4可知,在乙醇体积分数60%,微波功率600 W,微波时间2 min条件下,随着溶剂量的增加,样品与溶剂接触面增大,溶剂中溶质的浓度差和溶剂能够溶解的物质的量不断增大,使得柚皮苷提取量逐渐增大^[42],当料液比超过1:40(g:mL)时,柚皮苷提取量呈下降趋势。总酚物质在低料液比中因没有全部溶解到提取溶剂中,造成提取溶剂中总酚提取量较低,之后随着料液比增大,酚类物质溶于乙醇中直到饱和,乙醇过量造成酚类物质的浓度被稀释,总酚提取量降低。焦士蓉等^[43]利用微波提取柚皮黄酮类物质的研究与本实验的结果相似;XIAO等^[36]提取黄酮类化合物研究料液比对提取量的影响得出最佳料液比也是1:30(g:mL)。物料比较小不利于提取物的

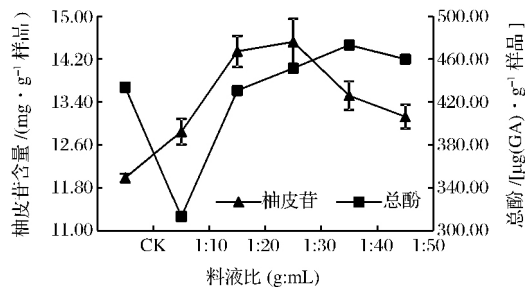


图4 料液比对沙田柚囊衣中柚皮苷及总酚提取量的影响

Fig. 4 Effect of solid-to-solvent ratio on the yield of naringin and total phenolics from Shatian pomelo white layer.

溶出,表现为低提取量;而物料比过大相对稀释了提取物的浓度,提取量呈现下降趋势。此外,料液比的增加同样会加速物料中的其他成分溶解,进而影响柚皮苷的提取量^[44]。因此,本研究选择提取果胶的最佳料液比为1:30(g:mL)。

2.2 响应面试验

综合以上单因素试验结果,选择乙醇体积分数(A)、微波功率(B)、料液比(C)3个较优水平。以2分钟为微波时间,确定3因素3水平的响应面分析法,柚皮苷提取量的提取结果见表2。表2所得的试验数据进行二次回归分析,得到以柚皮苷提取量为目标函数的二次回归方程:

$$Y = 15.19 - 0.59A - 0.44B - 0.59C + 0.31AB - 0.21AC - 0.3BC - 0.29A^2 - 1.52B^2 - 0.22C^2$$

对该模型进行回归方差分析,结果见表3。 $P < 0.01$,表明响应回归模型达到极显著水平。此外, $R^2 = 0.9281$,表明响应值柚皮苷提取量实际值与预测值之间具有较好的拟合度,该实验方案是可行的。该模型的失拟项 $P > 0.05$,表明该模型合理。

表4表明回归系数显著性检验结果,该模型中的A、C均达到极显著水平,B达到显著水平;交互项均不显著,二次项 B^2 表现为极显著。表明各因素对柚皮苷含量的影响不是简单的线性关系。从各个因素的显著性水平差异可知,对提取液中柚皮苷含量的影响次序为:乙醇体积分数=料液比>微波功率。

表2 微波辅助提取沙田柚囊衣中柚皮苷的工艺优化响应面设计及其结果

Table 2 Experimental design and results for response surface analysis

试验号	A	B	C	柚皮苷提取量/ (mg·g ⁻¹ 样品)
1	-1	-1	0	14.55
2	1	-1	0	12.48
3	-1	1	0	13.66
4	1	1	0	12.82
5	-1	0	-1	15.32
6	1	0	-1	14.85
7	-1	0	1	14.93
8	1	0	1	13.62
9	0	-1	-1	14.67
10	0	1	-1	13.77
11	0	-1	1	13.73
12	0	1	1	11.64
13	0	0	0	15.25
14	0	0	0	14.98
15	0	0	0	14.88
16	0	0	0	15.28
17	0	0	0	15.55

表3 回归模型方差分析

Table 3 Analysis of variance for the developed regression model

变异来源	平方和	自由度	方差	F 值	P 值
模型	18.70	9	2.08	10.04	0.003
残余项	1.45	7	0.21		
失拟项	1.17	3	0.39	5.53	0.066
误差	0.28	4	0.070		
总和	20.15	16			

表4 回归系数及显著性检验

Table 4 Regression coefficients and statistical significant in the developed regression model

变异来源	回归系数	自由度	方差	标准误	F 值	P 值
A (乙醇体积分数)	15.12	1	2.75	0.16	13.29	0.008 2 * *
B (微波功率)	-0.59	1	1.57	0.16	7.57	0.028 4 *
C (料液比)	-0.44	1	2.75	0.16	13.29	0.008 2 * *
AB	-0.59	1	0.38	0.23	1.83	0.218 4
AC	0.31	1	0.18	0.23	0.85	0.386 5
BC	-0.21	1	0.35	0.23	1.71	0.232 1
A ²	-0.30	1	0.36	0.22	1.73	0.229 9
B ²	-0.26	1	9.72	0.22	46.96	0.000 2 * *
C ²	-1.49	1	0.20	0.22	0.95	0.361 2

注: * . 显著 ($P < 0.05$); * *. 极显著 ($P < 0.01$)。

当响应曲面坡度比较平滑,说明响应值受各个变量变化的影响较小;相反,当响应曲面坡度较陡峭,则说明响应值受变量交互作用较为明显。由图 5A 可知,乙醇体积分数和微波功率对提取液中柚皮苷提取量均有显著影响($P < 0.05$)。随着乙醇体积分数的变化,响应面曲面比较陡峭,但微波功率的变化引起响应面曲面的变化比较平坦。两者的交互作用没有达到显著水平;由图 5B 可知,微波功率的增大可能导致柚皮苷分子结构的破坏,使得提取液中柚皮苷提取量下降,从响应面曲线图来看,料液比对柚皮苷提取量的影响较微波功率的影响显著;由图 5C 可知,乙醇体积分数对柚皮苷提取量的影响相对较弱,表现为曲线较为平滑。随着料液比的变化,响应面曲线急剧陡峭,说明料液比对提取液中柚皮苷提取量的影响是显著的。利用 Design - Expert 8.0 软件分析,得出最佳微波提取柚皮苷的工艺条件为乙醇体积分数 51.91%、微波功率 586.75 W、料液比 1:20 (g: mL),提取 3 次,模型预测柚皮苷提取量 15.685 7 mg/g。采用优化条件进行验证实验,为了便于在实验中实际操作,将实验条件修改为乙醇体积分数 52% e、微波

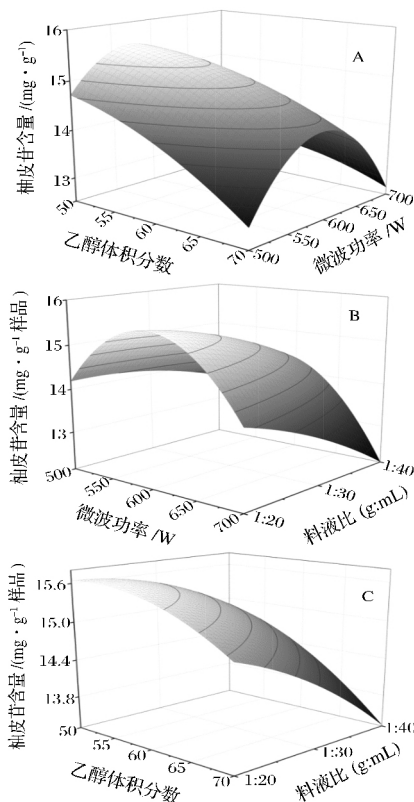


图5 乙醇体积分数、微波功率和料液比对沙田柚囊衣中柚皮苷提取量影响的响应面图

Fig. 5 Effect of response surface on: (A) microwave power level and ethanol concentration; (B) microwave power level and solid-to-solvent ratio; (C) ethanol concentration and solid-to-solvent ratio on naringin yield from Shatian pomelo white layer

(注:固定水平:料液比 1:30 (g: mL);乙醇体积分数 60%;微波功率 600 W)

功率 587 W、料液比 1:20 (g: mL) 在最佳微波条件下进行 3 次重复实验,柚皮苷提取量为 15.581 6 mg/g。柚皮苷含量回归模型的预测值和实验所得到的实际值基本一致,说明本实验采用响应面法对柚皮囊衣中柚皮苷的提取条件优化合理可行。

2.3 提取液抗氧化性分析

2.3.1 乙醇体积分数对提取液抗氧化性的影响

由图 6 可知,随着乙醇体积分数的增加,提取液的抗氧化能力增强,在乙醇体积分数为 40% 与 60% 之间时,提取液的抗氧化能力达到最强,之后随着乙醇体积分数的增加抗氧化性减弱。

2.3.2 微波功率对提取液抗氧化性的影响

由图 7 可知,微波功率对提取液的抗氧化性的影响随微波功率的增大,抗氧化性能逐渐增强,微波功

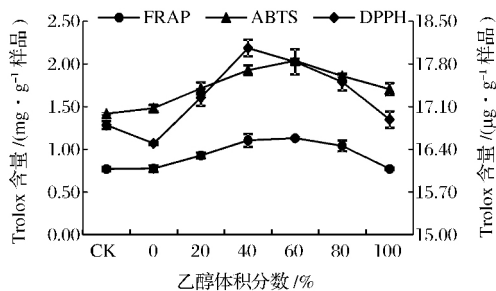


图6 乙醇体积分数对提取液抗氧化性的影响

Fig. 6 Effect of ethanol concentration on antioxidant activities of extracts.

(注:FRAP 法和 ABTS 法在主坐标轴, DPPH 法在次坐标轴)

率超过 600 W 时, 抗氧化能力呈现下降趋势。

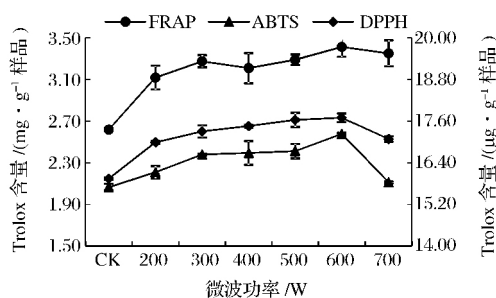


图7 微波功率对提取液抗氧化性的影响

Fig. 7 Effect of microwave power on antioxidant activities of extracts.

(注:FRAP 法和 ABTS 法在主坐标轴, DPPH 法在次坐标轴)

2.3.3 微波时间对提取液抗氧化性的影响

由图 8 可知, 微波处理组与对照组在抗氧化性上具有显著性差异, 但是不同时间的微波处理之间没有显著性差异, 微波处理 6 min 后, FRAP 法、DPPH 法和 ABTS 法测定的抗氧化能力均有所下降。

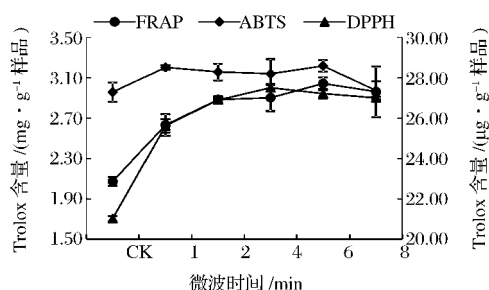


图8 微波时间对提取液抗氧化性的影响

Fig. 8 Effect of microwave treatment time on antioxidant activities of extracts.

(注:FRAP 法和 ABTS 法在主坐标轴, DPPH 法在次坐标轴)

2.3.4 料液比对提取液抗氧化性的影响

由图 9 可得, 因其测量抗氧化性的机理不同, 导

致在 FRAP 法、ABTS 法、DPPH 法的最大值在不同料液比上, 并且 FRAP 法和 ABTS 法测出的 Trolox 提取量明显高于 DPPH 法的。

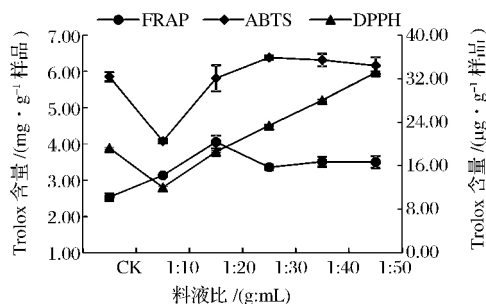


图9 料液比对提取液抗氧化性的影响

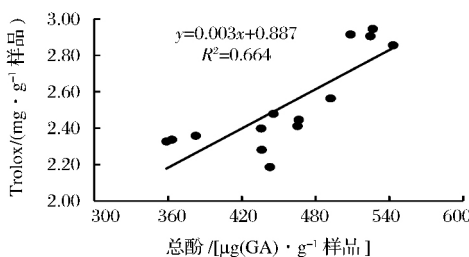
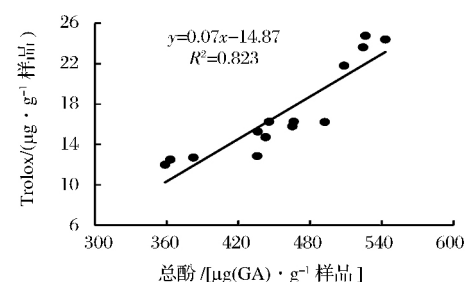
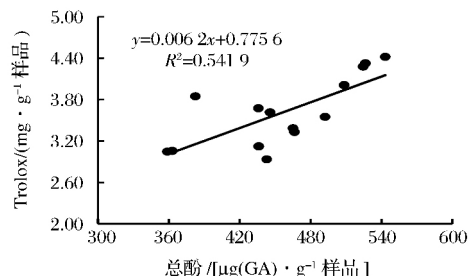
Fig. 9 Effect of solid-to-solvent ratio on antioxidant activities of extracts.

(注:FRAP 法和 ABTS 法在主坐标轴, DPPH 法在次坐标轴)

2.4 相关性分析

2.4.1 总酚提取量与抗氧化能力之间的相关性

从图 10 可知, 总酚提取量与 Fe^{3+} 还原能力 ($R^2 =$



A: 铁离子还原力; B: DPPH 自由基消除能力;
C: ABTS 自由基消除能力

图10 抗氧化活性与其总酚提取量的相关性

Fig. 10 Correlation between the antioxidant activities and phenolic content

0.541 9, $P < 0.01$)、DPPH·清除能力($R^2 = 0.823\ 9$, $P < 0.01$)、ABTS⁺·清除能力($R^2 = 0.664\ 4$, $P < 0.01$)存在着一定的线性关系,与总酚的相关性强弱分别是:DPPH法 > ABTS法 > FRAP法,这与以往的研究结论是一致的^[45-46]。但是,孙丹^[47]等研究苦荞中总酚与DPPH·的清除能力、ABTS⁺·清除能力和铁离子还原能力之间具有较强的相关性($r > 0.95$, $P < 0.01$)。原料以及处理条件的不同,从而影响总酚的提取效果或是抗氧化能力结果,导致相关性的差异^[48]。

2.4.2 各方法测定抗氧化能力之间的相关性

从图11可知,各种方法测得的抗氧化活性之间存在着较强的线性关系,其中ABTS法与DPPH法之间存在着很强的线性相关关系,显示酚类有较强的ABTS⁺·清除能力和Fe³⁺还原能力,这与以往的研究是一致的^[49]。FRAP法与ABTS法之间也存在着较强的线性关系,但FRAP法与DPPH法之间的相关性较弱,其原因值得进一步研究,这与陈冠林等^[50]的研究相一致。

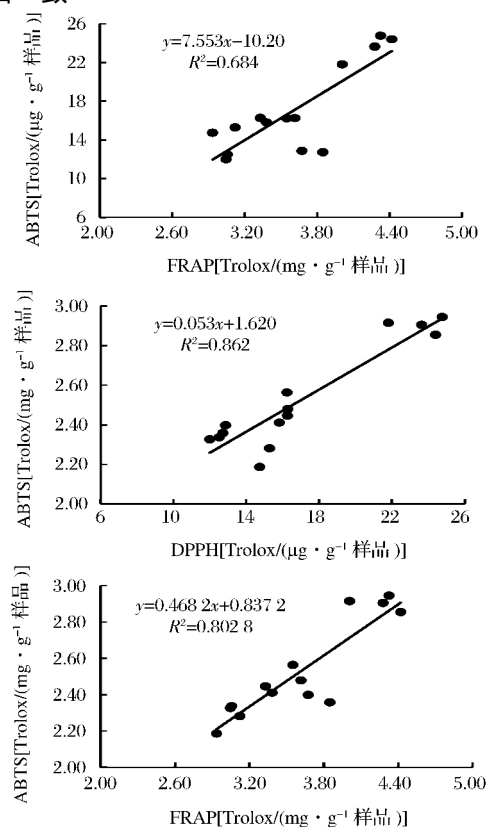


图11 FRAP、DPPH以及ABTS法测定的抗氧化能力之间的相关性

Fig. 11 Correlation between the antioxidant activities of FRAP, DPPH and ABTS assay

3 结论

本研究利用微波辅助提取沙田柚白囊衣中的柚皮苷,并对提取液的抗氧化性进行分析。在单因素的基础之上,应用响应面法优化了白囊衣中柚皮苷提取的工艺参数,考虑到实验的可行性以及效益等综合因素,确定最佳工艺条件为乙醇体积分数52%、微波功率587 W、料液比1:20(g:mL),柚皮苷提取量为15.5816 mg/g,在此微波条件下进行3次重复实验,柚皮苷平均提取量为15.5810 mg/g,与预测值基本吻合。各因素对响应值结果影响的主次关系依次为:乙醇体积分数=料液比>微波功率,且3因素对柚皮苷提取量的影响均到达显著水平。应用微波辅助技术能有效地缩短提取时间、提高提取率。与此同时,将单因素方法得到的粗提取液进行抗氧化研究,结果表明,微波醇提取液总酚含量显著增加,且抗氧化能力增强。说明采用微波技术提取天然产物,有利于提高天然产物的活性功能,为沙田柚及其柚类黄酮类物质的进一步开发利用提供了基础参数。

参 考 文 献

- [1] 邓桂兰,魏强华,刘冬梅. 柚子皮的综合利用研究[J]. 食品工业, 2013, 34(9): 180-184.
- [2] 周晖,韩香云. 柚子皮吸附废水中重金属的研究[J]. 污染防治技术, 2013, 26(2): 11-15.
- [3] 许鹭. 柚皮中柚皮苷的提取、分离纯化及其固体分散体与卵磷脂复合物的制备及表征[D]. 广州:华南理工大学, 2015.
- [4] LARSEN A K R, MOLLER M T N, Blankson H, et al. Naringin-sensitive phosphorylation of plectin, a cytoskeletal cross-linking protein, in isolated rat hepatocytes[J]. Journal of Biological Chemistry, 2002, 277(38): 34 826-34 835.
- [5] 蔡文,谭兴和,张喻,等. 超声波辅助提取柚子皮果胶的工艺优化[J]. 农产品加工(学刊), 2013, 314(4): 17-21.
- [6] WANG Y, CHUANG Y, HSU H. The flavonoid, carotenoid and pectin content in peels of citrus cultivated in Taiwan[J]. Food Chemistry, 2008, 106(1): 277-284.
- [7] 阳梅芳. 柚子黄酮类物质提取、分离及生物特性研究[D]. 广州:华南理工大学, 2013.
- [8] WU T, GUAN Y, YE J. Determination of flavonoids and ascorbic acid in grapefruit peel and juice by capillary electrophoresis with electrochemical detection[J]. Food Chemistry, 2007, 100(4): 1 573-1 579.

- [9] ORTUÑO A, BÁIDEZ A, GÓMEZ P, et al. Citrus paradisi and Citrus sinensis flavonoids: Their influence in the defence mechanism against *Penicillium digitatum* [J]. Food Chemistry, 2006, 98(2): 351–358.
- [10] KANNO S, SHOUJI A, HIRATA R, et al. Effects of naringin on cytosine arabinoside (Ara-C)-induced cytotoxicity and apoptosis in P388 cells [J]. Life Sciences, 2004, 75(3): 353–365.
- [11] DING X. Extracts of pomelo peels prevent high-fat diet-induced metabolic disorders in c57b1/6 mice through activating the PPAR α and GLUT4 pathway [BE/OL]. [2013–11–16]. <http://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0077915>.
- [12] HONG H J, JIN J Y, YANG H, et al. Danguyuja (*Citrus grandis* Osbeck) peel improves lipid profiles and alleviates hypertension in rats fed a high-fat diet [J]. Laboratory Animal Research, 2010, 26(4): 361–367.
- [13] TANG D M, ZHU C F, ZHONG S A, et al. Extraction of naringin from pomelo peels as dihydrochalcone's precursor [J]. Journal of Separation Science, 2011, 34(1): 113–117.
- [14] 吴琼英, 贾俊强. 柚皮黄酮的超声辅助提取及其抗氧化性研究 [J]. 食品科学, 2009, 30(2): 29–33.
- [15] 周石磊, 王鸿飞, 杜洁雄. 柚皮中柚皮苷乙醇提取工艺研究 [J]. 农业工程学报, 2006, 22(7): 184–187.
- [16] 贾冬英, 姚开, 谭敏, 等. 柚皮中柚皮苷的乙醇提取工艺研究 [J]. 中草药, 2002, 33(9): 36–37.
- [17] 许方驰, 潘思轶. 响应面分析涪溪蜜柚果皮中柚皮苷的醇提取工艺 [J]. 食品工业科技, 2016, 37(11): 238–248.
- [18] 游见明, 兰江涛. 柑橘类柚皮苷提取工艺研究 [J]. 现代食品科技, 2006, 22(2): 160–161.
- [19] 苏东林. 柑桔皮中黄酮类物质的提取、分离及纯化研究 [D]. 长沙: 湖南农业大学, 2007.
- [20] 刘英, 但俊峰, 吴丹, 等. 柚皮中柚皮苷的超声波辅助提取条件研究 [J]. 西北农林科技大学学报(自然科学版), 2008(4): 218–222.
- [21] LI Y, SKOUROUMOUNIS G K, ELSEY G M, et al. Microwave-assistance provides very rapid and efficient extraction of grape seed polyphenols [J]. Food Chemistry, 2011, 129(2): 570–576.
- [22] ZIGONEANU I G, WILLIAMS L, XU Z, et al. Determination of antioxidant components in rice bran oil extracted by microwave-assisted method [J]. Bioresource Technology, 2008, 99(11): 4 910–4 918.
- [23] LI Y, SKOUROUMOUNIS G K, ELSEY G M, et al. Microwave-assistance provides very rapid and efficient extraction of grape seed polyphenols [J]. Food Chemistry, 2011, 129(2): 570–576.
- [24] ZHANG H, ZHANG X, YANG X, et al. Microwave assisted extraction of flavonoids from cultivated *Epimedium sagittatum*: Extraction yield and mechanism, antioxidant activity and chemical composition [J]. Industrial Crops and Products, 2013, 50(10): 857–865.
- [25] 刘学仁, 蔡品品, 姜涛, 等. 微波辅助提取枳壳中柚皮苷、新橙皮苷的工艺研究 [J]. 中成药, 2013(2): 420–423.
- [26] 王桂花, 周峰, 赵常青, 等. 微波辅助萃取枳壳中有效成分柚皮苷的研究 [J]. 时珍国医国药, 2009(11): 2 712–2 713.
- [27] AHMAD J, LANGRISH T A G. Optimisation of total phenolic acids extraction from mandarin peels using microwave energy: The importance of the Maillard reaction [J]. Journal of Food Engineering, 2012, 109(1): 162–174.
- [28] LIAZID A, SCHWARZ M, VARELA R M, et al. Evaluation of various extraction techniques for obtaining bioactive extracts from pine seeds [J]. Food and Bioprocess Technology, 2010, 88(2): 247–252.
- [29] HAYAT K, HUSSAIN S, ABBAS S, et al. Optimized microwave-assisted extraction of phenolic acids from citrus mandarin peels and evaluation of antioxidant activity in vitro [J]. Separation And Purification Technology, 2009, 70(1): 63–70.
- [30] 白小鸣, 曾小峰, 王华, 等. 响应面法优化超声波辅助提取梁平柚果皮中柚皮苷工艺研究 [J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 2016, 41(2): 58–65.
- [31] HE B, ZHANG L, YUE X, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds and anthocyanins from blueberry (*Vaccinium ashei*) wine pomace [J]. Food Chemistry, 2016, 204: 70–76.
- [32] 张文娟. 柑橘幼果功能成分提取分析及抗氧化活性研究 [D]. 杭州: 浙江大学, 2015.
- [33] SONG F, GAN R, ZHANG Y, et al. Total Phenolic Contents and Antioxidant Capacities of Selected Chinese Medicinal Plants [J]. International Journal of Molecular Sciences, 2010, 11(6): 2 362–2 372.
- [34] ALMEIDA M M B, DE SOUSA P H M, ARRIAGA Â M C, et al. Bioactive compounds and antioxidant activity of fresh exotic fruits from northeastern Brazil [J]. Food Research International, 2011, 44(7): 2 155–2 159.
- [35] 蒋志国, 李斌, 王燕华, 等. 菠萝蜜果皮多酚超声微波协同提取工艺优化及抗氧化活性研究 [J]. 食品工业科技, 2016, 37(2): 270–275.

- [36] XIAO W, HAN L, SHI B. Microwave-assisted extraction of flavonoids from Radix Astragali [J]. Separation & Purification Technology, 2008, 62(3): 614–618.
- [37] HEMWIMON S, PAVASANT P, SHOTIPRUK A. Microwave-assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of Morinda citrifolia [J]. Separation and Purification Technology, 2007, 54(1): 44–50.
- [38] 杨秋明, 李靖雅, 肖安风, 等. 柚皮中柚皮苷和类柠檬苦素的提取及分离纯化 [J]. 集美大学学报(自然版), 2015, 20(6): 414–420.
- [39] 项昭保, 刘星宇. 响应面法优化超声-微波协同辅助提取橄榄多酚工艺研究 [J]. 食品工业科技, 2016, 37(1): 195–200.
- [40] 马亚琴, 吴厚玖, 周志钦, 等. 微波辅助提取柑橘鲜皮渣中果胶的工艺优化 [J]. 食品科学, 2012, 33(24): 31–35.
- [41] FRANCO-VEGA A, RAMÍREZ-CORONA N, PALOU E, et al. Estimation of mass transfer coefficients of the extraction process of essential oil from orange peel using microwave assisted extraction [J]. Journal of Food Engineering, 2016, 170: 136–143.
- [42] 郑玲利, 李燕, 黄玲, 等. 枸杞多糖的微波提取及抗氧化性分析 [J]. 解放军药学学报, 2016, 32(1): 1–4.
- [43] 焦士蓉, 郑贵菊. 柚皮黄酮类物质的微波辅助提取及其抗氧化活性研究 [J]. 食品与机械, 2007, 23(1): 73–75.
- [44] 朱攀攀, 马亚琴, 窦华亭, 等. 超声处理条件对血橙皮渣中黄酮类物质的影响 [J]. 食品与发酵工业, 2015, 42(1): 126–130.
- [45] WAONG C, LI H, CHENG K, et al. A systematic survey of antioxidant activity of 30 Chinese medicinal plants using the ferric reducing antioxidant power assay [J]. Food Chemistry, 2006, 97(4): 705–711.
- [46] ERSUS S, CAM M. Determination of organic acids, total phenolic content, and antioxidant capacity of sour Citrus aurantium fruits [J]. Chemistry of Natural Compounds, 2007, 43(5): 607–609.
- [47] 孙丹, 黄士淇, 蔡圣宝. 不同加工方式对苦芥中总酚、总黄酮及抗氧化性的影响 [J]. 食品与发酵工业, 2016, 42(1): 141–147.
- [48] 徐颖, 樊明涛, 冉军舰, 等. 不同品种苹果籽总酚含量与抗氧化相关性研究 [J]. 食品科学, 2015, 36(1): 79–83.
- [49] SONG F, GAN R, ZHANG Y, et al. Total phenolic contents and antioxidant capacities of selected chinese medicinal plants [J]. International Journal of Molecular Sciences, 2010, 11(6): 2362–2372.
- [50] 陈冠林, 陈松根, 赵颖莹, 等. 33 种水果的总酚含量及其抗氧化能力研究 [J]. 食品工业, 2014, 35(9): 264–268.

Effect of microwave-assisted extraction on the yield of naringin and antioxidant activities of extracts from Shatian pomelo white layer

LI Nan-nan, MA Ya-qin^{*}, LI Shen, ZHANG Zhen

(Citrus Research Institute, Southwest University, Chongqing 400712, China)

ABSTRACT Microwave-assisted extraction of naringin from Shatian pomelo white layer using was optimized by response surface methodology (RSM). The antioxidant activity of extracts were analyzed in vitro. On the basis of the single-factor experiment results, use extracting volume ratio, microwave power and solid-to-solvent ratio as the indexes, based on central composite experimental design of the Box-Behnken, a second order quadratic equation for extraction of naringin was established. The optimal extraction conditions for naringin from Shatian pomelo white layer were: extraction solvent 52% aqueous ethanol; microwave power 587 W; solid-liquid ratio 1:20 (g:mL). Furthermore, the result indicated that appropriate microwave treatment can significantly influence antioxidant activities of extracts according to the results from DPPH, FRAP and ABTS.

Key words Shatian pomelo white layer; naringin; microwave extraction; antioxidant activities