

压榨核桃青皮汁真空浓缩工艺及抗氧化活性研究

古力米热·库尔班 陈 恺 王 静 李 悦

(新疆农业大学食品科学与药学院, 新疆 乌鲁木齐 830052)

摘要: [目的] 探究浓缩过程中核桃青皮汁的品质变化趋势。[方法] 通过单因素结合响应面试验优化浓缩工艺, 探究温度、时间和转速对多酚、多糖质量分数的影响, 对核桃青皮浓缩汁进行抗氧化活性检测, 并采用高效液相色谱法 (HPLC) 对核桃青皮汁中多酚类物质进行鉴定与定量分析。[结果] 核桃青皮汁最佳浓缩工艺为时间 32 min、温度 60 °C、转速 41 r/min, 在此条件下, 多酚、多糖质量分数分别为 59.78, 39.64 mg/g。体外抗氧化试验表明, 核桃青皮浓缩液比核桃青皮原液抗氧化活性更强, DPPH 自由基、ABTS 自由基、羟自由基清除能力的 IC_{50} 值分别为 0.012, 0.13, 0.17 mg/g。此外, 核桃青皮汁原液与浓缩液中共检测出 6 种酚类物质, 其中氯原酸、羟基苯甲酸的质量分数较高, 在核桃青皮原液中分别为 35.38, 21.04 mg/L, 在浓缩液中分别为 63.13, 36.57 mg/L, 这两种酚类物质经核桃青皮汁浓缩后其质量分数皆明显升高。[结论] 通过优化后的浓缩工艺得到的核桃青皮浓缩汁不仅在多酚、多糖质量分数上有显著提升, 而且抗氧化活性更强, 同时其中主要酚类物质的质量分数也明显升高。

关键词: 核桃; 青皮汁; 真空浓缩; 多酚; 多糖; 抗氧化活性

Vacuum concentration process and antioxidant activity of pressed walnut green husk juice

KUERBAN Gulimire CHEN Kai WANG Jing LI Yue

(College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Urumqi, Xinjiang 830052, China)

Abstract: [Objective] To explore the quality change trend of walnut green husk juice during the concentration process. [Methods] This paper optimizes the concentration process by the single factor combined with response surface tests, and investigates the effects of temperature, time and rotation speed on the mass fractions of polyphenols and polysaccharides. The antioxidant activity of walnut green husk concentrate is detected, and polyphenols in walnut green husk juice are identified and quantitatively analyzed by adopting high performance liquid chromatography (HPLC). [Results] The optimal concentration process of walnut green husk juice is the time of 32 min, temperature of 60 °C, and rotation speed of 41 r/min. In these conditions, the mass fractions of polyphenols and polysaccharides are 59.78 and 39.64 mg/g respectively. In vitro antioxidant tests show that the antioxidant activity of walnut green husk concentrate is stronger than that of walnut green husk liquid, with DPPH free radical scavenging ability (IC_{50} value of 0.012 mg/g), ABTS free radical scavenging ability (IC_{50} value of 0.13 mg/g), and hydroxyl free radical scavenging ability (IC_{50} value of 0.17 mg/g). Additionally, a total of six phenolic substances are detected in the walnut green husk liquid and concentrate, among which the mass concentrations of chlorogenic acid and hydroxybenzoic acid are higher. The mass concentrations of walnut green husk juice are 35.38 and 21.04 mg/L respectively, and those of concentrate are 63.13 and 36.57 mg/L respectively. The mass concentrations of the two phenolic substances are significantly increased after the concentration of walnut green husk juice. [Conclusion] The walnut green husk concentrate obtained by the optimized concentration process has not only a significant increase in the mass concentrations of polyphenols and polysaccharides, but also stronger antioxidant

基金项目: 中央林业财政林草科技推广示范项目 (编号: 新[2022]TG11 号); 国家自然科学基金项目 (编号: 32260613); 新疆维吾尔自治区自然科学基金面上项目 (编号: 2022DOI1A80)

通信作者: 陈恺 (1985—), 男, 新疆农业大学正高级实验师, 硕士。E-mail: 420088450@qq.com

收稿日期: 2024-09-01 **改回日期:** 2026-01-21

引用格式: 古力米热·库尔班, 陈恺, 王静, 等. 压榨核桃青皮汁真空浓缩工艺及抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2026, 42(4): 202-209.

Citation: KUERBAN Gulimire, CHEN Kai, WANG Jing, et al. Vacuum concentration process and antioxidant activity of pressed walnut green husk juice[J]. Food & Machinery, 2026, 42(4): 202-209.

activity, with the significantly increased mass concentration of main phenolic substances.

Keywords: walnut; green husk juice; vacuum concentration; polyphenol; polysaccharide; antioxidant activity

核桃青皮又称为青龙衣,是核桃未成熟时外层包裹的绿色果皮^[1],核桃在采收后,需将外面的青皮脱下,其质量约为干果质量的1.5倍^[2]。核桃青皮中含有多酚类、多糖类、萜醌类和黄酮类等物质。研究表明,核桃青皮汁多糖可以通过清除自由基、抑制氧化反应等方式发挥抗氧化功效^[3];核桃青皮中的多酚和多糖类物质等具有显著的抗氧化活性,能够通过多种机制发挥抗氧化作用^[4]。在果蔬加工方式中,常见的浓缩技术主要有真空法、冷冻浓缩法和膜浓缩法。真空浓缩是在真空状态下使液体蒸发浓缩的过程,能在较低温度下进行浓缩,最大程度减少对热敏性成分的破坏,有效保留物质的营养和活性成分。而且,真空环境可降低液体沸点,加快蒸发速度,提高浓缩效率,还能节省能源,是一种高效且温和的浓缩方式^[5]。核桃青皮汁中的多酚类物质易发生氧化反应,可避免酚类和糖类等热敏性物质的破坏,并且可以降低运输成本^[6]。目前研究较多的是不同溶剂提取的核桃青皮汁多酚、多糖等抗氧化活性^[7],而对于压榨新鲜核桃果皮得到青皮汁的抗氧化活性报道较少。

研究拟以压榨核桃青皮汁为原料,采用真空浓缩法,通过单因素结合响应面试验优化浓缩工艺,以多酚、多糖质量分数为考察指标,对核桃青皮浓缩汁进行抗氧化活性检测,并采用高效液相色谱法(HPLC)对核桃青皮浓缩汁中多酚类物质进行鉴定与定量分析。旨在探究浓缩过程中核桃青皮汁的品质变化趋势,为核桃青皮的旋转真空浓缩技术提供一定的理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

新温“185”核桃青皮汁:多酚质量分数为17.12 mg/g,多糖质量分数为16.23 mg/g,新疆阿克苏地区丰达农林科技发展有限公司;

福林酚:北京索莱科技有限公司;

碳酸钠、硫酸亚铁、水杨酸、过硫酸钾、双氧水:分析纯,天津市致远化学试剂有限公司;

浓硫酸、无水乙醇、苯酚、抗坏血酸(V_c):分析纯,天津市鑫铂特化工有限公司;

没食子酸:纯度 $\geq 98\%$,天津市光复精细化工研究所;

无水葡萄糖、DPPH、ABTS、单体酚标准品、氯原酸、槲皮黄素、槲皮素、芦丁、对香豆酸、羟基苯甲酸:分析纯,上海源叶生物科技有限公司。

1.2 主要仪器与设备

紫外可见分光光度计:T6新世纪型,北京普析通用仪器有限责任公司;

液相色谱—质谱联用仪:Xevo TQ-S型,美国沃特世公司;

循环水式真空泵:SHB-III型,郑州长城工贸有限公司;

阿贝手持折射仪:WZ107/117型,北京万成北增精密仪器有限公司;

电子分析天平:LE204E型,梅特勒托利多仪器上海有限公司;

流变仪:Physica MCR51型,德国Anton Paar公司。

1.3 试验方法

1.3.1 浓缩终点的确定 在25℃下,采用真空旋转蒸发器浓缩100 mL核桃青皮汁,20,25,30,35,40,45,50 min各取一次样,用流变仪检测黏度变化,直至确定突跃点。分别称取10 mL样品,利用流变仪,使用转子CC17配套同轴圆筒DIN53019&ISO-3219测量1~300 s⁻¹内样品黏度变化,判断浓缩终点。

1.3.2 单因素试验 以核桃青皮汁为试材,研究真空旋转蒸发器温度(35,40,45,50,55,60,65℃)、时间(10,15,20,25,30,35,40 min)和转速(20,30,40,50,60,70,80 r/min)对多酚及多糖质量分数的影响,试验重复3次。

1.3.3 响应面优化试验 基于单因素试验结果,利用响应面分析法对3个因素进一步优化。根据Box-Behnken试验设计原理,选取温度、时间及转速为自变量,以核桃青皮多酚、多糖质量分数为响应值,进行三因素三水平的响应面分析,优化核桃青皮浓缩工艺。

1.3.4 总酚质量分数测定 参照文献[8]并稍作修改。用移液管精确移取1.0 mL稀释后的样品溶液,置于100 mL容量瓶中,用蒸馏水定容,摇匀,即得到样品供试品溶液。取1 mL样品溶液于10 mL具塞试管中,添加5 mL体积分数10%福林酚试剂,充分摇匀,添加4.0 mL体积分数7.5%碳酸钠试剂,充分摇匀,反应5 min后,加水定容,30℃下避光反应1 h,测定765 nm处吸光度,代入没食子酸标准曲线中计算样品的总多酚质量分数。没食子酸标准曲线方程 $y=0.0138x+0.0054$, $R^2=0.999$ 。

1.3.5 核桃青皮单体酚分析 参照文献[9]并稍作修改。称取0.5 mL试样于50 mL离心管中,加入19.5 mL甲醇,漩涡混匀,再加入4 g无水硫酸镁,漩涡混匀,离心10 min,取上清液过膜。检测条件:色谱柱为water C₁₈色谱柱。流动相为色谱甲醇溶液(A相)、0.1%甲酸溶液(B相),进样量5 μ L,流量0.2 mL/min。对照品:氯原酸、槲皮黄素、槲皮素、芦丁、对香豆酸、羟基苯甲酸,柱温40℃,(洗脱程序:0~0.1 min,5% A;0.1~2.0 min,30% A;2.0~4.0 min,50% A;4.0~5.0 min,75% A;5.0~6.5 min,45% A;

6.5~7.5 min, 30% A; 7.5~8.0 min, 5% A)。

1.3.6 多糖质量分数测定 采用苯酚—硫酸法^[10]。准确吸取 1 mL 样品溶液于试管中, 加入 1 mL 体积分数 5% 苯酚溶液, 摇匀, 再沿壁加入 5 mL 浓硫酸溶液, 振荡 6 min, 注意开盖放气, 静置 5 min 后, 沸水浴加热 10 min, 取出冷却室温, 测定 487 nm 处吸光值, 根据标准曲线计算样品多糖质量分数, 标准曲线方程 $y=0.017x+0.0145$, $R^2=0.999$ 。

1.3.7 抗氧化活性测定 参照文献^[11], 以 V_C 做对照, 测定核桃青皮浓缩液与核桃青皮原液对 DPPH 自由基、ABTS 自由基、羟自由基的清除能力。分别称取核桃青皮浓缩汁与核桃青皮原液 0.01, 0.02, 0.03, 0.04, 0.05 g, 定容到 100 mL, 得到质量浓度为 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mg/mL。利用回归方程计算半抑制质量浓度 (IC_{50}), 即清除率达到 50% 时对应的样品浓度, IC_{50} 越小, 抗氧化能力越强。

1.4 数据处理

采用 Microsoft Excel 2022 进行数据录入、处理与计算线性回归方程; 采用 SPSS 27.0 统计软件进行数据分析, 组间差异用多重比较分析 (LSD)、单因素方差分析 (one-way ANOVA) 进行处理, $P<0.05$ 表示显著; 采用 Origin 2021 进行作图。

2 结果与分析

2.1 浓缩终点的确定

核桃青皮浓缩汁中的可溶性固形物含量和黏度过高, 会导致核桃青皮浓缩汁流动性变差, 这既不利于生产输送也会降低生产效率, 故确定合适的浓缩终点尤为重要。由图 1 可知, 其黏度和可溶性固形物含量变化较为显著, 在 35 min 时, 黏度为 $0.0097 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, 可溶性固形物含量为 10°Brix ; 50 min 时, 黏度上升至 $2.4 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, 可溶性固形物含量同步提升至 35°Brix 。35 min 时, 黏度和可溶性固形物含量呈迅速上升趋势。因此, 选择可溶性固形物含量 10°Brix 作为核桃青皮汁浓缩终点。

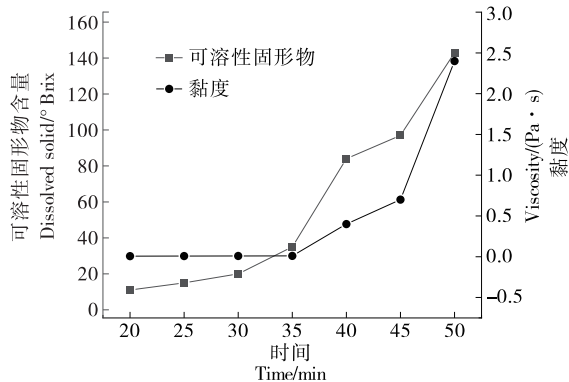


图 1 浓缩时间对黏度和可溶性固形物含量的影响

Figure 1 Effects of concentration time on viscosity and content of soluble solids

2.2 单因素试验

2.2.1 温度对多酚、多糖质量分数的影响 由图 2 可知, 随着温度的升高, 多酚和多糖质量分数呈先增加后降低趋势, 60 °C 时多酚和多糖质量分数均达到最大值, 分别为 61.95, 30.93 mg/g; 当温度提高至 65 °C 时, 多酚和多糖质量分数分别下降至 44.68, 24.62 mg/g, 可能是温度过高导致多酚和多糖分解^[12]。尹子迎等^[13]在真空浓缩梨汁时也有类似发现。因此, 选择 60 °C 为核桃青皮汁最佳温度。

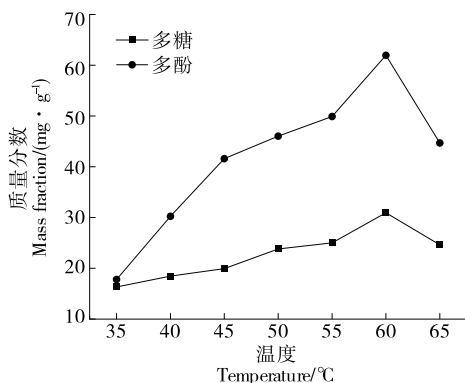


图 2 温度对多酚、多糖质量分数的影响

Figure 2 Effects of concentration temperatures on mass fractions of polyphenols and polysaccharides

2.2.2 时间对多酚、多糖质量分数的影响 由图 3 可知, 随着时间的延长, 多酚和多糖质量分数呈先增加后降低趋势, 35 min 时多酚和多糖质量分数均达到最大值, 分别为 61.81, 31.14 mg/g; 当时间延长至 40 min 时, 多酚和多糖质量分数分别下降至 47.17, 26.27 mg/g。卢靖辉等^[14]在不同浓缩方式对枸杞汁品质特性的影响研究中有类似发现。有研究^[15]表明, 随着时间延长, 有效成分有更充分的时间溶出并积累, 但长时间浓缩会导致部分多酚和多糖发生降解等反应, 使其含量降低。因此, 最佳时间为

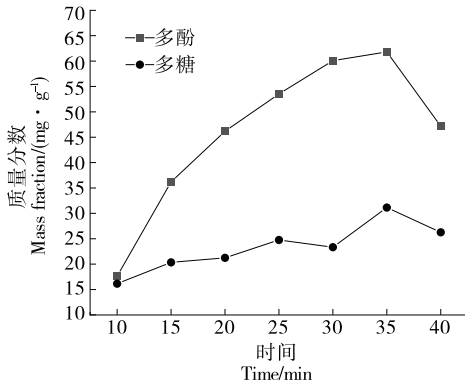


图 3 时间对多酚、多糖质量分数的影响

Figure 3 Effects of concentration time on mass fractions of polyphenols and polysaccharides

35 min。

2.2.3 转速对多酚、多糖质量分数的影响 由图4可知,随着转速的升高,多酚和多糖质量分数呈先增加后降低趋势,40 r/min时多酚和多糖质量分数均达到最大值,分别为60.25,45.44 mg/g;当转速提高至50 r/min时,多酚和多糖质量分数分别下降至40.95,50.62 mg/g。有研究^[16]表明,适当提高转速可以加快核桃青皮汁形成液膜的速度,在一定程度上提高蒸发的效率。因此,核桃青皮汁浓缩汁最佳转速为40 r/min。

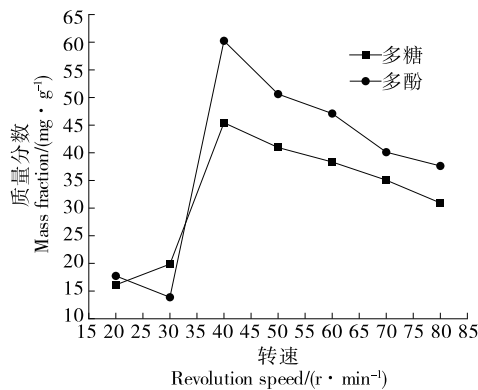


图4 转速对多酚、多糖质量分数的影响

Figure 4 Effects of concentration rotation speed on mass fractions of polyphenols and polysaccharides

2.3 响应面优化试验

根据单因素试验结果确定的试验因素水平见表1,试验方案及结果见表2。

表1 响应面设计因素水平

Table 1 Design factor level for response surface test

水平	A 温度/℃	B 时间/min	C 转速/(r·min ⁻¹)
-1	55	25	30
0	60	30	40
1	65	35	50

利用 Design Expert 13 软件对表2中的数据进行二次多元回归拟合,得到的二次回归方程:

$$Y_1 = 59.58 - 0.71A + 1.70B - 0.41C + 1.25AB - 2.31AC - 0.98BC - 0.10A^2 - 4.49B^2 - 2.79C^2, \quad (1)$$

$$Y_2 = 42.32 + 3.35A + 0.51B - 0.12C + 1.13AB + 0.072AC + 6.05BC - 8.04A^2 - 4.35B^2 - 4.31C^2. \quad (2)$$

由表3可知,模型响应值多酚和多糖的决定系数 R^2 分别为0.97,0.98,说明该模型试验值与预测值高度拟合;校正决定系数 R_{Adj}^2 分别为0.94,0.96,表明有94.17%,96.09%的响应值变化可以用模型来解释,且 R^2 和 R_{Adj}^2 均接近1,说明试验的可信度与精确度高,可以用此模型对核桃青

表2 响应面试验结果

Table 2 Response surface test results

试验号	A	B	C	Y_1 多酚/ (mg·g ⁻¹)	Y_2 多糖/ (mg·g ⁻¹)
1	0	0	0	58.32±0.13	43.56±0.96
2	-1	1	0	50.14±0.12	31.25±0.66
3	0	0	0	61.14±0.71	42.36±0.31
4	-1	0	1	51.23±0.23	25.91±0.60
5	1	-1	0	55.36±0.58	26.36±0.73
6	0	-1	1	58.37±0.33	27.36±0.86
7	0	0	0	60.17±1.06	41.36±0.56
8	0	0	0	59.17±0.42	41.78±0.96
9	0	-1	-1	54.36±0.99	25.36±0.16
10	0	1	1	52.39±1.06	34.74±1.01
11	1	0	-1	55.35±0.89	29.31±0.49
12	1	0	1	52.34±0.73	39.78±0.42
13	0	1	-1	57.64±0.60	33.45±0.72
14	-1	0	-1	50.30±0.51	39.64±0.77
15	0	0	0	59.12±0.92	42.55±0.33
16	-1	-1	0	54.12±0.54	28.34±0.32
17	1	1	0	56.37±0.13	33.78±0.15

皮汁浓缩工艺进行分析和预测。

由图5和图6可知,多酚响应曲面的陡度次序为AC>AB>BC,AC的等高线图完整椭圆且密集,说明温度和时间的作用较强,且响应值核桃青皮多酚质量分数的影响极显著。多糖响应曲面的陡度次序为BC>AB>AC,BC的等高线图完整椭圆且密集,说明转速和时间的相互作用较强,且响应值核桃青皮多糖质量分数的影响极显著,与方差分析结果一致。

根据回归方程分析得到核桃青皮多酚、多糖的优化条件为时间32 min、温度60℃、转速41 r/min,多酚、多糖理论值质量分数分别为(59.78±0.45),(39.64±0.71) mg/g。采用理论优化条件,验证结果的准确性,得到多酚、多糖质量分数分别为(59.73±0.41),(39.59±0.75) mg/g。与理论值相比,相对误差分别为2.92%,1.93%,说明该模型可以较好地模拟和预测核桃青皮多酚和多糖质量分数。

2.4 抗氧化活性

2.4.1 DPPH 自由基清除能力 由图7和表4可知,核桃青皮浓缩液对DPPH自由基均有较强的清除作用,且清除率随着样品质量浓度的增加而增强。黄宝玲等^[17]研究发现,多酚质量分数越高,对DPPH自由基的清除作用就越强,反映出的抗氧化能力也就越高。核桃青皮中含有的多糖也具有一定的抗氧化活性,当其与DPPH自由基相互作用时,可能通过一系列反应来降低DPPH自由基的质量分数,从而表现出对它的清除能力。

表 3 回归方程方差分析[†]
Table 3 Analysis of variance of regression equations

来源	多酚						多糖					
	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	193.23	9	21.47	21.47	0.000 1	**	717.48	9	79.72	44.70	0.000 1	**
A	4.02	1	4.02	4.02	0.050 5		89.78	1	89.78	50.33	0.000 2	**
B	23.22	1	23.22	23.22	0.000 8	**	2.09	1	2.09	1.17	0.314 8	
C	1.38	1	1.38	1.38	0.209 9		0.12	1	0.12	0.07	0.804 7	
AB	6.23	1	6.23	6.23	0.021 9	*	5.09	1	5.09	2.85	0.135 2	
AC	21.44	1	21.44	21.44	0.001 0	**	0.02	1	0.02	0.01	0.916 6	
BC	3.88	1	3.88	3.88	0.053 6		146.41	1	146.41	82.08	0.000 1	**
A ²	5.10	1	5.10	5.10	0.032 6	*	271.90	1	271.90	152.44	0.000 1	**
B ²	84.72	1	84.72	84.72	0.000 1	**	79.80	1	79.80	44.74	0.000 3	**
C ²	32.85	1	32.85	32.85	0.000 3	**	78.16	1	78.16	43.82	0.000 3	**
残差	5.06	7	0.72				12.49	7	1.78			
失拟项	0.31	3	0.10	0.09	0.963 2	不显著	9.68	3	3.23	4.60	0.087 2	不显著
纯误差	4.75	4	1.19				2.81	4	0.70			
总和	198.29	16					729.97	16				
R ²	0.974 5						0.982 9					
R ² _{Adj}	0.941 7						0.960 9					

[†] *表示差异显著($P<0.05$);**表示差异极显著($P<0.01$)。

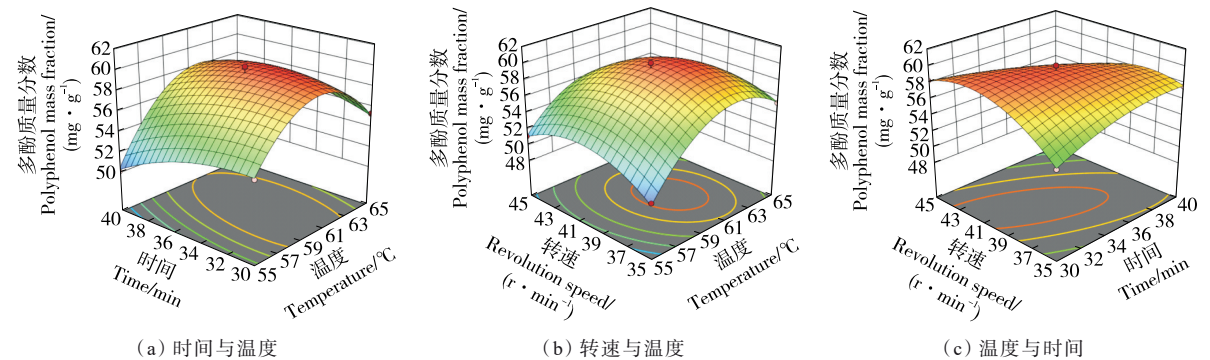


图 5 各因素交互作用对多酚质量分数影响的响应面图

Figure 5 Response surfaces of effects of various factor interaction on mass fraction of polyphenols

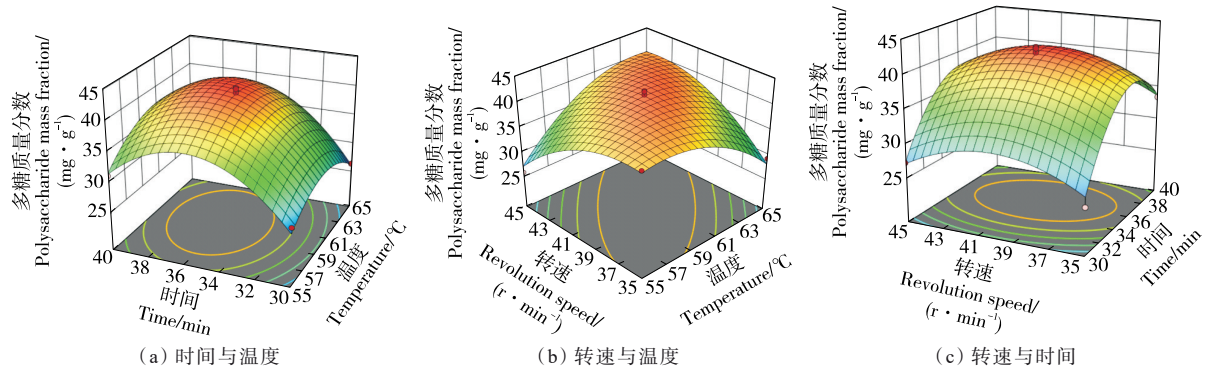
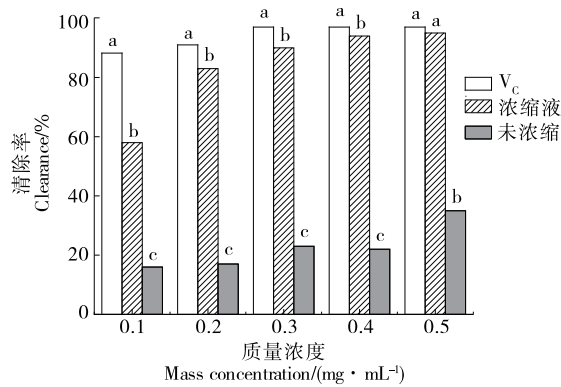


图 6 各因素交互作用对多糖质量分数影响的响应面图

Figure 6 Response surfaces of effects of various factor interaction on mass fraction of polysaccharides



字母不同表示存在显著差异 ($P < 0.05$)

图7 核桃青皮浓缩液和青皮汁对DPPH自由基清除率的影响

Figure 7 Effects of walnut green husk concentrate and green husk juice on DPPH free radical scavenging rate

表4 DPPH自由基清除率的回归方程分析

Table 4 Regression equation analysis of DPPH free radical scavenging rate

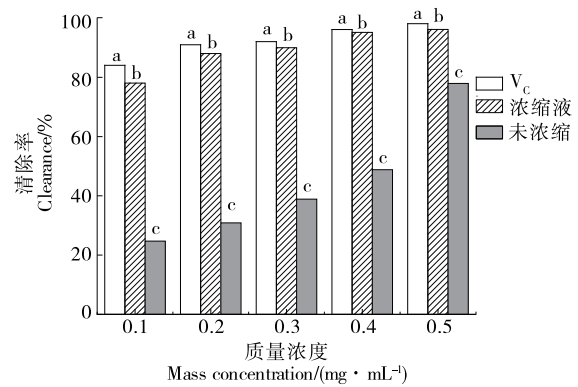
样品	回归方程	IC ₅₀ /(mg · g ⁻¹)	R ²
V _c	$Y = 0.016\ 86 \ln x + 0.866\ 9$	0.183	0.914\ 5
已浓缩	$Y = 0.048\ 90 \ln x + 0.734\ 8$	0.012	0.968\ 0
未浓缩	$Y = 0.021\ 10 \ln x + 0.137\ 6$	0.331	0.924\ 3

2.4.2 ABTS自由基清除能力 由图8和表5可知,核桃青皮浓缩液对ABTS自由基均有较强的清除作用,且清除率随着样品质量浓度的增加而增强。李晓强等^[18]研究发现,余甘子多酚浓度越高,对ABTS自由基的清除作用就越强,反映出的抗氧化能力也就越高。多糖可直接与ABTS自由基发生反应,将其还原或中和,从而减少自由基数量。

2.4.3 羟自由基清除能力 由图9和表6可知,不同质量浓度核桃青皮浓缩液的羟自由基清除能力均随样品质量分数的增加而增大。这与曾雨等^[19]的研究结果一致。多糖可以直接与羟自由基发生反应,降低羟自由基的质量分数,从而减少其对细胞和生物大分子的氧化损伤^[20]。

2.5 单体酚类物质质量分数

由表7可知,核桃青皮浓缩液与核桃青皮原液中检测出的6种酚类物质中氯原酸和羟基苯甲酸两种物质的浓度较高,二者在核桃青皮原液中的质量浓度分别为35.38, 21.04 mg/L,在核桃青皮浓缩液中的质量浓度分别为63.13, 36.57 mg/L,浓缩后其质量分数皆明显升高,主要原因是真空加热浓缩过程可能影响青皮细胞内的代谢途径,激发与氯原酸合成相关的酶活性,促进氯原酸的合成,同时抑制其分解代谢,从而使氯原酸在汁液中的质量



字母不同表示存在显著差异 ($P < 0.05$)

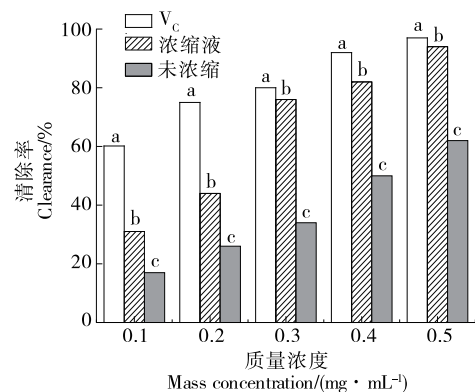
图8 核桃青皮浓缩液和青皮汁对ABTS自由基清除率的影响

Figure 8 Effects of walnut green husk concentrate and green husk juice on ABTS free radical scavenging rate

表5 ABTS自由基清除率的回归方程分析

Table 5 Regression equation analysis of ABTS free radical scavenging rate

样品	回归方程	IC ₅₀ /(mg · g ⁻¹)	R ²
V _c	$Y = 0.311\ 0 \ln x + 0.812\ 4$	0.239\ 3	0.936\ 1
已浓缩	$Y = 0.447\ 4 \ln x + 0.749\ 2$	0.135\ 1	0.957\ 0
未浓缩	$Y = 1.240 \ln x + 0.081\ 52$	2.9100	0.900\ 8



字母不同表示存在显著差异 ($P < 0.05$)

图9 核桃青皮浓缩液和青皮汁对羟自由基清除率的影响

Figure 9 Effects of walnut green husk concentrate and green husk juice on hydroxyl free radical scavenging rate

分数上升^[21]。核桃青皮原液中可能存在羟基苯甲酸的前体酯类化合物或结合态形式,在浓缩过程中,随着温度升高和水分减少,促进了这些酯类化合物的水解反应或使结合态的酯键发生断裂,释放出更多的游离羟基苯甲酸,进而使检测到的羟基苯甲酸质量分数增加^[22]。浓缩过程

表 6 羟自由基清除率的回归方程分析
Table 6 Regression equation analysis of hydroxyl free radical scavenging rate

样品	回归方程	IC ₅₀ /(mg·g ⁻¹)	R ²
V _C	$Y=1.845\ln x+0.007\ 747$	0.250 8	0.955 4
已浓缩	$Y=1.648\ln x+0.157\ 3$	0.172 4	0.940 4
未浓缩	$Y=1.129\ln x+0.039\ 97$	0.591 3	0.981 2

中,高温、真空以及溶质之间的相互作用可能诱导了一系列化学反应的发生。在核桃青皮原液中未检测到对香豆酸,而核桃青皮浓缩液中出现了香豆酸。这可能是由于核桃青皮中可能存在的其他有机酸与醇类物质在浓缩过程中也可能发生酯化反应,生成对香豆酸酯,在后续的检测过程中水解为对香豆酸^[23]。

表 7 核桃青皮汁单体酚类物质的质量分数[†]
Table 7 Mass fraction of monomer phenolic substances in walnut green husk juice

物质	原液	浓缩液
氯原酸	35.38±0.95 ^a	63.13±7.62 ^a
槲皮黄素	4.20±0.08 ^d	6.87±1.53 ^d
槲皮素	8.66±0.05 ^c	14.93±2.38 ^c
芦丁	0.29±0.02 ^e	0.50±0.08 ^e
对香豆酸	—	6.87±0.74 ^d
羟基苯甲酸	21.04±0.54 ^b	36.57±5.52 ^b

[†] 字母不同表示存在显著差异($P<0.05$)。

3 结论

以压榨核桃青皮汁为原料,采用真空浓缩法浓缩核桃青皮汁,通过单因素试验和响应面试验优化得到压榨核桃青皮汁的最佳浓缩参数条件:时间 32 min、温度 60 ℃、转速 41 r/min。在该工艺条件下多酚、多糖质量分数分别为 59.78,39.64 mg/g。抗氧化试验显示,核桃青皮浓缩液的抗氧化活性优于原液,DPPH 自由基、ABTS 自由基和羟自由基清除能力的 IC₅₀ 值分别为 0.012,0.130,0.170 mg/g。此外,原液与浓缩液中共检测出 6 种酚类物质,其中氯原酸和羟基苯甲酸浓度较高,且浓缩后明显升高。压榨核桃青皮汁可提高核桃青皮中活性物质质量分数及抗氧化活性,但研究仅对核桃青皮原液及浓缩液的多酚和多糖的变化进行了初步探究,后续将进行核桃青皮多酚和多糖的体内抗氧化试验及生物活性成分代谢组学的分析。

参考文献

[1] BOLLING B W, CHEN C Y, MCKAY D L, et al. Tree nut phytochemicals: composition, antioxidant capacity, bioactivity,

impact factors. A systematic review of almonds, Brazils, cashews, hazelnuts, macadamias, pecans, pine nuts, pistachios and walnuts[J]. Nutrition Research Reviews, 2011, 24(2): 244-275.

[2] DIARRA M S, HASSAN Y I, BLOCK G S, et al. Antibacterial activities of a polyphenolic-rich extract prepared from American cranberry (*Vaccinium macrocarpon*) fruit pomace against *Listeria* spp[J]. Food Science and Technology, 2020, 123: 109056.

[3] 蔡雯雯,张根生,山永凯,等. 枸杞果汁中多酚类化合物鉴定[J]. 食品与机械, 2024, 40(12): 129-136.

CAI W W, ZHANG G S, SHAN Y K, et al. Identification of polyphenolic compounds in wolfberry juice[J]. Food & Machinery, 2024, 40(12): 129-136.

[4] 贾庆超. 超声辅助离子液体和酶解法提取鸡枞菌多酚及其抗氧化性研究[J]. 食品与机械, 2024, 40(12): 161-169.

JIA Q C. Study on ultrasound assisted ionic liquid and cellulolytic enzyme extraction of collybia albuminosa polyphenols and its antioxidant activity[J]. Food & Machinery, 2024, 40(12): 161-169.

[5] 吴海毓,何冰桃,杨静,等. 富集多酚青稞红曲米发酵工艺优化及抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2024, 40(8): 135-143, 151.

WU H Y, HE B T, YANG J, et al. Optimization of fermentation process conditions of polyphenol-enriched highland barley monascus rice and its antioxidant activity research[J]. Food & Machinery, 2024, 40(8): 135-143, 151.

[6] WANG X Y, GAO A N, JIAO Y D, et al. Antitumor effect and molecular mechanism of antioxidant polysaccharides from *Salvia miltiorrhiza* Bunge in human colorectal carcinoma *LoVo* cells[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2018, 108: 625-634.

[7] 尹艳艳,张健,陆伦维,等. 刺梨多酚类物质研究进展[J]. 食品与机械, 2024, 40(1): 234-240.

YIN Y Y, ZHANG J, LU L W, et al. Research progress on polyphenols in chestnut rose fruit[J]. Food & Machinery, 2024, 40(1): 234-240.

[8] 刘祺. 核桃青皮酵素中多酚类物质透皮吸收的研究及其化妆品的试制[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2017: 22-23.

LIU Q. Study on transdermal absorption of polyphenols in walnut green husk ferment and preparation of cosmetic[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2017: 22-23.

[9] 尼格尔热依·亚迪卡尔,朱璇,冯作山,等. ‘法兰西’西梅多酚组分鉴定及抗氧化活性评价[J]. 中国农学通报, 2023, 39(34): 143-153.

NIGARY Y D K, ZHU X, FENG Z S, et al. Component identification and antioxidant activity evaluation of polyphenols from *Prunus domestica* 'French'[J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2023, 39(34): 143-153.

[10] 谢东雪,陆娟,王月,等. 长白山区核桃青皮多糖分离纯化、

- 鉴定及抗氧化活性分析[J]. 食品科学, 2019, 40(18): 281-286.
- XIE D X, LU J, WANG Y, et al. Purification, preliminary characterization and antioxidant activity of polysaccharides from green husks of walnut (*Juglans regia* L.) grown in Changbai Mountain[J]. Food Science, 2019, 40(18): 281-286.
- [11] 徐文婷, 付稼榕, 马尚玄, 等. 不同包装和贮藏温度的澳洲坚果果仁贮藏品质及货架期预测[J]. 食品科学, 2024, 45(16): 232-243.
- XU W T, FU G R, MA S X, et al. Storage quality and shelf life prediction of macadamia kernels under different packing treatments and storage temperatures[J]. Food Science, 2024, 45(16): 232-243.
- [12] 魏玉萍, 赵岩, 宋丽军, 等. 超声波辅助 DES 提取肉苁蓉多酚的工艺优化、动力学及抗氧化活性研究[J]. 食品工业科技, 2023, 44(16): 246-254.
- WEI Y P, ZHAO Y, SONG L J, et al. Optimization of ultrasonic-assisted DES extraction process, kinetics and antioxidant activity of *Cistanche tubulosa* polyphenols[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(16): 246-254.
- [13] 尹子迎, 赵江丽, 刘金龙, 等. 温度对真空浓缩梨汁品质的影响及其品质评价模型构建[J]. 食品工业科技, 2024, 45(6): 234-241.
- YIN Z Y, ZHAO J L, LIU J L, et al. Effects of temperature on the quality of vacuum concentrated pear juice and construction of quality evaluation model[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(6): 234-241.
- [14] 卢靖辉, 温靖, 赖慧宁, 等. 不同浓缩方式对枸杞汁品质特性的影响[J]. 食品工业科技, 2025, 46(3): 31-40.
- LU J H, WEN J, LAI H N, et al. Effect of different concentration methods on quality characteristics of Lycium chinense juice[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(3): 31-40.
- [15] 施英, 张超, 邱新容, 等. 不同干燥方式对诺丽果多酚含量及其抗氧化活性的影响[J]. 食品工业科技, 2024, 45(12): 198-204.
- SHI Y, ZHANG C, QIU X R, et al. Effects of different drying methods on polyphenol content and antioxidant activity of noni fruit[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(12): 198-204.
- [16] 让凤菊, 刘伟, 欧阳艳. 酸浆果实多酚和多糖双水相提取工艺及其抗氧化活性[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(24): 114-120.
- RANG F J, LIU W, OU Y Y et al. Aqueous two-phase extraction process and antioxidant activity of the polyphenols and polysaccharides of *Physalis alkekengi* fruit[J]. Food Research and Development, 2021, 42(24): 114-120.
- [17] 黄宝玲, 陈海彬, 李咏梅, 等. 澳洲坚果青皮不同提取物的总多酚及抗氧化能力测定[J]. 农产品加工, 2024(4): 67-70.
- HUANG B L, CHEN H B, LI Y M, et al. Determination of total polyphenols and antioxidant capacity of different extracts from macadamia nut peel[J]. Agricultural Products Processing, 2024(4): 67-70.
- [18] 李晓强, 胡坤, 龚玉石, 等. 不同产地、不同提取方法对余甘子多酚含量及抗氧化活性的影响[J]. 食品工业科技, 2023, 44(2): 317-323.
- LI X Q, HU K, GONG Y S, et al. Effects of different producing areas and extraction methods of polyphenols from *Phyllanthus emblica* L[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(2): 317-323.
- [19] 曾雨, 杨晓迪, 胡卓炎, 等. 不同品种荔枝壳中原花青素的鉴定及其体外抗氧化活性研究[J]. 食品工业科技, 2024, 45(21): 218-226.
- ZENG Y, YANG X D, HU Z Y, et al. Identification of procyanidins in the pericarps of different litchi cultivars and their *in vitro* antioxidant activities[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(21): 218-226.
- [20] 王启明, 孙璟然, 龙文君, 等. 广东虫草富硒培养及其粗多糖抗氧化活性的比较[J]. 现代食品科技, 2024, 40(8): 178-188.
- WANG Q M, SUN J R, LONG W J, et al. Selenium-enriched culture of *Cordyceps guangdongensis* and comparison of antioxidant activity of its crude polysaccharides[J]. Modern Food Science and Technology, 2024, 40(8): 178-188.
- [21] GRANATO D, SHAHIDI F, WROLSTAD R, et al. Antioxidant activity, total phenolics and flavonoids contents: should we ban in vitro screening methods[J]. Food Chemistry, 2018, 264: 471-475.
- [22] 尚平, 关亚鹏, 张丽媛, 等. 热风干燥桑叶的干燥特性、活性成分含量及抗氧化能力研究[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(1): 52-59.
- SHANG P, GUAN Y P, ZHANG L Y, et al. Study of the drying characteristics, active component content and antioxidant capacity of hot-air-drying mulberry leaves[J]. Food Research and Development, 2022, 43(1): 52-59.
- [23] 李佳惠, 焦文雅, 靳秋霞, 等. 干姜苯丙素类成分及其抗氧化、降尿酸活性分析[J]. 食品科学, 2023, 44(11): 26-31.
- LI J H, JIAO W Y, JIN Q X, et al. Analysis of phenylpropanoid components and antioxidant and uric acid-lowering activities of ginger[J]. Food Science, 2023, 44(11): 26-31.