

DOI: 10.13652/j.spjx.1003.5788.2026.80141

玳玳生理落果类黄酮提取工艺优化 及抗氧化能力分析

张馨懿¹ 李绮丽^{1,2} 李志坚^{1,2} 葛函逍³ 邵玉婷³
肖业成⁴ 李 涛^{1,2} 苏东林^{1,2,3}

(1. 湖南省农业科学院湖南省农产品加工与质量安全研究所, 湖南 长沙 410125; 2. 岳麓山实验室, 湖南 长沙 410125; 3. 湖南大学隆平农学院, 湖南 长沙 410125; 4. 涟源康麓生物科技有限公司, 湖南 娄底 417100)

摘要: [目的] 探究玳玳生理落果类黄酮的绿色提取工艺, 并分析提取物的组分、微观结构和抗氧化活性。[方法] 以玳玳生理落果为原料, 采用乙醇水溶液联合超声辅助提取类黄酮, 通过单因素试验优化提取条件, 利用高效液相色谱 (HPLC) 测定提取物的黄酮组分, 扫描电子显微镜 (SEM) 观察微观形态, 并采用 DPPH 自由基、ABTS 自由基清除能力和 FRAP 法评估其体外抗氧化能力。[结果] 玳玳生理落果类黄酮的最佳提取工艺为乙醇体积分数 75%, 提取时间 50 min, 提取温度 55 °C, 料液比 1:45 (g/mL), 提取次数为 2 次, 提取率可达 (98.22±0.46)%。提取物中主要黄酮组分为柚皮苷、柚皮素、芸香柚皮苷及川陈皮素, 其中柚皮苷含量最高。SEM 图像显示, 类黄酮提取物呈现出不同大小的碎玻璃形态。体外抗氧化试验表明, 类黄酮提取物的 DPPH 自由基、ABTS 自由基清除能力及 FRAP 还原能力均显著高于玳玳生理落果原料。[结论] 乙醇水联合超声辅助法可高效提取玳玳生理落果中的类黄酮, 提取物富含多种黄酮成分且抗氧化活性优良。

关键词: 玳玳; 生理落果; 类黄酮; 抗氧化

Flavonoid extraction and antioxidant activity of Daidai's physiological fallen fruits

ZHANG Xinyi¹ LI Qili^{1,2} LI Zhijian^{1,2} GE Hanxiao³ SHAO Yuting³
XIAO Yecheng⁴ LI Tao^{1,2} SU Donglin^{1,2,3}

(1. Hunan Institute of Agricultural Product Processing and Quality Safety, Hunan Academy of Agricultural Sciences, Changsha, Hunan 410125, China; 2. Yuelushan Laboratory, Changsha, Hunan 410125, China; 3. Longping Agricultural College, Hunan University, Changsha, Hunan 410125, China; 4. Lianyuan Kanglu Biotechnology Co., Ltd., Loudi, Hunan 417100, China)

Abstract: [Objective] To explore a green extraction process for flavonoids from Daidai's physiological fallen fruits and to analyze the composition, microstructure, and antioxidant activity of the extracts. [Methods] Flavonoids were extracted from Daidai's physiological fallen fruits using an ethanol-water solution combined with ultrasonic-assisted extraction. The extraction conditions were optimized through single-factor experiments. The flavonoid composition of the extract was determined by high-performance liquid chromatography (HPLC), its microstructure was observed using scanning electron microscopy (SEM), and *in vitro* antioxidant activity was evaluated by DPPH radical

基金项目: 国家重点研发计划项目 (编号: 2022YFD2100804); 湖南省重点研发计划项目 (编号: 2024JK2147); 岳麓山实验室重大新品种培育项目 (编号: YLS-2025-ZY02035)

通信作者: 李涛 (1988—), 男, 湖南省农业科学院副研究员, 博士。E-mail: litao209404@163.com
苏东林 (1979—), 男, 湖南省农业科学院研究员, 博士。E-mail: sdl791228@163.com

收稿日期: 2026-01-14 **改回日期:** 2026-03-08

引用格式: 张馨懿, 李绮丽, 李志坚, 等. 玳玳生理落果类黄酮提取工艺优化及抗氧化能力分析[J]. 食品与机械, 2026, 42(5): 189-195.

Citation: ZHANG Xinyi, LI Qili, LI Zhijian, et al. Flavonoid extraction and antioxidant activity of Daidai's physiological fallen fruits[J]. Food & Machinery, 2026, 42(5): 189-195.

scavenging, ABTS radical scavenging, and FRAP assays. [Results] The optimal extraction conditions were: 75% ethanol, 50 min extraction time, 55 °C, a 1:45 (g/mL) solid-liquid ratio, and two extraction cycles, achieving a yield of $(98.22 \pm 0.46)\%$. The main flavonoid components were naringin, naringenin, narirutin, and nobiletin, with naringin showing the highest content. SEM images showed the flavonoid extract exhibited a fragmented, glass-like morphology of various sizes. *In vitro* antioxidant assays demonstrated that the extract had significantly higher DPPH and ABTS radical scavenging activities and FRAP reducing power than the raw fallen fruit material. [Conclusion] The ethanol-water ultrasonic-assisted extraction method efficiently recovers flavonoids from Daidai's physiological fallen fruits. The extract is rich in multiple flavonoid components and exhibits excellent antioxidant activity.

Keywords: Daidai; physiological fallen fruit; flavonoids; antioxidation

玳玳酸橙, 简称玳玳 (*Citrus aurantium* L. var. *amara* Engl.), 为芸香科柑橘属植物, 主要分布于中国长江流域以南各地区。玳玳果实中含有丰富的类黄酮、生物碱类及挥发油类等活性成分, 具有抗炎、抗癌、神经保护、降血糖等功效^[1]。玳玳在生长过程中经常会出现生理原因导致果实从茎枝交界处或子房茎交界处正常自然脱落的现象, 掉落的果实被称为生理落果。据统计, 中国大约每 6.67 万 hm^2 柑橘就可产生 4 万余 t 生理落果, 这些落果绝大部分被直接丢弃^[2-3]。研究表明, 生理落果中总黄酮含量较成熟果实更高, 且在类黄酮组成上也存在显著差异, 主要体现在新橙皮苷、柚皮苷和柠檬苦素等活性成分的含量和分布发生改变^[4-6], 此外, 生理落果还展现出更强的抗氧化活性^[7-8]。

目前, 常见的类黄酮提取方法有水提取、碱液提取、有机溶剂提取等, 存在产量低、纯度低、稳定性差、能耗高及安全隐患等问题。有研究^[9]表明, 超声波可显著减少提取时间且大幅提高提取率, 是一类操作简单、灵活性高、收率高且可用于工业化生产的“绿色提取”技术。

试验拟采用乙醇水溶液联合超声辅助提取玳玳生理落果中的类黄酮, 考察乙醇体积分数、提取时间、提取温度、料液比和提取次数对提取率的影响, 以确定最佳提取工艺。在此基础上, 分析提取物的类黄酮组分, 观察其微观形态, 并评估玳玳生理落果与其类黄酮提取物的体外抗氧化活性, 旨在为柑橘落果的高值利用提供依据。

1 材料与仪器

1.1 材料与试剂

玳玳生理落果: 涟源康麓生物科技有限公司;

无水乙醇: 湖南汇虹试剂有限公司;

芸香柚皮苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、柚皮素、橙皮素、芦丁、甜橙黄酮、川陈皮素、桔皮素: HPLC 级, $\geq 98\%$, 成都德斯特生物技术有限公司;

甲醇、二甲基亚砜、甲酸: HPLC 级, $\geq 99.9\%$, 天津市科密欧化学试剂有限公司;

抗氧化能力测试盒: 苏州科铭生物技术有限公司。

1.2 设备与仪器

电子天平: FA2204 型, 上海蒲春计量仪器有限公司;

数控超声波发生器: KQ-700DE 型, 昆山市超声仪器

有限公司;

旋转蒸发器: R501 型, 上海申顺生物科技有限公司;

升降恒温油水浴锅: W-O 型, 上海申顺生物科技有限公司;

循环水式真空泵: SHZ-DIII 型, 巩义时予华仪器有限责任公司;

智能恒温循环器: ZX-10AS 型, 上海知信实验仪器技术有限公司;

分离设备: TGL18M 型, 盐城凯特实验仪器有限公司;

低温保存箱: MDF-86V408 型, 安徽中科都菱商用电气股份有限公司;

冷冻干燥机: LGJ-25C 型, 四环福瑞科仪科技发展(北京)有限公司;

扫描电子显微镜: S-4800 型, 日本日立公司;

ZORBAX SB-C₁₈ 分析柱: 4.6 mm $\times$ 150 mm, 5 μm , 美国安捷伦科技有限公司;

高效液相色谱仪: LC-20A 型, 岛津仪器(苏州)有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 单因素试验 称取 10 g 玳玳生理落果粉末, 用乙醇作为提取溶剂, 采用超声辅助法进行提取, 提取物于 20 °C、12 000 $\times$ g 离心 15 min, 使用旋转蒸发器于 45 °C 下除去多余的溶剂, 冷冻干燥后将样品于 -20 °C 贮藏。分别考察乙醇体积分数 (60%, 65%, 70%, 75%, 80%, 85%)、提取时间 (10, 20, 30, 40, 50, 60 min)、提取温度 (40, 45, 50, 55, 60, 65 °C)、料液比 [1:25, 1:30, 1:35, 1:40, 1:45, 1:50 (g/mL)] 和提取次数 (1, 2, 3, 4, 5 次) 对类黄酮提取率的影响。

1.3.2 类黄酮提取率测定 采用 NaOH-Al(NO₃)₃ 法^[10]。按式(1)计算黄酮提取率^[11]。

$$W = \frac{CVn}{M} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

W ——类黄酮提取率, %;

C ——所测样品中类黄酮质量浓度, mg/mL;

V ——样品溶液总体积, mL;

n ——测定提取率时使用的样品溶液体积, mL;

M ——提取所使用的玳玳生理落果粉末质量, g。

1.3.3 玳玳生理落果类黄酮成分分析

(1) 标准溶液配制:精确称取 5 g 黄酮类化合物,用甲醇溶解定容,配制成 2 000 mg/L 标准储备液。精密吸取 0.5 mL 标准储备溶液,用甲醇定容,配制成 100 mg/L 标准中间溶液。分别吸取 0.05, 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00, 5.00 mL 标准中间溶液,用甲醇定容,分别配制成 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 50.0 mg/L 标准使用液。该使用液现用现配。

(2) 高效液相色谱法测定:按玳玳生理落果类黄酮的最佳提取工艺制备样品溶液,测定各标准品的标准曲线后,利用液相色谱进行成分分析。色谱柱为 C_{18} 柱 (4.6 mm×150 mm, 5 μ m),流动相 A 为甲醇,流动相 B 为 5% 甲酸溶液,流速 0.8 mL/min,进样量 20 μ L,芦丁、甜橙黄酮、川陈皮素、桔皮素检测波长为 330 nm,芸香柚皮苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、香峰草苷、柚皮素、橙皮素检测波长为 282 nm。洗脱程序:0~10 min, 84% A; 10~32 min, 72% A; 32~57 min, 40% A; 57~65 min, 84% A。

1.3.4 微观形态观察 使用扫描电子显微镜观察玳玳生理落果粉及其类黄酮冻干粉的形态。将喷雾干燥的粉末安装在圆柱形短柱上,用金薄层涂覆,在 3 kV 加速电压下放大 1 000 倍观察图像。

1.3.5 体外抗氧化能力分析

(1) DPPH 自由基清除能力:分别配制质量浓度为 25, 50, 75, 90, 125 μ g/mL 的玳玳生理落果及其类黄酮提取物溶液。使用总抗氧化能力 (DPPH 法) 试剂盒进行测定,并按式(2)计算 DPPH 自由基清除率。

$$R = \frac{A_{\text{空白}} - A_{\text{测定}}}{A_{\text{空白}}} \times 100\%, \quad (2)$$

式中:

R ——自由基清除率, %;

$A_{\text{空白}}$ ——空白管吸光值;

$A_{\text{测定}}$ ——测定管吸光值。

(2) ABTS 自由基清除能力:分别配制质量浓度为 25, 50, 75, 90, 125 μ g/mL 的玳玳生理落果及其类黄酮提取物溶液。使用总抗氧化能力 (ABTS 法) 试剂盒进行测定,并按式(2)计算 ABTS 自由基清除率。

(3) FRAP 法:分别配制质量浓度为 25, 50, 75, 90, 125 μ g/mL 的玳玳生理落果及其类黄酮提取物溶液。使用总抗氧化能力 (FRAP 法) 试剂盒进行测定,并按式(3)计算总抗氧化能力。

$$S = 0.8054 \times (\Delta A - 0.0134), \quad (3)$$

式中:

S ——总抗氧化能力, μ mol/mL Trolox;

ΔA ——593 nm 处的吸光度差值。

1.3.6 数据分析 所有试验均重复 3 次。采用 SPSS 26.0

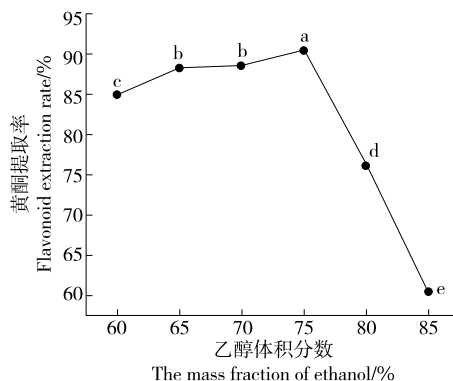
软件进行数据和显著性分析 ($P < 0.05$), 使用 Origin 2021 软件绘图, 结果以平均值 $\pm$ 标准差表示。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 乙醇体积分数对类黄酮提取率的影响 由图 1 可知,随着乙醇体积分数的增大,类黄酮提取率不断增加,当乙醇体积分数为 75% 时提取率最高,与 Safdar 等^[12]的结论类似。继续增大乙醇体积分数,类黄酮提取率显著下降,可能是随着乙醇体积分数的增大,更多的杂质随之溶出,从而导致提取率降低^[13]。也可能是高浓度的乙醇导致细胞脱水,降低了类黄酮含量^[12]。因此,选择 75% 乙醇作为提取剂。

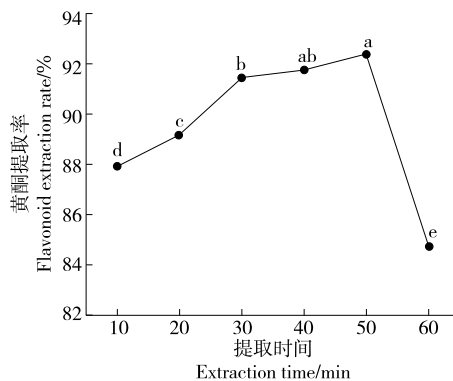
2.1.2 提取时间对类黄酮提取率的影响 由图 2 可知,当提取时间为 10~50 min 时,类黄酮提取率逐步上升,在 50 min 时达到最高,与 Chien 等^[9]的研究结果相同。说明延长提取时间有利于类黄酮的提取,原因是超声的空化



小写字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$)

图 1 乙醇体积分数对类黄酮提取率的影响

Figure 1 Effect of ethanol mass fraction on flavonoid extraction rate



小写字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$)

图 2 提取时间对类黄酮提取率的影响

Figure 2 Effect of extraction time on flavonoid extraction rate

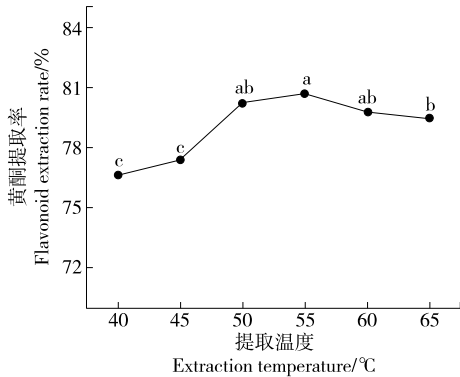
作用增强了组织的溶胀、水合、碎裂,并增强了组织的渗透性,使类黄酮释放到溶剂中。但长时间提取可能因破坏类黄酮结构而导致提取率下降,与 Tung 等^[14-16]的结论一致。因此,最佳提取时间为 50 min。

2.1.3 提取温度对类黄酮提取率的影响 由图 3 可知,当提取温度为 40~55 ℃时,随着提取温度的升高,提取率有所上升,最高可达到(80.69±0.50)%,与 Papoutsis 等^[17]的研究结果一致。当提取温度>55 ℃时,升高提取温度反而使提取率降低,其原因可能为高温导致已溶出的黄酮发生氧化,使其结构被破坏^[13]。同时提取温度升高可能会导致脂溶性杂质溶出,从而影响提取效果,并增大提取所需的能耗及难度^[18]。因此,最佳提取温度为 55 ℃。

2.1.4 料液比对类黄酮提取率的影响 由图 4 可知,料液比较低时,溶剂量过少会导致玳玳生理落果中的类黄酮不能被完全提取^[19]。Li 等^[20]研究发现,料液比较大时有利于提取物质在溶剂中溶解扩散。当料液比为 1:25~1:

45 (g/mL)时,类黄酮在溶剂中快速溶解,提取率从(78.51±0.50)%增长至最高值(90.42±0.65)%。但若提取溶剂含量过高,则会因溶剂过多而影响提取率,且后续具有较高的回收浓缩成本。因此,最佳料液比为 1:45 (g/mL)。

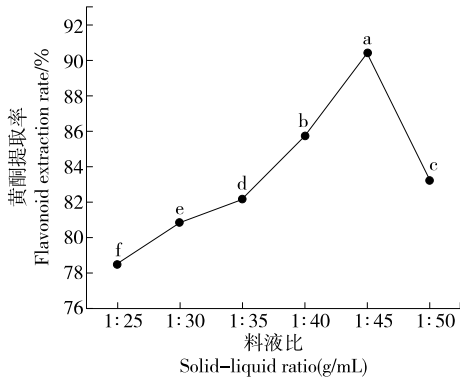
2.1.5 提取次数对类黄酮提取率的影响 由图 5 可知,提取 1 次的类黄酮提取率为(93.44±0.60)%,提取 2 次的为(98.22±0.46)%。继续重复提取,最终提取率虽然可达到(99.69±0.28)%,但提取率增幅显著降低。因此,在最佳工艺条件下连续提取 2 次,既能保证较高的类黄酮提取率,又能节能降耗。



小写字母不同表示差异显著($P<0.05$)

图 3 提取温度对类黄酮提取率的影响

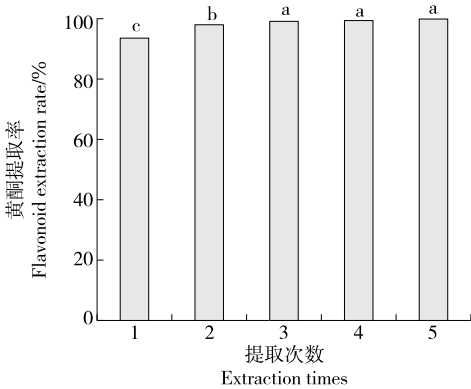
Figure 3 Effect of extraction temperature on flavonoid extraction rate



小写字母不同表示差异显著($P<0.05$)

图 4 料液比对类黄酮提取率的影响

Figure 4 Effect of solid-liquid ratio on flavonoid extraction rate



小写字母不同表示差异显著($P<0.05$)

图 5 提取次数对类黄酮提取率的影响

Figure 5 Effect of extraction times on flavonoid extraction rate

综上,玳玳生理落果类黄酮的最佳工艺条件为乙醇体积分数 75%,提取时间 50 min,提取温度 55 ℃,料液比 1:45 (g/mL),提取次数 2 次,在此条件下类黄酮提取率为(98.22±0.46)%。

2.2 类黄酮提取成分分析

由图 6 和表 1 可知,玳玳生理落果提取物的主要黄酮组分包括柚皮苷、柚皮素、芸香柚皮苷以及川陈皮素等,

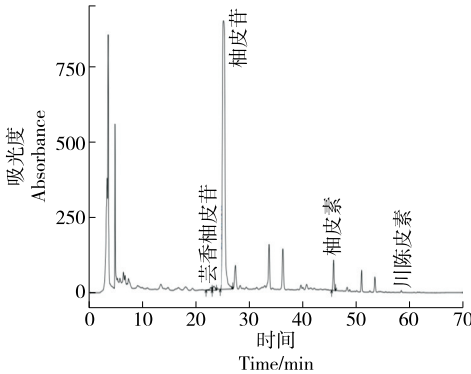


图 6 玳玳生理落果类黄酮提取物的液相图

Figure 6 Liquid phase diagram of flavonoid extract from physiological fallen fruit of Daidai

表1 玳玳生理落果类黄酮提取物分析[†]

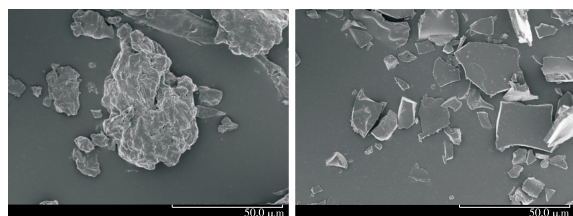
Table 1 Analysis of flavonoid extracts from physiological fallen fruit of Daidai

化合物	保留时间/min	含量/(mg·kg ⁻¹)
芦丁	19.617	ND
芸香柚皮苷	22.764	56.38
柚皮苷	25.193	10 567.93
橙皮苷	27.432	ND
新橙皮苷	29.451	ND
柚皮素	45.708	184.44
橙皮素	48.004	ND
甜橙黄酮	55.623	ND
川陈皮素	58.446	16.00
桔皮素	61.890	ND

其中柚皮苷含量最高。Kang等^[21-22]研究发现,酸橙中类黄酮主要有效成分包括柚皮苷、川陈皮素、橘皮素等;李阳等^[1]证实了不同产地柑橘第一次生理落果中的黄酮化合物主要有柚皮苷、柚皮芸香苷、新圣草次苷等;李秀娟^[23]发现柚皮苷在柑橘落果类黄酮提取物中含量最高;上述结论与试验结果一致。

2.3 扫描电镜分析

由图7可知,玳玳生理落果粉末呈现不规则团聚状态;其类黄酮提取物呈现出不同尺寸的碎玻璃结构,具有经冷冻干燥后的形态特征^[24]。



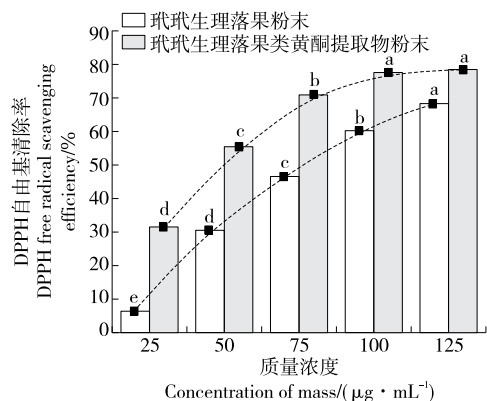
(a)玳玳生理落果粉末 (b)类黄酮提取物粉末

图7 SEM图像

Figure 7 SEM images

2.4 总抗氧化能力分析

2.4.1 DPPH自由基清除能力 由图8可知,当样品质量浓度为25~125 μg/mL时,类黄酮提取物的DPPH自由基清除率均高于玳玳生理落果,且两者清除率与质量浓度呈正相关。其中类黄酮提取物在100,125 μg/mL时的DPPH自由基清除率无显著差异。表明玳玳生理落果经提取后其抗氧化活性显著提升,这主要归因于提取过程中去除了原料中的大量杂质,使柚皮苷、柚皮素等黄酮类活性成分得以富集^[25];其次超声过程中产生的低频空化效应能增强组织的溶胀、水合、碎裂及渗透性,有助于活



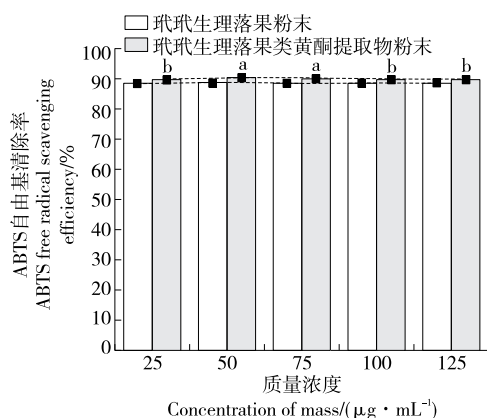
小写字母不同表示差异显著($P < 0.05$)

图8 玳玳生理落果和类黄酮提取粉末的DPPH自由基清除率

Figure 8 DPPH free radical scavenging efficiency of Daidai's physiological fallen fruits and flavonoid extract powder

性物质的释放^[26-27]。同时超声产生的冲击波、微射流、剪切力和湍流基质破碎,可改变植物基质,有利于提高活性物质在溶剂中的溶解度^[15-16]。Zhang等^[28]比较了超声提取法、微波提取法、回流提取法、水提法、碱溶酸沉法对柑橘总黄酮抗氧化性的影响,发现超声提取物的抗氧化活性最强,与试验结果一致。

2.4.2 ABTS自由基清除能力 由图9可知,当样品质量浓度为25~125 μg/mL时,类黄酮提取物与玳玳生理落果粉末的ABTS自由基清除率均较高,且在50 μg/mL时达到峰值,但未呈现明显的浓度依赖性,推测可能由于提取物中多种黄酮组分的协同作用导致清除率在较低质量浓



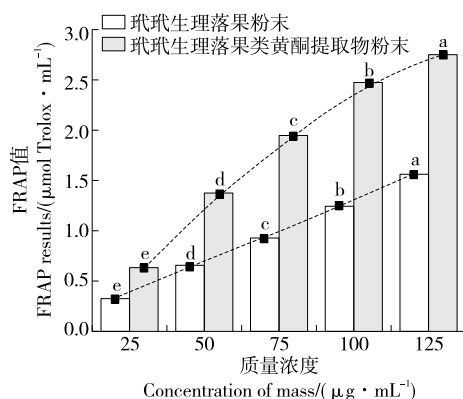
小写字母不同表示差异显著($P < 0.05$)

图9 玳玳生理落果和类黄酮提取粉末的ABTS自由基清除率

Figure 9 ABTS free radical scavenging efficiency of Daidai's physiological fallen fruits and flavonoid extract powder

度即达饱和。尽管如此,两者均表现出优异的 ABTS 自由基清除能力,进一步证实了玳玳生理落果具有较好的抗氧化潜力。

2.4.3 FRAP 法 由图 10 可知,当样品质量浓度为 25~125 $\mu\text{g/mL}$ 时,类黄酮提取物与玳玳生理落果粉末的 FRAP 值均与质量浓度呈正相关,且提取物还原 Fe^{3+} 能力显著高于落果粉末。两者 FRAP 值均在 125 $\mu\text{g/mL}$ 时达到最高,与 DPPH 自由基清除能力趋势一致,再次证明提取物的抗氧化能力优于原料。Jovanović 等^[29]研究表明,超声提取能更好地溶出和保留抗氧化活性物质,从而提高样品的铁离子还原能力。



小写字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$)

图 10 玳玳生理落果和类黄酮提取粉末的 FRAP 值

Figure 10 FRAP value of Daidai's physiological fallen fruits and flavonoid extract powder

3 结论

乙醇水溶液联合超声辅助提取玳玳生理落果中类黄酮的最佳工艺为乙醇体积分数 75%、提取时间 50 min、提取温度 55 $^{\circ}\text{C}$ 、料液比 1:45 (g/mL),提取次数 2 次,此时类黄酮提取率为 $(98.22 \pm 0.46)\%$ 。提取物中主要黄酮组分为柚皮苷、柚皮素、芸香柚皮苷及川陈皮素,其微观结构呈碎玻璃状。体外抗氧化试验表明,类黄酮提取物的 DPPH 自由基、ABTS 自由基清除能力及 FRAP 还原力均高于玳玳生理落果原料,其原因与黄酮组分富集和超声提取的增效作用有关。后续将进一步探究玳玳生理落果的多种营养健康功能及其作用机制。

参考文献

[1] 李阳,安琪,宋悦,等. HPLC 法测定不同产地柑橘第一次生理落果中活性成分的含量[J]. 食品工业科技, 2022, 43(19): 364-371.
LI Y, AN Q, SONG Y, et al. Determination of active components in the first physiological fruit drop of citrus from different producing areas by HPLC[J]. Science and Technology

of Food Industry, 2022, 43(19): 364-371.

- [2] SUN Y J, SHEN Y, LIU D H, et al. Effects of drying methods on phytochemical compounds and antioxidant activity of physiologically dropped un-matured citrus fruits[J]. LWT-Food Science and Technology, 2015, 60(2): 1 269-1 275.
[3] XU G, ZHAO J Y, SHI K X, et al. Trends in valorization of citrus by-products from the net-zero perspective: green processing innovation combined with applications in emission reduction[J]. Trends in Food Science & Technology, 2023, 137: 124-141.
[4] SUN Y J, QIAO L P, SHEN Y, et al. Phytochemical profile and antioxidant activity of physiological drop of citrus fruits[J]. Journal of Food Science, 2013, 78(1): C37-C42.
[5] WANG C, PENG M F, GAO Z P, et al. Citrus aurantium 'Changshan-Huyou' physiological premature fruit drop: a promising prebiotic to tackle obesity[J]. Phytomedicine, 2025, 136: 156347.
[6] KIM D S, LIM S B. Extraction of flavanones from immature Citrus unshiu pomace: process optimization and antioxidant evaluation[J]. Scientific Reports, 2020, 10: 19950.
[7] BARRECA D, BELLOCCO E, CARISTI C, et al. Flavonoid composition and antioxidant activity of juices from chinotto (*Citrus × myrtifolia* raf.) fruits at different ripening stages[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2010, 58(5): 3 031-3 036.
[8] WANG Y, LIU X J, CHEN J B, et al. Citrus flavonoids and their antioxidant evaluation[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2022, 62(14): 3 833-3 854.
[9] CHIEN W J, SAPUTRI D S, LIN H Y. Valorization of Taiwan's citrus depressa Hayata peels as a source of nobiletin and tangeretin using simple ultrasonic-assisted extraction[J]. Current Research in Food Science, 2022, 5: 278-287.
[10] 李加兴,陈选,邓佳琴,等. 黄秋葵黄酮的提取工艺和体外抗氧化活性研究[J]. 食品科学, 2014, 35(10): 121-125.
LI J X, CHEN X, DENG J Q, et al. Extraction and antioxidant activity *in vitro* of okra flavonoids[J]. Food Science, 2014, 35 (10): 121-125.
[11] LI H, LIN J Y, BAI B Q, et al. Study on purification, identification and antioxidant of flavonoids extracted from perilla leaves[J]. Molecules, 2023, 28(21): 7 273.
[12] SAFDAR M N, KAUSAR T, JABBAR S, et al. Extraction and quantification of polyphenols from kinnow (*Citrus reticulata* L.) peel using ultrasound and maceration techniques[J]. Journal of Food and Drug Analysis, 2017, 25(3): 488-500.
[13] CHANG Y W, CHEN Y L, PARK S H, et al. Characterization of functional ingredients extracted with ethanol solvents from ponkan (*Citrus reticulata*) by-products using the microwave vacuum drying method combined with ultrasound-assisted extraction[J]. Foods, 2024, 13(13): 2 129.
[14] TUNG Y C, CHOU Y C, HUNG W L, et al.

- Polymethoxyflavones: chemistry and molecular mechanisms for cancer prevention and treatment[J]. *Current Pharmacology Reports*, 2019, 5(2): 98-113.
- [15] 贾晓凤, 高蝶, 刘金旺, 等. 超声波辅助双水相法提取枸杞叶黄酮及其胰脂肪酶抑制活性[J]. *食品与机械*, 2024, 40(8): 144-151.
- JIA X F, GAO D, LIU J W, et al. Extraction of flavonoids from Goji (*Lycium barbarum* L.) leaves by ultrasonic-assisted two-phase aqueous method and the inhibitory activity of the extract on pancreatic lipase[J]. *Food & Machinery*, 2024, 40(8): 144-151.
- [16] RAO M V, SENGAR A S, SUNIL C K, et al. Ultrasonication a green technology extraction technique for spices: a review[J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2021, 116: 975-991.
- [17] PAPOUTSIS K, PRISTIJONO P, GOLDING J B, et al. Screening the effect of four ultrasound-assisted extraction parameters on hesperidin and phenolic acid content of aqueous citrus pomace extracts[J]. *Food Bioscience*, 2018, 21: 20-26.
- [18] 莫玉静, 宋佳佳, 余金燕, 等. 超声提取砂糖橘落果总黄酮及其抗氧化活性研究[J]. *食品科技*, 2023, 48(10): 188-194.
- MO Y J, SONG J J, YU J Y, et al. Ultrasound extraction and antioxidant activity of total flavonoids from 'Shatangju' mandarin drop fruit[J]. *Food Science and Technology*, 2023, 48(10): 188-194.
- [19] 刘志聪, 郑丹萍. 微波辅助法提取潮州柑橘皮中总黄酮的工艺研究[J]. *安徽农业科学*, 2021, 49(23): 188-191.
- LIU Z C, ZHENG D P. Study on microwave-assisted extraction of total flavonoids from Chaozhou citrus peel[J]. *Journal of Anhui Agricultural Sciences*, 2021, 49(23): 188-191.
- [20] LI Z Z, SHU X, CHEN Y C, et al. Ultrasound-assisted extraction with natural deep eutectic solvents coupled with metabolomic and KEGG pathway analyses for bioactive compounds from thinned young citrus fruits[J]. *Food Chemistry*, 2025, 495: 146187.
- [21] KANG S R, PARK K I, PARK H S, et al. Anti-inflammatory effect of flavonoids isolated from Korea *Citrus aurantium* L. on lipopolysaccharide-induced mouse macrophage RAW 264.7 cells by blocking of nuclear factor-kappa B (NF- κ B) and mitogen-activated protein kinase (MAPK) signalling pathways[J]. *Food Chemistry*, 2011, 129(4): 1 721-1 728.
- [22] HAMADA Y, NAKAJIMA M, TSUZUKI K, et al. Heptamethoxyflavone reduces phosphodiesterase activity and T-cell growth *in vitro*[J]. *International Archives of Allergy and Immunology*, 2017, 174(3/4): 113-120.
- [23] 李秀娟. 中国特有柑橘属植物果实主要黄酮含量及其动态变化研究[D]. 重庆: 西南大学, 2011: 34-35.
- LI X J. An analysis of the key flavanone components and their content variations in the endemic citrus germplasm of China [D]. Chongqing: Southwest University, 2011: 34-35.
- [24] SUN Y L, ZHOU W M, HUANG Y G. Encapsulation of Tartary buckwheat flavonoids and application to yoghurt[J]. *Journal of Microencapsulation*, 2020, 37(6): 445-456.
- [25] 孙伟, 谷清义, 翟冰倩, 等. 花椒叶总黄酮超声辅助低共熔溶剂提取工艺优化及抗氧化性分析[J]. *食品与机械*, 2025, 41(7): 199-206.
- SUN W, GU Q Y, ZHAI B Q, et al. Ultrasound-assisted extraction of total flavonoids from *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. leaves with deep eutectic solvents and their antioxidant activity evaluation[J]. *Food & Machinery*, 2025, 41(7): 199-206.
- [26] 金铮华, 黄泽浩, 毕晓艺, 等. 5种晚熟柑橘多甲氧基黄酮提取方法比较及应用[J]. *四川农业大学学报*, 2022, 40(6): 820-825.
- JIN Z H, HUANG Z H, BI X Y, et al. Comparison and application of extraction methods of polymethoxy flavonoids from five late-maturing citrus pericarp[J]. *Journal of Sichuan Agricultural University*, 2022, 40(6): 820-825.
- [27] 曾令琴, 郭江涛, 刘杰, 等. 芦荟炒制品中总黄酮提取工艺优化及抗氧化活性研究[J]. *食品与机械*, 2023, 39(10): 175-183.
- ZENG L Q, GUO J T, LIU J, et al. Optimization of extraction process and antioxidant activity of total flavonoids from *Aloe vera* stir-fry products[J]. *Food & Machinery*, 2023, 39(10): 175-183.
- [28] ZHANG X N, ZHUANG X C, XIONG T T, et al. Extraction from different parts of citrus maxima flowers using ultrasound as an aid and study of their composition and function[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2023, 100: 106632.
- [29] JOVANOVIĆ A A, ĐORĐEVIĆ V B, ZDUNIĆ G M, et al. Optimization of the extraction process of polyphenols from *Thymus serpyllum* L. herb using maceration, heat and ultrasound-assisted techniques[J]. *Separation and Purification Technology*, 2017, 179: 369-380.