

超声辅助法提取酸枣仁中异牡荆素— 吡喃葡萄糖苷工艺优化

Optimization of ultrasound-assisted extraction of isovitexin-glucopyranoside from ziziphi spinosae semen seeds

官 丽 刘 莹 杨婷婷 王 轻 张彦青

GONG Li LIU Ying YANG Ting-ting WANG Qing ZHANG Yan-qing

(天津商业大学生物技术与食品科学学院, 天津 300134)

(College of Biotechnology and Food Science, Tianjin University of Commerce, Tianjin 300134, China)

摘要:目的:提高酸枣仁资源综合利用率。方法:以超声功率、超声时间、料液比、乙醇体积分数和超声温度为影响因素,以酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率为考察指标,运用响应面法优化异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取工艺参数。结果:异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的最优提取工艺条件为超声功率 405 W、超声时间 60 min、料液比 1:16 (g/mL)、乙醇体积分数 75%,该条件下异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率为 0.705%,与预测值(0.719%)接近,表明异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的预测值与实际情况拟合良好。结论:超声辅助提取异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的工艺稳定可靠,提取率高。

关键词:酸枣仁;黄酮;异牡荆素—吡喃葡萄糖苷;超声辅助提取;Box-Behnken 响应面

Abstract: Objective: This study focused on improving comprehensive utilization rate of ziziphi spinosae semen resources. **Methods:** With the ultrasonic power, ultrasonic time, solid-liquid ratio, ethanol volume fraction and ultrasonic temperature as the influencing factors, and the extraction rate of isovitexin-glucopyranoside in ziziphi spinosae semen as the index, the extraction process parameters of isovitexin-glucopyranoside were optimized by response surface methodology. **Results:** The optimal extraction conditions of isovitexin-glucopyranoside were ultrasonic power 405 W, ultrasonic time 60 min, solid-liquid ratio 1:16 (g/mL) and ethanol volume fraction 75%. Under the control of these conditions, the extraction rate of isovitexin-glucopyranoside was 0.705%, which was close to the predicted value

(0.719%), indicating that the predicted value of the extraction rate of isovitexin-glucopyranoside fit well with the actual situation. **Conclusion:** The ultrasonic assisted extraction of isovitexin-glucopyranoside is stable and reliable with high extraction rate.

Keywords: ziziphi spinosae semen; flavonoid; isovitexin-glucopyranoside; ultrasonic assisted extraction; Box-Behnken response surface

酸枣仁是中国常用药食同源品种之一^[1-2],在酸枣仁汤、枣仁安神方等肝血不足之失眠类的方剂、中成药处方、食品和保健食品中被广泛应用^[3-4]。酸枣仁黄酮是酸枣仁中的主要活性成分之一^[5-7],具有治疗失眠^[8]、改善认知能力^[9-10]、抗焦虑^[11]、抗抑郁^[12-15]等多种生物活性,其中,异牡荆素—吡喃葡萄糖苷是酸枣仁黄酮的主要成分之一。异牡荆素—吡喃葡萄糖苷能够明显促进淋巴细胞增殖,具有一定的免疫调节作用^[16],在清除 ABTS 自由基、DPPH 自由基、超氧阴离子自由基等方面表现出较好的抗氧化活性^[17]。此外,异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的吸收特性优于酸枣仁中的其他黄酮类物质,如斯皮诺素、当药素等^[18],显示出较好的体内生物利用度特性。

目前黄酮类化合物的常见提取方法主要为浸提法、加热回流法、超声辅助提取等,由于浸提法耗时太长,加热回流法又可能因为高温破坏黄酮类化合物的结构^[19-20],所以超声辅助提取技术受到越来越多的关注。超声辅助提取法利用超声传播时所产生的机械效应、空化效应和热效应^[21],可以缩短提取时间,降低操作难度并且增加提取率^[22-23]。乙醇加热回流是当前提取异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的主要方法^[17],目前有关超声波辅助提取酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的研究尚未见报道。研究拟通过超声辅助提取技术对酸枣仁黄酮单体异牡荆素—吡喃葡萄糖苷进行提取,并运用响应面法优化

基金项目:天津市“131”创新型人才团队(编号:201927)

作者简介:官丽,女,天津商业大学在读硕士研究生。

通信作者:张彦青(1976—),女,天津商业大学教授,博士。

E-mail: zhyqing@tjcu.edu.cn

收稿日期:2021-12-02

其提取工艺参数,以期为异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的深入开发利用提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

脱脂酸枣仁:天津蓟县;

异牡荆素—吡喃葡萄糖苷对照品:纯度 > 95%,自制;

甲酸:色谱纯,阿拉丁控股集团有限公司;

乙腈:色谱纯,德国 Merck 公司;

水:色谱纯,美国 J. T. Baker 公司;

乙醇:分析纯,美国 J. T. Baker Chemicals 公司。

1.1.2 主要仪器设备

数控超声波清洗器:SB25-12 DTD 型,宁波新芝生物科技有限公司;

高速万能粉碎机:FW100 型,天津泰斯特仪器有限公司;

高速离心机:LG10-2.4A 型,北京医用离心机厂;

电热恒温鼓风干燥箱:DH-101 型,天津市中环实验电炉有限公司;

高效液相色谱仪:安捷伦 1100 型,安捷伦科技中国有限公司;

电子天平:FA1004Max 100 g 型,上海精科天平有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率测定

(1) 高效液相色谱条件:选择 ODS C_{18} 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μ m),流速为 0.5 mL/min;流动相为乙腈—水(含 0.1% 甲酸)混合液($V_{\text{乙腈}}:V_{\text{水}}=18:72$);柱温 30 $^{\circ}\text{C}$;检测波长 335 nm;进样量 8 μ L^[24]。

(2) 标准曲线绘制:精密称取适量异牡荆素—吡喃葡萄糖苷对照品,用流动相($V_{\text{乙腈}}:V_{\text{水}}=18:72$,不含甲酸)溶解,配制成 1 mg/mL 的溶液,依次稀释得 10, 20, 50, 100, 200, 300 μ g/mL 的对照品溶液。以异牡荆素—吡喃葡萄糖苷溶液浓度为横坐标,所得峰面积为纵坐标,得标准曲线为 $y=0.6434x+15.093$, $R^2=0.999$ 。

(3) 牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的测定:按式(1)计算牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率^[25]。

$$W=\frac{c \times V \times D}{m} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

W ——异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率,%;

c ——对应质量浓度,mg/mL;

V ——提取液体积,mL;

D ——稀释倍数;

m ——样品取样量,mg。

1.2.2 单因素试验

(1) 超声功率:固定提取温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 、料液比 1:15 (g/mL)、超声时间 50 min,考察超声功率(100, 200, 300, 400, 500 W)对酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的影响。

(2) 超声时间:固定乙醇体积分数 60%,提取温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 、料液比 1:15 (g/mL)、提取功率 300 W,考察超声时间(30, 40, 50, 60, 70 min)对酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的影响。

(3) 料液比:固定提取温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 、乙醇体积分数 60%、提取功率 300 W、超声时间 50 min,考察料液比[1:5, 1:10, 1:15, 1:20, 1:25 (g/mL)]对酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的影响。

(4) 乙醇体积分数:固定提取温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 、料液比 1:15 (g/mL)、提取功率 300 W、超声时间 50 min,考察乙醇体积分数(40%, 50%, 60%, 70%, 80%)对酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的影响。

(5) 超声温度:固定料液比 1:15 (g/mL)、乙醇体积分数 60%、提取功率 300 W、超声时间 50 min,考察提取温度(30, 40, 50, 60, 70 $^{\circ}\text{C}$)对酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的影响。

1.2.3 响应面优化试验 以单因素试验结果为基础^[26],选择超声功率、料液比、超声时间和乙醇体积分数为响应因素,以异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率为响应值,采用 Design-Expert 8.0.6 进行四因素三水平的响应面试验以优化异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的提取工艺,平行 3 次。

1.3 数据处理

各指标测定均重复 3 次,采用 Excel 2010 进行数据统计处理,使用 SPSS 16.0 软件进行显著性分析,使用 Prism 5.0 软件作图。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 超声功率 由图 1(a)可知,异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率随超声功率的增大先升高后降低,在超声功率为 400 W 时最大,在超声功率为 500 W 时下降至 0.527%,可能是超声空化效应和机械剪切力作用的增强有助于破碎药材的细胞壁,促进目标物的溶出,而超声功率过大会导致局部的高温高压,破坏异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的内部结构从而使提取率降低^[27-28]。因此选择超声功率 300~500 W 为佳。

2.1.2 超声时间 由图 1(b)可知,当超声时间为 60 min 时,提取率为 0.634%,当超声时间为 70 min 时,提取率急剧降低至 0.407%,可能是因为超声时间过短无法使目标成分充分溶出,而超声时间过长又会破坏异牡荆素—吡

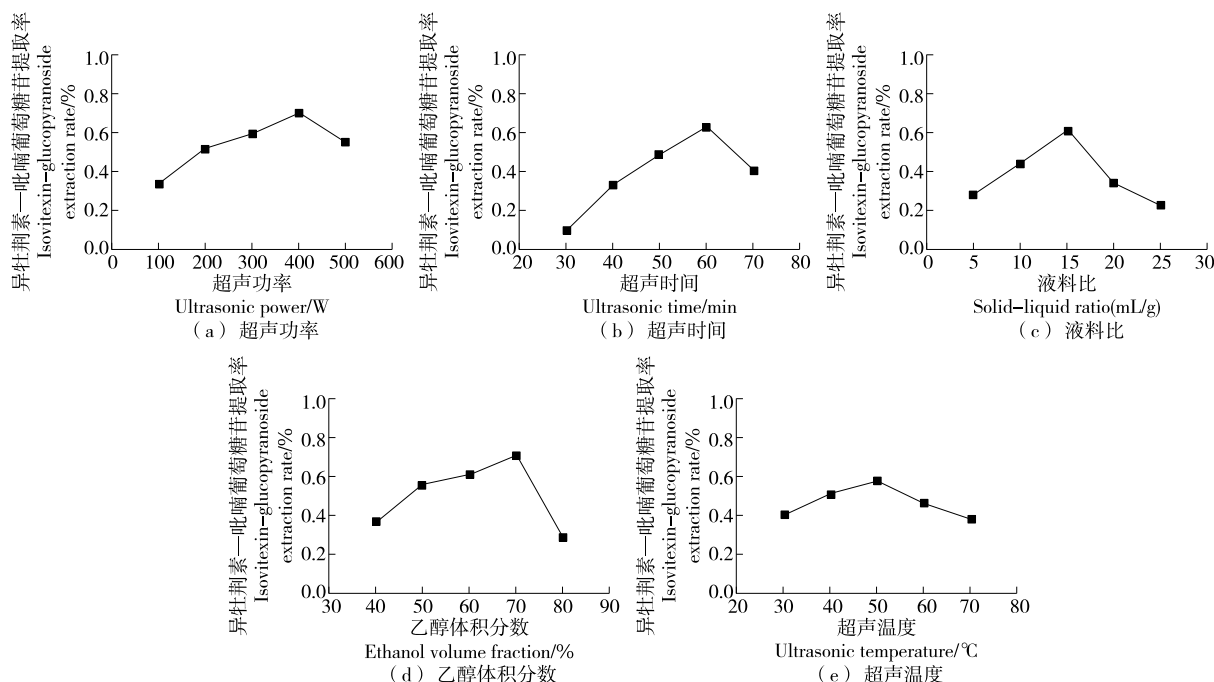


图1 各因素对异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的影响

Figure 1 Effects of various factors on the extraction rate of isovitexin-glucopyranoside

喃葡萄糖苷的内部结构^[29],从而使提取率降低。因此,超声时间选择50~70 min为宜。

2.1.3 料液比 由图1(c)可知,异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率随乙醇体积的不断加先升高后降低,当料液比为1:15(g/mL)时提取率达到峰值0.604%。这可能是由于料液比的增加使原料与提取液间的接触面积增大,从而提高溶出率;但料液比过高将稀释提取液的浓度,且过多的提取液会分散超声辐射对目标组分的作用,使提取率降低,说明当异牡荆素—吡喃葡萄糖苷浓度达最大值后,料液比的增加反而会使其浓度降低。因此,料液比选择1:10~1:20(g/mL)为宜。

2.1.4 乙醇体积分数 由图1(d)可知,异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率随乙醇体积分数的升高先升高后降低,当乙醇体积分数为70%时提取率最高,这可能与其溶解性有关。当乙醇体积分数较低时,酸枣仁粉末中的异牡荆素—吡喃葡萄糖苷未能完全溶解,随着乙醇体积分数的增大,异牡荆素—吡喃葡萄糖苷溶出得更加完全,但当乙醇体积分数>70%时可能会破坏异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的结构,使提取率降低。故乙醇体积分数选择60%~80%为宜。

2.1.5 超声温度 由图1(e)可知,异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率随超声温度的升高先升高后降低,当超声温度为50℃时,提取率最高,可能是因为黄酮类化合物具有一定的热敏性^[26],适度的温度有助于目标物的溶出,而温度过高则会破坏目标物致使提取率下降。因此,超声

温度选择40~60℃为宜。

2.2 响应面法优化

2.2.1 响应面试验结果与分析 在单因素试验的基础上,选择超声功率、超声时间、料液比和乙醇体积分数为响应因素,以异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率为响应值,根据Box-Behnken中心组合原理设计四因素三水平的响应面试验优化酸枣仁中异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取工艺参数,试验因素水平见表1,试验设计与结果见表2。

2.2.2 模型拟合和显著性分析 通过Box-Behnken试验拟合得出异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取工艺的回归方程为:

$$Y = 0.71 + 0.01A + 0.013B + 0.016C + 0.02D - 7.5 \times 10^{-3}AB - 4.75 \times 10^{-3}AC - 2.5 \times 10^{-3}AD + 2.5 \times 10^{-3}BC - 5.5 \times 10^{-3}BD + 5.25 \times 10^{-3}CD - 0.062A^2 - 0.032B^2 - 0.042C^2 - 0.016D^2. \quad (2)$$

由表3可知,回归模型 P 值<0.0001,极显著;失拟

表1 响应面试验因素水平表

Table 1 Factors and levels coding of response surface analysis

水平	A 超声功率/W	B 料液比 (g/mL)	C 超声时间/min	D 乙醇体积分数/%
-1	300	1:10	50	60
0	400	1:15	60	70
1	500	1:20	70	80

项 P 值为 0.138 4 不显著,说明该试验设计可靠,模型有
意义^[30],可对二次回归方程响应值进行预测。一次项 B、
C、D,二次项 A^2 、 B^2 、 C^2 、 D^2 对异牡荆素—吡喃葡萄糖苷
提取率影响极显著($P<0.01$),一次项 A 对异牡荆素—吡
喃葡萄糖苷提取率影响显著($P<0.05$),表明各因素及因
素之间的交互与响应值并非简单的线性关系,二次项对
响应值的影响也较大,而各因素之间的交互作用对响应
值影响相对较小。比较 F 值可知,各因素对酸枣仁中异

表 2 响应面试验设计与结果
Table 2 Response surface design and results

试验号	A	B	C	D	异牡荆素—吡喃 葡萄糖苷提取率/%	试验号	A	B	C	D	异牡荆素—吡喃 葡萄糖苷提取率/%
1	−1	−1	0	0	0.586	16	0	1	1	0	0.657
2	1	−1	0	0	0.622	17	−1	0	−1	0	0.578
3	−1	1	0	0	0.639	18	1	0	−1	0	0.614
4	1	1	0	0	0.645	19	−1	0	1	0	0.621
5	0	0	−1	−1	0.629	20	1	0	1	0	0.648
6	0	0	1	−1	0.643	21	0	−1	0	−1	0.634
7	0	0	−1	1	0.663	22	0	1	0	−1	0.664
8	0	0	1	1	0.698	23	0	−1	0	1	0.685
9	−1	0	0	−1	0.592	24	0	1	0	1	0.693
10	1	0	0	−1	0.612	25	0	0	0	0	0.701
11	−1	0	0	1	0.634	26	0	0	0	0	0.704
12	1	0	0	1	0.644	27	0	0	0	0	0.711
13	0	−1	−1	0	0.598	28	0	0	0	0	0.714
14	0	1	−1	0	0.613	29	0	0	0	0	0.723
15	0	−1	1	0	0.632						

表 3 回归模型方差分析[†]
Table 3 Variance analysis of regression model

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	0.04	14	3.16E−03	16.44	<0.000 1	* *
A	1.52E−03	1	1.52E−03	7.90	0.013 9	*
B	1.98E−03	1	1.98E−03	10.28	0.006 3	* *
C	3.47E−03	1	3.47E−03	18.03	0.000 8	* *
D	4.92E−03	1	4.92E−03	25.59	0.000 2	* *
AB	2.25E−04	1	2.25E−04	1.17	0.297 7	
AC	2.03E−05	1	2.03E−05	0.11	0.750 4	
AD	2.50E−05	1	2.50E−05	0.13	0.723 8	
BC	2.50E−05	1	2.50E−05	0.13	0.723 8	
BD	1.21E−04	1	1.21E−04	0.63	0.440 9	
CD	1.10E−04	1	1.10E−04	0.57	0.461 5	
A^2	0.02	1	0.02	125.88	<0.000 1	* *
B^2	6.63E−03	1	6.63E−03	34.47	<0.000 1	* *
C^2	0.01	1	0.01	57.30	<0.000 1	* *
D^2	1.79E−03	1	1.79E−03	9.28	0.008 7	* *
残差	2.69E−03	14	1.92E−04			
失拟项	2.39E−03	10	2.39E−04	3.18	0.138 4	
纯误差	3.01E−04	4	7.53E−05			
总和	0.05	28				

[†] * 表示差异有显著($P<0.05$); * * 表示差异极显著($P<0.01$); $R^2=0.972\ 8$ 。

牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率的影响程度依次是 $D > C > B > A$, 该异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率回归模型的相关系数较高 ($R^2 = 0.9728$), 模型拟合程度好^[31]。因此, 可用此模型方程预测异牡荆素—吡喃葡萄糖苷超声提取的结果。

2.2.3 交互效应分析 由图 2 可知, 随着各因素在一定范围的增大, 异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取效果先升高后降低, 各因素对异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率影响显著 ($P < 0.05$), 但各因素间的交互作用对异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率影响不显著, 与方差分析结果一致。

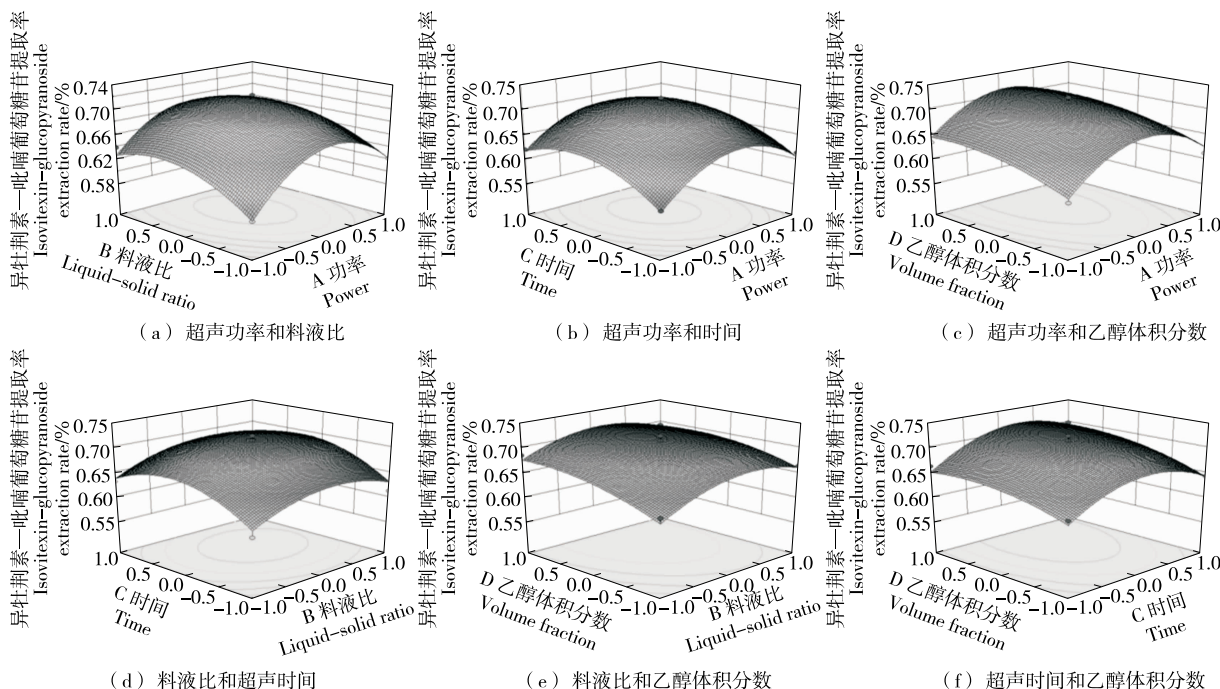


图 2 两两因素交互作用对异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率影响的响应面图

Figure 2 Response surface plots of the interaction of various factors on the extraction rate of isovitexin-glucopyranoside

2.2.4 最佳提取率验证 由响应面软件分析得到异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的最佳提取工艺参数为超声功率 405 W, 超声时间 62.30 min, 料液比 1 : 15.75 (g/mL), 乙醇体积分数 76.3%, 此条件下预测异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率为 0.719%。为便于实际操作, 将提取工艺条件修整为超声功率 405 W, 超声时间 60 min, 料液比 1 : 16 (g/mL), 乙醇体积分数 75%, 该条件下实测异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率为 0.705% ($n = 3$), 与预测值的相对误差为 2%, 表明采用响应面法优化得到的工艺参数基本准确可靠, 该试验模型能较好反映出各因素与异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率之间的关系, 具有一定的实用价值。

3 结论

采用超声波对酸枣仁黄酮单体异牡荆素—吡喃葡萄糖苷进行提取。结果表明, 异牡荆素—吡喃葡萄糖苷的最佳提取工艺条件为超声功率 405 W, 超声时间 60 min, 料液比 1 : 16 (g/mL), 乙醇体积分数 75%, 该条件下异牡荆素—吡喃葡萄糖苷提取率为 0.705% ($n = 3$), 与预测

值 (0.719%) 接近, 相对误差为 2%。后续可对异牡荆素—吡喃葡萄糖苷进行体内活性研究。

参考文献

- [1] 贾春伶, 王锦燕, 赵奎君, 等. 《本草纲目》木部药食同源药用植物的记载及其启示[J]. 中国现代中药, 2021, 23(6): 1 094-1 102. JIA Chun-ling, WANG Jin-yan, ZHAO Kui-jun, et al. Records of medicinal and edible plants in the wood section of compendium of materia medica and relevance[J]. Modern Chinese Medicine, 2021, 23(6): 1 094-1 102.
- [2] 韩荣欣, 张红印, 周光鑫, 等. 体外模拟消化对酸枣仁蛋白酶解产物抗氧化活性的影响[J]. 食品与机械, 2021, 37(7): 171-176. HAN Rong-xin, ZHANG Hong-yin, ZHOU Guang-xin, et al. Effect of simulated gastrointestinal digestion in vitro on the antioxidant activity of semen ziziphi spinosae protein hydrolysates[J]. Food & Machinery, 2021, 37(7): 171-176.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 2020 版. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 382-383. National Commission of Chinese Pharmacopoeia. Pharmacopoeia of the People's Republic of China[S]. 2020 ed. Beijing: China Medical-

- Science, 2020: 382-383.
- [4] 宫丽, 解军波, 赖长江生, 等. 酸枣仁及其副产物综合利用的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2021, 27(3): 222-230.
- GONG Li, XIE Jun-bo, LAI Chang-jiang-sheng, et al. Research progress of comprehensive utilization of Ziziphi Spinosae Semen and its by-products [J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2021, 27(3): 222-230.
- [5] WANG Yi-fang, HUANG Mei, LU Xin-yi, et al. Ziziphi spinosae lily powder suspension in the treatment of depression-like behaviors in rats [J]. BMC Complementary and Alternative Medicine, 2017, 17: 238.
- [6] XU Fan-xing, HE Bo-sai, XIAO Feng, et al. Neuroprotective effects of spinosin on recovery of learning and memory in a mouse model of Alzheimer's disease[J]. Biomolecules & Therapeutics, 2019, 27(1): 71-77.
- [7] 黄之轸, 马伟光. 酸枣仁及活性物质的药理研究进展[J]. 中国民族民间医药, 2018, 27(3): 57-60.
- HUANG Zhi-pu, MA Wei-guang. Research progress in the pharmacological of Semen Ziziphi Spinosae and its active ingredients[J]. Chinese Journal of Ethnomedicine and Ethnopharmacy, 2018, 27(3): 57-60.
- [8] JIANG Jian-guo, HUANG Xiao-juan, CHEN Jian, et al. Comparison of the sedative and hypnotic effects of flavonoids, saponins, and polysaccharides extracted from Semen Ziziphus jujube[J]. Natural Product Research, 2007, 21(4): 310-320.
- [9] JUNG In-ho, LEE Hyung, PARK Se-jin, et al. Ameliorating effect of spinosin, a C-glycoside flavonoid, on scopolamine induced memory impairment in mice[J]. Pharmacology Biochemistry and Behavior, 2014, 120: 88-94.
- [10] LEE Hyung-eun, JEON Se-jin, RYU Byeol, et al. Swertisin, a C-glucosylflavone, ameliorates scopolamine-induced memory impairment in mice with its adenosine A1 receptor antagonistic property[J]. Behavioural Brain Research, 2016, 306: 137-145.
- [11] LI Hong-juan, SHI Ji-ling, LI Yuan-yuan, et al. Purification of spinosin from Ziziphi Spinosae Semen using macroporous resins followed by preparative high-performance liquid chromatography[J]. Journal of Separation Science, 2019, 42(19): 3 134-3 140.
- [12] VILLANUEVA Javier-rodriguez, VILLANUEVA Laura-rodriguez. Experimental and clinical pharmacology of Ziziphus jujube Mills[J]. Phytotherapy Research, 2017, 31(3): 347-365.
- [13] WANG L E, CUI X Y, CUI S Y, et al. Potentiating effect of spinosin, a C-glycoside flavonoid of Semen Ziziphi spinosae, on pentobarbital - induced sleep may be related to postsynaptic 5-HT1A receptors[J]. Phytomedicine, 2010, 17(6): 404-409.
- [14] LEE Young-hwan, JEON Se-jeon, LEE Hyung-eun, et al. Spinosin, a C-glycoside avonoid, enhances cognitive performance and adult hippocampal neurogenesis in mice[J]. Pharmacology Biochemistry and Behavior, 2016, 145: 9-16.
- [15] 张婷, 张岩, 王文彤, 等. 酸枣仁中黄酮成分及其药理作用研究进展[J]. 天津药学, 2018(2): 69-74.
- ZHANG Ting, ZHANG Yan, WANG Wen-tong, et al. Research-progress on flavonoids and pharmacological action in Semen Ziziphi Spinosae[J]. Tianjin Pharmacy, 2018(2): 69-74.
- [16] 张杨. 铁皮石斛叶水溶性成分分离及活性筛选的研究[D]. 广州: 广州中医药大学, 2016: 39-43.
- ZHANG Yang. Research on the isolation and activity of water-soluble components from dendrobium officinale leaves [D]. Guangzhou: Guangzhou University of Chinese Medicine, 2016: 39-43.
- [17] 李亚欣. 酸枣仁黄酮的制备及其在 N1E-115 细胞中的抗氧化应激作用研究[D]. 天津: 天津商业大学, 2017: 25-32.
- LI Ya-xin. Preparation of flavonoids from Semen Ziziphi Spinosae and its antioxidative stress effect in NqE-115 cells[D]. Tianjin: Tianjin University of Commerce, 2017: 25-32.
- [18] 宋盼盼. 酸枣仁黄酮跨膜转运及其磷脂复合物自微乳制剂研究[D]. 天津: 天津商业大学, 2018: 26-38.
- SONG Pan-pan. Study ontransportation characteristics of flavonoids from Ziziphi Spinosae Semen and its self-microemulsion of phospholipid complex[D]. Tianjin: Tianjin University of Commerce, 2018: 26-38.
- [19] 赖毅勤, 周宏兵. 近年来黄酮类化合物提取和分离方法研究进展[J]. 食品与药品, 2007, 9(4): 54-58.
- LAI Yi-qin, ZHOU Hong-bing. Research advance on extraction and separation technology of flavonoids[J]. Food and Drug, 2007, 9(4): 54-58.
- [20] 丁轲, 谷禹, 陆晶晶, 等. 酸枣仁黄酮组分提取纯化工艺的研究[J]. 中国食品学报, 2011, 11(4): 62-70.
- DING Ke, GU Yu, LU Jing-jing, et al. Study on extraction and purification technology of flavones from Ziziphi Spinose Semen[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2011, 11(4): 62-70.
- [21] 邬方宁. 超声提取技术在现代中药中的应用[J]. 中草药, 2007, 38(2): 315-316.
- WU Fang-ning. Application of ultrasonic extraction technology in modern traditional Chinese medicine[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2007, 38(2): 315-316.
- [22] 唐婷范, 黄芳丽, 朱家庆, 等. 超声波辅助提取葛根异黄酮的工艺优化及其抑菌活性研究[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(12): 30-36.
- TANG Ting-fang, HUANG Fang-li, ZHU Jia-qing, et al. Optimization of extraction of isoflavones from pueraria lobata by ultrasonic-assisted and antibacterial activity[J]. Food Research and Development, 2020, 41(12): 30-36.
- [23] 周海旭, 谢美玉, 高晗, 等. 樟树叶木脂素和多酚超声辅助同步提取工艺优化[J]. 食品与机械, 2020, 36(10): 143-148.
- ZHOU Hai-xu, XIE Mei-yu, GAO Han, et al. Optimization of extraction process of lignans and polyphenols by ultrasonic wave assisted extraction from Cinnamomum camphora[J]. Food & Machinery, 2020, 36(10): 143-148.
- [24] 王李平, 刘小琴, 范华均, 等. 响应面法优化一微波辅助萃

- 取一高效液相色谱法测定农吉利中牡荆素和异牡荆素[J]. 理化检验: 化学分册, 2013, 49(2): 129-133.
- WANG Li-ping, LIU Xiao-qin, FAN Hua-jun, et al. HPLC determination of vitexin and isovitexin from *Crotalaria sessiliiflora* L. with response surface method to the optimization of conditions of microwave assisted sample extraction [J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2013, 49 (2): 129-133.
- [25] 黄晓斌, 汪欢, 陈志鹏, 等. Box-Behnken 响应面法优化苦参黄酮超声提取工艺[J]. 中药材, 2019(10): 2 353-2 357.
- HUANG Xiao-bin, WANG Huan, CHEN Zhi-peng, et al. Optimization of ultrasonic extraction process of flavonoids from *Sophora flavescens* by Box-Behnken response surface method[J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2019(10): 2 353-2 357.
- [26] 杨婷婷, 房雷雷, 辛慧洁, 等. 响应面法优化超声辅助提取酸枣仁中阿魏酰斯皮诺素[J]. 食品工业, 2019, 40(4): 151-155.
- YANG Ting-ting, FANG Lei-lei, XIN Hui-jie, et al. Optimization of ultrasonic assisted extraction 6'-feruloylspinosin from ziziphi spinosae semen by response surface methodology[J]. The Food Industry, 2019, 40(4): 151-155.
- [27] 李燕, 郭兴峰, 张华, 等. 响应面法优化金线草黄酮提取工艺的研究[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(19): 107-113.
- LI Yan, GUO Xing-feng, ZHANG Hua, et al. Optimization of extraction process of flavonoids from *Rubai membranacea* using response surface analysis[J]. Food Research and Development, 2019, 40(19): 107-113.
- [28] 王晓慧, 姚茂君, 陈怡君, 等. 超声辅助复合酶法提取莓茶多糖的工艺优化[J]. 食品与机械, 2021, 37(11): 166-172.
- WANG Xiao-hui, YAO Mao-jun, CHEN Yi-jun, et al. Research on extraction technology of *ampelopsis grossedentata* polysaccharide by ultrasound-assisted enzymatic method[J]. Food & Machinery, 2021, 37(11): 166-172.
- [29] 周旋, 许明祥, 蔡文卓, 等. 女贞子总黄酮超声辅助提取工艺及体外抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2019, 35(3): 182-188.
- ZHOU Xuan, XU Ming-xiang, CAI Wen-zhuo, et al. Ultrasonic-assisted extraction and antioxidant activity of total flavonoids from *Ligustrum Ait* by response surface methodology[J]. Food & Machinery, 2019, 35(3): 182-188.
- [30] 林婷婷, 房雷雷, 张亚新, 等. 响应面法优化酸枣仁多糖的脱色工艺[J]. 食品工业科技, 2018, 39(24): 198-202, 208.
- LIN Ting-ting, FANG Lei-lei, ZHANG Ya-xin, et al. Optimization of decoloration process of *Zizyphi Spinosae* Semen polysaccharide by response surface methodology [J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(24): 198-202, 208.
- [31] 罗磊, 张冰洁, 朱文学, 等. 响应面法优化超声辅助提取金银花叶黄酮工艺及其抗氧化活性[J]. 食品科学, 2016, 37(6): 13-19.
- LUO Lei, ZHANG Bing-jie, ZHU Wen-xue, et al. Ultrasonic-assisted extraction and antioxidation of flavonoids from *Lonicera japonica* Thunb. Leaves: Process optimization by response surface methodology and antioxidant activity evaluation[J]. Food Science, 2016, 37(6): 13-19.
- (上接第 39 页)
- [8] 吕建垚. 浸泡型杨梅酒工艺改良和发酵型杨梅酒工艺研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2014: 25.
- LU Jian-yao. Improvement of technology of being soaked bayberry wine and research of fermented bayberry wine[D]. Nanchang: Nanchang University, 2014: 25.
- [9] 屠梦婷, 陈琦, 朱婉姣, 等. 两种果酒酵母对杨梅果酒发酵及风味的影响[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(2): 91-97.
- TU Meng-ting, CHEN Qi, ZHU Wan-jiao, et al. Studies on the effect of two different *saccharomyces cerevisiae* yeast strains on the quality of bayberry wine[J]. Food Research and Development, 2019, 40(2): 91-97.
- [10] 李双石, 李淳, 吴志明, 等. 不同酵母发酵对葡萄酒香气成分的影响[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(11): 14-18.
- LI Shuang-shi, LI Bo, WU Zhi-ming, et al. Influence of different yeast strains on aromatic components in wines[J]. Food Research and Development, 2012, 33(11): 14-18.
- [11] 陈玉香. 红曲黄酒中酵母产特征酯类物质合成机理研究[D]. 福州: 福州大学, 2014: 58.
- CHEN Yu-xiang. Synthetic mechanism of characteristic esters produced by yeast in Hongqu glutinous rice wine[D]. Fuzhou: Fuzhou University, 2014: 58.
- [12] 郑淑丹. 脐橙全果酒的混合发酵及风味物质的研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2019: 8.
- ZHENG Shu-dan. Study on mixed fermentation and flavor components of whole navel orange wine[D]. Nanchang: Nanchang University, 2019: 8.
- [13] HUSEYIN E, HASAN T, HANIFE C, et al. The effect of pitching rate on fermentation and flavour compounds in high gravity brewing[J]. Journal of the Institute of Brewing, 2007, 113(1): 75-79.
- [14] PINTO L, MALFEITO-FERREIRA M, QUINTIERI L, et al. Growth and metabolite production of a grape sour rot yeast-bacterium consortium on different carbon sources[J]. International Journal of Food Microbiology, 2019, 296: 65-74.
- [15] 段丽丽, 戢得蓉, 周凌洁, 等. 不同酒花葡萄酒香气主成分分析及聚类分析[J]. 食品与机械, 2019, 35(9): 9-14, 25.
- DUAN Li-li, JI De-rong, ZHOU Ling-jie, et al. Principal component and cluster analyses of volatile components in different hops wines[J]. Food & Machinery, 2019, 35(9): 9-14, 25.
- [16] 胡来丽, 秦礼康, 王玉珠. 百香果全果与果汁发酵酒滋味成分及香气成分对比[J]. 食品与机械, 2021, 37(12): 10-19.
- HU Lai-li, QIN Li-kang, WANG Yu-zhu. Comparison of taste and aroma components between whole passion fruit and fruit juice fermented wine[J]. Food & Machinery, 2021, 37(12): 10-19.