

负压超声法提取刺玫果黄酮及其抗氧化性研究

符群, 吴桐, 王梦丽

(东北林业大学林学院, 黑龙江哈尔滨 150040)

摘要: 采用负压超声技术辅助乙醇提取刺玫果黄酮, 在单因素试验基础上, 以超声时间, 超声温度, 超声功率, 料液比为影响因子, 应用 Box-Behnken 中心组合进行四因素三水平试验设计, 以刺玫果黄酮得率为响应值, 响应面优化提取工艺, 并测定了醇提物的铁还原力及 DPPH·、OH·和 O₂·⁻的清除能力。确定最佳提取工艺为: 料液比为 1:30, 超声功率为 400 W, 超声时间为 33 min, 超声温度 56 °C, 在此条件下, 黄酮得率为(3.342±0.027) mg/g, 同时建立了乙醇溶液提取刺玫果黄酮的二次项数学模型, 对目标产物的提取具有良好的预测作用。抗氧化试验表明: 刺玫果黄酮有较好的还原性, 对 OH·、DPPH·和 O₂·⁻均有较好的清除能力, 其 IC₅₀值分别为 0.021 mg/mL、0.182 µg/mL、0.013 mg/mL, 还原力和对三种自由基的清除能力高于同浓度的 Vc。说明负压超声法能够制备的刺玫果黄酮有较良好的抗氧化活性。

关键词: 刺玫果; 负压超声; 提取工艺; 抗氧化

文章编号: 1673-9078(2019)01-165-172

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2019.1.024

Study on Extraction and Antioxidant Activity of Flavonoids from *Rosa davurica* Pall. by Negative Pressure Ultrasound

FU Qun, WU Tong, WANG Meng-li

(School of Forestry, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China)

Abstract: Flavonoids from *Rosa davurica* Pall. were extracted with ethanol assisted by negative pressure ultrasonic technology. On the basis of single factor experiment, a three-level Box-Behnken experiment design was applied with ultrasonic time, ultrasonic temperature, ultrasonic power and material-liquid ratio as influencing factors. Using the yield of flavonoids from *Rosa davurica* Pall. as the response value, the extraction process was optimized by response surface methodology as follows: the ratio of material to liquid 1:30, the ultrasonic power 400 W, the ultrasonic time 33 min, and the ultrasonic temperature 56 °C. Under these conditions, the yield of flavonoids reached (3.342±0.027) mg/g. In addition, a predictive quadratic mathematical model was established for extraction of flavonoids from *Rosa davurica* Pall. by ethanol solution. Antioxidant evaluation showed that *Rosa davurica* Pall. flavonoids had good reducibility and radical scavenging abilities towards OH·, DPPH·, and O₂·⁻, with the IC₅₀ values being of 0.021 mg/mL, 0.182 g/mL and 0.013 mg/mL, respectively. Their reducibility and radical scavenging abilities were higher than those of Vc at the same concentrations. The results showed that the flavonoids with good antioxidant activity could be extracted from *Rosa davurica* Pall. by negative pressure ultrasonic method.

Key words: *Rosa davurica* Pall.; negative pressure ultrasound; extraction technology; antioxidant

刺玫果为蔷薇科植物山刺玫(*Rosa davurica* Pall.)的果实, 呈深红色的球形或卵形, 是一种经济价值极高的野生浆果^[1], 天然刺玫果生长在中国大小兴安岭等北方原始森林中, 无任何工业、化学、农药污染^[2], 刺玫果内含多种微量元素和 14 种人体必需的矿质元素, 多种维生素、氨基酸、多不饱和脂肪酸、黄酮、皂苷、多糖、鞣质等化合物, 具有药食同源的开发价值^[3-5]。

收稿日期: 2018-09-18

基金项目: “十三五”国家重点研发计划项目 (2016YFC0500307-07)

作者简介: 符群 (1974-), 博士, 高级工程师, 研究方向: 天然产物分离与制备工艺研究

研究发现, 人类的疾病大部分与自由基关系密切, 如动脉粥样硬化、血栓、糖尿病以及肿瘤, 这些疾病的发生和发展均受自由基的影响, 具有清除机体自由基功能的天然抗氧化物质的研究备受关注, 黄酮类化合物即为其中之一, 黄酮类化合物广泛存在于蔬菜、药用植物当中, 常备作用于药品, 食品等的基料或功能性添加剂, 现如今已成为国内外广泛的研究热点^[6-8]。刺玫果以健脾消食, 敛肺止咳的功效可入药, 民间常鲜食和茶饮, 北方林区尚未规模性开发利用, 在近年的研究报告中显示出该果实具有抗衰老、抗氧化、抗肿瘤、耐缺氧、提高免疫活性和调节心脑血管疾病等作用, 从野生刺玫果中开发天然抗氧化剂具有一定

社会意义及经济意义^[9]。

本文旨在研究响应面优化刺玫果黄酮提取的最佳工艺^[10]，目前黄酮类化合物的传统提取方法主要有水提法、醇提法、碱提法和其他有机溶剂萃取法^[11]，本研究采用负压超声辅助乙醇提取技术，负压超声能够强化扩散、空穴、机械搅动的作用加快刺玫果黄酮的溶解，大大减少了时间的损耗和能源的损耗，使原料在真空条件下以较低的温度完成提取，其中的活性物质得到充分保护作用，提高了黄酮提取量，降低了试验成本^[12,13]。田莉^[12]等通过负压超声技术从苹果渣中提取活性物质，得率达到 6.46 mg/g。游凤^[14]等通过负压超声技术确定提取枣皮多酚的研究发现，与常规浸提、超声浸提相对比，负压超声技术不仅缩短提取时间，而且其提取物活性最高。以 Design-Expert 软件对试验条件进行设计及优化，获得最优的黄酮提取工艺条件，同时评价了刺玫果黄酮的抗氧化活性，为刺玫果资源的深入研究及产业化推进提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料及主要仪器

刺玫果鲜果，由萝北县林业局提供

试剂：芦丁对照品(≥98%)，抗坏血酸(≥98%)，1,1-二苯基-2-苦肼基(DPPH 自由基)，NaNO₂，Al(NO₃)₃，水杨酸，FeSO₄，邻苯三酚，铁氰化钾，FeCl₃等均为分析纯。

仪器：XSE204 电子天平，瑞士梅特勒-托利多仪器(中国)有限公司；T6 新世纪紫外可见分光光度计，北京普析通用仪器有限责任公司；SB25-12DTD 超声波清洗机，宁波新芝生物科技股份有限公司；SHB-III 循环水式多用真空泵，郑州长城科工贸有限公司。

1.2 刺玫果黄酮提取工艺研究

1.2.1 原料处理

鲜刺玫果经清洗去杂，低温干燥后，破碎为 100 目粉末，冷藏备用。

1.2.2 芦丁标准曲线的制作

精密称取干燥至恒重的芦丁 20.000 mg，置于 50 mL 容量瓶中，加无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。吸取芦丁对照品溶液 0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、4.0 mL，分别置于 25 mL 容量瓶中，加入 30%乙醇至总体积为 6 mL；分别加入 5% NaNO₂ 溶液 1 mL，放置 6 min；分别加入 10% Al(NO₃)₃ 溶液 1 mL，摇匀，放置 6 min；分别加入 1 mol/L NaOH 溶液 10 mL，摇匀，加 30%乙醇至刻度，放置 15 min。以 1 mL 30%

乙醇代替对照品溶液，作为空白，在 500 nm 的波长处测定吸光度^[15]。以吸光度(C)为纵坐标，浓度(A)为横坐标进行线性拟合，线性回归得到芦丁标准曲线： $A=13.036C-0.0028$ ， $R^2=0.9994$ 。

1.2.3 黄酮提取过程及得率的计算

准确称取烘干至恒重的 1.0 g 刺玫果粉末，以 70% (V/V) 乙醇溶液，在提取压力-0.1 MPa、超声时间 30 min、超声温度 60 °C、超声功率 400 W、料液比 1:30 条件下提取。将刺玫果黄酮提取液减压抽滤，滤液定容到 100 mL 容量瓶，按 1.2.2 操作代入标准曲线得黄酮含量，并按下式公式(1)计算黄酮得率：

$$Y=(C \times V)/M \quad (1)$$

其中：Y 为刺玫果黄酮的得率(mg/g)；C 为提取液的质量浓度(mg/mL)；V 为提取液的体积；M 为刺玫果的质量(g)。

1.3 单因素试验

准确称取烘干至恒重点 1.0 g 刺玫果粉末，以 70% (V/V) 乙醇溶液，在提取压力-0.1 MPa 条件下，分别考察超声时间(10、20、30、40、50 min)、超声温度(40、50、60、70、80 °C)、超声功率(300、350、400、450、500 W)、料液比(1:10、1:20、1:30、1:40、1:50)条件下，刺玫果黄酮的得率。

1.4 刺玫果黄酮的体外抗氧化活性评价

1.4.1 DPPH 自由基清除率的测定

取不同浓度的供试品溶液 4.0 mL，加入 0.2 mmol/L DPPH·溶液 2.0 mL，反应完全后，以 50%乙醇作为空白，在波长 517 nm 处测定吸光度值(A_{样品})。用蒸馏水代替供试品溶液，测定吸光度值(A_{空白})。用 2.0 mL 无水乙醇代替 DPPH·溶液，测定吸光度值(A_{对照})，以 Vc 为阳性对照^[16]。DPPH 清除率按公式(2)计算：

$$\text{DPPH·清除率}/\%=(A_{\text{空白}}-A_{\text{样品}}+A_{\text{对照}})/A_{\text{空白}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：A_{样品}为 DPPH 自由基与供试品溶液混合后的吸光值；A_{空白}为 DPPH 自由基与蒸馏水混合后的吸光值，A_{对照}为供试品溶液与无水乙醇混合后的吸光值。

1.4.2 羟基自由基(·OH)清除力的测定

配制不同质量浓度的样品溶液，取 1.5 mL 样品溶液，分别加入 1.0 mL 2.5 mmol/L 的水杨酸溶液、1.0 mL 5 mmol/L FeSO₄ 溶液和 2 mL 蒸馏水，充分混匀，加入 1 mL 5 mmol/L 的 H₂O₂，置于 37 °C 恒温水浴锅中反应 30 min，再置于 510 nm 波长处测定其吸光度，以蒸馏水做空白参比，同时以 Vc 做阳性对照^[17]。羟基自由基清除率按公式(3)计算：

$$\cdot\text{OH} \text{ 清除率}/\%=[1-(A_2-A_1)/A_0]\times 100\% \quad (3)$$

式中: A_0 为空白对照吸光度; A_2 为样品溶液吸光度; A_1 样品溶液吸光度 (蒸馏水代替 H_2O_2)。

1.4.3 超氧阴离子自由基($\text{O}_2^{\cdot-}$)清除率的测定

取 50 mmol/L 的 Tris-HCl 缓冲液 (pH=8.2) 2.25 mL, 加入 2 mL 不同浓度待测样品, 然后加入 5 mmol/L 邻苯三酚溶液 1 mL, 混匀, 室温下反应 20 min, 最后加入 10 mol/L 浓盐酸 1 滴, 终止反应, 以蒸馏水调零, 在 420 nm 处测定吸光度 A , 对照组以蒸馏水代替邻苯三酚溶液, 于 420 nm 处测定吸光度 A_1 , 空白组以蒸馏水代替样品溶液于 420 nm 处测定吸光度 A_0 , 以 Vc 做阳性对照^[18], 超氧阴离子自由基清除率按公式 (4) 计算:

$$\text{O}_2^{\cdot-}=[1-(A-A_1)/A_0]\times 100\% \quad (4)$$

式中: A_0 为空白对照吸光度; A 为样品溶液吸光度; A_1 样品溶液吸光度 (蒸馏水代替邻苯三酚)。

1.4.4 总还原能力的测定

分别取 1 mL 不同浓度的样品溶液于 10 mL 离心管中, 加入 pH 6.6 的 0.2 mol/L 磷酸盐缓冲液 2 mL 和 1% 铁氰化钾溶液 2 mL, 摇匀, 50 °C 水浴 20 min, 取出后迅速冷却, 加入 10% 三氯乙酸溶液 2 mL, 摇匀。取上述溶液 2 mL 于 10 mL 离心管中, 加入 2 mL 去离子水和 0.1% FeCl_3 溶液 0.4 mL, 摇匀, 测定其在 700 nm 处的吸光度, 以去离子水为空白, 以 $A_{700\text{nm}}$ 表示样品还原能力, 以 Vc 做阳性对照^[18]。

1.5 数据分析

采用 Excel 和 SPSS 18.0 对数据进行分析 (显著性界值为 $p<0.05$, 极显著性界值为 $p<0.01$)。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 超声时间对黄酮得率的影响

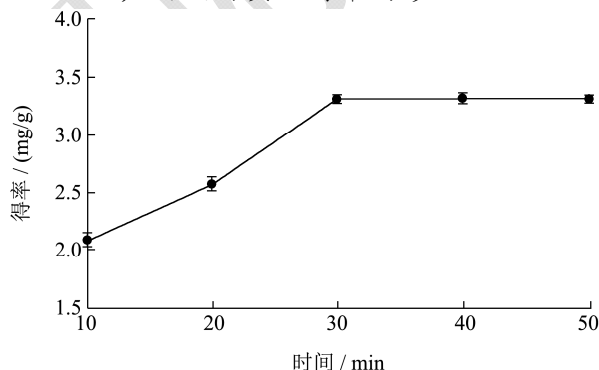


图1 超声时间对黄酮得率的影响

Fig.1 Effect of ultrasonic time on Extraction of flavonoids

由图 1 可知, 随着超声时间的延长, 黄酮得率逐渐升高, 当超声时间超过 30 min 时, 黄酮得率趋于平稳且略有下降, 分析原因可能是过长的超声时间使刺玫果细胞中许多不溶物和黏液质等进入提取液, 加大了传质阻力, 影响黄酮的溶出^[19], 因此, 超声时间选择 30 min。

2.1.2 超声温度对黄酮得率的影响

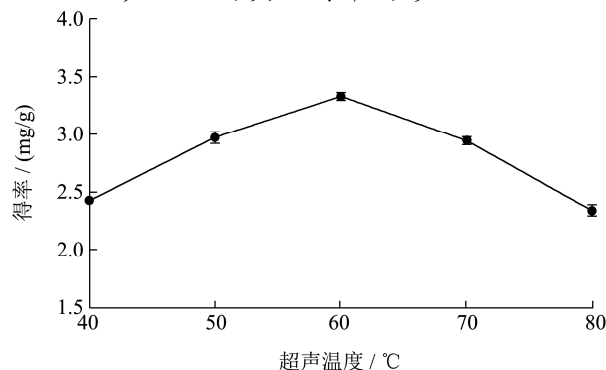


图2 超声温度对黄酮得率的影响

Fig.2 Effect of ultrasonic temperature on the yield of flavonoids

由图 2 可知, 随着超声温度的延长, 黄酮得率逐渐升高, 当超声温度超过 60 °C 时, 黄酮得率显著下降, 分析原因可能是过高的温度加快了乙醇溶液的蒸发, 使提取溶剂减少, 而刺玫果内的黄酮类物质也可能因高温而分解^[20], 因此超声温度选择 60 °C。

2.1.3 超声功率对黄酮得率的影响

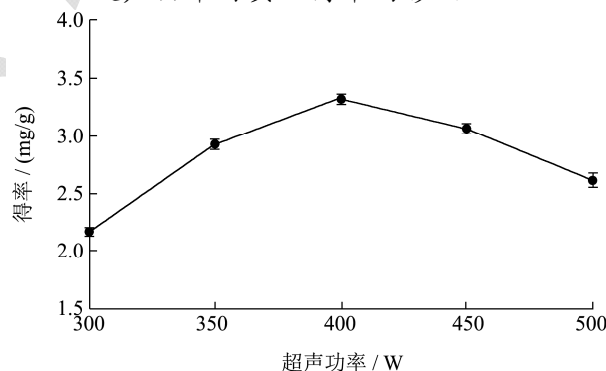


图3 超声功率对黄酮得率的影响

Fig.3 Effect of ultrasonic power on the yield of flavonoids

由图 3 可知, 随着超声功率的增大, 黄酮得率逐渐升高, 当超声功率达到 400 W 时, 继续提高超声功率, 黄酮得率开始下降, 分析原因可能是当超声功率超过 400 W 时, 剧烈震动会破坏刺玫果黄酮结构, 导致黄酮浸提量下降^[21]。所以, 超声功率选择 400 W。

2.1.4 料液比对黄酮得率的影响

由图 4 可知, 随着提取溶剂的增加, 黄酮得率逐渐升高, 当料液比为 1:30 时, 黄酮得率达到最大, 继续增加提取溶剂, 黄酮得率开始下降, 分析原因可能是由于溶剂量较高, 刺玫果内的其他物质先与黄酮类

物质溶出，导致刺玫果黄酮提取量减小。从节约成本的方面考虑，料液比选择 1:30。

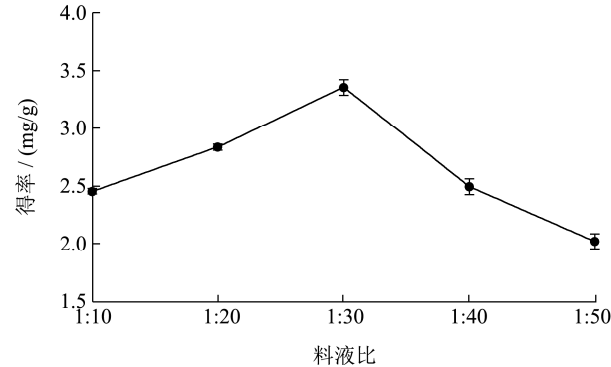


图 4 料液比对黄酮得率的影响

Fig.4 Effect of feed to liquid ratio on yield of flavonoids

2.2 响应面法优化

2.2.1 响应面设计及结果分析

根据单因素的试验结果，运用 Design-Expert 8.0.6 软件程序根据 Box-Behnken 中心组合试验设计原理，以黄酮得率为响应值，设计超声时间(A)，超声温度(B)，超声功率(C)，料液比(D)四因素三水平 29 组响应面优化试验，各因素水平见表 1，响应面结果见表 2。

表 1 响应面试验设计因素与水平

Table 1 Factors and levels of response surface design				
水平	因素			
	A 超声 时间/min	B 超声 温度/℃	C 超声 功率/W	D 料液比
-1	20	50	350	1:20
0	30	60	400	1:30
1	40	70	450	1:40

采用 Design-Expert 8.0.6 软件对试验数据进行多元二次回归拟合，得到以黄酮得率为响应值的回归方程：

$$Y=3.29+0.11A-0.18B-0.056C+0.13D-0.19AB-0.15AC-0.11AD+0.06BC+0.098BD+0.063CD-0.3A^2-0.42B^2-0.16C^2-0.11D^2$$

由表 3 可知，失拟项 $p>0.05$ ，说明差异不显著；模型 $p<0.01$ ，说明差异极显著。 $R^2=0.9452$ ， $R^2_{Adj}=0.8904$ ，说明试验数据与模型拟合程度良好，因此，

该模型可被用于分析预测刺玫果黄酮提取工艺。由表中 F 值可以得出 4 个响应值对黄酮得率的影响程度为 $C>D>A>B$ ；AC， A^2 ， B^2 ， C^2 对响应值影响极显著 ($p<0.01$)；AB，AD， D^2 对响应值影响显著 ($p<0.05$)；BC，BD，CD 对响应值影响不显著 ($p>0.05$)。

表 2 响应面设计及试验结果

Table 2 Response surface design and experimental results					
序号	A 超声 时间/min	B 超声 温度/℃	C 超声 功率/W	D 料液比	黄酮得率 / (mg/g)
1	-1	0	-1	0	2.431
2	0	0	0	0	3.309
3	1	1	0	0	2.706
4	0	-1	1	0	2.61
5	-1	-1	0	0	2.618
6	0	1	1	0	2.472
7	1	0	0	-1	2.907
8	0	0	-1	1	2.897
9	0	1	-1	0	2.668
10	-1	1	0	0	2.925
11	0	-1	-1	0	3.046
12	-1	0	1	0	2.431
13	1	0	1	0	2.387
14	0	0	1	1	2.733
15	0	1	0	1	3.176
16	-1	0	0	-1	2.43
17	0	-1	0	1	3.132
18	0	-1	0	-1	3.037
19	0	0	-1	-1	2.942
20	1	0	0	1	3.093
21	0	0	0	0	3.315
22	0	0	1	-1	2.386
23	1	-1	0	0	3.001
24	0	0	0	0	3.374
25	1	0	-1	0	3.141
26	0	0	0	0	3.342
27	0	0	0	0	3.13
28	0	1	0	-1	2.827
29	-1	0	0	1	3.063

表 3 方差分析表

Table 3 Variance analysis table						
方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	p 值	显著性
模型	2.61	14	0.19	17.25	<0.0001	**
A	0.15	1	0.15	13.76	0.0023	**
B	0.037	1	0.037	3.46	0.0841	N

转下页

接上页

C	0.37	1	0.37	34.15	<0.0001	**
D	0.2	1	0.2	18.86	0.0007	**
AB	0.091	1	0.091	8.37	0.0118	*
AC	0.14	1	0.14	13.13	0.0028	**
AD	0.05	1	0.05	4.62	0.0497	*
BC	0.014	1	0.014	1.33	0.268	N
BD	0.016	1	0.016	1.49	0.2423	N
CD	0.038	1	0.038	3.55	0.0805	N
A ²	0.58	1	0.58	53.76	<0.0001	**
B ²	0.17	1	0.17	16.1	0.0013	**
C ²	1.16	1	1.16	107.31	<0.0001	**
D ²	0.083	1	0.083	7.69	0.015	*
残差	0.15	14	0.011			
失拟项	0.12	10	0.012	1.27	0.4406	N
纯误差	0.036	4	9.067×10 ⁻³			
总和	2.77	28				
R ²	0.9452					
R ² _{Adj}	0.8904					

注: **为差异极显著($p<0.01$), *为差异显著($p<0.05$), N表示影响不显著($p>0.05$)。

2.2.2 响应面图分析与优化

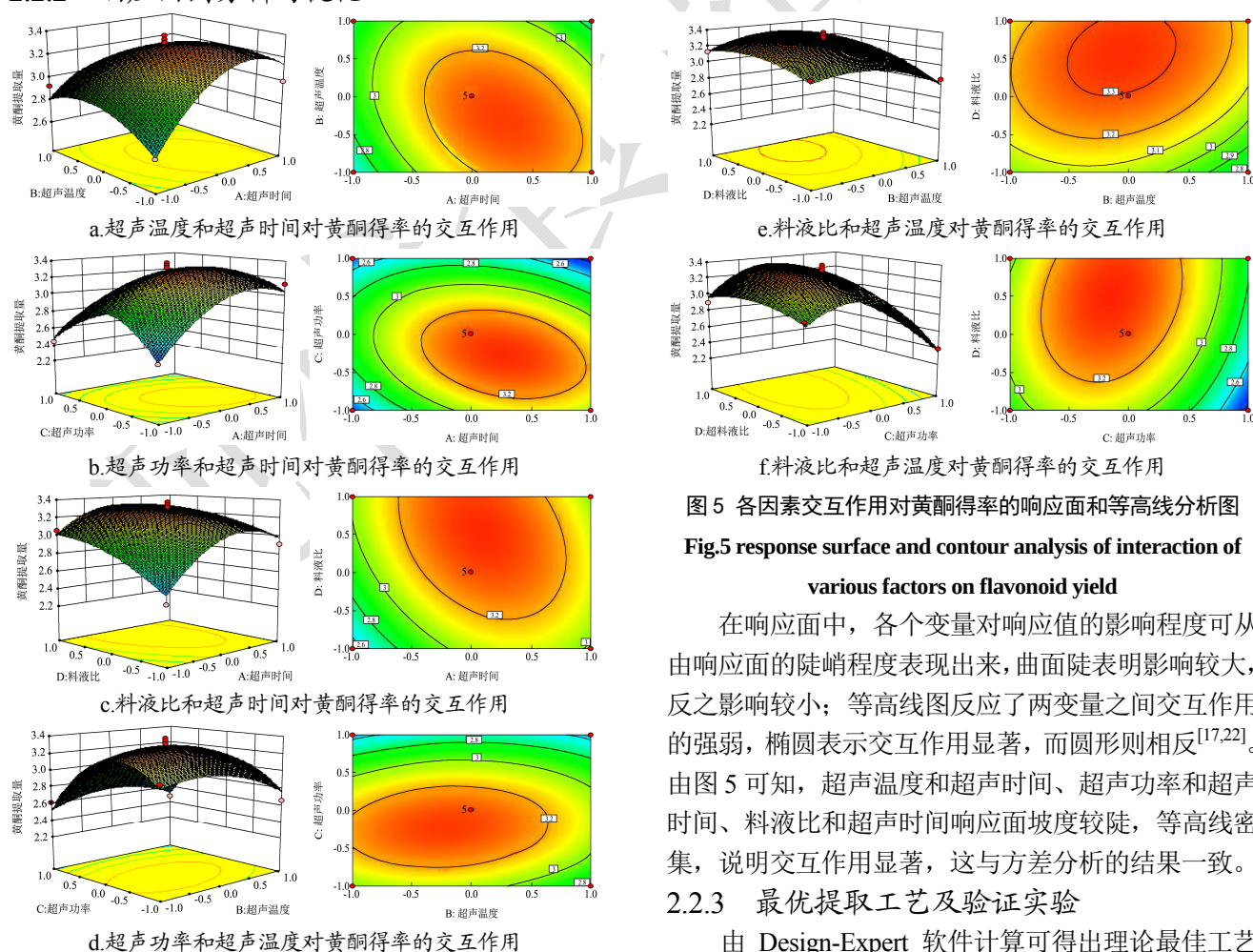


图5 各因素交互作用对黄酮得率的响应面和等高线分析图

Fig.5 response surface and contour analysis of interaction of various factors on flavonoid yield

在响应面中,各个变量对响应值的影响程度可由响应面的陡峭程度表现出来,曲面陡表明影响较大,反之影响较小;等高线图反应了两变量之间交互作用的强弱,椭圆表示交互作用显著,而圆形则相反^[17,22]。由图5可知,超声温度和超声时间、超声功率和超声时间、料液比和超声时间响应面坡度较陡,等高线密集,说明交互作用显著,这与方差分析的结果一致。

2.2.3 最优提取工艺及验证实验

由 Design-Expert 软件计算可得出理论最佳工艺

条件: 料液比为 1:32.1, 超声功率为 386.14 W, 超声时间为 33.16 min, 超声温度 56.75 °C, 黄酮得率为 (3.359±0.033) mg/g。考虑生产实践中的易操作性, 将料液比取值 1:30, 超声功率 400 W, 超声时间 30 min, 超声温度 56 °C。通过验证试验, 黄酮得率为 (3.342±0.027) mg/g, 试验结果与模型符合良好, 说明该模型优化刺玫果黄酮提取工艺可靠。在同等条件下作对比试验, 得出普通常压醇提法的刺玫果黄酮得率为 (2.9±0.017) mg/g。

2.3 抗氧化活性测定

2.3.1 对 DPPH 自由基的清除能力

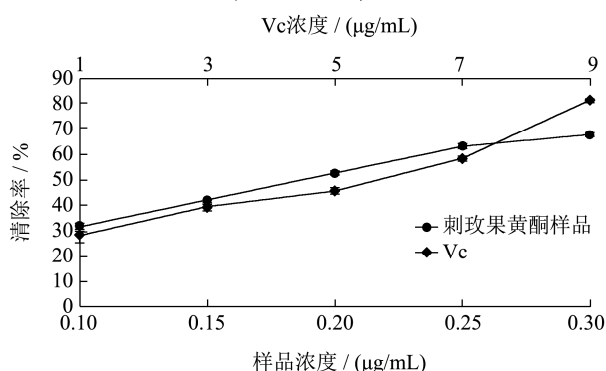


图 6 刺玫果黄酮对 DPPH 自由基的清除作用

Fig.6 Scavenging effect of flavonoids from *Rosa davurica* Pall. on DPPH free radical

由图 6 可知, 在一定浓度范围内, 随着浓度的增加, 刺玫果黄酮和 Vc 对 DPPH 自由基的清除率均有提高, 通过计算, 刺玫果黄酮和 Vc 对 DPPH 自由基清除率的 IC_{50} 值为 0.182 μg/mL、4.010 μg/mL, 刺玫果黄酮对 DPPH 自由基清除能力要高于 Vc, 刺玫果黄酮有超强的清除 DPPH 自由基作用。

2.3.2 对羟基自由基的清除能力

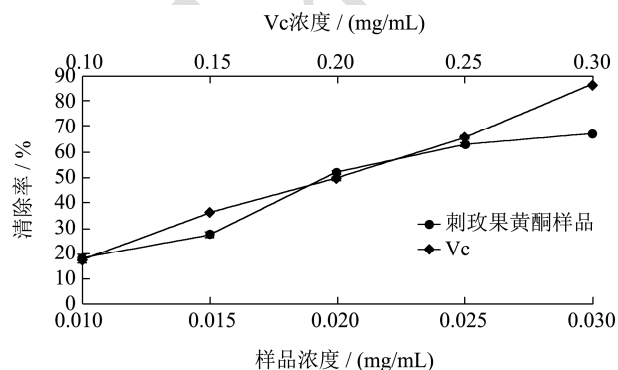


图 7 刺玫果黄酮对羟基自由基的清除作用

Fig.7 Scavenging effect of flavonoids from *Rosa davurica* Pall. on hydroxyl free radicals

由图 7 可知, 在一定浓度范围内, 刺玫果黄酮和 Vc 清除羟基自由基的作用呈现显著的剂效正相关。刺

玫果黄酮和 Vc 对羟基自由基的清除率的 IC_{50} 值分别为 0.021 mg/mL、0.188 mg/mL, 刺玫果黄酮对羟基自由基清除能力较 Vc 要超出近 10 倍。

2.3.3 对超氧阴离子自由基的清除能力

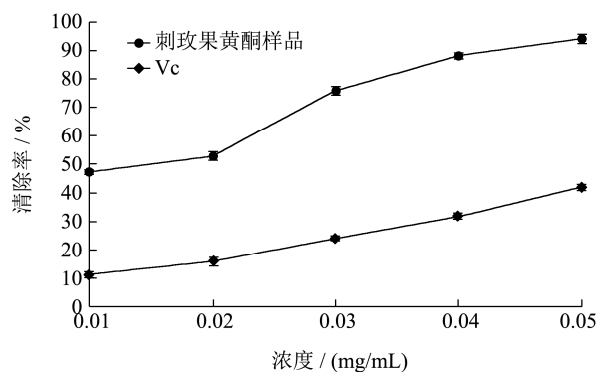


图 8 刺玫果黄酮对超氧阴离子自由基的清除作用

Fig.8 Scavenging effect of flavonoids from *Rosa davurica* Pall. on superoxide anion

由图 8 可知, 随着浓度的增加, 刺玫果黄酮和 Vc 对超氧阴离子自由基的清除率均有提高, 在同浓度情况下, 刺玫果黄酮对超氧阴离子的清除率均高于 Vc。而刺玫果黄酮和 Vc 对超氧阴离子自由基的清除率的 IC_{50} 值为 0.013 mg/mL、0.076 mg/mL, 刺玫果黄酮对超氧阴离子自由基的清除能力显著高于 Vc。

2.3.4 刺玫果黄酮的还原力

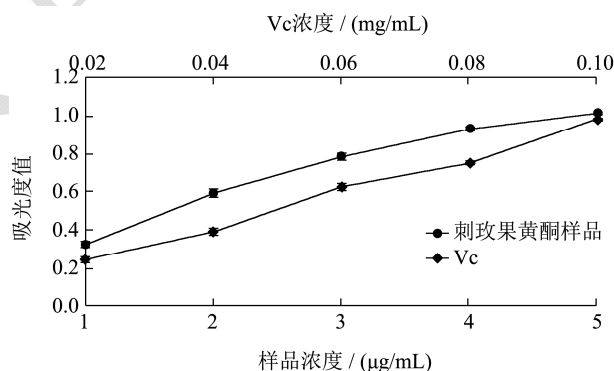


图 9 刺玫果黄酮的还原力

Fig.9 Reducing power of flavonoids from *Rosa davurica* Pall.

由图 9 可知, 在测定的浓度范围内, 随着浓度的增加, 刺玫果黄酮和 Vc 的还原力均有提高, Vc 在 0.1 mg/mL 时吸光度为 0.975, 刺玫果黄酮在 5 μg/mL 时吸光度值为 1.008, 还原力远远高于 Vc, 所以, 刺玫果黄酮有较强的还原力。

黄酮类物质是大部分具有一定程度的共轭结构的多羟基化合物, 具有较好的抗氧化性^[23]。周宁^[24]等对木薯叶总黄酮进行乙醇超声提取, 对得到的提取物进行抗氧化活性测定, 结果表明木薯叶总黄酮对羟基、DPPH 自由基的清除能力和总还原力皆高于同等浓度的 Vc; 卢赛赛^[25]等对杨梅叶中总黄酮进行提取并研究

其抗氧化能力,结果表明,杨梅叶总黄酮对 DPPH 自由基的清除能力 (IC_{50} 值为 $5.62 \mu\text{g/mL}$) 要强于 Vc (IC_{50} 值为 $31.386 \mu\text{g/mL}$),而当质量浓度为 $30 \mu\text{g/mL}$ 时,杨梅叶总黄酮的还原力是 Vc 的 2 倍;与相似研究对比可知,刺玫果黄酮的还原力和对 DPPH 自由基、超氧阴离子、羟基自由基的清除能力均较强,且清除率随浓度的增大而增大,具有一定的量效关系。

3 结论

3.1 采用负压超声辅助乙醇提取刺玫果黄酮,在单因素试验基础上,通过响应面对刺玫果黄酮的提取工艺进行优化,优化后的最佳提取工艺条件:料液比取值 1:30,超声功率 400 W,超声时间 30 min,超声温度 56°C ,黄酮得率为 $(3.342 \pm 0.027) \text{ mg/g}$,与模型预测值相近。该方法所得到的刺玫果提取量比普通常压超声醇提法提高了 15.2%。

3.2 本文研究了刺玫果黄酮对 DPPH 自由基、超氧阴离子、羟基自由基的清除能力和还原力,并以抗坏血酸作为阳性对照,结果表明,刺玫果黄酮对 DPPH 自由基、超氧阴离子、羟基自由基的清除能力的 IC_{50} 值分别为 0.182、0.013、0.021 mg/mL ,而 Vc 对 DPPH 自由基、超氧阴离子、羟基自由基的清除能力的 IC_{50} 值分别为 4.010、0.076、0.188 mg/mL ,由此说明,刺玫果黄酮的还原力、对自由基的清除能力要强于 Vc,这说明刺玫果黄酮有较好的抗氧化性,可作为潜在天然抗氧化剂应用于药品或功能食品中。

3.3 综上所述,刺玫果作为一种营养价值高的天然抗氧化剂来源,在食品、药品方面具有可观的潜在应用价值,同时改观北方林下野生浆果处于落果荒山的资源浪费现状,为刺玫果资源进一步利用提供理论依据,为刺玫果实现产业转化打下了很好的基础。

参考文献

- [1] 李小第,姜会敏,霍雅玉,等.刺玫果果肉石油醚层化学成分及胰脂酶和 α -糖苷酶抑制活性研究[J].天然产物研究与开发,2015,27:1011-1015
LI Xiao-di, JIANG Hui-min, HUO Ya-yu, et al. Chemical constituents of petroleum ether fraction of the pericarps of *Rosa davurica* Pall. and their inhibitory activity on lipase and α -glucosidase [J]. Natural Product Research and Development, 2015, 27: 1011-1015
- [2] 刘月华,施云芬,魏群,等.天然野生刺玫果醋酿造工艺研究[J].食品工业,2016,37(1):40-42
LIU Yue-hua, SHI Yun-fen, WEI Qun, et al. Study on the processing technology of wild dahurian rose fruit vinegar [J]. The Food Industry, 2016, 37(1): 40-42
- [3] 钟方丽,王晓林,薛健飞,等.刺玫果化学成分的研究[J].林产化学与工业,2014,34(4):126-130
ZHONG Fang-li, WANG Xiao-lin, XUE Jian-fei, et al. Chemical constituents in the fruit of *Rosa davurica* Pall. [J]. Chemistry and Industry of Forest Products, 2014, 34(4): 126-130
- [4] 李小第,姜会敏,霍雅玉,等.刺玫果果肉石油醚层化学成分及胰脂酶和 α -糖苷酶抑制活性研究[J].天然产物研究与开发,2015,27:1011-1015
LI Xiao-di, JIANG Hui-min, HUO Ya-yu, et al. Chemical constituents of petroleum ether fraction of the pericarps of *Rosa davurica* Pall. and their inhibitory activity on lipase and α -glucosidase [J]. Natural Product Research and Development, 2015, 27: 1011-1015
- [5] 王晓林,金龙哲,钟方丽,等.气相色谱法测定刺玫果总黄酮中大孔树脂残留物[J].食品工业,2017,38(4):292-296
WANG Xiao-lin, JIN Long-zhe, ZHONG Fang-li, et al. Resin residue determination of total flavonoids in fruits of *Rosa davurica* Pall. with gas chromatography method [J]. The Food Industry, 2017, 38(4): 292-296
- [6] The Su Moe, Htet Htet Win, Thin Thin Hlaing, et al. Evaluation of *in vitro* antioxidant, antiglycation and antimicrobial potential of indigenous Myanmar medicinal plants [J]. Journal of Integrative Medicine, 2018, 16(5): 358-366
- [7] Jiakai GUO, Bing HU, Lei GUO. Isolation and identification of antioxidative active component from total flavonoids of Mimenghua [J]. Agricultural Science & Technology, 2017, 4: 719-723
- [8] 周伟,于笛,迟治平,等.超声微波协同萃取紫丁香叶总黄酮工艺及其稳定性研究[J].中国食品添加剂,2018,8:111-119
ZHOU Wei, YU Di, CHI Zhi-ping, et al. Study on ultrasonic-microwave synergistic extraction process and stability of total flavonoids from *Syringa oblata* leaves [J]. China's Food Additives, 2018, 8: 111-119
- [9] 冯彬彬,金哲雄.刺玫果研究进展[J].黑龙江医药,2014,27(4): 785-788
FENG Shan-shan, JIN Zhe-xiong. Research progress of *Fructus Rosae davuricae* [J]. Heilongjiang Medicine Journal, 2014, 27(4): 785-788
- [10] Lihuan YUAN, Jiangyan DUAN. Optimization of enzyme-assisted extraction technology for tartary buckwheat shell procyanidins with response surface methodology [J]. Agricultural Science & Technology, 2017, 18(7): 1196-1201

- [11] 石松标,周妙玲,莫红玲,等.超声波辅助纤维素酶解法优化毛果鱼藤总黄酮的提取工艺及抗氧化活性[J].食品科技,2018,43(8):215-221
SHI Song-biao, ZHOU Miao-ling, et al. Optimization of extraction process and antioxidant activity of total flavonoids from *Derris eriocarpa* How. by ultrasonic-assisted cellulose [J]. Food Science and Technology, 2018, 43(8): 215-221
- [12] 田莉,李海萍,袁亚宏,等.真空耦合超声波提取苹果渣多酚的工艺优化[J].食品科学,2017,38(14):233-239
TIAN Li, LI Hai-ping, YUAN Ya-hong, et al. Optimization of ultrasound-vacuum assisted extraction of polyphenols from apple pomace [J]. Food Science, 2017, 38(14): 233-239
- [13] 付婧,岳田利,袁亚宏,等.真空耦合超声提取茶多酚的工艺研究[J].西北农林科技大学学报,2013,41(3):172-178
FU Jing, YUE Tian-li, YUAN Ya-hong, et al. Extraction of tea polyphenols by ultrasonic-vacuum technology [J]. Journal of Northwest A&F University, 2013, 41(3): 172-178
- [14] 游凤,黄立新,张彩虹,等.超声波辅助减压提取枣皮多酚的研究[J].林产化学与工业,2014,34(1):107-112
YOU Feng, HUANG Li-xin, ZHANG Cai-hong, et al. Ultrasound-assisted vacuum extraction of polyphenols from jujube peel [J]. Chemistry and Industry of Forest Products, 2014, 34(1): 107-112
- [15] 叶松华,王晓燕,杨莹莹,等.黄刺玫果中总黄酮的提取工艺研究[J].山西医科大学学报,2013,44(7):535-538
YE Song-hua, WANG Xiao-yan, YANG Ying-ying, et al. Study on extraction process of flavonoids from fruit of *Rosa xanthina* Lindl [J]. Journal of Shanxi Medical University, 2013, 44(7): 535-538
- [16] Marian Naczki, Ryszard Amarowicz, Ryszard Zadernowski, et al. Antioxidant activity of crude phenolic extracts from wild blueberry leaves [J]. Pol J Food Nutr Sci, 2003, 53(12): 166-169
- [17] 陈红,梅谢翎.响应面法优化半枝莲黄酮提取工艺及体外抗氧化性分析[J].食品科学,2016,37(2):45-50
CHEN Hong, MEI Xie-ling. Optimization of extraction process for flavonoid from *Soutellaria barbata* by response surface methodology and evaluation of its antioxidant activity [J]. Food Science, 2016, 37(2): 45-50
- [18] 杨喆,万山,张乔会,等.响应面法优化山杏核壳总黄酮提取工艺及其抗氧化性的研究[J].食品工业科技,2015,36(6): 279-284
YANG Zhe, WAN Shan, ZHANG Qiao-hui, et al. Study on optimization of extraction of total flavonoids from shell of wild apricot by response surface methodology and its antioxidant activity [J]. Food Industry Technology, 2015, 36(6): 279-284
- [19] 贾楠,赵二芳,范建凤,等.洋葱黄酮超声波辅助提取工艺优化及其抗氧化活性研究[J].河南工业大学学报,2015,36(2): 62-65
JIA Nan, ZHAO Er-lao, FAN Jian-feng, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction technology and antioxidant activities of onion flavonoids [J]. Journal of Henan University of Technology, 2015, 36(2): 62-65
- [20] 李飞,任清,季超,等.苦荞籽粒黄酮的提取纯化及抗氧化活性研究[J].食品科学技术学报,2015,33(6):57-82
LI Fei, REN Qing, JI Chao, et al. Extraction and antioxidant activity of total flavonoids from *Tartary buckwheat* seed [J]. Journal of Food Science and Technology, 2015, 33(6): 57-82
- [21] 陈婷,徐文斌,洪怡蓝,等.响应面法优化甜叶菊残渣中总黄酮提取工艺及抗氧化活性[J].食品科学,2016,37(18):52-57
CHEN Ting, XU Wen-bin, HONG Yi-lan, et al. Total flavonoids from *Stevia rebaudiana* residue: Optimization of extraction process by response surface methodology and antioxidant activity evaluation [J]. Food Science, 2016, 37(18): 52-57
- [22] 李芬芳,马艳弘,赵密珍,等.响应面优化提取草莓多酚及其抗氧化活性研究[J].江苏农业科学,2018,46(1):141-145
LI Fen-fang, MA Yan-hong, ZHAO Mi-zhen, et al. Study on extraction of polyphenols from Strawberry by response surface methodology and its antioxidant activity [J]. Jiangsu Agricultural Sciences, 2018, 46(1): 141-145
- [23] 张黎明,李瑞超,郝利民,等.响应面优化玛咖叶总黄酮提取工艺及其抗氧化活性研究[J].现代食品科技,2014,30(4): 233-239
ZHANG Li-ming, LI Rui-chao, HAO Li-min, et al. Response surface methodology for optimization of extracting total flavonoids from maca leaves and antioxidant evaluation [J]. Modern Food Science and Technology, 2014, 30(4): 233-239
- [24] 周宁,赵晓璐,谢庆武.超声波辅助提取木薯叶总黄酮及抗氧化性研究[J].粮食与油脂,2016,29(10):21-24
ZHOU Ning, ZHAO Xiao-lu, XIE Qing-wu. Study on ultrasound-assisted extraction of flavonoids in *Cassava* leaves and its antioxidant activity [J]. Cereals & Oils, 2016: 29(10), 21-24
- [25] 卢赛赛,许凤,王鸿飞,等.杨梅叶中总黄酮提取及其抗氧化能力研究[J].果树学报,2015,32(3):460-468
LU Sai-sai, XU Feng, WANG Hong-fei, et al. Extraction and antioxidant activities of total flavonoids from *Myrica rubra* leaves [J]. Journal of Fruit Science, 2015, 32(3): 460-468

现代食品科技