

红米米糠膳食纤维中结合多酚的提取优化、成分分析和功能活性

顾玥, 余强*

(南昌大学食品科学与资源挖掘全国重点实验室, 中加食品科学技术联合实验室(南昌), 江西南昌 330047)

摘要: 为了优化红米米糠膳食纤维(Red Rice Bran Dietary Fiber, RBDF)中结合多酚(Bound Polyphenols, BP)的提取方法, 分析其成分组成并评估功能活性。通过单因素试验结合 Box-Behnken 响应面法优化结合多酚的提取条件, 事实证明, 碱水解法在释放 RBDF-BP 方面更具优势(144.79 mg GAE/g DM), 显著优于酸水解法。基于 UPLC-ESI-QTOF-MS/MS 对 RBDF-BP 进行系统定性分析, 鉴定出 21 种酚类化合物, 进一步通过 UPLC-ESI-QQQ-MS/MS 对 15 种主要成分进行靶向定量。通过 DPPH·、ABTS⁺ 和 ·OH 自由基清除试验综合评估了其体外抗氧化能力, 与抗坏血酸(Vc)相比, RBDF-BP 具有更显著的体外抗氧化活性。此外, RBDF-BP 对 α-淀粉酶与 α-葡萄糖苷酶均具浓度依赖性抑制作用, 且对 α-葡萄糖苷酶的抑制效果更为显著(IC₅₀=14.54 μg/mL)。该研究确定了 RBDF-BP 的最佳提取工艺, 明确了其组成及含量, 验证了其抗氧化活性与降糖潜能, 为 RBDF-BP 在功能食品与慢病干预中的应用奠定了科学基础。

关键词: 红米米糠膳食纤维; 结合多酚; 工艺优化; 抗氧化特性; 酶抑制活性

文章编号: 1673-9078(2025)10-32-42 DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2025.10.0668

Optimization of Extraction, Compositional Analysis, and Functional Activities of Bound Polyphenols in Red Rice Bran Dietary Fiber

GU Yue, YU Qiang*

(State Key Laboratory of Food Science and Resources, China-Canada Joint Lab of Food Science and Technology (Nanchang), Nanchang University, Nanchang 330047, China)

Abstract: An extraction method for bound polyphenols (BPs) in red rice bran dietary fiber (RBDF) was developed and optimized, followed by analysis of the chemical composition and functional activities of RBDF-BPs. Conditions for BP extraction were optimized through single-factor experiments combined with the Box-Behnken response surface methodology. Alkaline hydrolysis was found to be more effective than acid hydrolysis in releasing RBDF-BPs, with a maximum total phenolic content (TPC) of 144.79 mg GAE/g DM obtained using the former method. A total of 21 polyphenolic compounds were identified by systematic quantitative analysis of RBDF-BPs using UPLC-ESI-QTOF-MS/MS, and 15 main components were subjected to targeted quantification using UPLC-ESI-QQQ-MS/MS. The *in vitro* antioxidant activities of RBDF-BPs were comprehensively assessed via DPPH·, ABTS⁺, and ·OH radical scavenging assays. RBDF-BPs exhibited significantly stronger *in vitro* antioxidant activities than vitamin C. RBDF-BPs also exerted dose-dependent inhibitory effects on both α-amylase and α-glucosidase, with the inhibitory effect

引文格式:

顾玥,余强.红米米糠膳食纤维中结合多酚的提取优化、成分分析和功能活性[J].现代食品科技,2025,41(10):32-42.

GU Yue, YU Qiang. Optimization of extraction, compositional analysis, and functional activities of bound polyphenols in red rice bran dietary fiber [J]. Modern Food Science and Technology, 2025, 41(10): 32-42.

收稿日期: 2025-05-16 ; 修回日期: 2025-07-01 ; 接受日期: 2025-07-07
基金项目: 国家自然科学基金面上项目 (31972066); 江西省重点研发计划项目 (20232BBF60026)
作者简介: 顾玥 (2000-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品科学, E-mail : 18379981098@163.com
通讯作者: 余强 (1986-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 食品功能组分的活性及机制、功能食品研究与开发, E-mail : yuqiang8612@163.com

on α -glucosidase being notably stronger ($IC_{50}=14.54 \mu\text{g/mL}$). In the present study, the optimal extraction process of RBDF-BPs was determined, the composition and content of the chemical components of RBDF-BPs were elucidated, and their antioxidant activities and hypoglycemic potential were verified. The results of this study may serve as a scientific basis for the application of RBDF-BPs in functional foods and chronic disease prevention.

Key words: red rice bran dietary fiber; bound polyphenols; process optimization; antioxidant properties; enzyme inhibitory activity

红米 (*Oryza sativa* L.) 因其富含生物活性成分, 在功能性食品和健康科学领域受到广泛关注。红米米糠是红米加工过程中产生的主要副产物, 含有丰富的膳食纤维、多酚、蛋白质及微量元素等, 具有较高的营养价值和生物活性^[1]。然而, 目前红米米糠的利用率较低, 主要被用作饲料或低附加值产品, 未能充分开发其潜在功能^[2]。膳食纤维 (Dietary Fiber, DF) 不仅具有促进肠道健康、调节血糖的作用, 还能与多酚结合形成稳定复合物, 提高多酚的稳定性和生物利用度^[3,4]。多酚作为天然抗氧化剂, 因其结构中富含酚羟基, 能够有效清除自由基, 抑制脂质过氧化, 从而延缓衰老并降低慢性病风险^[5]。结合多酚 (Bound Polyphenol, BP) 通常与膳食纤维、蛋白质或碳水化合物以共价或非共价方式结合, 需要特定的解离方式才能释放出来。目前, 酸、碱水解法是提取结合多酚的常见方法, 其中酸解能破坏细胞壁结构, 提高酚类释放率, 而碱解则能有效解离与细胞壁多糖或木质素结合的酚类化合物^[6,7]。已有研究表明, 酸碱处理方式及其优化条件对多酚的提取率和生物活性影响显著。例如, 廖霞等^[8]对黑脉羊肚菌的多酚提取研究发现, 不同溶剂和 pH 值影响了 6 种主要酚类的提取效果; 芦慧敏等^[9]对羊肚菌的多酚提取研究表明, 提取条件显著影响没食子酸、原儿茶酸等主要酚类的含量。然而, 目前针对红米米糠膳食纤维结合多酚的提取优化研究较少, 制约了其在功能食品和健康产品中的进一步开发。

本研究采用响应面法 (Response Surface Methodology, RSM) 优化酸碱水解法, 系统优化红米米糠膳食纤维结合多酚的提取工艺, 以提高结合多酚的提取率。进一步利用 UPLC-ESI-QTOF-MS/MS 和 UPLC-ESI-QQQ-MS/MS 技术对其酚类成分进行定性与定量分析, 并通过自由基清除能力和糖苷酶抑制实验系统评价其抗氧化活性与降糖潜能。本研究旨在为红米米糠结合多酚的高值化开发与功能食品应用提供理论依据和技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

新鲜红米米糠采购自江西省井冈山市。

耐高温 α -淀粉酶、木瓜蛋白酶、1,1-二苯基-2-吡喃肼, Sigma-Aldrich 公司; Folin-Ciocalteu 试剂、无水碳酸钠, 阿拉丁生物技术有限公司; 无水乙醇、氢氧化钠、硫酸, 西陇科学股份有限公司; 色谱纯甲醇、色谱纯乙腈, 德国默克色谱试剂公司; ABTS 试剂盒, 北京索莱宝科技有限公司; 羟自由基测定试剂盒, 南京建成生物科技有限公司; 没食子酸、对羟基肉桂酸、维生素 C、水杨酸、咖啡酸、儿茶素、原儿茶醛、对羟基苯甲醛等标准品均购自上海源叶生物技术有限公司。

1.1.2 仪器与设备

FA2204B 电子天平, 上海精科天美科学仪器有限公司; MYP2011-150 电动搅拌器, 上海梅颖浦仪器仪表公司; TU-1810DAPC 紫外分光光度计, 北京普析仪器公司; Mettler Toledo pH 计, 梅特勒-托利多国际贸易 (上海) 有限公司; HH-4 恒温水浴锅, 国华电器有限公司; TGL216G 高速台式离心机, 上海安亭科学仪器厂; RV10digital 旋转蒸发仪, 上海沛升仪器设备有限公司; SHA-C 恒温水浴振荡器, 上海达洛科学仪器有限公司; UPLC-ESI-QTOF-MS/MS (TripleTOF 6600+), 美国 SCIEX 公司; UPLC-ESI-QQQ-MS/MS (1290II-6470), 德国安捷伦科技有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 RBDF的制备

通过酶水解法制备 RBDF^[10]。称取脱脂红米米糠 100 g, 按照料液比为 1:15 (m/V) 向其中加入蒸馏水混匀, 调节 pH 值至 7.0, 向其中加入 1 wt.% 的热稳定 α -淀粉酶, 于 66 °C 下酶解 30 min。随后将 pH 值调至 7.2, 加入 0.5 wt.% 木瓜蛋白酶, 60 °C 下继续水解 30 min, 将 pH 值调至 4.5, 加入 1.5 mL 淀粉糖化酶, 进行 30 min 反应。反应结束完成后, 在沸水浴中进行 10 min 灭酶活处理并降至室温, 4 800 r/min 离心 10 min, 收集沉淀。沉淀依次用蒸馏水、 $\varphi=70\%$ 乙醇和 $\varphi=95\%$ 乙醇洗涤 2~3 次, 室温挥干乙醇后冻干保存备用。

1.2.2 总酚含量的测定

总酚含量 (TPC) 采用 Folin-Ciocalteu 比色法进

行测定^[11]。将 1 mL 多酚提取物与 1 mL Folin-Ciocalteu 试剂混合后,加入 2 mL 15 wt.% Na_2CO_3 (m/V) 溶液,避光孵育 30 min 后,用多功能酶标仪在 765 nm 处检测吸光度。TPC 以每克干物质质量的毫克没食子酸当量计算 (mg GAE/g DW)。

1.2.3 提取RBDF-BP的单因素试验

以提取物的 TPC 为考察指标,分别采用碱水解法与酸水解法对 RBDF 进行单因素实验,系统考察水解时间、料液比及溶液浓度对 RBDF-BP 提取效果的影响。碱水解试验中,取 1 g RBDF 粉末,分别在水解时间 (1~5 h)、料液比 (1:15~1:35, m/V) 和 NaOH 浓度 (6~14 mol/L) 条件下,于 37 °C 恒温水浴摇床中避光反应,并以 8 mol/L NaOH 水解 3 h 为固定条件时考察单一变量的影响。酸水解试验则在相同温控条件下,设置水解时间 (1~5 h)、料液比 (1:10~1:30, m/V) 及 H_2SO_4 (2 wt.%~22 wt.%),固定酸浓度为 12 wt.%、水解时间为 3 h 时考察单一变量的变化。所有样品反应结束后测定 TPC,以评价不同水解条件对结合态多酚释放效率的影响。

1.2.4 优化提取RBDF-BP的响应面试验

在前期单因素实验的基础上,采用 Box-Behnken 响应面设计对关键工艺参数进行三因素三水平优化。以水解时间 (X_1 , h)、料液比 (X_2 , m/V) 和碱/酸浓度 (X_3 , mol/L) 为自变量,总酚含量 (Y , mg GAE/g DW) 为响应值,利用 Design-Expert 软件进行试验设计、回归建模及显著性分析,系统评估各因素及其交互作用对 RBDF-BP 提取效率的影响,进而确定最优提取工艺条件。

1.2.5 UPLC-ESI-QTOF-MS/MS定性分析

采用配备 DAD 检测器的 ExionLCTM UPLC 系统和 TripleTOFTM 6600+ 高分辨质谱仪,使用 C18 色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm),柱温 35 °C,进样体积 5 μL ,流量 0.3 mL/min。流动相为 $\phi=0.1\%$ 甲酸水溶液和 $\phi=0.1\%$ 甲酸乙腈,按照预设梯度程序进行洗脱,DAD 检测波长为 280 nm。质谱在 ESI 负离子模式下采集,MS 和 MS/MS 扫描范围分别为 m/z 100~1 100 和 20~1 000,喷雾电压 -4 500 V,碰撞能量 35 eV,源温 550 °C。使用 SCIEX OS 软件来收集和处理数据,并结合标准样品、相关文献和数据库,对样本中的多酚类化合物进行了定性的鉴定。

1.2.6 UPLC-ESI-QQQ-MS/MS定量分析

UPLC-ESI-QQQ-MS/MS 定量分析采用 Agilent

1290 UPLC 系统与 Agilent 6470 三重四极杆质谱仪联用,使用 C18 色谱柱 (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm),柱温 35 °C,进样体积 5 μL ,流速 0.3 mL/min。流动相为 $\phi=0.1\%$ 甲酸水溶液和乙腈,按照预设梯度程序进行洗脱。质谱选择采用 ESI 负离子模式,并通过多反应监测 (MRM) 方式进行了检测,其毛细管电压为 4.5 kV,干燥气温 350 °C,流速 12 L/min。目标化合物的碎裂电压与碰撞能经由 MassHunter Optimizer 软件优化,并通过标准曲线实现定量分析。

1.2.7 RBDF-BP的体外抗氧化活性测定

1.2.7.1 DPPH自由基清除能力测定

参考文献方法并适当改进^[12],反应体系由 2 mL DPPH (0.1 mmol/L, $\phi=95\%$ 乙醇) 溶液与 2 mL 不同质量浓度的 RBDF-BP 样品溶液混合组成,在避光条件下于室温静置反应 30 min。随后使用多功能酶标仪在 517 nm 波长处测定反应液的吸光度值。以抗坏血酸 (Vc) 标准溶液为阳性对照。

1.2.7.2 ABTS⁺自由基清除能力测定

利用 ABTS 抗氧化能力检测试剂盒来测定 RBDF-BP 的 ABTS⁺ 自由基清除活性。反应体系由 200 μL ABTS 工作液与 10 μL 不同质量浓度的 RBDF-BP 溶液组成,在室温条件下避光孵育 5 min,随后使用多功能酶标仪于 734 nm 波长下测定反应液的吸光度值。以抗坏血酸 (Vc) 标准溶液为阳性对照。

1.2.7.3 羟基自由基清除能力测定

采用羟自由基测定试剂盒测定 RBDF-BP 的羟基自由基清除能力。按照试剂盒说明书配置反应体系,将 0.2 mL 不同质量浓度的 RBDF-BP 溶液加入至含有 Fenton 反应体系的工作液中。反应混合液在室温孵育 20 min 后,使用多功能酶标仪于 550 nm 波长处测定吸光度值。以不添加样品的体系为对照组,以蒸馏水替代 H_2O_2 作为空白组。

1.2.8 RBDF-BP的糖水解酶抑制活性测定

1.2.8.1 α -淀粉酶抑制活性测定

采用 DNS 法测定 RBDF-BP 对 α -淀粉酶 (PPA) 的抑制活性^[13,14]。取不同质量浓度 RBDF-BP 样品溶液 (0~500 $\mu\text{g/mL}$) 20 μL ,与 100 μL PBS 缓冲液 (0.1 mol/L, pH 值 6.8) 和 20 μL α -淀粉酶溶液 (2 U/mL) 混合,于 37 °C 预反应 15 min。随后加入 100 μL 1 wt.% 可溶性淀粉,于 37 °C 反应 10 min 后,加入 200 μL DNS 试剂终止反应,在沸水浴中加热 5 min。反应体系稀释至 1 mL 后,取 200 μL 置于 96 孔板,用酶标仪于 540 nm 测定吸光度。

1.2.8.2 α -葡萄糖苷酶抑制活性测定

采用PNPG法测定RBDF-BP对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性^[13]。将10 μ L不同质量浓度RBDF-BP溶液(0~256 μ g/mL)与130 μ L PBS(0.1 mol/L, pH值6.8)、将10 μ L α -葡萄糖苷酶溶液(2 U/mL)进行混合,在37 $^{\circ}$ C的温度下孵育10 min,随后加入50 μ L PNPG(0.1 mmol/L)并继续孵育10 min,加入250 μ L的15 wt.% Na_2CO_3 溶液来终止反应。取200 μ L反应液于96孔板,用酶标仪于405 nm测定吸光度。

1.2.9 统计分析

全部实验重复三次,其结果由IBM SPSS软件分析并用平均值 $\pm$ 标准差来表示,采用单因素方差分析(One-way ANOVA)来评价各组的统计学差异,在 $P<0.05$ 时认为差异显著,具有统计学意义,统计数据采用OriginPro 2023b和GraphPad Prism 9.5.1软件作图。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验结果

2.1.1 碱法优化提取红米米糠膳食纤维结合多酚

碱法中各因素对TPC的影响如图1所示,图1a为水解时间对TPC的影响,在3 h时TPC达到峰值。适度延长碱水解时间有助于破坏细胞壁结构,促进结合态多酚释放。然而水解时间过长可能导致部分酚类物质在碱性条件下发生氧化、聚合或降解反应,从而使TPC降低。冉莎等^[15]关于提取时间对竹笋膳食纤维中结合多酚提取量影响的研究结果表明,水解时间需控制在适宜范围内以优化提取效率。图1b为料液比对TPC的影响,随料液比的增加TPC先升后降,在30 g/mL时最大。适度提高料液比有利于酚类化合物的溶出,并可降低体系黏度从而提升提取效率。然而当料液比超过临界值后,反而可能因体系中有效成分浓度降低而导致产率下降。Wu等^[16]在苜蓿中提取多酚时存在相似趋势,表明料液比对提取效率的影响存在最优范围。图1c为NaOH溶液浓度比对TPC的影响,NaOH溶液浓度在6~12 mol/L范围内TPC呈上升趋势,当NaOH溶液浓度达到12 mol/L时,TPC达到最大。结果表明NaOH溶液能够破坏植物细胞壁从而促进酚类物质的释放,但是浓度过高的碱性溶液可能对酚类物质产生降解作用。惠瑶瑶^[17]使用不同浓度的NaOH提取谷物多酚时,结果显示随着NaOH浓度的增加,玉米须多酚提取量先升高后降低,这是由于在较高的pH下多酚结构会发生共振、互变异构、分解等变化。

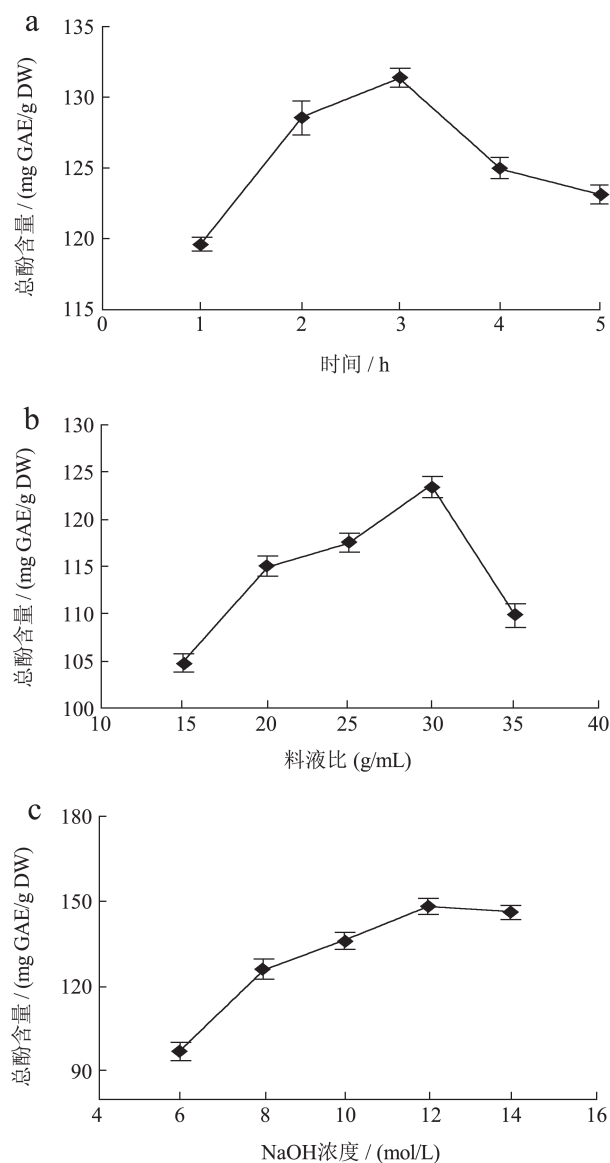


图1 碱法中各种因素对TPC的影响

Fig.1 Effect of various factors on total polyphenol content released by alkaline hydrolysis

2.1.2 酸法优化提取红米米糠膳食纤维结合多酚

酸法中各因素对TPC的影响如图2所示,图2a为水解时间对TPC的影响,TPC在1~3 h内随水解时间延长而增加,3 h时达到最大值。韩彩静等^[18]在蓝莓中不可萃取多酚的提取研究中亦发现,酸水解反应时间对结合态多酚的释放具有显著影响,进一步验证了合理控制水解时间在提高多酚提取效率中的关键作用。图2b为料液比对TPC的影响,TPC在料液比为25 (g/mL)时达到峰值,随后随料液比的增加而下降,表明过量溶剂可能稀释酚类物质浓度,降低溶质与溶剂之间的浓度梯度,抑制其有效迁移与释放。图2c为 H_2SO_4 液质量分数比对TPC的影响,TPC在 H_2SO_4 质量分数为17 wt.%时达到最大值,随

后出现下降趋势。说明酸质量分数对提取效率具有双重作用：较低质量分数难以充分破坏细胞壁，限制多酚释放；而质量分数过高虽可增强细胞破裂，但易引发酚类的氧化、聚合或降解，造成其结构破坏及活性降低从而抑制提取效果^[19]。

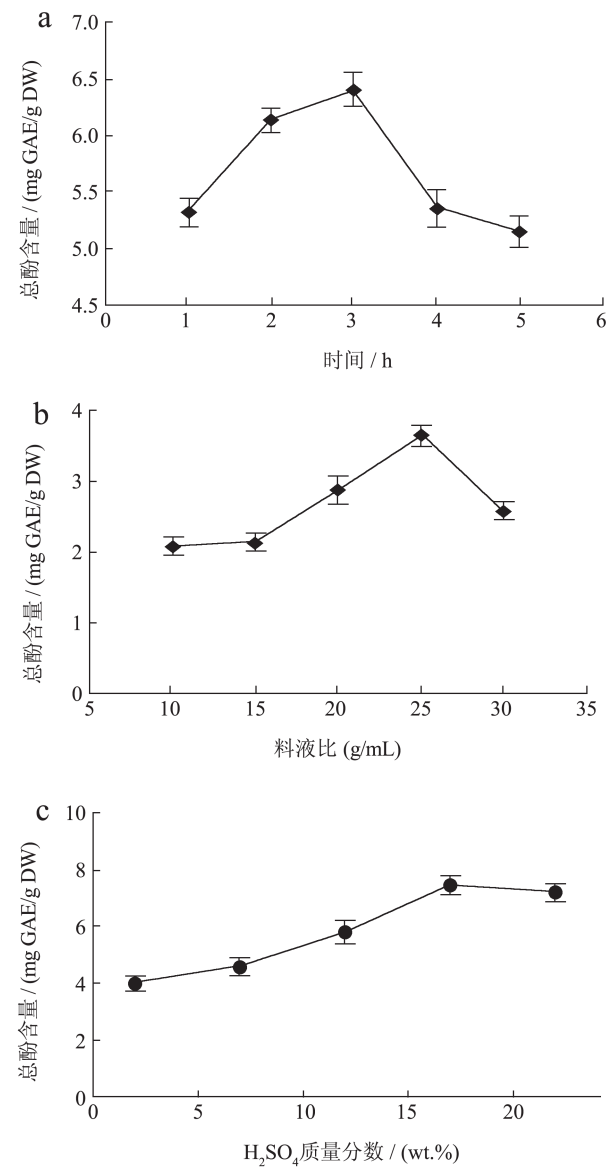


图 2 酸法中各种因素对总酚含量的影响

Fig.2 Effect of various factors on total phenol content in the acid method

2.2 响应面试验结果

2.2.1 碱法优化提取红米米糠膳食纤维结合多酚

2.2.1.1 试验结果与模型建立

碱法优化的 Box-Behnken 实验设计及结果如表 1 所示。NaOH 溶液浓度为 12 mol/L，料液比为 30 g/mL，时间为 3 h 作为 Box-Behnken 实验设计的中心点。回归模型得出 TPC 与时间 (X_1)，料液比 (X_2) 和 NaOH

溶液浓度 (X_3) 的关系的以下方程式：

$$Y = -1\,122.782\,75 + 82.384\,75X_1 + 28.873\,65X_2 + 113.912\,25X_3 + 0.037\,000X_1 \times X_2 - 0.276\,250X_1 \times X_3 - 0.062\,750X_2 \times X_3 - 13.071\,00X_1^2 - 0.461\,440X_2^2 - 4.490\,87X_3^2$$

其中 Y 表示 TPC (mg GAE/g DM)， X_1 、 X_2 和 X_3 分别表示反应时间 (h)，料液比 (g/mL) 和 NaOH 溶液浓度 (mol/L)。

表 1 碱法优化多酚提取的三因素三水平的响应面分析

Table 1 Response surface analysis of three factors and three levels for the optimisation of polyphenol extraction by alkaline

method				
标准序列号	X_1 /h	X_2 /(g/mL)	X_3 /(mol/L)	Y/(mg GAE/g DM)
1	2	25	12	119.52
2	4	25	12	121.86
3	2	35	12	125.96
4	4	35	12	129.04
5	2	30	10	107.38
6	4	30	10	112.79
7	2	30	14	123.65
8	4	30	14	126.85
9	3	25	10	110.43
10	3	35	10	115.78
11	3	25	14	123.88
12	3	35	14	126.72
13	3	30	12	150.37
14	3	30	12	144.71
15	3	30	12	146.74
16	3	30	12	149.02
17	3	30	12	152.67

如表 2 所示，碱法二次响应面模型中除时间料液比交互、时间碱浓度交互及料液比碱浓度交互项不显著外，其余变量均达到显著性水平。模型极显著 ($P < 0.000\,1$)，失拟项不显著 ($P > 0.1$)，表明所建模型适用于红米米糠膳食纤维中结合多酚提取工艺的优化。模型判定系数 $R^2 > 0.939\,0$ ，模型校正判定系数 R^2_{adj} 接近 R^2 ，说明拟合效果良好；变异系数 CV% 小于 10%，进一步验证了模型的稳定性和可靠性^[20]。且由 F 值可知，各因素对提取实验结果的影响大小顺序为 $X_3 > X_2 > X_1$ ，即 NaOH 溶液浓度 > 料液比 > 反应时间。

表 2 碱法优化的响应面方差分析

Table 2 Variance analysis of response surface optimisation using the alkaline method

	平方和	自由度	均值	F 值	P 值	显著性
模型	3 394.16	9	377.13	55.25	<0.000 1	
X ₁	24.61	1	24.61	3.60	0.099 4	
X ₂	59.46	1	59.46	8.71	0.021 4	*
X ₃	374.28	1	374.28	54.83	0.000 1	**
X ₁ X ₂	0.136 9	1	0.136 9	0.020 1	0.891 4	
X ₁ X ₃	1.22	1	1.22	0.178 9	0.685 0	
X ₂ X ₃	1.58	1	1.58	0.230 7	0.645 6	
X ₁ ²	719.37	1	719.37	105.39	<0.000 1	**
X ₂ ²	560.33	1	560.33	82.09	<0.000 1	**
X ₃ ²	1 358.68	1	1 358.68	199.05	<0.000 1	**
残差	47.78	7	6.83			
缺失值	9.37	3	3.12	0.325 2	0.808 5	
纯误差	38.41	4	9.60			
总计	3 441.95	16				

注：*表示差异显著 ($P<0.05$)；**表示差异极显著 ($P<0.000 1$)。

2.2.1.2 响应面分析

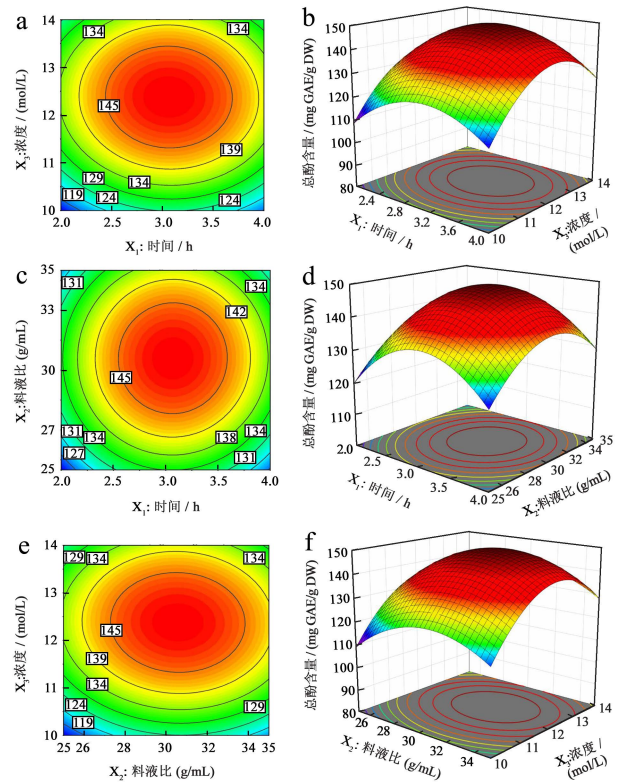


图 3 碱法优化各因素的响应面图和等值线图

Fig.3 Response surface and contour plots of various factors for alkaline method optimisation

注：NaOH 溶液浓度与时间 (a 和 b)；料液比与时间 (c 和 d)；NaOH 溶液浓度与料液比 (e 和 f)。

如图 3，三维响应面图均开口向下且具有最高点，这表明说明在反应时间、料液比及 NaOH 溶液浓度中任意两因素联合作用并逐步增加时，总酚得率先升后降，存在最优提取条件。曲面图的陡峭程度可用于判断变量之间交互作用的显著性^[21]。如图 3a 和 3b 所示，三维响应面呈现典型的中间隆起形态，说明反应时间与 NaOH 溶液浓度之间存在显著交互作用。

2.2.1.3 验证预测模型

表 3 展示了在最佳碱解条件下的反应预测值与实验值之间的对应关系 (145.12 和 144.79 mg GAE/g DM)，这证明了回归模型的可靠性。可以利用此模型对碱水解所释放出的总酚进行分析预测。

表 3 优化碱解条件下模型预测与实测值对比

Table 3 Comparison of model predictions and actual measurements under optimised alkaline hydrolysis conditions

	时间 /h	料液比 (g/mL)	NaOH 溶液浓度/(mol/L)	总酚含量/(mg GAE/g DM)
预测条件	2.89	1:30.35	13.32	145.12
实际条件	3	1:30	13	144.79

2.2.2 酸法优化提取红米米糠膳食纤维结合多酚

2.2.2.1 试验结果与模型建立

如表 4 所示酸法提取工艺的 Box-Behnken 实验设计中，中心点参数设定为：3 h 提取时间、25 g/mL 料液比和 17 wt.% H₂SO₄ 溶液质量分数。通过回归分析建立的数学模型表明，总酚含量 (TPC) 与三个关键参数呈显著相关，其定量关系可表述为：

$$Y = -56.757 35 + 10.884 00X_1 + 2.250 95X_2 + 2.182 35X_3 + 0.007 000X_1 \times X_2 - 0.007 000X_1 \times X_3 - 0.005 100X_2 \times X_3 - 1.783 75X_1^2 - 0.042 850X_2^2 - 0.054 650X_3^2$$

其中 Y 表示 TPC (mg GAE/g DM)，X₁、X₂ 和 X₃ 分别表示反应时间 (h)，料液比 (g/mL) 和 H₂SO₄ 溶液质量分数 (wt.%)。

酸法二次响应面模型的方差分析如表 5 所示，除时间、料液比、时间与料液比交互、时间与 H₂SO₄ 溶液质量分数交互、料液比与 H₂SO₄ 溶液质量分数交互作用不显著外，其他项均显著，模型极显著 ($P=0.000 4$)，失拟项不显著 ($P>0.1$)，表明该模型可有效用于红米米糠膳食纤维中结合多酚提取工艺的优化。模型的判定系数 R^2 高于 0.85，模型校正判定系数 R^2_{adj} 接近 R^2 ，说明模型拟合程度良好，CV% 小于 10% 进一步验证了其可靠性^[20]。因此该模型可用于结合多酚得率的预测与分析，具备一定应用价值。方差分析结果表明，各工艺参数对总酚提取效果的影响程度存在显著差异，其显著性排序为 $X_3>X_1>X_2$ ，对应的实际因素依次为 H₂SO₄ 溶液质量分数、提取时间和料液比。

表 4 酸法优化的Box-Behnken实验结果				
Table 4 Box-Behnken experimental results optimised by acid method				
标准序 列号	X ₁ /h	X ₂ /(g/mL)	X ₃ /(wt.%)	Y/(mg GAE/g DM)
1	2	20	17	5.21
2	4	20	17	5.67
3	2	30	17	5.83
4	4	30	17	6.43
5	2	25	17	4.27
6	4	25	17	4.76
7	2	25	22	6.29
8	4	25	22	6.64
9	3	20	12	5.21
10	3	30	12	5.63
11	3	20	22	7.03
12	3	30	22	6.94
13	3	25	17	8.82
14	3	25	17	8.66
15	3	25	17	7.95
16	3	25	17	9.46
17	3	25	17	8.31

表 5 酸法二次响应面模型的方差分析						
Table 5 Analysis of variance for quadratic response surface modelling of the acid method						
	平方和	自由度	均值	<i>F</i> 值	<i>P</i> 值	显著性
模型	36.05	9	4.01	18.59	0.000 4	
X ₁	0.451 2	1	0.451 2	2.09	0.191 1	
X ₂	0.365 5	1	0.365 5	1.70	0.234 0	
X ₃	6.18	1	6.18	28.67	0.001 1	**
X ₁ X ₂	0.004 9	1	0.004 9	0.022 7	0.884 4	
X ₁ X ₃	0.004 9	1	0.004 9	0.022 7	0.884 4	
X ₂ X ₃	0.065 0	1	0.065 0	0.301 8	0.599 8	
X ₁ ²	13.40	1	13.40	62.18	<0.000 1	**
X ₂ ²	4.83	1	4.83	22.43	0.002 1	**
X ₃ ²	7.86	1	7.86	36.48	0.000 5	**
残差	1.51	7	0.215 5			
缺失值	0.218 0	3	0.072 7	0.225 3	0.874 5	
纯误差	1.29	4	0.322 6			
总计	37.55	16				

注：“*”表示差异显著 ($P<0.05$)；“**”表示差异极显著 ($P<0.0001$)。

2.2.2.2 响应面分析

图 4 展示了酸法提取多酚过程中时间、H₂SO₄ 溶

液质量分数与料液比三因素对多酚含量的响应面分析结果。结果表明，多酚提取量均随各因素变化呈现先升高后降低的趋势，三者之间均存在交互作用，其中提取时间与 H₂SO₄ 溶液质量分数之间的交互作用最为显著。三维响应面均呈单峰形态，表明多酚提取存在明确的最优工艺条件。该研究为优化酸法提取多酚工艺参数提供了理论依据。

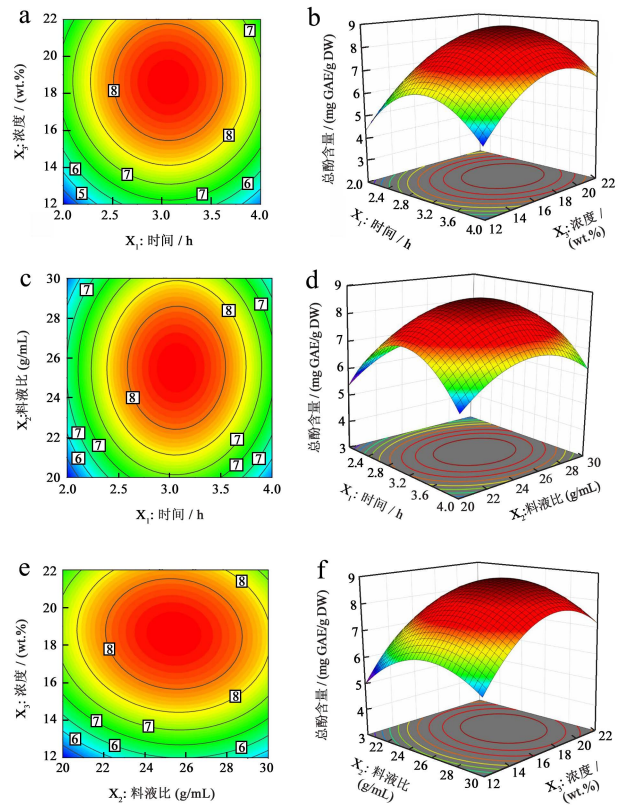


图 4 酸法优化各因素的响应面图和等值线图
Fig.4 Acid law optimises the response surface and contour plots of various factors

注：H₂SO₄ 溶液质量分数与时间 (a 和 b)；料液比与时间 (c 和 d)；硫酸质量分数与料液比 (e 和 f)。

2.2.2.3 验证预测模型

表 6 优化酸解条件下模型预测与实测值对比				
Table 6 Comparison of model predictions and actual values under optimised acidolysis conditions				
	时间/h	料液比 (g/mL)	H ₂ SO ₄ 溶液 质量分数/(wt.%)	总酚含量 /(mg GAE/g DM)
预测 条件	2.47	1:27.28	13.94	6.85
实际 条件	2.5	1:25	12	6.78

方差分析数据显示 (表 6)，在优化后的酸水解工艺条件下，模型预测值 (6.85 mg GAE/g DM) 与实验实测值 (6.78 mg GAE/g DM) 呈现良好一致性，相对

误差仅为 0.97%。该验证结果证实了数学模型具有较高的预测准确性，表明其能够有效表征酸水解体系中总酚类化合物的溶出规律，可为工艺参数优化提供可靠的理论依据。试验结果显示，碱解法提取的结合多酚的得率远高于酸解法，因此确定结合多酚的最佳提取工艺为：碱水解时间为 3 h、料液比为 1:30 (*m/V*)、NaOH 溶液浓度为 13 mol/L。

2.3 UPLC-ESI-QTOF-MS/MS定性分析

采用 UPLC-ESI-QTOF-MS/MS 技术对 RBDF-BP 样品进行化学成分分析，结合保留时间、准确定量的母离子 (*m/z*) 及特征碎片离子，辅以 MassBank 等数据库和文献数据比对，初步鉴定出 21 种多酚类化合物（见表 7）。图 5 为负离子模式下的总离子流图（TIC）。结果表明 RBDF-BP 中多酚类物质结构类型丰富，涵盖酚羧酸类、黄烷-3-醇类、黄酮类、苯丙烯酸类及香豆素类等，均展现出结构依赖性裂解特征^[22]。酚羧酸类（如没食子酸、原儿茶酸）表现为典型的脱羧裂解^[23]；黄烷醇类^[24]（如儿茶素、

表儿茶素）以 C 环断裂为主，生成保留 B 环的特征离子；黄酮类（如槲皮素、橙皮素）则主要形成 A/B 环保留碎片，反映其较强的共轭稳定性^[25]。此外部分化合物（如阿魏酸、姜辣素等）裂解特征受到侧链结构、取代基种类与位置以及分子共轭程度的影响，展现出不同程度的碎裂惰性或特征性解离行为。

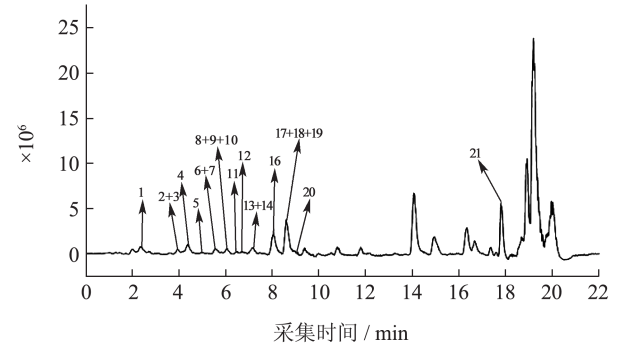


图 5 红米米糠膳食纤维结合态多酚在负离子模式下的总离子流图

Fig.5 Total ion chromatogram of RBDF-BP in negative ion mode

表 7 RBDF-BP的UPLC-ESI-QTOF-MS/MS表征
Table 7 UPLC-ESI-QTOF-MS/MS characterization of RBDF-BP

化合物序号	保留时间/min	化学式	[M-H] ⁻ (<i>m/z</i>)		主要碎片离子(<i>m/z</i>)	鉴定结果
			实测值	理论值		
1	2.46	C ₇ H ₆ O ₅	169.014 3	169.014	169.014 3, 125.024 1	Gallic acid
2	3.02	C ₁₅ H ₁₄ O ₇	305.066 8	305.067	305.065 2, 137.024 6	Gallocatechin
3	3.82	C ₈ H ₈ O ₄	167.035 1	167.035	167.035 4, 123.046 1, 122.036 1	Vanillic acid
4	4.35	C ₇ H ₆ O ₄	153.019 3	153.019	153.019 1, 108.022 2	Protocatechuic acid
5	4.94	C ₁₅ H ₁₀ O ₇	301.035 6	301.035	301.035 6, 163.002 4	Quercetin
6	5.53	C ₇ H ₆ O ₃	137.023 9	137.024	137.025 70, 108.022 10	Protocatechuic aldehyde
7	5.55	C ₇ H ₆ O ₃	137.024 5	137.024	137.025 7, 93.035 4	Salicylic acid
8	6.03	C ₁₅ H ₁₄ O ₆	289.071 6	289.072	289.071 7, 245.080 7	Catechin
9	6.04	C ₁₅ H ₁₄ O ₆	335.077 1	335.077	289.071 1, 245.081 9	Epicatechin
10	6.04	C ₁₅ H ₁₂ O ₆	287.056	287.056	287.056 0, 125.025 4	Eriodictyol
11	6.38	C ₈ H ₈ O ₃	151.040 2	151.04	151.040 20, 108.022 40	3,4-Dihydroxyacetophenone
12	6.63	C ₉ H ₈ O ₄	179.035	179.035	179.035	Caffeic acid
13	6.92	C ₉ H ₁₀ O ₄	181.050 7	181.051	181.050 7, 137.062 8	Homovanillic acid
14	6.99	C ₇ H ₆ O ₂	121.029 6	121.03	121.029 6, 93.031 1	4-Hydroxybenzaldehyde
15	7.49	C ₁₅ H ₁₀ O ₈	317.03	317.03	271.030 1, 109.031 5	Myricetin
16	8.02	C ₉ H ₈ O ₃	163.040 2	163.04	163.040 4, 119.050 4	4-Hydroxycinnamic acid
17	8.57	C ₁₁ H ₁₂ O ₅	223.060 7	223.061	223.060 60, 193.013 70	3,5-Dimethoxy-4-hydroxycinnamic acid
18	8.59	C ₁₀ H ₁₀ O ₄	193.050 8	193.051	134.037 6, 89.037 6	Ferulic acid
19	8.61	C ₉ H ₆ O ₄	177.019 3	177.019 4	177.019 3	Esculetin
20	8.91	C ₁₅ H ₁₂ O ₇	303.051 1	303.051	303.051 10, 177.016 40	Dihydroquercetin
21	18.19	C ₁₇ H ₂₆ O ₄	293.176 9	293.176	293.178 5	Gingerol

表 8 RBDF-BP主要成分的定量结果及质谱参数

Table 8 Quantitative results and MRM data acquisition parameters of the main components of RBDF-BP					
化合物名称	前体离子(<i>m/z</i>)	产物离子(<i>m/z</i>)	碎片电压/V	碰撞能量/eV	含量/(μg/g DW) ^{a,b}
Protocatechuic aldehyde	137.02	136	119	20	24.82 ± 1.21
Catechin	289.07	245	134	16	25.5 ± 2.51
Caffeic acid	179.03	135	102	16	22.29 ± 1.74
Vanillic acid	167.03	152	87	20	21.8 ± 1.63
<i>p</i> -Hydroxybenzaldehyde	121.03	92.1	114	28	19.31 ± 0.87
Quercetin	301.03	151	161	24	41.87 ± 3.47
Populin	317.03	151	156	28	24.96 ± 2.08
4-Hydroxybenzoic acid	137.02	93.1	77	16	20.39 ± 1.13
Salicylate	137.02	93.1	87	16	24.46 ± 1.21
Fumaric acid	115	71.1	77	4	0.81 ± 0.12
Vitexin	431.09	284.06	110	25	26.86 ± 2.56
Naringin	579.17	271	220	36	18.58 ± 0.93
Gallic acid	169.01	125	109	12	19.67 ± 0.54
Benzoic acid	121.02	77.03	100	15	2.17 ± 0.17
Erucic acid	223.06	193	92	24	11.85 ± 0.24

注: a 结果表示为平均值 ± 标准偏差; b DW, RBDF 的干质量。

2.4 UPLC-ESI-QQQ-MS/MS定量分析

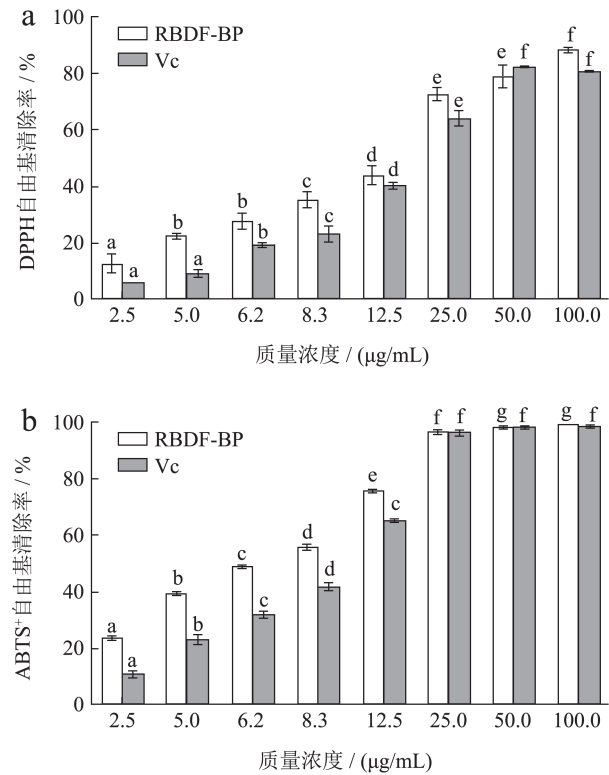
采用 UPLC-ESI-QQQ-MS/MS 对 RBDF-BP 样品进行靶向定量分析, 如表 8 所示检测到 15 种主要化合物, 包括 6 种酚酸类、5 种黄酮类及 3 种其他有机酸。黄酮类化合物的含量显著, 槲皮素 (41.87 μg/g DW)、牡荆素 (26.86 μg/g DW) 和儿茶素 (25.50 μg/g DW) 均表现出较高的抗氧化活性, 并能通过氢键或疏水作用与纤维结合。酚酸类化合物 (如原儿茶醛、咖啡酸和水杨酸) 含量较高, 均超过 20 μg/g DW, 显示 RBDF 对含酚羟基或芳香性酚酸的良好结合能力。相对而言, 苯甲酸和富马酸^[26]等极性较大的有机酸含量较低, 可能因其结合能力较弱或在提取过程中容易流失。整体结果表明, RBDF 在多酚类化合物的富集和稳定性方面具有良好的性能, 尤其是在功能性化合物的保持和释放方面具有潜在的应用前景^[27]。

2.5 RBDF-BP的体外抗氧化活性测定

2.5.1 DPPH自由基清除能力

如图 6a 所示, RBDF-BP 于 2.5~100 μg/mL 质量浓度区间内, 其 DPPH 自由基清除活性与结合多酚质量浓度梯度呈显著正相关性, 清除效能随溶液质量浓度提升而逐步增强。清除率从 12.38% 逐渐增加至接近 88.79%。即使在低质量浓度下, RBDF-BP 也展现出较

强的自由基清除活性, 表明其富含的多酚组分具有较强的供氢还原能力。此现象与 RBDF-BP 中酚羟基基团的氢原子转移能力密切相关, 可能是其优异抗氧化活性的主要原因^[28]。



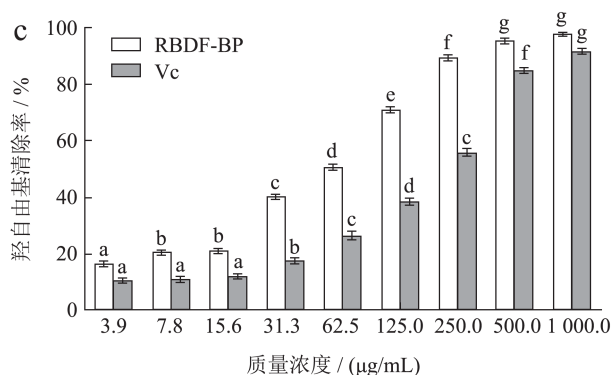


图6 RBDF-BP 的抗氧化活性

Fig.6 Antioxidant activity of RBDF-BP

2.5.2 ABTS⁺自由基清除能力

如图6b所示, RBDF-BP在2.5~100 μg/mL质量浓度范围内显著增强了对ABTS⁺自由基的清除能力,清除率从23.81%提高至99.67%,表现出明显的剂量依赖性。在25 μg/mL以下, RBDF-BP的清除率超过了Vc。RBDF-BP的高效清除能力可能源于其富含的酚羟基结构,通过电子转移反应将ABTS⁺还原为无色形式,从而有效清除自由基。

2.5.3 羟基自由基清除能力

如图6c所示, RBDF-BP对·OH自由基具有显著的浓度依赖性清除能力,在低质量浓度下即表现出优异活性,且整体清除率优于Vc。其清除机制可能与样品中富含的黄酮和酚酸类成分有关,这些结构完整、反应位点丰富的物质可通过电子转移或螯合作用有效中和·OH自由基,从而减少其对生物大分子的氧化损伤^[29]。

2.6 RBDF-BP的糖苷水解酶抑制活性测定

如图7所示, RBDF-BP在不同质量浓度下对α-淀粉酶和α-葡萄糖苷酶活性均表现出浓度依赖性的抑制趋势。RBDF-BP在0~500 μg/mL质量浓度范围内对α-淀粉酶的抑制率随质量浓度上升而增加(图7a),在500 μg/mL时达到最大值54.16%。在250 μg/mL以上,其抑制率增长趋缓,呈现平台效应,可能与酶活性位点接近饱和有关。相比之下, RBDF-BP对α-葡萄糖苷酶(图7b)的抑制效果更显著(84.04%)。虽略低于阳性对照阿卡波糖(89.75%),但其来源天然、安全性高,具备开发为温和降糖功能食品的潜力,尤其在低质量浓度时即显现较强抑制活性,说明其结构适配性与亲和力良好,有助于延缓碳水化合物水解过程。多酚类作为天然酶抑制剂,主要通过酚羟基与酶活性位点形成氢键,并与疏水残基发生疏水相互作用,形成稳定的酶-抑制剂复合物^[30]。

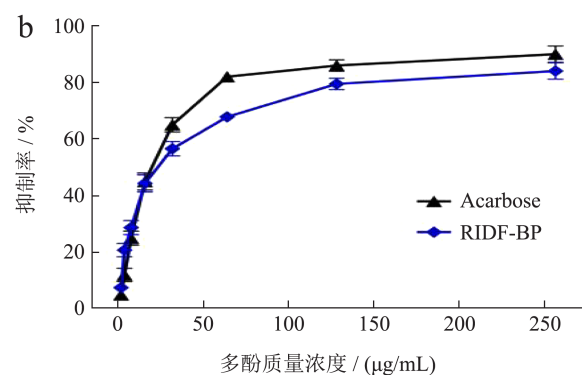
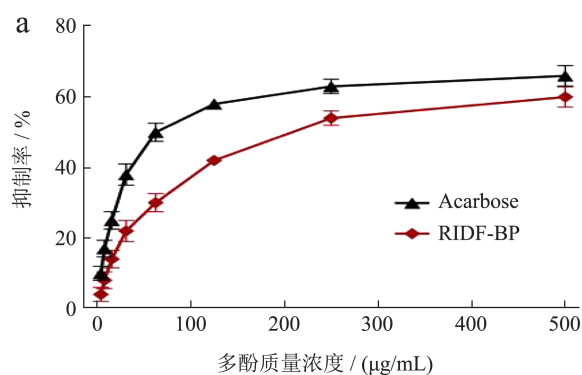


图7 RBDF-BP对α-淀粉酶和α-葡萄糖苷酶抑制活性

Fig.7 Inhibitory activity of RBDF-BP on α-Amylase and α-Glucosidase

3 结论

本研究分别优化了碱法与酸法提取红米米糠膳食纤维结合态多酚的工艺参数,通过单因素与响应面试验发现,碱法在NaOH浓度为13 mol/L、料液比为1:30(g/mL)、反应时间为3 h条件下,TPC最大(144.793 mg GAE/g DM);酸法在H₂SO₄质量分数为12 wt.%、料液比为1:25(g/mL)、反应时间为2.5 h条件下,TPC最大(6.783 mg GAE/g DM),表明碱法对RBDF-BP的释放效果更为显著。鉴定并靶向定量了具有代表性的多酚类物质,其中槲皮素、牡荆素、儿茶素、原儿茶醛及咖啡酸等具有较高含量,体现出RBDF-BP结构类型多样,功能成分丰富。体外抗氧化实验结果显示, RBDF-BP在DPPH、ABTS及羟基自由基清除方面均具有良好的清除能力,且表现出显著的剂量依赖性。糖苷水解酶抑制实验结果表明, RBDF-BP对α-淀粉酶与α-葡萄糖苷酶均有抑制作用,尤其对α-葡萄糖苷酶的抑制效果优于α-淀粉酶,推测与多酚结构对酶活性位点的结合亲和力密切相关。综上所述, RBDF-BP展现出良好的抗氧化性能和糖水解酶抑制活性,具有开发为功能性食品原料的潜力,研究结果为红米米糠的高值化利用与功能食品开发提供了理论支持与技术参考。

参考文献

- [1] ANTUNES L L, BACK A L, KOSSAR M L B C, et al. Prebiotic potential of carbohydrates from defatted rice bran-effect of physical extraction methods [J]. Food Chemistry, 2023, 404: 134539.
- [2] 魏林.米糠综合应用研究进展[J].粮食加工,2022,47(3):37-39.
- [3] YE S X, SHAH B R, LI J, et al. A critical review on interplay between dietary fibers and gut microbiota [J]. Trends in Food Science & Technology, 2022, 124: 237-249.
- [4] 侯雅琴.不溶性膳食纤维的结构变化对其肠道菌群调节作用的影响及机制初探[D].南昌:南昌大学,2024.
- [5] FERNANDES A, RODRIGUES P M, PINTADO M, et al. A systematic review of natural products for skin applications: targeting inflammation, wound healing, and photo-aging [J]. Phytomedicine, 2023, 115: 154824.
- [6] BRGLEZ MOJZER E, KNEZ HRNČIČ M, ŠKERGET M, et al. Polyphenols: extraction methods, antioxidative action, bioavailability and anticarcinogenic effects [J]. Molecules, 2016, 21(7): 901.
- [7] RENARD C M G C, WATRELOT A A, LE BOURVELLEC C. Interactions between polyphenols and polysaccharides: mechanisms and consequences in food processing and digestion [J]. Trends in Food Science & Technology, 2017, 60: 43-51.
- [8] 廖霞,李苇舟,郑少杰,等.黑脉羊肚菌多酚分级制备及其抗氧化活性[J].食品科学,2017,38(23):26-31.
- [9] 芦慧敏,李咏富,邱菊.响应面法优化提取羊肚菌多酚及其HPLC鉴定分析[J].现代食品科技,2023,39(9):261-269.
- [10] XIE J Y, LIU S, DONG R H, et al. Bound polyphenols from insoluble dietary fiber of defatted rice bran by solid-state fermentation with *Trichoderma viride*: profile, activity, and release mechanism [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2021, 69(17): 5026-5039.
- [11] LI Y X, NIU L, GUO Q Q, et al. Effects of fermentation with lactic bacteria on the structural characteristics and physicochemical and functional properties of soluble dietary fiber from prosomillet bran [J]. LWT - Food Science and Technology, 2022, 154: 112609.
- [12] LIU S, YU Q, HUANG H R, et al. The effect of bound polyphenols on the fermentation and antioxidant properties of carrot dietary fiber *in vivo* and *in vitro* [J]. Food & Function, 2020, 11(1): 748-758.
- [13] YANG J C, WANG X L, ZHANG C Y, et al. Comparative study of inhibition mechanisms of structurally different flavonoid compounds on α -glucosidase and synergistic effect with acarbose [J]. Food Chemistry, 2021, 347: 129056.
- [14] AMIRAH S N, MOHAMMAD S, HAFIZI A B M, et al. Anti-hyperglycemic activities, molecular docking and structure-activity relationships (SARs) studies of endiandric acids and kingianins from *Endiandra kingiana* [J]. Journal of the Brazilian Chemical Society, 2022, 9(33): 1017-1027.
- [15] 冉莎,张甫生,李彬,等.竹笋膳食纤维中结合多酚的提取工艺优化及抗氧化活性分析[J].食品工业科技,2023,44(13):233-241.
- [16] WU S T, SHEN D Y, WANG R H, et al. Phenolic profiles and antioxidant activities of free, esterified and bound phenolic compounds in walnut kernel [J]. Food Chemistry, 2021, 350: 129217.
- [17] 惠瑶瑶.玉米须多酚抗氧化抑菌特性及其生物稳定性研究[D].扬州:扬州大学,2022.
- [18] 韩彩静,谢春阳,陈相艳,等.蓝莓不可萃取多酚的酸法提取工艺优化[J].食品科学技术学报,2013,31(5):31-36.
- [19] MEJÍA-VALDEZ D, ANTUNES-RICARDO M, MARTÍNEZ-ÁVILA M, et al. Enhancement of oleanolic acid concentration through acid hydrolysis of saponin-rich extracts from *Chenopodium berlandieri* [J]. Food Chemistry, 2024, 449: 139254.
- [20] SUN S W, HUANG S Q, SHI Y N, et al. Extraction, isolation, characterization and antimicrobial activities of non-extractable polyphenols from pomegranate peel [J]. Food Chemistry, 2021, 351: 129232.
- [21] WANG Z H, WANG C Z, ZHANG C W, et al. Ultrasound-assisted enzyme catalyzed hydrolysis of olive waste and recovery of antioxidant phenolic compounds [J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2017, 44: 224-234.
- [22] EDRISI S, BAKHSHI H. Separation of polyphenolic compounds from *Citrus aurantium* L. peel by deep eutectic solvents and their recovery using a new DES-based aqueous two-phase system [J]. Journal of Molecular Liquids, 2024, 402: 124790.
- [23] WEI Y L, ZHANG Y M, WANG Z Y, et al. New insight into molecular mechanisms of different polyphenols affecting Sirtuin 3 deacetylation activity [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2024, 270: 132026.
- [24] GRABSKA-KOBYLECKA I, SZPAKOWSKI P, KRÓL A, et al. Polyphenols and their impact on the prevention of neurodegenerative diseases and development [J]. Nutrients, 2023, 15(15): 3454.
- [25] AGGARWAL D, CHAUDHARY M, MANDOTRA S K, et al. Anti-inflammatory potential of quercetin: from chemistry and mechanistic insight to nanoformulations [J]. Current Research in Pharmacology and Drug Discovery, 2025, 8: 100217.
- [26] LÓPEZ-PORFIRI, P, GORGJOJO P, GONZÁLEZ-MIQUEL M. Solubility study and thermodynamic modelling of succinic acid and fumaric acid in bio-based solvents [J]. Journal of Molecular Liquids, 2023, 369: 120836.
- [27] KUSUMAWARDANI S, LUANGSAKUL N. Assessment of polyphenols in purple and red rice bran: phenolic profiles, antioxidant activities, and mechanism of inhibition against amylolytic enzymes [J]. Current Research in Food Science, 2024, 9: 100828.
- [28] SAJI N, FRANCIS N, BLANCHARD C L, et al. Rice bran phenolic compounds regulate genes associated with antioxidant and anti-Inflammatory activity in human umbilical vein endothelial cells with induced oxidative stress [J]. International Journal of Molecular Sciences, 2019, 20(19): 4715.
- [29] ZHANG J, STANLEY R A, ADAIM A, et al. Free radical scavenging and cytoprotective activities of phenolic antioxidants [J]. Molecular Nutrition & Food Research, 2006, 50(11): 996-1005.
- [30] SUN L J, WANG Y Y, MIAO M. Inhibition of α -amylase by polyphenolic compounds: substrate digestion, binding interactions and nutritional intervention [J]. Trends in Food Science & Technology, 2020, 104: 190-207.