

温州蜜柑皮多酚物质的超声提取及抗氧化特性

马亚琴¹, 叶兴乾², 吴厚玖¹, 周志钦^{1,3}, 王 华¹, 孙志高¹

(1.西南大学柑桔研究所, 国家柑桔工程技术研究中心, 重庆 400712;

2.浙江大学生物系统工程与食品科学学院, 浙江 杭州 310029; 3.西南大学园艺园林学院, 重庆 400712)

摘 要: 利用 100kHz 的超声波辅助提取温州蜜柑皮中的多酚类物质, 并以传统的浸泡提取法作为对照与超声辅助提取法进行比较。结果表明, 超声辅助提取法比浸泡提取法在低温条件下能更加快速、有效的提取酚酸。研究超声时间、提取温度、超声能量对酚酸含量及抗氧化能力的影响, 发现温度对酚酸含量和稳定性的影响最为敏感, 温度的增加能有效的提高酚酸含量, 但是, 当温度升高到 40℃, 延长超声时间造成酚酸含量的大幅度下降。此外, 研究表明总酚含量和抗氧化能力呈现良好的线性关系, 15、30、40℃处理后, 相关系数 R^2 依次为 0.8435、0.8895、0.8622; 在不同的超声能量水平下, R^2 为 0.7971, 这说明温州蜜柑皮是抗氧化物的丰富来源。研究表明超声辅助提取能有效的增加温州蜜柑皮提取物的酚酸含量和抗氧化能力, 应用超声波技术增强温州蜜柑皮提取物的抗氧化能力具有潜在的优势。

关键词: 超声辅助提取; 温州蜜柑皮; 多酚; 抗氧化特性; 相关性

Ultrasound-assisted Extraction of Polyphenols from Satsuma Mandarin (*Citrus unshiu* Marc) Peel and Its Antioxidant Capacity

MA Ya-qin¹, YE Xing-qian², WU Hou-jiu¹, ZHOU Zhi-qin^{1,3}, WANG Hua¹, SUN Zhi-gao¹

(1. Citrus Research Institute, Southwest University, National Citrus Engineering Research Center, Chongqing 400712, China;

2. College of Biosystem Engineering and Food Science, Zhejiang University, Hangzhou 310029, China;

3. College of Horticulture and Landscape Architecture, Southwest University, Chongqing 400712, China)

Abstract: Ultrasound at 100 kHz was used to enhance the extraction of polyphenolic compounds from Satsuma mandarin peel by the conventional soaking method. It was found that the addition of ultrasound assistance during the soaking of Satsuma mandarin peel in 80% methanol aqueous solution allowed more effective and efficient extraction of phenolic acids at low temperature. The effects of ultrasound treatment time, extraction temperature and ultrasound power on phenolic acid content and antioxidant capacity of extracts were studied and the results indicated that extraction temperature had the most important effect. A considerable increase of phenolic acid content in Satsuma mandarin peel extracts was observed with increasing temperature, while prolonged ultrasound treatment time resulted in a significant reduction of phenolic acid content at 40 °C. Moreover, an excellent linear relationship between total phenolic content and antioxidant capacity of Satsuma mandarin peel extracts was found, revealing a R^2 of 0.8435, 0.8895, 0.8622 at 15, 30 °C and 40 °C and of 0.7971 at various ultrasound power levels, respectively. Accordingly, Satsuma mandarin peel is an abundant source of antioxidants. This study also demonstrates that ultrasound assistance can effectively increase phenolic acid content and antioxidant capacity of Satsuma mandarin peel extracts.

Key words: ultrasound-assisted extraction; Satsuma mandarin peel; polyphenol; antioxidant capacity; relationship
中图分类号: TS201.1 文献标识码: A 文章编号: 1002-6630(2011)22-0100-05

近年来, 超声技术应用于辅助提取植物活性物质的研究被广泛报道。Vinatoru^[1]综述了超声辅助提取芸香科

植物活性物质的研究。Vilkhu 等^[2]对超声辅助提取动植物材料中的多酚、多糖、花色苷等多种功能性成分的

收稿日期: 2010-12-08

基金项目: 重庆市自然科学基金项目(cstc2011jjA80030); 中央高校基本科研业务费专项(100030-2120130719)

作者简介: 马亚琴(1978—), 女, 副研究员, 博士, 研究方向为食品科学。E-mail: myaya211@163.com

研究进行了综述。超声辅助提取较传统的提取方法其优势主要表现在低温、快速、高效、环保。超声增强提取的机理归于超声波产生的机械效应和物化作用打破植物细胞壁,并利用超声的清洗作用加快细胞内含物的释放^[3]。

柑橘是膳食酚酸的良好来源。最近的研究发现酚酸具有抗炎症、抗氧化、抗突变、抗心血管疾病等多种药理性作用^[4-5]。而柑橘皮中的酚酸含量均高于柑橘水果的其他部位^[6],在柑橘深加工产业,柑橘皮作为下脚料经常被弃而不用,不仅造成环境污染,而且不利于经济的发展。因此,从柑橘皮中提取天然抗氧化物质具有非常重要的现实意义和经济效益。已有不少的研究报道了不同提取方法对分离柑橘水果中的酚酸及其抗氧化性的影响,如溶剂提取^[7]、酶辅助提取^[8]、 γ -射线辅助提取^[9]、热处理^[10-11]等。利用超声处理对柑橘皮中酚酸含量及抗氧化性的影响亦有报道^[12],但是,利用100kHz超声波辅助提取温州蜜柑皮中的酚酸及抗氧化能力的研究尚未见报道。

本实验比较超声辅助提取法与浸泡提取法对柑橘皮中酚酸含量的影响,研究超声时间、提取温度、超声能量等参数对柑橘皮中酚酸含量及抗氧化能力的影响,利用高效液相法测定柑橘皮中7种主要酚酸含量,并评价超声处理后柑橘皮中酚酸与抗氧化能力的相关性。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂及仪器

市售新鲜温州蜜柑,手工剥皮,所得橘皮50℃烘干。粉碎过筛得到粒径为0.45~1mm的柑橘皮粉末。

咖啡酸、对香豆酸、阿魏酸、芥子酸、原儿茶酸、对羟基苯甲酸、香草酸、2,4,6-tris(2-pyridyl)-s-triazine(TPTZ)、6-hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchroman-2-carboxylic acid(Trolox) 美国Sigma公司;福林酚试剂杭州鼎国试剂公司;甲醇(色谱级)、冰乙酸、去离子水在使用前用0.45 μ m的滤膜过滤。其他试剂均为分析纯。

温控、可调功率、频率为100kHz的数字化超声波广州辛诺科超声设备有限公司;2695-2996型高效液相色谱仪、二极管阵列检测器 美国Waters公司;52AA型旋转蒸发仪 北京顺杰欣隆科技有限公司;2550紫外分光光度计 日本岛津公司。

1.2 方法

1.2.1 样品处理

浸泡提取法:准确称取5g样品置入600mL的烧杯中,并加入100mL 80%甲醇溶液。在40℃水浴分别浸泡提取1、8h。

超声辅助提取法:准确称取2g样品,置于600mL的烧杯中。按1:20的料液比加入40mL 80%甲醇溶液。

超声波处理物料前烧杯封口以防溶剂挥发,固定超声能量为8W,在15、30、40℃分别超声处理10、20、30、40、50、60min;在15℃超声处理20min后,分别测定4个超声能量水平3.2、8、30、56W对酚酸含量和抗氧化能力的影响。超声提取后提取液放置至室温,然后用滤纸过滤,滤液待测。

1.2.2 酚酸的提取

酚酸提取参照文献[7]并加以改进,用移液管准确移取10mL滤液,在40℃旋转蒸发浓缩至无醇,用12mL,4mol/L NaOH溶液,避光条件下水解4h,再用2mol/L盐酸调pH1~2。再用乙酸乙酯-乙醚(1:1, V/V)提取3次,合并萃取液,在35℃旋转蒸发浓缩至干,溶于10mL甲醇。每份样品重复3次,测定结果取平均值,以均值 \pm 标准偏差表示。

1.2.3 酚酸测定

利用高效液相仪测定酚酸,色谱柱为迪马C₁₈反相色谱柱(250mm \times 4.6mm)。将上述得到的酚酸萃取液用0.45 μ m滤膜过滤后进样,进样量为20 μ L,柱温40℃,流速1mL/min,流动相为4%乙酸-100%甲醇(20:80),等度洗脱。以标样的保留时间与紫外-可见光谱确定样品酚酸组成。咖啡酸、对香豆酸、阿魏酸、芥子酸在波长320nm处测定峰面积,原儿茶酸、对羟基苯甲酸、香草酸在波长260nm处测定峰面积,在最大吸收波长处测定提取物的峰面积,外标法定量。

1.2.4 总酚和抗氧化能力的测定

总酚测定:参照文献[13]并改进,准确量取0.25mL溶于甲醇的提取液置于25mL容量瓶中,加入蒸馏水至总体积为10mL,加0.5mL福林酚试剂摇匀,5min后加入5mL 6% Na₂CO₃溶液,并用蒸馏水稀释至25mL,充分振荡后静置30min,在波长760nm处测定吸光度。以没食子酸作标样绘制标准曲线,总酚含量以每克干样所含毫克当量没食子酸来表示。

抗氧化能力测定:参照FRAP法测定抗氧化能力^[14],采用紫外分光光度计在593nm处测定其最大吸光度。Trolox溶液制作标准曲线,以每克干样当量消耗的Trolox的量来表示抗氧化能力。

1.2.5 统计分析

所有数据均以3次重复的“均值 \pm 标准差”表示。采用SPSS软件进行方差分析,采用Duncan多元回归方法分析在0.05的水平上均值的显著性差异。

2 结果与分析

2.1 超声辅助提取对温州蜜柑皮中酚酸的影响

测定温州蜜柑果皮中的7种酚酸组分,以肉桂酸型酚酸(咖啡酸、对香豆酸、阿魏酸、芥子酸)和苯甲酸型

酚酸(原儿茶酸、对羟基苯甲酸、香草酸)为主, 高效液相测定的最大吸收波长分别为 320nm 和 260nm。分析比较浸泡提取法与超声辅助提取法对酚酸含量的影响。

由表 1 可知, 随着浸泡时间的延长, 酚酸含量显著增加, 在 40℃ 浸泡提取 8h 后, 咖啡酸、阿魏酸、芥子酸的含量比浸泡 1h 分别增加了 154.57%、301.88%、227.45%, 并且 7 种酚总含量增加了 240.67%。浸泡时间对酚酸含量的增加有显著性差异($P < 0.05$)。但是, 7 种酚总含量在 30℃ 超声处理 10min 比 40℃ 浸泡处理 8h 提高了 81.11%。由此可以看出, 超声辅助提取法与浸泡提取法相比, 具有低温快速高效提取酚酸的优势。

热处理柑橘皮提取酚酸的研究认为, 加热(在 120℃ 处理 90min)易造成酚酸含量的下降^[10]。本研究表明, 在 40℃ 超声处理 60min 后酚酸含量显著下降, 这很可能由于超声波产生更强的物理化学作用所致。上述结果说明在超声参数中, 提取温度比超声时间对酚酸的含量及稳

定性的影响更大。此外, 超声强化提取的机理主要归功于空穴气泡崩塌产生的机械和化学效应打碎植物细胞壁加快细胞内含物的释放^[3], 以及产生局部的高温高压易造成酚酸的降解^[15]。不当的超声处理比热处理更易造成酚酸的降解。

由表 3 可知, 超声能量对酚酸的提取有显著影响。当超声能量从 3.2W 增加到 56W 时, 咖啡酸、对香豆酸、阿魏酸、对羟基苯甲酸、分别增加了 7.35%、29.36%、31.56%、21.51%, 随着超声能量的增加酚酸的提取量呈现出增加的趋势, 但芥子酸的含量却有所下降。Sivakumar 等^[16]报道超声能量从 20W 增加到 100W 时, 榄仁树果实中的单宁酸增加了 3~5 倍。同样, 从夏威夷萝梨果根中提取蒽醌时, 超声能量对提取量几乎没有影响^[17], 而以前的研究发现超声能量的变化对椴柑皮中橙皮苷的含量没有显著影响^[18]。由于不同的超声设备产生各异的超声场, 而超声场的差异会影响超声能量

表 1 超声辅助提取和浸泡提取对酚酸和 7 种酚总含量($\mu\text{g/g}$, 干样)的影响

Table 1 Comparison of individual and total phenolic contents in Satsuma mandarin peel extracts obtained with and without ultrasound assistance

提取方法	提取时间	酚酸组分							7 种酚总含量
		咖啡酸	对香豆酸	阿魏酸	芥子酸	原阿茶酸	对羟基苯甲酸	香草酸	
浸泡	1h	12.46 \pm 2.63 ^c	23.00 \pm 1.72 ^c	189.99 \pm 1.37 ^c	40.40 \pm 5.97 ^c	17.57 \pm 0.10 ^a	14.99 \pm 0.22 ^c	19.23 \pm 0.15 ^c	312.63 \pm 12.17 ^c
	8h	31.72 \pm 1.52 ^b	63.15 \pm 1.91 ^b	763.54 \pm 19.82 ^b	132.29 \pm 0.16 ^a	20.68 \pm 0.93 ^a	23.50 \pm 0.75 ^b	29.99 \pm 0.56 ^b	1065.03 \pm 25.64 ^b
超声辅助	10min	65.18 \pm 2.72 ^a	125.32 \pm 2.68 ^a	1516.39 \pm 5.25 ^a	135.75 \pm 13.83 ^a	17.02 \pm 3.21 ^a	34.22 \pm 0.51 ^a	35.00 \pm 1.63 ^a	1928.87 \pm 29.82 ^a

注: 同列数据肩标不同字母代表差异显著($P < 0.05$)。下同。

表 2 超声时间和提取温度对温州蜜柑皮中酚酸和 7 种酚总含量($\mu\text{g/g}$, 干样)的影响

Table 2 Effects of ultrasound treatment time and temperature on individual and total phenolic contents in Satsuma mandarin peel extracts

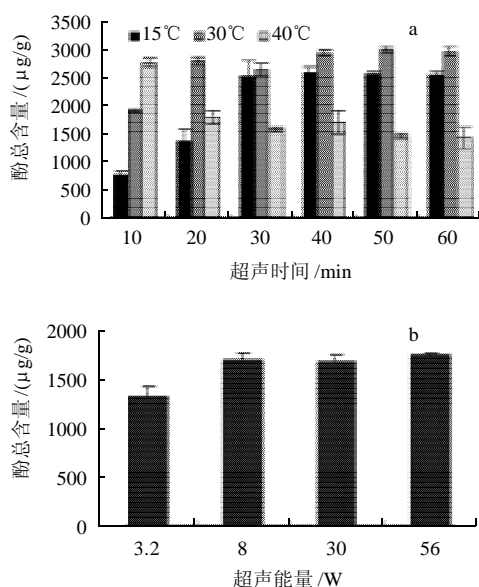
时间/min	温度/℃	酚酸组分							7 种酚总含量
		咖啡酸	对香豆酸	阿魏酸	芥子酸	原阿茶酸	对羟基苯甲酸	香草酸	
10	15	17.60 \pm 4.29 ^a	52.20 \pm 1.10 ^c	588.57 \pm 53.77 ^a	76.77 \pm 11.09 ^c	13.77 \pm 0.18 ^c	8.96 \pm 0.03 ^c	14.77 \pm 0.75 ^c	772.65 \pm 71.21 ^f
	30	65.18 \pm 2.72 ^b	125.32 \pm 2.68 ^c	1516.39 \pm 5.25 ^d	135.75 \pm 13.83 ^d	17.02 \pm 3.21 ^{bc}	34.22 \pm 0.51 ^b	35.00 \pm 1.63 ^{ab}	1928.87 \pm 29.82 ^e
	40	92.07 \pm 7.39 ^a	174.15 \pm 0.31 ^a	2126.18 \pm 58.22 ^b	197.11 \pm 3.53 ^{ab}	22.22 \pm 0.71 ^b	42.61 \pm 5.52 ^a	44.45 \pm 1.70 ^a	2798.79 \pm 77.40 ^b
20	15	55.52 \pm 12.52 ^b	85.65 \pm 0.56 ^d	1036.98 \pm 185.06 ^f	130.30 \pm 11.91 ^d	20.56 \pm 2.13 ^b	26.08 \pm 0.08 ^b	29.47 \pm 0.48 ^b	1384.55 \pm 212.74 ^f
	30	101.43 \pm 7.65 ^a	179.75 \pm 11.77 ^a	2255.20 \pm 0.09 ^b	184.54 \pm 44.53 ^b	19.25 \pm 0.61 ^a	45.02 \pm 1.07 ^a	36.39 \pm 1.70 ^{ab}	2821.56 \pm 67.41 ^b
	40	53.17 \pm 2.24 ^b	93.43 \pm 1.14 ^d	1338.23 \pm 115.92 ^e	237.47 \pm 0.82 ^a	20.23 \pm 0.36 ^b	30.85 \pm 0.01 ^b	33.87 \pm 0.05 ^b	1807.26 \pm 121.55 ^c
30	15	103.97 \pm 6.06 ^a	156.69 \pm 6.49 ^b	2014.36 \pm 278.57 ^c	192.86 \pm 1.98 ^b	21.84 \pm 0.34 ^b	26.04 \pm 0.05 ^b	32.61 \pm 2.96 ^b	2548.37 \pm 296.46 ^c
	30	91.87 \pm 7.46 ^a	167.38 \pm 16.04 ^b	2097.86 \pm 21.76 ^c	208.57 \pm 76.54 ^a	19.92 \pm 0.20 ^b	45.12 \pm 3.78 ^a	41.78 \pm 1.93 ^a	2672.51 \pm 127.71 ^{bc}
	40	51.91 \pm 0.22 ^b	87.50 \pm 11.99 ^d	1156.17 \pm 16.99 ^f	212.48 \pm 8.51 ^a	20.15 \pm 1.47 ^b	34.78 \pm 7.03 ^b	32.38 \pm 2.92 ^b	1595.37 \pm 49.12 ^e
40	15	103.69 \pm 5.73 ^a	171.94 \pm 10.09 ^a	2082.76 \pm 68.91 ^c	188.95 \pm 8.18 ^b	18.65 \pm 0.09 ^b	27.29 \pm 0.78 ^b	34.63 \pm 1.35 ^b	2627.90 \pm 95.14 ^{bc}
	30	103.11 \pm 2.49 ^a	186.26 \pm 6.51 ^a	2395.80 \pm 37.07 ^a	172.73 \pm 4.11 ^{bc}	26.19 \pm 9.11 ^{ab}	47.38 \pm 1.03 ^a	40.89 \pm 3.46 ^a	2972.35 \pm 63.79 ^a
	40	51.22 \pm 1.49 ^b	97.03 \pm 2.35 ^d	1304.25 \pm 175.26 ^c	193.54 \pm 26.98 ^{ab}	20.41 \pm 0.32 ^b	29.31 \pm 1.51 ^b	32.11 \pm 2.84 ^b	1727.88 \pm 211.40 ^d
50	15	102.44 \pm 0.03 ^a	176.81 \pm 6.51 ^a	2037.80 \pm 24.55 ^c	176.48 \pm 7.71 ^b	17.06 \pm 0.08 ^{bc}	36.55 \pm 1.14 ^{ab}	43.57 \pm 0.66 ^a	2590.70 \pm 40.68 ^c
	30	103.16 \pm 2.27 ^a	188.06 \pm 1.97 ^a	2431.47 \pm 36.89 ^a	188.88 \pm 10.70 ^b	30.78 \pm 3.40 ^a	47.60 \pm 0.89 ^a	42.35 \pm 1.15 ^a	3032.29 \pm 57.27 ^a
	40	47.64 \pm 7.37 ^{bc}	98.52 \pm 1.52 ^d	1049.78 \pm 1.86 ^f	183.61 \pm 29.31 ^b	21.03 \pm 0.80 ^b	31.51 \pm 0.52 ^{bc}	36.92 \pm 1.00 ^{ab}	1469.02 \pm 42.38 ^f
60	15	101.03 \pm 9.47 ^a	178.93 \pm 2.09 ^a	2001.86 \pm 43.84 ^c	180.26 \pm 10.88 ^b	18.33 \pm 1.15 ^b	38.67 \pm 1.50 ^{bc}	45.10 \pm 0.82 ^a	2564.17 \pm 69.76 ^c
	30	102.26 \pm 2.07 ^a	185.36 \pm 4.00 ^a	2392.87 \pm 74.34 ^b	190.02 \pm 3.19 ^b	33.21 \pm 1.15 ^a	47.16 \pm 1.19 ^a	41.30 \pm 0.78 ^a	2992.19 \pm 86.72 ^a
	40	46.92 \pm 0.29 ^c	97.67 \pm 3.11 ^d	1087.90 \pm 159.51 ^f	134.52 \pm 30.82 ^c	17.85 \pm 1.88 ^{bc}	27.21 \pm 4.16 ^b	32.46 \pm 1.86 ^b	1444.52 \pm 201.62 ^f

表3 超声能量对温州蜜柑皮中酚酸和7种酚总含量($\mu\text{g/g}$, 干样)的影响

Table 3 Effect of ultrasound power on individual and total phenolic contents in Satsuma mandarin peel extracts

频率 / 超声		酚酸组分								7 种酚总含量
kHz	能量 /W	咖啡酸	对香豆酸	阿魏酸	芥子酸	原阿茶酸	对羟基苯甲酸	香草酸		
100	3.2	55.52 ± 12.52 ^a	85.65 ± 0.56 ^c	1036.98 ± 82.62 ^c	160.30 ± 38.56 ^a	20.56 ± 2.13 ^a	26.08 ± 0.08 ^b	29.47 ± 1.70 ^b	1414.55 ± 138.26 ^c	
	8	58.53 ± 2.17 ^a	106.68 ± 2.57 ^b	1292.86 ± 55.87 ^b	164.88 ± 10.21 ^a	20.70 ± 0.98 ^a	30.98 ± 1.61 ^{ab}	34.15 ± 1.20 ^a	1708.79 ± 74.61 ^a	
	30	59.73 ± 6.96 ^a	107.21 ± 2.28 ^b	1322.71 ± 85.87 ^b	153.10 ± 14.40 ^b	19.17 ± 3.01 ^a	31.87 ± 0.98 ^a	32.80 ± 0.50 ^a	1726.59 ± 114.00 ^a	
	56	59.60 ± 1.97 ^a	110.80 ± 0.22 ^b	1364.23 ± 60.53 ^b	147.48 ± 13.38 ^b	20.73 ± 0.27 ^a	31.69 ± 0.08 ^a	33.26 ± 0.68 ^a	1767.79 ± 77.13 ^a	

的强度, 最终影响到提取效率^[19]。即使应用相同的超声设备, 超声能量对提取率的影响也是不同的^[19]。当超声波在媒质中传播时, 根据超声能量对提取物含量所表现出的不均一性和不一致性, 值得考虑超声场中超声参数的性能在时间和空间分布上是否具有稳定性或重现性。此外, 植物材料的性质(硬度、密度、溶质分配)和超声波在不同媒质中产生的空穴作用也可能对超声能量的强度产生影响。这方面的研究鲜有报道, 值得进行更多的研究。



a. 不同超声时间和提取温度处理; b. 15°C 超声处理 20min。

图1 超声处理对温州蜜柑皮中7种酚总含量影响

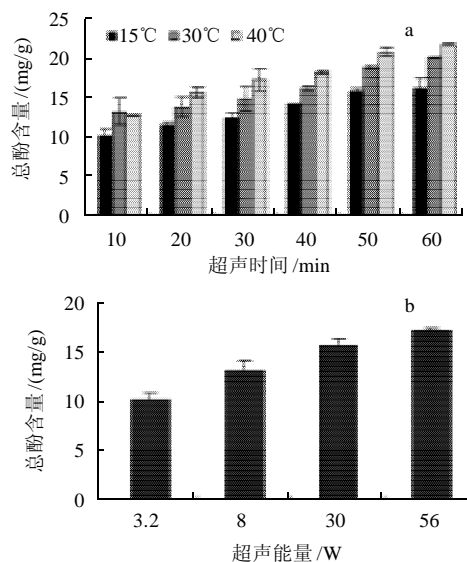
Fig.1 Effect of ultrasound treatment on total content of 7 phenolic acids in Satsuma mandarin peel extracts

由图1可知, 超声时间、温度对7种酚总含量有显著性影响。在15°C和30°C, 超声处理30min和20min后, 7种酚总含量显著增加。在40°C超声处理20min较超声10min 7种酚总含量大幅度下降($P < 0.05$)。此外, 超声处理对提取单个酚酸成分的最佳超声条件是不同的。对于肉桂酸型酚酸在30°C超声处理50min后其含量最高, 对于苯甲酸型酚酸在30°C超声处理60min后其含

量最高。同样, 每一种酚酸的最佳提取条件各不相同。由表3可以看出: 咖啡酸、阿魏酸、香草酸的最佳条件依次是: 15°C、30min; 30°C、50min; 40°C、10min。与该结果相似, Smelcerovic等^[20]研究了超声辅助提取金丝桃(*Hypericum perforatum* L.)中的几种活性成分(金丝桃素、假金丝桃素、金丝桃糖苷、芦丁、槲皮素以及金丝桃苷), 每种成分的最佳超声条件也各不相同。

上述研究结果表明, 超声辅助提取比浸泡提取能显著的增加酚酸的含量。但是, 高温并延长超声时间导致某些酚酸的降解。因此, 应用超声技术提取不稳定活性成分须慎重考虑超声条件的选择。在本实验的研究条件下, 提取酚酸的最佳超声条件为超声时间50min、超声能量8W、提取温度30°C。

2.2 超声辅助提取对温州蜜柑皮中总酚和抗氧化能力的影响



a. 不同超声时间和提取温度处理; b. 15°C 超声处理 20min。

图2 超声处理对温州蜜柑皮中总酚含量的影响

Fig.2 Effect of ultrasound treatment on total phenolic content in Satsuma mandarin peel extracts

由图2可知, 超声时间、能量、提取温度对总酚含量的增加都有积极的影响。在15°C超声处理60min, 总酚含量较超声10min增加了59.18%; 在40°C超声处理60min, 总酚含量增加了71.29%; 当超声能量从3.2W增

加到 56W, 总酚含量增加了 68.25%, 这与上面单个酚酸的结果相反。因为总酚评价的是提取物中所有酚类物质的总量, 即温州蜜柑皮中所有的类黄酮和酚类物质。由于类黄酮表现出较高的热稳定性, 并且含量明显高于酚酸。因此, 超声处理后总酚与类黄酮具有相同的增加趋势而与酚酸组分不同。

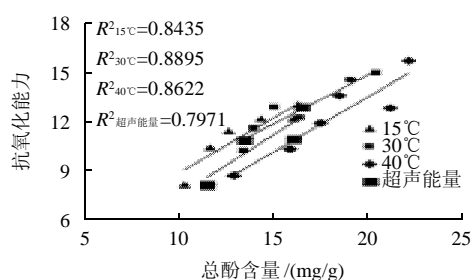


图3 总酚含量和抗氧化能力的相关性

Fig.3 Correlations between total phenolic content and antioxidant capacity of Satsuma mandarin peel extracts

由图3可知, 抗氧化能力与总酚含量具有很好的相关性。15、30、40℃处理后, 相关系数 R^2 依次为0.8435、0.8895、0.8622; 在不同的超声能量水平下, R^2 为0.7971。以前的研究认为热处理柑橘皮能有效增加酚酸和抗氧化能力^[10-11]。本研究结果表明超声辅助提取能显著提高总酚含量并增强抗氧化能力。因此, 超声波技术应用于提取温州蜜柑皮活性物质和增加抗氧化能力具有很大的潜力。

3 结 论

本研究结果表明, 超声辅助提取较传统的浸泡提取在低温下较短的提取时间能达到有效的提取率。超声时间、提取温度、超声能量的变化对酚酸提取量都表现出显著的影响, 但超声温度对提取酚酸的影响最为敏感, 经超声处理后苯甲酸型酚酸比肉桂酸型酚酸稳定高。由于酚酸具有热不稳定性, 因此超声辅助提取酚酸的温度不宜过高。综合考虑, 确定提取酚酸的最佳超声条件为超声时间50min、超声能量8W、提取温度30℃。

超声处理后抗氧化能力与总酚含量具有良好的相关性。在15、30、40℃和不同超声能量水平下, 相关系数 R^2 依次为0.8435、0.8895、0.8622、0.7971, 表明温州蜜柑皮提取物是天然抗氧化剂的良好来源, 超声辅助提取对有效增强橘皮提取物中抗氧化特性具有潜在的优势。

参考文献:

[1] VINATORU M. An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2001(8): 303-313.
[2] VILKHU K, MAWSON R, SIMONS L, et al. Applications and oppor-

tunities for ultrasound-assisted extraction in the food industry—a review [J]. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2008(9): 161-169.

- [3] TOMA M, VINATORU M, PANIWNKY L, et al. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2001(8): 137-142.
[4] MIDDLETON E, KANDASWAMI C, THEOHARIDES T C. The effects of plant flavonoids on mammalian cells: implications for inflammation, heart disease and cancer[J]. *Pharmacological Reviews*, 2000, 52(4): 673-751.
[5] MANACH C, MAZUR A, SCALBERT A. Polyphenols and prevention of cardiovascular diseases[J]. *Current Opinions in Lipidology*, 2005, 16(1): 77-84.
[6] 叶兴乾. 柑桔加工与综合利用[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2005.
[7] LI B B, SMITH B, HOSSAIN M. Extraction of phenolics from citrus peels: I. Solvent extraction method[J]. *Separation and Purification Technology*, 2006, 48(2): 182-188.
[8] LI B B, SMITH B, HOSSAIN M. Hossain. Extraction of phenolics from citrus peels: II. Enzyme-assisted extraction method[J]. *Separation and Purification Technology*, 2006, 48(2): 189-188.
[9] OUFEDJIKH H, MAHROUZ M, AMIOT M J, et al. Effect of γ -irradiation on phenolic compounds and phenylalanine ammonia-lyase activity during storage in relation to peel injury from peel of *Citrus clementina* hort Ex tanaka[J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 2000, 48(2): 559-565.
[10] XU Guihua, YE Xingqian, CHEN Jianchu, et al. Effect of heat treatment on the phenolic compounds and antioxidant capacity of citrus peel extract[J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 2007, 55(2): 330-335.
[11] JEONG S M, KIM S Y, KIM D R, et al. Effect of heat treatment on the antioxidant activity of extracts from citrus peels[J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 2004, 52(11): 3389-3393.
[12] MA Yaqin, YE Xingqian, FANG Zhongxiang, et al. Phenolic compounds and antioxidant activity of extracts from ultrasonic treatment of satsuma mandarin (*Citrus unshiu* Marc) peels[J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 2008, 56(14): 5682-5690.
[13] WOLFE K, WU Xianzhong, LIU Ruihai. Antioxidant activity of apple peels[J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 2003, 51(3): 609-614.
[14] BENZIE I F F, STRAIN J J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay[J]. *Anal Biochem*, 1996, 239(1): 70-76.
[15] RASO J, MANÁS P, PAGÁN R, et al. Influence of different factors on the output power transferred into medium by ultrasound[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 1999, 5(4): 157-162.
[16] SIVAKUMAR V, VERMA R V, RAO P G, et al. Studies on the use of power ultrasound in solid-liquid myrobalan extraction process[J]. *Journal of Cleaner Production*, 2007, 15(18): 1813-1818.
[17] HEMWIMOL S, PAVASANT P, SHOTIPRUK A. Ultrasound-assisted extraction of anthraquinones from roots of *Morinda citrifolia*[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2006, 13(6): 543-548.
[18] Ma Yaqin, Ye Xingqian, Hao Yunbin, et al. Ultrasound-assisted extraction of hesperidin from Penggan (*Citrus reticulata*) peel[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2008, 15(3): 227-232.
[19] ROMDHANEM, GOURDOU C. Investigation in solid-liquid extraction: influence of ultrasound[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2002, 87(1): 11-19.
[20] SMELCROVIC A, SPITEKKER M, ZUEHLKE S. Comparison of methods for the exhaustive extraction of hypericins, flavonoids, and hyperforin from *Hypericum perforatum* L.[J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 2006, 54(7): 2750-2753.