DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251125003
引用格式: 申奥, 程雷娜, 魏鉴腾, 等. 肉苁蓉黄酮的制备工艺优化及肉苁蓉露酒风味物质分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(10): 26–35.
SHEN AO, CHENG LN, WEI JT, *et al*. Optimization of the preparation process for *Cistanche* flavonoids and analysis of flavor compounds in *Cistanche* liqueur [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(10): 26–35. (in Chinese with English abstract).

肉苁蓉黄酮的制备工艺优化及肉苁蓉露酒风味物质分析

申 奥[1], 程雷娜[1], 魏鉴腾[1,2*], 王淑娴[3*], 曾祥俊[4]

(1. 青岛农业大学特种食品研究院, 青岛 266109; 2. 青岛特种食品研究院, 青岛 266109;
3. 山东省海洋科学研究院, 青岛 266104; 4. 内蒙古大漠魂生物科技有限公司, 阿拉善 750300)

摘 要: 目的 优化阿拉善肉苁蓉黄酮的提取工艺, 以提高其活性成分的溶出效率, 通过测定黄酮的抗氧化活性, 以明确黄酮含量与抗氧化功效之间的内在关联, 进而将最优提取工艺所得肉苁蓉提取物应用于露酒调配, 分析其对露酒风味物质的影响。**方法** 以阿拉善肉苁蓉为研究对象, 以总黄酮得率为评价指标, 研究料液比、提取时间和乙醇浓度对肉苁蓉黄酮得率影响; 通过测定 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazine, DPPH)自由基清除率、羟自由基清除率、2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐[2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) diammonium salt, ABTS]阳离子自由基清除率及总抗氧化能力评估肉苁蓉黄酮的抗氧化性能; 对肉苁蓉露酒进行风味物质鉴定以分析其特有的挥发性有机物。**结果** 确定最佳提取条件为料液比 1:38 (g:mL), 提取时间 1.7 h, 乙醇浓度 58%, 在此条件下肉苁蓉黄酮的得率达到 7.38%±0.45%; 肉苁蓉黄酮在各项抗氧化指标测定中显示出良好的抗氧化活性。**结论** 通过响应面实验得到了阿拉善肉苁蓉黄酮提取的最佳工艺条件, 该工艺显著提高了黄酮得率且重复性好, 并验证肉苁蓉黄酮具有良好的抗氧化活性, 此外, 肉苁蓉露酒中蕴含着酯类、醇类和醛类等多种风味物质, 这些独特的风味物质赋予了露酒独特的口感与香气。

关键词: 肉苁蓉; 黄酮; 响应面法; 抗氧化活性; 露酒; 风味物质

Optimization of the preparation process for *Cistanche* flavonoids and analysis of flavor compounds in *Cistanche* liqueur

SHEN Ao[1], CHENG Lei-Na[1], WEI Jian-Teng[1,2*], WANG Shu-Xian[3*], ZENG Xiang-Jun[4]

收稿日期: 2025-11-25
基金项目: 内蒙古自治区重点研发和成果转化计划项目(2025YFHH0244); 中央引导地方科技发展资金(黄河流域协同科技创新)项目(YDZX2024028); 阿拉善盟科技计划项目(AMKJ2024-03); 山东省重点研发计划项目(2023TZX054)
第一作者: 申奥(2000—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为食品加工与安全。E-mail: 18206503092@163.com
***通信作者:** 魏鉴腾(1980—), 男, 博士, 副教授, 主要研究方向为食品功能因子研究。E-mail: weijt@163.com
王淑娴(1982—), 女, 硕士, 副研究员, 主要研究方向为水产动物病害防治与绿色渔药研发。E-mail: wangsx_2008@yeah.net

(1. *Special Food Research Institute*, *Qingdao Agricultural University*, *Qingdao* 266109, *China*; 2. *Qingdao Special Food Research Institute*, *Qingdao* 266109, *China*; 3. *Marine Science Research Institute of Shandong Province*, *Qingdao* 266104, *China*; 4. *Inner Mongolia Damohun Biotech Co*., *Ltd.*, *Alashan* 750300, *China*)

ABSTRACT: Objective　To optimize the extraction process for flavonoids from Alxa *Cistanche* to improve the elution efficiency of its active components, determine the antioxidant activity of the flavonoids to clarify the intrinsic relationship between flavonoid content and antioxidant efficacy, apply the *Cistanche* extract obtained from the optimized extraction process to the formulation of *Cistanche* liqueur, and analyse its impact on the flavor compounds of the liqueur. **Methods**　With *Cistanche* in Alxa as the research object and the total flavonoid yield as the evaluation index, the effects of the solid-liquid ratio, extraction time and ethanol concentration on the flavonoid yield of *Cistanche* were studied. The antioxidant properties of *Cistanche* flavonoids were evaluated by measuring the 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazine (DPPH) radical scavenging rate hydroxyl radical scavenging rate, 2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) diammonium salt (ABTS) scavenging rate and total antioxidant capacity. The flavor substances of *Cistanche* liqueur were identified to analyze their characteristic volatile organic compounds. **Results**　The optimal extraction conditions were determined as a solid-liquid ratio of 1:38 (g:mL), an extraction time of 1.7 h, and an ethanol concentration of 58%. Under these conditions, the yield of *Cistanche* flavonoids reached 7.38%±0.45%. *Cistanche* flavonoids exhibited good antioxidant activity in various antioxidant index measurements. **Conclusion**　Response surface experiments are conducted to determine the optimal process conditions for the extraction of flavonoids from Alxa *Cistanche*. This process significantly increases the flavonoid yield with good reproducibility, and confirms that *Cistanche* flavonoids exhibit strong antioxidant activity. Furthermore, an analysis of flavor components in the *Cistanche* liqueur identifies various volatile compounds, including esters, alcohols and aldehydes, which collectively contribute to its distinctive sensory profile and aromatic characteristics.

KEY WORDS: *Cistanche*; flavonoids; response surface methodology; antioxidant activity; liqueur; flavor compounds

0　引　言

肉苁蓉又名金笋、地精等, 为列当科苁蓉属多年寄生草本植物, 主要分布于北半球干旱荒漠化地区。现代研究表明, 肉苁蓉富含多种生物活性成分, 主要包括苯乙醇苷类(如松果菊苷和毛蕊花糖苷)、多糖、黄酮类、环烯醚萜类以及氨基酸和微量元素等[1–3]。其中, 苯乙醇苷类具有抗氧化[4]、神经保护[5–6]、抗骨质疏松[7]、抗疲劳及免疫调节[8–10]等作用; 多糖成分则有助于调节肠道菌群、增强免疫力[11–12]; 而黄酮类化合物则因其显著的抑制脂质过氧化、清除自由基的能力, 成为抗炎和抗氧化研究的热点。因此, 提取肉苁蓉中的黄酮类化合物, 并深入研究其提取工艺和含量, 对于提高肉苁蓉的利用价值、开发高附加值的肉苁蓉产品具有重要意义。

随着人们对健康养生的关注度不断提高, 对天然功能性食品和保健品的需求也日益增长, 肉苁蓉因其丰富的营养价值和独特的保健功能, 除了传统的药用形式外, 还被广泛应用于食品和饮料行业。未来, 肉苁蓉有望在保健品、营养补充剂及功能性食品等领域发挥关键作用, 成为大健康产业的重要组成部分[13–15]。

露酒, 作为一种特色酒品, 是以蒸馏酒、发酵酒或者食用酒精作为酒基, 将可食用或属于药食两用范畴的辅料以及食品添加剂添加其中, 再历经调配、混合或者进一步再加工等工艺流程, 最终制成原酒基风格已然改变的饮料酒, 此外, 历经数千年的传承, "药食同源"这一理念在中医药文化中始终延续, 并逐步构建起独具特色的理论体系[16–17]。近年来, 由于市场需求迅猛增长, 中国露酒市场呈现出蓬勃发展的良好态势, 展现出极为广阔的市场前景, 与此同时, 随着民众生活品质的不断提升以及健康观念的增强, 消费者在酒类产品的选择上也愈发趋向多元化[18–20]。露酒不仅具有辅料的功能性, 还具有辅料的特殊风味, 肉苁蓉含有较多的挥发性物质, 表现出一种独特的风味特征, 肉苁蓉露酒则在酒的醇厚基础上融合了肉苁蓉的独特风味, 形成了独特的风味轮廓。对肉苁蓉和肉苁蓉露酒的风味成分进行分析, 可以明确其主要风味物质的种类和含量, 对肉苁蓉露酒的产业化具有非常重要的意义。目前, 国内外已有一些关于肉苁蓉化学成分和药理作用的研究报道, 但对肉苁蓉露酒制备工艺和风味物质的研究相对较少, 不同来源与制作方式使肉苁蓉露酒风味各异, 且在制作方式中, 浸泡时间、温度都需精准把控, 才能酿出风味独特、品质优良的肉苁蓉露酒。因此, 本研究对肉苁蓉黄酮的提取工艺进行优化, 并系统分析肉苁蓉露酒的风味成分, 为肉苁蓉露酒的开发和生产提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

肉苁蓉, 采自内蒙古自治区阿拉善; 基酒(吉林省百老泉酒业有限公司)。

无水乙醇(分析纯, 天津市精细化工有限公司); 芦丁(分析纯, 兰州植纯生物科技有限责任公司); 亚硝酸钠($NaNO_2$)、硝酸铝·九水合物[$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$](分析纯, 上海易恩化学技术有限公司); 氢氧化钠(NaOH)(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 维生素 C (vitamin C, VC)(分析纯, 上海麦克林生化科技有限公司); 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazine, DPPH)(纯度>97%, 东京化成工业株式会社); 铁离子还原/抗氧化能力法试剂盒、羟自由基测定试剂盒、2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐[2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) diammonium salt, ABTS]测试盒(南京建成生物工程研究所)。

DHG-9070 鼓风干燥机(上海一恒科学仪器有限公司); AX224ZH 电子天平(精度 0.0001 g, 美国奥豪斯国际贸易有限公司); 5810R 高速离心机(德国艾本德股份有限公司); SpectraMax Plus 384 全波长酶标仪(上海美谷分子仪器有限公司); MXT-WAX 毛细管色谱柱(30 m×0.53 mm, 1.0 μm) (美国瑞斯泰克公司); FlavourSpec®气相离子迁移谱(德国 G.A.S 公司); 盖螺口顶空瓶(20 mL)(浙江哈迈科技有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 提取工艺

将肉苁蓉清洗干净, 切成小块并放入 50 ℃烘箱烘干水分, 按照不同料液比、提取时间和乙醇浓度进行回流提取, 按照绘制的标准曲线计算肉苁蓉黄酮的得率。

1.2.2 标准曲线的绘制

参考吕名蕊等[21]的方法并加以改进, 以 70%乙醇作为溶剂将芦丁标准品充分溶解, 并定容至特定体积。随后依次加 5% $NaNO_2$ 溶液与 10% $Al(NO_3)_3$ 溶液, 充分摇匀后, 再加 4% NaOH 溶液, 再次摇匀, 静置一段时间充分反应后于 510 nm 波长处测定溶液吸光度。

1.2.3 肉苁蓉黄酮含量的测定

准确移取样品溶液, 加 70%乙醇并定容至特定体积。随后依次向溶液中加 5% $NaNO_2$ 溶液与 10% $Al(NO_3)_3$ 溶液充分摇匀后, 再加 4% NaOH 溶液, 再次摇匀, 静置一段时间使反应充分进行, 最后于 510 nm 波长处测定吸光度, 由标准曲线计算肉苁蓉黄酮得率, 计算如公式(1)所示。

$$\text{肉苁蓉黄酮得率}/\% = \frac{c_0 \times V_0}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中: c_0 为黄酮质量浓度, g/mL; V_0 为样品总体积, mL; m 为原料质量, g。

1.2.4 肉苁蓉黄酮提取最佳工艺条件的确定

(1)单因素实验

在设定料液比为 1:10 (g:mL)且乙醇浓度固定为 50%的实验条件下, 深入探究不同提取时间对露酒中肉苁蓉黄酮得率所产生的影响。

当提取时间确定为 1 h, 同时乙醇浓度保持在 50%时, 对不同料液比条件下露酒中肉苁蓉黄酮的得率情况进行分析。

在料液比设定为 1:10 (g:mL), 且提取时间固定为 1 h 的实验条件下, 研究不同乙醇浓度对露酒中肉苁蓉黄酮得率的影响。单因素实验因素及水平见表 1。

表 1 单因素实验因素及水平

Table 1 Factors and levels in the single factor investigations

因素	水平				
	1	2	3	4	5
A(提取时间)/h	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
B(料液比)(g:mL)	1:10	1:20	1:30	1:40	1:50
C(乙醇浓度)/%	50	60	70	80	90

(2)肉苁蓉黄酮提取工艺优化

基于前期开展的单因素实验结果, 运用 Design-Expert 13.0.5.0 软件, 将 *A*(提取时间)、*B*(料液比)以及 *C*(乙醇浓度)3 个影响因素进行组合, 以肉苁蓉黄酮得率作为核心考察指标, 开展 Box-Behnken 试验设计。相关因素水平的具体信息详见表 2。

表 2 Box-Behnken 试验设计

Table 2 Experimental design of Box-Behnken

水平	因素		
	A(提取时间)/h	*B*(料液比)(g/mL)	*C*(乙醇浓度)/%
–1	1.0	1:30	50
0	1.5	1:40	60
1	2.0	1:50	70

1.2.5 DPPH 自由基清除能力的测定

根据阚金涛等[22]的方法稍加改进, 0.5 mL 的露酒与 2.4 mL 的 DPPH 乙醇溶液(0.1 mmol/L)混匀后, 加入 1.1 mL 蒸馏水于 37 ℃避光反应 30 min, 517 nm 吸光度, 测定不同浓度的肉苁蓉黄酮 DPPH 自由基清除率, 计算如公式(2)所示。

$$\text{DPPH 自由基清除率}/\% = (1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0}) \times 100\% \quad (2)$$

式中: A_1 为样品测定管的吸光值; A_2 为无水乙醇代替 DPPH 溶液的吸光值; A_0 为将样品换为蒸馏水测得的吸光度。

1.2.6 总还原力的测定

参考郝丹丹等[23]的方法略做修改, 配制不同浓度的肉苁蓉黄酮溶液, 取 5 μL 的上述样品溶液, 与 180 μL 的铁离子还原/抗氧化能力工作液一同加入到 96 孔酶标板中, 充分振荡使混合液均匀。随后, 将酶标板置于 37 ℃的恒温环境中反应 5 min, 反应结束后, 立即测定该混合液在 593 nm

波长下的吸光度值, 以 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 标准品测得的吸光度为横坐标(X), 对应的标准品浓度为纵坐标(Y, mmol/L)建立标准曲线(Y_1=0.2792X_1+0.0931, r^2=0.9957), 以 $FeSO_4$ 标准溶液的浓度表示肉苁蓉黄酮的总抗氧化能力。

1.2.7　羟自由基清除能力的测定

配制不同浓度的肉苁蓉黄酮溶液, 羟自由基清除率的测定依据试剂盒说明书流程操作, 于 550 nm 波长下检测吸光度并根据结果计算清除率, 计算如公式(3)所示。

$$羟自由基清除率/\%=\left(\frac{A_{对照}-A_{测定}}{A_{对照}-A_{空白}}\right)\times 100\% \quad (3)$$

式中: $A_{测定}$为样品组吸光值; $A_{对照}$为对照组吸光值; $A_{空白}$为空白组吸光值。

1.2.8　ABTS 阳离子自由基清除能力的测定

配制一系列不同浓度的肉苁蓉黄酮溶液, 具体操作时, 精确吸取 10 μL 样品, 将其与 20 μL 应用液以及 170 μL ABTS 工作液充分混合, 确保混合均匀, 整个实验过程严格参照试剂盒说明书所规定的步骤进行, 随后, 将混合液置于室温环境中, 并采取避光措施, 让其充分反应 6 min。同时, 设置以去离子水作为空白对照的样本。反应结束后, 使用分光光度计在 405 nm 波长下测定各样本的吸光度值, 最后依据特定公式进行计算分析, 计算如公式(4)所示。

$$ABTS\ 阳离子自由基清除率/\%=\left(\frac{B_{空白}-B_{测定}}{B_{空白}}\right)\times 100\% \quad (4)$$

式中: $B_{空白}$为蒸馏水与 ABTS 溶液反应后的吸光度值; $B_{测定}$为样品与 ABTS 溶液反应后的吸光度值。

1.2.9　肉苁蓉露酒的制备及风味物质分析

取肉苁蓉黄酮提取液, 与基酒按适当比例复配, 调整酒精度至 42%, 经静置陈化及精滤后, 制得酒精度为 42%的肉苁蓉露酒。采用气相色谱-离子迁移谱(gas chromatography-ion mobility spectrometry, GC-IMS)法, 参照王一虹等[24]的方法并稍作修改, 肉苁蓉露酒的风味物质进行分析。GC-IMS 的检测条件设定如下: 选用 MXT-WAX 毛细管色谱柱(30 m×0.53 mm, 1.0 μm); 色谱柱温度恒定在 60 ℃。载气采用高纯氮气(N_2), 纯度大于 99.999%, 其流量控制采用分段线性递增模式, 初始流量设定为 2.0 mL/min 并维持 2 min, 随后在 8 min 内线性增加至 10.0 mL/min, 接着在 10 min 内进一步线性增至 100.0 mL/min, 之后保持该流量 30 min 结束整个流量变化过程。整个色谱运行总时长为 50 min; 进样口温度设定为 80 ℃。电离源选用氚源(^3H); 迁移管长度为 53 mm; 电场强度设定为 500 V/cm; 迁移管温度控制在 45 ℃。漂移气同样为高纯氮气(纯度>99.999%), 流速设定为 150.0 mL/min; 检测模式采用正离子模式。

1.3　数据处理

绘图工作借助 Office Excel 2019 软件完成; 响应面分析采用 Design-Expert 13.0.5.0 软件开展; 同时, 运用 Design-Expert 13.0.5.0 软件对实验数据进行显著性分析和方差分析。

2　结果与分析

2.1　标准曲线绘制

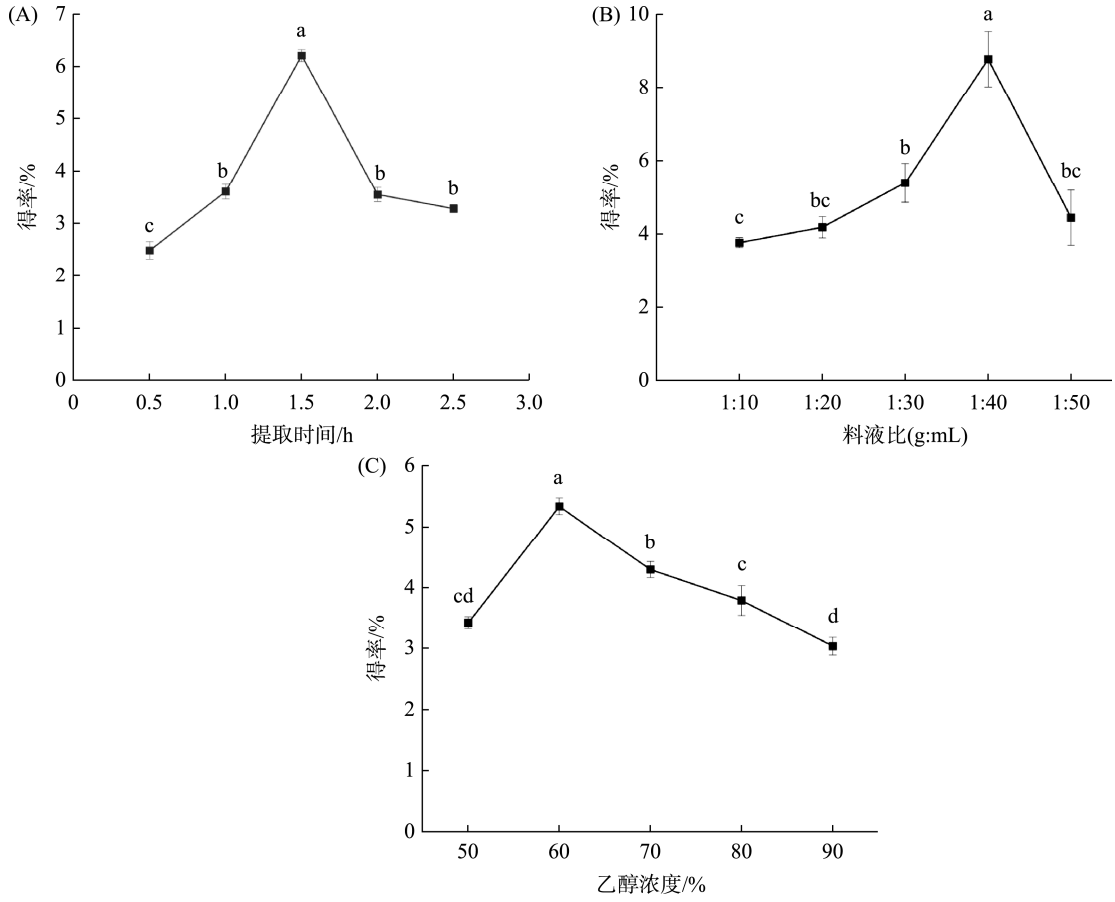
以芦丁标准品浓度为横坐标(X_2, μg/mL), 吸光度为纵坐标(Y_2)绘制芦丁标准曲线, 得到方程为 Y_2=0.0013X_2+0.0471, r^2=0.9936。

2.2　单因素实验结果

由图 1(A)可得, 在提取过程中, 随着提取时间不断延长, 肉苁蓉黄酮的得率呈现出上升趋势。当提取时间达到 1.5 h, 黄酮得率攀升至最高水平, 继续延长提取时间, 黄酮得率下降。这可能是在一定温度下, 提取时间过长, 其他杂质与黄酮共同溶出, 某些黄酮化合物可能会被氧化并容易降解导致黄酮得率下降[25–26]。基于此动力学特征, 本研究选取 1.0、1.5、2.0 h 作为响应面分析的提取时间优化区间。

由图 1(B)可得, 随着提取溶剂用量的增加, 肉苁蓉黄酮得率缓慢上升, 当料液比为 1:40 (g:mL)时, 溶剂的用量恰好处于一个相对理想的状态, 此时, 溶剂能够充分地浸润肉苁蓉原料, 使黄酮类物质有足够的机会溶解到溶剂中, 同时又没有过多的溶剂对溶出过程产生干扰。在这个特定的料液比下, 黄酮的溶出速度和溶出量达到了一个相对的平衡状态, 使得黄酮得率达到最高值, 继续增加提取溶剂用量, 黄酮得率逐渐下降, 这可能是提取溶剂过多, 其他成分溶出量增多, 这些成分与黄酮类物质在溶剂中可能会发生相互作用, 例如形成复合物、竞争溶剂分子等, 从而干扰黄酮的溶解和稳定存在, 导致黄酮在溶剂中的有效溶出量减少, 导致黄酮得率下降[27]。基于该变化规律, 本研究选取 1:30、1:40 和 1:50 (g:mL) 3 个水平作为响应面分析的料液比优化区间。

由图 1(C)可得, 在肉苁蓉黄酮的提取过程中, 乙醇浓度较低时, 一些水溶性杂质在溶剂中的溶解度相对较大, 而黄酮类化合物的溶解度相对较小。随着乙醇浓度的增加, 溶剂对水溶性杂质的溶解能力逐渐降低, 而对黄酮类化合物的溶解能力逐渐增强。在提取过程中, 杂质对黄酮溶出的干扰逐渐减少, 使得更多的黄酮能够有效地溶解到溶剂中, 从而提高了黄酮得率。当乙醇体积分数达到 60%时, 溶剂的极性与肉苁蓉黄酮类化合物的极性达到了最佳匹配状态。此时, 乙醇既能有效地溶解黄酮类化合物, 又能最大程度地减少对其他非目标成分的溶解。在这种最佳极性条件下, 黄酮类化合物在溶剂中的溶解度达到最大, 从肉苁蓉原料中溶出的量也最多, 因此黄酮得率攀升至整个提取过程中的峰值。此后, 若继续增大乙醇体积分数, 黄酮得率则会呈



注: 不同小写字母表示具有显著性差异(P<0.05), 图 3~6 同。

图 1 各因素对肉苁蓉黄酮得率的影响

Fig.1 Effects of various factors on the yield of *Cistanche* flavonoids

现出逐渐降低的趋势, 这可能是乙醇浓度超过 60%时, 醇溶性杂质的溶出量增加, 干扰黄酮的溶解和稳定存在, 导致黄酮得率降低[28]。因此确定 60%为最适乙醇浓度, 并选取 50%、60%和 70%作为响应面分析的乙醇浓度优化区间。

2.3 响应面实验结果

响应面实验结果见表 3, 运用 Design-Expert 13.0.5.0 软件进行回归分析, 得方程 Y=7.29–0.1100A–0.8556B–0.7697C+0.2983AB–0.1028AC+0.7498BC–0.3149A^2–1.27B^2–1.21C^2。从表 4 的数据呈现结果可得: 回归模型呈现出极显著的特征(P<0.01), 这充分说明该试验模型具备统计学意义。在各项影响因素中, 一次项里的 B 和 C, 交互项中的 AB、BC, 以及二次项的 A^2、B^2、C^2, 均对黄酮得率产生了极显著的影响; 而一次项 A 和交互项 AC 的影响则不显著。同时, 失拟项的检验结果显示不显著(P>0.05), 这表明模型所做出的预测值与实际观测值较为接近。

该模型所对应的多元决定系数 R^2 为 0.9934, 这一数值表明所构建的模型具有较好的相关性; 调整后的多元决定系数 R^2_{adj} 为 0.9850, 预测决定系数 R^2_{pred} 为 0.9219, 且 R^2_{adj} 与 R^2_{pred} 的差值小于 0.2, 这些数据共同说明该回归模

表 3 响应面试验设计及结果

Table 3 Design and results of response surface experimental

试验号	A(提取时间)/h	B(料液比)(g:mL)	C(乙醇浓度)/%	肉苁蓉黄酮得率/%
1	–1	–1	0	6.92±0.27
2	1	–1	0	6.32±0.22
3	–1	1	0	4.50±0.53
4	1	1	0	5.09±0.11
5	–1	0	–1	6.61±0.22
6	1	0	–1	6.38±0.40
7	–1	0	1	5.35±0.17
8	1	0	1	4.71±0.09
9	0	–1	–1	7.16±0.13
10	0	1	–1	4.07±0.15
11	0	–1	1	4.05±0.17
12	0	1	1	3.96±0.13
13	0	0	0	7.30±0.15
14	0	0	0	7.22±0.26
15	0	0	0	7.35±0.47
16	0	0	0	7.15±0.15
17	0	0	0	7.45±0.15

表 4　方差分析

Table 4　Analysis of variance

方差来源	平方和	自由度	均方差	*F*	*P*	显著性
模型	27.89	9	3.10	117.38	<0.0001	**
A	0.10	1	0.10	3.66	0.0971	
B	5.86	1	5.86	221.78	<0.0001	**
C	4.74	1	4.74	179.49	<0.0001	**
AB	0.36	1	0.36	13.48	0.0080	**
AC	0.04	1	0.04	1.60	0.2461	
BC	2.24	1	2.24	84.97	<0.0001	**
A^2	0.42	1	0.42	15.81	0.0053	**
B^2	6.77	1	6.77	256.50	<0.0001	**
C^2	6.20	1	6.20	234.74	<0.0001	**
残差	0.18	7	0.03			
失拟项	0.13	3	0.04	3.33	0.1379	
纯误差	0.05	4	0.01			
总离值	28.08	16				

注: **代表差异性极显著(P<0.01)。

型能够充分地对工艺过程进行阐释。变异系数为 2.72%(小于 10%), 这体现出试验具有较高的精确度和可信度; 精密度为 26.94(大于 4), 基于以上情况, 运用此模型对肉苁蓉黄酮得率进行预测是可行的。

由图 2 可观察到: 当提取时间(A)和液料比(B)逐渐增大时, 肉苁蓉黄酮得率呈现出先上升后下降的变化趋势, 等高线呈现出椭圆形, 这表明这两个因素之间存在较强的交互作用, 而且曲面坡度相对平缓, 说明提取时间(A)和液料比(B)的数值升高对黄酮得率有着较为明显的影响。当液料比(B)和乙醇浓度(C)不断增大时, 肉苁蓉黄酮得率同样是先增多后减少, 此时曲面坡度较为陡峭, 等高线形状也是椭圆形, 这说明液料比(B)和乙醇浓度(C)的升高对黄酮得率有着显著的影响, 且这两个因素之间的交互作用十分明显。当提取时间(A)和乙醇浓度(C)持续增加时, 肉苁蓉黄酮得率依旧是先上升后下降, 等高线呈椭圆形, 因素间交互作用较强, 曲面坡度较为平缓, 表明提取时间(A)和乙醇浓度(C)的升高对黄酮得率有着明显的影响。

2.4　最优工艺条件确定及验证实验

通过响应面分析及软件预测得出肉苁蓉黄酮的最佳提取工艺参数为: 料液比设定为 1:38 (g:mL), 提取时间控制在 1.7 h, 乙醇浓度选用 58%, 在此最优条件下, 得到肉苁蓉黄酮的得率为 7.38%±0.45%, 结果与预测值 7.487%基本接近, 说明此响应面模型与推算出的响应面回归方程具有实际应用指导意义, 能够为肉苁蓉黄酮得率的提取工艺优化提供指导作用。已有研究者利用双水相方法和高浓度乙醇得到的黄酮得率 9.33%和 13.04%[29–30], 其提取工艺参数与本研究中的工艺参数存在较大差异, 尽管本研究中黄酮得率比已报道的黄酮得率低, 但是本研究中选择的工艺参数, 条件更加温和, 成本相对更低, 适合于工业化生产, 这为肉苁蓉露酒的产业化提供了工艺依据。

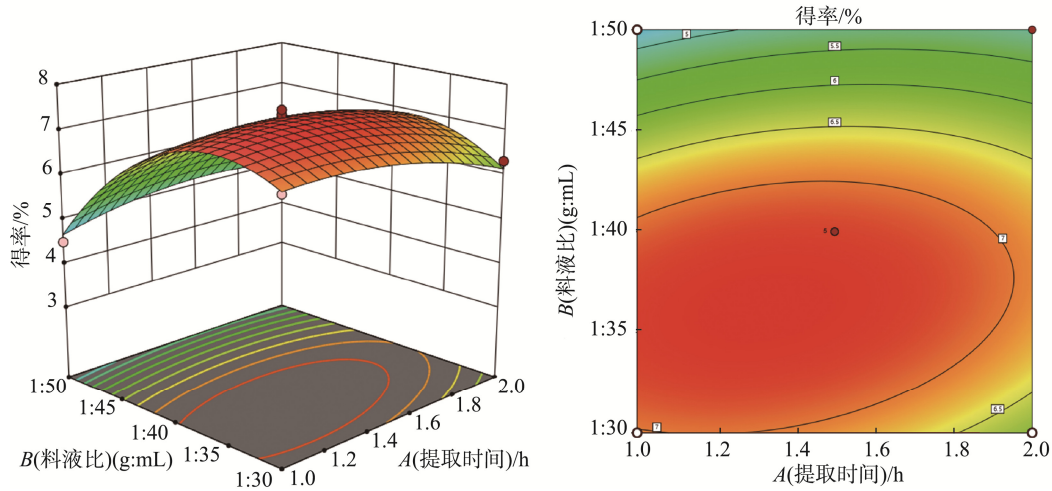


图 2　各因素交互作用对肉苁蓉黄酮得率影响的等高线及响应面图

Fig.2　Contour lines and response surface diagrams of the interaction of various factors on the yield rate of *Cistanche* flavonoids

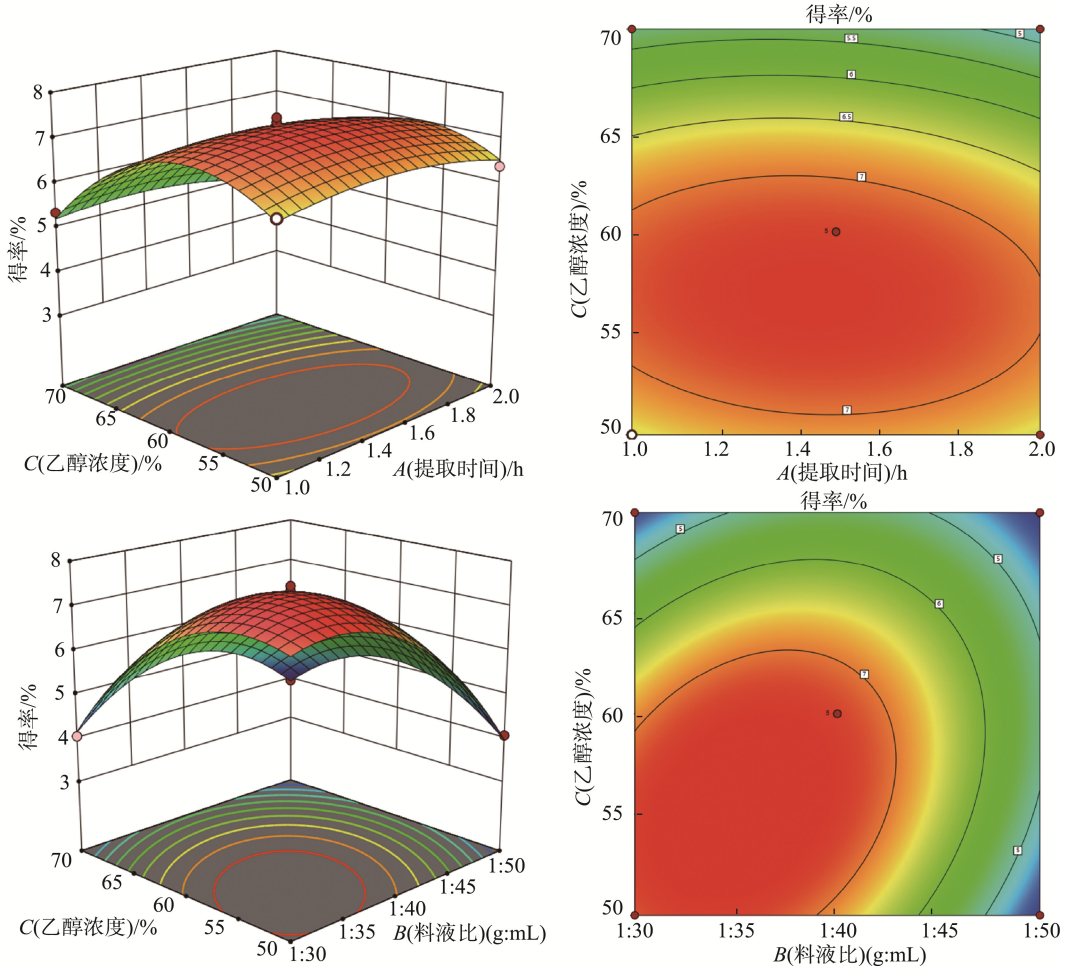


图 2(续) 各因素交互作用对肉苁蓉黄酮得率影响的等高线及响应面图

Fig.2 Contour lines and response surface diagrams of the interaction of various factors on the yield rate of *Cistanche* flavonoids

2.5 抗氧化活性测定

2.5.1 DPPH 自由基清除能力

从图 3 可以看出，随着露酒中肉苁蓉黄酮质量浓度的增加，DPPH 清除率逐渐升高，在质量浓度达到 0.5 mg/mL 后增加缓慢，其 DPPH 自由基清除率与 VC 的 DPPH 自由基清除率趋势一致，最后趋于平缓，清除率稳定在 80%，由此可见其具有良好的抗氧化活性，且具有浓度依赖性[29]。

2.5.2 总还原力

从图4可以看出，随着质量浓度的增加，肉苁蓉黄酮和VC的总还原力逐渐增加，VC增加迅速，在1.0 mg/mL后趋于平缓，而肉苁蓉黄酮的总还原力稳步上升，其抗氧化能力与总黄酮含量呈正相关[31]，由此可见肉苁蓉黄酮具有良好的抗氧化能力。

2.5.3 羟自由基清除能力

羟自由基具有最强的氧化活性，一些证据表明，羟自由基可能导致脂质过氧化、蛋白质聚集以及 DNA、蛋白质和多糖的降解，最终破坏细胞膜并杀死细胞，因此在医学和药理学领域研究羟自由基至关重要[32]，从图 5 可以看出，随着露酒中肉苁蓉黄酮质量浓度的增加，羟自由基清除率升高迅速，在质量浓度达到 0.5 mg/mL 后趋于平缓，由此可以看出肉苁蓉露酒中的黄酮具有高效的羟自由基清除效果。

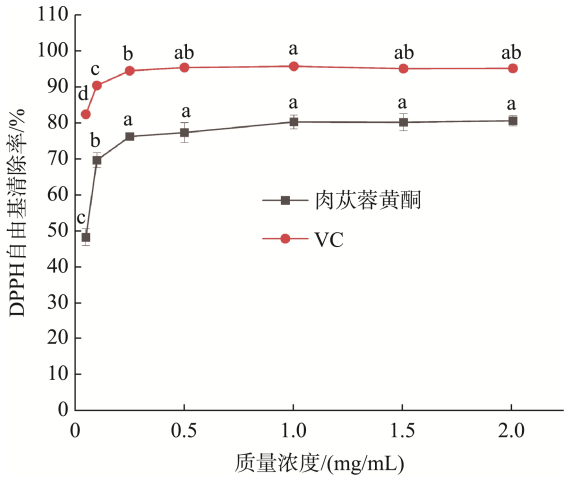


图 3 肉苁蓉黄酮的 DPPH 自由基清除率

Fig.3 DPPH radical scavenging rate of *Cistanche* flavonoids

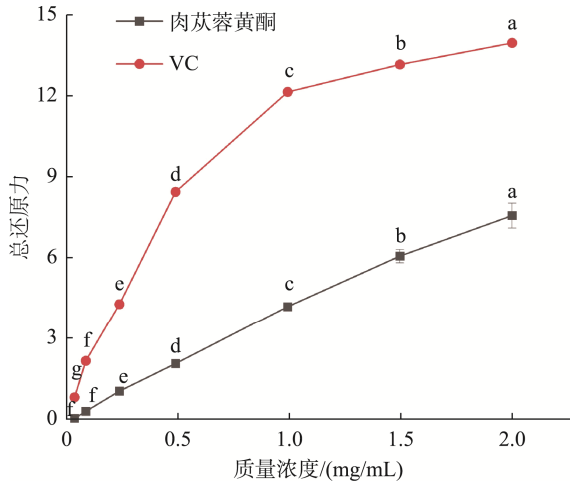


图 4　肉苁蓉黄酮的总还原力

Fig.4　Total reducing power of *Cistanche* flavonoids

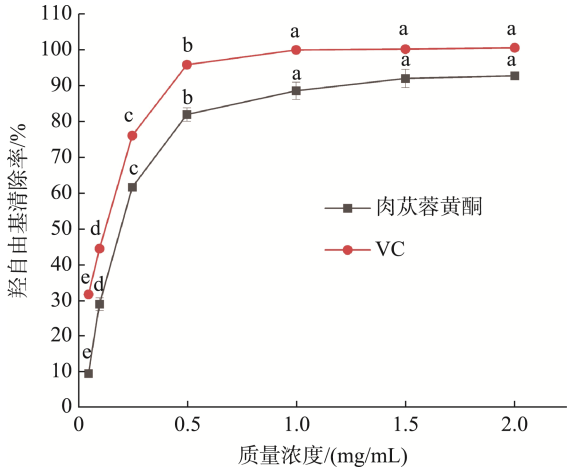


图 5　肉苁蓉黄酮的羟自由基清除率

Fig.5　Hydroxyl radical scavenging rate of *Cistanche* flavonoids

2.5.4　ABTS 阳离子自由基清除能力

从图 6 可以看出，随着露酒中肉苁蓉黄酮浓度的增加，ABTS 阳离子自由基清除率逐渐升高，在质量浓度达到 1.0 mg/mL 后趋于稳定，可以得出黄酮对 ABTS 阳离子自由基的清除作用存在一定的饱和现象[33]，与 VC 对照组基本趋于一致，表明肉苁蓉黄酮 ABTS 阳离子自由基清除率较高，其抗氧化能力较强。

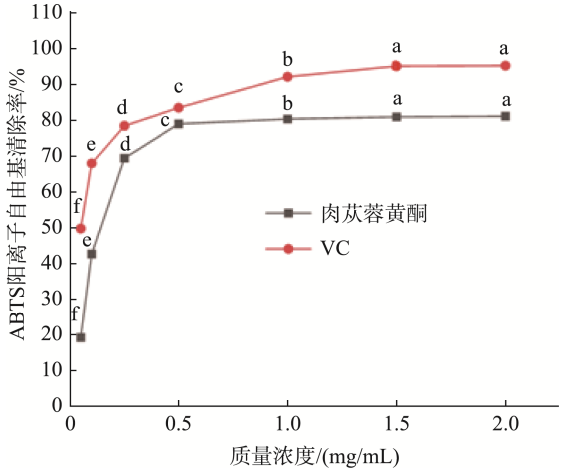
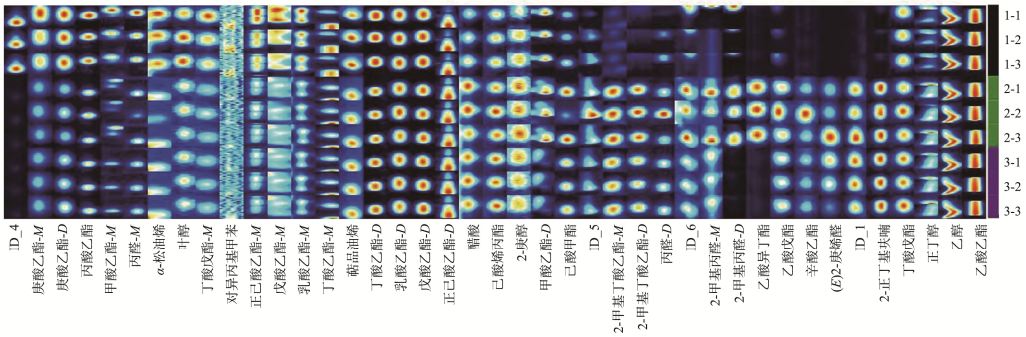


图 6　肉苁蓉黄酮的 ABTS 阳离子自由基清除率

Fig.6　ABTS cationic radical scavenging rate of *Cistanche* flavonoids

2.6　GC-IMS 鉴定挥发性风味物质

由图 7 可知，肉苁蓉露酒能够产生特有的风味物质，通过比对发现，肉苁蓉露酒中共检出 28 种主要挥发性风味物质，包括 16 种酯类、4 种醇类、1 种酸类、3 种烯类、3 种醛类、1 种呋喃，构成了肉苁蓉露酒主要风味(表 5)。在肉苁蓉露酒挥发性物质中，酯类中正己酸乙酯的含量相对较高，其有明显的菠萝、香蕉、苹果等热带水果的香气，在露酒中可弥补天然提取风味的不足，增强果香的饱满度，提升整体香气圆润感[34]，此外，正己酸乙酯可模拟发酵产生的酯类香气，使酒的风味更接近传统酒，且正己酸乙酯能与药材中的草本香形成层次感，避免药香过于沉闷[35]；烯类中萜品油烯和 *α*-蒎烯相对较高，其中萜品油烯赋予露酒类似松木、雪松或杜松子的清新木质调，且可模拟天然植物提取物的香气，减少人工香精的“化学感”；*α*-蒎烯可提升香气的自然真实感，在药膳露酒中可产生“开窍醒神”的嗅觉体验[35]；乳酸乙酯赋予产品柔和甜香与清雅气息；甲酸乙酯、丙酸乙酯等酯类物质则带来独特的朗姆酒香，两者协



注：1-1/2/3. 肉苁蓉(鲜)露酒；2-1/2/3. 肉苁蓉(干)露酒；3-1/2/3. 基酒；ID_1、ID_4、ID_5、ID_6 为未命名的物质。

图 7　肉苁蓉露酒风味物质分析

Fig.7　Analysis of flavor compounds in *Cistanche* liqueur

表 5 主要风味物质测定结果

Table 5 Determination results of main flavor substances

种类	化合物	肉苁蓉(鲜)露酒峰面积	肉苁蓉(干)露酒峰面积	基酒峰面积
1	叶醇	388.16	297.97	297.09
2	2-庚醇	191.01	244.13	229.16
3	乙醇	7450.11	7462.35	7461.93
4	正丙醇	441.02	634.34	645.77
5	醋酸	1487.66	2411.33	2338.88
6	己酸烯丙酯	692.39	843.52	864.42
7	乳酸乙酯	6978.41	6369.08	6339.64
8	正己酸乙酯	79978.19	82162.14	83549.84
9	辛酸乙酯	322.30	1688.80	1266.25
10	庚酸乙酯	1877.10	942.92	1126.04
11	丁酸戊酯	346.76	225.69	221.68
12	己酸甲酯	831.50	922.18	997.77
13	戊酸乙酯	242.24	378.94	392.44
14	2-甲基丁酸乙酯	5005.42	4530.07	4800.21
15	丁酸乙酯	198.24	615.06	526.14
16	丙酸乙酯	5577.46	4332.94	4800.02
17	乙酸乙酯	1757.33	1161.32	1208.96
18	甲酸乙酯	11929.92	11927.15	12046.13
19	乙酸异丁酯	368.74	230.33	1392.76
20	乙酸异戊酯	30.12	359.22	38.05
21	乙酸戊酯	66.73	1137.04	209.08
22	萜品油烯	796.15	426.95	452.05
23	*β*-蒎烯	212.48	208.85	205.99
24	*α*-蒎烯	398.37	428.58	449.36
25	异丁醛	418.22	997.08	82.50
26	(*E*)2-庚烯醛	39.23	561.91	492.57
27	丙醛	463.06	501.25	499.81
28	2-正丁基呋喃	85.66	598.24	570.70

同作用, 共同构建出丰富多样、层次分明的风味体系, 使整体香气圆润饱满、富有变化。肉苁蓉露酒在工艺上最大程度地保留了肉苁蓉的原始风味, 其复杂的风味物质成分构成了肉苁蓉露酒独特的风味特点。

3 结 论

本研究以肉苁蓉黄酮得率为指标, 对肉苁蓉黄酮的提取工艺进行优化, 确定了最佳提取条件为: 料液比设定为 1:38 (g:mL), 提取时间控制在 1.7 h, 乙醇浓度选用 58%。肉苁蓉黄酮的得率为 7.38%±0.45%, 优化提取工艺后, 肉苁蓉黄酮表现出良好的多维度抗氧化能力, 相关性分析表明, 肉苁蓉黄酮含量与各种自由基清除率及铁离子还原/抗氧化能力均呈显著正相关, 以此为原料, 制备肉苁蓉露酒, 基于优化提取工艺制得的肉苁蓉露酒具备良好的体外抗氧化活性, 为其开发为兼具保健功能与饮用风味的露酒产品提供了实验依据。通过风味分析发现, 肉苁蓉露酒蕴含有呈现浓郁果香的正己酸乙酯, 主要贡献柔和甜香与清香的乳酸乙酯, 具有朗姆酒香的甲酸乙酯、丙酸乙酯等丰富多样的风味物质, 这些独特的风味物质赋予了露酒独特的口感与香气。本研究不仅为肉苁蓉黄酮的高效制备提供了科学依据, 也为露酒行业的进一步发展与创新提供了一定的参考价值。

参考文献

[1] 冯朵, 闫文杰, 陈京雷, 等. 基于文献计量学分析肉苁蓉研究现状与发展态势[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(19): 239–251.
FENG D, YAN WJ, CHEN JL, *et al*. Analyzsis of the current research status and development trend of *Cistanche deserticola* based on bibliometrics [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(19): 239–251.

[2] 周亚西, 周士琦, 冯朵, 等. 肉苁蓉生物活性成分及其免疫功效研究进展[J]. 食品科技, 2022, 47(6): 133–139.
ZHOU YX, ZHOU SQ, FENG D, *et al*. Progress in understanding the bioactive components and immune efficacy of cistanche [J]. Food Science and Technology, 2022, 47(6): 133–139.

[3] SHIQI Z, DUO F, YAXI Z, *et al*. Analysis of the active ingredients and health applications of cistanche [J]. Frontiers in Nutrition, 2023, 10: 1101182.

[4] 方逸倩, 史培, 张治峰, 等. 药食同源中药肉苁蓉中苯乙醇苷的研究进展[J]. 食品工业, 2024, 45(11): 281–285.
FANG YQ, SHI P, ZHANG ZF, *et al*. Research progress of phenylethanolglycoside in cistache deserticola in traditional chinese medicine-food homology [J]. The Food Industry, 2024, 45(11): 281–285.

[5] 王璐, 吴丽娥, 贾建新. 肉苁蓉的药理作用及其在中枢神经系统疾病中的研究进展[J]. 中华中医药学刊, 2024, 42(3): 50–54.
WANG L, WU LE, JIA JX. Pharmacological effects of Roucongrong (*Cistanches herba*) and its research progress in central nervous system diseases [J]. Chinese Archives of Traditional Chinese Medicine, 2024, 42(3): 50–54.

[6] 郭源, 辛国雄, 邵亚, 等. 肉苁蓉属植物化学成分及其神经保护机制研究进展[J]. 中药材, 2024(11): 2904–2912.
GUO Y, XIN GX, SHAO Y, *et al*. Research progress on chemical constituents and neuroprotective mechanisms of cistanche plants [J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2024(11): 2904–2912.

[7] 张秀敏, 傅利军, 张睿梅, 等. 肉苁蓉提取物抗骨质疏松作用机制研究进展[J]. 食品科学, 2025, 46(6): 309–319.
ZHANG XM, FU LJ, ZHANG RM, *et al*. Research progress on the mechanisms of action of cistanche deserticola Ma extracts in the prevention of osteoporosis [J]. Food Science, 2025, 46(6): 309–319.

[8] 尼加提·图尔迪麦麦提, 米合热古丽·库尔班, 马挺军. 肉苁蓉的资源概括和营养保健特性研究进展[J]. 食品工业, 2023, 44(10): 280–283.
NIJIATI TERDMMT, MIHEREGULI KERB, MA TJ. Research progress on resource overview and nutritional health characteristics of cistanche deserticola [J]. The Food Industry, 2023, 44(10): 280–283.

[9] 郝梅, 李红艳. 肉苁蓉苯乙醇苷抗小鼠抑郁作用及机制研究[J]. 天然产物研究与开发, 2025, 37(2): 204–214, 327.
HAO M, LI HY. Research on the antidepressant effects and mechanisms of cistanche phenylethanol glycosides in mice [J]. Natural Product Research and Development, 2025, 37(2): 204–214, 327.

[10] 徐万爱, 杨丹阳, 吴静雨, 等. 肉苁蓉的主要化学成分及生物活性研究进展[J]. 中华中医药学刊, 2024, 42(10): 163–170.
XU WAI, YANG DY, WU JY, *et al*. Research progress on the main chemical constituents and biological activities of Roucongrong (*Cistanches herba*) [J]. Chinese Archives of Traditional Chinese Medicine, 2024, 42(10): 163–170.

[11] 罗欣杰, 杨建华, 胡君萍. 肉苁蓉多糖通过影响肠道菌群抑制 Toll 样受体4/核因子-κB途径改善小鼠糖尿病肾病[J]. 食品科学, 2024, 45(21): 185–193.
LUO XJ, YANG JH, HU JP. Cistanche deserticola polysaccharides attenuates diabetic nephropathy in mice by affecting the intestinal flora and inhibiting the toll-like receptor 4/nuclear factor-κB signaling pathway [J]. Food Science, 2024, 45(21): 185–193.

[12] ZHANG YX, JIANG WQ, YANG HS, *et al*. The chemometrics analysis and integrated pharmacology approach to decipher the effect and mechanism between raw and processed cistanche tubulosa [J]. Journal of Ethnopharmacology, 2024, 328: 118097.

[13] 王秋霞, 李世繁, 赵梦莎. 阿拉善肉苁蓉产业化发展制约因素及对策建议[J]. 中国标准化, 2025(6): 119–122, 137.
WANG QX, LI SF, ZHAO MS. Restrictive factors and suggestions of the industrialization development of Alxa *Cistanche deserticola* Y.C.Ma [J]. China Standardization, 2025(6): 119–122, 137.

[14] 黄琼. 肉苁蓉中活性成分的提取及其药食同源价值研究[J]. 中国食品工业, 2024(21): 125–127.
HUANG Q. Extraction of active ingredients from *Cistanche deserticola* Y.C.Ma and its value of medicine and food homology [J]. China Food Industry, 2024(21): 125–127.

[15] GU C, HUANG L. *Cistanches herba*: A neuropharmacology review [J]. Frontiers in Pharmacology, 2016, 7: 289.

[16] 章玉. 露酒: 中国酒业的“未来之露”[N]. 中国食品报, 2021-09-29(2).
ZHANG Y. Liquor-soaked health wine: The “dew of the future” in China’ liquor industry [N]. China Food News, 2021-09-29(2).

[17] 史学琴, 陈航, 张琳, 等. 药食同源原料发酵酒的研究进展[J]. 食品与发酵科技, 2021, 57(3): 120–129.
SHI XQ, CHEN H, ZHANG L, *et al*. Research progress of fermented wine with the medicine and food homologys raw materials [J]. Food and Fermentation Sciences & Technology, 2021, 57(3): 120–129.

[18] 吉喆, 杨洁, 匡立华, 等. 露酒产业发展现状与展望[J]. 食品与发酵科技, 2025, 61(3): 108–112, 142.
JI Z, YANG J, KUANG LH, *et al*. Current development status and prospect of Lujiu industry [J]. Food and Fermentation Sciences & Technology, 2025, 61(3): 108–112, 142.

[19] 翟枫瑞. “养生微醺”催热千亿露酒市场[N]. 北京商报, 2025-06-26(4).
ZHAI FR. “Health-preserving slight intoxication” heats up the hundred-billion-yuan liquor-soaked health wine market [N]. Beijing Business Today, 2025-06-26(4).

[20] 陆伦维, 张健, 尹艳艳, 等. 中国露酒研究进展[J]. 酿酒科技, 2025(1): 107–111.
LU LW, ZHANG J, YIN YY, *et al*. Research progress in Chinese Lujiu [J]. Liquor-Making Science & Technology, 2025(1): 107–111.

[21] 吕名蕊, 张旋, 樊璐, 等. 超声波辅助法提取核桃青皮总黄酮工艺及抗氧化活性研究[J]. 粮食与食品工业, 2021, 28(3): 34–39.
LV MR, ZHANG X, FAN L, *et al*. Study on the extraction process of total flavonoids from walnut green husk by ultrasonic-assisted method and its antioxidant activity [J]. Cereal & Food Industry, 2021, 28(3): 34–39.

[22] 阚金涛, 皮正林, 杨锴莉, 等. 硫酸化修饰对椰子吸器多糖结构和抗氧化活性的影响[J]. 食品工业科技, 2024, 45(20): 114–123.
KAN JT, PI ZL, YANG KL, *et al*. Effect of sulfated modification on the structural characterization and antioxidant activities of coconut (*Cocos nucifera* L.) haustorium polysaccharides [J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(20): 114–123.

[23] 郝丹丹, 付复华, 苏东林, 等. 环糊精辅助提取黄花菜总黄酮工艺优化及其抗氧化活性研究[J]. 中国食品学报, 2024, 24(10): 281–291.
HAO DD, FU FH, SU DL, *et al*. Optimization of cyclodextrin-assisted extraction process of total flavonoids from memerocallis fulva and study on its antioxidant activity [J]. Journal of the Chinese Institute of Food Science and Technology, 2024, 24(10): 281–291.

[24] 王一虹, 郑佳, 朱丽蒸, 等. GC-IMS 和 SPME-GC-MS 在浓香型白酒挥发性风味物质分析中的应用比较[J]. 中国酿造, 2025, 44(9): 243–249.
WANG YH, ZHENG J, ZHU LZ, *et al*. Comparison of the applications of GC-IMS and SPME-GC-MS in the analysis of volatile flavor compounds in strong-flavor Baijiu [J]. China Brewing, 2025, 44(9): 243–249.

[25] 樊贝贝, 尚建平, 白欣宇, 等. 益母草总黄酮的提取工艺优化及其抗氧化活性研究[J]. 中国饲料, 2025(5): 36–43.
FAN BB, SHANG JP, BAI XY, *et al*. Optimization of extraction process of total flavonoids from *Leonurus japonicus* Houtt and its antioxidant activity [J]. China Feed, 2025(5): 36–43.

[26] ZHEN W, SHILONG Y, YAJUN G, *et al*. Extraction and purification of antioxidative flavonoids from *Chionanthus retusa* leaf [J]. Frontiers in Bioengineering and Biotechnology, 2022, 10: 1085562.

[27] 任平国, 任逸飞, 徐启红, 等. 刺梨黄酮提取工艺优化及抑制黄嘌呤氧化酶活性研究[J]. 食品科技, 2025, 50(3): 199–206.
REN PG, REN YF, XU QH, *et al*. Optimization of extraction process of flavonoids from Rosa roxburghii tratt and its inhibitory of xanthine oxidase activity [J]. Food Science and Technology, 2025, 50(3): 199–206.

[28] 夏海梅, 张娅, 王莉, 等. 青刺尖总黄酮提取、分离纯化工艺优化[J]. 山西农业科学, 2025, 53(1): 173–180.
XIA HM, ZHANG Y, WANG L, *et al*. Optimization extraction,separation and purification technology of total flavonoids from prinsepia utilis royle [J]. Journal of Shanxi Agricultural Sciences, 2025, 53(1): 173–180.

[29] 肖星辉, 张向前, 李桂芳, 等. 双水相萃取荒漠肉苁蓉总黄酮及其抗氧化活性[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(16): 5–9.
XIAO XH, ZHANG XQ, LI GF, *et al*. Aqueous two-phase extraction of total flavonoids from *Cistanche deserticola* Y.C.Ma and the antioxidant activity of the extracts [J]. Food Research and Development, 2017, 38(16): 5–9.

[30] 夏热帕提·吐孙, 艾来提·苏里坦, 买吾兰江, 等. 肉苁蓉总黄酮含量的测定[J]. 生物技术, 2008, 4: 52–54.
XIAREPATI TS, AILAITI SLT, MAI WLJ, *et al*. Determination of total flavonoids from *Cistanche deserticola* [J]. Biotechnology, 2008, 4: 52–54.

[31] FLIX W, DIANA L. Effect of pasteurization on total flavonoid content and ferric reducing antioxidant power of tempeh-based soy sauce [J]. E3S Web of Conferences, 2023, 425: 01006.

[32] YUHUA C, QINGCUI C, JIANNONG Y. Determination of hydroxyl radical by capillary electrophoresis and studies on hydroxyl radical scavenging activities of Chinese herbs [J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2003, 376(5): 691–695.

[33] 王少华, 晋文慧, 蒋娴, 等. 长茎葡萄蕨藻多糖分级提取工艺构建及其抗氧化活性[J]. 食品研究与开发, 2025, 46(20): 101–108.
WANG SH, JIN WH, JIANG X, *et al*. Development of fractionated extraction process for polysaccharides from caulerpa lentillifera and evaluation of their antioxidant activity [J]. Food Research and Development, 2025, 46(20): 101–108.

[34] YOUQIANG X, MENGQIN W, DONG Z, *et al*. Simulated fermentation of strong-flavor Baijiu through functional microbial combination to realize the stable synthesis of important flavor chemicals [J]. Foods, 2023, 12(3): 644–644.

[35] KATRINA GW, HELEN C, CARLOS NJ. A review of the potential use of pinene and linalool as terpene-based medicines for brain health: Discovering novel therapeutics in the flavours and fragrances of cannabis [J]. Frontiers in Psychiatry, 2021, 12: 583211.

(责任编辑: 安香玉　韩晓红)