杨镇宇, 罗凯, 豆磊, 等. 山桐子饼粕总黄酮提取纯化工艺优化、质谱结构鉴定及抗氧化活性 [J]. 食品工业科技, 2026, 47(5): 281−291. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025030330

YANG Zhenyu, LUO Kai, DOU Lei, et al. Optimization of Extraction and Purification Processes, Mass Spectrometry-based Structural Characterization, and Antioxidant Activity Evaluation of Total Flavonoids from *Idesia polycarpa* Maxim Cake Meal[J]. Science and Technology of Food Industry, 2026, 47(5): 281−291. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025030330

·工艺技术·

山桐子饼粕总黄酮提取纯化工艺优化、质谱结构鉴定及抗氧化活性

杨镇宇[1], 罗　凯[1], 豆　磊[1], 黄秀芳[1,*], 阚建全[2,*]

（1.湖北民族大学生物与食品工程学院, 湖北恩施 445000;
2.西南大学食品科学学院, 重庆 400715）

摘　要: 山桐子饼粕是油料加工副产物，本研究首次系统开发其总黄酮高效制备技术。以山桐子饼粕为原料，通过响应面法优化超声辅助提取工艺，利用 AB-8 大孔树脂对提取物进行纯化，并通过 LC-MS/MS 初步解析提取物结构，同时考察其 DPPH、$ABTS^+$自由基清除能力、还原能力等指标。结果表明：在超声功率 400 W、超声时间 70 min、液料比 50∶1 mL/g 的条件下，总黄酮提取量达 47.85±0.05 mg/g。AB-8 大孔树脂纯化后总黄酮纯度提升至 39.06%±0.99%，LC-MS/MS 鉴定出槲皮素、槲皮素-3-O-葡萄糖苷等 7 种特征黄酮成分。体外抗氧化活性显示，纯化后总黄酮 DPPH 自由基清除率（IC_{50}=0.057 mg/mL）较纯化前提高 33.7%，2 mg/mL 时，FRAP 值达 13.68 mmol/L。研究表明，山桐子饼粕总黄酮的显著抗氧化活性与其特征性成分密切相关，证实了该副产物的开发潜力。

关键词: 山桐子, 总黄酮, 液相色谱-质谱联用, 抗氧化活性

中图分类号: TS229　　**文献标识码:** B　　**文章编号:** 1002−0306(2026)05−0281−11

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2025030330

本文网刊:

Optimization of Extraction and Purification Processes, Mass Spectrometry-based Structural Characterization, and Antioxidant Activity Evaluation of Total Flavonoids from *Idesia polycarpa* Maxim Cake Meal

YANG Zhenyu[1], LUO Kai[1], DOU Lei[1], HUANG Xiufang[1,*], KAN Jianquan[2,*]

（1.College of Biology and Food Engineering, Hubei Minzu University, Enshi 445000, China;
2.School of Food Science, Southwest University, Chongqing 400715, China）

Abstract: *Idesia polycarpa* Maxim cake meal, a significant by-product of oil processing, was systematically investigated for the first time to develop an efficient preparation technology for total flavonoids. Using *Idesia polycarpa* cake meal as raw material, the ultrasound-assisted extraction process was optimized via response surface methodology, followed by purification with AB-8 macroporous resin and preliminary structural characterization of the extracts through LC-MS/MS. The antioxidant activities were comprehensively evaluated, including DPPH and $ABTS^+$ radical scavenging capacities as well as reducing power (FRAP). The results showed that under optimal conditions (ultrasonic power: 400 W, extraction time: 70 min, liquid-to-material ratio: 50∶1 mL/g), the total flavonoid yield reached 47.85±0.05 mg/g. Purification with AB-8 macroporous resin increased flavonoid purity to 39.06%±0.99%, while LC-MS/MS analysis identified seven characteristic flavonoid components, including quercetin and quercetin-3-O-glucoside. *In vitro*, antioxidant assays demonstrated that

收稿日期: 2025−03−25

基金项目: 国家自然科学基金（32472256）; 湖北省科技厅自然科学基金项目（2023AFD080）; 硒食品营养与健康智能技术湖北省工程研究中心开放基金项目（PT082301）。

作者简介: 杨镇宇（2000−）, 男, 硕士研究生, 研究方向: 农产品加工及贮藏, E-mail: 929182462@qq.com。

*** 通信作者:** 黄秀芳（1979−）, 女, 硕士, 实验师, 研究方向: 食品质量与安全, E-mail: 2973925187@qq.com。

阚建全（1965−）, 男, 博士, 教授, 研究方向: 食品化学与营养学、食品质量与安全, E-mail: ganjq1965@163.com。

purified flavonoids exhibited enhanced DPPH radical scavenging activity (IC_{50}=0.057 mg/mL), representing a 33.7% improvement over unpurified extracts, with a FRAP value of 13.68 mmol/L at 2 mg/mL. The study confirms that the remarkable antioxidant capacity of *Idesia polycarpa* Maxim cake meal flavonoids is closely related to its characteristic components, highlighting the potential for valorizing this industrial by-product.

Key words: *Idesia polycarpa* Maxim; total flavonoids; LC-MS/MS; antioxidant activity

山桐子(*Idesia polycarpa* Maxim)又名油葡萄,属于大风子科山桐子属落叶乔木,是我国重要的木本油料树种[1]。山桐子油具有较高的营养价值,成为新型植物油的优质来源[2−3],而“鄂选 1 号”山桐子作为新近认定的山桐子新品种,具有丰产稳产、适应性强等特点,备受行业关注[4]。山桐子饼粕是山桐子果实经压榨法取油后的主要加工副产物,其干物质占比超过果实总质量的 60%,目前多被用作饲料或堆肥[5],资源利用效率较低。近年来,学者们逐步挖掘饼粕的功能成分,发现山桐子饼粕可用于提取一系列功能因子[6],如抗氧化多肽[7]、多糖[8] 及多酚[9],但针对其黄酮类物质的研究仍存在显著空白。尽管山桐子果实中已检出黄酮成分[10−11],但饼粕作为高附加值原料的潜力尚未被系统开发。

黄酮类化合物是一类重要的天然产物次生代谢产物,广泛分布于水果、蔬菜之中,因具有多种药理活性如抗氧化、护肝、抗炎、抗糖尿病[12−16] 等活性,在医药、食品、饮食等领域有着广泛的应用。现有研究表明,油料作物饼粕如蓖麻饼粕[17]、藤椒饼粕[18] 等可通过乙醇浸提或微波辅助法提取黄酮,但其工艺普遍存在溶剂消耗大、提取率低等问题。针对山桐子饼粕,传统提取方法更面临组分复杂、目标物质富集困难等挑战,需开发高效定向的提取纯化体系。其次,现有山桐子黄酮的成分鉴定主要依赖紫外光谱或液相色谱保留时间比对[19],易受单宁类等物质的干扰,难以实现精准结构解析。

因此,基于“鄂选 1 号”山桐子粕饼原料特性,采用单因素与 Box-Behnken 响应面联用的方法,建立超声辅助提取(UAE)动力学模型,筛选山桐子饼粕总黄酮的关键工艺参数,解决传统方法效率低、选择性差的问题。继而采用动态吸附-解吸系统考察大孔树脂(AB-8 型)纯化工艺,通过动态吸附实验、水洗脱杂质及乙醇解吸等过程确定纯化参数,减少杂质对目标成分鉴定的干扰。创新性引入液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)技术,结合多级碎片离子匹配及数据库检索,首次明确山桐子饼粕中黄酮类化合物的组成。最后,采用 DPPH·/$ABTS^{+}$·清除体系及 FRAP 铁离子还原法,以梯度浓度抗坏血酸(V_C)为参照,对比纯化前后提取物的体外抗氧化活性差异,揭示黄酮结构与功能的相关性,为山桐子饼粕资源的高值化利用提供一定理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

实验中所提到的山桐子果实为“鄂选 1 号” 来自于湖北省利川市;无水乙醇、氢氧化钠、盐酸、三氯化铁、乙酸钠、冰醋酸、抗坏血酸(V_C) 国药集团化学试剂有限公司;亚硝酸钠 上海易恩化学技术有限公司;硝酸铝 山东西亚化学股份有限公司;1,1-二苯基-2-苦基肼(DPPH)、2, 2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐(ABTS)、芦丁标品 上海源叶生物科技有限公司;硫酸亚铁 上海麦克林生化科技有限公司;2,4,6-三(2-吡啶基)-1,3,5 三嗪(TPTZ) 天津希恩思生化科技有限公司;所用试剂均为分析纯。

UV-8000H 紫外-可见光分光光度计 上海元析仪器有限公司;YB-150 多功能粉碎机、YB-250 粉碎机 永康市速锋工贸有限公司;DW-HL680 超低温冷冻储存箱 中科美菱低温科技股份有限公司;SB25-12DTD 超声清洗仪、真空冷冻干燥箱 宁波新芝生物科技股份有限公司;QT-100FC-LCO 智能自动部分收集器 上海琪特分析仪器有限公司;L3-5T-B1 型移动热泵烘干箱、循环水式真空泵 上海博迅医疗生物仪器股份有限公司;M56 型高配款智能榨油机 威海香威植物油有限公司;Infinite M200PRO 多功能酶标仪 帝肯(上海)贸易有限公司;BS224S 电子分析天平 德国赛多利斯公司;Centrifuge 5810R 台式高速冷冻离心机 德国艾本德股份公司;2.5 cm×30 cm 玻璃层析柱、AB-8 大孔树脂 郑州和成新材料科技有限公司;YZ1515 恒流泵 保定融柏恒流泵制造有限公司;HZP-T502 pH 计 福建华志电子科技有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 原料的预处理 取新鲜山桐子果实,去蒂,在 70 ℃ 条件下烘干 48 h 得山桐子干果。用压榨机对山桐子干果进行压榨,得山桐子饼粕。用粉碎机将饼粕粉碎,过 40 目筛,得山桐子饼粕粉末,密封,备用。

1.2.2 山桐子总黄酮的提取 精密称取 1 g 山桐子饼粕粉末于 50 mL 离心管中并加入适量乙醇溶液,混匀,置于超声清洗仪中,按实验设计的超声时间、超声功率、液料比进行提取。待提取完毕,置于离心机进行 8000 r/min, 10 min 的离心处理,取上清液得山桐子总黄酮(*Idesia ploycarpa* Total Flavonoids, IPTF)提取液。将提取液旋转蒸发至原体积 1/10 后冷冻干燥处理,得山桐子饼粕粗总黄酮粉末(Coarse *Idesia ploycarpa* Total Flavonoids, IPTF-C)。

1.2.3 IPTF 总黄酮含量的测定

1.2.3.1 标准曲线的绘制 参照张晨[20] 的方法进行

黄酮的测定，称取 10 mg 干燥至恒重的芦丁标品，用 70% 乙醇溶液溶解，定容于 100 mL 容量瓶，得浓度为 100 μg/mL 的芦丁标准品原液。

将芦丁标准品原液稀释为浓度分别为 0、20、40、60、80、100 μg/mL 芦丁溶液，取 1 mL 芦丁溶液于 10 mL 试管中，依次加入 1 mL70% 乙醇、0.3 mL 的 5%$NaNO_2$，摇匀，静置 6 min；加 0.3 mL 的 10% $Al(NO_3)_3$，摇匀，静置 6 min；再加 2.0 mL 的 4%NaOH，摇匀，室温避光孵育 15 min，采用紫外-可见分光光度法于 510 nm 波长下测定吸光度值，以标准品浓度（μg/mL）为 X 轴，标品吸光度为 Y 轴，经线性回归分析的特征方程 Y=0.0019X−0.0021，其拟合优度 R^2=0.9994，证明检测体系具有优良的线性响应特性。

1.2.3.2　IPTF 总黄酮提取量的测定　根据 1.2.3.1 所提到的方法，测定 IPTF 提取液的吸光度，从而计算出总黄酮提取量，计算公式如下：

$$w(mg/g)=\frac{cv}{1000m}$$

式中：w 为总黄酮提取量，mg/g，c 为由回归方程计算得到的 IPTF 的质量浓度，μg/mL，v 为溶液体积，mL，m 为原料的质量，g。

1.2.4　IPTF 提取单因素实验设计

1.2.4.1　超声功率对 IPTF 提取效果的影响　固定乙醇溶液浓度为 80%，液料比为 40∶1，提取温度为 70 ℃，超声时间为 70 min，分别进行超声功率为 250、300、350、400、450 W 的超声处理，其余处理方法同 1.2.2 一致。平行提取 3 组，按 1.2.3 的方法进行测定，比较不同超声功率对 IPTF 提取量的影响。

1.2.4.2　超声时间对 IPTF 提取效果的影响　固定乙醇溶液浓度为 80%，液料比为 40∶1，提取温度为 70 ℃，超声功率为 400 W，分别进行超声时间为 40、50、60、70、80 min 的超声处理，其余处理方法同 1.2.2 一致。平行提取 3 组，按 1.2.3 的方法进行测定，比较不同超声时间对 IPTF 提取量的影响。

1.2.4.3　液料比对 IPTF 提取效果的影响　固定乙醇溶液浓度为 80%，提取温度为 70 ℃，超声功率为 400 W，超声时间为 70 min，分别按液料比 40∶1、50∶1、60∶1、70∶1、80∶1 配制饼粕-乙醇溶液，其余处理方法同 1.2.2 一致。平行提取 3 组，按 1.2.3 的方法进行测定，比较不同液料比对 IPTF 提取量的影响。

1.2.5　IPTF 提取响应面优化试验设计　基于单因素预实验分析结果，筛选超声功率、超声时间及液料比作为关键工艺参数，以总黄酮提取量为响应值，采用 Box-Behnken 响应面法构建三因素三水平优化模型，系统探究多变量交互作用对提取效率的影响规律。通过建立二次多项式回归方程解析最优提取参数组合，具体实验参数设置详见表 1。

表 1　响应面分析的因素和水平

Table 1　Factors and levels used in response surface design

水平	因素		
	A超声时间（min）	B超声功率（W）	C液料比（mL/g）
−1	60	350	40∶1
0	70	400	50∶1
1	80	450	60∶1

1.2.6　IPTF 纯化实验

1.2.6.1　大孔树脂的预处理　参照吕健等[21]的方法并加以改进。称取 100 g AB-8 至无水乙醇中浸泡 24 h，期间不断搅拌保证树脂充分溶胀，滤出无水乙醇后使用去离子水冲洗树脂至滤液清澈、无醇味。以 5 BV 4% 盐酸溶液浸泡树脂 4 h，期间不断搅拌保证树脂与盐酸充分接触，滤出盐酸溶液后使用去离子水冲洗树脂至滤液 pH 为 7。以 5 BV 4% 氢氧化钠溶液浸泡树脂 4 h，滤出氢氧化钠溶液后使用去离子水冲洗树脂至滤液 pH 为 7，备用。

1.2.6.2　树脂的动态吸附及解吸　取冷冻干燥后的山桐子饼粕粗黄酮粉末溶于 20% 乙醇溶液中，配制成质量浓度为 2 mg/mL 的上样液，过 0.22 μm 滤膜，置于−4 ℃ 条件下备用。参照王禹博[22]的方法并加以改进，采用湿法装柱，将清洗完成的树脂以玻璃棒引流至玻璃层析柱中，将质量浓度 2 mg/mL 的 IPTF-C 溶液以 1.5 mL/min 的流速上样，每 10 mL 收集一次流出液并按 1.2.3 的方法测定吸光度，以上样体积（mL）为横坐标，泄露百分比为纵坐标绘制动态吸附曲线，当流出液吸光度达到上样液吸光度的 1/10 时，即达到泄露点，停止上样。泄露百分比计算公式如下：

$$泄露百分比(\%)=\frac{A_1}{A_2}\times 100$$

式中：A_1 为流出液吸光度，A_2 为上样液吸光度。

以蒸馏水淋洗，流速为 2 mL/min，每 10 mL 收集一次淋洗液并按 1.2.3 的方法测定吸光度，确定水洗剂用量。水洗脱杂质后，以流速 2 mL/min，浓度 80% 的乙醇溶液对吸附饱和的树脂进行解吸，每 10 mL 收集一次解吸液并按 1.2.3 的方法测定吸光度，绘制解吸曲线。收集解吸液旋转蒸发至原体积 1/10，冷冻干燥后得山桐子饼粕精黄酮粉末（Pure *Idesia ploycarpa* Total Flavonoids，IPTF-P），置于−4 ℃ 条件下备用。

1.2.6.3　纯度的检测　参考国微[23]的方法并加以改进，称取 IPTF-C 与 IPTF-P 各 0.1 g，以 70% 乙醇溶液定容至 50 mL，过 0.22 μm 滤膜，按 1.2.3 的方法测定吸光度，按以下公式计算纯度：

$$纯度(\%)=\frac{C_0\times V\times F}{M_0}\times 100$$

式中：C_0 为山桐子饼粕总黄酮浓度，mg/mL，V 为溶剂体积，mL，F 为稀释倍数，M_0 为样品质量，mg。

1.2.6.4　LC-MS/MS 对 IPTF 的结构初探　对于经

AB-8 大孔树脂纯化后的 IPTF，送至杭州研趣信息技术有限公司科学指南针，利用液相色谱串联质谱（LC-MS/MS）测定 IPTF 中所含黄酮的种类。准确称取 2.0 mg 样品粉末，加入 500 μL 甲醇溶剂进行超声辅助溶解，经 13000 r/min 离心 10 min 后收集澄清上清液供色谱分析。色谱分离采用 Thermo Hypersil Gold C_{18} 反相柱（2.1 mm×100 mm，1.9 μm），流动相由 0.1% 甲酸/甲醇（B）-0.1% 甲酸/水（A）组成。流速恒定 0.3 mL/min，柱温 30 ℃，进样体积 10 μL。按表 2 程序进行梯度洗脱。

表 2 流动相梯度洗脱程序

Table 2 Gradient elution program of mobile phase

时间(min)	A(%)	B(%)
0~1	90	10
1~13	90→0	10→100
13~17	0	100
17~17.1	0→90	100→10
17.1~20	90	10

质谱检测采用 HESI 电离源，参数设定如下：离子化温度 310 ℃，毛细管加热温度 320 ℃，鞘气与辅助气流速分别控制为 30 arb 和 10 arb。正/负离子模式下喷雾电压分别设置为 3.0 kV 和 2.8 kV。

原始质谱数据经 Progenesis Qv3.0 代谢组学分析平台完成基线校正、色谱峰提取与匹配、保留时间校准及数据归一化后，通过整合 ChemSpider 公共化学数据库（含 ChEBI、ChEMBL）、天然产物数据库、黄酮类化合物专用库及 mzCloud 高分辨质谱库等多元数据库系统进行化合物结构解析。为进一步保证鉴定结果的准确性，提取数据矩阵表中每个成分的 EIC 图和二级质谱图，标注碎片信息并注释碎片结构。

1.2.7 IPTF 体外抗氧化实验

1.2.7.1 DPPH 自由基清除能力的测定 参考 Liu 等[24] 的方法并加以改进。取适量 IPTF-C 与 IPTF-P 样液，用无水乙醇稀释为梯度浓度，样品溶液与 DPPH 溶液（0.1 mmol/L）以体积比 1∶1 混合，在室温下反应 30 min 后测定 510 nm 处吸光度值；相同条件下，以无水乙醇替代样液作为空白对照，以等浓度的 V_C 作为阳性对照，按以下公式计算 DPPH 自由基清除率：

$$\text{DPPH自由基清除率}(\%)=\left(1-\frac{A_1-A_2}{A_3}\right)\times 100$$

式中：A_1 为 2 mL 样液与 2 mL DPPH 溶液的吸光度，A_2 为 2 mL 样液与 2 mL 无水乙醇的吸光度，A_3 为 2 mL 无水乙醇与 2 mL DPPH 溶液的吸光度。

1.2.7.2 $ABTS^+$自由基清除能力的测定 参考 Rumpf 等[25] 的方法并加以改进。取 ABTS 母液，用无水乙醇稀释至 734 nm 处吸光度为 0.700±0.02，避光，作为 $ABTS^+$工作液备用。取 IPTF-C 与 IPTF-P 样液，用无水乙醇配制梯度浓度样液。取 1 mL 样品溶液与 5 mL $ABTS^+$工作液混匀，避光反应 10 min 后测定 734 nm 处吸光度。相同条件下，以无水乙醇替代样液作为空白对照，以等浓度的 V_C 作为阳性对照。按以下公式计算 $ABTS^+$自由基清除率：

$$ABTS^+\text{自由基清除率}(\%)=\left(1-\frac{A_1-A_2}{A_3}\right)\times 100$$

式中：A_1 为 1 mL 样液与 5 mL ABTS 溶液的吸光度，A_2 为 1 mL 样液与 5 mL 无水乙醇的吸光度，A_3 为 1 mL 无水乙醇与 5 mL ABTS 溶液的吸光度。

1.2.7.3 铁离子还原能力的测定 以 FRAP 法来测定 IPTF-C 与 IPTF-P 的总抗氧化能力，主要采用 Zali 等[26] 的方法，并加以改进。于 96 孔酶标板中依次加入 FRAP 试剂 150 μL、醋酸盐缓冲液 30 μL 和浓度梯度的样品溶液 20 μL，充分振荡混匀后，避光常温放置 5 min 后于 593 nm 波长处测得对应的吸光值。实验中，以 1 mmol/L $FeSO_4$ 稀释至不同浓度做标准曲线，根据相同吸光值下样品浓度和 Fe^{2+}的转换得到 FRAP 值[27]。经测定，$FeSO_4$ 标准曲线为：$y=0.03139+0.085215x$，$R^2=0.99914$。

1.3 数据处理

采用 Excel2021 软件进行基础数据整理与描述性统计，通过 Design-Expert 13 软件建立响应面回归模型，计算模型预测值与实验值的置信区间（95%）；使用 SPSS Statistics 27 进行体外抗氧化活性中自由基清除率 IC_{50} 值的拟合及单因素（ANOVA 分析）差异性分析（$P<0.05$）；使用 Origin2024 计算均值、标准方差以及作图。实验平行测定三次，取平均值，实验结果以平均值±标准方差表示。

2 结果与分析

2.1 IPTF 提取单因素实验结果

2.1.1 超声功率对 IPTF 提取量的影响 由图 1 可知，随着超声功率的升高，IPTF 提取量出现明显上升趋势，当超声功率为 400 W 时提取量可达 45.77±0.05 mg/g，这是因为在相同的提取时间内，超声功率越大，细胞壁的破碎程度越大，IPTF 提取量越高[28]。

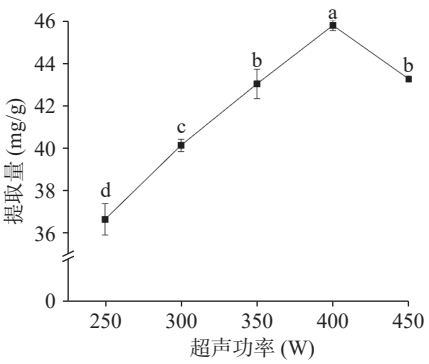


图 1 超声功率对 IPTF 提取量的影响

Fig.1 Effect of ultrasound power on extraction amount of IPTF

注：各指标中不同字母表示差异显著（$P<0.05$）；图 2~图 3 同。

继续增大超声功率至 450 W，IPTF 提取量呈下降趋势，这是因为超声功率的改变可引起空化效应变化，功率过低时使提取不够充分，而过高时会导致空化效应过于剧烈，破坏化学键，引起类黄酮结构的变化，导致其提取量降低[29]，此结果与周红艳等[30] 在提取瓯柑果皮黄酮提取中的结果一致，因此，选择 350、400、450 W 为响应面设计中超声功率因素的三个水平。

2.1.2　超声时间对 IPTF 提取量的影响　由图 2 可知，超声时间在 40~70 min 范围内与 IPTF 提取量呈显著正相关，50~70 min 范围上升速度有所减弱，在 70 min 时达到峰值，总体呈上升趋势，超声波产生空化气泡，能够造成组织损伤和细胞破坏，从而有利于目标化合物从基质中释放[31]。在 70~80 min 范围 IPTF 提取量开始出现下降趋势，当超声时间过长时，各种其他成分陆续溶解，也可能导致黄酮类化合物的热不稳定和降解，总黄酮提取量减小[32]。该变化趋势与薛婧等[33] 在黄果梨总黄酮的提取中基本一致，其研究同样表明超声时间在 40~80 min 范围内存在最佳值(70 min)，进一步验证了超声时间对黄酮溶出与降解的双向调控作用。因此，选择 60、70、80 min 为响应面设计中超声时间因素的三个水平。

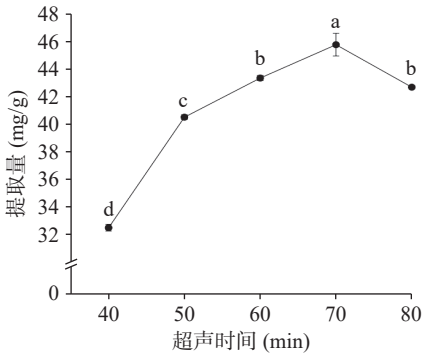


图 2　超声时间对 IPTF 提取量的影响

Fig.2　Effect of ultrasound time on extraction amount of IPTF

2.1.3　液料比对 IPTF 提取量的影响　由图 3 可知，在液料比为 50∶1 时 IPTF 提取量达到峰值，为 47.76±0.33 mg/g。在 50∶1~80∶1 范围内 IPTF 提取量逐渐下降，且下降速度逐渐缓慢，这是因为低液料比会导致粉末状原料分散不均匀，无法与溶剂相互作用[34]，因此在一定范围内，增大液料比使得山桐子饼粕与提取溶剂的接触率增大，使 IPTF 更易溶出。而当液料比大于 50∶1 时，超声波的空化作用受到一定阻碍，可能会伴随着杂质的溶出，降低 IPTF 提取量，造成有机溶剂的浪费[35]。该因素的变化趋势与乔孟等[36] 在海棠叶黄酮的提取中相似，提取量在液料比 50∶1 时达最大。因此，选择 40∶1、50∶1、60∶1 为响应面设计中液料比因素的三个水平。

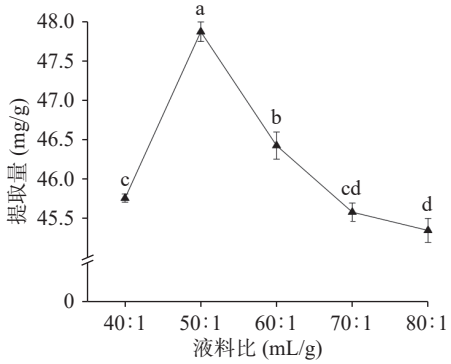


图 3　液料比对 IPTF 提取量的影响

Fig.3　Effect of liquid-to-material ratio on extraction amount of IPTF

2.2　IPTF 提取响应面优化试验

2.2.1　响应面回归模型的建立　根据上述实验结果，采用 Design-Expert 软件，以超声时间(A)、超声功率(B)、液料比(C)三个因素为自变量，以提取量为响应值，根据 Box-BehnKen 模块设计三因素三水平响应面试验，预测超声辅助溶剂提取 IPTF 的最佳制备工艺。响应面试验设计及结果见表 3。

表 3　响应面试验结果

Table 3　Response surface test results

试验号	因素			提取量(mg/g)
	A(min)	B(W)	C(mL/g)	
1	60	400	40∶1	42.6079
2	70	450	60∶1	43.4499
3	80	450	50∶1	40.5625
4	60	450	50∶1	39.6743
5	70	400	50∶1	47.9638
6	80	400	60∶1	43.1524
7	80	350	50∶1	40.2007
8	70	400	50∶1	47.9309
9	70	350	40∶1	43.0816
10	80	400	40∶1	42.9763
11	70	400	50∶1	47.8322
12	70	400	50∶1	48.0125
13	60	350	50∶1	40.0362
14	70	400	50∶1	47.7993
15	70	350	60∶1	43.6709
16	70	450	40∶1	43.1342
17	60	400	60∶1	42.5992

对表 3 中的试验结果进行多元拟合，得多元二次回归方程：$Y=47.91+0.2468A-0.0211B+0.1314C+0.1809AB+0.0462AC-0.0684BC-4.41A^2-3.64B^2-0.9290C^2$。

2.2.2　响应面回归模型方差分析　回归模型显著性检验及方差分析见表 4。

由表 4、图 4 可知，该回归模型的 P 值小于 0.01，表明模型差异极显著；失拟项 P 值大于 0.05，表明该模型误差小。该模型能准确地反应出超声功率、超声时间、液料比对 IPTF 提取量的影响，其中，超声时间 A 及二次项 A^2、B^2、C^2 极显著地影响 IPTF 提取量($P<0.01$)，液料比 C 与交互项 AB 显著影响 IPTF 提取量($P<0.05$)，其余因素对 IPTF 提取量影响不显著，说明三个因素对模型的影响依次为超声时间>液

表 4　模型显著性检验及方差分析

Table 4　Significance test and variance analysis of model

来源	平方和	自由度	均方	*F*值	*P*值	显著性
模型	143.978	9	16	1058.28	<0.0001	**
A	0.4872	1	0.4872	32.23	0.0008	**
B	0.0035	1	0.0035	0.2348	0.6428	−
C	0.1438	1	0.1438	9.51	0.0177	*
AB	0.1309	1	0.1309	8.66	0.0216	*
AC	0.0085	1	0.0085	0.5648	0.4768	−
BC	0.0187	1	0.0187	1.24	0.3026	−
A^2	72.33	1	72.33	4785.04	<0.0001	**
B^2	55.93	1	55.93	3699.79	<0.0001	**
C^2	3.63	1	3.63	240.41	<0.0001	**
残差	0.1058	7	0.0151			
失拟	0.0737	3	0.0246	3.06	0.1541	−
纯误差	0.0321	4	0.008			
合计	144.08	16				

注：“*”表示差异显著（*P*<0.05），“**”表示差异极显著（*P*<0.01），“−”表示差异不显著（*P*>0.05）。

料比>超声功率，且超声时间与超声功率两因素交互作用对 IPTF 提取量有较大影响。

2.2.3　最优工艺参数及验证实验　根据上述分析及 Design-Expert 软件预测的结果，得到 IPTF 最优工艺参数。结果显示：超声功率 400.134 W，超声时间 70.302 min，液料比 50.368∶1 mL/g，IPTF 提取量预测值为 47.913 mg/g。结合理论预测和实际应用，优化结果表明：以 400 W 超声功率，50∶1 mL/g 液料比处理 70 min，重复 3 次实验，IPTF 提取量为 47.85±0.05 mg/g。利用选定的最优条件检验模型方程预测最优响应值的适用性，结果吻合度较高，表明该优化工艺具有稳定性和可行性[37]。

2.3　IPTF 纯化实验结果

2.3.1　动态吸附曲线的确定　吸附曲线能反映出大孔树脂对 IPTF 的吸附能力。当上样体积超过 AB-8

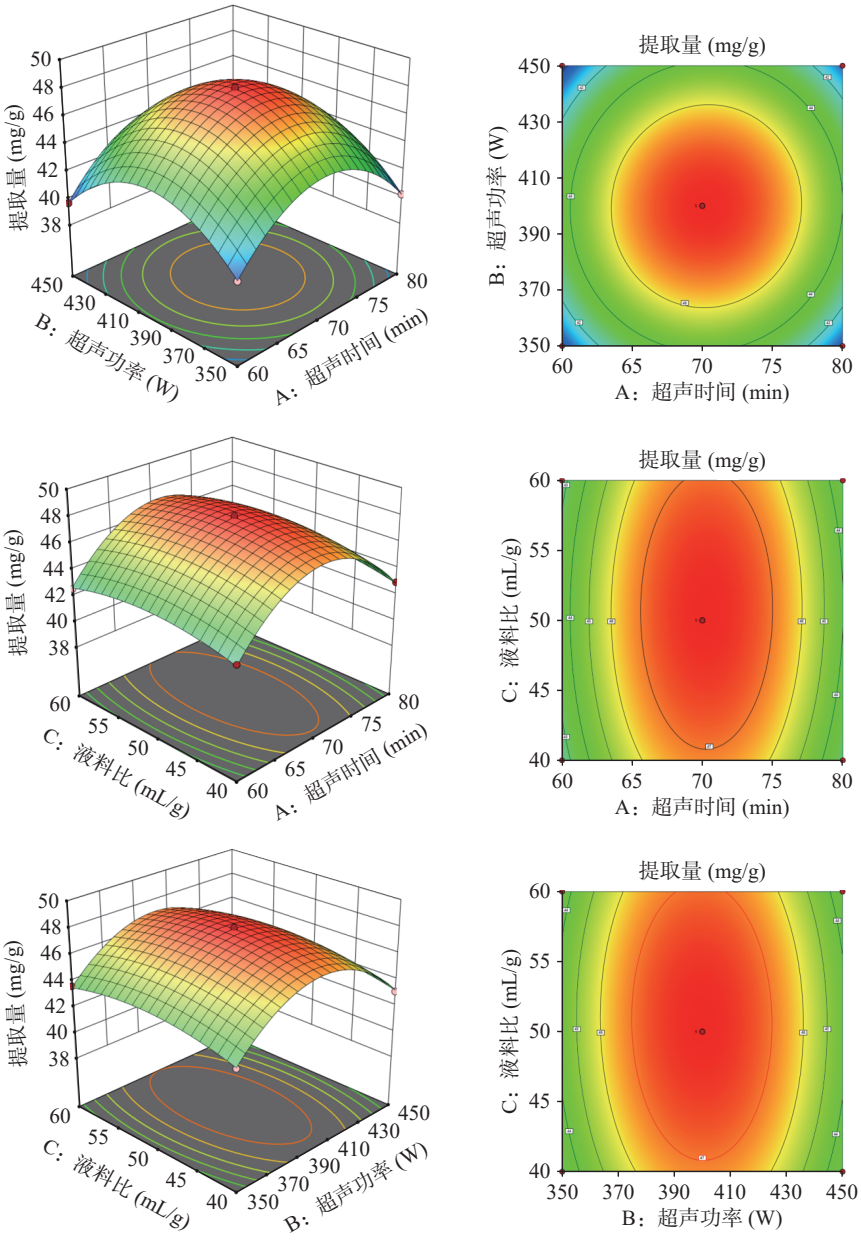


图 4　超声时间、超声功率及液料比两两交互作用对 IPTF 提取量的影响

Fig.4　Interaction effects of ultrasonic time, ultrasonic power, and liquid-to-material ratio on IPTF extraction content

树脂的动态吸附容量时，流出液中黄酮含量显著增加，表明树脂吸附位点已趋近饱和，导致未被吸附的黄酮泄漏。当流出液吸光度达到上样液吸光度 1/10，即到达泄露点，认为此时大孔树脂吸附饱和。如图 5 所示，流出液体积为 150~210 mL 时，该范围内流出液泄露百分比均稳定于 10%，当流出液体积大于 210 mL，流出液泄露百分比均大于 10%，因此，选取 210 mL 作为 IPTF 最大上样体积。

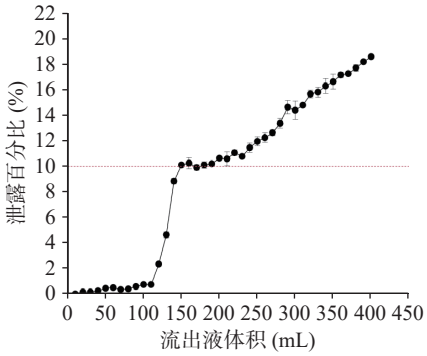


图 5　动态吸附曲线

Fig.5　Dynamic adsorption curves

2.3.2　水洗剂用量的确定　IPTF 在大孔树脂中吸附至泄露点后，柱体内仍有部分黄酮未被吸附，使用蒸馏水淋洗柱体可使该部分黄酮流出，同时可以清除柱体内水溶性杂质，减少对 IPTF 纯度的影响。如图 6 可见，随着蒸馏水体积的增加，流出液中的黄酮浓度逐渐降低，当蒸馏水体积为 200 mL 时，流出液中黄酮浓度几乎为 0 mg/mL，这表明淋洗已基本完成。高德艳等[38] 使用 AB-8 大孔树脂纯化从玫瑰花渣中提取的总黄酮，在水洗体积的确定中实验结果为 3 BV，与本实验结果相近，因此选择 200 mL 为蒸馏水淋洗体积。

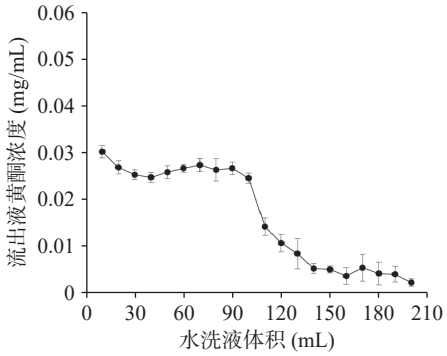


图 6　水洗剂用量

Fig.6　Amount of water detergent

2.3.3　动态解吸曲线的确定　动态解吸曲线体现了溶剂对大孔树脂吸附 IPTF 的解吸情况。如图 7 所示，在解吸液体积为 0~110 mL 范围内，解吸液内黄酮浓度较低，浓度增长缓慢，这表明在该范围内有较少的 IPTF 从大孔树脂中解吸；在解吸液体积 110~300 mL 范围内，解吸液黄酮浓度迅速上升，在 130 mL 时达到最大，这表明此时大量的 IPTF 从大孔树脂中解吸，后迅速下降，至 300 mL 处黄酮浓度逐渐趋于 0 mg/mL，解吸液几乎为无色；在解吸液体积为 400 mL 时，黄酮浓度为 0 mg/mL，继续增大解吸液体积黄酮浓度无明显波动，这表明此时大孔树脂的解吸已基本完成，后续解吸液不再具有收集价值。该变化趋势与叶佳丰等[39] 使用 AB-8 大孔树脂纯化油茶蒲总黄酮中解吸体积的测定实验结果基本一致，因此，选取 400 mL 作为解吸液体积。

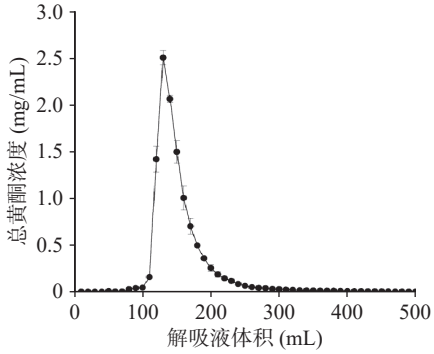


图 7　动态解吸曲线

Fig.7　Dynamic desorption curves

2.3.4　IPTF 纯度分析　收集解吸液，旋转蒸发至原体积 1/10，使用冷冻干燥机进行冷冻干燥，得 IPTF-P，结果表明，经 AB-8 大孔树脂纯化，IPTF 纯度可得到一定提升，具体结果见表 5。

表 5　纯化前后纯度对比

Table 5　Comparison of purity before and after purification

样品	吸光度(A)	黄酮浓度(mg/mL)	纯度(%)
IPTF-C	0.822±0.041	0.434±0.022	21.69±1.08
IPTF-P	1.482±0.037	0.781±0.020	39.06±0.99

2.3.5　LC-MS/MS 对 IPTF-P 的鉴定结果　质谱检测在数据依赖性采集(DDA)模式下完成，循环扫描次数设置为 10 次，阶梯式归一化碰撞能量(HCD)参数分别为 10、28 和 35 eV。一级质谱的扫描质量范围覆盖 100~1500 m/z，采用 70000 全高宽分辨率，自动增益控制目标值设定为 3×10^6，离子注入时间维持

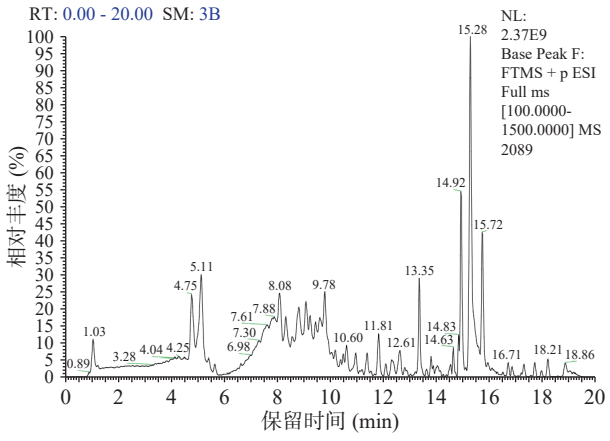


图 8　正离子模式下的基峰色谱图

Fig.8　Basal peak chromatogram in the positive-ion mode

200 ms。二级质谱检测时分辨率调整为 7500，自动增益控制目标值降低至 1×10^6，离子注入时间缩减为 50 ms。实验分别在正、负离子模式下获取基峰色谱图(图 8、图 9)。

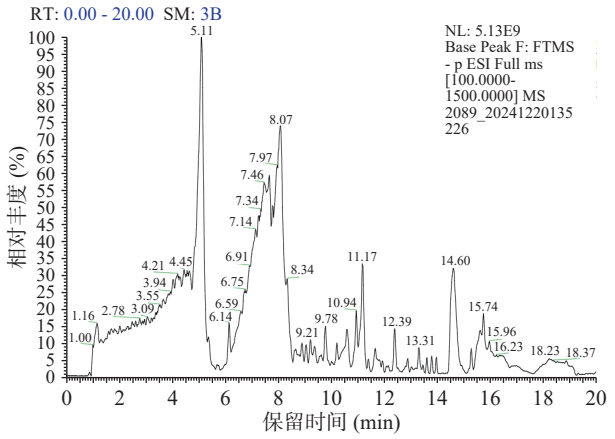


图 9 负离子模式下的基峰色谱图

Fig.9 Base peak chromatogram in negative-ion mode

LC-MS/MS 原始数据通过 Compound Discoverer 3.2(Thermo Fisher Scientific)平台进行多元数据库联用分析，涵盖 ChemSpider 植物库、CHEBI、CHEMBL、天然产物及黄酮专用库等数据库资源。基于 mzCloud 与 mzVault 的 Best Match 算法对 MS/MS 谱图进行匹配度评分，筛选 MS^2 碎片离子匹配阈值>80% 的化合物作为有效鉴定成分，具体鉴定数据详见表 6。

因此，初步确定 IPTF 中的黄酮类物质为槲皮素、槲皮素-3-O-芸香苷、桑黄素、槲皮素-3-O-葡萄糖苷、表儿茶素、白皮杉醇葡萄糖苷、芍药苷-3-O-*β*-半乳糖苷。

2.4 IPTF 体外抗氧化活性实验结果

2.4.1 DPPH 自由基清除能力结果分析 在检测 DPPH 自由基清除能力时，抗氧化化合物会通过氢原子供体机制与 DPPH 自由基反应，导致颜色从紫色变为黄色[40]，由吸光度可计算出该样品对 DPPH 自由基的清除能力。由图 10 可知，IPTF-P 的 DPPH 自由基清除率在各质量浓度下均大于 IPTF-C，这表明在经大孔树脂纯化后，IPTF 对 DPPH 自由基的清除能力得到提升。随着质量浓度的增大，IPTF 对 DPPH 自由基清除率随之增大，当 IPTF-P 质量浓度为 0.6 mg/mL 时，清除率可达 96.84%，与同浓度下 V_C 的 DPPH 自由基清除率 99.99% 相接近。经拟合线性方程计算，IPTF-C 的 IC_{50} 值为 0.086 mg/mL，IPTF-P 的 IC_{50} 值为 0.057 mg/mL，这表明 IPTF 在纯化后具有更加良好的 DPPH 自由基清除能力。

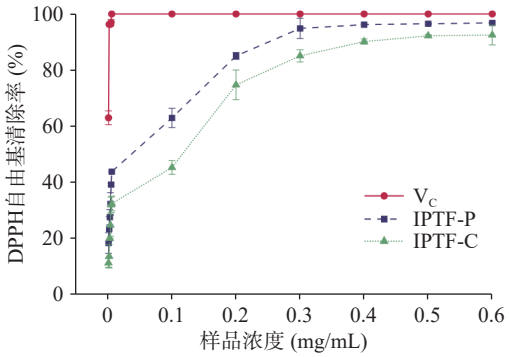


图 10 纯化前后 IPTF 的 DPPH 自由基清除能力

Fig.10 DPPH free radical scavenging ability of the IPTF before and after purification

2.4.2 $ABTS^+$自由基清除能力结果分析 $ABTS^+$自由基是一种以氮为中心的合成自由基阳离子，通过 $ABTS^+$与过硫酸钾氧化产生[41]。由图 11 可知，随着质量浓度的增加，IPTF-C 与 IPTF-P 对 $ABTS^+$自由基的清除率随之增加。在 IPTF-C 质量浓度为 0.6 mg/mL 时，$ABTS^+$自由基清除率达 99.67%，与同质量浓度下的 V_C 的清除率无明显差异，表明 IPTF-C 在较高浓度时具有良好的 $ABTS^+$自由基清除能力。当 IPTF-P 质量浓度为 0.2 mg/mL 时，清除率可达 97.96%，且在 0.2~0.6 mg/mL 范围内，IPTF-P

表 6 IPTF-P 中所含黄酮类物质

Table 6 Flavonoids contained in the IPTF-P

检测模式	英文名	中文名	分子式	m/z	MS^2碎片离子	保留时间(min)	鉴定打分(mzCloud/mzVault)
正离子	Quercetin	槲皮素	$C_{15}H_{10}O_7$	303.04922	303.04913, 147.04362, 123.04384	8.001	83.6/73.2
正离子	Quercetin-3-O-rutinoside	槲皮素-3-O-芸香苷	$C_{27}H_{30}O_{16}$	611.15906	303.04898, 85.0282, 304.05252	/	80.9/84.9
正离子	Morin	桑黄素	$C_{15}H_{10}O_7$	303.04922	303.04919, 147.04381, 229.04959	8.38	82.2/67.7
正离子	Quercetin-3-O-glucoside	槲皮素-3-O-葡萄糖苷	$C_{21}H_{20}O_{12}$	465.10193	303.04901, 85.02826, 123.04399	8.386	75.7/87.3
正离子	Epicatechin	表儿茶素	$C_{15}H_{14}O_6$	291.08585	147.04378, 119.04891, 131.04901	10.18	–/73.5
正离子	Astringin	白皮杉醇葡萄糖苷	$C_{20}H_{22}O_9$	407.13275	135.04378, 245.0802, 123.04378	5.134	70.4/84.9
正离子	Peonidin-3-O-beta-galactoside	芍药苷-3-O-*β*-半乳糖苷	$C_{22}H_{23}O_{11}Cl$	463.12228	301.06976, 286.04605, 147.0437	8.855	82.1/88.5
负离子	Quercetin-3-O-glucoside	槲皮素-3-O-葡萄糖苷	$C_{21}H_{20}O_{12}$	463.08865	300.02762, 463.08682, 301.03412	8.379	73.2/73.5

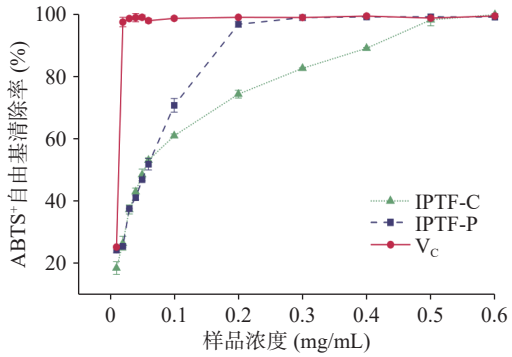


图 11　纯化前后 IPTF 的 $ABTS^+$自由基清除能力

Fig.11　$ABTS^+$ free radical scavenging ability of the IPTF before and after purification

与 V_C 的清除率差异始终小于 3%，表明 IPTF 本身具有良好的 $ABTS^+$自由基清除能力，且经大孔树脂纯化后该能力得到提升。经拟合线性方程计算，IPTF-C 的 IC_{50} 值为 0.034 mg/mL，IPTF-P 的 IC_{50} 值为 0.033 mg/mL。

2.4.3　铁离子还原能力的测定结果　FRAP 法是指在酸性低 pH 环境下，抗氧化剂会将 Fe^{3+}/亚铁氰化物络合物还原成 Fe^{2+}/亚铁氰化物，而 Fe^{2+}/亚铁氰化物呈深蓝色，可用于样品 FRAP 值的测定指标[42]。由图 12 可知，在低浓度时，如 0.2 mg/mL，IPTF-C 与 IPTF-P 的 FRAP 值相差较小。随着质量浓度的提升，IPTF-C 与 IPTF-P 的 FARP 值都随之增大，且同浓度下二者差值也随之增大，这表明经大孔树脂纯化后 IPTF-P 在高质量浓度下的铁离子还原能力得到有效提升。当 IPTF-P 浓度为 2 mg/mL 时，其 FARP 值达 13.68 mmol/L，较 IPTF-C 提高 62.9%。

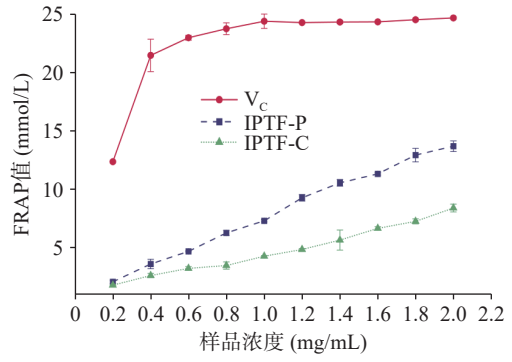


图 12　纯化前后 IPTF 的铁离子还原能力

Fig.12　Iron ion reduction capacity of the IPTF before and after purification

3　结论

山桐子饼粕作为油脂加工副产物，其高值化利用对农产品深加工产业链延伸具有重要意义。基于超声辅助提取与响应面优化，确定最佳工艺条件为超声功率 400 W、液料比 50∶1 mL/g、超声时间 70 min，IPTF 提取量达 47.85±0.05 mg/g；经 AB-8 大孔树脂纯化后，IPTF 纯度由 21.69% 提升至 39.06%；经 LC-MS/MS 分析，IPTF 内主要的黄酮物质为：槲皮素、槲皮素-3-O-芸香苷、桑黄素、槲皮素-3-O-葡萄糖苷、表儿茶素、白皮杉醇葡萄糖苷、芍药苷-3-O-β-半乳糖苷。体外抗氧化试验显示，纯化后 IPTF-P 的 DPPH 自由基清除能力（IC_{50}=0.057 mg/mL）较纯化前 IPTF-C（IC_{50}=0.086 mg/mL）显著增强，且在 FRAP 铁还原能力评估中，2 mg/mL 浓度下 IPTF-P 的还原力达 13.68 mmol/L，较 IPTF-C 提高 62.9%，表明纯化工艺可有效富集活性成分。

尽管研究证实了山桐子粕饼黄酮的抗氧化潜力，但仍需关注以下局限性，一方面，现有 LC-MS/MS 仅实现主要黄酮成分的初步鉴定，缺乏单体化合物含量测定及核磁共振结构验证；另一方面，大孔树脂纯化后纯度仍较低，需开发组合纯化策略；此外，抗氧化活性的探究局限于体外，未能充分说明 IPTF 在体内的抗氧化及其他活性。后续将聚焦于上述不足进行深入研究，探索山桐子饼粕黄酮类物质在功能性食品或药物开发中的应用潜力。

© The Author(s) 2026. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

参考文献

[1] 张文龙. 山桐子果和籽的组成、特性与制炼油工艺研究[D]. 无锡：江南大学，2023. [ZHANG Wenlong. Research on the composition, characteristics, oil production and refining process of *Idesia polycarpa* pulps and sees[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2023.]

[2] ZHANG Xin, LI Wenpo, YU Guicheng, et al. Evaluation of *Idesia polycarpa* Maxim fruits extract as a natural green corrosion inhibitor for copper in 0.5 M sulfuric acid solution[J]. Journal of Molecular Liquids, 2020, 318: 114080.

[3] 吴玲利，邓雯方，卢晓宇，等. 山桐子开发利用研究进展[J]. 经济林研究，2023, 41(2): 242−252. [WU Lingli, DENG Wenfang, LU Xiaoyu, et al. Research progress in the development and utilization of *Idesia polycarpa*[J]. Non-wood Forest Research, 2023, 41(2): 242−252.]

[4] 陈耀兵，罗凯，李美东，等. “鄂选 1 号”山桐子组培繁育体系构建[J]. 北京林业大学学报，2022, 44(12): 23−31. [CHEN Yaobing, LUO Kai, LI Meidong, et al. Construction of tissue culture breeding system of *Idesia polycarpa* "Exuan 1"[J]. Journal of Beijing Forestry University, 2022, 44(12): 23−31.]

[5] 杨文清，罗凯，陈耀兵. 山桐子蛋白提取工艺优化及功能特性研究[J]. 中国粮油学报，2024, 39(3): 89−97. [YANG Wenqing, LUO Kai, CHEN Yaobing. Optimization of extraction process and functional properties of *Idesia polycarpa* Maxim. protein[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2024, 39(3): 89−97.]

[6] 邹文广，尹乐斌，贺超，等. 大豆抗氧化肽的制备及对大蒜根尖过氧化的保护作用[J]. 邵阳学院学报(自然科学版)，2024, 21(1): 66−74. [ZOU Wenguang, YIN Lebin, HE Chao, et al. Preparation of soybean antioxidant peptides and their protective effect against garlic root tip peroxidation[J]. Journal of Shaoyang University (Natural Science Edition), 2024, 21(1): 66−74.]

[7] 豆磊，王智勇，杨文清，等. 山桐子抗氧化多肽的制备及功能

特性研究[J]. 中国油脂, 2025, 50(8): 74−83. [DOU Lei, WANG Zhiyong, YANG Wenqing, et al. Preparation and functional characteristics of *Idesia polycarpa* Maxim. polypeptides with antioxidant activity[J]. China Oils and Fats, 2025, 50(8): 74−83.]
[8] 王闪闪, 黄秀芳, 何华汉, 等. 山桐子饼粕多糖的提取优化及抗氧化活性研究[J]. 中国粮油学报, 2025, 40(3): 150−157. [WANG Shanshan, HUANG Xiufang, HE Huahan, et al. Optimization of extraction and antioxidant activity of polysaccharide from *Idesia polycarpa* Maxim cake meal[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2025, 40(3): 150−157.]
[9] 辛文燕, 何劲, 汪艳群. 山桐子粕多酚提取工艺优化及抗氧化活性的研究[J]. 中国粮油学报, 2024, 39(11): 147−154. [XIN Wenyan, HE Jin, WANG Yanqun. Optimization of extraction process of polyphenols from *Idesia polycarp* meal and *in vitro* antioxidant activity[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2024, 39(11): 147−154.]
[10] 闻乐嫣, 毛建梅, 安小凤, 等. 毛叶山桐子果实化学成分及脂肪酸动态分析与评价[J]. 食品科学, 2022, 43(4): 198−207. [WEN Leyan, MAO Jianmei, AN Xiaofeng, et al. Dynamic analysis and evaluation of chemical constituents and fatty acids of *Idesia polycarpa* var. *vestita* Diels fruit[J]. Food Science, 2022, 43(4): 198−207.]
[11] 陈子茜. 山桐子果实油脂积累及其贮藏工艺研究[D]. 恩施: 湖北民族大学, 2023. [CHEN Z X. Study on oil accumulation in *Idesia polycarpa* fruits and its storage process[D]. Enshi: Hubei Minzu University, 2023.]
[12] 陈璇. 黄酮类化合物(槲皮素、木犀草素)与类胡萝卜素(番茄红素、叶黄素)协同抗氧化作用及分子机制[D]. 南昌: 南昌大学, 2022. [CHEN X. Synergistic antioxidant effects and mechanisms of flavonoids (quercetin, luteolin) and carotenoids (lycopene, lutein)[D]. Nanchang: Nanchang University, 2022.]
[13] 杜田娇. 刺玫果黄酮对 α-葡萄糖苷酶的抑制及其纳米颗粒的研究[D]. 长春: 吉林大学, 2023. [DU T J. Inhibition of α-glucosidase by *Rosa davurica* Pall. flavonoids and the study of its nanoparticles[D]. Changchun: Jilin University, 2023.]
[14] CHANG Q, CHEN J B, ZHAO C N, et al. Advances in extraction and purification of citrus flavonoids[J]. Food Frontiers, 2023, 4(2): 750−781.
[15] JIANG Nan, DOSEFF A I, GROTEWOLD E. Flavones: From biosynthesis to health benefits[J]. Plants, 2016, 5(2): 27.
[16] 左蕾蕾, 黄琳, 孙华楠, 等. 结合广泛靶向代谢组学、网络药理学和分子对接技术研究金槐米对酒精性肝损伤保护作用机制[J]. 食品工业科技, 2025, 46(16): 384−395. [ZUO Leilei, HUANG Lin, SUN Huanan, et al. Integrating widely targeted metabolomics, network pharmacology, and molecular docking to investigate the protective mechanisms of from *Styphnolobium japonicum* cv. Jinhuai's flower bud against alcohol-induced liver injury [J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(16): 384−395.]
[17] 王丽霞, 陈永胜, 穆莎茉莉, 等. 乙醇浸提法提取蓖麻饼粕总黄酮的工艺研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(4): 282−285,309. [WANG Lixia, CHEN Yongsheng, MU Shamoli, et al. Study on the extraction of the total flavonoids from castor bean meal by ethanol extraction technology[J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(4): 282−285,309.]
[18] 王春霞, 蒲彪, 蒋燕, 等. 藤椒冷榨油饼粕中黄酮类物质的提取及体外抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2017, 33(1): 137−143, 154. [WANG Chunxia, PU Biao, JIANG Yan, et al. Extraction and antioxidant activity *in vitro* of flavonoids in cold pressed cake of *Zanthoxylum armatum* DC. Prodr[J]. Food & Machinery, 2017, 33(1): 137−143,154.]
[19] 邹康, 常云鹤, 宋明发, 等. 不同产地山桐子品质分析及综合评价[J]. 中国油脂, 2025, 50(1): 129−134,152. [ZOU Kang, CHANG Yunhe, SONG Mingfa, et al. Quality analysis and comprehensive evaluation of *Idesia polycarpa* Maxim from different geographic regions[J]. China Oils and Fats, 2025, 50(1): 129−134, 152.]
[20] 张晨. 黑皮鸡枞总黄酮提取工艺优化及功效成分鉴定[D]. 成都: 成都大学, 2023. [ZHANG Chen. Optimization of the extraction process and identification of the efficacy of total flavonoids from *Oudemansiella raphanipes*[D]. Chengdu: Chengdu University, 2023.]
[21] 吕健, 巩继贤, 徐绚绚, 等. 罗布麻黄酮提取及纯化方法研究进展[J]. 针织工业, 2024(10): 81−86. [LÜ Jian, GONG Jixian, XU Xuanxuan, et al. Research progress in the extraction and purification methods of *Apocynum venetum* L. flavonoids[J]. Knitting Industries, 2024(10): 81−86.]
[22] 王禹博. 软枣猕猴桃黄酮类化合物降尿酸机制研究[D]. 沈阳: 沈阳农业大学, 2023. [WANG Y B. Study on the mechanisms of flavonoids from *Actinidia arguta* on reducing of uric acid[D]. Shenyang: Shenyang Agricultural University, 2023.]
[23] 国微. 甘草总黄酮纯化工艺及其对 α-葡萄糖苷酶抑制作用研究[D]. 哈尔滨: 黑龙江东方学院, 2023. [GUO W. Purification process of total flavonoids from licorice and inhibition on α-glucosidase[D]. Harbin: East University of Heilongjiang, 2023.]
[24] LIU Shengdan, LIU Mouyan, ZHANG Yihan, et al. Optimization of ultrasonic-microwave synergistic extraction of total flavonoids and antioxidant activity from *Davidia involucrata* leaves [J]. Biomass Conversion and Biorefinery, 2025, 15(12): 19089−19100.
[25] RUMPF J, BURGER R, SCHULZE M. Statistical evaluation of DPPH, ABTS, FRAP, and Folin-Ciocalteu assays to assess the antioxidant capacity of lignins[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2023, 233: 123470.
[26] ZALI M A, FONKOUA M, DABOY C D, et al. Comparative study of the effect of two extraction solvents on polyphenols content and antioxidant activity of *Alstonia boonei* bark[J]. Asian Journal of Chemical Sciences, 2023, 13(4): 7−17.
[27] 田文月. 莲子心总黄酮、总生物碱化学成分及体内外活性研究[D]. 广州: 广东工业大学, 2019. [TIAN Wenyue. Study on constituents and activities *in vitro* and *vivo* of total flavonoids and alkaloids from *Plumula nelumbinis*[D]. Guangzhou: Guangdong University of Technology, 2019.]
[28] 禹晓梅, 周忠云. 超声辅助低共熔溶剂提取韩信草总黄酮的工艺优化[J]. 天然产物研究与开发, 2024, 36(11): 1910−1919. [YU Xiaomei, ZHOU Zhongyun. Optimization of extraction technology of total flavonoids from *Scutellariae indicae* Herba with ultrasonic-assisted deep eutectic solvents[J]. Natural Product Research and Development, 2024, 36(11): 1910−1919.]
[29] 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 Dandan, FU Fuhua, SU Donglin, et al. Optimization of cyclodextrin-assisted extraction process of total flavonoids from *Hemerocallis fulva* and study on its antioxidant activity[J].

Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2024, 24(10): 281−291.］

［30］ 周红艳, 陆胜民, 李彦坡, 等. 瓯柑果皮类黄酮提取纯化及其功能活性评价[J]. 食品科技, 2024, 49(8): 228−237. ［ZHOU Hongyan, LU Shengmin, LI Yanpo, et al. Extraction and purification processes of flavonoids from ougan (*Citrus suavissima* Hort. Ex tanak) peel and its biological activity evaluation[J]. Food Science and Technology, 2024, 49(8): 228−237.］

［31］ 李翱翔, 谭炎坊, 冯武. 超声辅助提取流苏香竹竹叶黄酮及其对亚硝化反应清除阻断作用[J]. 西部林业科学, 2024, 53(3): 101−109,125. ［LI Aoxiang, TAN Yanfang, FENG Wu. Ultrasonic-assisted ethanol extraction of flavones from *Chimonocalamus fimbriatus* leaves and their removal and blocking effects on nitrosation reaction[J]. Journal of West China Forestry Science, 2024, 53(3): 101−109,125.］

［32］ 张锡宇, 黄瑜, 石统帅, 等. 超声波-半仿生法提取桑叶黄酮及其活性的研究[J]. 北京林业大学学报, 2023, 45(9): 147−156. ［ZHANG Xiyu, HUANG Yu, SHI Tongshuai, et al. Extraction and activity of flavonoids from *Morus alba* leaves by ultrasonic-semi-bionic method[J]. Journal of Beijing Forestry University, 2023, 45(9): 147−156.］

［33］ 薛婧, 胡金丽, 宋洋波, 等. 黄果梨总黄酮提取工艺及抗氧化活性研究[J]. 粮食与油脂, 2023, 36(1): 92−96. ［XUE Jing, HU Jinli, SONG Yangbo, et al. Study on extraction process and antioxidant activity of total flavonoids from *Pyrus bretschneideri* Rehd[J]. Cereals & Oils, 2023, 36(1): 92−96.］

［34］ 黄磊磊, 刘佳怡, 王天怡, 等. 纤维素酶辅助超声提取丁香叶黄酮工艺优化及抗氧化性分析[J]. 食品工业科技, 2024, 45(4): 161−170. ［HUANG Leilei, LIU Jiayi, WANG Tianyi, et al. Optimization of cellulase-assisted ultrasound extraction and antioxidant analysis of flavonoids from *Syringa oblata* leaves[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(4): 161−170.］

［35］ MURAKONDA S, DWIVEDI M. Combined use of pulse ultrasound–assisted extraction with atmospheric cold plasma: Extraction and characterization of bioactive compounds from wood apple shell (*Limonia acidissima*)[J]. Biomass Conversion and Biorefinery, 2024, 14(22): 28233−28251.

［36］ 乔孟, 屈晓清, 丁之恩. 响应面法优化超声波辅助提取湖北海棠叶中总黄酮工艺[J]. 食品科学, 2013, 34(2): 143−147. ［QIAO Meng, QU Xiaoqing, DING Zhien. Optimization of ultrasonic-assisted extraction process for total flavonoids from *Malus hupehensis* leaves by response surface methodology[J]. Food Science, 2013, 34(2): 143−147.］

［37］ 张晨, 赵金, 严俊杰, 等. 响应面法优化黑皮鸡枞总黄酮提取工艺[J]. 中国调味品, 2022, 47(11): 138−143. ［ZHANG Chen, ZHAO Jin, YAN Junjie, et al. Optimization of extraction process of total flavonoids from *Oudemansiella raphanipes* by response surface methodology[J]. China Condiment, 2022, 47(11): 138−143.］

［38］ 高德艳, 朱双全, 王超萍, 等. 玫瑰花渣中黄酮的提取与纯化工艺研究[J]. 中国果菜, 2024, 44(2): 35−40,76. ［GAO Deyan, ZHU Shuangquan, WANG Chaoping, et al. Study on the extraction and purification process of flavonoids from rose dregs[J]. China Fruit & Vegetable, 2024, 44(2): 35−40,76.］

［39］ 叶佳丰, 马晶菁, 张雨瑞, 等. 油茶蒲总黄酮大孔吸附树脂纯化工艺优化及其体外抗氧化、抗炎活性[J]. 食品工业科技, 2025, 46(7): 178−186. ［YE Jiafeng, MA Jingjing, ZHANG Yurui, et al. Purification process and antioxidant, anti-inflammatory activities of total flavonoids from *Camellia oleifera* with macroporous adsorption resin[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(7): 178−186.］

［40］ MAYEFIS D, HAINIL S, WIDIASTUTI S. Antioxidant activity of methanol extract natuna marine sponge (Porifera) with DPPH methode[J]. Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research, 2021: 109-112.

［41］ MIRZADEH M, ARIANEJAD M R, KHEDMAT L. Antioxidant, antiradical, and antimicrobial activities of polysaccharides obtained by microwave-assisted extraction method: A review[J]. Carbohydrate Polymers, 2020, 229: 115421.

［42］ WANG Jingyi, HAO Jiahui, WANG Jie, et al. Preparation of functional food with enhanced antioxidant properties by adding *Aronia melanocarpa* polyphenol honey[J]. Foods, 2024, 13(23): 3852.