晏武, 黄冬成, 戈丹, 等. 枳椇果梗皂苷提取工艺优化及抗氧化活性分析 [J]. 食品工业科技, 2026, 47(18): 243−252. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025100130

YAN Wu, HUANG Dongcheng, GE Dan, et al. Extraction Optimization and Antioxidant Activity of Saponins from *Hovenia dulcis* Pedicels[J]. Science and Technology of Food Industry, 2026, 47(18): 243−252. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025100130

· 工艺创新与智能制造 ·

枳椇果梗皂苷提取工艺优化及抗氧化活性分析

晏　武[1], 黄冬成[2], 戈　丹[1], 李成林[3], 米圣成[4], 熊香红[1], 路　祺[3,*]

（1.东北林业大学生命科学学院, 黑龙江哈尔滨 150040;
2.黑龙江大三源乳品机械有限公司, 黑龙江哈尔滨 150040;
3.东北林业大学化学化工与资源利用学院, 黑龙江哈尔滨 150040;
4.东北林业大学林学院, 黑龙江哈尔滨 150040）

摘　要: 为提高枳椇果梗的资源化利用率，本研究旨在优化其皂苷提取工艺并评价其抗氧化活性。采用匀浆辅助超声法提取枳椇果梗皂苷（*Hovenia dulcis* pedicel saponins，HDPS），在单因素实验基础上，利用响应面法优化提取工艺参数，并采用 D101 大孔树脂对粗提物进行纯化。通过傅里叶变换红外光谱（FT-IR）和超高效液相色谱-串联质谱（UPLC-MS/MS）对纯化产物进行结构表征与成分鉴定，最后通过体外抗氧化模型验证 HDPS 对 DPPH·、$ABTS^{+}$·、羟自由基清除率及铁还原力。结果表明，最佳提取工艺条件为：乙醇浓度 49%、液料比 30∶1 mL/g、匀浆超声时间 21 min、超声功率 400 W、匀浆功率 500 W，在此条件下 HDPS 得率为 4.41%±0.13%。经 D101 大孔树脂纯化后，HDPS 纯度由 34.37% 显著提高至 67.12%。UPLC-MS/MS 分析表明 HDPS 主要含有棘孢苷 B、酸枣仁皂苷、拐枣皂苷 B 等皂苷类成分。体外抗氧化实验显示，HDPS 对 DPPH·、$ABTS^{+}$·和羟自由基具有显著的清除能力，其 IC_{50} 值分别为 165.3、56.2 和 168.7 μg/mL，同时具有一定的铁还原力。本研究为枳椇果梗的综合开发利用及其在功能性食品领域的应用提供了理论依据和技术支持。

关键词: 匀浆辅助超声提取, 枳椇果梗, 皂苷, 工艺优化, 成分鉴定, 抗氧化活性

中图分类号: TS202.1　　**文献标识码:** A　　**文章编号:** 1002−0306(2026)18−0243−10

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2025100130

本文网刊:

Extraction Optimization and Antioxidant Activity of Saponins from *Hovenia dulcis* Pedicels

YAN Wu[1], HUANG Dongcheng[2], GE Dan[1], LI Chenglin[3], MI Shengcheng[4], XIONG Xianghong[1], LU Qi[3,*]

（1.College of Life Sciences, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China;
2.Heilongjiang Dasanyuan Dairy Machinery Co., Ltd., Harbin 150040, China;
3.College of Chemistry, Chemical Engineering and Resource Utilization, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China;
4.College of Forestry, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China）

Abstract: In order to improve the resource utilization rate of *Hovenia dulcis* pedicels (HDPS), the purpose of this study was to optimize the extraction process of saponins and evaluate their antioxidant activity. HDPS was extracted by the homogenization-assisted ultrasonic extraction. On the basis of a single-factor experiment, the extraction process parameters were optimized by the response surface methodology, and the crude extract was purified by D101 macroporous resin. The struc-

收稿日期: 2025−10−16

基金项目: 中央高校项目（2572023CT12）。

作者简介: 晏武（1997−）, 男, 硕士研究生, 研究方向: 食品加工与安全, E-mail: 19184369321@163.com。

*** 通信作者:** 路祺（1974−）, 男, 博士, 副教授, 研究方向: 药食两用植物活性成分提取分离与应用, E-mail: luqi42700473@126.com。

ture and composition of the purified product were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) and ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). Finally, the DPPH·, $ABTS^{+}$·, ·OH, and the ferric reducing power of HDPS were verified by an *in vitro* antioxidant model. The results showed that the optimum extraction conditions were as follows: Ethanol concentration 49%, liquid-to-solid ratio 30∶1 mL/g, homogenization ultrasonic time 21 min, ultrasonic power 400 W, homogenization power 500 W. Under these conditions, the yield of HDPS was 4.41%±0.13%. After purification by D101 macroporous resin, the purity of HDPS was significantly increased from 34.37% to 67.12%. UPLC-MS/MS analysis showed that HDPS mainly contained saponins such as echinacoside B, jujuboside B, and so on. *In vitro* antioxidant experiments showed that HDPS had significant scavenging ability to DPPH·, $ABTS^{+}$·, and ·OH radicals, and its IC_{50} values were 165.3, 56.2, and 168.7 μg/mL, respectively, and had a certain iron reducing power. This study provides a theoretical basis and technical support for the comprehensive development and utilization of *Hovenia dulcis* fruit stem and its application in the field of functional food.

Key words: homogenization-assisted ultrasonic extraction; *Hovenia dulcis* pedicel; saponin; process optimization; component identification; antioxidant activity

枳椇(*Hovenia dulcis*)俗称拐枣,是鼠李科(Rhamnaceae)的一种落叶乔木。其成熟种子枳椇子作为传统中药材,性甘、酸,味平,具有止呕、解酒保肝、止渴除烦等功效,并于 2002 年被列入“既是食品又是药品”的名录[1−2]。现代药理学研究进一步揭示,枳椇子提取物展现出显著的抗氧化、抗炎、降血糖及保肝等多种生物活性[3]。然而,占枳椇果实鲜重约 90% 的肥厚果梗,在加工过程中常作为副产物被废弃,其资源化利用率极低,造成了巨大的资源浪费[4−5]。

皂苷类成分是植物中重要的生物活性物质之一[6],研究表明其具有抗氧化、抗肿瘤、肝保护及免疫调节等多种药理作用[7−8]。目前,针对枳椇果梗的开发多集中于多糖与黄酮类成分,而对其皂苷类成分(*Hovenia dulcis* pedicel saponins, HDPS)的系统研究处于起步阶段。现有关于 HDPS 的提取方法主要以热回流、浸渍等传统方法为主[9]。这些方法应用于 HDPS 提取时,存在溶剂消耗大、提取时间长、操作温度高等问题,可能导致热敏性皂苷结构的降解与生物活性的损失[10]。为克服传统提取法的局限性,超声、微波、匀浆等新型辅助提取技术因高效、快速及利于保护活性成分而受到广泛关注[11]。超声提取利用空化效应破坏细胞壁,促进溶出[12];匀浆提取则通过高速剪切实现物料瞬时破碎[13]。利用匀浆的强力机械破碎与超声的空化、振动效应相结合的匀浆辅助超声法,有望实现 HDPS 的高效、低温、快速提取。大孔树脂纯化技术因其操作简便、吸附容量大、可再生性强等优点,已广泛应用于天然皂苷的分离纯化中[14]。D101 型大孔树脂作为一种非极性吸附剂,对皂苷类成分具有优良的选择性吸附能力,已在人参[15]、三七[16] 等多种药用植物皂苷的纯化中表现出良好的效果。

本研究通过单因素实验与响应面法优化匀浆辅助超声提取 HDPS 工艺条件,进而利用大孔树脂对最优工艺下的粗提物进行纯化,并通过傅里叶变换红外光谱(FT-IR)与超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)对纯化产物进行结构表征与组成鉴定;最后,通过体外抗氧化模型综合评价 HDPS 的自由基清除能力与铁还原能力。本研究旨在为枳椇果梗资源的深度开发提供新的技术路径与坚实的科学依据,推动其在高附加值天然抗氧化剂与功能性食品原料领域的应用。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

枳椇果梗　采自贵州省遵义市;齐墩果酸(纯度≥98%)、溴化钾　上海源叶生物科技有限公司;香草醛(纯度≥98%)　上海阿拉丁生化科技股份有限公司;无水乙醇　天津市致远化学试剂有限公司;浓硫酸　天津市鑫源化工有限公司;磷酸氢二钠、磷酸二氢钠　天津市天力化学试剂有限公司;硫酸亚铁、铁氰化钾、三氯化铁　天津市大茂化学试剂厂;1,1-二苯基-2-苦基肼(DPPH)　上海如吉生物科技有限公司;氯化亚铁　天津百伦斯生物技术有限公司;三氯乙酸　天津市凯通化学试剂有限公司;抗坏血酸(V_C)、2,2-联氮双(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸)二铵盐(ABTS)　美国 Sigma 公司;以上所用试剂均为分析纯;实验用水为实验室自制蒸馏水。

KQ-500DM 超声波清洗器　深圳市洁奉超声洗净设备有限公司;FSH-2A 高速匀浆机　常州恒隆仪器有限公司;Infinite M200 PRO 多功能酶标仪　瑞士 Tecan 公司;HCJ-6C 磁力搅拌水浴锅　常州恩培仪器制造有限公司;22R 高速离心机　德国 Thermo Fisher Scientific 公司;RE-2000B旋转蒸发器　上海一科仪器有限公司;BSA124S 型电子天平　德国 Sartorius 公司;Frontier 型傅里叶变换红外光谱仪　美国 PerkinElmer 公司;UV-2600 紫外-可见分光光度计　日本 Shimadzu 公司;7890A-5975C 型气相色谱-质谱联用仪　美国 Agilent Technologies 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 匀浆辅助超声法提取工艺　参考范昌文等[17]的方法并稍作修改。准确称取 20.0 g 粉碎后的枳椇果梗,按一定液料比加入不同浓度的乙醇溶液,在预

定的超声功率和匀浆功率下提取一定时间，提取结束后，混合液于 8000 r/min 离心 15 min，收集上清液，经旋转蒸发（40 ℃）浓缩后，冷冻干燥，得 HDPS 粗提物冻干粉，置于−20 ℃ 保存备用。

1.2.2　单因素实验　在预实验结果基础上，设定基础提取条件为：乙醇浓度 60%、液料比 30∶1 mL/g、匀浆超声时间 20 min、超声功率 300 W、匀浆功率 400 W。采用单因素控制变量法，分别考察乙醇浓度（40%、50%、60%、70%、80%）、液料比（10∶1、20∶1、30∶1、40∶1、50∶1 mL/g）、匀浆超声时间（10、15、20、25、30 min）、超声功率（100、200、300、400、500 W）及匀浆功率（200、300、400、500、600 W）对 HDPS 得率的影响。

1.2.3　响应面优化试验　根据 Box-Behnken 中心组合试验设计原理，在单因素实验结果基础上，固定对 HDPS 得率影响不显著的液料比和匀浆功率，选取对 HDPS 得率影响最为显著的三个因素：乙醇浓度（A）、匀浆超声时间（B）和超声功率（C）进行三因素三水平的响应面分析，实验总共设计 17 个实验点，其中包括 5 个中心点用来验证实验误差，因素与水平设计见表 1。

表 1　响应面试验因素与水平

Table 1　Factors and levels of response surface methodology experiments

水平	因素		
	A: 乙醇浓度（%）	B: 匀浆超声时间（min）	C: 超声功率（W）
−1	40	15	300
0	50	20	400
1	60	25	500

1.2.4　皂苷得率测定　HDPS 得率测定参考 LI 等[18] 的方法并稍作修改。配制质量浓度为 1 mg/mL 的齐墩果酸标准溶液，分别吸取齐墩果酸标准溶液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 于试管中，再以无水乙醇补齐至 1 mL，然后依次在各试管中加入 0.5 mL 香草醛-乙醇溶液（质量分数 8%）和 5 mL 的硫酸（体积分数 72%），混匀后于 60 ℃ 水浴 10 min，冰水浴冷却 15 min，用紫外-可见分光光度计在 544 nm 波长处测定吸光度。以齐墩果酸的质量浓度为横轴，相应的吸光度为纵轴，绘制齐墩果酸标准曲线，得到回归方程：y=2.9624x+0.0911（R^2=0.9979）。

参照上述方法，在波长为 544 nm 处测定 HDPS 溶液的吸光度，根据标准曲线计算 HDPS 质量浓度，按式（1）计算 HDPS 得率。

$$Y = \frac{\rho \times V \times N}{m} \qquad 式（1）$$

式中：Y 为 HDPS 得率，%；ρ 为由标准曲线计算得到的 HDPS 质量浓度，mg/mL；N 为稀释倍数；V 为样品溶液体积，mL；m 为样品干质量，mg。

1.2.5　D101 型大孔树脂纯化实验　参考 BAHRAMI 等[19] 的研究方法并加以改进，D101 大孔树脂使用前预处理：将树脂置于 95% 乙醇浸泡 24 h 至充分溶胀，蒸馏水洗至无醇味；随后用 5% HCl 溶液和 5% NaOH 溶液各动态淋洗 4 h，以去除杂质；最后用蒸馏水洗至中性。D101 湿法装柱后，固定初始上样流速为 2.0 mL/min、HDPS 上样浓度为 2.0 mg/mL，探究上样流速（0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL/min）和 HDPS 上样浓度（0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mg/mL）对 D101 大孔树脂吸附效果的影响；按照优选的吸附条件进行吸附后，固定初始洗脱乙醇浓度为 60%、洗脱流速 2.0 mL/min，探究洗脱乙醇浓度（30%、40%、50%、60%、70%、80%）和洗脱流速（0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL/min）对洗脱效果的影响。在最佳吸附、解吸条件下进行纯化，收集纯化后的 HDPS，经浓缩、干燥后即得纯化后 HDPS。

1.2.6　扫描显微镜（SEM）分析　为了比较匀浆、超声和匀浆超声法对枳椇果梗形态结构的影响，采用扫描电子显微镜（SEM）对样品进行了观察。在进行 SEM 分析之前，所有测试样品均被固定在胶带上，并涂上一层薄薄的金属膜，以防止在成像过程中产生放电现象。涂层采用溅射法进行处理。所有样品均在高真空条件下进行扫描，电压范围设置为 0.2 至 30 kV，放大倍数为 400 倍[20]。

1.2.7　红外光谱（FT-IR）分析　准确称取提前干燥好的溴化钾 200 mg，分别与纯化前后 HDPS 样品粉末 2.0 mg 混合，放入研钵快速混合并研磨至均匀粉末。将混合物放入压片模具中压制成透明压片，置于样品室内，使用溴化钾薄片作为背景，在 500~4000 cm^{-1} 范围内对样品进行扫描测定[21]。最后，使用 Origin 2022 绘图软件进行数据绘制。

1.2.8　UPLC-MS/MS 成分分析　采用 UPLC-MS/MS 对纯化后 HDPS 进行鉴定分析。参考 WU 等[22] 的研究方法并略作修改，色谱条件为 Thermo Hyperil Gold C_{18} 色谱柱（1.9 μm×100 mm×2.1 mm），流动相 A：乙腈-水（乙腈:水体积比为 5∶95），流动相 B：0.2% 磷酸水溶液，梯度洗脱（0~1 min 时为 98∶2，9~12 min 时为 2∶98，13~15 min 时为 98∶2），流速为 0.35 mL/min，进样量为 3 μL，柱温 35 ℃。质谱条件为电喷雾离子源（ESI），正负离子模式，质量扫描范围 m/z 80~1200；喷雾电压为 3.5 kV；毛细管和辅助气体加热器温度为 320 ℃，辅助气体流速为 10 mL/min，鞘气流速为 40 mL/min。MS 分辨率为 70000 FWHM，ddMS2 分辨率为 70000 FWHM，碰撞能量（NCE）为 20/40/60 V，分离窗口为 1.2 m/z。通过对比一级质谱精确质荷比与二级质谱碎片离子信息，所得数据与 MoNA 数据库进行比对，初步鉴定纯化后 HDPS 的组成。

1.2.9　体外抗氧化活性测定

1.2.9.1　DPPH·清除能力的测定　参考 LIU 等[23] 的

研究方法并加以改进。取适量纯化前后 HDPS 样品，配制成不同质量浓度（50、100、200、400、800 μg/mL）的样品溶液。将纯化前后样品溶液分别与现配的 DPPH 溶液（0.04 mg/mL）以体积比 1∶1 混合，在室温下反应 30 min，相同条件下，以无水乙醇作为空白对照、V_C 作为阳性对照，用酶标仪测量在 517 nm 波长处各组的吸光值，平行测定 3 次，DPPH·清除率计算公式见式（2）。

$$I(\%)=\frac{A_0-A_1+A_2}{A_0}\times 100 \qquad 式（2）$$

式中：I 为 HDPS 对 DPPH·清除率，%；A_0 为无水乙醇与 DPPH·吸光度；A_1 为 HDPS 与 DPPH·的吸光度；A_2 为无水乙醇与 HDPS 的吸光度。

1.2.9.2 $ABTS^+$·清除能力的测定 参考文献 [24−25] 研究方法并进行改进。取适量纯化前后 HDPS 样品，配制成不同质量浓度（50、100、200、400、800 μg/mL）的样品溶液。取 ABTS 母液，用无水乙醇稀释至 734 nm 处吸光度为 0.700±0.02 的淡绿色 $ABTS^+$· 工作液备用。将 $ABTS^+$·工作液按体积比 1∶1 分别加入纯化前后 HDPS 溶液，混合后于避光条件下反应 30 min。相同条件下，以无水乙醇作为空白对照、V_C 作为阳性对照，用酶标仪测量在 734 nm 波长处各组的吸光值，平行测定 3 次，$ABTS^+$·清除率计算公式见式（3）。

$$I(\%)=\frac{A_0-A_1+A_2}{A_0}\times 100 \qquad 式（3）$$

式中：I 为 HDPS 对 $ABTS^+$·清除率，%；A_0 为无水乙醇与 $ABTS^+$·的吸光度；A_1 为 HDPS 与 $ABTS^+$· 的吸光度；A_2 为无水乙醇与 HDPS 的吸光度。

1.2.9.3 羟基自由基清除能力的测定 参考 LI 等[26] 的研究方法并进行改进，取适量纯化前后 HDPS 样品，配制成不同质量浓度（50、100、200、400、800 μg/mL）的样品溶液。将纯化前后样品溶液分别与 $FeSO_4$ 溶液（6 mmol/L）以体积比 1∶1 混合均匀，然后加入相同体积的 H_2O_2 溶液（6 mmol/L），避光反应 10 min 后，再加入相同体积的水杨酸溶液（6 mmol/L），37 ℃ 水浴反应 30 min。相同条件下，以无水乙醇作为空白对照、V_C 作为阳性对照，用酶标仪测量在 510 nm 波长处各组的吸光值，平行测定 3 次，羟基自由基清除率计算公式见式（4）。

$$I(\%)=\frac{A_0-A_1+A_2}{A_0}\times 100 \qquad 式（4）$$

式中：I 为 HDPS 对羟基自由基的清除率，%；A_0 为无水乙醇与羟基自由基的吸光度；A_1 为 HDPS 与羟基自由基的吸光度；A_2 为无水乙醇与 HDPS 的吸光度。

1.2.9.4 铁还原力的测定 参考潘林菊等[27] 的研究方法并进行改进，1% 铁氰化钾配制：1 g 的铁氰化钾用去离子水定容到 100 mL。1% 三氯乙酸配制：1 g 的三氯乙酸用去离子水定容到 100 mL。0.1% 三氯化铁配制：0.1 g 的三氯化铁用去离子水定容到 100 mL。取适量纯化前后 HDPS 样品，配制成不同质量浓度（50、100、200、400、800 μg/mL）的样品溶液，加入 2.5 mL PBS，充分振荡混匀，再加入 1% 铁氰化钾溶液 2.5 mL，水浴 50 ℃ 反应 20 min，再加入 1% 三氯乙酸溶液 2.5 mL，离心 10 min 取上清液 2.5 mL 加 2.5 mL 的去离子水再加入 0.5 mL 0.1% 的三氯化铁溶液，以无水乙醇作为空白对照、V_C 作为阳性对照，反应后在 700 nm 处测吸光值，平行测定 3 次，吸光值越高证明还原能力越强。

1.3 数据处理

使用 Design-Expert 13 软件进行响应面试验设计与数据分析。采用 SPSS 23 软件进行单因素方差分析（ANOVA），$P<0.05$ 认为差异具有统计学意义。所有实验均独立重复三次，数据以平均值±标准差表示。图表绘制使用 Origin 2022 软件。

2 结果与分析

2.1 单因素结果分析

通过单因素实验考察了乙醇浓度、液料比、匀浆超声时间、超声功率及匀浆功率对 HDPS 得率的影响，结果如图 1 所示。不同的乙醇浓度对 HDPS 得率的影响如图 1A 所示，HDPS 得率随乙醇浓度的升高呈现先增后降的趋势，在乙醇浓度为 50% 时 HDPS 得率达到峰值 4.37%。这是由于乙醇浓度不同导致溶剂极性不同，根据“相似相溶”原理，50% 乙醇的极性与 HDPS 的疏水-亲水平衡最为匹配，有利于溶出[28]。当乙醇浓度超过 50% 后，部分极性皂苷溶出受阻，从而 HDPS 得率降低。因此，选择 50% 的乙醇溶液进行后续实验。

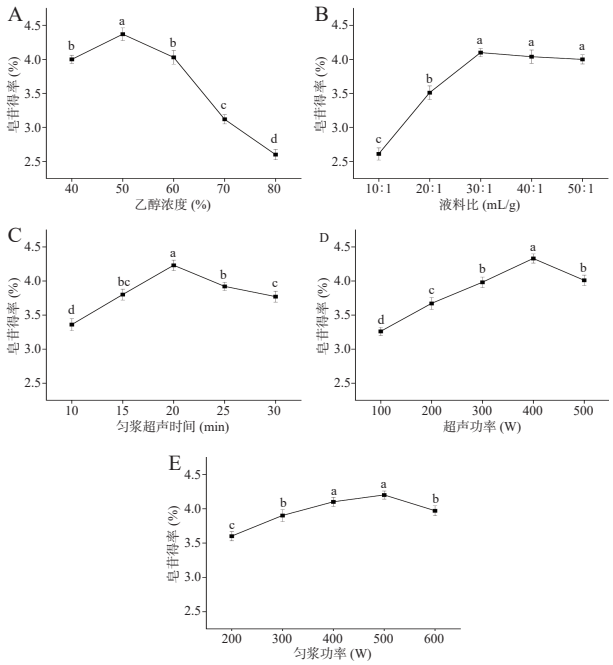


图 1 不同因素对 HDPS 得率的影响

Fig.1 Effects of different factors on the yield of HDPS

注：不同字母表示有显著性差异（$P<0.05$），图 7 同。

不同的液料比对 HDPS 得率的影响如图 1B 所示。液料比从 10∶1 mL/g 增加到 30∶1 mL/g，HDPS 得率从 2.61% 增加到 4.10%。这是因为适当增加液料比能增加原料与溶剂的接触，有利于活性成分溶出及其在溶剂中扩散[29]；而液料比超过 30∶1 mL/g 后，得率略有下降，这是由于超声能量在过厚液层中衰减，空化效应减弱所致[30]。同时，过大的液料比也增加后续溶剂浓缩的能耗成本。因此，选择 30∶1 mL/g 的液料比进行后续实验。

不同的匀浆超声时间对 HDPS 得率的影响如图 1C 所示。随着匀浆超声时间的延长，HDPS 得率呈现先增后降的趋势，在匀浆超声时间为 20 min 时达到峰值，进一步延长至 30 min 则得率显著下降。这是由于初期延长处理时间有助于增强空化与机械剪切作用，促进细胞破裂与皂苷释放[31]。然而，过长的处理时间导致温度升高，引发皂苷的氧化降解，从而降低得率[32]。因此，选择 20 min 的匀浆超声时间进行后续实验。

不同的超声功率对 HDPS 得率的影响如图 1D 所示。随着超声功率的增加，HDPS 得率呈现先增后降的趋势，超声功率在 400 W 时 HDPS 得率最高，超过该值后 HDPS 得率下降。这是由于适当提高超声功率可增强空化强度与机械振动，促进细胞壁破裂与内容物释放[33]。然而，过高超声功率会导致局部过热与剧烈剪切，引起皂苷分子断裂、糖基水解或空间构象改变[34]。因此，选择 400 W 的超声功率进行后续实验。

不同的匀浆功率对 HDPS 得率的影响如图 1E 所示。随着匀浆功率的增加，HDPS 得率呈现先增后降的趋势，匀浆功率在 500 W 时 HDPS 得率最高，超过该值后 HDPS 得率下降。这是由于适度匀浆功率可增强机械剪切力，有效破坏细胞壁结构，促进皂苷释放。然而，匀浆功率过高会导致提取系统温度升高，引发皂苷氧化降解，同时高速剪切也可能导致皂苷与其他成分发生非特异性结合，降低其可提取性[35]。因此，选择 500 W 的匀浆功率进行后续实验。

2.2　响应面优化试验

基于单因素实验结果，筛选出乙醇浓度(A)、匀浆超声时间(B)及超声功率(C)作为自变量，以 HDPS 得率为响应值，采用 Box-Behnken 进行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 HDPS 得率的影响。通过建立二次多项式回归方程解析最优提取参数组合，具体试验参数设置和结果见表 2。

利用 Design Expert13 软件，对表 2 中的数据进行回归拟合，得到以 HDPS 得率为响应值的回归方程为：$Y=4.38-0.0325A+0.0450B+0.0350C+0.0125AB-0.0275AC+0.0475BC-0.1893A^2-0.1693B^2-0.1642C^2$。如表 3 所示，响应面回归模型 $P<0.0001$，达到极显著水平，失拟项 $P=0.2337>0.05$，不显著，表明该回归模型拟合程度良好。方程的决定系数 $R^2=0.9950$，矫正后 $R^2_{adj}=0.9885$，表明该模型能准确地反映出乙醇浓度、匀浆超声时间和超声功率对 HDPS 得率的影响，可用于分析和预测 HDPS 的提取工艺。由 F 值可知三个因素对 HDPS 得率的影响程度由高到低依次为匀浆超声时间(B)、超声功率(C)、乙醇浓度(A)。

表 2　响应面试验设计与结果

Table 2　Response surface test design and results

实验号	A	B	C	Y(%)
1	40	20	300	4.00
2	60	20	300	3.98
3	50	20	400	4.35
4	50	20	400	4.39
5	40	15	400	3.97
6	60	20	500	3.94
7	40	20	500	4.08
8	50	15	500	3.94
9	50	25	300	3.99
10	50	20	400	4.37
11	50	15	300	4.02
12	50	25	500	4.11
13	50	20	500	4.37
14	60	15	400	3.92
15	40	25	400	4.09
16	50	20	400	4.38
17	60	25	400	4.06

表 3　回归模型方差分析结果

Table 3　Variance analysis results of regression model

方差来源	平方和	自由度	方差	F值	P值	显著性
模型	0.4772	9	0.0530	153.36	<0.0001	**
A	0.0084	1	0.0084	24.44	0.0017	**
B	0.0162	1	0.0162	46.86	0.0002	**
C	0.0098	1	0.0098	28.35	0.0011	**
AB	0.0006	1	0.0006	1.81	0.2207	
AC	0.0030	1	0.0030	8.75	0.0212	*
BC	0.0090	1	0.0090	26.11	0.0014	**
A^2	0.1508	1	0.1508	436.21	<0.0001	**
B^2	0.1206	1	0.1206	348.88	<0.0001	**
C^2	0.1136	1	0.1136	328.57	<0.0001	**
残差	0.0024	7	0.0003			
失拟项	0.0015	3	0.0005	2.17	0.2337	
误差项	0.0009	4	0.0002			
总和	0.4796	16				
$R^2_{adj}=0.9885$, $R^2=0.9950$, $R^2_{pred}=0.9470$						

注：**表示差异极显著($P<0.01$)；*表示差异显著($P<0.05$)。

响应曲面坡度及等高线形状可确定两个因素交互作用对 HDPS 得率的影响程度，响应曲面的坡度越陡峭、等高线越密集，说明研究因素对 HDPS 得率的影响越大，越接近于圆，交互作用越小。如图 2 所示，因素 AC、BC 曲面坡度较陡峭，等高线呈椭圆形，说明 AC、BC 具有显著交互作用，AB 两因素间的等高线图接近于圆，说明它们之间交互作用弱。与表 3 中方差分析结果一致。

2.3　最佳工艺验证

根据 Design-Expert 13 对二次模型的拟合与预

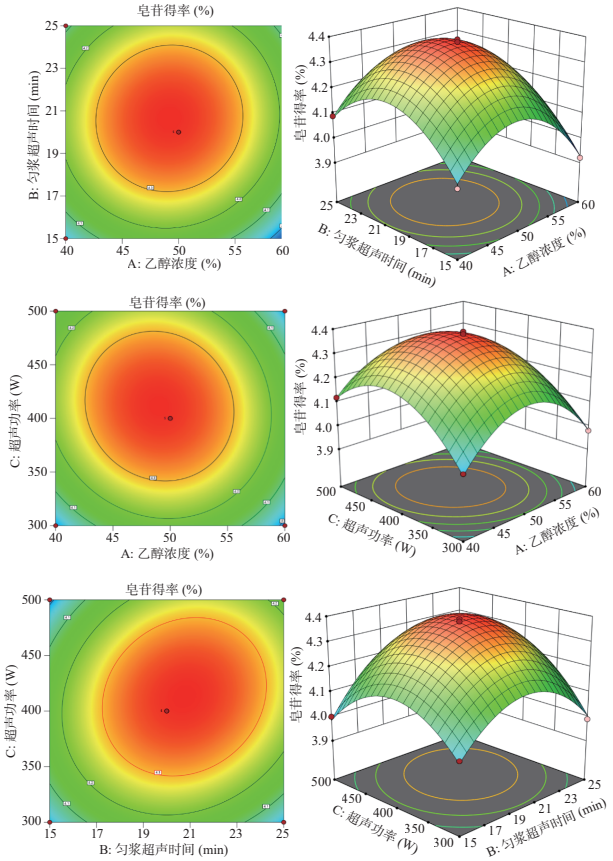


图 2　不同因素交互作用对 HDPS 得率的影响

Fig.2　Effect of interaction of different factors on the yield of HDPS

测，匀浆辅助超声提取 HDPS 的理论最优条件为：乙醇浓度 49.09%、液料比 30∶1 mL/g、匀浆超声时间 20.75 min、超声功率 413.56 W、匀浆功率 400 W。为保证操作可行性，将工艺参数分别调整为 49% 乙醇、30∶1 mL/g 液料比、21 min 匀浆超声时间、400 W 超声功率以及 500 W 匀浆功率。按照该优化工艺进行 3 次重复实验，所得 HDPS 的平均得率为 4.41%±0.13%，与模型预测值 4.47% 相近，说明该工艺具有良好的可靠性与稳定性。

2.4　纯度分析

用 D101 大孔树脂对所得 HDPS 粗提液进行纯化，实验结果如图 3 所示，HDPS 的最佳纯化条件为上样浓度为 2 mg/mL、洗脱乙醇浓度为 50%，综合考虑吸附、解析效果与效率，选择上样和洗脱流速均为 1.5 mL/min。在得到的最佳纯化条件下，HDPS 的纯度由 34.37% 提升至 67.12%，证明 D101 大孔树脂对 HDPS 具有良好富集能力，从而为后续抗氧化活性分析提供了更高纯度的样品。

2.5　扫描显微镜结果分析

通过扫描电镜观察提取前后样品的微观结构变化如图 4 所示。图 4A 为未经处理的枳椇果梗，呈现不规则的块状和片层状结构，表面粗糙。图 4B 为超声提取后的残渣，表面褶皱且布满孔洞，形成复杂的网络结构，具有蓬松和高比表面积的特征。图 4C

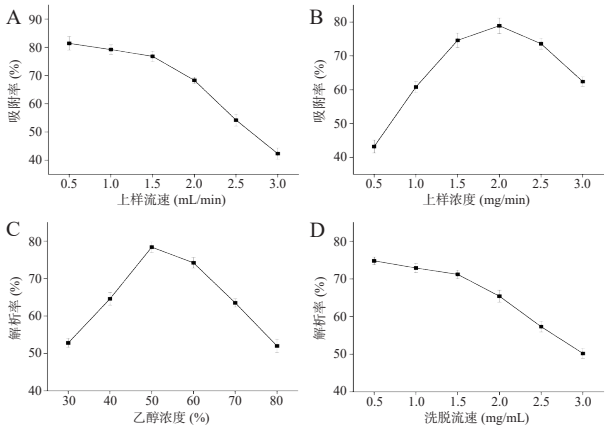


图 3　不同上样条件和洗脱条件对 HDPS 吸附及解吸的影响

Fig.3　Effects of different loading conditions and elution conditions on the adsorption and desorption of HDPS were investigated

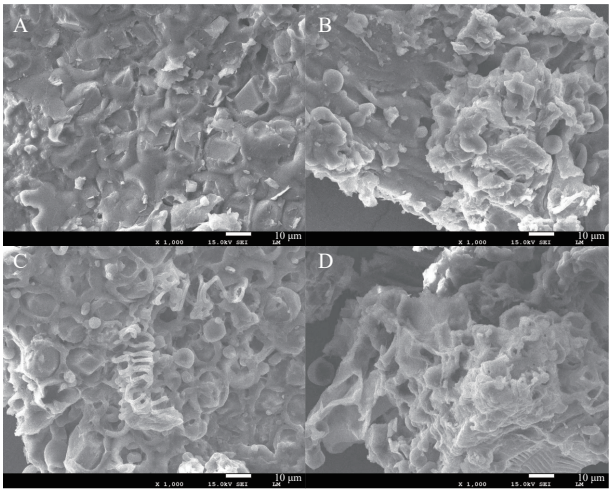


图 4　枳椇果梗原料（A）、超声提取（B）、匀浆提取（C）和匀浆辅助超声提取后的枳椇果梗剩余物（D）的扫描电镜

Fig.4　Scanning electron microscopy of the raw material of *Hovenia dulcis* peduncle (A), ultrasound extraction (B), homogenization extraction (C), and residual material after homogenization-assisted ultrasound extraction (D)

为匀浆提取后的残渣，表现为密集的颗粒状结构。图 4D 为匀浆辅助超声提取后的残渣，表现为疏松、破碎的海绵状或网状结构，相较于匀浆和超声单独处理的样品，孔隙更多更大，结构破坏更加严重。结果表明匀浆与超声协同作用有效促进了皂苷的释放，增强了提取效率[36−37]。因此，匀浆辅助超声可更有效促进皂苷的释放，提高 HDPS 得率。

2.6　红外光谱分析

图 5 为纯化前后 HDPS 的红外光谱图。如图 5 所示，纯化后 HDPS 在多个皂苷特征吸收谱带处的信号均显著增强，表明皂苷类成分被有效富集。具体来看：3358 cm^{-1} 附近的宽强吸收峰归属于皂苷结构中糖基和苷元上的 O-H 伸缩振动[38]；1614 cm^{-1} 处的吸收峰则与苷元羧基(-COOH)的不对称伸缩振动有关[39]；在 1033 cm^{-1} 附近出现的强吸收峰，是皂苷糖链中 C-O-C 键伸缩振动的典型特征[40]，这是识别皂苷类化合物的关键谱带之一。此外，1446 cm^{-1}

和 1342 cm^{-1} 处的吸收峰源于烷基的 C-H 弯曲振动，而 830 cm^{-1} 处的吸收峰则可能由苷元芳香环上的 C-H 面外弯曲振动产生[41]。上述特征峰，尤其是 1033 cm^{-1} 处的糖基信号以及 1614 cm^{-1} 处的羧基信号在纯化后的明显增强，为 HDPS 中富含皂苷类成分提供了初步的 FT-IR 证据。

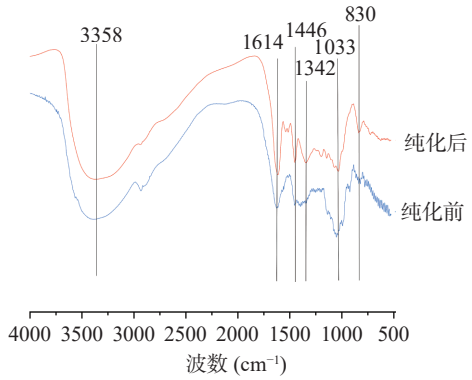


图 5　纯化前后 HDPS 的红外光谱图

Fig.5　Infrared spectra of HDPS before and after purification

2.7　液质分析

为了精确鉴定 HDPS 的化学组成，使用 LC-HRMS 对 HDPS 样品的成分进行定性分析，总离子色谱图如图 6 所示。通过一级质谱及数据库比对，从 HDPS 中初步推断出 10 个主要成分，结果列于表 4。这些成分包括棘孢苷 B、酸枣仁皂苷、拐枣皂苷 B、人参皂苷 F1、重楼皂苷Ⅶ和早莲苷 D 6 个可能含有的皂苷类化合物，以及麦珠子酸、苜蓿酸、皂皮酸和地榆皂苷元 4 个可能含有的三萜苷元。此项 UPLC-MS/MS 分析结果与红外光谱中观察到的羧基特征峰 1614 cm^{-1} 与鉴定出的多个三萜苷元及其皂苷结构中的羧基官能团相符；而显著的糖基 C-O-C 伸缩振动峰 1033 cm^{-1} 则对应上述皂苷化合物分子中的寡糖链结构。成分分析表明，HDPS 主要含有结构多样的皂苷及其苷元，与 Peng 等[42] 关于枳椇果梗强抗氧化活性可能源于极性成分的报道相吻合，也为后续 HDPS 抗氧化活性研究提供了合理的物质基础。

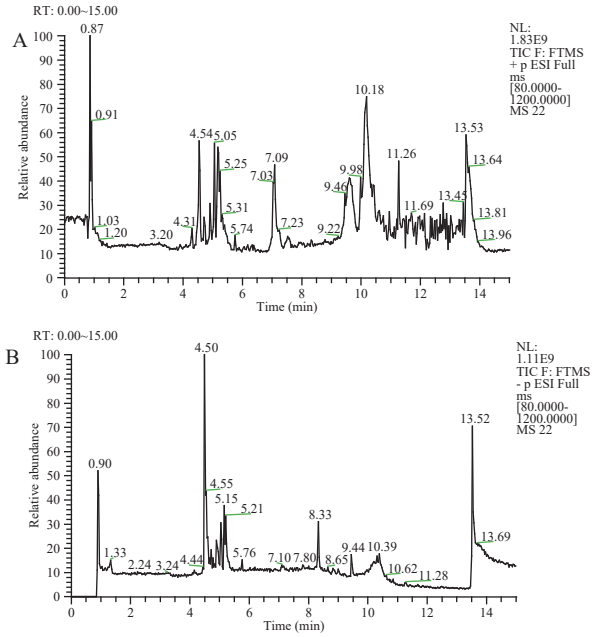


图 6　HDPS 正(A)、负(B)离子模式下总离子流图(TIC)

Fig.6　Total ion chromatograms (TIC) of HDPS in positive (A) and negative (B) ion modes

2.8　体外抗氧化活性

DPPH 自由基是一种稳定自由基，遇到具有供氢能力的化合物时会被清除，因而常用于评价天然产物的自由基清除能力[43]。HDPS 对 DPPH 自由基的清除率如图 7A 所示，在实验浓度范围内，随着浓度的不断增加，枳椇果梗皂苷对 DPPH 自由基的清除能力随着浓度增大而逐渐加强。在浓度 50~800 μg/mL 范围内，枳椇果梗皂苷对 DPPH 自由基清除率均有显著性差异（P<0.05），在 800 μg/mL 浓度时，清除率已接近同等浓度的阳性对照 V_C，其 IC_{50} 值为 165.3 μg/mL。由此可见，枳椇果梗皂苷对 DPPH 自由基具有一定的清除作用。

ABTS$^+$·法是一种使用非常广泛的检测天然产物抗氧化活性的方法[44]。HDPS 对 ABTS$^+$自由基清除率测定结果如图 7B 所示，在实验浓度范围内，HDPS 对 ABTS$^+$自由基的清除能力随着浓度增大而逐渐加强。在浓度 50~400 μg/mL 范围内，HDPS 对

表 4　通过 UPLC-MS/MS 分析鉴定的 HDPS 主要成分

Table 4　Main triterpenoids and saponins identified from HDPS by UPLC–MS/MS

序号	名称	分子式	RT(min)	m/z预测值	m/z实际值	误差值(ppm)	峰面积
1	棘孢苷B	$C_{50}H_{80}O_{21}$	3.9	1015.51193	1015.51068	−1.23	17466
2	酸枣仁皂苷	$C_{52}H_{84}O_{21}$	5.77	1043.54323	1043.54431	1.04	72348
3	拐枣皂苷B	$C_{54}H_{88}O_{23}$	3.37	1134.5646	1134.5663	1.50	54896
4	麦珠子酸	$C_{30}H_{48}O_4$	8.28	471.34798	471.34903	2.23	166360
5	人参皂苷F1	$C_{36}H_{62}O_9$	7.72	637.4321	637.43211	1.73	210089
6	苜蓿酸	$C_{30}H_{46}O_6$	6.57	501.32216	501.32266	1.18	813075
7	皂皮酸	$C_{30}H_{46}O_5$	7.9	485.32724	485.32834	2.27	1883502
8	重楼皂苷Ⅶ	$C_{51}H_{82}O_{21}$	3.34	1029.52758	1029.52625	−1.29	249140
9	地榆皂苷元	$C_{30}H_{46}O_3$	9.78	453.33741	453.33847	2.24	232010
10	早莲苷D	$C_{36}H_{58}O_9$	8.55	634.40863	634.40936	1.51	1725115

$ABTS^+$自由基清除率均有显著性差异($P<0.05$),其 IC_{50} 值为 56.2 μg/mL。由此可见,枳椇果梗皂苷对 $ABTS^+$自由基具有一定的清除作用。

人体内过量的羟基自由基会引发多种健康问题,如疲劳加速、机体老化、细胞突变及动脉硬化等,严重威胁人体健康[45]。羟基自由基清除率测定结果如图 7C 所示,HDPS 浓度从 50~400 μg/mL 过程中,其对自由基清除率均有显著性差异($P<0.05$),其 IC_{50} 值为 168.7 μg/mL,表现出枳椇果梗皂苷对羟自由基有一定程度的清除作用。该结果与 DPPH 实验趋势一致,共同验证了 HDPS 的抗氧化能力。

铁还原力(FRAP)反映了样品作为电子供体将 Fe^{3+}还原为 Fe^{2+}的能力,是评价其抗氧化潜力的重要指标。铁还原力测定结果如图 7D 所示,在实验浓度范围内,HDPS 的铁还原力随其浓度的增加而增强,表明其具有良好的电子转移能力。铁还原力的增强与自由基清除实验的结果相互印证,共同表明纯化后 HDPS 可通过多种机制发挥强的抗氧化作用。

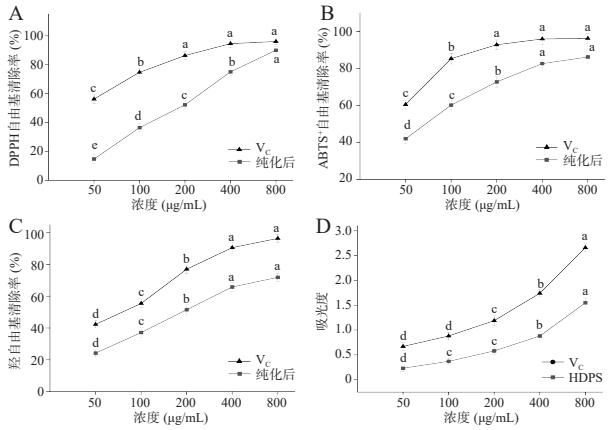


图 7 HDPS 抗氧化能力分析

Fig.7 Antioxidant capacity analysis of HDPS

3 结论

本研究通过匀浆辅助超声提取 HDPS,基于单因素与响应面法优化,确定最佳提取条件为乙醇浓度 49%、液料比 30∶1 mL/g、匀浆超声时间 21 min、超声功率 400 W、匀浆功率 500 W,该条件下 HDPS 得率为 4.41%±0.13%,扫描电镜分析表明匀浆与超声协同作用可显著破坏果梗细胞结构,促进皂苷溶出。经 D101 大孔树脂纯化,HDPS 纯度由 34.37% 提升至 67.12%,富集效果明显。FT-IR 分析证实纯化后样品中皂苷类特征吸收峰增强;UPLC-MS/MS 鉴定出 HDPS 中主要含有棘孢苷 B、酸枣仁皂苷、拐枣皂苷 B、人参皂苷 F1、重楼皂苷Ⅶ等多种三萜皂苷及其苷元,为其抗氧化活性提供了物质基础。体外抗氧化实验表明,HDPS 对 $DPPH\cdot$、$ABTS^+\cdot$和羟自由基均有显著清除能力,其 IC_{50} 值分别为 165.3、56.2 和 168.7 μg/mL,同时也具有较强的铁还原力。本研究为枳椇果梗副产物的资源化利用提供了技术基础和实验支持。然而,目前仍缺乏对单体皂苷的分离纯化、构效关系及体内活性的深入探讨。后续研究可进一步开展单体皂苷的分离鉴定、构效关系解析及体内活性评价,以推动 HDPS 在天然抗氧化剂和功能食品领域的实际应用。

© 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] 张玉超, 张智淮, 刘良禹, 等. 枳椇果梗黄酮的提取及其抗氧化性[J]. 食品科技, 2024, 49(4): 251−260. [ZHANG Y C, ZHANG Z H, LIU L Y, et al. Extraction of flavonoids from Hovenia dulcis peduncles and their antioxidant activity[J]. Food Science and Technology, 2024, 49(4): 251−260.]

[2] YANG Bing, LUO Yuxin, WEI Xunyu, et al. Polysaccharide from *Hovenia dulcis* (Guaizao) improves pancreatic injury and regulates liver glycometabolism to alleviate STZ-induced type 1 diabetes mellitus in rats[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2022, 214: 655−663.

[3] PARK K, YOON H J, IMM J Y, et al. *Hovenia dulcis* extract attenuates high-fat diet-induced hepatic lipid accumulation and hypertriglyceridemia in C57BL/6 mice[J]. Journal of Medicinal Food, 2019, 22(1): 74−80.

[4] 张梅宝. 花果类“药食同源”产品在啤酒行业的法规标准研究和应用[J]. 中外酒业, 2022(11): 11−16. [ZHANG Meibao. Research and application of regulations and standards of "medicinal and edible" products of flowers and fruits in beer industry[J]. Global Alcinfo, 2022(11): 11−16.]

[5] 向进乐, 杜琳, 朱文学, 等. 枳椇果梗营养功能与加工利用[J]. 中国林副特产, 2015(1): 98−101. [XIANG Jinle, DU Lin, ZHU Wenxue, et al. Research progress in nutrition and utilization of *Hovenia* peduncles[J]. Forest By-Product and Speciality in China, 2015(1): 98−101.]

[6] 杨秀东, 白子凡, 徐永涛, 等. 响应面法优化托盘根总皂苷提取工艺及抗氧化活性研究[J]. 食品工业科技, 2021, 42(18): 183−189. [YANG Xiudong, BAI Zifan, XU Yongtao, et al. Optimization of extraction process of total saponins from *Rubus crataegifolius* bunge. Root by response surface methodology and its antioxidant activity[J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(18): 183−189.]

[7] LIU Yuanyuan, YANG Yanan, FENG Ziming, et al. Eight new triterpenoid saponins with antioxidant activity from the roots of *Glycyrrhiza uralensis* Fisch[J]. Fitoterapia, 2019, 133: 186−192.

[8] ZHAO Ying, SU Ruiqi, ZHANG Wenting, et al. Antibacterial activity of tea saponin from *Camellia oleifera* shell by novel extraction method[J]. Industrial Crops and Products, 2020, 153: 112604.

[9] 兰光, 李扬, 孙莉佳. 枳椇总皂苷提取工艺研究[J]. 北方园艺, 2013(20): 129−130. [LAN Guang, LI Yang, SUN Lijia. Study on the extraction technology of total saponins from *Hovenia* dulcis[J]. Northern Horticulture, 2013(20): 129−130.]

[10] XIA Chengxing, CHEN Liu, SUN Wanghong, et al. Total saponins from *Paris forrestii* (Takht) H. Li. show the anticancer and RNA expression regulating effects on prostate cancer cells[J]. Biomedicine & Pharmacotherapy, 2020, 121: 109674.

[11] HADIDI M, IBARZ A, PAGAN J. Optimisation and kinetic study of the ultrasonic-assisted extraction of total saponins from alfalfa (*Medicago sativa*) and its bioaccessibility using the response

surface methodology[J]. Food Chemistry, 2020, 309: 125786.
[12] 张晓冰, 张羽师, 王雨, 等. 欧李果渣原花青素提取工艺优化及其体外抗氧化和降糖活性评价[J]. 食品工业科技, 2024, 45(1): 178−184. [ZHANG Xiaobing, ZHANG Yushi, WANG Yu, et al. Optimization of proanthocyanidin extraction from *Cerasus humilis* pomace and evaluation of its *in vitro* antioxidant and hypoglycemic activity[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(1): 178−184.]
[13] 蔡树芸, 骆春萍, 许敏, 等. 铜藻岩藻多糖匀浆提取工艺及抗氧化活性分析[J]. 药学研究, 2024, 43(3): 236−242. [CAI Shuyun, LUO Chunping, XU Min, et al. Homogenization extraction process and analysis on antioxidant activities of fucoidan from *Sargassum horneri*[J]. Journal of Pharmaceutical Research, 2024, 43(3): 236−242.]
[14] XIA Yu, WANG Changwei, YU Dejun, et al. Methods of simultaneous preparation of various active substances from *Stichopus chloronotus* and functional evaluation of active substances [J]. Food and Agricultural Immunology, 2022, 33(1): 563−574.
[15] 李泽文, 李丹, 李嘉星, 等. 鲜人参中丙二酰基人参皂苷-Ra1、-Ra2 的分离及结构鉴定[J]. 中国中药杂志, 2024, 49(12): 3252−3257. [LI Zewen, LI Dan, LI Jiaxing, et al. Isolation and identification of malonyl ginsenoside-Ra1 and malonyl ginsenoside-Ra2 from fresh roots of *Panax ginseng*[J]. China Journal of Chinese Materia Medica, 2024, 49(12): 3252−3257.]
[16] 杨晓楠, 王洪达, 李威威, 等. 三七花中 1 个新的丙二酸酰化型人参皂苷[J]. 中草药, 2022, 53(19): 5945−5954. [YANG Xiaonan, WANG Hongda, LI Weiwei, et al. A new malonylginsenoside from flower buds of *Panax notoginseng*[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2022, 53(19): 5945−5954.]
[17] 范昌文, 李欣, 徐明, 等. 槐角中染料木苷和槐角苷的匀浆-超声协同提取工艺的研究[J]. 四川林业科技, 2023, 44(6): 105−109. [FAN Changwen, LI Xin, XU Ming, et al. Homogenate-ultrasonic synergistic extraction of genistin and sophoricoside from *Styphnolobium japonicum* pods[J]. Journal of Sichuan Forestry Science and Technology, 2023, 44(6): 105−109.]
[18] LI Tingting, ZHANG Hui, WU Caie. Screening of antioxidant and antitumor activities of major ingredients from defatted *Camellia oleifera* seeds[J]. Food Science and Biotechnology, 2014, 23(3): 873−880.
[19] BAHRAMI Y, ZHANG W, FRANCO C. Discovery of novel saponins from the viscera of the sea cucumber *Holothuria lessoni*[J]. Marine Drugs, 2014, 12(5): 2633−2667.
[20] 李慧. 淡竹叶黄酮类化合物的提取、富集及体外抗炎活性研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2024. [LI Hui. Extraction, enrichment and *in vitro* anti-inflammatory activity of flavonoids from *Lophatherum gracile*[D]. Harbin: Northeast Forestry University, 2024.]
[21] 石兵艳, 李祥, 刘毅, 等. 八月瓜果皮中常春藤皂苷元水解工艺优化及图谱分析[J]. 食品与发酵工业, 2020, 46(2): 239−245. [SHI Bingyan, LI Xiang, LIU Yi, et al. Optimization of hydrolysis process and structure map analysis of hederagenin in *Akebia trifoliata* pericarp[J]. Food and Fermentation Industries, 2020, 46(2): 239−245.]
[22] WU Qian, YUAN Ruyu, FENG Chengyong, et al. Analysis of polyphenols composition and antioxidant activity assessment of Chinese dwarf cherry (*Cerasus humilis* (Bge.) Sok.)[J]. Natural Product Communications, 2019, 14(6): 1934578X19856509.
[23] 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.
[24] LÓPEZ-HERNÁNDEZ M, CRIOLLO-NUÑEZ J, BELTRAN J I, et al. Chemical composition and antioxidant activity of 'Nufar' basil (*Ocimum basilicum* L.) essential oil from three municipalities of Tolima, Colombia[J]. Food Chemistry Advances, 2024, 5: 100819.
[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] LI L, THAKUR K, LIAO B Y, et al. Antioxidant and antimicrobial potential of polysaccharides sequentially extracted from *Polygonatum cyrtonema Hua*[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2018, 114: 317−323.
[27] 潘林菊, 赵丹丹, 徐晓杰, 等. 酶解预处理-无溶剂微波法提取鲜小蓟精油及抗氧化活性分析[J]. 食品工业科技, 2025, 46(16): 132−145. [PAN Linju, ZHAO Dandan, XU Xiaojie, et al. Enzymatic pretreatment solvent-free microwave extraction of fresh *Cirsium setosum* essential oil and analysis of antioxidant activity[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(16): 132−145.]
[28] 邢艺缤, 王馨悦, 王慕尧, 等. 人参不定根总皂苷的提取工艺优化及其抗氧化与抗疲劳作用[J]. 食品工业科技, 2024, 45(6): 193−201. [XING Yibin, WANG Xinyue, WANG Muyao, et al. Process optimization of total saponins from adventitious roots of ginseng and their antioxidant and anti-fatigue effects[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(6): 193−201.]
[29] 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. [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.]
[30] 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.
[31] 康桥, 孙越, 刘梦瑶, 等. 金铃子果皮多糖超声辅助提取工艺优化及其抗氧化和降糖活性研究[J]. 食品工业科技, 2024, 45(21): 164−173. [KANG Qiao, SUN Yue, LIU Mengyao, et al. Optimization of the ultrasonic-assisted extraction process of polysaccharides from the peels of wild bitter melon(*Momordica charantia* Linn. Var. Abbreviata *Ser*.)and a preliminary study on their antioxidant and hypoglycemic activities[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(21): 164−173.]
[32] LI Pengcheng, XUE Hongkun, XIAO Mi, et al. Ultrasonic-assisted aqueous two-phase extraction and properties of water-soluble polysaccharides from *Malus hupehensis*[J]. Molecules, 2021, 26(8): 2213.
[33] CAO W Y, WANG C X, MAYHESUMU X, et al. Isolation, structural elucidation, antioxidant and hypoglycemic activity of polysaccharides of *Brassica rapa* L[J]. Molecules, 2022, 27(9): 3002.
[34] LI H F, YANG Y, QI Y R, et al. Ultrasound-assisted extraction of anthocyanins from *Aronia melanocarpa* with acidic natural

deep eutectic solvents and its stability and antioxidant activity[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(8): 259−269.
[35] 高欣阳, 汪鳞, 张庆芬, 等. 雪里蕻总皂苷提取工艺优化及其抗氧化活性研究[J]. 粮食与油脂, 2025, 38(8): 119−124. [GAO Xinyang, WANG Lin, ZHANG Qingfen, et al. Optimization of extraction process for total saponins from *Brassica juncea* var. *multicep* and analysis of its antioxidant activity[J]. Cereals & Oils, 2025, 38(8): 119−124.]
[36] 李雪, 褚鑫雨, 苏二正, 等. DES 提取文冠果叶皂苷及其对采后病原真菌的抑制作用[J]. 食品工业科技, 2025, 46(4): 215−224. [LI Xue, CHU Xinyu, SU Erzheng, et al. Extraction of saponins from *Xanthoceras sorbifolium* bunge leaves using deep eutectic solvents and their inhibitory activity against postharvest pathogenic fungi[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(4): 215−224.]
[37] IVANOVIĆ M, ALBREHT A, KRAJNC P, et al. Sustainable ultrasound-assisted extraction of valuable phenolics from inflorescences of *Helichrysum arenarium* L. using natural deep eutectic solvents[J]. Industrial Crops and Products, 2021, 160: 113102.
[38] WEI Liang, YANG Huiying, LI Hui, et al. Comparison of chemical composition and activities of essential oils from fresh leaves of *Pelargonium graveolens* L. Herit. extracted by hydrodistillation and enzymatic pretreatment combined with a solvent-free microwave extraction method[J]. Industrial Crops and Products, 2022, 186: 115204.
[39] 杨承恩, 郭瑞雪, 辛明昊, 等. 中红外光谱对黑果腺肋花楸中多酚含量的定量检测[J]. 光谱学与光谱分析, 2024, 44(11): 3075−3081. [YANG Chengen, GUO Ruixue, XIN Minghao, et al. Quantitative determination of polyphenols in *Aronia melanocarpa* (Michx.) Elliott. by mid-infrared spectroscopy[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2024, 44(11): 3075−3081.]
[40] WANG Mengjiao, ZHANG Guozhong, GUO Jinbiao, et al. Study on the physicochemical properties and gut microbiota regulation of *Poria cocos* pachyman treated by ball milling[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2024, 277: 134399.
[41] YANG Yuangui, JIN Hang, ZHANG Jinyu, et al. Determination of total steroid saponins in different species of *Paris* using ftir combined with chemometrics[J]. Journal of AOAC International, 2018, 101(3): 732−738.
[42] PENG Han, DENG Zeyuan, CHEN Xuan, et al. Major chemical constituents and antioxidant activities of different extracts from the peduncles of *Hovenia acerba* Lindl.[J]. International Journal of Food Properties, 2018, 21(1): 2135−2155.
[43] LIU Zhengjie, JIAO Yingchun, LU Hongyun, et al. Chemical characterization, antioxidant properties and anticancer activity of exopolysaccharides from *Floccularia luteovirens*[J]. Carbohydrate Polymers, 2020, 229: 115432.
[44] 张娜, 刘丽, 李璐, 等. 青胶蒲公英根多酚超声辅助提取工艺优化及其体外抗氧化、降糖活性[J]. 食品工业科技, 2024, 45(17): 200−208. [ZHANG Na, LIU Li, LI Lu, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of polyphenols from *Taraxacum kok*-saghyz Rodin roots and its antioxidant, hypoglycemic activity *in vitro*[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(17): 200−208.]
[45] 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.