

超声辅助低共熔溶剂提取玫瑰多酚及其抗氧化活性

王晓艺¹, 李培坤¹, 李锦红¹, 杜英杰¹, 边红杰^{2*}, 贾士儒¹, 崔建东^{1*}

(1. 天津科技大学 食品营养与安全国家重点实验室, 天津 300457; 2. 河北科技大学
食品与生物学院, 河北 石家庄 050018)

摘要: 玫瑰是一种药食同源的花卉, 含有多种活性物质, 具有良好的保健价值。以重瓣玫瑰“丰花1号”为原料, 采用超声辅助低共熔溶剂(deep eutectic solvent, DES)法提取玫瑰多酚, 并与传统乙醇提取方法进行比较。单因素试验得到的DES法提取玫瑰多酚的最佳工艺条件: 含水量为30%的氯化胆碱-乳酸(摩尔比1:2)为最佳提取剂, 料液比1:40(g/mL)、超声时间10 min、超声功率400 W、超声温度50℃、提取2次, 在此条件下多酚提取量为 (136.20 ± 1.23) mg/g。与乙醇提取法相比, DES法的多酚提取量提高了24%。抗氧化试验结果表明, 玫瑰多酚总还原能力、DPPH自由基清除能力与维生素C相近, 而ABTS⁺自由基清除能力高于维生素C, 说明玫瑰多酚具有较强的抗氧化活性。

关键词: 玫瑰; 多酚; 超声辅助; 低共熔溶剂; 提取; 抗氧化性

Ultrasonic-assisted Extraction of Rose Polyphenols by Deep Eutectic Solvent and Antioxidant Activity

WANG Xiao-yi¹, LI Pei-kun¹, LI Jin-hong¹, DU Ying-jie¹, BIAN Hong-jie^{2*}, JIA Shi-ru¹, CUI Jian-dong^{1*}

(1. State Key Laboratory of Food Nutrition and Safety, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China; 2. College of Food and Biology, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang 050018, Hebei, China)

Abstract: A rose is a flowering plant with medical and nutritional values. It contains a variety of active substances and has beneficial health care properties. In this study, the rose polyphenols were extracted using deep eutectic solvent(DES) with ultrasonic-assisted technology from the double rose ‘Fenghua No.1’. The traditional ethanol extraction method was also applied to extract rose polyphenols in comparison. The optimal extraction conditions of rose polyphenols by DES method were as follows: choline chloride lactic acid(molar ratio 1:2) with 30% water content was the best extraction agent, the solid-liquid ratio was 1:40(g/mL), ultrasonic time was 10 min, ultrasonic power was 400 W, ultrasonic temperature was 50℃, and extractions were completed two times. Under these conditions, the amount of polyphenols extracted was (136.20 ± 1.23) mg/g. Compared with the ethanol extraction method, the number of polyphenols extracted by DES was increased by 24%. Antioxidant test results showed that the total reducing power and DPPH free radical scavenging ability of the rose polyphenols were similar to V_C. Furthermore, ABTS⁺ free radical scavenging capacity was higher than that of V_C. These results indicate that rose polyphenols have strong antioxidant activity *in vitro*.

Key words: rose; polyphenols; ultrasonic-assisted; deep eutectic solvent; extraction; oxidation resistance

基金项目: 天津市科技计划项目(20ZYJJC00080)

作者简介: 王晓艺(1994—), 女(汉), 硕士研究生, 研究方向: 天然食品添加剂的生物制造。

* 通信作者: 边红杰(1965—), 女(汉), 副教授, 硕士, 研究方向: 轻工类专业的机械与设备; 崔建东(1974—), 男(汉), 教授, 博士, 研究方向: 天然食品添加剂的生物制造。

引文格式:

王晓艺,李培坤,李锦红,等. 超声辅助低共熔溶剂提取玫瑰多酚及其抗氧化活性[J]. 食品研究与开发,2022,43(8): 98-105.

WANG Xiaoyi, LI Peikun, LI Jinhong, et al. Ultrasonic-assisted Extraction of Rose Polyphenols by Deep Eutectic Solvent and Antioxidant Activity[J]. Food Research and Development, 2022, 43(8): 98-105.

玫瑰是蔷薇科植物,又称刺玫瑰、穿心玫瑰、笔头花等^[1],具有良好的食用价值。而重瓣玫瑰是一种被广泛食用的玫瑰,花瓣香甜、香气馥郁,有疏肝理气、活血散瘀、美容养颜等多种功效,含有多种活性物质,如多酚、多糖、有机酸等^[2]。因此,玫瑰花中活性物质具有广阔的应用前景。多酚是一种生物活性物质,其结构较为复杂,按结构可以分成酚酸类、类黄酮类和1,2-二苯乙烯及木酚素类^[3-4]。由于多酚结构的特殊性,使其具有很好的抗氧化、抗衰老、抑菌等作用^[5-7]。因此,将玫瑰花中的多酚提取出来进行综合利用受到学者广泛关注。目前,有机溶剂提取法和热水浴加热浸提法是提取多酚的常用方法^[8]。但是传统方法需要使用大量有机溶剂且提取时间长、操作复杂,不符合绿色化学的概念,在环保性和安全性上存在缺陷。因此,寻找一种绿色、环保且高效的植物多酚提取方法是十分必要的。

2003年,低共熔溶剂(deep eutectic solvents, DES)的概念首次被提出^[9],DES是一种新型的绿色溶剂,是由氢键供体和氢键受体组成的两组分或三组分低共熔混合物,其熔点比各个组分更低^[10],具有良好的特性,如无毒、易于合成、成本低、生物可降解性等,已被公认为是传统溶剂替代品^[11]。Bajkac等^[12]利用DES从大豆中提取异黄酮等活性物质。Ozturk等^[13]利用DES从橙皮废料中提取多酚类抗氧化剂。因此,DES在活性物质的提取方面具有较好的应用前景^[14]。超声辅助提取可以在较好地保持提取物的结构和活性的同时,使植物细胞内可溶性物质快速释放、扩散并进入到提取剂中,具有省时、高效等特点^[15-16]。因此,利用超声辅助DES法提取植物中的活性物质可能会增强提取效果。

本文以盛产于河北省衡水市的重瓣玫瑰“丰花1号”为原料,采用超声辅助DES法提取其中的多酚,运用单因素试验优化提取工艺,并与传统乙醇提取方法进行比较,利用NKA-9大孔吸附树脂分离纯化多酚,并研究纯化后多酚的抗氧化活性。本文将为玫瑰多酚的绿色提取提供新思路,为其在天然抗氧化剂领域中的应用中提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

玫瑰花(重瓣玫瑰“丰花1号”):产自河北衡水,60℃烘箱干燥6h后粉碎过80目筛备用。

氯化胆碱:上海晶纯生化科技股份有限公司;乳酸:上海源叶生物科技有限公司;维生素C、福林酚、没食子酸标准品(纯度99.9%):北京索莱宝科技有限公司;1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl radical, DPPH)、2,2'-联氨-双(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸)二胺盐[2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) diammonium salt, ABTS]、无水碳酸钠:上海麦克林生化科技有限公司。以上试剂均为分析纯。

1.2 仪器与设备

分析天平(ME204):梅特勒-托利多仪器有限公司;集热式磁力加热搅拌器(DF-II):江苏金怡仪器科技有限公司;紫外可见分光光度计(UV-5100):上海元析仪器有限公司;超声波细胞粉碎机(Scientz-II D):宁波新芝生物科技股份有限公司;真空冷冻干燥机(FD-1):上海田枫实业有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 玫瑰多酚提取工艺流程

玫瑰花粉末→加入提取剂→混匀→超声辅助提取→离心→取上清液。

1.3.2 多酚含量的测定

利用福林酚比色法^[17]测定多酚含量:取不同质量浓度没食子酸标准溶液(10、20、30、40、50 μg/mL)、水和样品溶液1.0 mL,分别加入体积分数为10%的福林酚试剂5.0 mL,静置3 min~8 min,再加入7.5 g/100 mL碳酸钠溶液4.0 mL,避光条件下反应1 h,以水为参比,于765 nm测定吸光值。分别以没食子酸标准溶液质量浓度(x)、吸光值(y)为横、纵坐标,线性回归方程为 $y=0.0179x+0.114(R^2=0.9995)$,多酚提取量计算公式如下。

$$\text{多酚提取量(以没食子酸计, mg/g)} = \frac{C \times V \times N}{M}$$

式中: C 为提取液中多酚的含量,mg/mL; V 为提取液的体积,mL; M 为玫瑰花粉末质量,g; N 为稀释倍数。

1.3.3 DES的筛选

1.3.3.1 DES的制备

DES的组成见表1。按照表1所示组分和摩尔比制备5种DES,将氢键受体与氢键供体按照一定摩尔比混合,置于磁力加热搅拌器中,85℃恒温搅拌至呈均一、澄清、透明的液体^[18]。

表1 DES的组成

Table 1 Composition of the DES

简写	组成	氢键受体	氢键供体	摩尔比
DES-1	氯化胆碱-乳酸	氯化胆碱	乳酸	1:2
DES-2	脯氨酸-丙三醇	脯氨酸	丙三醇	1:4
DES-3	氯化胆碱-丁二醇	氯化胆碱	丁二醇	1:2
DES-4	氯化胆碱-丙三醇	氯化胆碱	丙三醇	1:2
DES-5	乙胺盐酸盐-丙三醇	乙胺盐酸盐	丙三醇	1:2

1.3.3.2 DES的筛选

称取0.1 g玫瑰花粉末,按料液比1:30(g/mL),分别加入30%含水量的DES,在超声时间10 min、超声功率300 W、超声温度30℃条件下提取玫瑰多酚。

1.3.4 两种方法提取玫瑰多酚的条件优化

分别用DES和乙醇作为提取剂提取玫瑰多酚,以多酚提取量为评价指标进行单因素试验,考察DES含水量(10%、20%、30%、40%、50%)、乙醇体积分数(10%、20%、30%、40%、50%)、料液比[1:10、1:20、1:30、1:40、1:50(g/mL)]、超声时间(5、10、15、20、25 min)、超声功率(300、400、500、600、700 W)、超声温度(30、40、50、60、70℃)、提取次数(1、2、3、4次)对玫瑰多酚提取量的影响。

1.3.5 玫瑰多酚冻干粉制备流程

玫瑰多酚提取液→NKA-9大孔树脂吸附→70%质量分数的乙醇解吸附→旋转蒸发→冷冻干燥→多酚冻干粉。

1.3.6 玫瑰多酚冻干粉抗氧化活性的测定

1.3.6.1 总还原能力测定

参考Shon等^[19]的方法并略作改动,称取适量的玫瑰多酚冻干粉,用蒸馏水配制成10、20、30、40、50 μg/mL的玫瑰多酚样品溶液。分别将上述浓度梯度溶液1.0 mL与1%铁氰化钾溶液1.0 mL混合,50℃下反应20 min后,加入10%三氯乙酸溶液1.0 mL,涡旋均匀后,3 000 r/min离心10 min,将1 mL上清液、1 mL蒸馏水和0.2 mL的0.1%三氯化铁溶液混匀,在700 nm处测定吸光值。以维生素C作为阳性对照。

1.3.6.2 DPPH自由基清除能力测定

参考Merghem等^[20]的方法并略作改动,称取适量玫瑰多酚冻干粉,用蒸馏水配制成10、20、30、40、50 μg/mL

的玫瑰多酚样品溶液,分别将上述浓度梯度溶液1.0 mL与0.05 mg/mL的DPPH溶液1.0 mL混合,避光反应20 min,分别测定无水乙醇代替样品、样品溶液、无水乙醇代替DPPH溶液在517 nm下的吸光度,记为 A_0 、 A_1 、 A_2 ,并以维生素C作为阳性对照,计算DPPH自由基的清除率,公式如下所示。

$$\text{DPPH 自由基的清除率}/\% = \left(1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0}\right) \times 100$$

式中: A_1 为加入样品后的吸光度; A_2 为无水乙醇代替DPPH溶液的吸光度; A_0 为无水乙醇代替样品的吸光度。

1.3.6.3 ABTS⁺自由基清除能力测定

参考Binsan等^[21]的方法并稍作修改,ABTS工作液的制备:将7 mmol/L ABTS溶液与2.45 mmol/L过硫酸钾溶液等体积混合,在室温下避光过夜(12 h~16 h),制成ABTS⁺自由基储备液备用。将储备液用无水乙醇稀释,使其在734 nm处的吸光值为 0.7 ± 0.02 ,以此作为ABTS工作液。称取适量的玫瑰多酚冻干粉,用蒸馏水配制成10、20、30、40、50 μg/mL的玫瑰多酚样品溶液,分别将上述浓度梯度溶液0.1 mL与ABTS工作液1.0 mL混合,避光反应6 min,分别测定无水乙醇代替样品、样品溶液在734 nm下的吸光值,记为 A_0 、 A_1 ,并以维生素C作为阳性对照,计算ABTS⁺自由基的清除率,公式如下所示。

$$\text{ABTS}^+ \text{ 自由基的清除率}/\% = \left(1 - \frac{A_1}{A_0}\right) \times 100$$

式中: A_1 为加入样品的吸光度; A_0 为无水乙醇代替样品的吸光度。

1.4 数据处理与分析

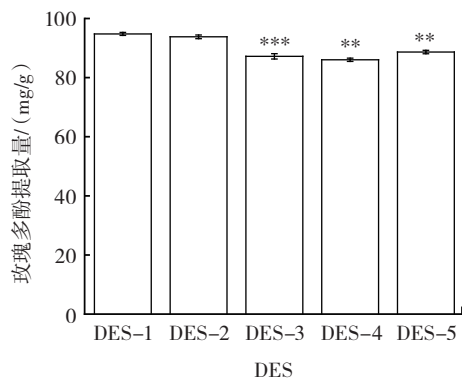
使用Excel软件对试验数据进行统计分析,使用Origin软件对试验数据进行作图分析,每组试验样品测定3次。

2 结果与分析

2.1 DES的筛选

DES是由氢键受体和氢键供体组合而成的低共熔混合物,由于组成成分的不同,其对目标提取物的提取效率不同。不同DES对玫瑰多酚提取量的影响见图1。

由图1可以看出,5种DES对玫瑰多酚的提取量大小顺序依次为DES-1 [(94.87±0.51 mg/g)]>DES-2 [(93.90±0.62 mg/g)]>DES-5 [(88.77±0.57 mg/g)]>DES-3 [(87.31±0.9 mg/g)]>DES-4 [(86.16±0.55 mg/g)],其中DES-1对多酚的提取量最大。从统计学上分析,DES-1与DES-2无显著差异($P>0.05$),DES-1与DES-3具有



*** $P<0.001$ 代表差异极显著; ** $P<0.01$ 代表差异显著。

图1 不同 DES 对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.1 Effect of different DES on the extraction yield of rose polyphenols

极显著差异 ($P<0.001$), DES-1 与 DES-4 和 DES-5 具有显著差异 ($P<0.01$)。但是 DES-2 的黏度很大, 不利于试验操作; DES-1 的提取效果高于其他 DES, 可能是因为相比于其他 DES, DES-1 的黏度小, 分散性好, 能更好地与多酚分子接触, 且极性与多酚最相近。因此, 在后续试验中选择 DES-1 与乙醇进行对比试验。

2.2 两种方法提取玫瑰多酚的条件优化

2.2.1 DES 的含水量和乙醇体积分数对玫瑰多酚提取量的影响

DES 含水量对玫瑰多酚提取量的影响见图 2, 乙醇体积分数对玫瑰多酚提取量的影响见图 3。

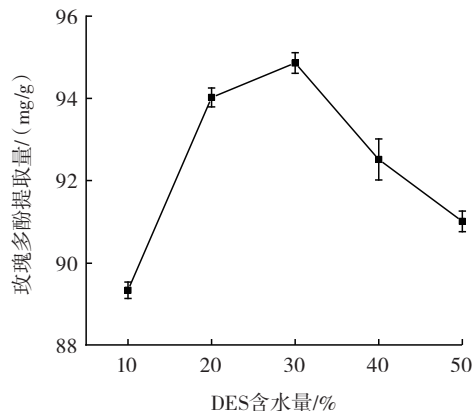


图2 DES 含水量对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.2 Effect of water content in DES on the extraction yield of rose polyphenols

由图 2 可知, 随着含水量的增加, 多酚提取量先增加后减少。可能是由于在 DES 中加入适量水, 可以增加 DES 分子流动性, 降低黏度, 增加扩散能力^[10], 使其能够与多酚类化合物充分接触, 提高多酚提取效率, 而当 DES 含水量较高时, 过量的水使溶液极性过大, DES 与多酚间氢键作用力减弱, 从而使玫瑰多酚

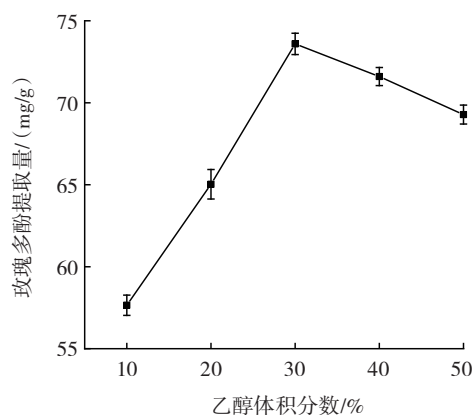


图3 乙醇体积分数对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.3 Effect of volume fraction of ethanol on the extraction yield of rose polyphenols

提取量下降^[22]。当 DES 含水量为 30% 时, 多酚提取量达到了最大值, 为 (94.86 ± 0.25) mg/g。由图 3 可知, 当乙醇体积分数在一定范围内, 随着乙醇浓度的增加, 玫瑰多酚的提取量呈现先增大后减小的趋势, 可能是由于在一定范围内, 乙醇体积分数的增高有利于多酚类物质的溶出, 多酚提取量增加。当超过该范围后, 由于溶出的较多杂质多酚与竞争提取剂, 导致多酚提取量降低。当乙醇体积分数为 30% 时, 多酚提取量达到最大值, 为 (73.59 ± 0.65) mg/g。因此选择体积分数为 30% 的乙醇与含水量 30% 的 DES-1 进行后续的比较试验。

2.2.2 料液比对玫瑰多酚提取量的影响

料液比对玫瑰多酚提取量的影响见图 4。

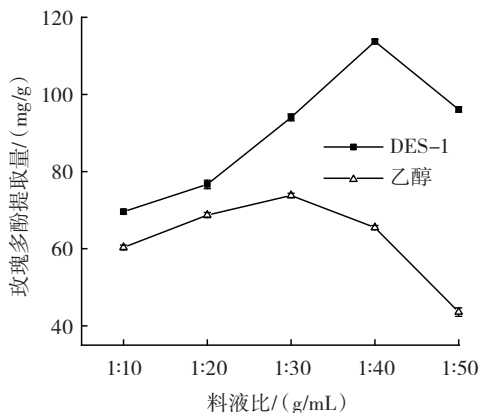


图4 料液比对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.4 Effect of solid-liquid ratio on the extraction yield of rose polyphenols

由图 4 可知, 当料液比在一定范围内, 多酚提取量随溶剂量的上升而增大, 可能是由于溶剂增多后, 能更好地与原料相互作用, 传质推动力提高, 有利于增加多酚提取量^[13]。当原料中的多酚类物质被全部提取出来

后,继续增加溶剂量,反而会使提取出来的多酚重新溶解到原料液中,使得多酚提取量下降,并且造成溶剂的浪费。当 DES-1 为提取剂,料液比 1:40 (g/mL) 时,多酚提取量达到最大值,为 (113.74 ± 0.55) mg/g; 当乙醇为提取剂,料液比 1:30 (g/mL) 时,多酚提取量达到最大值,为 (73.81 ± 0.59) mg/g。因此,分别选择 DES 提取剂料液比 1:40 (g/mL) 和乙醇提取剂料液比 1:30 (g/mL) 进行后续试验。

2.2.3 超声时间对玫瑰多酚提取量的影响

超声时间对玫瑰多酚提取量的影响见图 5。

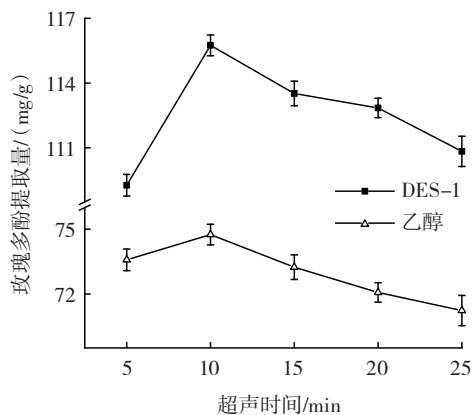


图 5 超声时间对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.5 Effect of ultrasonic time on the extraction yield of rose polyphenols

由图 5 可知,随着超声时间延长,玫瑰多酚提取量呈先增大后减小的趋势。可能是因为随着超声时间增加,多酚逐渐溶出,使多酚提取量增加,但超声时间继续延长,可能会受光、热等因素影响,导致部分提取出的玫瑰多酚被氧化,从而导致提取量的降低,并且超声时间过长会增加能耗,增加提取成本^[16]。当分别以 DES-1 和乙醇为提取剂时,超声时间都在 10 min 时,玫瑰多酚提取量达到最大,分别为 (115.75 ± 0.55) mg/g 和 (74.75 ± 0.48) mg/g。

2.2.4 超声功率对玫瑰多酚提取量的影响

超声功率对玫瑰多酚提取量的影响见图 6。

从图 6 可知,随着超声功率的增大,玫瑰多酚提取量呈先增大后减小的趋势。在超声过程中,可能由于超声波可以提供能量,将强烈的振动传递给玫瑰花粉末和溶剂,原料细胞部分被破坏,加快胞内物质的释放,并且强化了溶质扩散,因而提取量增加^[23]。而当超声功率继续增大时,可能引起部分多酚的降解,从而使多酚提取量下降。当分别以 DES-1 和乙醇为提取剂,超声功率都在 400 W 时,玫瑰多酚提取量达到最大,分别为 (117.54 ± 0.54) mg/g 和 (76.37 ± 0.45) mg/g。

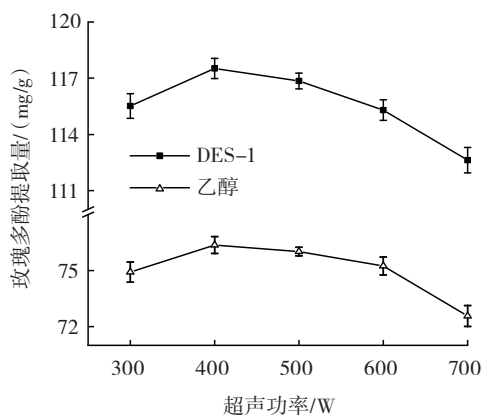


图 6 超声功率对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.6 Effect of ultrasonic power on the extraction yield of rose polyphenols

2.2.5 超声温度对玫瑰多酚提取量的影响

超声温度对玫瑰多酚提取量的影响见图 7。

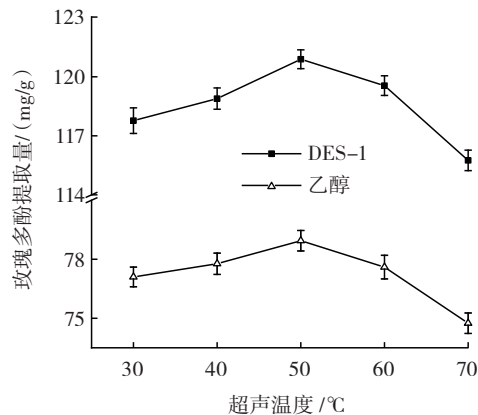


图 7 超声温度对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.7 Effect of ultrasonic temperature on the extraction yield of rose polyphenols

由图 7 可知,随着超声温度的升高,玫瑰多酚提取量呈现先增大后减小的趋势。随着温度的升高,分子运动加剧,提高了多酚类化合物在溶剂中的扩散系数和溶解度^[24],使得多酚提取量增加。而当超声温度继续升高时,可能导致部分热敏感性的多酚被降解,使得多酚提取量减少。当分别以 DES-1 和乙醇为提取剂,超声温度都在 50 °C 时,玫瑰多酚提取量达到最大,分别为 (120.89 ± 0.48) mg/g 和 (78.94 ± 0.52) mg/g。

2.2.6 提取次数对玫瑰多酚提取量的影响

提取次数对玫瑰多酚提取量的影响见图 8。

由图 8 可知,随着提取次数的增加,玫瑰多酚的提取总量逐渐上升,以 DES-1 为提取剂和以乙醇为提取剂的趋势相同,而当继续增加提取次数时,提取次数对玫瑰多酚提取量的提高不明显。因此,选择提取次数为 2 次,在提取量合理的情况下,降低了提取成本。

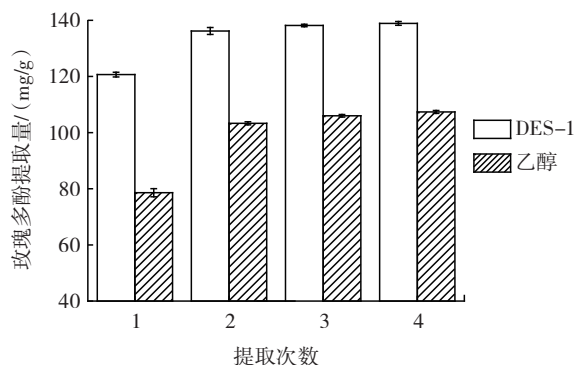


图8 提取次数对玫瑰多酚提取量的影响

Fig.8 Effect of extraction times on the extraction yield of rose polyphenols

2.3 两种玫瑰多酚提取方法的比较

在 DES-1 与乙醇对多酚提取最优的条件下,将两种方法所得的玫瑰多酚提取量进行比较,结果见表 2。

表 2 两种玫瑰多酚提取方法的比较

Table 2 Comparison of two extraction methods of rose polyphenols

提取方法	玫瑰多酚提取量/(mg/g)
DES	136.20±1.23
乙醇	103.32±0.56

与乙醇提取法相比,DES 法的玫瑰多酚提取量提高了 24%,这可能是由于 DES 与多酚类化合物之间有较强的氢键作用力,其扩散力、溶解度和极性有利于多酚类化合物的溶出^[25]。因此,对于玫瑰多酚的提取,DES 法较传统乙醇提取法效果更好。在后续的抗氧化试验中,使用 DES 法提取的玫瑰多酚进行测定。

2.4 玫瑰多酚抗氧化活性的测定

2.4.1 总还原能力

还原能力可延缓或终止自由基反应,可以通过还原能力的测定来评价样品的抗氧化活性。总还原能力测定结果见图 9。

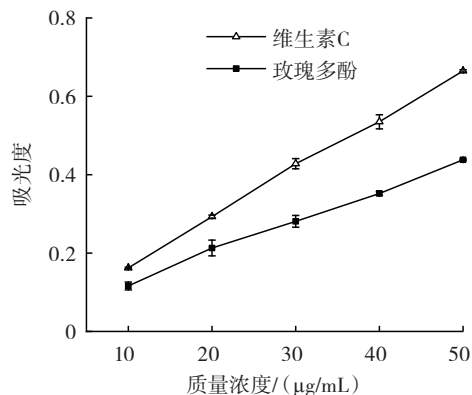


图9 玫瑰多酚的总还原能力

Fig.9 Total reducing power of rose polyphenols

由图 9 可见,随着样品质量浓度增大,玫瑰多酚和维生素 C 吸光度逐渐增大,还原能力增强,试验结果显示,当玫瑰多酚和维生素 C 在 10 μg/mL~50 μg/mL 时,还原能力均随着浓度的增加呈线性增加,而在 10 μg/mL~20 μg/mL,玫瑰多酚和维生素 C 的还原能力相差较小。

2.4.2 玫瑰多酚 DPPH 自由基清除能力

玫瑰多酚 DPPH 自由基的清除能力见图 10。

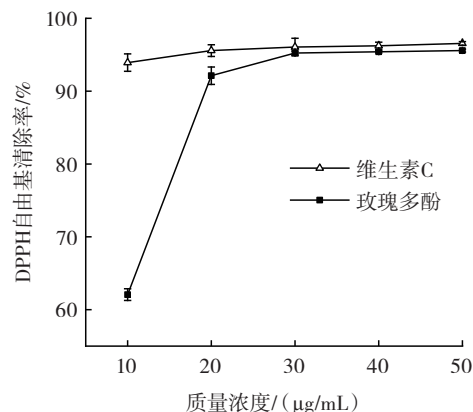


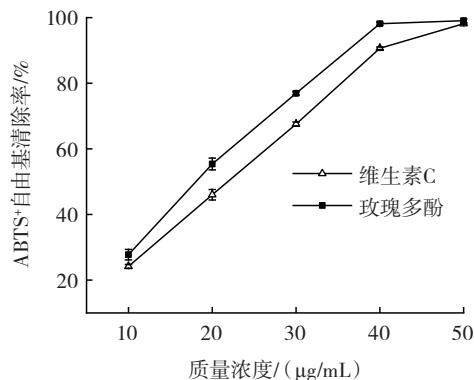
图10 玫瑰多酚 DPPH 自由基的清除能力

Fig.10 The DPPH free radicals scavenging ability of rose polyphenols

由图 10 可见,在 10 μg/mL~30 μg/mL,随着多酚质量浓度的增加,其对 DPPH 自由基清除能力逐渐上升,当多酚质量浓度在 30 μg/mL 时,其对 DPPH 自由基的清除率已达到 95.24%,随后继续增加多酚浓度对 DPPH 自由基清除效果没有太大的影响,试验结果显示,高质量浓度的玫瑰多酚拥有较强的 DPPH 自由基清除能力。从 20 μg/mL~50 μg/mL 来看,玫瑰多酚与维生素 C 的 DPPH 自由基清除能力相当。

2.4.3 ABTS⁺自由基清除能力

ABTS⁺自由基清除能力见图 11。

图11 玫瑰多酚 ABTS⁺自由基清除能力Fig.11 ABTS⁺ free radical scavenging ability of rose polyphenol

由图 11 可见,随着样品质量浓度增大,玫瑰多酚和维生素 C 的 ABTS⁺自由基清除能力逐渐增强。当玫瑰多酚与维生素 C 的 ABTS⁺自由基清除率均接近 100%时,玫瑰多酚浓度为 40 $\mu\text{g/mL}$,而维生素 C 的浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$ 。因此,由试验结果所示,玫瑰多酚清除 ABTS⁺自由基能力优于维生素 C。

3 结论

本研究以盛产于河北省衡水市的重瓣玫瑰“丰花 1 号”为原料,采用超声辅助 DES 法对玫瑰花中的多酚进行高效快速提取,并与传统乙醇提取方法进行比较。通过优化单因素试验得到的 DES 法提取玫瑰多酚的最佳工艺条件:含水量 30%的氯化胆碱-乳酸(摩尔比 1:2)为最佳提取剂,料液比 1:40(g/mL)、超声时间 10 min、超声功率 400 W、超声温度 50 $^{\circ}\text{C}$ 、提取 2 次,所得多酚提取量为(136.20 $\pm$ 1.23) mg/g。与乙醇提取法相比,DES 法的多酚提取量提高了 24%。表明超声辅助 DES 法是一种高效环保的玫瑰多酚提取方法。对纯化后的多酚进行体外抗氧化活性的测定,表明其具有良好的还原能力、DPPH 自由基清除能力以及 ABTS⁺自由基清除能力,具有较强的体外抗氧化活性。本研究为玫瑰多酚等活性物质的绿色提取提供了新思路,为在天然抗氧化剂中的应用中提供了科学依据。

参考文献:

- [1] 孙迪,付本宁,张志国. 玫瑰花生物活性物质的研究进展[J]. 食品工业, 2016, 37(7): 243-245.
SUN Di, FU Benning, ZHANG Zhiguo. Research progress of roses bioactive substances[J]. The Food Industry, 2016, 37(7): 243-245.
- [2] 张娟梅. 玫瑰花渣中多酚的超声辅助提取制备、组分分析及其生物活性研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2014.
ZHANG Juanmei. Study on ultrasound-assisted extraction, preparation, characterization and bioactivity of polyphenols from *Rosea rugosa* drags[D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2014.
- [3] 冯丽,宋曙辉,赵霖,等. 植物多酚种类及其生理功能的研究进展[J]. 江西农业学报, 2007, 19(10): 105-107.
FENG Li, SONG Shuhui, ZHAO Lin, et al. Progress in plant polyphenols and their physiological functions[J]. Acta Agriculturae Jiangxi, 2007, 19(10): 105-107.
- [4] THUY N V, TIEN N M, QUY N N, et al. Preliminary chemical, total polyphenol, total flavonoid contents and antioxidant activity of *Eucalyptus camaldulensis* dehn[J]. Asian Journal of Chemistry, 2020, 32(5): 1230-1234.
- [5] LI Y T, HE D, LI B, et al. Engineering polyphenols with biological functions via polyphenol-protein interactions as additives for functional foods[J]. Trends in Food Science & Technology, 2021, 110: 470-482.
- [6] NIKOU T, LIAKI V, STATHOPOULOS P, et al. Comparison survey of EVOO polyphenols and exploration of healthy aging-promoting properties of oleocanthal and oleacein[J]. Food and Chemical Toxicology, 2019, 125: 403-412.
- [7] KIKOWSKA M, THIEM B, SZOPA A, et al. Comparative analysis of phenolic acids and flavonoids in shoot cultures of *Eryngium alpinum* L.: An endangered and protected species with medicinal value[J]. Plant Cell, Tissue and Organ Culture (PCTOC), 2019, 139(1): 167-175.
- [8] 丁泽敏,吴俊锋,刘文婷,等. 天然低共熔溶剂提取油茶蒲中植物多酚的研究[J]. 中国油脂, 2019, 44(6): 111-115.
DING Zemin, WU Junfeng, LIU Wenting, et al. Extraction of plant polyphenol from *Camellia oleifera* fruit hull by natural deep eutectic solvent[J]. China Oils and Fats, 2019, 44(6): 111-115.
- [9] ABBOTT A P, BOOTHBY D, CAPPER G, et al. Deep eutectic solvents formed between choline chloride and carboxylic acids: versatile alternatives to ionic liquids[J]. Journal of the American Chemical Society, 2004, 126(29): 9142-9147.
- [10] DAI Y T, WITKAMP G J, VERPOORTE R, et al. Tailoring properties of natural deep eutectic solvents with water to facilitate their applications[J]. Food Chemistry, 2015, 187: 14-19.
- [11] QIN H, HU X T, WANG J W, et al. Overview of acidic deep eutectic solvents on synthesis, properties and applications[J]. Green Energy & Environment, 2020, 5(1): 8-21.
- [12] BAJKACZ S, ADAMEK J. Evaluation of new natural deep eutectic solvents for the extraction of isoflavones from soy products[J]. Talanta, 2017, 168: 329-335.
- [13] OZTURK B, PARKINSON C, GONZALEZ-MIQUEL M. Extraction of polyphenolic antioxidants from orange peel waste using deep eutectic solvents[J]. Separation and Purification Technology, 2018, 206: 1-13.
- [14] HOU Y C, KONG J, REN Y H, et al. Mass transfer dynamics in the separation of phenol from model oil with quaternary ammonium salts via forming deep eutectic solvents[J]. Separation and Purification Technology, 2017, 174: 554-560.
- [15] ELDIN ELHAG ABUGABR ELHAG H, NAILA A, AJIT A, et al. Sequential extraction of saponins from *Eurycoma longifolia* roots by water extraction and ultrasound-assisted extraction[J]. Materials Today: Proceedings, 2018, 5(10): 21672-21681.
- [16] 黄武,李亚杰,亢帅,等. 超声辅助提取花生红衣中原花青素[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(10): 112-117.
HUANG Wu, LI Yajie, KANG Shuai, et al. Ultrasonic-assisted extraction of proanthocyanidins from peanut skin[J]. Food Research and Development, 2021, 42(10): 112-117.
- [17] 刘玉明,李珂娟,何颖,等. 枇杷花水提液总酚含量的 Folin-Ciocalteu 法测定[J]. 时珍国医国药, 2017, 28(4): 838-840.
LIU Yuming, LI Kexian, HE Ying, et al. Determination of total phenols content in water extract of flowers of *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. by Folin-Ciocalteu colorimetric method[J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2017, 28(4): 838-840.

- [18] TRIVEDI T J, LEE J H, LEE H J, et al. Deep eutectic solvents as attractive media for CO₂ capture[J]. *Green Chemistry*, 2016, 18(9): 2834–2842.
- [19] SHON M Y, CHOI S D, KAHNG G G, et al. Antimutagenic, antioxidant and free radical scavenging activity of ethyl acetate extracts from white, yellow and red Onions[J]. *Food and Chemical Toxicology*, 2004, 42(4): 659–666.
- [20] MERGHEM M, DAHAMNA S, KHENNOUF S. Polyphenols contents and antioxidant activity of extracts from leaves and flowers of *Thymelaea hirsuta*[J]. *Journal of Drug Delivery and Therapeutics*, 2020, 10(4): 108–111.
- [21] BINSAN W, BENJAKUL S, VISESSANGUAN W, et al. Antioxidative activity of Mungoong, an extract paste, from the cephalothorax of white shrimp (*Litopenaeus vannamei*)[J]. *Food Chemistry*, 2008, 106(1): 185–193.
- [22] BI W T, TIAN M L, ROW K H. Evaluation of alcohol-based deep eutectic solvent in extraction and determination of flavonoids with response surface methodology optimization[J]. *Journal of Chromatography A*, 2013, 1285: 22–30.
- [23] 赵璐, 张蕾. 超声辅助加热回流法提取无患子皂苷新工艺的研究[J]. *技术与创新管理*, 2021, 42(3): 275–280, 347.
- ZHAO Lu, ZHANG Lei. Study on the new technology of ultrasonic-assisted reflux extraction of *Sapindus saponins*[J]. *Technology and Innovation Management*, 2021, 42(3): 275–280, 347.
- [24] 李斌, 雷月, 孟宪军, 等. 响应面法优化超声波辅助提取蓝靛果多酚工艺及其抗氧化活性[J]. *食品科学*, 2015, 36(22): 33–39.
- LI Bin, LEI Yue, MENG Xianjun, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of polyphenols from haskap berries (*Lonicera caerulea* L.) using response surface methodology and their antioxidant capacity[J]. *Food Science*, 2015, 36(22): 33–39.
- [25] CVJETKO BUBALO M, ĆURKO N, TOMAŠEVIĆ M, et al. Green extraction of grape skin phenolics by using deep eutectic solvents[J]. *Food Chemistry*, 2016, 200: 159–166.
- 加工编辑:张楠
收稿日期:2021-07-31