

溶剂-超声波-酶法辅助提取桑葚果渣色素及其抗氧化活性研究

吴均¹, 吴俊葶², 黄传书^{1*}, 赵珮¹, 刘艳¹, 马婧秋¹

(1. 重庆市蚕业科学技术研究院, 重庆 400700; 2. 中国人民解放军陆军勤务学院, 重庆 401331)

摘要: 以桑葚果渣粉末为原料, 在单因素试验的基础上, 采用响应面设计对桑葚果渣色素的提取工艺进行优化, 并研究桑葚果渣色素提取液的抗氧化活性。结果表明: 在料液比 1:28 (g/mL)、7% 柠檬酸-90% 乙醇 (体积比 1:1)、纤维素酶添加量 80 U/mL、超声温度 48 ℃、超声时间 41 min、超声功率 300 W 的条件下, 桑葚果渣色素的提取效果最佳; 提取液对 2,2'-联氮-双-3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸阳离子[2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) cation, ABTS⁺]自由基和 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH) 自由基均具有清除作用, 140 μL 桑葚果渣色素提取液的 DPPH 自由基清除率为 97.72%, 60 μL 桑葚果渣色素提取液的 ABTS⁺ 自由基清除率为 98.22%。

关键词: 桑葚果渣; 溶剂-超声波-酶法; 提取; 工艺优化; 抗氧化活性

Mulberry Residue Pigment Extracted by Assisted by Solvent-Ultrasonic-Enzyme Method and Its Antioxidant Activity

WU Jun¹, WU Jun-ting², HUANG Chuan-shu^{1*}, ZHAO Pei¹, LIU Yan¹, MA Jing-qiu¹

(1. Chongqing Sericulture Science and Technology Research institute, Chongqing 400700, China;

2. Army Logistics University of PLA, Chongqing 401331, China)

Abstract: This study took mulberry residue powder as the raw materials to optimize the extraction techniques of mulberry residue pigment by response surface test based on single factor test and studied the antioxidant activity of mulberry residue extracts. The results showed that the optimum conditions to extract mulberry residue pigment were 1:28 (g/mL) of the liquid ratio, 7% citric acid-90% ethanol (1:1 of the volume ratio), 80 U/mL cellulase, and ultrasonically extracting for 41 min under 300 W at 48 ℃. The extracts under such conditions had the scavenging effect on 2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) cation (ABTS⁺) free radicals and 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH) free radicals. The DPPH radical scavenging rate was 97.72% by 140 μL mulberry residue pigment extracts and the ABTS⁺ radical scavenging rate was 98.22% by 60 μL mulberry residue pigment extracts.

Key words: mulberry residue pigment; solvent-ultrasonic-enzyme method; extraction; process optimization; antioxidant activity

引文格式:

吴均, 吴俊葶, 黄传书, 等. 溶剂-超声波-酶法辅助提取桑葚果渣色素及其抗氧化活性研究[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(21): 123-130.

WU Jun, WU Junting, HUANG Chuanshu, et al. Mulberry Residue Pigment Extracted by Assisted by Solvent-Ultrasonic-Enzyme Method and Its Antioxidant Activity[J]. Food Research and Development, 2022, 43(21): 123-130.

基金项目: 重庆市科研院所绩效激励引导专项(scky2020jxjlc0401)

作者简介: 吴均(1988—), 女(汉), 工程师, 硕士研究生, 研究方向: 蚕桑资源功能物质研究、综合应用及产业化技术研究。

* 通信作者: 黄传书(1965—), 男(汉), 高级工程师, 本科, 研究方向: 桑树栽培管理、品种选育及桑资源综合应用技术研究。

桑葚富含多糖、脂肪酸、花色苷、鞣质、芦丁、维生素、蛋白质、果胶、粗纤维等成分^[1],具有抑菌、抗氧化、抑制动脉粥样硬化和有害物质生成的作用^[2-6]。因桑葚皮薄、易腐败、易霉变和保质期极短等特点使其工业化发展受到了极大的限制,我国桑葚种植面积大、分布广,资源丰富,但总体利用率较低,绝大多数以采摘鲜食为主,加工产品主要为果干、果汁、果醋、果粉、果膏和果酒等^[7-11]。加工产生的果渣营养丰富但通常被丢弃,资源浪费十分严重。研究表明,桑葚果渣中富含大量有色物质花色苷^[12],可作为理想的天然色素提取原料^[13]。

近年来,人们对食品安全的重视程度越来越强,用天然色素代替化学合成色素已成为必然趋势^[14-15],不仅是因为天然色素无毒,更因为它本身就是食品中具有生理活性的一部分,且营养丰富^[16-17],将其添加至食品中对人体健康有益。从桑葚果渣中提取天然色素,可以拓宽天然色素的获取渠道,满足轻工业对天然色素日渐增长的需求,也能提高桑葚产品的附加值。色素提取工艺主要有溶剂提取法^[18]、超声波辅助提取法^[19]、微波辅助提取法^[20]、酶解法^[21]、微生物发酵提取法^[22]和超临界CO₂法^[23]等。溶剂-超声波-酶法辅助提取法将3种方法整合,促进溶剂与有效成分融合,加快色素的溶解速度,提高色素的提取率,且不会造成成分的破坏,最大限度的保证产物的品质。本试验优化溶剂-超声波-酶法辅助提取桑葚果渣色素的工艺条件,获得提取液后分析其抗氧化活性,为桑葚果渣废弃物的开发应用提供试验依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

桑葚果渣:重庆市蚕业科学技术研究院;无水柠檬酸(食品级):潍坊英轩实业有限公司;无水乙醇(分析纯):成都市科隆化学品有限公司;盐酸(分析纯):国药集团化学试剂有限公司;纤维素酶(食品级,5万U/g)、维生素C(分析纯):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)(分析纯):合肥博美生物科技有限责任公司;2,2'-联氮-双-3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸[2,2'-azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid), ABTS](分析纯):上海麦克林生化科技有限公司;Trolox(纯度97%):美国sigma公司。

1.2 仪器与设备

原汁机(H-200):上海韩惠人爱家电科技有限公司;电热鼓风干燥箱(101型):北京科伟永兴仪器有限

公司;破壁料理机(MJ-PB80Easy215):广东美的生活电器制造有限公司;超声波清洗仪(SB25-12DTD):宁波新芝生物科技股份有限公司;数显全温振荡器(HZQ-2):山东博科科学仪器有限公司;旋转蒸发器(RE-52AA):上海亚荣生化仪器厂;冷冻干燥机(CTFD-12S):青岛永合创信电子科技有限公司;pH计(PHS-3C):上海雷磁仪器有限公司;紫外可见分光光度计(Ultra-3600):北京普源精电科技有限公司。

1.3 方法

1.3.1 原料预处理

将废弃冷冻果渣置于搪瓷盘中,于60℃烘箱中烘干,用破壁料理机破碎成粉,过80目筛,于-4℃条件下避光保存。

1.3.2 桑葚果渣色素的最大吸收波长测定

称取适量桑葚果渣粉末于三角瓶中,按1:25(g/mL)料液比加入50%乙醇,置于超声功率300W、50℃下提取30min,10000r/min离心10min,吸取1mL上清液至25mL棕色容量瓶,超纯水定容,用紫外可见分光光度计进行400nm~700nm可见光波段扫描,确定最大吸收波长。试验设3次重复。

1.3.3 桑葚果渣色素提取的单因素试验

称取适量桑葚果渣粉末,以柠檬酸-90%乙醇(体积比1:1)为提取溶剂提取桑葚果渣色素,考察柠檬酸浓度(6.0%、6.5%、7.0%、7.5%、8.0%)、料液比[1:20、1:25、1:30、1:35、1:40(g/mL)]、纤维素酶添加量(40、60、80、100、120U/mL)、超声温度(30、40、50、60、70℃)、超声时间(20、30、40、50、60min)、超声功率(240、300、360、420、480、540、600W)对吸光度的影响。提取液于10000r/min离心10min,取1mL上清液至10mL棕色容量瓶,超纯水定容,于最大吸收波长513nm处测定吸光度。

1.3.4 桑葚果渣色素提取的响应面试验

以单因素试验结果为依据,选择对结果影响较大的柠檬酸浓度(A)、料液比(B)、超声温度(C)和超声时间(D)为自变量,以吸光度(Y)为响应值,采用响应面法进行优化,对桑葚果渣色素最佳提取工艺条件进行设计,试验设计因素与水平见表1。

表1 Box-Behnken 试验设计因素与水平

Table 1 Factors and levels of Box-Behnken experiments design

水平	A 柠檬酸 浓度/%	B 料液比/ (g/mL)	C 超声 温度/℃	D 超声 时间/min
-1	6.5	1:25	40	30
0	7.0	1:30	50	40
1	7.5	1:35	60	50

1.3.5 桑葚果渣色素的抗氧化活性分析

1.3.5.1 DPPH 自由基清除率测定

分别取 20、40、60、80、100、120、140、160 μL 的桑葚果渣色素提取液于试管中,用超纯水补充至 3 mL,加入 3 mL 0.2 mmol/L DPPH 溶液摇匀,避光放置 30 min,于波长 513 nm 处测定吸光度 A_i 。同时测定含有 20、40、60、80、100、120、140、160 μL 的桑葚果渣色素提取液(超纯水补充至 3 mL)与无水乙醇各 3 mL 混合后的溶液吸光度 A_j ,以及无水乙醇与 0.2 mmol/L DPPH 溶液各 3 mL 混合后的溶液吸光度 A_0 ^[24];以 V_c 和 Trolox 做阳性对照。DPPH 自由基清除率计算公式如下。

$$\text{DPPH 自由基清除率}/\%=[1-(A_i-A_j)/A_0]\times 100$$

1.3.5.2 ABTS⁺自由基清除率测定

分别取 10、20、30、40、50、60、70、80 μL 的粗提色素溶液于试管中,用超纯水补充至 0.2 mL,加入 ABTS⁺工

作液 5.8 mL,摇匀,避光放置 10 min,于波长 734 nm 处测定吸光度 A_i ,同时测定含有 10、20、30、40、50、60、70、80 μL 的桑葚果渣色素提取液(超纯水补充至 0.2 mL)与 5.8 mL 无水乙醇混合后的溶液吸光度 A_j ,以及 0.2 mL 无水乙醇与 5.8 mL ABTS⁺工作液混合后的溶液吸光度 A_0 ^[25];以 V_c 和 Trolox 做阳性对照。ABTS⁺自由基清除率计算公式如下。

$$\text{ABTS}^+ \text{ 自由基清除率}/\%=[1-(A_i-A_j)/A_0]\times 100$$

1.3.6 数据处理及绘图

采用 Excel、Origin 9.0 和 Design Expert 8.0.6 进行绘图和响应面分析。

2 结果与分析

2.1 桑葚果渣色素最大吸收波长测定结果

桑葚果渣色素的最佳吸收光谱图见图 1。

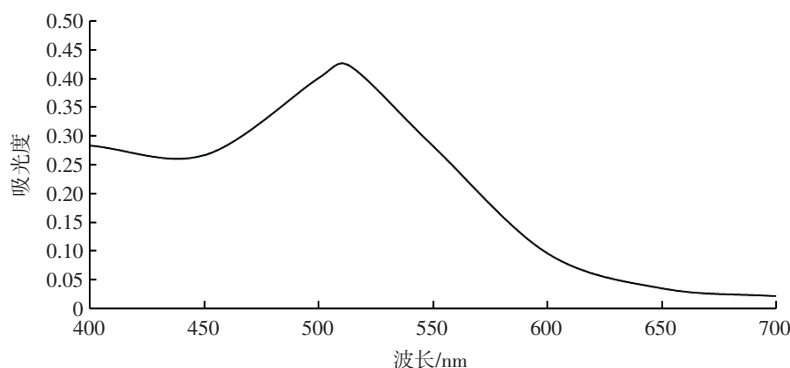


图1 桑葚果渣色素的最佳吸收光谱图

Fig.1 Optimal absorption wavelength of mulberry residue pigment

由图 1 可知,400 nm~700 nm 可见光波全段扫描稀释后的提取液在波长 513 nm 出现最大吸光度,吸光度为 0.422 4。

2.2 单因素试验结果

2.2.1 柠檬酸浓度对桑葚果渣色素提取的影响

柠檬酸浓度对桑葚果渣色素提取的影响见图 2。

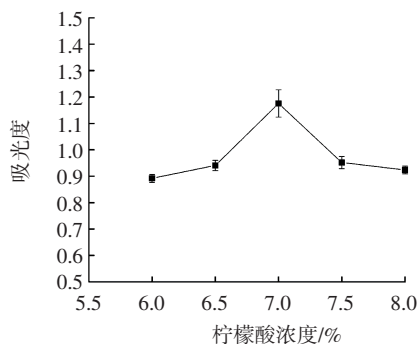


图2 柠檬酸浓度对桑葚果渣色素提取的影响

Fig.2 Effect of citric acid concentration on pigment extraction from mulberry residue

由图 2 可知,提取液的吸光度随着柠檬酸浓度增加先升高后下降,可能是因为花色苷的存在形式随着柠檬酸浓度的增加由醇型假碱转化为黄烺盐^[26]。当柠檬酸浓度上升到 7.0%时,提取液吸光度达到最大值;之后提取液的吸光度随着柠檬酸浓度的增加而下降,可能是因为随着柠檬酸浓度的增加,黄烺阳离子被水的亲核攻击而水合,浓度下降,使花色苷主要以无色的甲醇假碱或淡黄色查尔酮的形式存在。因此,最佳柠檬酸浓度为 7.0%。

2.2.2 料液比对桑葚果渣色素提取的影响

料液比对桑葚果渣色素提取的影响见图 3。

由图 3 可知,随着溶剂的增加,提取液的吸光度不断增加,料液比为 1:30 (g/mL)时吸光度达到最大值,随后溶剂继续增加,桑葚果渣色素溶液被稀释使得溶液浓度下降,吸光度下降。因此,最佳料液比为 1:30 (g/mL)。

2.2.3 纤维素酶添加量对桑葚果渣色素提取的影响

纤维素酶添加量对桑葚果渣色素提取的影响见图 4。

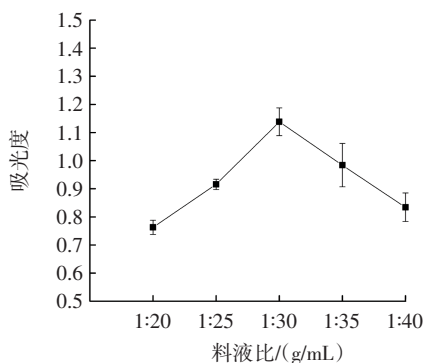


图3 料液比对桑葚果渣色素提取的影响

Fig.3 Effect of material-liquid ratio on pigment extraction from mulberry residue

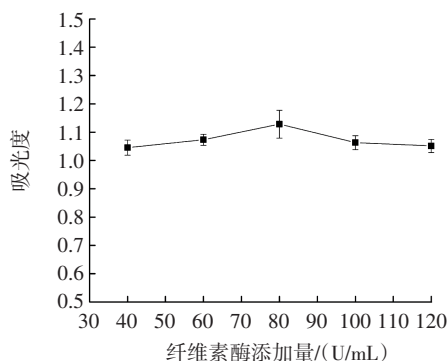


图4 纤维素酶添加量对桑葚果渣色素提取的影响

Fig.4 Effect of cellulase dosage on pigment extraction from mulberry residue

纤维素酶通过降解半纤维素和纤维素,使细胞结构局部变得疏松、膨胀、崩溃,细胞内的色素不断溶出,吸光度不断增加^[27]。由图4可知,随着纤维素酶添加量的增加,提取液中的色素含量不断增加,添加量为80 U/mL时吸光度达到最大值,随后酶添加量继续增加,吸光度反而有所下降。因此,最佳纤维素酶添加量为80 U/mL。

2.2.4 超声温度对桑葚果渣色素提取的影响

超声温度对桑葚果渣色素提取的影响见图5。

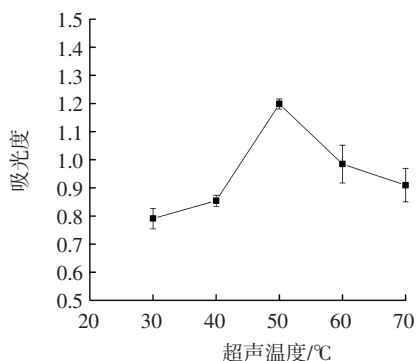


图5 超声温度对桑葚果渣色素提取的影响

Fig.5 Effect of ultrasonic temperature on pigment extraction from mulberry residue

由图5可知,随着超声温度的升高,提取液的吸光度不断增大,超声温度为50 °C时吸光度达到最大值,超声温度继续增加,吸光度降低,原因可能是当超声温度较低时,酶活较低,酶促反应慢,色素溶出较少,随着温度的升高,酶促反应加快,色素溶出增多;而当温度过高时,又会抑制酶的活性或使酶失活,酶促反应停止,且高温也会致使桑葚果渣色素大量分解,进一步使吸光度降低。因此,最佳超声温度为50 °C。

2.2.5 超声时间对桑葚果渣色素提取的影响

超声时间对桑葚果渣色素提取的影响见图6。

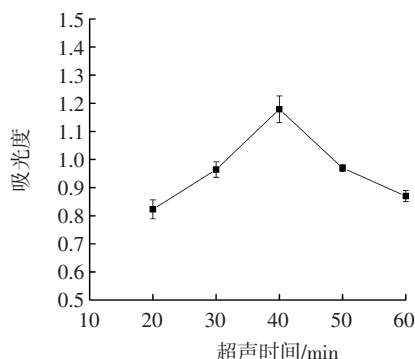


图6 超声时间对桑葚果渣色素提取的影响

Fig.6 Effect of ultrasonic time on pigment extraction from mulberry residue

由图6可知,随着超声时间的延长,吸光度不断增大,这是由于超声使得液体体系分子运动速度加快,色素加快溶出,提取液吸光度不断增大。当超声时间达到40 min时,吸光度达到最大值,之后超声时间继续延长吸光度逐渐降低,可能是因为超声时间过长导致桑葚果渣色素大量分解^[28]。因此,最佳超声时间为40 min。

2.2.6 超声功率对桑葚果渣色素提取的影响

超声功率对桑葚果渣色素提取的影响见图7。

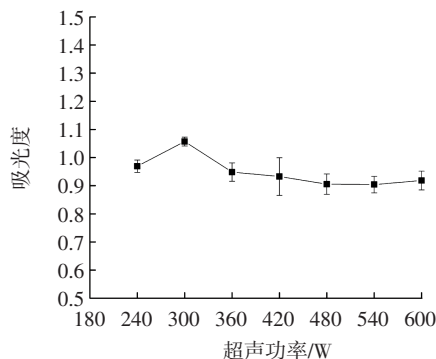


图7 超声功率对桑葚果渣色素提取的影响

Fig.7 Effect of ultrasonic power on pigment extraction from mulberry residue

由图7可知,超声功率低于300 W时,吸光度随着超声功率的增加而增大。功率为300 W时,吸光度

达到最大值,可能是因为随着超声功率的增加,溶液中分子之间的碰撞和摩擦频率逐渐增大,从而使产生的机械效应、空化效应、热效应相继增加,加快桑葚色素的溶出。当功率大于 300 W 时,吸光度开始减小,分析是产生的热效应使桑葚果渣色素分解,使吸光度减小^[29]。因此,最佳超声功率为 300 W。

2.3 响应面试验结果

2.3.1 响应面试验结果与方差分析

响应面试验结果见表 2。

表 2 Box-Behnken 试验设计方案及结果
Table 2 Results of Box-Behnken experiments design

试验号	A 柠檬酸 浓度	B 料液比	C 超声 温度	D 超声 时间	吸光度
1	0	1	-1	0	0.982 4
2	1	0	-1	0	1.150 5
3	0	1	0	1	0.765 8
4	0	-1	-1	0	1.184 8
5	0	0	0	0	1.381 1
6	0	0	-1	-1	0.950 6
7	1	0	0	-1	0.870 6
8	0	0	-1	1	1.000 3
9	1	0	0	1	0.959 0
10	1	-1	0	0	1.213 5
11	0	1	0	-1	0.783 3
12	0	0	0	0	1.314 6
13	-1	0	0	-1	0.784 2
14	0	0	0	0	1.358 4
15	-1	0	-1	0	0.886 3
16	0	1	1	0	0.790 4
17	0	-1	1	0	1.109 3
18	1	0	1	0	0.883 8
19	-1	0	0	1	0.915 9
20	0	-1	0	-1	1.008 7
21	-1	0	1	0	0.954 0
22	0	0	0	0	1.395 2
23	0	-1	0	1	1.170 2
24	0	0	1	1	0.883 0
25	-1	-1	0	0	1.022 2
26	0	0	1	-1	0.830 9
27	-1	1	0	0	0.824 5
28	1	1	0	0	0.834 8
29	0	0	0	0	1.349 6

采用 Design-Expert 8.0.6 分析软件对表 2 试验结果进行多元回归分析,得到预测模型回归方程为 $Y=1.36+0.044A-0.14B-0.059C+0.039D-0.045AB-0.084AC-$

$0.011AD-0.029BC-0.045BD+6.000\times10^{-4}CD-0.22A^2-0.17B^2-0.18C^2-0.26D^2$ 。方差分析见表 3。

表 3 回归模型方差分析
Table 3 Variance analysis of regression model

系数来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	1.13	14	0.080	61.26	<0.000 1**
A	0.023	1	0.023	4.01	<0.000 1**
B	0.25	1	0.25	3.36	<0.000 1**
C	0.041	1	0.041	24.96	<0.000 1**
D	0.018	1	0.018	0.24	<0.000 1**
AB	8.190×10^{-3}	1	8.190×10^{-3}	1.07	0.002 7**
AC	0.028	1	0.028	16.17	<0.000 1**
AD	4.687×10^{-4}	1	4.687×10^{-4}	10.90	0.398 0
BC	3.393×10^{-3}	1	3.393×10^{-3}	22.37	0.034 2
BD	8.010×10^{-3}	1	8.010×10^{-3}	0.26	0.002 9**
CD	1.440×10^{-6}	1	1.440×10^{-6}	6.17	0.962 1
A ²	0.30	1	0.30	301.90	<0.000 1**
B ²	0.18	1	0.18	377.21	<0.000 1**
C ²	0.20	1	0.20	135.66	<0.000 1**
D ²	0.45	1	0.45	354.07	<0.000 1**
残差	8.633×10^{-3}	14	6.166×10^{-4}		
失拟项	4.777×10^{-3}	10	4.777×10^{-4}	0.50	0.832 3
净误差	3.856×10^{-3}	4	9.640×10^{-4}		
总离差	1.13	28			

注:** 表示影响极显著($P<0.01$)。

由表 3 可知,该模型极显著($P<0.01$),失拟项不显著($P=0.832\ 3>0.05$),说明该模型拟合度较好,方程可以较好地预测结果^[30]。A、B、C、D、AB、AC、BD、A²、B²、C²、D²对桑葚果渣色素提取效果的影响极显著,说明它们对吸光度的影响比较复杂,不仅是简单的线性关系。 $R^2=0.970\ 4$, $R^2_{adj}=0.984\ 8$,说明该模型能解释 98.48%的变化,拟合度较好,因此能用此模型对桑葚果渣色素提取工艺进行分析和预测。由 F 值大小可知,4 个因素对响应值的影响顺序为超声温度(C)>柠檬酸浓度(A)>料液比(B)>超声时间(D)。

2.3.2 响应面交互作用

以回归方程为依据,绘制各因素之间交互作用的三维空间响应曲面图,结果见图 8。

三维图和等高线能够预测和检验自变量的响应值及自变量之间的关系^[31]。由图 8 可以看出 AB、AC 和 BD 的等高线呈椭圆形,说明两者交互作用对吸光度的影响大,达到极显著效果,CD、AD、BC 的等高线呈圆形,说明两者的交互作用不显著。

经响应面分析得到桑葚果渣色素最佳提取工艺条件为柠檬酸浓度 7.09%、料液比 1:27.73 (g/mL)、超

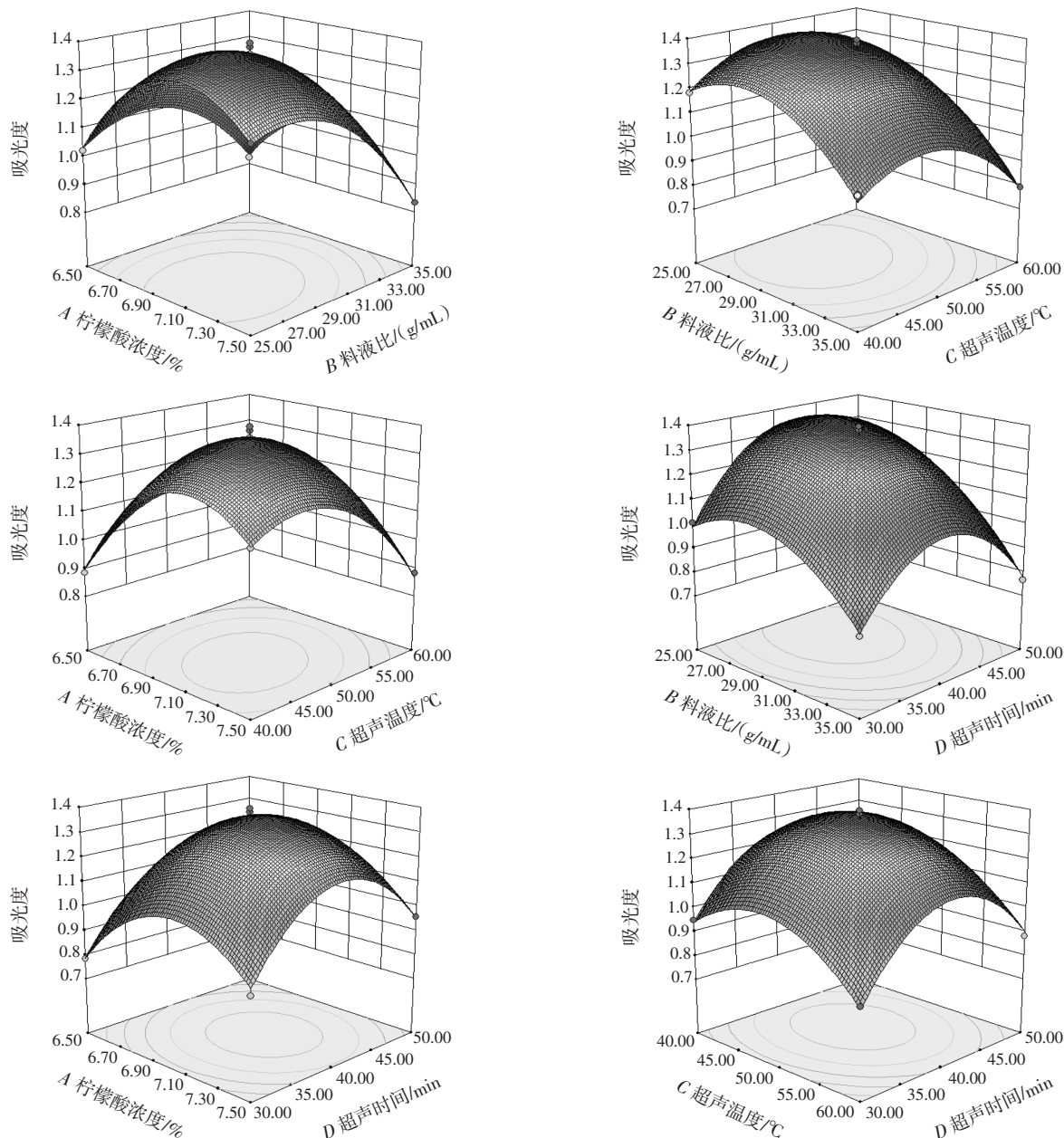


图8 各因素交互作用对桑葚果渣色素提取影响的响应面分析

Fig.8 Response surface analysis of the influence of interaction of various factors on pigment extraction from mulberry residue

声温度 48.30 ℃、超声时间 41.08 min, 桑葚果渣色素提取液吸光度预测值为 1.403 54; 为了方便操作, 将以上条件调整为柠檬酸浓度 7%、料液比 1:28 (g/mL)、超声温度 48 ℃、超声时间 41 min, 在此条件下进行桑葚果渣色素提取, 得到桑葚果渣色素提取液吸光度为 1.404 5, 真实值与预测值相符度高, 表明该提取工艺可行。

2.4 桑葚果渣色素抗氧化活性测定结果

桑葚果渣色素提取液的 DPPH 自由基清除率见图 9。

由图 9 可知, 样品体积小于 140 μL 时, 桑葚果渣色素提取液、 V_c 溶液、Trolox 溶液的 DPPH 自由基清除率

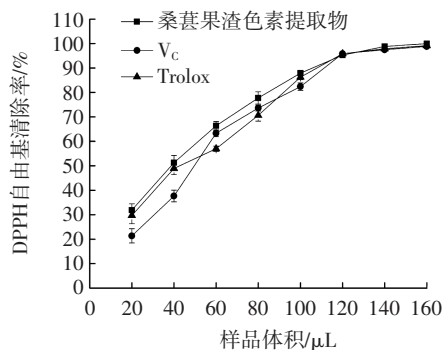


图9 桑葚果渣色素提取液的 DPPH 自由基清除率

Fig.9 DPPH scavenging capacity of mulberry marc pigment solution

随着样品体积的增加而增加。当样品体积为 140 μL 时,桑葚果渣色素提取液、 V_c 溶液、Trolox 溶液的 DPPH 自由基清除率分别为 97.72%、97.71% 和 97.05%,样品体积大于 140 μL 时,桑葚果渣色素提取液、 V_c 溶液、Trolox 溶液对 DPPH 自由基清除率的增长缓慢。相同体积的桑葚果渣色素提取液的 DPPH 自由基清除能力均高于 V_c 溶液和 Trolox 溶液。

桑葚果渣色素提取液的 ABTS⁺自由基清除率见图 10。

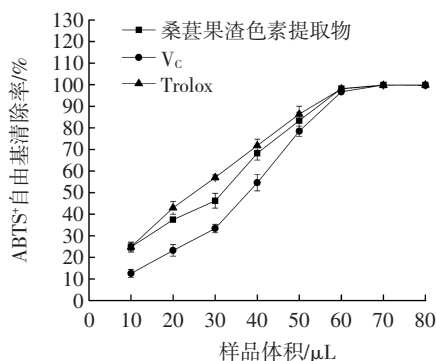


图 10 桑葚果渣色素提取液的 ABTS⁺自由基清除率

Fig.10 ABTS⁺ scavenging capacity of mulberry marc pigment solution

由图 10 可知,样品体积小于 60 μL 时,桑葚果渣色素提取液、 V_c 溶液、Trolox 溶液的 ABTS⁺自由基清除率随样品体积的增加而增加。当样品体积为 60 μL 时,桑葚果渣色素提取液、 V_c 溶液、Trolox 溶液的 ABTS⁺自由基清除率分别为 98.22%、96.68% 和 98.03%,样品体积大于 60 μL 时,桑葚果渣色素提取液、 V_c 溶液、Trolox 溶液对 ABTS⁺自由基清除率的增长缓慢。相同体积的桑葚果渣色素提取液的 ABTS⁺自由基清除能力要低于 Trolox 溶液,但略高于 V_c 溶液。

3 结论

通过单因素和响应面分析得到桑葚果渣色素的最佳提取工艺条件:柠檬酸浓度 7%、料液比 1:28 (g/mL)、超声温度 48 $^{\circ}\text{C}$ 、超声时间 41 min,在此条件下进行桑葚果渣色素提取,得到桑葚果渣色素提取液吸光度为 1.404 5。表明该模型拟合程度良好,能用此模型对桑葚果渣色素提取进行分析和预测,140 μL 桑葚果渣色素提取液的 DPPH 自由基清除率为 97.72%,60 μL 的桑葚果渣色素提取液的 ABTS⁺自由基清除率为 98.22%。该提取工艺能够提高桑葚果渣色素的提取率,对具有高活性成分天然桑葚色素的提取具有指导意义。

参考文献:

[1] 李冬香,陈清西.桑葚功能成份及其开发利用研究进展[J].中国

农学通报,2009,25(24):293-297.

LI Dongxiang, CHEN Qingxi. Study progress of functional ingredient and development in mulberry[J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2009, 25(24): 293-297.

[2] 王晗,朱华平,李文钊,等.桑葚提取物中花青素分析及其体外抗氧化活性研究[J].食品与发酵工业,2019,45(15):170-175.

WANG Han, ZHU Huaping, LI Wenzhao, et al. Anthocyanins in mulberry extract and their *in vitro* antioxidant activity[J]. Food and Fermentation Industries, 2019, 45(15): 170-175.

[3] 杨新,卢红梅,杨双全,等.桑葚及桑葚果酒的研究进展[J].食品与发酵工业,2019,45(4):257-262.

YANG Xin, LU Hongmei, YANG Shuangquan, et al. Research progress on mulberry and mulberry wine[J]. Food and Fermentation Industries, 2019, 45(4): 257-262.

[4] 刘书晶,吴彩娥,范龚健,等.桑葚酒发酵期间花色苷及抗氧化活性变化[J].食品与生物技术学报,2018,37(6):624-631.

LIU Shujing, WU Caie, FAN Gongjian, et al. Research on changes of anthocyanin and antioxidant activity of mulberry wine during fermentation[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2018, 37(6): 624-631.

[5] BURGOS G, AMOROS W, SALAS E, et al. Carotenoid concentrations of native Andean potatoes as affected by cooking[J]. Food Chemistry, 2012, 133(4): 1131-1137.

[6] CLIFFORD M N. Anthocyanins—nature, occurrence and dietary burden[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2000, 80(7): 1063-1072.

[7] 吕春玲,张英,姜绍通.响应面法优化桑葚汁复合酶解制备工艺及微滤技术对其品质的影响[J].食品科学,2015,36(18):41-46.

LÜ Chunling, ZHANG Ying, JIANG Shaotong. Optimization of enzymatic hydrolysis conditions for the production of mulberry juice by response surface methodology and influence of microfiltration on the quality of mulberry juice[J]. Food Science, 2015, 36(18): 41-46.

[8] 徐佳,高萌.桑葚果醋发酵条件的优化[J].中国酿造,2015,34(8):160-163.

XU Jia, GAO Meng. Optimization of fermentation conditions of mulberry vinegar[J]. China Brewing, 2015, 34(8): 160-163.

[9] 李斌,王夷秀,毕金峰,等.热风与中短波红外泡沫干燥对桑葚粉品质的影响[J].食品科学,2017,38(17):47-52.

LI Bin, WANG Yixiu, BI Jinfeng, et al. Effects of hot-air and medium-short wave infrared foam drying on the quality of mulberry powder[J]. Food Science, 2017, 38(17): 47-52.

[10] 刘於.桑葚成分分析及低糖果酱的工艺参数优化[D].雅安:四川农业大学,2014.

LIU Yu. Mulberry ingredient comparison and low sugar mulberry jam craft research[D]. Ya'an: Sichuan Agricultural University, 2014.

[11] 王超萍,蒋锡龙.红曲桑葚酒的酿造技术[J].食品工业,2019,40(2):51-55.

WANG Chaoping, JIANG Xilong. Brewing technology of *Monascus* mulberry wine[J]. The Food Industry, 2019, 40(2): 51-55.

[12] 邹宇晓,廖森泰,肖更生,等.蚕桑资源多元化开发利用新技术

- 研究进展[J]. 蚕业科学, 2016, 42(4): 561-569.
- ZOU Yuxiao, LIAO Sentai, XIAO Gengsheng, et al. Advancement of new technology in diversified utilization of silkworm and mulberry resources[J]. Science of Sericulture, 2016, 42(4): 561-569.
- [13] 刘永, 傅先枫. 超声波辅助提取桑葚色素及热降解动力学[J]. 食品工业, 2016, 37(1): 146-148.
- LIU Yong, FU Xianfeng. Ultrasonic-assisted extraction of mulberry pigment and its thermal degradation kinetics[J]. The Food Industry, 2016, 37(1): 146-148.
- [14] VARGAS-CAMPOS L, VALLE-GUADARRAMA S, MARTÍNEZ-BUSTOS F, et al. Encapsulation and pigmentation potential of betalains of pitaya (*Stenocereus pruinosus*) fruit[J]. Journal of Food Science and Technology, 2018, 55(7): 2436-2445.
- [15] WROLSTAD R E, CULVER C A. Alternatives to those artificial FD & C food colorants[J]. Annual Review of Food Science and Technology, 2012, 3: 59-77.
- [16] STINTZING F C, HERBACH K M, MOSSHAMMER M R, et al. Color, betalain pattern, and antioxidant properties of *Cactus* pear (*Opuntia* spp.) clones[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2005, 53(2): 442-451.
- [17] RODRIGUEZ E B, VIDALLON M L P, MENDOZA D J R, et al. Health-promoting bioactivities of betalains from red dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton and Rose) peels as affected by carbohydrate encapsulation[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2016, 96(14): 4679-4689.
- [18] YANG W H, WANG J H, LI X L, et al. A new method research for determination of natural pigment crocin yellow in foods by solid-phase extraction ultrahigh pressure liquid chromatography[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218(11): 1423-1428.
- [19] CHEN F, SUN Y Z, ZHAO G H, et al. Optimization of ultrasound-assisted extraction of anthocyanins in red raspberries and identification of anthocyanins in extract using high-performance liquid chromatography-mass spectrometry[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2007, 14(6): 767-778.
- [20] 张朝红, 古月华, 房红娟, 等. 微波辅助提取果桑花色苷的工艺研究[J]. 食品科学, 2010, 31(18): 192-195.
- ZHANG Chaohong, GU Yuehua, FANG Hongjuan, et al. Microwave-assisted extraction of total anthocyanins from mulberry fruit[J]. Food Science, 2010, 31(18): 192-195.
- [21] 李颖畅, 孟宪军. 酶法提取蓝莓果中花色苷的研究[J]. 食品工业科技, 2008, 29(4): 215-218.
- LI Yingchang, MENG Xianjun. Study on enzyme extraction technology of anthocyanins from blueberry fruits[J]. Science and Technology of Food Industry, 2008, 29(4): 215-218.
- [22] 霍琳琳. 桑椹红色素的提取纯化及结构初步鉴定[D]. 杭州: 浙江大学, 2006.
- HUO Linlin. Studies on mulberry red pigments: Extraction, isolation and structure identification[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2006.
- [23] 韩江南. 牡丹花色与花色苷的研究[D]. 洛阳: 河南科技大学, 2010.
- HAN Jiangnan. The study on flower colors and anthocyanins of tree peony[D]. Luoyang: Henan University of Science and Technology, 2010.
- [24] 吴均, 黄传书, 赵珮, 等. 响应面法优化桑葚果酒发酵工艺及其品质分析[J]. 中国酿造, 2021, 40(1): 98-104.
- WU Jun, HUANG Chuanshu, ZHAO Pei, et al. Optimization of fermentation technology of mulberry wine by response surface methodology and quality analysis[J]. China Brewing, 2021, 40(1): 98-104.
- [25] 程宏桢, 蔡志鹏, 王静, 等. 百香果全果酒发酵工艺优化及体外抗氧化性比较分析[J]. 中国酿造, 2020, 39(4): 91-97.
- CHENG Hongzhen, CAI Zhipeng, WANG Jing, et al. Optimization of fermentation process for whole passion fruit wine and comparative analysis of antioxidant activity *in vitro*[J]. China Brewing, 2020, 39(4): 91-97.
- [26] DOWNEY M, MAZZA M, KRSTIC M. Development of a stable extract for anthocyanins and flavonols from grape skin[J]. American Journal of Enology and Viticulture, 2007, 58(3): 358-364.
- [27] 章萍萍. 紫薯花青素的提取、纯化及其抗氧化和益生元活性研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2017.
- ZHANG Pingping. Study on extraction, purification and activity of antioxidant and prebiotics of purple sweet potato anthocyanins[D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2017.
- [28] 管冠宇, 陶玉贵, 葛飞, 等. 超声波辅助提取桑椹果渣色素的工艺优化[J]. 安徽工程大学学报, 2018, 33(5): 1-6.
- GUAN Guanyu, TAO Yugui, GE Fei, et al. Process optimization of ultrasonic assisted extraction of pigments from mulberry dregs[J]. Journal of Anhui Polytechnic University, 2018, 33(5): 1-6.
- [29] 张增帅, 董文宾, 卢军, 等. 桑葚色素超声波辅助双水相萃取分离及其抗氧化性[J]. 食品工业, 2019, 40(12): 157-161.
- ZHANG Zengshuai, DONG Wenbin, LU Jun, et al. Ultrasonic-assisted extraction with aqueous two-phase of pigment from mulberry and its antioxidant activity[J]. Food Industry, 2019, 40(12): 157-161.
- [30] 咎立峰, 杨香瑜, 张策, 等. 响应面优化沙县无核黑枣果酒发酵工艺[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(8): 139-144.
- ZAN Lifeng, YANG Xiangyu, ZHANG Ce, et al. Optimization of fermentation of date plum fruit wine by response surface methodology[J]. Food Research and Development, 2019, 40(8): 139-144.
- [31] 徐响, 孙丽萍, 董捷. 响应面法优化蜂胶超临界二氧化碳萃取工艺的研究[J]. 食品科学, 2009, 30(8): 86-89.
- XU Xiang, SUN Liping, DONG Jie. Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of effective components from *Propolis* using response surface methodology[J]. Food Science, 2009, 30(8): 86-89.

加工编辑:冯娜

收稿日期:2021-08-12