

红树莓多酚的醇法提取工艺优化

旷 慧¹, 迟 超¹, 吕长山², 王 萍¹, 赵 鑫¹, 王金玲^{1,*}

(1.东北林业大学林学院, 黑龙江 哈尔滨 150040; 2.东北农业大学应用技术学院, 黑龙江 哈尔滨 150030)

摘 要:以‘菲尔杜德’、‘宝石红’红树莓果实为原料,采用醇法提取红树莓多酚。以乙醇为提取溶剂,以乙醇体积分数、提取温度、料液比、提取时间、提取次数为因素,以多酚提取量为指标,通过单因素试验及 $L_9(3^4)$ 正交试验优化醇法提取红树莓多酚的工艺参数,同时采用邓肯多重范围检验法检验不同处理间的差异显著性。结果表明,‘菲尔杜德’红树莓多酚的最佳提取工艺参数为乙醇体积分数70% (pH 6)、提取温度45℃、料液比1:6 (g/mL)、提取时间3.5 h、提取2次;‘宝石红’红树莓多酚的最佳提取工艺参数为乙醇体积分数65% (pH 6)、提取温度45℃、料液比1:5 (g/mL)、提取时间3.5 h、提取2次。在此条件下,两种红树莓多酚提取量分别为 (373.78 ± 4.08) 、 (287.08 ± 4.91) mg/100 g。该工艺可靠、稳定,具有一定的参考价值。

关键词:红树莓; 多酚; 提取; 正交试验; 邓肯多重范围检验法

Optimization of Ethanol Extraction Process for Polyphenols from Red Raspberry

KUANG Hui¹, CHI Chao¹, LÜ Changshan², WANG Ping¹, ZHAO Xin¹, WANG Jinling^{1,*}

(1. School of Forestry, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China;

2. School of Applied Technology, Northeast Agricultural University, Harbin 150030, China)

Abstract: Fruits from two different cultivars of red raspberry, ‘Fertod Zamatos’ and ‘U.S. Raspberry’, were selected for extracting polyphenols using ethanol as the solvent. Optimization of extraction parameters was carried out using one-factor-at-a-time method and an orthogonal array design $L_9(3^4)$. Ethanol concentration, extraction temperature, solid-to-solvent ratio, extraction time and number of extraction cycles were chosen as the independent variables. The response was the extraction yield of polyphenols. Duncan’s Multiple-Range test was adopted to examine the significance of differences among various treatments. The optimal extraction conditions for polyphenols were established as follows: 70% (V/V) ethanol (pH 6), 45℃, solid-to-solvent ratio of 1:6 (g/mL), 2 extraction cycles, and 3.5 h each cycle for ‘Fertod Zamatos’; and 65% (V/V) ethanol (pH 6), 45℃, solid-to-solvent ratio of 1:5 (g/mL), 2 extraction cycles, and 3.5 h each cycle for ‘U.S. Raspberry’. The corresponding yields of polyphenols from these two cultivars were (373.78 ± 4.08) mg/100 g and (287.08 ± 4.91) mg/100 g, respectively. These results indicated that the extraction procedure was reliable, stable and practical.

Key words: red raspberry; polyphenols; extraction; orthogonal array test; Duncan’s multiple-range test

DOI:10.7506/spkx1002-6630-201610015

中图分类号: S663.2; TS255.1

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630 (2016) 10-0088-06

引文格式:

旷慧, 迟超, 吕长山, 等. 红树莓多酚的醇法提取工艺优化[J]. 食品科学, 2016, 37(10): 88-93. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201610015. <http://www.spkx.net.cn>

KUANG Hui, CHI Chao, LÜ Changshan, et al. Optimization of ethanol extraction process for polyphenols from red raspberry[J]. Food Science, 2016, 37(10): 88-93. (in Chinese with English abstract) DOI:10.7506/spkx1002-6630-201610015. <http://www.spkx.net.cn>

红树莓 (*Rubus idaeus* L.) 为蔷薇科浆果, 俗名托盘、覆盆子、马林等, 作为第三代保健型水果, 它在世界上享有“黄金水果”的声誉^[1]。红树莓果实中不仅富

含果糖、有机酸、维生素、氨基酸、矿物质等基本营养成分, 同时含有大量的酚类物质, 如酚酸、黄酮、花色苷、鞣花酸、树莓酮、水杨酸等^[2-3]; 研究^[4]表明, 这些

收稿日期: 2015-08-24

基金项目: 卓越农林人才教育培养计划改革试点项目 (41110211); 中央高校基本科研业务费专项 (2572014CA14)

作者简介: 旷慧 (1992—), 女, 硕士研究生, 研究方向为植物源活性物质。E-mail: belonghui2010@163.com

*通信作者: 王金玲 (1975—), 女, 副教授, 博士, 研究方向为植物源活性物质。E-mail: wangjinling08@163.com

酚类物质具有抗氧化、抗炎、抗增殖、治疗心血管疾病、抑菌等生物学功能。有研究显示,红树莓的抗氧化活性与多酚具有密切联系。Maksimovic等^[5]发现秋福果实的抗氧化活性(对2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐自由基的清除能力)与总酚含量相关性极显著($R^2=0.999\ 9$);王睿婷等^[6]研究发现红树莓果实对1,1-二苯基-2-三硝基苯肼和2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐自由基的清除率与多酚含量显著相关;Wang等^[7]报道黑树莓和红树莓的抗氧化活性与总酚含量具有线性相关关系(r 分别为0.961和0.911)。有机溶剂提取法是提取植物多酚时最常用的方法之一^[8]。乙醇、甲醇、丙酮等能有效地破坏多酚与蛋白质、多糖间的分子作用力,且它们与水形成的复合体系能有效地使植物多酚溶出,但有机溶剂提取法也存在溶剂使用量大、耗时长、产品安全性低等缺点^[9]。

植物多酚因其对人体健康的积极作用已成为目前研究的热点^[10],但国内外对于红树莓的研究主要集中在花色苷、树莓酮、鞣花酸等功能因子上,研究内容主要是这些因子的生理活性如抗氧化、抗肿瘤、抑菌、治疗心血管疾病等,但关于红树莓多酚的系统研究报道较少。本研究以产量高、品质好、耐贮运性强的两个栽培品种红树莓^[11](‘菲尔杜德’和‘宝石红’)为材料,通过单因素试验及正交试验对醇法提取红树莓多酚的工艺进行了优化,并采用邓肯多重范围检验法对显著因素进行系统分析,得到了提取红树莓多酚的最佳工艺参数,以期红树莓多酚的开发、应用提供参考。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

‘菲尔杜德’、‘宝石红’两种红树莓采自黑龙江省尚志市,速冻处理后运回东北林业大学食品科学与工程实验室冻藏。

没食子酸(分析纯) 上海源叶生物科技有限公司;福林-酚试剂 天津市光复精细化工研究所;无水碳酸钠、磷酸缓冲溶液、磷酸、无水乙醇、丙酮 天津市天力化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

ALC-1104电子天平 北京赛多利斯仪器系统有限公司;TDL-5-W台式低速离心机 湖南星科科学仪器有限公司;DHG-9240型电热恒温鼓风干燥箱 上海一恒科技有限公司;722S可见分光光度计 上海精密科学仪器有限公司;RE-2000A旋转蒸发器 河南省巩义市予华仪器有限公司。

1.3 方法

1.3.1 红树莓多酚的提取工艺

沉淀 → 重复浸提
↑ ↓

速冻红树莓→室温解冻→研磨→按比例加入乙醇提取剂→密封振荡提取→离心(4 000 r/min, 12 min)→合并滤液→真空旋转浓缩(45℃, 0.1 MPa)→提取液→蒸馏水定容→冷藏

1.3.2 红树莓多酚提取量的测定

参考Pantelidis等^[12]方法,采用福林酚法,以没食子酸标准溶液质量浓度(mg/mL)为横坐标,溶液吸光度为纵坐标,得到标准曲线为: $y=9.917\ 7x+0.036\ 0$ ($R^2=0.998\ 7$)。红树莓果实中多酚提取量以每100 g红树莓果实(鲜质量)中总酚的毫克数表示。

1.3.3 提取溶剂种类的确定

选择甲醇、无水乙醇、水、丙酮、乙酸乙酯、70%丙酮溶液、70%乙醇溶液7种溶剂作提取剂。准确称取7份冷冻红树莓果实各10 g,研磨均匀后置于烧瓶中,按1:5(g/mL)加入提取剂,40℃条件下振荡提取3 h后离心,旋转蒸发,回收溶剂,得到多酚粗提物。平行3组实验。通过测定多酚提取量来确定提取红树莓多酚的最佳提取溶剂。

1.3.4 醇法提取红树莓多酚的单因素试验

以乙醇作为提取溶剂,按照1.3.1节中的工艺提取红树莓多酚。通过单因素试验进一步确定乙醇体积分数、提取温度、料液比、提取时间、提取次数对红树莓多酚提取效果的影响。单因素水平设计见表1。固定条件为:乙醇体积分数70%、提取温度40℃、料液比1:5(g/mL)、提取时间3 h、溶剂pH 7、提取次数1。

表1 单因素试验因素及水平设计
Table 1 Factors and levels used in single-factor tests

水平	A乙醇 体积分数/%	B提取 温度/℃	C料液比 (g/mL)	D提取 时间/h	E提取 次数
1	40	30	1:3	1	1
2	50	40	1:5	2	2
3	60	50	1:8	3	3
4	70	60	1:10	4	4
5	80	70	1:12	5	

1.3.5 正交试验设计

以乙醇体积分数、提取温度、料液比和提取时间为试验因素,以多酚提取量为试验指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验,因素水平设计如表2所示(每组试验重复3次,提取2次)。

表2 正交试验因素与水平
Table 2 Factors and levels used in orthogonal array tests

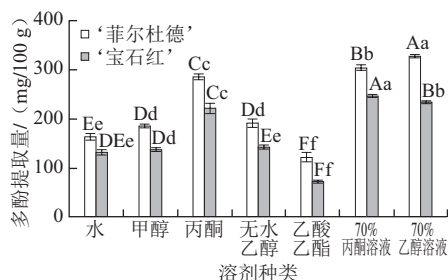
水平	因素			
	A乙醇体积分数/%	B提取温度/℃	C料液比(g/mL)	D提取时间/h
1	65	35	1:4	2.5
2	70	40	1:5	3.0
3	75	45	1:6	3.5

1.4 数据处理

每个实验3次重复,数据以“ $\bar{x} \pm s$ ”显示,数据采用Excel、SPSS软件进行分析处理并作图。

2 结果与分析

2.1 提取溶剂种类的确定



同种红树莓大写字母不同表示差异极显著 ($P < 0.01$), 小写字母不同表示差异显著 ($P < 0.05$)。

图1 溶剂种类对红树莓多酚提取效果的影响

Fig. 1 Effects of different solvents on the extraction efficiency of polyphenols from red raspberry

由图1可知,不同极性溶剂对红树莓多酚的提取效果不同。红树莓多酚在有机溶剂如甲醇、丙酮、无水乙醇等中溶解性相对较大,丙酮对红树莓多酚的提取效果最好,其次是无水乙醇。当用70%丙酮溶液和70%乙醇溶液提取时,它们对红树莓多酚的提取效果优于单一有机溶剂/水。70%乙醇溶液对‘菲尔杜德’红树莓多酚的提取效果更好 (326.89 mg/100 g),而70%丙酮溶液对‘宝石红’红树莓多酚的提取量更高 (246.71 mg/100 g),但考虑到乙醇和丙酮的安全性、成本和毒性,选择70%乙醇溶液作为提取红树莓多酚的溶剂。

2.2 单因素试验结果

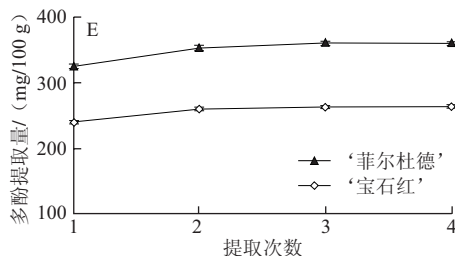
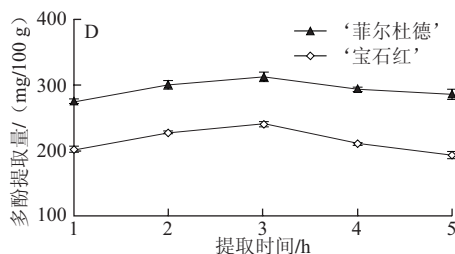
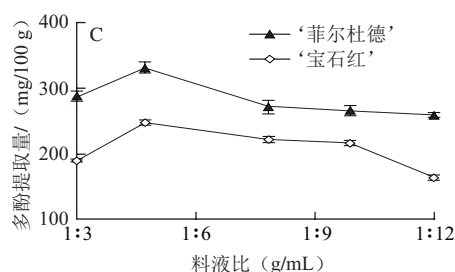
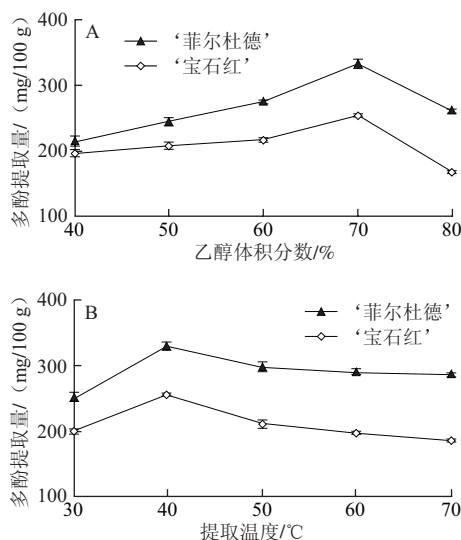


图2 乙醇体积分数 (A)、提取温度 (B)、料液比 (C)、提取时间 (D) 和提取次数 (E) 对红树莓多酚提取效果的影响

Fig. 2 Effects of ethanol concentration, extraction temperature, ratio of solid to solvent, extraction time and number of extraction cycles on the extraction efficiency of polyphenols from red raspberry

由图2A可知,乙醇体积分数在40%~70%范围时,红树莓多酚的提取量随着乙醇体积分数的增大而升高,70%乙醇溶液时两种红树莓多酚提取量最高,分别为333.72、253.79 mg/100 g。乙醇体积分数继续增大时,红树莓多酚提取量反而下降。原因可能是当乙醇体积分数较高时 (>70%) 会增大醇溶性杂质、色素、强亲脂性物质的溶解,这些物质抑制了多酚同乙醇-水分子的结合能力;过高的乙醇体积分数会使植物细胞失水而降低通透性,也会影响多酚的渗出,导致多酚提取量下降^[13]。

由图2B可知,在提取温度为30~40 °C 范围内时,红树莓多酚的提取量随着提取温度的升高而显著提高,当提取温度为40 °C 时,两种红树莓多酚的提取量最高,分别为329.05、254.70 mg/100 g。当温度继续升高时,红树莓多酚的提取量反而下降。温度适当升高时,分子运动加速,多酚与蛋白质、糖类等分子间的氢键更易断裂,多酚物质的渗透和扩散速率也加快,从而使多酚类物质更易于溶出^[14]。但过高的温度也会使多酚发生氧化或者降解等一些不可逆的化学反应^[15]。

由图2C可知,料液比在1:3~1:5 (g/mL)范围内时,红树莓多酚的提取量随着溶剂用量的升高而增大,当料液比为1:5时,两种红树莓多酚的提取量最大,分别为331.57、247.12 mg/100 g。当溶剂用量继续增大时,红树莓多酚的提取量反而下降。固液之间的质量浓度梯度是提取物发生转移的动力,通过提高溶剂用量,可以增加质量浓度梯度,有利于提取物的溶出。但当料液比达到某一极限时,再提高料液比收效不大或抑制多酚的渗出^[16]。

由图2D可知,当提取时间在1~3 h内时,红树莓多酚的提取量随着时间的延长而逐渐增大,当提取时间为3 h时,两种红树莓多酚的提取量最大,分别为312.43、239.01 mg/100 g。当提取时间继续延长时,红树莓多酚提取量反而下降。过长的提取时间会使多酚类物质分解,降低提取量^[17]。

由图2E可知,当提取次数为2时,两种红树莓多酚的提取量分别为358.73、261.30 mg/100 g,与提取1次相比,分别提高了10.18%、8.94%。当提取次数为3时,两种红树莓多酚的提取量几乎不再增大,因此提取次数为2次。

2.3 正交试验结果

根据单因素试验结果,选取乙醇体积分数、提取温度、料液比、提取时间为试验因素,以多酚提取量为试验指标,利用 $L_9(3^4)$ 正交试验进一步优化醇法提取红树莓多酚的工艺条件。正交试验设计与结果见表3。

表3 正交试验设计与结果

Table 3 Orthogonal array design with experimental results

试验号	A乙醇体积分数	B提取温度	C料液比	D提取时间	多酚提取量/(mg/100 g)	
					‘菲尔杜德’	‘宝石红’
1	1	1	1	1	291.32±2.56	231.22±2.83
2	1	2	2	2	295.71±4.18	247.17±3.61
3	1	3	3	3	373.22±3.10	272.58±1.03
4	2	1	2	3	330.51±5.81	254.79±2.63
5	2	2	3	1	308.15±5.07	240.80±2.75
6	2	3	1	2	348.11±4.05	258.63±2.49
7	3	1	3	2	268.93±6.91	240.09±4.09
8	3	2	1	3	283.51±4.23	232.29±2.71
9	3	3	2	1	301.53±2.45	268.26±2.43
‘菲尔杜德’	k_1	320.08 ^{Bb}	296.92 ^{Bb}	307.65 ^{Bb}	300.33 ^{Bb}	
	k_2	328.92 ^{Aa}	295.79 ^{Bb}	309.25 ^{Bb}	304.25 ^{Bb}	
	k_3	284.66 ^{Cc}	340.95 ^{Aa}	316.77 ^{Aa}	329.08 ^{Aa}	
	R	44.27	45.17	9.12	28.75	
‘宝石红’	k_1'	250.32 ^{Aa}	242.03 ^{Bb}	240.71 ^{Cc}	246.76 ^{Bb}	
	k_2'	251.41 ^{Aa}	240.09 ^{Bb}	256.74 ^{Aa}	248.63 ^{Bb}	
	k_3'	246.88 ^{Bb}	266.49 ^{Aa}	251.15 ^{Bb}	253.22 ^{Aa}	
	R'	4.52	26.40	16.03	6.46	

注:同种红树莓同列大写字母不同表示差异极显著($P<0.01$),小写字母不同表示差异显著($P<0.05$)。

2.3.1 ‘菲尔杜德’红树莓多酚最优提取条件的选择

表4 正交试验结果的方差分析(‘菲尔杜德’)

Table 4 Analysis of variance for the extraction yield of polyphenols from ‘Fertod Zamatos’ red raspberry

变异来源	离均差平方和	自由度	均方差	F值
区组间	54.395	2	27.197	1.414
A乙醇体积分数	9 878.119	2	4 939.060	256.712** $F_{0.05(8,16)}=3.20$
B提取温度	11 939.977	2	5 969.989	310.296**
C料液比	426.619	2	213.309	11.087** $F_{0.01(8,16)}=5.48$
D提取时间	4 376.165	2	2 188.082	113.728**
误差	307.835	16	19.240	
总变异	26 983.110	26		

注:**差异极显著($P<0.01$),下同。

由表3、4可知,4个因素的主次顺序为提取温度>乙醇体积分数>提取时间>料液比,乙醇体积分数、提取温度、料液比和提取时间对‘菲尔杜德’红树莓多酚提取效果都具有极显著的影响^[18]。在本正交试验设计中,对于B因素,‘菲尔杜德’红树莓多酚的提取量在 B_3 和 B_1 水平间具有极显著差异,在 B_1 和 B_2 水平间的差异不显著,其中以 B_3 为最好。对于A因素,‘菲尔杜德’红树莓多酚提取量在各个水平间具有极显著差异,实践中选取 A_2 为最佳水平。对于C因素和D因素,‘菲尔杜德’红树莓多酚提取量在 D_3 和 D_2 、 C_3 和 C_2 水平间具有极显著差异,但在 D_2 和 D_1 、 C_2 和 C_1 水平间差异不显著;实践中可以选取 D_3 和 C_3 为最佳水平。综合比较得出:提取‘菲尔杜德’红树莓多酚的最优条件为 $B_3A_2D_3C_3$,即提取温度45℃、乙醇体积分数70%、提取时间3.5 h、料液比1:6 (g/mL)、提取2次。

2.3.2 ‘宝石红’红树莓多酚最优提取条件的选择

表5 正交试验结果的方差分析(‘宝石红’)

Table 5 Analysis of variance for the extraction yield of polyphenols from ‘U.S. Raspberry’ red raspberry

变异来源	离均差平方和	自由度	均方差	F值
区组间	16.700	2	8.350	1.037 8
A乙醇体积分数	100.486	2	50.243	6.244** $F_{0.05(8,16)}=3.20$
B提取温度	3 896.583	2	1 948.291	242.142**
C料液比	1 191.302	2	595.651	74.030** $F_{0.01(8,16)}=5.48$
D提取时间	198.862	2	99.431	12.358**
误差	98.375	16	6.148	
总变异	5 532.671	26		

由表3、5可知,4个因素的主次顺序为提取温度>料液比>提取时间>乙醇体积分数,乙醇体积分数、提取温度、料液比和提取时间对‘宝石红’红树莓多酚提取效果都具有极显著的影响。在正交试验设计中,对于B因素,‘宝石红’红树莓多酚的提取量在 B_3 和 B_1 水平间具有极显著差异,在 B_1 和 B_2 间差异不显著,其中以 B_3 为最好。对于C因素,‘宝石红’红树莓多酚的提取量在各水平上具有极显著差异,实践中选取 C_2 为最佳。对于

D 因素, ‘宝石红’红树莓多酚提取量在 D_3 和 D_1 差异极显著,而在 D_2 和 D_1 水平上无显著差异,选择 D_3 为最佳水平。对于 A 因素, ‘宝石红’红树莓多酚提取量在 A_2 和 A_1 水平上差异不显著,而在 A_1 与 A_3 水平上差异极显著,实际中选取 A_1 为最佳水平。综合比较得出:提取‘宝石红’红树莓多酚的最优条件 $B_3C_2D_3A_1$,即提取温度 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、料液比 $1:5\text{ (g/mL)}$ 、提取时间 3.5 h 、乙醇体积分数 65% 、提取 2 次。

2.3.3 验证实验结果

在正交试验结果的基础上进行了验证实验,在最佳条件下提取红树莓多酚, ‘菲尔杜德’和‘宝石红’两个品种红树莓多酚的提取量分别达到 (373.78 ± 4.08) 、 $(287.08\pm 4.91)\text{ mg/100 g}$,都大于正交试验中的最大值,进一步验证了该条件的可行性。

3 讨论

在实验中发现,溶剂 pH 值变化对红树莓多酚提取效果的影响呈现不规律变化(数据未列出)。当溶剂 pH 值在 $2\sim 4$ 范围内时,红树莓多酚的提取量随着 pH 值升高反而下降,在溶剂 pH 值在 $4\sim 6$ 范围内时,红树莓多酚的提取量随着 pH 值的升高而增大,在溶剂 pH 值为 6 时,两种红树莓多酚的提取量最大,分别为 $(336.88\pm 6.66)\text{ mg/100 g}$ 和 $(237.35\pm 4.72)\text{ mg/100 g}$ 。当溶剂 pH 值为 2 时,两种红树莓多酚的提取量分别为 $(317.57\pm 2.25)\text{ mg/100 g}$ 和 $(232.97\pm 2.52)\text{ mg/100 g}$,与溶剂 pH 6 时两种红树莓多酚的提取量接近,可能原因是强酸性条件(pH 值小于 2)破坏了多酚物质与糖类、蛋白质、酯类等之间的化学键,使结合力强的多酚被提取出来^[19];或破坏了低聚/多聚酚类物质间的结合力,使单体多酚游离出来;或增强了反应体系的酸性环境,使福林-酚试剂与样液间的显色反应更剧烈,导致吸光度的增大^[20]。同时发现碱性条件会显著降低红树莓多酚的提取量,这与冯进等^[21]对蓝莓叶多酚的研究结果一致;碱性条件中的 OH^- 与多酚结构中苯环上的多羟基取代基互相排斥,干扰多酚物质与乙醇-水分子的结合,导致多酚提取量下降^[22]。

在这 2 个红树莓品种中, ‘菲尔杜德’比‘宝石红’含有更多的多酚物质(约 1.37 倍),更适合作为开发功能活性成分营养品的原料。根据单因素试验结果发现,在相同条件下,与‘菲尔杜德’相比,高体积分数乙醇、高温、较大溶剂用量、过长的提取时间等因素对‘宝石红’中多酚提取效果的影响更显著,使其多酚提取量下降得更快。如当乙醇体积分数从 70% 增大到 80% 、温度从 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 升高到 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、料液比从 $1:5$ 变化到 $1:12$ 时, ‘菲尔杜德’和‘宝石红’两种红树莓多酚的提取量分

别降低了 21.54% 和 34.11% 、 13.17% 和 27.80% 、 21.79% 和 33.85% 。表明这两个红树莓品种中的多酚物质成分可能有一定差异, ‘菲尔杜德’中多酚物质的稳定性高于‘宝石红’^[23]。

4 结论

通过方差分析(F 检验)只能推论出各处理间在总体上有无显著性差异,而通过邓肯多重范围检验法对显著因素的各水平间均值进行两两比较,能客观地分析某显著因素在某水平间是否具有显著差异性,从而帮助研究人员根据试验设计要求推断出更可靠、更具有实际意义的结果。

实验结果表明,温度对醇法提取红树莓多酚具有显著的影响,实践生产过程中需选择合适的温度来提高红树莓多酚产量及避免多酚降解。 ‘菲尔杜德’红树莓果实比‘宝石红’中含有更多多酚物质,是人体摄取天然保健食品的良好来源,也是开发功能食品的重要资源。

参考文献:

- [1] 张成涛,万国盛,赵余庆,等.红树莓果实中鞣花酸和树莓酮的含量测定[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(19):140-143. DOI:10.11653/syfy2013190140.
- [2] GOD J, TATE P L, LARAM L L. Red raspberries have antioxidant effects that play a minor role in the killing of stomach and colon cancer cells[J]. Nutrition Research, 2010, 30(11): 777-782. DOI:10.1016/j.nutres.2010.10.004.
- [3] 李亮亮,李丹丹,赵福杰,等.红树莓果酒主发酵工艺的优化[J].食品工业科技,2014,35(11):257-261. DOI:10.7666/d.y1333255.
- [4] MULLEN W, MCGINN J, LEAN M E J, et al. Ellagitannins, flavonoids, and other phenolics in red raspberries and their contribution to antioxidant capacity and vasorelaxation properties[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2002, 50(18): 5191-5196. DOI:10.1021/jf020140n.
- [5] MAKSIMOVIC J D, MILIVOJEVIC J M, POLEDICA M M, et al. Profiling antioxidant activity of two primocane fruiting red raspberry cultivars (*Autumn bliss* and *Polka*) [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2013, 31(2): 173-179. DOI:10.1016/j.jfca.2013.05.008.
- [6] 王睿婷,王鑫,张富敏,等.树莓的抗氧化活性与主要化学成分的相关分析[J].沈阳药科大学学报,2013,30(11):901-904. DOI:10.14066/j.cnki.cn21-1349/r.2013.11.006.
- [7] WANG S Y, LIN H S. Antioxidant activity in fruit and leaves of blackberry, raspberry and strawberry varies with cultivar and developmental stage[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2000, 48(2): 140-146. DOI:10.1021/jf9908345.
- [8] 初乐,赵岩,和法涛,等.植物多酚提取与检测方法的研究进展[J].中国果菜,2014,34(4):62-65.
- [9] 冯丽,宋曙辉,赵霖,等.植物多酚及其提取方法的研究进展[J].中国食物与营养,2007(10):39-41.
- [10] 程正涛,庆波,张昊,等.海红果多酚提取工艺优化[J].食品科学,2010,31(24):172-176.

- [11] 侯帅. 寒地树莓不同品种生物学特性及产量品质性状研究[D]. 北京: 中国农业科学院, 2013: 2-17.
- [12] PANTELIDIS G E, VASILAKAKIS M, MANGANARIS G A, et al. Antioxidant capacity, phenol, anthocyanin and ascorbic acid contents in raspberries, blackberries, red currants, gooseberries and Cornelian cherries[J]. Food Chemistry, 2007, 102(3): 777-783. DOI:10.1016/j.foodchem.2006.06.021.
- [13] KRÜGER E, DIETRICH H, SCHÖPPLEIN E, et al. Cultivar, storage conditions and ripening effects on physical and chemical qualities of red raspberry fruit[J]. Postharvest Biology and Technology, 2011, 60(1): 31-37. DOI:10.1016/j.postharvbio.2010.12.001.
- [14] ANTONEN M J, KARJALAINEN R O. Environmental and genetic variation of phenolic compounds in red raspberry[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2005, 18(8): 759-769. DOI:10.1016/j.jfca.2004.11.003.
- [15] 李珍, 哈益民, 李安, 等. 响应面优化苹果皮渣多酚超声提取工艺研究[J]. 中国农业科学, 2013, 46(21): 4569-4577. DOI:10.3864/j.issn.0578-1752.2012.21.020.
- [16] 伍春, 徐立, 刘骏驰. 响应曲面法优化新疆药桑桑皮总多酚提取工艺[J]. 食品科学, 2011, 32(2): 104-107.
- [17] BEY M B, LOUAILECHE H, ZEMOURI S. Optimization of phenolic compound recovery and antioxidant activity of light and dark dried fig (*Ficus carica* L.) varieties[J]. Food Science and Biotechnology, 2013, 22(6): 1613-1619. DOI:10.1007/s10068-013-0258-7.
- [18] 李春喜, 邵云, 姜丽娜, 等. 生物统计学[M]. 4版. 北京: 科学出版社, 2008: 89-97.
- [19] 安晓婷, 王兴娜, 周涛, 等. 响应曲面法优化蓝莓渣多酚提取工艺[J]. 食品工业科技, 2012, 33(15): 269-273.
- [20] 刘清, 李玉, 姚惠源. Folin-Ciocalteu比色法测定大麦提取液中总多酚的含量[J]. 食品科技, 2007, 32(4): 175-177.
- [21] 冯进, 曾晓雄, 李春阳. 响应面法优化蓝莓叶多酚提取工艺[J]. 食品科学, 2013, 34(4): 59-64.
- [22] 闵勇, 王洪, 姚立华, 等. 石榴籽多酚提取工艺研究[J]. 食品科学, 2009, 30(12): 66-68.
- [23] SOJKA M, KOŁODZIEJCZYK K, MILALA J. et al. Composition and properties of the polyphenolic extracts obtained from industrial plum pomaces[J]. Journal of Functional Foods, 2015, 12: 168-178. DOI:10.1016/j.jff.2014.11.015.