

刘怡君, 徐威, 田雪, 等. 低温水提工艺对赶黄草叶提取物风味、功效成分及体外活性的影响 [J]. 食品工业科技, 2025, 46(16): 221-234. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024080225

LIU Yijun, XU Wei, TIAN Xue, et al. Effect of Low-temperature Aqueous Extraction on Flavor, Functional Ingredients and *in Vitro* Bioactivities of *Penthorum chinense* Pursh Leaf Extracts[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(16): 221-234. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024080225

· 工艺技术 ·

低温水提工艺对赶黄草叶提取物风味、 功效成分及体外活性的影响

刘怡君^{1,2}, 徐威^{1,2}, 田雪^{1,2}, 刘芯宇^{1,2}, 唐永清³, 刘璇³, 赖谦⁴, 曾里^{1,2}, 李刚⁵, 段飞霞^{1,2,*}

(1. 四川大学轻工科学与工程学院, 四川成都 610065;

2. 四川大学食品科学与技术四川省高校重点实验室, 四川成都 610056;

3. 成渝地区双城经济圈(泸州)先进技术研究院, 四川泸州 646000;

4. 古蔺县农业农村局, 四川泸州 646500;

5. 古蔺(古蔺)生物科技有限公司, 四川泸州 646500)

摘要:赶黄草(*Penthorum chinense* Pursh) 叶是一种具有抗氧化、护肝和解酒活性的新食品原料, 可加工为植物饮料食用。为减轻其水提物的不良风味, 同时保持有效成分含量, 本文探究了低温水提工艺对主要功效成分得率的影响及交互作用, 优化低温水提工艺, 结合冷冻干燥制备赶黄草叶低温水提物(PLE₅₀), 并研究了 PLE₅₀ 的功效成分含量、风味成分特征及解酒、抗氧化活性。结果表明, PLE₅₀ 最大溶解度为 14.2 mg/mL, 此时其总酚、总黄酮、没食子酸、槲皮素及乔松素含量分别为 1.90、1.41、49.98、23.57 和 11.93 $\mu\text{g/mL}$, 显著 ($P < 0.05$) 高于沸水冲泡茶汤。顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用(headspace-solid-phase-micro-extraction-gas-chromatography-mass-spectrometry, HS-SPME-GC-MS) 检测结果显示藏红花醛、2,4-二叔丁基苯酚为赶黄草叶沸水提取物(PLE₉₅) 不良风味的主要来源, 风味贡献占比分别为 54.43% 和 5.89%, 而 PLE₅₀ 中藏红花醛、2,4-二叔丁基苯酚含量极低, 风味总贡献度低于 0.1%, 其关键香气成分主要包括癸醛、 β -环柠檬醛、芳樟醇、 β -紫罗酮、十一醛、2-十一酮、2-癸酮、D-柠檬烯和月桂醛等, 风味贡献总占比 76.97%, 感官可接受度显著 ($P < 0.05$) 提升。体外抗氧化活性和酶活实验显示, PLE₅₀ 对 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH) 自由基、2,2'-联氮-双(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸) 二铵盐(2,2'-azinobis(3-ethylbenzthiazoline-6-sulphonate), ABTS⁺) 自由基和羟自由基半数清除浓度分别为 0.034、0.087、0.91 mg/mL, 铁离子还原力在 1.6 mg/mL 时达到 2.26 mmol/L, 对乙醇脱氢酶和乙醛脱氢酶最大激活率为 183.33% 和 951.88%, 略优于相同浓度 PLE₉₅。综上所述, PLE₅₀ 功效成分含量较高, 风味良好, 体外抗氧化活性和解酒活性显著, 显示优化后的低温水提工艺达到矫味保效作用。

关键词:赶黄草叶, 低温水提, 风味, 抗氧化活性, 体外解酒活性

中图分类号: TS201.2

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2025)16-0221-14

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2024080225



本文网刊:

Effect of Low-temperature Aqueous Extraction on Flavor, Functional Ingredients and *in Vitro* Bioactivities of *Penthorum chinense* Pursh Leaf Extracts

LIU Yijun^{1,2}, XU Wei^{1,2}, TIAN Xue^{1,2}, LIU Xinyu^{1,2}, TANG Yongqing³, LIU Xuan³, LAI Qian⁴, ZENG Li^{1,2},
LI Gang⁵, DUAN Feixia^{1,2,*}

(1. College of Biomass Science and Engineering, Sichuan University, Chengdu 610065, China;

2. Key Laboratory of Food Science and Technology in Sichuan Province, Sichuan University, Chengdu 610065, China;

收稿日期: 2024-08-23

基金项目: 中央引导地方科技发展资金(22ZYZF0010); 国家自然科学基金(32102109); 中央高校基本科研业务费(2023CDLZ-14)。

作者简介: 刘怡君(2000-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品科学与营养健康, E-mail: 582454843@qq.com。

* 通信作者: 段飞霞(1981-), 女, 博士, 副教授, 研究方向: 食品科学, E-mail: duanfeixia@126.com。

3.Chengdu-Chongqing Economic Circle (Luzhou) Advanced Technology Research Institute, Luzhou 646000, China;

4.Agriculture and Rural Bureau of Gulin County, Luzhou 646500, China;

5.Gucui Biotechnology Co., Ltd., Luzhou 646500, China)

Abstract: *Penthorum chinense* Pursh (PCP) leaf was a new food material for botanical beverage production, with bioactivities of antioxidant, hepatoprotective and anti-alcoholism but showing unpleasant flavors, especially for the high-temperature aqueous extracts. Accordingly, to reduce its unfavorable flavor with no effect on its health benefiting, the low-temperature aqueous extract (PLE₅₀) was prepared by optimal low-temperature extraction. With the maximum aqueous solubility at 14.2 mg/mL, PLE₅₀ showed the concentrations of phenols, flavonoids, gallic acid, quercetin, and pinocembrin at 1.90, 1.41 mg/mL, 49.98, 23.57 and 11.93 μ g/mL, respectively, being significantly ($P<0.05$) higher than water brewed PCP soup. The results of HS-SPME-GC-MS revealed that safranal and 2,4-ditert-butylphenol were the primary sources of the unfavorable flavors in the boiling water extract of PCP leaves (PLE₉₅), which contributed 54.43% and 5.89% to the overall flavor, respectively. Conversely, PLE₅₀ showed little contents of safranal and 2,4-ditert-butylphenol with flavor contribution less than 0.1%. The major aroma components of PLE₅₀ include decanal, β -cyclocitral, linalool, β -ionone, undecanal, 2-undecanone, 2-decanone, D-limonene, and dodecanal, contributing 76.97% to its flavor, which significantly ($P<0.05$) improved the sensory acceptability of PLE₅₀. Besides, PLE₅₀ showed the half scavenging concentrations for DPPH, ABTS⁺, and hydroxyl radicals at 0.034, 0.087, and 0.91 mg/mL, respectively, with 2.26 mmol/L ferric ion reducing power at the concentration of 1.6 mg/mL. PLE₅₀ at 14.2 mg/mL exhibited the maximum activation rates at 183.33% for alcohol dehydrogenase and 951.88% for aldehyde dehydrogenase, being better than PLE₉₅ at the same concentration. In summary, the optimal low-temperature aqueous extraction improved the flavor and sensory acceptability of PCP extracts, and maintained its *in vitro* antioxidant activity, as well as its activation capabilities for alcohol dehydrogenase and aldehyde dehydrogenase.

Key words: *Penthorum chinense* Pursh leaves; low-temperature aqueous extraction; flavor components; antioxidant activity; anti-alcoholism capability *in vitro*

赶黄草(*Penthorum chinense* Pursh, PCP)广泛分布于我国西南和华北等地^[1], 具有悠久的食用及药用历史, 目前在四川省泸州市古蔺县规模化种植。赶黄草含有丰富的黄酮、单宁、有机酸、木脂素及其糖苷等, 以槲皮素、乔松素、没食子酸为标志性成分^[2-4], 尤其以赶黄草叶的总黄酮、总酚含量为高^[5], 因此, 赶黄草具有抗氧化^[6]、保肝^[7]、抗脂肪肝^[8]、抗肝纤维化^[9]、神经保护^[10]、改善糖尿病^[11]、抗病毒^[12]和免疫调节^[13]等生理活性。赶黄草的传统食用方法为干制后沸水泡饮^[14], 后在《四川省中药炮制规范》的基础上, 以水煎浸膏形式入药, 用于生产“独味药”肝苏颗粒, 起到清热解毒、退黄化湿、利水消肿和抗病毒性肝炎的治疗效果。2020年, 赶黄草茎、叶被批准为新食品原料用于代用茶和饮料, 直接泡饮或以沸水浸提的方式进行植物饮料加工。然而, 赶黄草经沸水浸提后苦味、药味浓厚^[15], 泡饮茶汤中总黄酮、槲皮素、乔松素等有效成分含量较低^[16], 长时高温处理还可能导致抗氧化成分损失, 制约了赶黄草功能食品的开发应用及其有益健康作用的发挥。

Tian等^[15]和王星月等^[16-17]研究显示, 赶黄草提取物的苦味、药味与浸提过程中苦味氨基酸、苦味糖苷及风味不良挥发性成分的大量溶出有关。近年研究采用发酵、揉捻、烘青、焙烤等传统制茶工艺, 促进苦味糖苷类物质降解^[15-17], 在一定程度上减轻赶黄草原料的不良风味, 但其工艺较复杂, 制备周期长, 且仍存在冲泡后茶汤功效成分含量低等问题。有机溶剂提取可能对功效成分具有选择性富集作用, 但存

在溶剂残留风险, 不可用于饮料生产, 且提取物水溶性差^[18]。而水提工艺参数的改变, 也可通过影响原料中化合物的溶解度、扩散速率和产生不同反应^[19], 导致产品风味、有效成分与热浸提物产生显著差异^[20-22]。低温浸提作为在茶和咖啡饮料生产中广泛应用的提取技术, 对比高温浸提, 低温浸提能保留更多具有花香风味的低沸点挥发性化合物, 有效改善绿茶饮料风味^[20]; Zakaria等^[23]发现冷萃咖啡在保持抗氧化活性的同时, 具有更高的有机酸和咖啡因含量。上述研究均显示低温浸提有利于祛除不良风味、改善提取物功效成分组成, 在植物饮品开发中具有潜在的应用价值, 但对赶黄草提取物风味、风味成分、有效物质溶出及生物活性的影响未知, 且尚无适用于赶黄草饮料加工的低温浸提工艺。

本研究以赶黄草叶(PCL)为研究对象, 以槲皮素、乔松素、没食子酸、总酚、总黄酮得率为主要指标, 通过 Box-Behnken 响应面实验, 优化 PCL 低温水提工艺; 并通过感官评定实验、浊度实验、顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用(headspace-solid-phase-micro-extraction-gas-chromatography-mass-spectrometry, HS-SPME-GC-MS)等, 明确赶黄草叶低温水提物的溶解特性、贮藏稳定性、风味特征、挥发性物质组成、体外抗氧化及解酒活性, 从而评价低温水提工艺对赶黄草叶提取物及复原液的矫味保效作用, 建立赶黄草提取新工艺, 为赶黄草功能饮料的开发应用提供数据支持, 奠定理论基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

赶黄草叶 采自四川省泸州市古蔺县, 60 ℃ 热泵干燥, 室温下干燥避光保存; 芦丁标准品、没食子酸标准品 色谱纯、福林酚试剂 分析纯, 北京索莱宝科技有限公司; 无水甲醇、磷酸、乙腈、2-辛醇 色谱纯, 上海麦克林生化科技有限公司; 硝酸铝、亚硝酸钠、氢氧化钠、碳酸钠、无水乙醇 分析纯, 成都市科隆化学品有限公司; 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼 (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH) 自由基清除率检测试剂盒(微板法)、2,2'-联氮-双(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸)二铵盐 (2,2'-azinobis-(3-ethylbenz-thiazoline-6-sulphonate), ABTS⁺) 自由基清除能力检测试剂盒(微板法)、羟自由基清除能力检测试剂盒(微板法)、总抗氧化能力(T-AOC)检测试剂盒(FRAP 微板法)、氧化型辅酶 I (纯度 98%) 生物技术级, 上海源叶生物科技有限公司; 乙醇脱氢酶(≥300 units/mg protein)、乙醛脱氢酶(2 U/mg) 生物技术级, 罗恩试剂有限公司。

N-1300Vh-WB 旋转蒸发仪 四川贝特曼科技有限公司; FD-1A-50 真空冷冻干燥机 北京博医康实验仪器有限公司; Aglient 1260 Infinity II 高效液相

美国安捷伦公司; BioTek 酶标仪 美国伯腾仪器有限公司; HS-20 顶空自动进样器、2010 SE 气相质谱联用仪 日本岛津公司。

1.2 实验方法

1.2.1 赶黄草叶水提物制备工艺优化

1.2.1.1 基本工艺流程 新鲜赶黄草叶 60 ℃ 热泵干燥至水分含量低于 10%, 粉碎过一定目数筛, 取筛上物, 按照一定液料比, 加入一定体积的纯水, 混匀, 恒温振荡浸提后, 依次经中速滤纸、0.22 μm 滤膜过滤, 收集滤液, 将滤渣加入相同体积的水, 进行重复提取, 循环一定次数后合并滤液。滤液在 60 ℃、90 MPa 的条件下真空浓缩, 冷冻干燥, 即得到赶黄草叶低温提取物(PLE₅₀)。浸提温度升高至 95 ℃, 其他工艺参数同上, 制备对照样沸水提取物(PLE₉₅)。主要工艺流程如图 1 所示, 具体工艺参数见单因素实验及响应面试验。

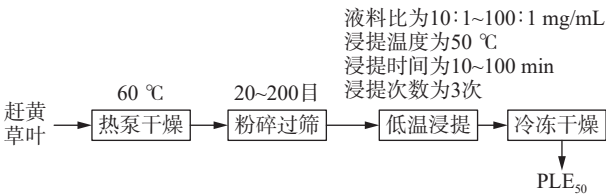


图 1 赶黄草叶低温浸提基本工艺流程

Fig.1 Processing flow of low-temperature extraction of PCL

1.2.1.2 单因素实验 按照“1.2.1.1”所述制备工艺, 固定其他因素不变, 考察液料比、浸提时间、浸提温度、原料目数、浸提次数对总酚和总黄酮得率的影响。

各因素水平设计如表 1 所示。

表 1 PLE₅₀ 制备单因素实验的因素水平设计
Table 1 Factors and levels of single factor experiments for PLE₅₀ preparation

考察因素	水平	固定因素
液料比 (mL/g)	10:1、20:1、30:1、40:1、50:1、60:1、70:1、80:1、90:1、100:1	浸提温度: 45 ℃; 浸提时间: 30 min; 原料目数: 80目; 浸提次数: 1次
浸提时间 (min)	10、20、30、40、50、60、80、100	液料比: 40:1 mL/g; 浸提温度: 45 ℃; 原料目数: 80目; 浸提次数: 1次
浸提温度 (℃)	10、20、30、40、50、60	液料比: 40:1 mL/g; 浸提时间: 60 min; 原料目数: 80目; 浸提次数: 1次
原料目数 (目)	20、60、80、100、200	液料比: 40:1 mL/g; 浸提时间: 60 min; 浸提温度: 50 ℃; 浸提次数: 1次
浸提次数 (次)	1、2、3、4、5	液料比: 40:1 mL/g; 浸提时间: 60 min; 浸提温度: 50 ℃; 原料目数: 100目

1.2.1.3 响应面试验设计 基于单因素实验结果, 根据 Box-Behnken 试验设计原理, 进行赶黄草低温浸提工艺的优化。以没食子酸得率、槲皮素得率、乔松素得率为响应值, 以液料比(A)、浸提时间(B)、原料目数(C)为考察因素, 利用 Design Expert 13 软件设计响应面优化试验, 因素与水平如表 2 所示。

表 2 PLE₅₀ 制备响应面试验设计因素水平
Table 2 Response surface experimental design and factor levels for PLE₅₀ preparation

因素	水平		
	-1	0	1
A液料比(mL/g)	30:1	45:1	60:1
B浸提时间(min)	30	60	90
C原料目数(目)	80	100	120

1.2.2 总酚含量测定 采用福林酚比色法^[24] 测定总酚含量, 以 50%(v/v) 甲醇为溶剂, 配制不同质量浓度没食子酸溶液, 绘制标准曲线($y=84.179x+0.0181$, $R^2=0.999$)。固体样本用 50% 甲醇复溶后过 0.22 μm 滤膜, 于 750 nm 处显色测定吸光度值, 对比标准曲线, 计算各样本总酚含量。

1.2.3 总黄酮含量测定 采用亚硝酸钠-硝酸铝比色法^[25] 测定总黄酮含量。使用体积分数为 50% 的乙醇溶液配制不同质量浓度芦丁溶液, 绘制标准曲线($y=11.909x+0.0011$, $R^2=0.998$)。将样本用 50% 乙醇复溶后过 0.22 μm 滤膜, 于 510 nm 处显色, 对比标准曲线, 计算各样本总黄酮含量。

1.2.4 没食子酸、槲皮素、乔松素含量测定 使用 50% 甲醇溶液配制 100 μg/mL 没食子酸、槲皮素、乔松素混标溶液, 分别绘制没食子酸($y=1513.8x+106.797$, $R^2=0.9997$)、槲皮素($y=2008.2x+11.877$, $R^2=0.9999$)和乔松素($y=221.21x+18.681$, $R^2=0.9959$)标准曲线。PLE₅₀ 以 50% 甲醇溶液超声溶解后过 0.22 μm 滤膜, 取上清液。采用高效液相色谱法

(high-performance liquid chromatography, HPLC)^[26]测定没食子酸、槲皮素、乔松素含量。色谱柱: InertSustain C₁₈(4.6 mm×250 mm, 粒径 5 μm); 流动相: 0.1% 磷酸水溶液(A)和纯乙腈溶液(B); 洗脱速率: 1.0 mL/min; 柱温: 30 ℃; 进样量均为 20 μL; 检测波长: 254 nm。

1.2.5 各功效成分得率计算方法 各功效成分得率按式(1)计算。

$$W = \frac{C_i \times M}{M_0} \quad \text{式 (1)}$$

式中: W 为功效成分得率, mg/g; C_i 为 PLE₅₀ 的功效成分质量浓度, mg/g; i 代表总酚、总黄酮、槲皮素、乔松素、没食子酸; M 为 PLE₅₀ 的质量, g; M₀ 表示原料质量, g。

1.2.6 最大溶解度的测定 以离心沉淀率与浊度为指标, 测定 PLE₅₀ 最大溶解度。将 PLE₅₀ 配制一系列质量浓度梯度的样品溶液, 于 4000 r/min, 离心 10 min, 弃去上清液, 沉淀烘至恒重。离心沉淀率按式(2)计算; 于 620 nm 处测定 OD 值, 表征其浊度。

$$\text{离心沉淀率}(\%) = \frac{M_0}{M} \times 100 \quad \text{式 (2)}$$

式中: M₀ 为沉淀质量, g; M 为所取样品溶液质量, g。

1.2.7 感官评定 依据《感官分析 选拔、培训与管理 评价员一般导则 第 1 部分: 优选评价员 GB/T 16291.1 2012》选择受过感官评价培训的 20 名食品专业学生和教师组成评定小组。对 PLE₅₀ 与 PLE₉₅ 水溶液(14.2 mg/mL)进行感官评价。感官评分标准如表 3 所示, 不同水溶液制备 5 个平行样品, 感官评分数据以平均值±标准差的形式表示。

1.2.8 HS-SPME-GC-MS 测定挥发性成分 采用 HS-SPME-GC-MS, 以内标法相对定量 PLE₅₀、PLE₉₅ 中挥发性物质^[15]。HS-SPME 前处理: 20 mL 顶空进样瓶中加入 0.5 g 样品与 5 mL 蒸馏水形成 PLE₅₀ 和 PLE₉₅ 饱和溶液, 采用 10 μL 6.3 μg/mL 的 2-辛醇溶液作为内标, 密封后于 60 ℃ 水浴平衡 5 min, 插入

萃取头, 于萃取液面上空吸附 30 min, 最后在 GC-MS 进样口 250 ℃ 下解析 5 min。GC 条件: 色谱柱 DB-5MS 石英毛细柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm); 进样口温度 250 ℃; 载气为氦气(纯度≥99.999%); 柱流量 1 mL/min(恒流模式), 不分流进样。升温程序: 初始温度 50 ℃, 保持 5 min; 以 4 ℃/min 升温至 150 ℃, 保持 5 min; 再以 10 ℃/min 升温至 250 ℃, 保持 3 min, 总运行时间: 48 min。MS 条件: 电离方式 EI; 离子源: 230 ℃; 接口温度: 250 ℃, 柱温: 40 ℃, 进样口: 250 ℃; 电子能量: 70 eV; 全扫描范围: 40~600 m/z。定性与定量: 将各色谱峰的质谱信息与 NIST08.LIB 谱库进行比对, 匹配指数大于 85% 结合保留指数、相关文献进行物质定性; 根据 2-辛醇的浓度以及各挥发性成分与内标峰面积比值计算出每种挥发性成分相对含量, 计算公式如式(3)所示, 风味贡献度通过相对气味活度值(Relative odor activity value, ROAV)进行评价, 定义对气味贡献程度最大的物质 ROAV 值为 100, 各挥发性成分的 ROAV 按式(4)计算^[27]。每种化合物的气味贡献计算为其 ROAV 占每个样本中所有 ROAV 总和的百分比^[15]。

$$M_X = \frac{A_X \times M_i}{A_i \times M_0} \quad \text{式 (3)}$$

式中: M_X 表示各挥发性成分相对含量, μg/g; A_X 表示各挥发性成分峰面积; A_i 表示内标物峰面积; M_i 表示内标质量, μg; M₀ 表示用于萃取的样品的质量。

$$\text{ROAV}_X = \frac{M_X \times T_{\text{stan}}}{T_X \times M_{\text{stan}}} \times 100 \quad \text{式 (4)}$$

式中: M_X 和 M_{stan} 分别表示各挥发性成分相对含量和贡献最大组分相对含量, μg/g; T_X 和 T_{stan} 分别表示各挥发性成分感觉阈值和贡献最大组分感觉阈值, μg/kg。

1.2.9 体外抗氧化活性的测定 基于比色法^[28], 采用酶标仪与相应试剂盒, 分别在 517、734、536 和 700 nm 处测定 PLE₅₀ 对 DPPH 自由基、ABTS⁺自由基、羟自由基清除能力及 FRAP 总抗氧化能力。

表 3 PLE₅₀ 感官评分标准

Table 3 Sensory evaluation standard for PLE₅₀

项目	评分标准		
	(7~10) 分	(3~6.9) 分	(0~2.9) 分
清香味	香气清新爽快	清香味淡, 无异味	香气弱, 夹杂异味
中药味	中药味过重	中药味突出	中药味微弱
青草味	类似蔬菜、草叶的青草味浓烈	青草味较明显	无明显青草味
苦味	苦味重于 0.1%(w/v) 咖啡因溶液(苦味得分为 7 分)	苦味在 0.05%(w/v) 咖啡因溶液(苦味得分为 3 分)与 0.1% 咖啡因溶液之间	无明显苦味
涩味	涩味重于 0.1%(w/v) 儿茶素溶液(涩味得分为 7 分)	涩味在 0.05%(w/v) 儿茶素溶液(涩味得分为 3 分)与 0.1%(w/v) 儿茶素溶液之间	无明显涩味
鲜爽度	鲜爽度高于 1.0%(w/v) 味精参比溶液(鲜爽度得分为 7 分)	鲜爽度在 0.05%(w/v) 味精溶液(鲜爽度得分为 3 分)与 0.1%(w/v) 味精溶液之间	沉闷滞钝, 不鲜爽
气味可接受性	20 位评估者对气味的总体感受可接受度从低到高: -5~5 分		
滋味可接受性	20 位评估者对滋味的总体感受可接受度从低到高: -5~5 分		

1.2.10 酒精分解酶的体外活性激活能力测定 分别采用 Valle&Hoch 法^[29]和 Blair&Bodley 法^[30]测定 PLE₅₀ 乙醇脱氢酶(alcohol dehydrogenase, ADH)和乙醛脱氢酶(acetaldehyde dehydrogenase, ALDH)体外激活率。将样品液与反应液依次混合均匀后,立即使用酶标仪在 340 nm 波长下测定吸光度值 A_{340} , 然后每间隔 10 s 记录一次 A_{340} , 连续记录 10 min。以蒸馏水代替等体积的样品作空白组。ADH、ALDH 酶活力计算公式如式(5)所示, 激活率如式(6)所示,

$$E = \frac{\Delta A_{340} \times V}{E_w \times 6.2} \quad \text{式 (5)}$$

式中: E 为酶活力, U/mL; ΔA_{340} 为 340 nm 波长处吸光度每 1 min 的增值; E_w 为加入的 ADH、ALDH 酶活性, U/mL; 6.2 为 NADH 在 340 nm 下的摩尔消光系数; V 为反应液的总体积, mL。

$$R(\%) = \frac{E_1 - E_0}{E_0} \quad \text{式 (6)}$$

式中: R 为样品解酒酶激活率, %; E_1 为样品液的酶活力, U/mL; E_0 为空白液的酶活力, U/mL。

1.3 数据处理

每组实验至少重复 3 次, 结果均以“平均值±标准差”表示。使用 SPSS 25.0 通过单因素 ANOVA 检验和独立样本 T 检验分析显著性差异, $P < 0.05$ 表示具有显著性差异; 使用 Design Expert 13 进行 Box-Behnken 响应面设计与数据分析; 使用 SIMCA 14.1 进行偏最小二乘判别分析(Partial least squares discriminant analysis, PLS-DA); 使用 GraphPad Prism 8 通过非线性拟合计算抗氧化活性 IC_{50} 值; 使用 GraphPad Prism 8 与 Origin 2024 绘图。

2 结果与分析

2.1 单因素实验

2.1.1 液料比对提取效果的影响 液料比的影响如

图 2A 所示。液料比在 10:1~100:1 mL/g 范围内, 总酚和总黄酮得率均呈先增加后减小的趋势。当液料比为 40:1 mL/g 时, 总酚得率最大, 为 20.39 mg/g; 当液料比为 50:1 mL/g 时, 总黄酮得率最大, 为 15.03 mg/g。随液料比进一步增加, 总酚、总黄酮得率下降。这可能是溶剂增加导致其他杂质争相溶出, 不利于功效成分的溶出^[31]。因此, 选择液料比 30:1~60:1 mL/g 进行响应面优化试验。

2.1.2 浸提时间对提取效果的影响 浸提时间的影响如图 2B 所示。总酚、总黄酮得率在 10~60 min 内随浸提时间增加而升高, 60 min 后趋于稳定。总酚、总黄酮得率分别从 8.16 mg/g 增加至 22.70 mg/g, 3.77 mg/g 增加至 18.63 mg/g, 显示 60 min 时达到传质平衡。为确定浸提时间和其他影响因素的交互作用, 选择 30~90 min 进行响应面优化试验。

2.1.3 浸提温度对提取效果的影响 浸提温度的影响如图 2C 所示。总酚和总黄酮得率随温度增加而上升, 在升温后期趋于平稳。总酚得率在 10 °C 时为 5.95 mg/g, 40 °C 时升高到 13.77 mg/g 并趋于平稳; 总黄酮得率在 10 °C 时为 3.15 mg/g, 50 °C 时趋于稳定, 为 12.62 mg/g。因此, 确定浸提温度 50 °C 进行响应面优化试验。

2.1.4 原料粒径对提取效果的影响 原料粒径的影响如图 2D 所示。总酚、总黄酮得率随原料粒径的减小, 先增加后下降。原料粉碎目数为 100 目时, 总酚、总黄酮得率达到最大, 分别为 21.18 mg/g 和 10.07 mg/g。原料粒径适度减小, 可通过增加溶剂与原料的接触面积, 有利于功效物质的溶出; 但过小的原料粒径会增加原料堆积密度, 导致物料结块, 反而导致功效物质溶出量减小^[32]。因此, 选择 80、100、120 目进行后续响应面优化试验。

2.1.5 浸提次数对提取效果的影响 浸提次数对总

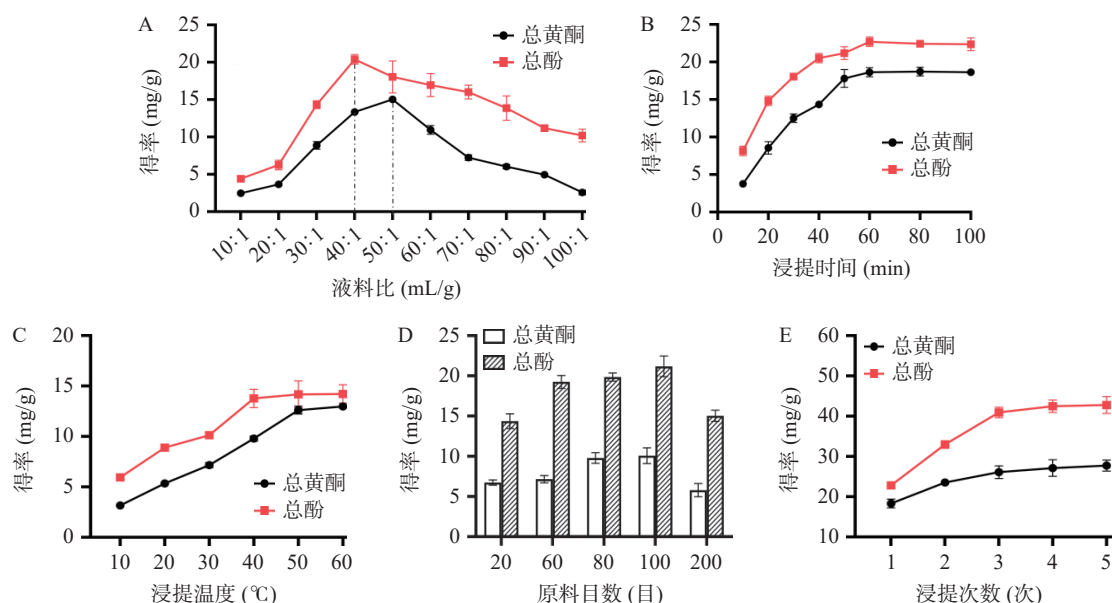


图 2 不同因素对赶黄草叶总酚、总黄酮得率的影响

Fig.2 Effects of total phenolics and total flavonoids in PLE₅₀ preparation with different levels of extraction condition factors

酚、黄酮提取效果的影响如图 2E 所示。总酚、总黄酮得率随浸提次数增加而增加,提取 3 次后总酚、总黄酮得率趋于稳定,分别为 40.96 和 26.09 mg/g,确定浸提 3 次进行后续响应面优化试验。

2.2 响应面优化试验结果与分析

基于单因素实验结果,根据 Box-Behnken 原理,设计响应面试验进行赶黄草低温水提工艺参数的优化。没食子酸、槲皮素和乔松素是赶黄草主要标志性成分,且已被报道是 PCP 抗氧化、保肝的重要物质基础^[33]。因此,分别以没食子酸得率(X)、槲皮素得率(Y)与乔松素得率(Z)为响应值,以液料比(A)、浸提时间(B)、原料目数(C)为考察因素,因素与水平见表 3,试验设计方案和结果如表 4 所示。

表 4 PLE₅₀ 制备响应面试验设计方案及结果
Table 4 Response surface experimental design and results for PLE₅₀ preparation

实验号	因素			结果		
	A液料比 (mL/g)	B浸提 时间(min)	C原料 目数(目)	X没食子酸 得率(mg/g)	Y槲皮素 得率(mg/g)	Z乔松素 得率(mg/g)
1	30:1	30	100	2.78	1.20	0.86
2	60:1	30	100	2.92	1.54	0.91
3	30:1	90	100	2.89	1.56	0.83
4	60:1	90	100	3.02	1.69	0.96
5	30:1	60	80	2.70	1.59	0.59
6	60:1	60	80	2.82	1.65	0.84
7	30:1	60	120	2.57	1.31	0.89
8	60:1	60	120	2.71	1.53	0.85
9	45:1	30	80	2.76	1.59	0.66
10	45:1	90	80	3.04	1.93	0.74
11	45:1	30	120	3.23	1.53	0.88
12	45:1	90	120	2.91	1.63	0.89
13	45:1	60	100	3.75	1.95	1.00
14	45:1	60	100	3.61	1.99	0.94
15	45:1	60	100	3.86	1.84	0.92
16	45:1	60	100	3.89	1.92	0.98
17	45:1	60	100	3.78	1.93	0.92

2.2.1 工艺变量与没食子酸得率的关系 对表 4 所示实验结果进行分析,得到液料比(A)、浸提时间(B)、原料目数(C)三个变量与没食子酸得率(X)之间的二次三元回归方程为: $X=3.78+0.0663A+0.0213B+0.0125C-0.0025AB+0.0050AC-0.15BC-0.5803A^2-0.2953B^2-0.4977C^2$ 。模型方差结果如表 5 所示。模型中 $P<0.01$, 失拟项 $P=0.3706>0.05$, 说明模型具有统计学意义,且拟合程度高;相关系数 $R^2=0.9708$, 校正系数 $R^2_{adj}=0.9332$, 能够较好地解释响应值变化。依据 F 值可见三因素对没食子酸得率的影响大小为:液料比(A)>浸提时间(B)>原料目数(C)。回归方程中二次项 A^2 、 B^2 和 C^2 为极显著因素($P<0.01$),交互项 BC 为显著因素($P<0.05$),交互项 AB 和 AC 为不显著因素($P>0.05$)。上述结果表明浸提时间与原料目数交互作用对没食子酸得率影响

表 5 没食子酸得率(X)响应面回归模型方差分析

Table 5 ANOVA for the response surface fitted models of gallic acid (X)

来源	平方和	DF	均方	F值	P值	显著性
模型	3.26	9	0.3623	25.83	0.0001	**
A	0.0351	1	0.0351	2.50	0.1576	—
B	0.0036	1	0.0036	0.2876	0.6274	—
C	0.0013	1	0.0013	0.0891	0.7739	—
AB	0.0000	1	0.0000	0.0018	0.9675	—
AC	0.0001	1	0.0001	0.0071	0.9351	—
BC	0.0900	1	0.0900	6.42	0.0390	*
A ²	1.42	1	1.42	101.10	<0.0001	**
B ²	0.3670	1	0.3670	26.18	0.0014	**
C ²	1.04	1	1.04	74.40	<0.0001	**
残差	0.0982	7	0.0140			
失拟项	0.0499	3	0.0166	1.38	0.3706	—
纯误差	0.0483	4	0.0121			
综合	3.36	16				

$$R^2=0.9708, R^2_{adj}=0.9332, R^2_{pred}=0.7399$$

注:“**”表示差异极显著($P<0.01$),“*”表示差异显著($0.01<P<0.05$),“—”表示无显著差异($P>0.05$)。

最大且为显著影响因素。

2.2.2 工艺变量与槲皮素得率的关系 液料比(A)、浸提时间(B)、原料目数(C)与槲皮素得率(Y)之间的二次三元回归方程为: $Y=1.93+0.0938A+0.01188B-0.0950C-0.0525AB+0.0040AC-0.0600BC-0.2893A^2-0.1393B^2-0.1167C^2$ 。对模型进行方差分析,结果如表 6 所示。

表 6 槲皮素得率(Y)响应面回归模型方差分析
Table 6 ANOVA for the response surface fitted models of quercetin (Y)

来源	平方和	DF	均方	F值	P值	显著性
模型	0.8238	9	0.0915	36.73	<0.0001	**
A	0.0703	1	0.0703	28.21	0.0011	**
B	0.1128	1	0.1128	45.27	0.0003	**
C	0.0722	1	0.0722	28.97	0.0010	**
AB	0.0110	1	0.0110	4.42	0.0735	—
AC	0.0064	1	0.0064	2.57	0.1531	—
BC	0.0144	1	0.0144	5.78	0.0472	*
A ²	0.3523	1	0.3523	141.35	<0.0001	**
B ²	0.0816	1	0.0816	32.76	0.0007	**
C ²	0.0574	1	0.0574	23.03	0.0020	**
残差	0.0174	7	0.0025			
失拟项	0.0053	3	0.0018	0.5858	0.6556	—
纯误差	0.0121	4	0.0030			
综合	0.8413	16				

$$R^2=0.9793, R^2_{adj}=0.9526, R^2_{pred}=0.8762$$

注:“**”表示差异极显著($P<0.01$),“*”表示差异显著($0.01<P<0.05$),“—”表示无显著差异($P>0.05$)。

从表 6 结果可以看出,模型中的 $P<0.01$, 失拟项 $P=0.6556>0.05$, 模型显著且失拟不显著,说明模型拟合程度高,且其他未知因素对模型影响较小。相关系数 $R^2=0.9793$, 校正系数 $R^2_{adj}=0.9526$, 模型能够很好地分析及预测槲皮素得率随三因素的变化情况。回归方程中二次项 A^2 、 B^2 和 C^2 , 一次项 A、B、

C 均对赶黄草叶槲皮素得率影响(Y)极显著($P<0.01$),交互项 BC 对赶黄草叶槲皮素得率(Y)影响显著($P<0.05$),交互项 AB、AC 对赶黄草叶槲皮素得率(Y)影响不显著($P>0.05$);结合 F 值大小可得:三因素对赶黄草叶所得槲皮素得率的影响大小顺序为:浸提时间(B)>原料目数(C)>液料比(A),浸提时间与原料目数的交互作用对槲皮素得率影响最大且为显著影响因素。

2.2.3 工艺变量与乔松素得率的关系 液料比(A)、浸提时间(B)、原料目数(C)三个变量与乔松素得率(Z)之间的二次三元回归方程为: $Z=0.9520+0.0488A+0.0138B+0.0850C+0.0200AB-0.0725AC-0.0175BC-0.0310A^2-0.0310B^2-0.1285C^2$ 。

模型方差分析和显著性检验结果如表 7 所示。模型中的 $P<0.01$,失拟项 $P=0.827>0.05$,模型显著且失拟不显著,说明模型拟合程度高;相关系数 $R^2=0.9662$,校正系数 $R^2_{adj}=0.9227$,该模型能有效解释响应值变化。二次项 C^2 ,一次项 A、C,交互项 AC 为极显著项($P<0.01$);二次项 A^2 、 B^2 ,一次项 B,交互项 AB、BC 为不显著项($P>0.05$);结合 F 值大小可得:三因素对赶黄草叶乔松素得率的影响大小顺序为原料目数(C)>液料比(A)>浸提时间(B),液料比与原料目数的交互作用显著影响乔松素得率。

表 7 乔松素得率(Z)响应面回归模型方差分析
Table 7 ANOVA for the response surface fitted models of pinocembrin (Z)

来源	平方和	DF	均方	F值	P值	显著性
模型	0.1845	9	0.0205	22.22	0.0002	**
A	0.0190	1	0.0190	20.62	0.0027	**
B	0.0015	1	0.0015	1.64	0.2411	—
C	0.0578	1	0.0578	62.68	<0.0001	**
AB	0.0016	1	0.0016	1.74	0.2292	—
AC	0.0210	1	0.0210	22.80	0.0020	**
BC	0.0012	1	0.0012	1.33	0.2869	—
A ²	0.0040	1	0.0040	4.39	0.0744	—
B ²	0.0040	1	0.0040	4.39	0.0744	—
C ²	0.0695	1	0.0695	75.40	<0.0001	**
残差	0.0065	7	0.0009			
失拟项	0.0012	3	0.0004	0.2967	0.8270	—
纯误差	0.0053	4	0.0013			
综合	0.1909	16				

$R^2=0.9662, R^2_{adj}=0.9227, R^2_{pred}=0.8583$

注:“**”表示差异极显著($P<0.01$),“*”表示差异显著($0.01<P<0.05$),“—”表示无显著差异($P>0.05$)。

2.2.4 最优浸提工艺及验证试验 根据 Design-Expert 13 软件,基于多目标遗传算法,进行最优值预测,得出最佳工艺条件为液料比 47.387:1 mL/g,浸提时间 65.959 min,原料粉碎目数 100.436 目,在此条件下预测没食子酸、槲皮素、乔松素得率分别为 3.77、1.95、0.96 mg/g。结合实际,确定最佳工艺条件为液料比 47:1 mL/g,浸提时间 66 min,原料 100 目,该条件下实际测得总黄酮和总酚得率为

18.94±2.87 mg/g 和 22.71±3.12 mg/g,没食子酸、槲皮素、乔松素得率分别为 3.70±0.14、1.92±0.12、0.94±0.05 mg/g,与预测值接近,表明优化的工艺条件准确可靠。

将浸提温度提升至 95 ℃,总黄酮和总酚得率为 30.21±1.85 和 47.23±5.25 mg/g,没食子酸、槲皮素、乔松素得率分别为 4.32±0.58、1.20±0.02、0.67±0.03 mg/g,如表 8 所示。95 ℃提取的总黄酮、总酚和没食子酸得率分别是 50 ℃提取的 2.08 倍、1.60 倍和 1.17 倍,而槲皮素和乔松素得率是 50 ℃提取的 62.50% 和 71.28%。95 ℃提取的总黄酮、总酚和没食子酸得率较高,可能与温度较高时,分子运动更剧烈,更有利于功效物质溶出有关^[34];但长时间高温提取时,可能会造成槲皮素和乔松素等部分多羟基类化合物氧化,从而导致得率较低^[35]。

表 8 不同温度提取对赶黄草叶总酚、总黄酮、没食子酸、槲皮素和乔松素得率的影响

Table 8 Effects of extraction temperature on the yields of total phenols, total flavonoids, gallic acid, quercetin, and pinocembrin from PCL

浸提温度 (℃)	得率 (mg/g)				
	总酚	总黄酮	没食子酸	槲皮素	乔松素
50	22.71±3.12 ^b	18.94±2.87 ^b	3.70±0.14 ^b	1.92±0.12 ^a	0.94±0.05 ^a
95	47.23±5.25 ^a	30.21±1.85 ^a	4.32±0.58 ^a	1.20±0.02 ^b	0.67±0.03 ^b

注:同列中的不同字母表示具有显著性差异, $P<0.05$ 。

2.3 PLE₅₀ 最大溶解度及功效成分含量

2.3.1 PLE₅₀ 最大溶解度 多酚类植物提取物,由多

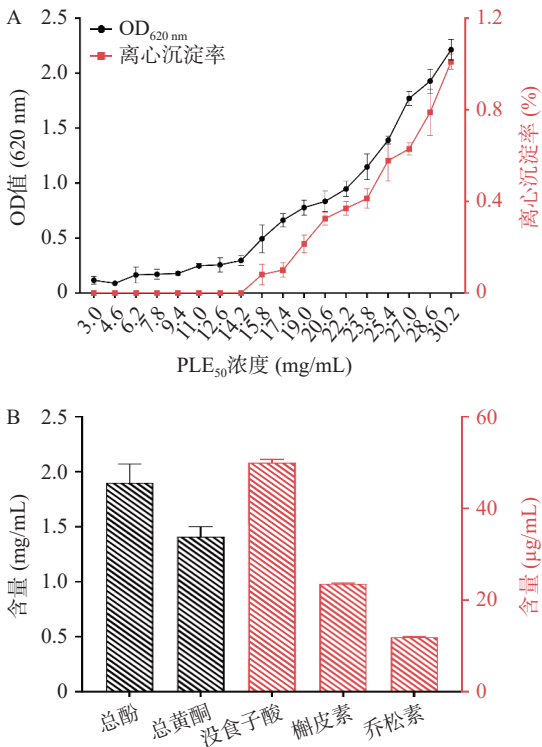


图 3 PLE₅₀ 最大溶解度及有效成分含量

Fig.3 Maximum solubility of PLE₅₀ and content of active ingredients at maximum solubility

种极性不同的化合物组成,在复溶形成高浓度水溶液时,易产生沉淀^[36],影响其生物利用度和产品性状,因此,进一步研究 PLE₅₀ 的最大溶解度,以便开展进一步特性研究。PLE₅₀ 水溶液的离心沉淀率及 620 nm 下吸光度值变化情况如图 3A 所示,PLE₅₀ 溶液的离心沉淀率与浊度(OD₆₂₀)随浓度增大而增加。当 PLE₅₀ 浓度小于 14.2 mg/mL 时,无离心沉淀且浊度稳定,各样本 OD₆₂₀ 均小于 0.3;当浓度大于 14.2 mg/mL 时,出现离心沉淀,浊度增加。因此,认为 PLE₅₀ 最大即时溶解度为 14.2 mg/mL。

2.3.2 PLE₅₀ 标志性有效成分含量 PLE₅₀ 按最大溶解度复溶于水,测得水溶液的有效成分含量如图 3B 所示,其水溶液中总酚、总黄酮、没食子酸、槲皮素及乔松素含量分别为 1.90、1.41 mg/mL 和 49.98、23.57 和 11.93 μg/mL。其中,总黄酮、没食子酸、槲皮素和乔松素含量分别是王星月赶黄草叶茶茶汤^[16](液料比 100:1、沸水冲泡)的 3.81 倍、1.16 倍、5.11 倍和 6.48 倍;槲皮素含量是张梦瑞等^[37] 赶黄草热水冲泡茶汤(液料比 54:1、80 ℃ 水冲泡 3 次)的

2.09 倍。

2.4 风味特征及挥发性成分分析

2.4.1 感官评定结果 根据溶解性实验,选择 14.2 mg/mL 的 PLE₅₀ 与 PLE₉₅ 进行感官评定。PLE₅₀ 与 PLE₉₅ 感官评定结果如图 4A、图 4B 所示。PLE₅₀ 的清香度、中药味、青草味得分分别为 8.3、5.3 和 6.1,气味可接受度为 3.4;而 PLE₉₅ 为 3.2、8.4 和 8.2,气味可接受度为-2.6。上述结果表明 PLE₅₀ 较 PLE₉₅ 清香度增加,中药味和青草味降低,PLE₅₀ 的气味可接受度显著优于 PLE₉₅,且样本的风味可接受度得分与清香度正相关,与中药味、青草味负相关。

PLE₅₀ 的涩味、苦味和鲜爽度得分分别为 3.1、3.8 和 4.9,滋味接受度为 3.1;而 PLE₉₅ 为 3.5、9.1 和 3.2,滋味接受度为-2.2。感官评定结果显示 PLE₅₀ 的苦味显著低于 PLE₉₅,且具有更高的鲜爽度。样本滋味可接受度得分与鲜爽度正相关,与涩味、苦味负相关。

综合气味与滋味感官评定结果,认为低温浸提显著弱化了赶黄草提取物的中药味、青草味和苦味,

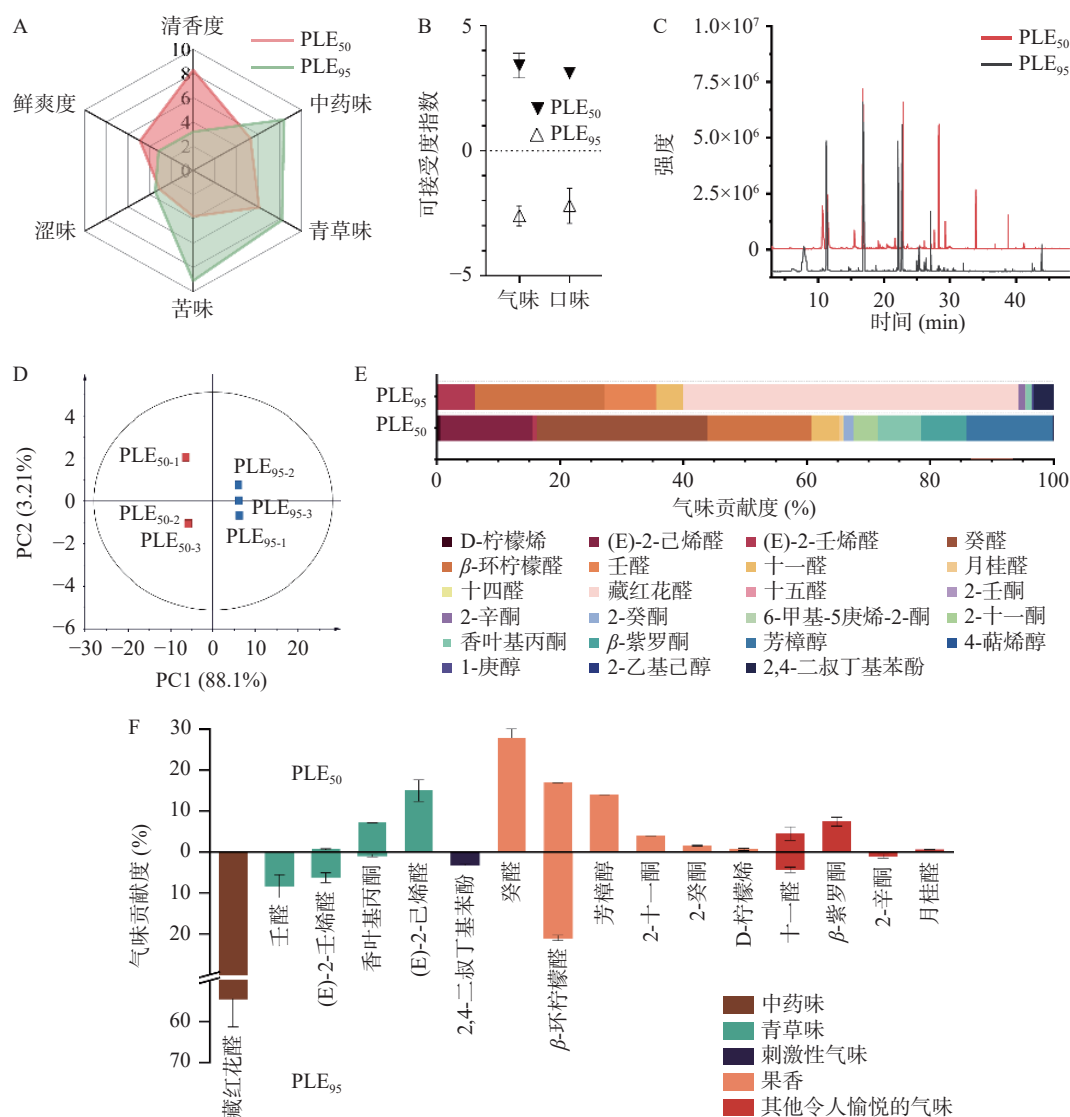


图 4 不同温度提取液感官分析与挥发性成分差异轮廓分析

Fig.4 Sensory analysis and volatile component difference profile analysis of extracts at different temperature

同时赋予了一定的清香度和鲜爽度,提高了风味可接受度。

2.4.2 挥发性物质的定性及相对含量分析 为进一步探索低温浸提改善赶黄草提取物风味的机制,采用 HS-SPME-GC-MS 测定 PLE₅₀ 和 PLE₉₅ 的挥发性成分(Volatile Organic Compounds, VOCs)。总离子流图如图 4C 所示,基线平稳,各峰分离清晰且峰形完整。在两组样本中共鉴定出 51 个挥发性化合物,其中共有化合物为 12 种,如表 9 所示。基于挥发性物质的相对峰面积占比,进行 PLS-DA 分析(图 4D),显示两组样本分布于第一主成分(PC1=

88.1%)中轴线两侧,即 PLE₉₅ 在第 1、4 象限,PLE₅₀ 在第 2、3 象限,表明两者在挥发性化合物组成上具有显著差异。

PLE₉₅ 共鉴定出 26 种化合物,包括酚类 1 种(38.06%)、烃类 10 种(24.85%)、醛类 5 种(10.36%)、酮类 4 种(5.93%)、醇类 4 种(13.03%)、酯类 2 种(7.77%)。酚类鉴定为 2,4-二叔丁基苯酚,相对含量 38.06%;烃类主要鉴定到十二烷和十五烷,相对含量 6.42% 和 4.44%;醇类主要有 2-乙基己醇、1-庚醇、(Z)-5-辛烯醇和 3,6-二甲基-3-庚醇,相对含量为 9.12%、1.66%、1.25% 和 1.01%;醛类主要包括藏红

表 9 PLE₅₀ 和 PLE₉₅ 的挥发性成分的 HS-SPME-GC-MS 鉴定结果及其 ROAV
Table 9 VOCs and their ROAVs in PLE₅₀ 和 PLE₉₅ identified by HS-SPME-GC-MS

序号	保留时间 (min)	中文名	英文名	分子式	相似度	保留 指数	相对峰面积(%)		ROAV值		阈值 (mg/kg) ^[48]	香气 ^[15,42-47]
							PLE ₅₀	PLE ₉₅	PLE ₅₀	PLE ₉₅		
							烃类					
							50.90	24.85				
1	5.325	丙炔**	Propyne	C ₃ H ₄	84	317	ND	3.69±0.89	/	/	/	/
2	9.036	癸烷*	Decane	C ₁₀ H ₂₂	93	1015	ND	2.85±1.55	/	/	/	/
3	12.146	3,3-二甲基辛烷*	3,3-Dimethyloctane	C ₁₀ H ₂₂	89	931	0.65±0.4	ND	/	/	/	/
4	12.395	D-柠檬烯	D-Limonene	C ₁₀ H ₁₆	92	1018	0.56±0.25	ND	2.26±0.87	ND	0.034	柑橘香、 柠檬香
5	13.462	3,7-二甲基癸烷*	3,7-Dimethyldecane	C ₁₂ H ₂₆	93	1086	2.03±0.49	0.64±0.06	/	/	/	/
6	13.691	4-甲基癸烷	4-Methyldecane	C ₁₁ H ₂₄	91	1051	1.21±0.4	0.42±0.04	/	/	/	/
7	14.302	4,8-二甲基-1,7-壬二烯*	4,8-Dimethyl-1,7-nonadiene	C ₁₁ H ₂₀	86	1026	1.81±0.53	ND	/	/	/	/
8	17.789	3-甲基十一烷**	3-Methylundecane	C ₁₂ H ₂₆	95	1150	1.20±0.08	1.95±0.07	/	/	/	/
9	19.146	十二烷	Dodecane	C ₁₂ H ₂₆	97	1214	7.26±0.34	6.42±1.74	/	/	/	/
10	19.601	3,6-二甲基十一烷**	3,6-Dimethylundecane	C ₁₃ H ₂₈	94	1185	1.11±0.1	ND	/	/	/	/
11	19.923	4-甲基十二烷**	4-Methyldodecane	C ₁₃ H ₂₈	92	1249	0.76±0.05	ND	/	/	/	/
12	21.368	3-乙基-3-乙基癸烷**	3-Ethyl-3-methyldecane	C ₁₃ H ₂₈	93	1229	0.74±0.1	ND	/	/	/	/
13	21.802	4,6-二甲基十二烷**	4,6-Dimethyldodecane	C ₁₄ H ₃₀	94	1285	2.05±0.06	1.15±0.04	/	/	/	/
14	22.737	十三烷**	Tridecane	C ₁₃ H ₂₈	97	1313	1.98±0.13	ND	/	/	/	/
15	25.837	1-十三烯**	1-Tridecene	C ₁₃ H ₂₆	91	1304	0.38±0.05	ND	/	/	/	/
16	26.108	十四烷*	Tetradecane	C ₁₄ H ₃₀	97	1413	5.26±0.05	2.65±1.13	/	/	/	/
17	29.283	十五烷**	Pentadecane	C ₁₅ H ₃₂	98	1512	19.14±0.63	4.44±0.35	/	/	/	/
18	30.141	2,6,11-三甲基十二烷**	2,6,11-Trimethyldodecane	C ₁₅ H ₃₂	88	1320	ND	0.64±0.05	/	/	/	/
19	32.676	十六烷**	Hexadecane	C ₁₆ H ₃₄	97	1612	1.08±0.01	ND	/	/	/	/
20	36.819	十七烷**	Heptadecane	C ₁₇ H ₃₆	97	1711	3.68±0.39	ND	/	/	/	/
							醛类					
							17.83	10.36				
21	5.74	(E)-2-己烯醛**	(E)-2-Hexenal	C ₆ H ₁₀ O	95	814	6.72±1.03	ND	53.91±5.78	ND	0.017	青草香
22	17.65	(E)-2-壬烯醛**	(E)-2-Nonenal	C ₉ H ₁₆ O	95	1112	0.18±0.03	1.49±0.35	2.4±0.5	11.50±5.80	0.01	黄瓜香、青草 香、脂肪香
23	19.399	癸醛**	Decanal	C ₁₀ H ₂₀ O	95	1204	5.13±0.28	ND	100±0.00	ND	0.007	柑橘香、 脂肪香
24	19.795	β-环柠檬醛 ^a	β-Cyclocitral	C ₁₀ H ₁₆ O	88	1204	2.24±0.54	2.49±0.43	61.12±16.97	38.54±2.78	0.005	柠檬香
25	21.957	壬醛*	Nonanal	C ₉ H ₁₈ O	92	1104	ND	1.59±0.82	ND	15.38±2.79	0.008	青草味、 脂肪味
26	23.034	十一醛	Undecanal	C ₁₁ H ₂₂ O	95	1303	1.47±0.58	1.30±0.13	16.07±7.34	8.03±1.21	0.0125	玫瑰香
27	26.426	月桂醛**	Dodecanal	C ₁₂ H ₂₄ O	96	1402	0.86±0.11	ND	1.85±0.34	ND	0.063	脂肪香
28	29.65	十四醛**	Tetradecanal	C ₁₄ H ₂₈ O	92	1601	0.28±0.09	ND	0.57±0.16	ND	0.067	柑橘香、果香
29	30.459	藏红花醛**	Safranal	C ₁₀ H ₁₄ O	90	1186	ND	3.49±0.84	ND	100±0.00	0.0027	木香、药香
30	37.256	十五醛**	Pentadecanal	C ₁₅ H ₃₀ O	91	1701	0.50±0.04	ND	0.07±0.00	ND	1	果香
31	42.56	十七醛*	Heptadecanal	C ₁₇ H ₃₄ O	94	1899	0.45±0.12	ND	/	ND	/	/

续表 9

序号	保留时间 (min)	中文名	英文名	分子式	相似度	保留 指数	相对峰面积(%)		ROAV值		阈值 (mg/kg) ^[48]	香气 ^[15,42-47]
							PLE ₅₀	PLE ₉₅	PLE ₅₀	PLE ₉₅		
			酮类				25.36	5.93				
32	14.947	2-壬酮**	2-Nonanone	C ₉ H ₁₈ O	94	1052	0.54±0.17	ND	0.37±0.10	ND	0.2	奶酪香、果香
33	18.199	2-辛酮**	2-Octanone	C ₈ H ₁₆ O	94	952	ND	1.51±0.28	ND	1.94±0.88	0.06	奶香、蘑菇香
34	18.836	2-癸酮**	2-Decanone	C ₁₀ H ₂₀ O	95	1151	1.39±0.07	ND	5.43±0.04	ND	0.035	奶酪香、脂肪 香、果香
35	20.051	6-甲基-5-庚烯- 2-酮**	6-Methyl-5-heptene- 2-one	C ₈ H ₁₄ O	93	938	ND	1.40±0.22	ND	0.11±0.05	1	青草香、薄荷 香、药香
36	22.495	2-十一酮	2-Undecanone	C ₁₁ H ₂₂ O	91	1251	0.73±0.46	ND	14.30±9.82	ND	0.007	芸香、桃子香、 柑橘香、脂肪香
37	27.616	香叶基丙酮**	Geranylacetone	C ₁₃ H ₂₂ O	96	1420	18.7±0.99	2.13±0.50	25.50±2.71	1.64±0.83	0.1	草木香
38	28.567	β -紫罗酮**	β -Ionone	C ₁₃ H ₂₀ O	94	1457	1.36±0.19	ND	26.57±4.39	ND	0.007	紫罗兰香、 花香
39	39.864	苜蓿基丙酮**	Benzylacetone	C ₁₀ H ₁₂ O	92	1228	ND	0.89±0.06	/	/	/	花香、沉香
40	39.968	植酮**	Phytone	C ₁₈ H ₃₆ O	95	1754	1.23±0.18	ND	/	/	/	青草香、木香
41	41.071	法尼基丙酮**	Farnesyl acetone	C ₁₈ H ₃₀ O	94	1902	1.41±0.17	ND	/	/	/	木香
			醇类				4.58	13.03				
42	15.304	芳樟醇**	Linalool	C ₁₀ H ₁₈ O	86	1082	2.22±0.18	ND	50.35±3.79	ND	0.006	铃兰花香、柑 橘香
43	18.372	4-萜烯醇**	Terpinen-4-ol	C ₁₀ H ₁₈ O	94	1137	0.56±0.13	ND	0.02±0.00	ND	5	松木香
44	19.805	3,6-二甲基-3- 庚醇**	3,6-Dimethyl-3- heptanol	C ₉ H ₂₀ O	88	943	ND	1.01±0.11	/	/	/	/
45	23.85	1-庚醇**	1-Heptanol	C ₇ H ₁₆ O	93	960	ND	1.66±0.07	ND	0.64±0.14	0.2	油腻味
46	24.039	(Z)-5-辛烯醇**	(Z)-5-Octenol	C ₈ H ₁₆ O	85	1067	ND	1.25±0.18	/	/	/	蘑菇香
47	24.973	2-乙基己醇**	2-Ethylhexanol	C ₈ H ₁₈ O	97	995	ND	9.12±2.04	ND	0.03±0.01	25.5	蘑菇香、甜香
48	43.47	1-十六醇**	1-Hexadecanol	C ₁₆ H ₃₄ O	94	1854	1.8±0.12	ND	/	/	/	玫瑰香
			酯类				0.00	7.77				
49	15.744	丁酸丁酯**	Butyl butanoate	C ₈ H ₁₆ O ₂	94	984	ND	1.14±0.39	/	/	/	/
50	42.813	邻苯二甲酸二 甲酯**	Dimethyl phthalate	C ₁₀ H ₁₀ O ₄	87	1440	ND	6.63±0.6	/	/	/	芳香气味
			酚类				1.33	38.06				
51	29.531	2,4-二叔丁基 苯酚**	2,4-Ditert- butylphenol	C ₁₄ H ₂₂ O	93	1555	1.33±0.4	38.06±7.32	0.36±0.10	5.89±0.30	0.5	烷基酚的刺激 性气味

注: ND表示未检测出;/表示未查询到阈值及其香味描述;*表示相对峰面积差异显著(0.01<P<0.05);**表示相对峰面积差异极显著(P<0.01)。

花醛、 β -环柠檬醛、壬醛、(E)-2-壬烯醛和十一醛,相对含量 3.49%、2.49%、1.59%、1.49% 和 1.30%; 酮类以香叶基丙酮、2-辛酮和 6-甲基-5-庚烯-2-酮为主,相对含量 2.13%、1.51% 和 1.40%; 酯类鉴定到邻苯二甲酸二甲酯和丁酸丁酯,相对含量 6.63% 和 1.14%。其中,2,4-二叔丁基苯酚是一种具有刺激性气味的植物的次生代谢产物,广泛存在于植物中^[38],王星月等^[16]在赶黄草叶和叶茶中也鉴定到该物质。藏红花醛、香叶基丙酮为 PLE₉₅ 中相对含量最高的醛和酮,与杨欣等^[39]通过水蒸气蒸馏法所得赶黄草挥发油的鉴定结果一致。邻苯二甲酸二甲酯为常见塑化剂,可能来源于储存样品的塑料自封袋^[40]。

PLE₅₀ 共鉴定到 37 种化合物,包括烃类 17 种(50.9%)、酮类 7 种(25.36%)、醛类 9 种(17.83%)、醇类 3 种(4.58%)、酚类 1 种(1.33%),以烃类相对含量最高。烃类主要包括十五烷和十二烷,相对含量 19.14% 和 7.26%; 酮类主要有香叶基丙酮、法尼基丙酮、2-癸酮和 β -紫罗酮,相对含量 18.70%、1.41%、1.39% 和 1.36%; 醛类主要鉴定到(E)-2-己烯醛、癸醛、 β -环柠檬醛和十一醛,相对含量 6.72%、5.13%、

2.24% 和 1.47%; 醇类包括芳樟醇、1-十六醇和 4-萜烯醇,相对含量 2.22%、1.80% 和 0.56%; 酚类物质鉴定为 2,4-二叔丁基苯酚,相对含量 1.33%。与 PLE₉₅ 相比,PLE₅₀ 中具有刺激性气味的挥发性物质 2,4-二叔丁基苯酚相对含量显著降低,藏红花醛未被检出,酯类未检出;香叶基丙酮含量升高,同时检出(E)-2-己烯醛、癸醛、芳樟醇、1-十六醇、4-萜烯醇、法尼基丙酮、2-癸酮和 β -紫罗酮等特异性醛、醇、酮类物质。

2.4.3 基于 ROAV 值的关键风味成分分析 PLE₅₀ 和 PLE₉₅ 中各挥发性成分的 ROAV 如表 9 和图 4E 所示,关键气味活性物质气味贡献度对比如图 4F 所示。通常视 ROAV ≥ 1 的化合物为关键气味活性物质^[41]。

PLE₉₅ 中共有 8 种物质的 ROAV 大于 1,按 ROAV 值由高到低分别为:藏红花醛、 β -环柠檬醛、壬醛、(E)-2-壬烯醛、十一醛、2,4-二叔丁基苯酚、2-辛酮和香叶基丙酮,以藏红花醛为最大贡献风味物质(ROAV=100),占气味贡献度的 54.43%。藏红花醛呈药香和木香^[42],推测是 PLE₉₅ 药味的主要来源;壬醛、(E)-2-壬烯醛和香叶基丙酮均呈生青味、青草

味^[15,43],其 ROAV 分别为 15.38、11.50 和 1.64,三者气味贡献度总和为 15.53%,仅次于藏红花醛;2,4-二叔丁基苯酚具有不愉快的刺激性气味^[44],ROAV 值为 38.06,气味贡献度 5.89%; β -环柠檬醛、十一醛和 2-辛酮分别呈柠檬香^[42]、玫瑰香^[15]和奶油香^[45],ROAV 值分别为 38.54、8.03 和 1.94,三者气味贡献度总和为 26.41%。上述结果表明,在 PLE₉₅ 的关键风味物质中,具有令人愉悦香气的物质占比仅为 26.41%,具有不良风味的物质气味贡献度占比高达 75.85%,而藏红花醛、2,4-二叔丁基苯酚产生的药味和刺激性气味是导致 PLE₉₅ 气味可接受度低的主要原因,其次是壬醛、(E)-2-壬烯醛、香叶基丙酮的青草味。

PLE₅₀ 的挥发性成分中共有 12 种化合物 ROAV 大于 1,包括醛类 6 种,醇类 1 种,酮类 4 种,烃类 1 种,按 ROAV 值由高到低分别为:癸醛、 β -环柠檬醛、(E)-2-己烯醛、芳樟醇、 β -紫罗酮、香叶基丙酮、十一醛、2-十一酮、2-癸酮、(E)-2-壬烯醛、D-柠檬烯和月桂醛。癸醛为最大贡献风味物质(ROAV=100),呈柑橘香和脂肪香^[42]; β -环柠檬醛(ROAV=61.12)、芳樟醇(ROAV=50.35)、2-十一酮(ROAV=14.30)、

2-癸酮(ROAV=5.43)和 D-柠檬烯(ROAV=2.26)具有柠檬、柑橘和桃子等果香^[42,46], β -紫罗酮(ROAV=26.57)、十一醛(ROAV=16.07)和月桂醛(ROAV=1.85)分别为紫罗兰香、玫瑰香和脂肪香^[15,47],上述物质气味贡献度总和为 76.97%,可赋予 PLE₅₀ 令人愉悦的水果香气;以生青味、青草味为特征的(E)-2-己烯醛、香叶基丙酮和(E)-2-壬烯醛的 ROAV 值分别为 53.91、25.50 和 2.40,气味贡献度总和为 22.66%;而 2,4-二叔丁基苯酚的 ROAV 为 0.36,气味贡献度低于 0.1%。上述结果表明,PLE₅₀ 中藏红花醛、2,4-二叔丁基苯酚含量极低,是其药味和不良刺激性气味显著减弱,从而增加其感官接受度的主要原因。

2.5 体外抗氧化活性评价

PLE₅₀ 与 PLE₉₅ 对 DPPH 自由基(图 5A)、ABTS⁺ 自由基(图 5B)、羟自由基(图 5C)清除能力和铁离子还原力(图 5D)在本实验浓度范围内,随浓度增大而增加,相同浓度下,PLE₅₀ 抗氧化活性优于 PLE₉₅。对照组 V_C 对上述三种自由基的半数清除浓度 IC₅₀ 分别为 0.021、0.015 和 0.14 mg/mL,PLE₅₀ 的 IC₅₀ 分别为 0.034、0.087 和 0.91 mg/mL,PLE₉₅ 的 IC₅₀ 分别为 0.063、0.091 和 2.0 mg/mL。

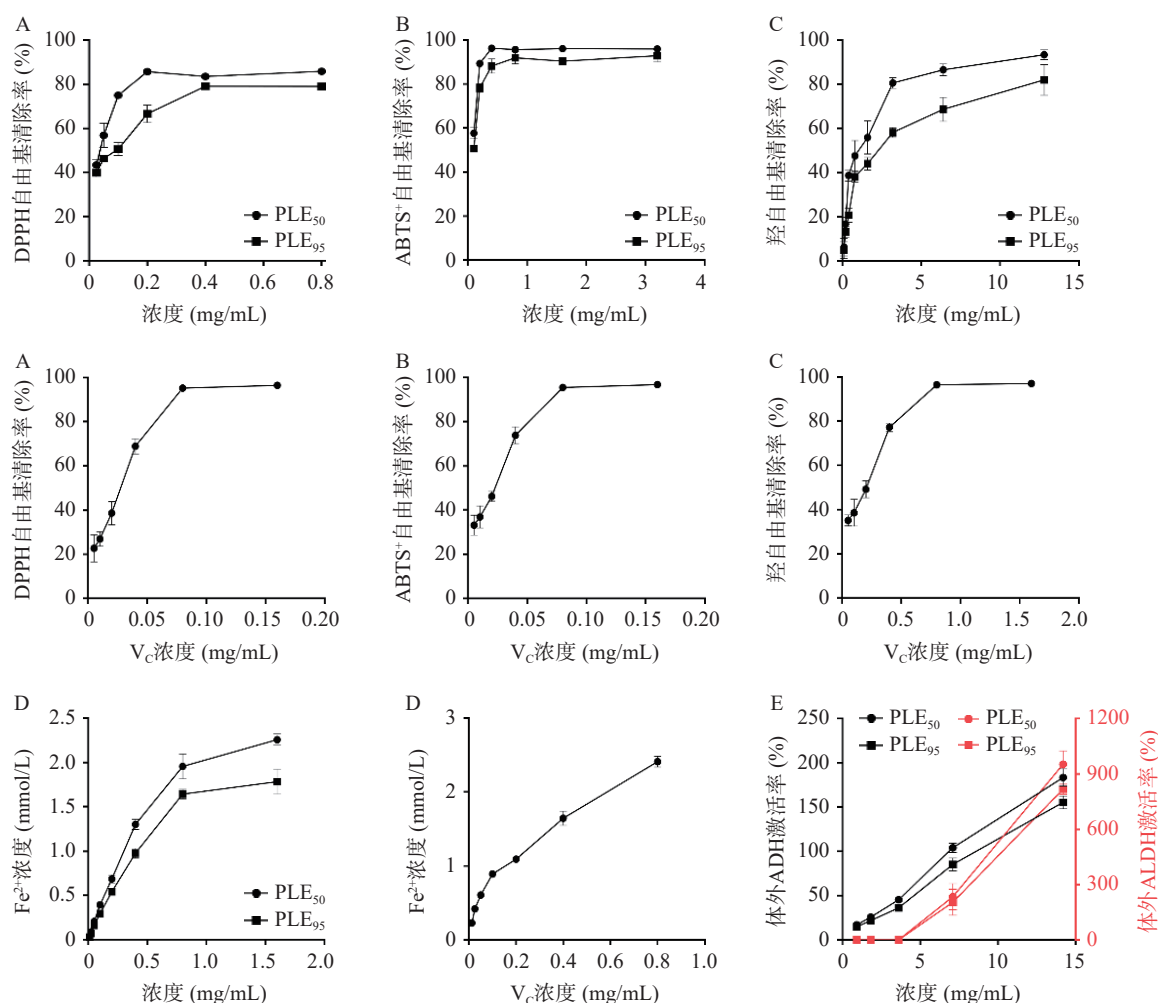


图 5 PLE₅₀ 体外抗氧化活性和解酒活性

Fig.5 *In vitro* antioxidant activity and anti-alcoholism activity of PLE₅₀

实验结果表明, PLE₅₀ 与 PLE₉₅ 对 DPPH 自由基清除能力相当, 均弱于 V_C, 强于超声辅助水提制得的 PCL 提取物^[49], 与超声辅助 80% 甲醇、80% 乙醇和 80% 丙酮分别提取的 PCL 提取物清除能力相当^[49]; PLE₅₀ 与 PLE₉₅ 对 ABTS⁺ 自由基清除能力相当, 均弱于 V_C, 优于采用 70% 乙醇超声辅助提取的赶黄草提取物冻干粉^[50]; PLE₅₀ 对羟自由基清除能力强于 PLE₉₅ 和采用分级萃取制备的 PCP 水相提取物, 弱于 V_C 和 PCP 有机相提取物^[51]。PLE₅₀ 铁离子还原力弱于 V_C, 但强于 PLE₉₅, 依旧有较强的还原力, 在 1.6 mg/mL 时还原生成 Fe²⁺ 的含量与 2.26 mmol/L 亚铁标准溶液相当。结果表明, 本低温浸提工艺制备的 PLE₅₀ 具有良好的体外抗氧化活性, 且抗氧化能力略优于 PLE₉₅, 这可能与低温水提工艺保护赶黄草叶中部分抗氧化活性物质, 防止其高温失活有关, 但具体机制待进一步研究。

2.6 ADH/ALDH 激活率

赶黄草具有良好的解酒保肝作用^[52], ADH 和 ALDH 是人体解酒过程中的关键酶^[53], 因此测定 PLE₅₀ 对两种解酒酶的激活率, 初步判断其解酒功效。PLE₅₀ 对 ADH 和 ALDH 的激活率在本实验浓度范围内, 随浓度增大而增加(图 5E), 相同浓度下, PLE₅₀ 对 ADH 和 ALDH 的激活率略高于 PLE₉₅, 但无显著差异。当浓度为 7.1 mg/mL 时, PLE₅₀ 对 ADH 和 ALDH 激活率分别为 104% 和 234.33%; PLE₉₅ 对 ADH 和 ALDH 激活率分别为 85.29% 和 203.88%。当浓度为 14.2 mg/mL 时, PLE₅₀ 对 ADH 和 ALDH 的激活率进一步增加到 183.33% 和 951.88%, 此时 PLE₅₀ 对 ADH 的激活率与 PLE₉₅ (R=155.32%) 相当, 高于 1 mg/mL 藤茶和葛花复合固体饮料^[54], ALDH 激活率与 PLE₉₅ (R=816.65%) 相当, 高于 180 mg/mL 的香菇肽^[30]。因此, 初步推断 PLE₅₀ 达到 7.2 mg/mL 后, 可通过提高 ADH 和 ALDH 活性, 加速乙醇和乙醛分解, 从而达到加速酒精代谢的目的, 且解酒活性与 PLE₉₅ 相当, 这可能与低温水提对赶黄草叶中热敏性解酒物质的活性保护有关。

3 结论

本文采用优化的低温水提工艺, 制备了赶黄草叶提取物 PLE₅₀, 通过抑制沸水提取过程不良风味物质藏红花醛、2,4-二叔丁基苯酚的溶出, 以及减少多酚抗氧化活性物质的高温损失, 初步实现了赶黄草叶提取物的矫味保效作用。PLE₅₀ 的槲皮素和乔松素得率优于沸水浸提, 总黄酮、没食子酸、乔松素、槲皮素含量显著高于热水泡饮; 体外实验证明, PLE₅₀ 具有与沸水提取物 PLE₉₅ 相当的解酒酶激活作用和略优的抗氧化作用。本文为赶黄草功能饮料的开发提供了技术支持和数据支撑, 可在此基础上进一步研究 PLE₅₀ 的贮藏稳定性、生物利用度及体内量效关系, 持续推动赶黄草功能饮品开发及其有益健康作用的发挥。

© The Author(s) 2025. 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] 王杉. 赶黄草多酚提取工艺及对非酶糖基化抑制作用[J]. 食品科技, 2022, 47(8): 179–186. [WANG S. Extraction process of polyphenols from *Penthorum chinense* pursh and its inhibitory effect on non-enzymatic glycosylation[J]. Food Science and Technology, 2022, 47(8): 179–186.]
- [2] YIN J H, REN W, WEI B, et al. Characterization of chemical composition and prebiotic effect of a dietary medicinal plant *Penthorum chinense* Pursh[J]. Food Chemistry, 2020, 319: 126568.
- [3] LI R, WU D T, HU J P, et al. Polyphenol-enriched *Penthorum chinense* Pursh ameliorates alcohol-related liver injury through Ras/Raf/MEK/ERK pathway: integrating network pharmacology and experiment validation[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2024, 321: 117513.
- [4] LI X X, LI Y T, ZHAO W W, et al. Dihydroflavonoids as bioactive components of *Penthorum chinense*, a miao ethnomedicine, against NAFLD through bile acid metabolism pathway[J]. Chemistry & Biodiversity, 2022, 19(5): e202200146.
- [5] 向卓亚, 朱柏雨, 朱永清, 等. 赶黄草活性成分提取及不同部位成分分布对比[J]. 食品与机械, 2024, 40(3): 165–172. [XI-ANG Z Y, ZHU B Y, ZHU Y Q, et al. Extraction of active ingredients from *Penthorum chinense* Pursh and comparison of component distribution in different parts[J]. Food & Machinery, 2024, 40(3): 165–172.]
- [6] LIU L, LUO X, ZOU M J, et al. Macroporous resin-assisted enrichment and isolation of antioxidant and cytotoxic phenolics from *Penthorum chinense*[J]. Revista Brasileira de Farmacognosia, 2021, 31(6): 854–858.
- [7] ZHAO X T, ZHOU M T, DENG Y, et al. Functional teas from *Penthorum chinense* pursh alleviates ethanol-induced hepatic oxidative stress and autophagy impairment in zebrafish via modulating the AMPK/p62/Nrf2/mTOR signaling axis[J]. Plant Foods for Human Nutrition, 2022, 77(4): 514–520.
- [8] LUO R X, HU Y D, WANG L, et al. *Penthorum chinense* Pursh extract ameliorates hepatic steatosis by suppressing pyroptosis via the NLRP3/Caspase-1/GSDMD pathway[J]. Food Science & Nutrition, 2024, 12: 5176–5187.
- [9] WANG S J, LI W Q, LIU W X, et al. Total flavonoids extracted from *Penthorum chinense* Pursh mitigates CCl₄-induced hepatic fibrosis in rats via inactivation of TLR4-MyD88-mediated NF- κ B pathways and regulation of liver metabolism[J]. Frontiers in Pharmacology, 2023, 14: 1253013.
- [10] YONG Y Y, YAN L, WANG B D, et al. *Penthorum chinense* Pursh inhibits ferroptosis in cellular and *Caenorhabditis elegans* models of Alzheimer's disease[J]. Phytomedicine, 2024, 127: 155463.
- [11] SUN Y R, HE L B, WANG W, et al. Polyphenols from *Penthorum chinense* Pursh. Attenuates high glucose-induced vascular inflammation through directly interacting with Keap1 protein[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2021, 268: 113617.
- [12] WANG A Q, LIN L G, WANG Y T. Traditional Chinese herbal medicine *Penthorum chinense* Pursh: A phytochemical and pharmacological review[J]. The American Journal of Chinese Medicine, 2015, 43: 601–620.

- [13] CHEN Y. *Penthorum chinense* Pursh polysaccharide induces a mitochondrial-dependent apoptosis of H22 cells and activation of immunoregulation in H22 tumor-bearing mice[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2023, 224: 510–522.
- [14] 张梦瑞, 冉旭, 曾里, 等. 赶黄草叶茶总黄酮、游离氨基酸及槲皮素浸出动力学分析[J]. *食品与机械*, 2023, 39(5): 125–131. [ZHANG M R, RAN X, ZENG L, et al. Leaching kinetics analysis of total flavonoids, free amino acids and quercetin from *Penthorum chinense* Pursh leaf tea[J]. *Food & Machinery*, 2023, 39(5): 125–131.]
- [15] TIAN X, WANG X Y, XU W, et al. *Penthorum chinense* Pursh leaf tea debittering mechanisms via green tea manufacturing process and its influence on NAFLD-alleviation activities[J]. *Food Chemistry*, 2024, 445: 138715.
- [16] 王星月, 杨满然, 张紫涵, 等. 赶黄草叶茶制备工艺及其对风味、功效成分溶出的影响[J]. *中国食品学报*, 2022, 22(2): 241–252. [WANG X Y, YANG X R, ZHANG Z H, et al. *Penthorum chinense* Pursh leaf tea preparation technology and its influence on flavor and functional ingredients dissolution[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2022, 22(2): 241–252.]
- [17] 王星月, 杨满然, 贾利蓉, 等. 赶黄草茎苦味物质基础及茎茶脱苦工艺对其风味、功效成分的影响研究[J]. *食品科技*, 2021, 46(4): 51–56. [WANG X Y, YANG X R, JIA L R, et al. Bitter compounds in *Penthorum chinense* Pursh stem and the influence of debittering processing on its flavonoids and functional ingredients[J]. *Food Science and Technology*, 2021, 46(4): 51–56.]
- [18] 杜宇峰, 车红霞, 李笑然, 等. 虾青素酯来源、消化吸收与健康功效的研究进展[J]. *食品与机械*, 2024, 40(9): 219–235. [DU Y F, CHE H X, LI X R, et al. Research progress on digestion, absorption and health efficacy of astaxanthin ester[J]. *Food & Machinery*, 2024, 40(9): 219–235.]
- [19] SRIDHAR A, VAISHAMPAYAN V, SENTHIL KUMAR P, et al. Extraction techniques in food industry: Insights into process parameters and their optimization[J]. *Food and Chemical Toxicology*, 2022, 166: 113207.
- [20] MENG T. Influence of ultrasonic nebulization extraction, infusion temperatures, and matrices on aroma release and perception of green tea[J]. *Food Science and Technology*, 2019, 115: 108216.
- [21] XU J L, KIM T J, KIM J K, et al. Simultaneous roasting and extraction of green coffee beans by pressurized T liquid extraction[J]. *Food Chemistry*, 2019, 281: 261–268.
- [22] LIANG S, GAO Y, FU Y Q, et al. Innovative technologies in tea-beverage processing for quality improvement[J]. *Current Opinion in Food Science*, 2022, 47: 100870.
- [23] ZAKARIA N H, WHANMEK K, THANGSIRI S, et al. Optimization of cold brew coffee using central composite design and its properties compared with hot brew coffee[J]. *Foods*, 2023, 12: 2412.
- [24] 李晓龙, 杨焱, 李文, 等. 不同烹饪方式对鹿茸菇营养特性和非挥发性风味物质的影响[J/OL]. *食品工业科技*: 1–14[2024-08-18]. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2024020256. [LI X L, YANG Y, LI W, et al. Effects of different cooking methods on nutritional properties and non-volatile flavor substances of *Lyophyllum decastes*[J/OL]. *Science and Technology of Food Industry*: 1–14[2024-08-18]. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2024020256.]
- [25] 吴均, 吴俊葶, 杨碧文, 等. 超声-酶辅助低共熔溶剂提取桑叶总黄酮的工艺优化及其抗氧化活性研究[J]. *食品工业科技*, 2024, 45(3): 31–39. [WU J, WU J T, YANG B W, et al. Optimization of ultrasonic-enzyme-assisted deep eutectic solvents extraction process of total flavonoids from mulberry leaves and its antioxidant activity[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2024, 45(3): 31–39.]
- [26] THIDA A, TOYAMA O, SATIRAPHAN M. Simultaneous determination of gallic acid and quercetin in leaf extract of *Madhuca longifolia* from myanmar by HPLC-DAD: method development and validation[J]. *Key Engineering Materials*, 2020, 859: 51–56.
- [27] LI Y D, WU T, DENG X J, et al. Characteristic aroma compounds in naturally withered and combined withered γ -aminobutyric acid white tea revealed by HS-SPME-GC-MS and relative odor activity value[J]. *LWT*, 2023, 176: 114467.
- [28] 张谓培, 李青, 包鸿慧, 等. 干燥方式对绿碎茶多酚提取物体外抗氧化和抗糖尿病及乙酰胆碱酯酶抑制活性的影响[J]. *食品与发酵工业*, 2024, 50(4): 77–84. [ZHANG T P, LI Q, BAO H H, et al. Effects of different drying methods on *in vitro* antioxidant, anti-diabetic, and acetylcholinesterase inhibitory activities of polyphenol extracts from broken green tea[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2024, 50(4): 77–84.]
- [29] 杨紫瀚, 吴伟杰, 高原, 等. 莲藕解酒功能软糖的制备及功效评价[J]. *浙江农业学报*, 2024, 36(2): 404–415. [YANG Z H, WU W J, GAO Y, et al. Preparation and efficacy evaluation of lotus root relieving alcoholism functional gel fudge[J]. *Acta Agriculturae Zhejiangensis*, 2024, 36(2): 404–415.]
- [30] 程湛, 杨宇迪, 匡绮蓉, 等. 香菇肽提取优化及其体外抗氧化醒酒活性[J]. *中国食品学报*, 2015, 15(4): 93–102. [CHENG Z, YANG Y D, KUANG Q R, et al. Optimized extraction of lentinus edodes peptides and effects on facilitating alcohol metabolism *in vitro*[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2015, 15(4): 93–102.]
- [31] ZHENG H L, DU H R, YE E J, et al. Optimized extraction of polyphenols with antioxidant and anti-biofilm activities and LC-MS/MS-based characterization of phlorotannins from *Sargassum muticum*[J]. *LWT*, 2024, 198: 116069.
- [32] 冯菲菲, 刘思思, 刘汝宽, 等. 亚临界萃取栀子果油工艺条件优化研究[J]. *湖南林业科技*, 2024, 51(1): 67–72. [FENG F F, LIU S S, LIU R K, et al. Optimization of subcritical fluid extraction conditions for gardenia fruit oil[J]. *Hunan Forestry Science & Technology*, 2024, 51(1): 67–72.]
- [33] SUN Z L, ZHANG Y Z, ZHANG F, et al. Quality assessment of *Penthorum chinense* Pursh through multicomponent qualification and fingerprint, chemometric, and anti hepatocarcinoma analyses[J]. *Food & Function*, 2018, 9(7): 3807–3814.
- [34] 张澳环, 赵子冰, 王晰, 等. 无患子花总皂苷提取工艺优化及抗氧化、美白活性研究[J]. *林产化学与工业*, 2024, 44(4): 36–44. [ZHANG A H, ZHAO Z B, WANG X, et al. Optimisation of extraction process of *Sapindus mukorossi* Gaertn. flowers and *in vitro* antioxidant and whitening activities[J]. *Chemistry and Industry of Forest Products*, 2024, 44(4): 36–44.]
- [35] 王绍云, 文正康, 韦国兰, 等. 超声-振荡辅助提取透骨香叶中槲皮素的工艺研究[J]. *中国调味品*, 2016, 41(4): 61–65, 87. [WANG S Y, WEN Z K, WEI G L, et al. Study on quercetin extraction from leaves of *Gaultheria leucocarp* by ultrasonic and mechanical oscillation assisted extraction method[J]. *China Condiment*, 2016, 41(4): 61–65, 87.]
- [36] CHEN B, WANG X W, ZHANG Y Y, et al. Improved solubility, dissolution rate, and oral bioavailability of main biflavonoids from *Selaginella doederleinii* extract by amorphous solid dispersion[J]. *Drug Delivery*, 2020, 27(1): 309–322.
- [37] 张梦瑞, 张彤, 郑仕辉, 等. 冲泡条件对赶黄草茶茶汤品质影

- 响[J]. *食品研究与开发*, 2023, 44(12): 144–152. [ZHANG M R, ZHANG T, ZHENG S H, et al. Effects of brewing conditions on the quality of *Penthorum chinense* Pursh tea infusion[J]. *Food Research and Development*, 2023, 44(12): 144–152.]
- [38] ZHAO F Q, WANG P, LUCARDI R D, et al. Natural sources and bioactivities of 2,4-Di-Tert-Butylphenol and its analogs[J]. *Toxins*, 2020, 12(1): 35.
- [39] 杨欣, 李亚辉, 刘明, 等. 赶黄草挥发油 GC-MS 分析及保肝靶点筛选[J]. *天然产物研究与开发*, 2019, 31(9): 1520–1527. [YANG X, LI Y H, LIU M, et al. Analysis of chemical constituents and bioinformatics of *Penthorum chinense*[J]. *Natural Product Research and Development*, 2019, 31(9): 1520–1527.]
- [40] 毕荣宇, 王国江, 卢君, 等. GC-MS 结合自动解卷积技术分析谷壳中挥发性风味成分[J]. *中国酿造*, 2024, 43(2): 243–252. [BI R Y, WANG G J, LU J, et al. Analysis of volatile components in rice husk by GC-MS combined with automatic mass spectral deconvolution and identification system[J]. *China Brewing*, 2024, 43(2): 243–252.]
- [41] XU Y, WANG Y, LI R X, et al. Characteristic aroma analysis of finger citron in four different regions based on GC-MS-HS-SPME and ROAV[J]. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2022, 46(12): e17191.
- [42] WANG J Q, DAI Z S, GAO Y, et al. Untargeted metabolomics coupled with chemometrics for flavor analysis of Dahongpao oolong tea beverages under different storage conditions[J]. *LWT*, 2023, 185: 115128.
- [43] WU X, HU Y Q, WANG Q, et al. Study on the correlation between the dominant microflora and the main flavor substances in the fermentation process of cigar tobacco leaves[J]. *Frontiers in Microbiology*, 2023, 14: 1267447.
- [44] 熊怡玲, 吴宝珠, 王天杨, 等. 基于顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用、气相色谱-离子迁移与电子鼻分析 NaCl 添加量对产香酵母 YC14 挥发性风味物质的影响[J]. *食品与发酵工业*, 2024, 50(10): 282–289. [XIONG Y L, WU B Z, WANG T Y, et al. Effect of NaCl concentration on flavor profile of aromatic yeast YC14 using headspace solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry, gas chromatography-ion mobility spectrometry, and E-nose[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2024, 50(10): 282–289.]
- [45] 李述刚, 霍嘉颖, 周琦, 等. 核桃油风味物质与生物活性关联分析[J]. *食品科学技术学报*, 2024, 42(4): 11–21. [LI S G, HUO J Y, ZHOU Q, et al. Correlation analysis between flavor substances and biological activity of walnut oil[J]. *Journal of Food Science and Technology*, 2024, 42(4): 11–21.]
- [46] 刘聪, 刘欣, 王鹏, 等. 14 种市售麻椒鸡的品质及风味分析[J/OL]. *食品工业科技*: 1–24[2024-08-18]. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2024020119. [LIU C, LIU X, WANG P, et al. Quality and flavor analysis of 14 kinds of commercially available hemp pepper chicken[J/OL]. *Science and Technology of Food Industry*: 1–24[2024-08-18]. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2024020119.]
- [47] 白洁, 蒋华彬, 张小飞, 等. 不同鲜薯方便粥挥发性风味物质分析[J]. *粮食与油脂*, 2023, 36(4): 45–50. [BAI J, JIANG H B, ZHANG X F, et al. Analysis of volatile flavor substance in different instant porridge with fresh potato[J]. *Cereals & Oils*, 2023, 36(4): 45–50.]
- [48] VAN GEMERT V J. Odor thresholds complications of odor threshold values in air, water and other media[M]. London: Longman, 2011.
- [49] 刘佳, 向卓亚, 朱柏雨, 等. 赶黄草叶不同溶剂提取物中活性成分、抗氧化活性及胰脂肪酶抑制活性对比[J/OL]. *食品工业科技*: 1–17[2024-08-18]. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2023100072. [LIU J, XIANG Z Y, ZHU B Y, et al. Comparison of active components, antioxidant activity and pancreatic lipase inhibitory activity in different solvent extracts of *Penthorum Chinense* leaf[J/OL]. *Science and Technology of Food Industry*: 1–17[2024-08-18]. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2023100072.]
- [50] 徐韶棠, 杨轶滢, 王艺瑾, 等. 4 种植物提取物的体外抗氧化活性比较[J]. *食品研究与开发*, 2022, 43(24): 66–72. [XU S T, YANG Y X, WANG Y J, et al. *In vitro* comparison on antioxidant activities of extracts from four plant species[J]. *Food Research and Development*, 2022, 43(24): 66–72.]
- [51] 余付香, 陈明旭, 成桥, 等. 赶黄草总黄酮分级萃取及活性分析[J]. *天然产物研究与开发*, 2017, 29(6): 976–982. [YU F X, CHEN M X, CHENG Q, et al. Classified extraction and activity of total flavonoids from *Penthorum chinense* Pursh[J]. *Natural Product Research and Development*, 2017, 29(6): 976–982.]
- [52] 黄项鸣, 樊欣钰, 陆敏. 赶黄草治疗常见肝病的研究进展[J]. *世界科学技术-中医药现代化*, 2023, 25(1): 438–443. [HUANG X M, FAN X Y, LU M. Research progress on *Penthorum chinense* Pursh in common liver diseases[J]. *Modernization of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica-World Science and Technology*, 2023, 25(1): 438–443.]
- [53] 曾文燊, 黄达荣, 谢斯威, 等. 葛根异黄酮组成、结构及功效机制研究进展[J]. *食品科学*, 2023, 44(1): 353–361. [ZENG W S, HUANG D R, XIE S W, et al. Progress in research on composition, structure, functions and mechanism of action of radix puerariae isoflavones[J]. *Food Science*, 2023, 44(1): 353–361.]
- [54] 李冬梅, 杨洁, 李宝玉, 等. 藤葛复合解酒固体饮料的制备及体外解酒作用[J]. *食品工业*, 2022, 43(4): 47–53. [LI D M, YANG J, LI B Y, et al. The preparation of *Ampelopsis grossedentata* and *Puerariae fos* complex anti-inebriation solid beverage and evaluation of anti-inebriation activity *in vitro*[J]. *The Food Industry*, 2022, 43(4): 47–53.]