

局部超声效应对甜橙皮渣总酚提取及其抗氧化性的影响

Locally sonochemical effect on total phenolic contents and their antioxidant abilities in the extracts from sweet orange peels

张震^{1,2} 马亚琴^{1,2} 王鹏旭^{1,2} 成传香^{1,2} 朱攀攀^{1,2}

ZHANG Zheng^{1,2} MA Ya-qin^{1,2} WANG Peng-xu^{1,2} CHENG Chuan-xiang^{1,2} ZHU Pan-pan^{1,2}

(1. 西南大学柑桔研究所, 重庆 400712; 2. 国家柑桔工程技术研究中心, 重庆 400712)

(1. Citrus Research Institute, Southwest University, Chongqing 400712, China;

2. National Citrus Engineering Research Center, Chongqing 400712, China)

摘要:通过定位划分超声槽不同位置,系统探讨超声温度、提取时间、超声位置、超声功率对长叶橙皮渣中总酚提取及其抗氧化性的影响。结果表明:随着超声温度的增加、处理时间的延长,长叶橙皮渣中总酚含量显著增加,并在不同的超声位置存在一定差异性,超声温度 30 °C 是提取总酚类物质的理想温度。超声功率对总酚的提取有积极作用。此外,不同超声位置其超声化学效应是不均一的,超声场 P5 位置是处理长叶橙皮渣总酚的最佳活性区域。超声处理后,总酚含量与其抗氧化性有良好的线性关系,在不同温度水平 15, 30, 40 °C (分别超声 10, 20, 30, 45, 60 min), 不同超声位置(P1, P2, P3, P4, P5) 和不同超声功率条件下处理, 相关系数 R^2 依次是 0.708 3, 0.746 9, 0.718 9, 0.971 2, 0.735 0, 其中不同超声位置上处理得到的 R^2 最大, 表明选择最佳的超声活性区域能有效提高长叶橙皮渣总酚含量及其抗氧化性。

关键词:甜橙皮渣; 局部超声效应; 总酚; 抗氧化能力

Abstract: The effect of ultrasonic parameters including ultrasonic treatment temperature and time and the ultrasonic treatment power on the content and antioxidant capacity of phenolic acids from orange leaves peels in a local position were explored. The results indicated that ferulic acid content was the highest in orange leaves and peels, and both the content of seven phenolic acids and total phenolic contents (TPC) were increased with the increase of treatment time and temperature with some small differences. 30 °C was found to be the optimal temperature. Ultrasonic treatment power was also revealed

to have a positive effect on the content of single phenolic acid and total phenolic contents. Moreover, sonochemical effect was dynamic and uneven in different position, the contents of single phenolic acid and total phenolic improved greatly in the local position of P5. A good linear correlation was investigated between Trolox-equivalent antioxidant capacity (TEAC) value and the content of total phenolic acids after ultrasonic treatments. The correlation coefficients for the ultrasonic temperature of 15, 30, 40 °C were 0.708 3, 0.746 9, 0.718 9 (the treatment time varied from 10, 20, 30, 45 to 60 min at both temperature levels), the positions of (P1, P2, P3, P4, P5) were 0.971 2 and 0.735 0 at four ultrasonic power levels, respectively. The correlation coefficient for the locally ultrasonic positions was found largest.

Keywords: sweet orange; local ultrasonic effect; total phenolic; antioxidant ability

酚酸很少以游离态的形式存在,通常与有机酸、糖以及各种酯以结合态形式存在,是具有抗癌、抗肿瘤、抗菌、抗氧化性等的一类生物活性物质。因此,有效提取酚酸类物质是目前的研究热点。柑橘果实富含酚酸类物质,且果皮中酚酸含量高于果肉,柑橘皮中酚酸类物质的提取已有不少研究报道。Nayak 等^[1]比较研究了传统溶剂提取、加速溶剂提取、微波辅助提取、超声辅助提取柑橘皮中酚类物质。Hiri 等^[2]在不同的提取条件下研究了微波、超声、超临界二氧化碳、高压等方法处理橙皮对其总酚和单个酚酸组分的影响,发现超声波和微波处理后酚酸提取量最高,由于超声波在低温条件下能有效提取热不稳定性组分并保持提取物的品质,因此,在未来更具应用潜力;超临界 CO₂萃取法处理后酚酸提取量最低,但提取过程中有机溶剂的使用量最小,环保性较好;高压处理后造成总酚含量的降低,这可能与酶的氧化以及酚酸

基金项目:国家现代农业产业技术体系建设专项资金项目(编号: CARS-27-05C)

作者简介:张震,男,西南大学在读硕士研究生。

通信作者:马亚琴(1978—),女,西南大学柑桔研究所副研究员,博士。E-mail: myaya211@163.com

收稿日期:2018-05-08

分子结构发生变化引起酚酸降解有关。Luengo 等^[3] 研究认为应用脉冲电场技术提取甜橙皮渣中的多酚具有潜在的优势, 不仅能提高其抗氧化能力, 缩短提取时间, 而且不使用有机溶剂提取, 有利于环保。

超声波辅助提取技术能在低温条件下短时间内提高提取率, 有机溶剂用量少兼具环保等优势, 在提取生物活性物质领域被广泛关注。近年来的研究认为不当的超声处理也会造成提取物的降解, Qiao 等^[4] 在模拟体系中探讨了超声处理对单一酚酸的影响, 发现在一定条件下, 酚酸含量的下降符合零级降解动力学, 可能是酚酸的分解和聚合反应造成的。Sun 等^[5] 研究了超声处理引起咖啡酸降解的机理, 得出与 Qiao 等^[4] 相似的结论。Qu 等^[6] 利用平板扫频脉冲超声波在模拟体系中处理酚酸, 发现超声温度、频率、扫描范围、扫描次数以及脉冲比等超声参数均显著影响咖啡酸和芥子酸的降解, 且芥子酸比咖啡酸更易降解, 并鉴定了 2 种酚酸的降解产物为二聚物及其同分异构体, 但降解产物的结构仍不清楚。超声处理造成酚酸含量降低, 一方面归因于酚酸化学结构的不稳定性; 另一方面, 基于超声场存在活性区域和消极区域, 且不同区域的超声化学效应是动态变化的^[7-9], 在超声场活性区域产生强烈的空穴作用导致酚酸发生脱羧反应以及聚合反应。笔者^[10] 前期的研究表明超声场的能量是不均一的, 超声场区域的差异可能是引起多酚提取量呈显著性差异的原因。Kulkarni 等^[9] 研究发现局部超声中声压的增加与 I_3^- 的解离速率呈正相关性, 且在不同的超声局部声场 I_3^- 的浓度和声压均存在一定的差异。Kanthale 等^[7] 研究了 KI 溶液在超声作用下形成 I_3^- 浓度的变化, 其结果与 Kulkarni 等^[9] 的研究基本一致, 尽管碘剂量浓度和提取率变化的原因不同, 但确定了超声场具有不均一性。

目前, 利用局部超声场对柑橘皮渣总酚和抗氧化性影响的研究尚未见报道。本研究通过划分超声水槽的空间位置(图 1), 系统地研究超声水槽不同位置产生的空穴效应对总酚提取量及其抗氧化性的影响, 旨在明确局部超声场中超声能量的分布特性, 为优化超声提取工艺提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 试验原料与试剂

甜橙皮渣: 原料长叶橙, 皮渣来自西南大学柑桔研究所, 50 °C 烘箱烘干, 过筛得到 80 目粒径的样品, 在 4 °C 条件下贮藏备用;

福林酚试剂: 北京鼎国试剂公司;

2,4,6-反式-2-吡啶基三嗪 (TPTZ)、6-羟基-2,5,7,8-四甲基苯并二氢吡喃-2-羧酸 (Trolox) 标准品: 美国 Sigma 公司;

其他试剂均为分析纯。

1.2 试验仪器和设备

超声波提取设备: DP-800 型, 上海生析超声设备有限公司;

电子分析天平: FAZ004B 型, 上海精密仪器有限公司;

紫外可见分光光度计: TU-1901 型, 北京普析通用仪器有限责任公司。

1.3 试验设计

1.3.1 超声波处理 准确称取 2 g 长叶橙皮渣干样粉末, 置于 250 mL 三角锥瓶中, 按 1 : 20 (g/mL) 的料液比加入 40 mL 60% 乙醇。选定超声频率 25 kHz 的超声波进行超声处理, 超声换能器在水槽底部的分布情况见图 2。物料距水槽底部 10 cm, 超声波处理过程中水槽水位高度为 14 cm, 整个试验水位高度保持一致; 此外, 设定的超声位置与换能器的距离以水槽 4 个角的顶点和水槽中心点与超声换能器中心点的距离计算。超声处理后滤纸过滤并收集滤液放置在 -20 °C 冰箱备用。

1.3.2 单因素试验设计

(1) 超声温度和超声时间: 固定超声功率 800 W, 超声位置 P5, 考察在 3 种超声温度 (15, 30, 40 °C) 条件下, 超声时间 (10, 20, 30, 45, 60 min) 对总酚含量和抗氧化能力的影响。

(2) 超声位置: 固定超声功率 800 W, 超声温度 30 °C, 超声时间 10 min, 考察超声位置 (P1, P2, P3, P4, P5 见图 1) 对总酚含量和抗氧化能力的影响。

(3) 超声功率: 固定超声温度 30 °C, 超声位置 P5, 超声时间 10 min, 考察超声功率 (320, 480, 640, 800 W) 对总酚及抗氧化能力的影响。

1.3.3 总酚 (TPC) 测定 根据文献^[11], 修改如下: 准确移取 0.25 mL 提取液于 25 mL 容量瓶中, 加入蒸馏水 9.75 mL, 再加入 0.5 mL 福林酚试剂并充分振荡后静置 5 min, 接着加入 6% 的 Na_2CO_3 溶液 5 mL, 最后蒸馏水定容至 25 mL 充分振荡后避光放置 30 min, 在 760 nm 处测定分光光度吸收值。用 0.25 mL 蒸馏水代替提取液, 按上述步骤即得空白。样品

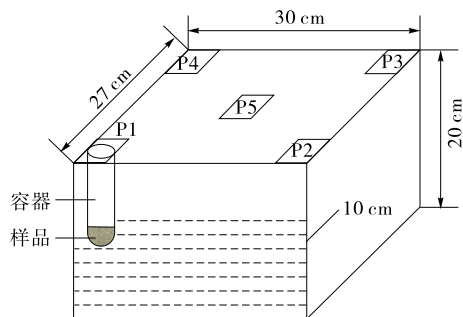


图 1 超声波设备示意图

Figure 1 Schematic diagram of the ultrasonic apparatus

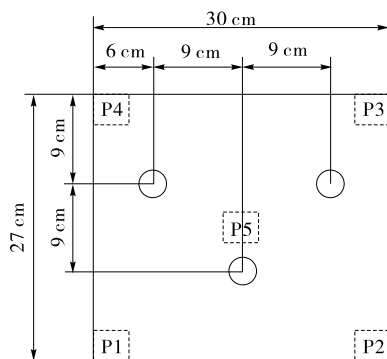


图 2 超声换能器分布图

Figure 2 Schematic diagram of sonochemical reactors for ultrasonic irradiation at 25 kHz

中的总酚含量用每克干物质含有的毫克当量的没食子酸含量来表示。

1.3.4 抗氧化性测定 参照 FRAP 法^[12-13],将 0.1 mL 提取液与 2.45 mL FRAP 工作液充分混合,避光反应 30 min,在 593 nm 处测定吸收值。空白以 0.1 mL 80% 甲醇代替提取液与 2.45 mL 工作液混合均匀,其他步骤同样品处理,空白校零,抗氧化能力用每克样品当量的 Trolox (TEAC) 表示。

1.4 数据分析

测得的试验数据以($x \pm s$)来表示。以 Excel 和 Origin9 分析软件结合进行分析,方差分析(ANOVA)通过 SPSS (Version 20.0.0)完成, $P < 0.05$ 水平上为显著性差异。

2 结果与分析

2.1 超声温度和提取时间对总酚含量的影响

由图 3 可知,超声温度和提取时间对长叶橙皮渣中总酚含量的变化有显著性影响($P < 0.05$)。不同温度水平,随超声时间的延长,总酚含量的变化表现出不一致性。在温度为 15 °C 时,总酚含量随超声时间的增加表现出先减小再增加的趋势,超声处理 45 min 时总酚含量达到最高。在 3 种温度条件下,30 °C 处理后总酚含量最高。在 40 °C 时,当超声时间从 20 min 延长至 45 min 时总酚含量增加了 21.37%,该温度下总酚含量随时间的变化差异性最为显著($P < 0.05$)。综上可知,30 °C 超声处理 45 min,总酚含量最高。此外,超声温度和提取时间可能存在叠加或互作效应,30 °C 时超声时间从 10 min 增加到 60 min 其总酚含量一直呈增加趋势,但在 40 °C,超声处理 45 min 时总酚含量达到最大,之后随着超声时间延长总酚含量反而降低。利用超声波提取咖啡渣中总酚的研究也得到相似的结果,提取温度高于 45 °C,提取时间超过 36 min 总酚含量下降^[14]。说明酚酸对高温敏感,遇热不稳定,在低温条件下超声波具有较强的提取优势,表明利用超声波辅助提取热不稳定性生物活性成分有潜力。另一方面,总酚中的类黄酮物质不仅含量比酚酸高而且有良好的热稳定性,超声处理后,总酚含量可能与类黄酮具有相同的变化趋势^[15]。

2.2 超声位置对总酚含量的影响

超声位置作为一个重要的超声参数,在以前的文献中却

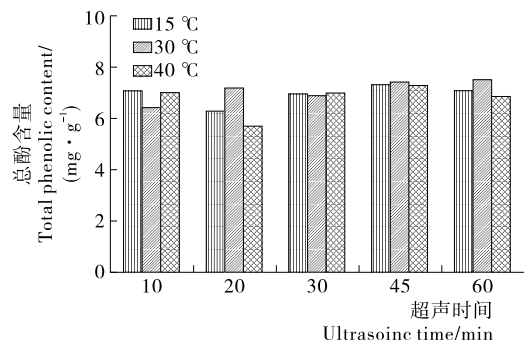


图 3 在 P5 位置不同温度水平超声提取对总酚含量的影响
Figure 3 Effect of ultrasonic extraction on TPC of extracts from Changye orange peels at temperature level of 15, 30, 40 °C with 800 W at the position of P5

鲜有报道,这是因为很多超声增强的研究并未关注到超声场的不均匀性。超声位置对提取效果的影响是基于在超声场的不同超声位点其超声强度不同而产生的。本试验采用水浴式超声波,整个水域槽即是超声场,超声处理过程中水浴槽内水位的高度保持一致。不同超声位置上,超声场中的超声化学效应具有显著性差异,从 P1 到 P5 位置(如图 4 所示),总酚含量呈上升趋势,P5 位置总酚含量最高,说明 P5 位置可能是超声槽的活性区域,该区域更有利于长叶橙皮渣中酚类物质的提取。超声活性区域是指具有较强的超声化学效应(机械效应,热效应,空穴效应),通常超声活性区域与超声换能器的位置有关,相关研究^[16]已表明有效的超声能量存在于超声换能器附近,并随中心轴距离的增加而衰减或吸收。

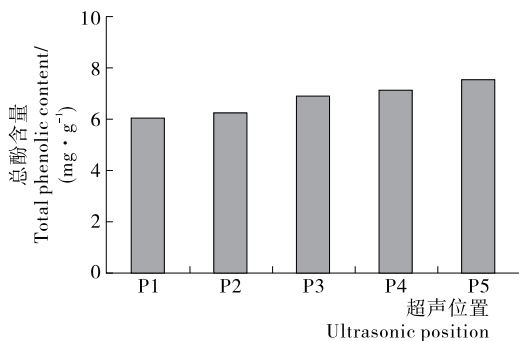


图 4 超声位置对总酚含量的影响

Figure 4 Effects of local positions on TPC of extracts from sweet orange peels at 30 °C with 20 min

本研究中超声波换能器分布如图 2 所示,水槽底部共设置了 3 个换能器,距离水槽 P5 位置 4.5 cm 处设置了一个超声换能器,其他 2 个换能器距离 P5 位置均约 7.5 cm;此外,3 个换能器距离 P3 和 P4 位置分别约是 10,23,26 cm,距离 P1 和 P2 位置分别约是 17,18,30 cm。综合比较 3 个超声换能器距离 P5 位置最近,P3、P4 位置次之,P1 和 P2 位置最远,其结果与在相应超声位置得到的总酚含量基本一致。说明超声换能器附近有较强的超声化学效应,这也是造成 P5 位置总酚含量较高的原因。Kulkarni 等^[9]在超声水浴槽的不同位置研究了超声波辅助提取对芒果叶片中芒果苷的影响,以及 KI 溶液在超声作用下形成 I₃⁻ 浓度的变化,发现在超声槽的不同位置芒果苷的提取率和 I₃⁻ 浓度变化均不同,但碘剂量浓度和提取率变化与空穴强度的变化趋势一致。同样,利用超声波从穿心莲中提取穿心莲内脂,发现提取物含量不仅比溶剂提取提高了 65.87%,而且在超声水槽的不同位置发现穿心莲内脂的提取量是不同的^[17],说明整个超声场的强度是不一致的,与本试验的结果一致。因此,超声提取过程中,超声位置的选择须慎重考虑。

2.3 超声功率对总酚含量的影响

由图 5 可知,超声功率对总酚含量有积极的影响。超声功率从 320 W 升高至 640 W 时,总酚含量增加了 13.12%,增幅较大,可能是超声功率的增加使局部区域范围内作用于提取物的超声化学效应增强。其中超声波机械效应有利于长

叶橙皮细胞壁的破坏,使酚类物质溶出更多,同时超声空穴效应产生的高温高压和强烈的冲击作用加速了酚酸类物质的溶出。此外,超声波强度越大,热作用越强,加速了酚酸类等分子的热运动,总体表现出总酚含量随超声波功率的增加而升高。从 640 W 升高至 800 W 时,总酚含量增加了 1.86%,增幅变小。随着超声功率的增加,超声处理过程中可能产生的热损耗和散射能量随之增加,最终导致作用于组织内部的能量相对减少^[18],与前期研究^[19]结论一致。

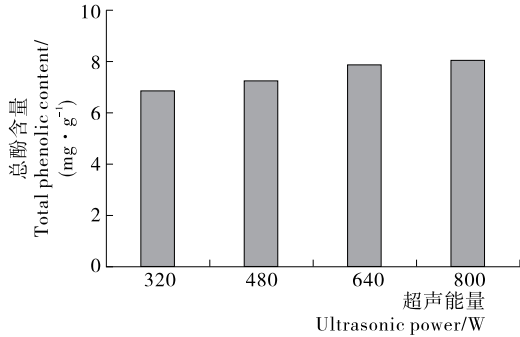


图5 超声功率对总酚含量的影响

Figure 5 Effects of ultrasonic power on TPC of extracts from sweet orange peels at 30 °C with 20 min in position of P5

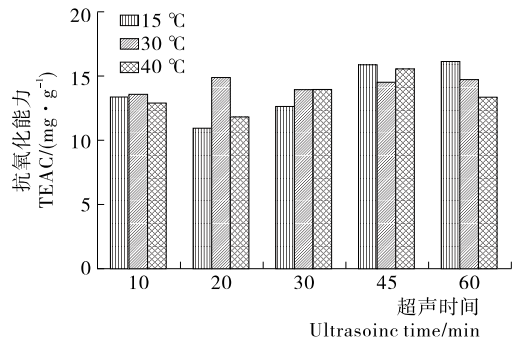
2.4 局部超声处理对抗氧化能力的影响

超声处理对长叶橙皮渣中抗氧化性的影响见图 6。图 6 表明提取物的抗氧化性在超声时间、提取温度、超声能量、超声位置 4 个超声参数的作用下均有显著变化。比较图 3 和图 6(a),超声处理对总酚提取及其抗氧化性的影响趋势非常相似,在相对较低的温度(15 °C)条件下,抗氧化能力随着超声时间的延长而增加,在相对较高的温度(40 °C)条件下,超声处理 45 min 后,总酚含量和抗氧化能力均下降,可能是高温易造成酚酸降解引起的,但总酚的抗氧化能力在低温条件下超声处理更有效。当超声能量从 320 W 增加到 800 W 时,抗氧化能力增幅达到了 13.6%。Singanusong 等^[20]的研究认为超声处理能有效地增强柑橘皮提取物抗氧化能力,宽皮柑橘皮提取物抗氧化能力比酸橙高 3 倍多,丙酮提取物抗氧化能力比甲醇和乙醇都高,并且 80% 丙酮提取物抗氧化能力最高,测定的 FRAP 值为 2521.47 mg /100 g DW。而超声处理金诺橘皮得到 80% 甲醇提取物的抗氧化能力最强,其 FRAP 值为(42.06 ± 1.11) mg/g^[21]。不同研究报道柑橘皮提取物 FRAP 值的差异很可能是柑橘品种、溶剂类型、溶剂浓度以及超声设备型号的不同而造成的。

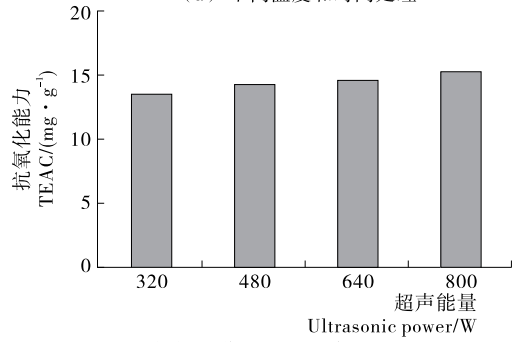
长叶橙皮总酚抗氧化能力随超声位置不同而存在差异,但与总酚影响趋势基本一致。在超声槽的 P5 位置抗氧化能力最强,因此,在超声提取过程中,选择有效的超声区域有利于从根本上提高提取效率。

2.5 局部超声场处理后总酚与抗氧化相关性比较

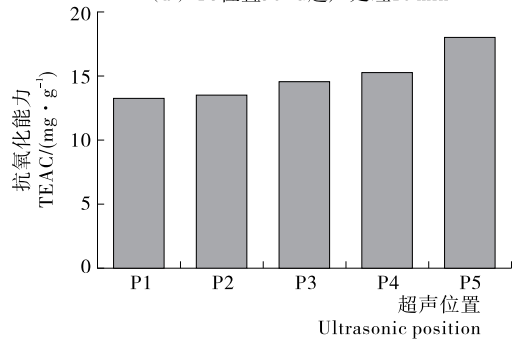
局部超声区域超声处理长叶橙皮渣总酚含量与其抗氧化能力相关性见图 7。图 7 表明总酚含量与 TEAC 值有良好的线性关系。总酚含量越高,其对应的抗氧化能力越强。



(a) 不同温度和时间处理



(b) P5位置30 °C超声处理10min



(c) 30 °C超声处理10min

图6 超声提取对总酚提取物抗氧化性的影响

Figure 6 Effects of ultrasonic extraction on antioxidant ability of ethanol extracts from Changye orange peels

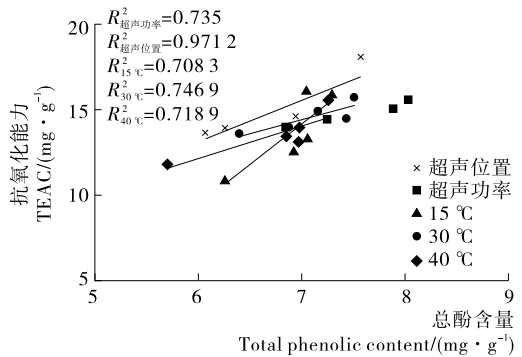


图7 总酚和抗氧化性的相关性

Figure 7 Correlation between TPC and TEAC yield

15,30,40 °C 温度水平(分别超声 10,20,30,45,60 min),不同超声位置(P1,P2,P3,P4,P5)和不同超声功率处理,R²依次是0.708 3,0.746 9,0.718 9,0.971 2,0.735 0,其中不同超声位置上处理 R²最大,说明超声位置能显著影响酚酸类物质的提取和抗氧化性(P<0.05)。以上结果表明,总酚含量

与其 FRAP 值存在一定正相关^[22-24],有效的超声波处理能显著提高长叶橙皮酚类物质的抗氧化性。

3 结论

本研究结果表明局部超声效应能有效地增强长叶橙皮渣中总酚含量和抗氧化能力。随着超声温度和提取时间的增加,当设定超声温度 30 ℃,提取时间 45 min,超声槽 P5 位置及超声功率 800 W 时,总酚含量达到最大(8.03 mg/g)。同时,总酚含量与其抗氧化性有良好的线性关系,在 15,30,40 ℃温度水平,不同超声位置和不同超声功率条件下, R^2 依次是 0.708 3,0.746 9,0.718 9,0.971 2,0.735 0,表明局部超声效应显著影响酚酸等活性物质的提取和其抗氧化性。基于上述试验数据进一步证实了超声场的不均一性,明确了超声换能器的分布是影响超声能量多寡的主要影响因素。在超声处理过程中,总酚含量和抗氧化值随超声时间和温度梯度的变化均未与其完全呈直线关系,而是产生一定波动,可能与局部超声场的时空动态变化有关,其具体时空动态特性还有待深入研究。

参考文献

- [1] NAYAK Ba, DAHMOUNE F, MOUSSI K, et al. Comparison of microwave, ultrasound and accelerated-assisted solvent extraction for recovery of polyphenols from *Citrus sinensis* peels[J]. *Food Chemistry*, 2015, 187: 507-516.
- [2] HIRI N M, IOANNOU I, BOUDHIROUA N M, et al. Effect of different operating conditions on the extraction of phenolic compounds in orange peel[J]. *Food and Bioproducts Processing*, 2015, 96: 161-170.
- [3] ELISA Luengo, IGNACIO Álvarez, JAVIER Raso. Improving the pressing extraction of polyphenols of orange peel by pulsed electric fields[J]. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 2013, 17: 79-84.
- [4] QIAO Li-ping, YE Xing-qian, SU Yu-jing, et al. Sonochemical effects on free phenolic acids under ultrasound treatment in a model system[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2013, 20(4): 1 017-1 025.
- [5] SU Yu-jing, QIAO Li-ping, YE Xing-qian. The sonodegradation of caffeic acid under ultrasound treatment: relation to stability[J]. *Molecules*, 2013, 18(1): 561-573.
- [6] QU Wen-jun, SEHEMUA R M, FENGA Y T, et al. Sonochemical effect of flat sweep frequency and pulsed ultrasound (FSFP) treatment on stability of phenolic acids in a model system[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2017, 39: 707-715.
- [7] KANTHALE P M, GOGATE P R, PANDIT A B, et al. Mapping of an ultrasonic horn: link primary and secondary effects of ultrasound[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2003, 10(6): 331-335.
- [8] RAO Mei, CHEN Quan, SHI Hua, et al. Normal and shear strain estimation using beam steering on linear-array transducers[J]. *Ultrasound in Medicine & Biology*, 2007, 33(1): 57-66.
- [9] KULKARNI V M, RATHOD V K. Mapping of an ultrasonic bath for ultrasound assisted extraction of mangiferin from *Mangifera indica* leaves[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2014, 21(2): 606-611.
- [10] MA Ya-qing, YE Xing-qian, WU Hou-jiu, et al. Evaluation of the effect of ultrasonic variables at locally ultrasonic field on yield of hesperidin from penggan (*Citrus reticulata*) peels[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2015, 60(2): 1 088-1 094.
- [11] 马亚琴, 吴厚玖, 周志钦, 等. 不同超声频率对温州蜜柑皮总酚和抗氧化能力的影响[J]. *食品科学*, 2012, 33(13): 66-69.
- [12] BENZIE I F, STRAIN J J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay[J]. *Analytical Biochemistry*, 1996, 239(1): 70-76.
- [13] WOLFE K, WU Xian-zhou, LIU Rui-hai. Antioxidant activity of apple peels[J]. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 2003, 51: 609-614.
- [14] AL-DHABI N A, PONMURUGAN K, JEGANATHAN P M. Development and validation of ultrasound-assisted solid-liquid extraction of phenolic compounds from waste spent coffee grounds[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2017, 34: 206-213.
- [15] 马亚琴, 叶兴乾, 吴厚玖, 等. 超声处理对瑯溪蜜柚果皮中酚酸含量及抗氧化性的影响[J]. *食品科学*, 2011, 32(7): 25-29.
- [16] ROMDHANE M, GOURDON C, CASAMATTA G. Local investigation of some ultrasonic devices by means of a thermal sensor[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 1995, 33(3): 221-227.
- [17] RAO P R, RATHOD V K. Mapping study of an ultrasonic bath for the extraction of andrographolide from *Andrographis paniculata* using ultrasound[J]. *Industrial Crops and Products*, 2015, 66(1): 312-318.
- [18] Ma Ya-qing, YE Xing-qian, HAO Yun-bin, et al. Ultrasound-assisted extraction of hesperidin from Penggan peel[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2008, 15(3): 227-232.
- [19] 朱攀攀, 马亚琴, 窦华亭, 等. 超声处理条件对血橙皮渣中黄酮类物质的影响[J]. *食品与发酵工业*, 2015, 41(1): 126-130.
- [20] SINGANUSONG R, NIPORNRAM S, TOCHAMPA W, et al. Low power ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from mandarin (*Citrus reticulata* Blanco cv. Sainampung) and lime (*Citrus aurantifolia*) peels and the antioxidant[J]. *Food Analytical Methods*, 2015, 8(5): 1 112-1 123.
- [21] SAFDAR M N, KAUSAR T, JABBAR S, et al. Extraction and quantification of polyphenols from kinnow (*Citrus reticulata* L.) peel using ultrasound and maceration techniques[J]. *Journal of Food and Drug Analysis*, 2017, 25(3): 488-500.
- [22] XU Gui-hua, Liu Dong-hong, Chen Jian-chu, et al. Juice components and antioxidant capacity of citrus varieties cultivated in China[J]. *Food Chemistry*, 2008, 106(2): 545-551.
- [23] SUN Yu-jing, QIAO Li-ping, SHEN Yan, et al. Phytochemical profile and antioxidant activity of physiological drop of citrus fruits[J]. *Journal of Food Science*, 2013, 78(1): C37-C42.
- [24] XI Wei, ZHANG Yang, SUN Yu-jing, et al. Phenolic composition of Chinese wild mandarin (*Citrus reticulata* Blanco) pulps and their antioxidant properties[J]. *Industrial Crops & Products*, 2014, 52(1): 466-474.