

李超峰, 吴雯雯, 王靖雯, 等. 银杏果外种皮总黄酮提取工艺和抗氧化活性[J]. 江苏农业科学, 2021, 49(6): 150–155.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2021.06.026

银杏果外种皮总黄酮提取工艺和抗氧化活性

李超峰¹, 吴雯雯², 王靖雯², 雷晓萌², 唐伯平^{1,2}

(1. 江苏省滩涂生物资源与环境保护重点实验室/江苏省盐土生物资源重点实验室/盐城师范学院湿地学院, 江苏盐城 224007;

2. 盐城师范学院海洋与生物工程学院, 江苏盐城 224007)

摘要:以银杏果肉外种皮为原料、总黄酮含量为指标, 采用冷凝回流法和超声波法提取, 分别以料液比、乙醇浓度、提取温度和超声波功率、工作时长、超声时长为试验单因素, 确定影响提取效果的因素及其水平, 通过正交法优化, 确定最佳提取工艺。采用还原力与清除羟自由基、超氧阴离子自由基、1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH)自由基能力对总黄酮进行抗氧化活性的评价。结果表明, 当超声波功率为 75 W、液料比为 6 mL:1 g、乙醇浓度为 70%、提取温度为 60 ℃、工作总时长为 1 080 s、工作时长为 3 s/次和间隙时长为 10 s/次时, 银杏外种皮的总黄酮提取率最高, 为 2.21%。研究还发现, 银杏果外种皮总黄酮具有良好的抗氧化活性。

关键词:银杏; 外种皮; 总黄酮; 抗氧化活性; 提取工艺

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2021)06-0150-05

银杏(*Ginkgo biloba* L.)为银杏科银杏属仅有的植物, 素有植物“活化石”之称, 在民间常用作中草药。银杏果实、叶片和树皮均有很高的药食价值, 主要含有黄酮类、内酯类、有机酚酸类、聚戊烯醇类、多糖类等生物活性物质, 其中黄酮类和内酯类是主要药用成分^[1-4]。目前, 银杏的药用成分在临床上主要用于治疗心脑血管疾病、抗氧化、抗肿瘤、抗衰老、抗炎、降低血液黏度、降血脂、提高机体免疫力等方面^[4-8], 因而受到广泛关注, 具有广阔的市场前景。银杏果外种皮是银杏种子(白果)硬壳外的肉质部分, 俗称白果衣胞。我国在生产银杏种核时, 每年约产生 4.8 万 t 外种皮, 且常常被作为废弃物丢弃于环境中, 既浪费了资源, 又造成了严重的环境污染。近年来的研究发现, 银杏外种皮含有多糖、酚酸、黄酮、萜内酯等多种化合物, 具有较高的药用价值^[9], 因此, 加大对银杏外种皮的开发利用, 可以节约有限的生物资源, 减轻环境污染。

本研究采用冷凝回流提取法和超声波法提取银杏果外种皮总黄酮, 以提取率为评价指标, 在单

因素试验的基础上采用正交试验优化提取工艺, 并明确该总黄酮的抗氧化活性。

1 材料与仪器

1.1 试验材料

银杏果于 2019 年 10 月采自盐城师范学院校园内, 去核后于 -80 ℃ 冰箱中冻存备用。

1.2 试验试剂

主要试剂: 芸香苷标准品, 购自上海佳和生物科技有限公司; 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH)、亚硝酸钠(NaNO_2)、硝酸铝(AlNO_3)、氢氧化钠(NaOH)、1,10-菲咯啉、亚硫酸铁(FeSO_4)、 H_2O_2 、氯化硝基四氮唑蓝(NBT)、L-蛋氨酸(L-Met)、乙二氨四乙酸二钠($\text{EDTA}-\text{Na}_2$)、核黄素(VB_2)、铁氰化钾($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$)、三氯乙酸、三氯化铁(FeCl_3)、磷酸氢二钾(K_2HPO_4)、磷酸二氢钾(KH_2PO_4)、甲醇、乙醇、石油醚等其他试剂均为分析纯, 均购自国药集团化学试剂有限公司。

1.3 试验仪器

电子天平, 购自 ME204E 瑞士梅特勒公司; 匀浆机[AD145S-P(8G/10G)], 购自上海昂尼公司; 索氏抽提器(SXT-06 型), 购自上海洪纪仪器有限公司; 超声波破碎仪(VCX150PB), 购自美国 SONICS 公司; 旋转蒸发器(R-210 型), 购自瑞士 Buchi 公司; 真空冷冻干燥机(Labconco 立式 18), 购自美国 Labconco 公司; 紫外可见分光光度计(UV-2100

收稿日期: 2020-07-08

基金项目: 国家自然科学基金(编号: 31672267); 江苏省自然科学基金(编号: BK20150422)。

作者简介: 李超峰(1979—), 女, 山西长治人, 博士, 副研究员, 主要从事生物资源综合开发与利用研究。E-mail: 962664124@qq.com。

通信作者: 唐伯平, 博士, 教授, 主要从事滩涂生物资源保护与利用研究。E-mail: boptang@163.com。

型),购自尤尼可上海仪器有限公司。

1.4 试验方法

1.4.1 银杏果外种皮的预处理 摘取银杏果,去除果蒂后,清洗、自然风干表皮水分,剔除果核并匀浆,再用 2 倍量石油醚混合,用 50 ℃ 回流法去除脂溶性物质,剩余滤渣备用。

1.4.2 银杏果外种皮总黄酮的提取

1.4.2.1 冷凝回流法 将 10 g 银杏果外种皮经过匀浆和脱脂后,加入不同浓度和体积的乙醇溶液,并将冷凝回流提取器于不同温度提取 3 h 后取出,冷却,4 ℃、5 000 r/min 离心 10 min,弃沉淀,取上清,用旋转蒸发仪减压浓缩至无醇味,定容至 100 mL,4 ℃ 保存,用于总黄酮含量的测定。根据上述单因素试验结果,用正交试验法对其工艺参数进行进一步优化,以明确该提取方法的最佳技术参数。

1.4.2.2 超声波法 将 10 g 银杏果外种皮经匀浆和脱脂后,按 1 g : 5 mL 的料液比与 70% 乙醇溶液混合,经不同功率超声波作用不同时间后取出,于 4 ℃、5 000 r/min 离心 10 min,弃沉淀,取上清,用旋转蒸发仪减压浓缩至无醇味,定容至 100 mL,于 4 ℃ 保存,用于总黄酮含量的测定。根据上述单因素试验结果,采用正交试验法对其工艺参数进行进一步优化,以明确该提取方法的最佳技术参数。

1.4.3 总黄酮的测定 称取芸香苷标准品 5.00 mg,加水溶解后定容于 50 mL 容量瓶内,得 100 mg/L 芸香苷标准溶液。分别移取 2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 芸香苷标准溶液于 25.00 mL 容量瓶内,定容得浓度梯度标准液的稀释液。取 1 mL 梯度稀释液和 4.00 mL 30% 乙醇溶液混合,再加入 0.40 mL 5% NaNO_2 ,摇匀静置 6 min,加入 0.40 mL 10% AlNO_3 显色剂,摇匀静置 10 min,再加入 4% NaOH ,摇匀静置 15 min,以不添加芸香苷的标准溶液作为空白对照,于波长 510 nm 处测定吸光度。以标准溶液浓度为横坐标、以吸光度为纵坐标建立回归方程。按上述方法测定银杏果外种皮提取液的吸光度,根据回归方程计算总黄酮含量。

1.4.4 银杏果外种皮总黄酮的抗氧化活性

1.4.4.1 还原力 按照 Oyaizu 的方法测定还原力^[10]。取不同浓度的 0.25 mL 样品,依次加 pH 值为 6.6 的 0.2 mol/L 磷酸缓冲盐溶液(PBS)和 1% $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 各 2.5 mL,充分混匀后于 50 ℃ 恒温水浴 20 min,取出后再加入 2.5 mL 10% 三氯乙酸混匀,10 000 r/min 离心 10 min。取 5.0 mL 上清液,

依次加入 5.0 mL H_2O 、1.0 mL 0.1% FeCl_3 ,于 700 nm 处测定吸光度。

1.4.4.2 清除羟自由基 采用邻二氮菲- Fe^{2+} 氧化法测定清除羟自由基的能力,具体步骤参照 Jin 等的方法^[11],并略有改动。(1)依次取 1 mL 0.75 mol/L 邻二氮菲、2 mL 0.2 mmol/L pH 值为 7.4 的 PBS 和 1 mL ddH_2O ,充分混匀,再加 1 mL 0.75 mmol/L FeSO_4 ,混匀后加入 1 mL 0.01% H_2O_2 ,于 37 ℃ 恒温水浴 60 min,在波长 536 nm 处测定吸光度(D_f)。步骤(2)与步骤(1)相同,仅 H_2O 代替 H_2O_2 ,吸光度记作 D_0 。步骤(3)与步骤(1)相同,仅样品代替 ddH_2O ,吸光度记作 D_x 。步骤(4)与步骤(1)相同,仅样品代替 H_2O_2 ,吸光度记作 D_s 。清除羟自由基活性计算方法为:

$$\text{清除率} = [1 - (D_s - D_x) / (D_0 - D_f)] \times 100\%$$

1.4.4.3 清除超氧阴离子自由基 采用氯化硝基四氮唑蓝光还原法测定清除超氧阴离子自由基的能力,具体步骤见 Duan 等的方法^[12],并略有改动。取 5 mL 含有 15.6 mmol/L L -Met、0.112 5 mmol/L NBT、0.3 mmol/L EDTA- Na_2 和 pH 值为 7.8 的 0.05 mol/L PBS 反应混合液,对照组加入 0.5 mL ddH_2O ,样品本底吸收校正组和试验组各加 0.5 mL 不同浓度的总黄酮提取液,3 种试验组再加 1 mL VB_2 后,将调零组和校正组立即置于暗处,试验组于 25 ℃ 照光 15 min 后,立即遮光,在波长 560 nm 处测定吸光度。清除超氧阴离子活性按下式计算:

$$\text{清除率} = [1 - (D - D_j) / D'] \times 100\%$$

式中: D 为试验组吸光度; D_j 为样品本底吸收校正组吸光度; D' 为对照组吸光度。

1.4.4.4 清除 DPPH 自由基 具体参照 Manivasagan 等的方法并略有改动^[13]。将 0.2 mL 不同浓度的样品与 5 mL 0.1 mmol/L DPPH 甲醇溶液混合,在室温下遮光反应 30 min,于波长 517 nm 处测定吸光度(D);以 0.2 mL ddH_2O 代替样品作为空白对照(D'),以甲醇代替含有 DPPH 的甲醇溶液作为样品本底吸收校正(D_j)。清除二苯代苦味酰基自由基活性按下式计算:

$$\text{清除率} = [1 - (D - D_j) / D'] \times 100\%$$

2 结果与分析

2.1 冷凝回流法提取率的影响因素及其水平的确定

2.1.1 液料比对提取率的影响 由图 1 可知,在乙

醇浓度为 70%、提取温度为 60 ℃、提取时间为 3 h 和液料比为 1~5 mL:1 g 的条件下,随着液料比的增加,银杏外种皮总黄酮提取率逐渐提高;当液料比从 1 mL:1 g 增加到 2 mL:1 g 时,提取率线性提高;当液料比从 4 mL:1 g 增加到 5 mL:1 g 时,提取率从 1.22% 提高到 1.45%,变化平缓,仅增加 0.23 百分点。因此,综合提取效率,选择 4 mL:1 g、5 mL:1 g 和 6 mL:1 g 等 3 个液料比水平进行正交试验。

2.1.2 温度对提取率的影响 如图 2 所示,在提取时长为 3 h、液料比为 5 mL:1 g、乙醇浓度为 70%、温

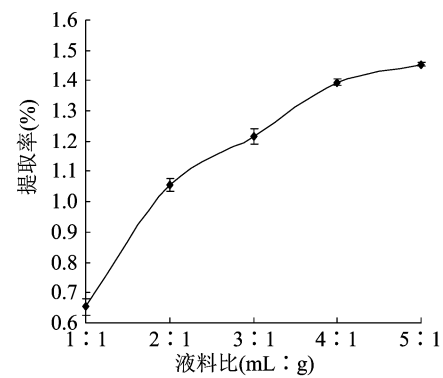


图1 液料比对提取率的影响

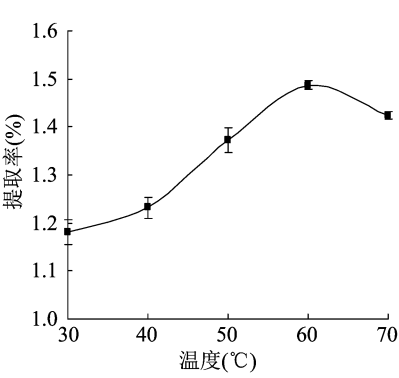


图2 温度对提取率的影响

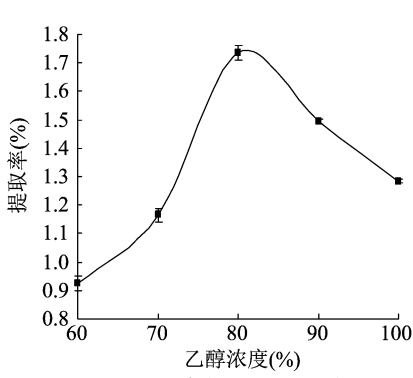


图3 乙醇浓度对提取率的影响

2.1.4 正交优化 冷凝回流法正交试验因素与水平设计见表 1,正交试验结果见表 2。由极差大小可知,3 个因素对提取率的影响程度依次为液料比(C) > 乙醇浓度(A) > 温度(B)。均值代表了每个因素的最佳水平条件,对同一因素的 3 个水平进行比较可知: $A_1 > A_3 > A_2$, $B_2 > B_3 > B_1$, $C_3 > C_2 > C_1$, 因此,在该冷凝回流试验中, $A_1B_2C_3$ 组成了最优水平,即在冷凝回流提取中,乙醇浓度为 70%,提取温度为 60 ℃,液料比为 6 mL:1 g。

表 1 冷凝回流法正交试验因素与水平

水平	因素		
	A:乙醇浓度(%)	B:温度(℃)	C:液料比(mL:g)
1	70	50	4:1
2	80	60	5:1
3	90	70	6:1

2.2 超声波法提取率的影响因素及其水平的确定

2.2.1 工作总时长对提取率的影响 由图 4 可知,在超声波功率为 150 W、工作时长为 3 s/次、间隙时长为 10 s/次、乙醇浓度为 70% 和液料比为 5 mL:1 g 的条件下,随着工作总时长的增加,银杏外种皮总黄酮提取率基本呈升高趋势。当超声波工作总时长为 900 s 时,总黄酮提取率最高,为 1.47%。因

度为 30~70 ℃的条件下,随着提取温度逐渐提高,总黄酮提取率呈先升高后降低的趋势;当提取温度为 60 ℃时,总黄酮提取率最高,为 1.49%。因此,选择 50、60、70 ℃这 3 个温度水平进一步进行正交试验。

2.1.3 乙醇浓度对提取率的影响 如图 3 所示,在提取温度为 60 ℃、提取时间为 3 h、液料比为 5 mL:1 g 和乙醇浓度为 60%~100% 的条件下,随着乙醇浓度的提高,总黄酮提取率呈先升高后降低的趋势。当乙醇浓度为 80% 时,总黄酮提取率最高,为 1.73%。因此,选择 70%、80%、90% 3 个水平的乙醇浓度进一步进行正交试验。

表 2 冷凝回流法正交试验结果

编号	A	B	C	提取率(%)
1	1	1	1	1.53
2	1	2	2	1.74
3	1	3	3	2.19
4	2	1	2	1.64
5	2	2	3	1.99
6	2	3	1	1.20
7	3	1	3	1.69
8	3	2	1	1.75
9	3	3	2	1.60
k_1	1.82	1.62	1.49	
k_2	1.61	1.83	1.66	
k_3	1.68	1.67	1.96	
极差	0.21	0.21	0.46	

此,选择 720、900、1 080 s 3 个水平的超声波工作总时长进行正交试验。

2.2.2 工作时长对提取率的影响 由图 5 可知,在工作总时长为 360 s、功率为 150 W、间隙时长为 10 s/次、乙醇浓度为 70% 和液料比为 5 mL:1 g 的条件下,随着超声波工作时长的延长,银杏外种皮

的总黄酮提取率呈“S”形趋势。当超声波工作时长为 4 s/次时,总黄酮提取率最高,为 0.78%。因此,选择 3、4、5 s/次 3 个水平的超声波工作时长进行正交试验。

2.2.3 功率对提取率的影响 由图 6 可知,在工作总时长为 360 s、超声波工作时长为 3 s/次、间隙时长

为 10 s/次、乙醇浓度为 70% 和液料比为 5 mL : 1 g 的条件下,随着超声波功率的提高,银杏外种皮的总黄酮提取率呈先升高后降低的趋势。当超声波功率为 60 W 时,总黄酮提取率最高,为 1.40%。因此,选择 45、60、75 W 3 个水平的超声波功率进行正交试验。

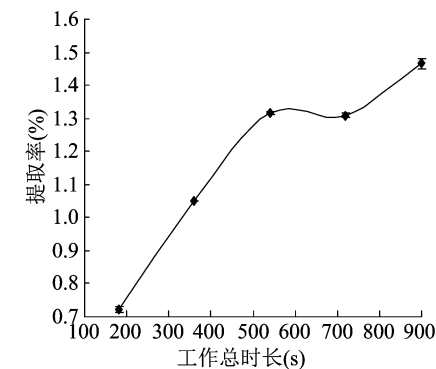


图4 工作总时长对提取率的影响

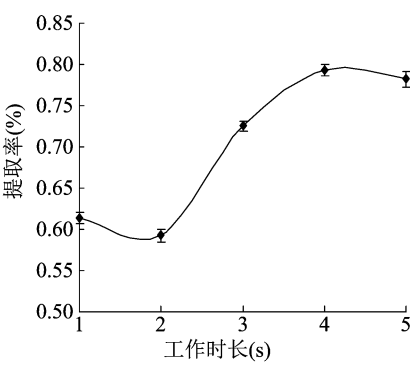


图5 超声波工作时长对提取率的影响

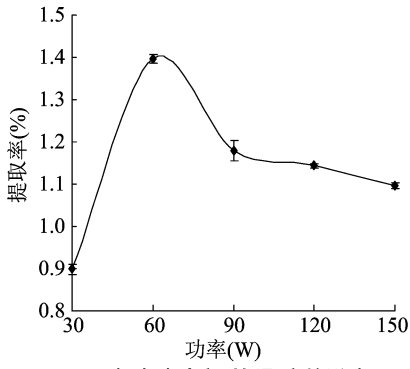


图6 超声波功率对提取率的影响

2.2.4 正交优化 超声波正交试验因素与水平设计见表3,正交试验结果见表4。由极差大小可知,3 个因素对提取率的影响程度依次为超声波功率(E) > 工作时长(F) > 总时长(D)。均值代表了每个因素的最佳水平条件,对同一因素的 3 个水平进行比较可知: $D_3 > D_2 > D_1$, $E_3 > E_2 > E_1$, $F_1 > F_2 > F_3$ 。因此,在该冷凝回流试验中, $D_3E_3F_1$ 组成了各因素最优水平,即在超声波提取过程中,工作总时长为 1 080 s,功率为 75 W,工作时长为 3 s/次。

表3 超声波正交试验因素与水平

水平	因素		
	D:总时长(s)	E:功率(W)	F:工作时长(s/次)
1	720	45	3
2	900	60	4
3	1 080	75	5

将优化后的提取条件相结合,在液料比为 6 mL : 1 g、乙醇浓度为 70%、提取温度为 60 ℃、超声波功率为 75 W、工作总时长为 1 080 s、工作时长为 3 s/次和间隙时长为 10 s/次的条件下,外种皮总黄酮的提取率为 2.21%。由此可见,与单一提取法相比,2 种方法结合的效果较好,既可以提高银杏外种皮总黄酮的提取率,又可以缩短提取时间,提高效率,更有利于工业化生产。

2.3 总黄酮的抗氧化活性

2.3.1 还原力 物质的还原能力是潜在抗氧化性能的重要体现^[14]。如图 7 所示,随着浓度的提高,银杏

表4 超声波正交试验结果

编号	D	E	F	提取率 (%)
1	1	1	1	1.61
2	1	2	2	1.30
3	1	3	3	1.89
4	2	1	2	1.67
5	2	2	3	1.65
6	2	3	1	1.80
7	3	1	3	1.14
8	3	2	1	1.94
9	3	3	2	2.07
k_1	1.60	1.47	1.79	
k_2	1.70	1.63	1.68	
k_3	1.72	1.92	1.56	
极差	0.12	0.45	0.22	

果外种皮总黄酮的还原力逐渐增强,且在试验浓度范围内,二者呈线性正相关,相关系数为 0.969 4,回归方程为 $y=0.000\ 3x+0.208\ 4$ 。

2.3.2 清除羟自由基活性 羟自由基是已知活性最强、危害最大的活性氧,对脂类、蛋白和核酸等生物大分子具有强烈的氧化胁迫作用,使其正常生理功能难以进行,进而产生畸变,甚至可累积致死^[15]。由图 8 可以看出,在浓度为 0.2 ~ 0.8 g/L 的范围内,银杏果外种皮总黄酮清除羟自由基的活性逐渐升高,清除率最高达 59.13%;而当浓度为 1.0 g/L

时,其活性略有降低,清除率为 57.85%。

2.3.3 清除超氧阴离子自由基活性 超氧阴离子活性相对较低,但却是生物体内羟自由基、过氧化氢等其他自由基形成的基础,它们均由超氧阴离子自由基衍生而来^[16]。同时,超氧阴离子自由基可以使 DNA 损伤,进而引发突变,也可以使过氧化氢谷

胱甘肽过氧化物酶、肌酸激酶失活,从而对生物产生毒害作用^[17]。由图 9 可知,随着浓度的提高,银杏果外种皮总黄酮清除超氧阴离子的活性逐渐增强,且在 0.2 ~ 1.0 g/L 范围内二者呈线性正相关,相关系数为 0.990 5,回归方程为 $y = 0.046 8x + 7.238 3$ 。

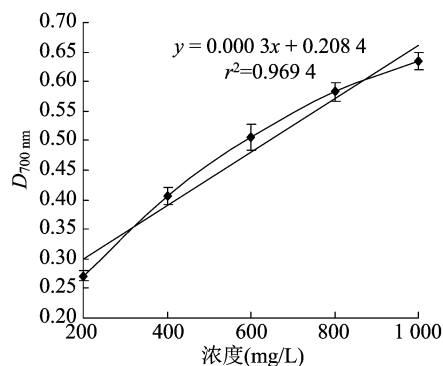


图7 银杏外种皮总黄酮的还原力

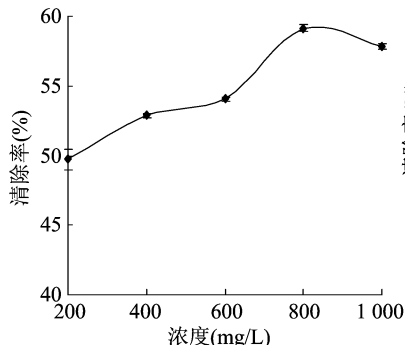


图8 银杏外种皮总黄酮清除羟基自由基的活性

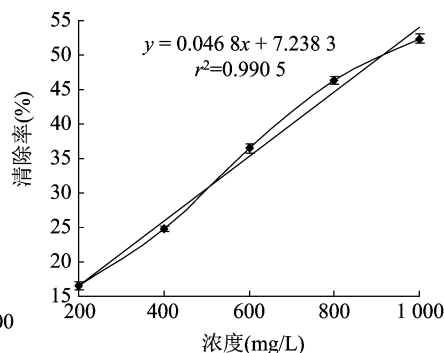


图9 银杏外种皮总黄酮清除超氧阴离子自由基的活性

2.3.4 清除 DPPH 自由基活性 自由基与衰老、心血管疾病、癌症、糖尿病、帕金森综合症等多种疾病发生有着潜在联系^[18]。DPPH 自由基结构简单、性质稳定、反应易于控制,是抗氧化剂自由基清除活性筛选的首选试剂^[19]。由图 10 可知,银杏外种皮总黄酮具有清除 DPPH 自由基的能力,且在试验条件下,清除 DPPH 自由基的活性与浓度呈线性正相关,相关系数为 0.972 2,回归方程为 $y = 0.027 6x + 42.258 0$ 。

皮的总黄酮提取率为 2.21%。此外,银杏果外种皮总黄酮具有较强的抗氧化活性,对羟自由基、超氧阴离子自由基和 DPPH 自由基都具有显著的清除活性。研究结果为新一代安全抗氧化等产品的开发及银杏加工废弃物的高值化利用提供了有益参考,具有重要的经济和理论意义。

参考文献:

- [1] Ding Z. Studies on extraction and isolation of flavonoids from ginkgo leaves[J]. Journal of Food Quality, 2007, 22(6): 693 - 700.
- [2] 徐艳芬, 张丽娟, 宋新波. 银杏叶提取物的研究进展[J]. 药物评价研究, 2010, 33(6): 452 - 456.
- [3] 闫高颖, 张必荣, 张敏, 等. 水浸法提取银杏叶总黄酮工艺的研究[J]. 西北药学杂志, 2016, 31(6): 560 - 562.
- [4] 刘宝亮, 吴一帆, 穆小东, 等. 响应面法优化离子液体双水相提取银杏黄酮的工艺研究[J]. 中国食品添加剂, 2018(12): 108 - 115.
- [5] 蔡锦源, 王萌璇, 韦坤华, 等. 银杏黄酮的提取及纯化方法研究进展[J]. 应用化工, 2017, 46(5): 982 - 985.
- [6] Formica J V, Regelson W. Review of the biology of quercetin and related bioflavonoids[J]. Food and Chemical Toxicology, 1995, 33(12): 1061 - 1080.
- [7] Feng R Z, Wang Q, Tong W Z, et al. Extraction and antioxidant activity of flavonoids of *Morus nigra* [J]. International Journal of Clinical and Experimental Medicine, 2015, 8(12): 22328 - 22336.
- [8] Kawaguchi K, Kikuchi S I, Hasunuma R, et al. Suppression of infection induced endotoxin shock in mice by a citrus flavanone naringin[J]. Planta Medica, 2014, 70(1): 176 - 182.
- [9] 赵浩晨, 王婉婷, 雷佳美, 等. 银杏果外种皮多糖的脱色工艺及抗氧化活性研究[J]. 江苏农业科学, 2020, 48(10): 228 - 231.

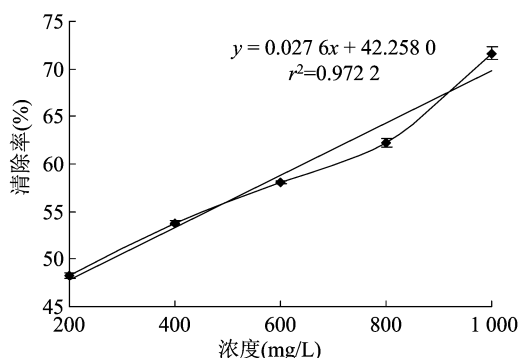


图10 银杏外种皮总黄酮清除 DPPH 自由基的活性

3 结论

在上述单因素研究的基础上,结合正交试验分析,确定了相应的工艺条件。在超声波功率为 75 W、液料比为 6 mL : 1 g、乙醇浓度为 70%、提取温度为 60 ℃、工作总时长为 1 080 s、工作时长为 3 s/次、间隙时长为 10 s/次的条件下,银杏果外种

卢 飞,郑尊涛,张江兆,等. 菊花中啉虫脒的残留降解规律[J]. 江苏农业科学,2021,49(6):155-159.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2021.06.027

菊花中啉虫脒的残留降解规律

卢 飞^{1,3,4}, 郑尊涛², 张江兆^{1,3,4}, 沈 燕^{1,2,3}

[1. 江苏省食品质量安全重点实验室-省部共建国家重点实验室培育基地,江苏南京 210014;
2. 农业农村部农药检定所,北京 100000;3. 农业农村部农产品质量安全风险评估实验室(南京),江苏南京 210014;
4. 农业农村部农产品质量安全控制技术与标准重点实验室,江苏南京 210014]

摘要:通过食用液相-质谱联用方法研究河南安阳、江苏盐城、贵州贵阳、广东广州、浙江杭州及湖北湘潭等 6 地菊花啉虫脒的残留降解规律,为菊花病虫害防治以及菊花中的啉虫脒残留分析提供参考。以菊花为试材,建立啉虫脒在菊花上的液相色谱-三重四极杆串联质谱(HPLC-MS/MS)测定方法,并使用该方法研究啉虫脒在菊花上的残留量动态变化和最终残留量。结果表明,以啉虫脒标准溶液的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,啉虫脒的线性回归方程为 $y = 5.924\ 66 \times 10^7 x + 3.211\ 49 \times 10^4$ ($r^2 = 0.998\ 51$),峰面积与溶液质量浓度呈良好的线性关系,且啉虫脒在 0.01、0.20、0.50 mg/kg 3 个添加水平下,样本的添加回收率和变异系数均在允许范围内。啉虫脒在江苏盐城、河南安阳等地的半衰期差异不大,分别为 2.68、2.85 d。

关键词:菊花;啉虫脒;液质联用;降解规律;半衰期;HPLC-MS/MS;残留量

中图分类号: S481⁺.8 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2021)06-0155-05

菊花药材在种植过程中发生病虫害较多^[1],影响菊花产量和质量,危害菊花的主要病虫害有霜霉

病、叶枯病、病毒病及蚜虫等^[2]。为保障菊花产量、质量和经济价值,田间常以化学方法对病虫害进行防治。目前对各品种药用菊花、食用菊花中农药残留量的研究较少并且没有明确的限量标准,因此本研究拟通过液相-质谱联用来分析菊花中啉虫脒的残留动态,为保障菊花食用和药用安全提供一定的理论依据^[3]。

啉虫脒为第 3 代氯化烟碱类杀虫剂,具有触杀、胃毒、内吸和渗透等作用方式,通过作用于害虫突触后膜上的烟酰乙酰胆碱受体,使害虫神经系统紊

收稿日期:2020-10-13

基金项目:科技部“中医药现代化研究”重点研发专项(编号:2017YFC1700800);国家自然科学基金(编号:31772198);2019 年国家农产品质量安全风险评估(编号:GJFP2019010)。

作者简介:卢 飞(1995—),男,安徽滁州人,硕士研究生,实习研究员,研究方向为食品安全分析。E-mail:591290412@qq.com。

通信作者:沈 燕,博士,副研究员,研究方向为食品安全分析。E-mail:529816626@qq.com。

[10] Oyaizu M. Studies on products of browning reaction; antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucose amine[J]. Japanese Journal of Nutrition, 1986, 44: 307-315.

[11] Jin M, Cai Y X, Li J R, et al. 1, 10-phenanthroline-Fe²⁺ oxidative assay of hydroxy radical produced by H₂O₂/Fe²⁺ [J]. Progress Biochemistry & Biophysics, 1996, 23(6): 553-555.

[12] Duan X W, Jiang Y M, Su X G, et al. Antioxidant properties of anthocyanins extracted from litchi (*Litchi chinensis* Sonn.) fruit pericarp tissues in relation to their role in the pericarp browning [J]. Food Chemistry, 2007, 101(4): 1365-1371.

[13] Manivasagan P, Venkatesan J, Senthilkumar K, et al. Isolation and characterization of biologically active melanin from *Actinoalloteichus* sp. MA-32 [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2013, 58: 263-274.

[14] 周巾英, 欧阳玲花, 王 丽, 等. 白藜芦醇清除 DPPH 自由基反

应的动力学[J]. 食品工业, 2020, 41(6): 222-226.

[15] 余 佳, 王 生, 许文琦, 等. 葛仙米藻胆蛋白粗提物、藻蓝蛋白和藻红蛋白的体外抗氧化活性比较研究[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(23): 104-108.

[16] Liu F, Ng T B. Antioxidative and free radical scavenging activities of selected medicinal herbs[J]. Life Science, 2000, 66(8): 725-735.

[17] 刘占才, 牛俊英. 超氧阴离子自由基对生物体的作用机理研究[J]. 焦作教育学院学报(综合版), 2002, 18(4): 48-51.

[18] Li J W, Liu Y F, Fan L P, et al. Antioxidant activities of polysaccharides from the fruiting bodies of *Zizyphus jujuba* cv. Jinsixiaoao [J]. Carbohydrate Polymers, 2011, 84(1): 390-394.

[19] 熊双丽, 卢 飞, 史敏娟, 等. DPPH 自由基清除活性评价方法在抗氧化剂筛选中的研究进展[J]. 食品工业科技, 2012, 33(8): 380-383.