



食品与发酵工业
Food and Fermentation Industries
ISSN 0253-990X, CN 11-1802/TS

《食品与发酵工业》网络首发论文

题目: QuEChERS-HPLC 测定柚类果实中柠檬苦素类化合物
作者: 钟世欢, 陈青俊, 王京, 叶佳明, 杨琳, 王岳, 陈云义, 孙崇德
DOI: 10.13995/j.cnki.11-1802/ts.028702
收稿日期: 2021-07-26
网络首发日期: 2021-11-03
引用格式: 钟世欢, 陈青俊, 王京, 叶佳明, 杨琳, 王岳, 陈云义, 孙崇德. QuEChERS-HPLC 测定柚类果实中柠檬苦素类化合物[J/OL]. 食品与发酵工业. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.028702>



网络首发: 在编辑部工作流程中, 稿件从录用到出版要经历录用定稿、排版定稿、整期汇编定稿等阶段。录用定稿指内容已经确定, 且通过同行评议、主编终审同意刊用的稿件。排版定稿指录用定稿按照期刊特定版式(包括网络呈现版式)排版后的稿件, 可暂不确定出版年、卷、期和页码。整期汇编定稿指出版年、卷、期、页码均已确定的印刷或数字出版的整期汇编稿件。录用定稿网络首发稿件内容必须符合《出版管理条例》和《期刊出版管理规定》的有关规定; 学术研究成果具有创新性、科学性和先进性, 符合编辑部对刊文的录用要求, 不存在学术不端行为及其他侵权行为; 稿件内容应基本符合国家有关书刊编辑、出版的技术标准, 正确使用和统一规范语言文字、符号、数字、外文字母、法定计量单位及地图标注等。为确保录用定稿网络首发的严肃性, 录用定稿一经发布, 不得修改论文题目、作者、机构名称和学术内容, 只可基于编辑规范进行少量文字的修改。

出版确认: 纸质期刊编辑部通过与《中国学术期刊(光盘版)》电子杂志社有限公司签约, 在《中国学术期刊(网络版)》出版传播平台上创办与纸质期刊内容一致的网络版, 以单篇或整期出版形式, 在印刷出版之前刊发论文的录用定稿、排版定稿、整期汇编定稿。因为《中国学术期刊(网络版)》是国家新闻出版广电总局批准的网络连续型出版物(ISSN 2096-4188, CN 11-6037/Z), 所以签约期刊的网络版上网络首发论文视为正式出版。

QuEChERS-HPLC 测定柚类果实中柠檬苦素类化合物

钟世欢^{1,2}, 陈青俊^{1,2}✉, 王京^{1,2}, 叶佳明^{1,2}, 杨琳², 王岳³, 陈云义³, 孙崇德³

1 (赞宇科技集团股份有限公司, 浙江 杭州, 310030) 2 (浙江公正检验中心有限公司, 浙江 杭州, 311305) 3 (浙江大学 果实品质生物学实验室, 浙江 杭州, 310058)

✉通信作者 (陈青俊, 高级工程师, Email: chenqj@zanyu.com)

摘要 建立了柠檬苦素类化合物的 QuEChERS 净化-高效液相色谱法检测方法, 同时测定了不同品种柚类果实中柠檬苦素、诺米林、黄柏酮 3 种柠檬苦素类化合物含量。样品经乙腈均质超声提取, 离心后取上清液, 用 QuEChERS 净化管净化, 通过 CAPCELL PAK C₁₈ MG 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)梯度洗脱分离, 检测波长为 210 nm, 二极管阵列检测器。结果表明, 在 0.10~200 μg/mL 线性良好, 相关系数大于 0.999, 平均回收率在 99.0%~100.3%, 相对标准偏差在 1.0%~2.1%。柚类果实不同品种以及不同果实组织部位中 3 种柠檬苦素类化合物含量差异显著。本研究为柠檬苦素类化合物在食品和医药等领域进行利用研究提供参考。

关键词 柚类果实; 柠檬苦素类化合物; 高效液相色谱; QuEChERS

DOI: 10.13995/j.cnki.11-1802/ts.028702

Determination of limonins in pomelo fruits by QuEChERS-high performance liquid chromatography

ZHONG Shihuan^{1,2}, CHEN Qingjun^{1,2}✉, WANG Jing^{1,2}, YE Jiaming^{1,2}, YANG Lin², WANG Yue³, CHEN Yunyi³, SUN Chongde³

1 (Zanyu Technology Group Co., Ltd., Zhejiang 310030, China) 2 (Zhejiang Gongzheng Inspection Center Co., Ltd., Zhejiang 311305, China) 3 (Zhejiang University Fruit Quality Biology Laboratory, Zhejiang 310058, China)

Abstract The QuEChERS purification-high performance liquid chromatography detection method of limonins was established, and the contents of limonoid, nomilin and corkone in different varieties of pomelo fruits were determined at the same time. The sample was homogenized and ultrasonically extracted with acetonitrile. The supernatant was taken after centrifugation and purified with QuEChERS tube. The chromatographic convention was performed on CAPCELL PAK C₁₈ MG column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), and the detection wavelength was set at 210 nm in a diode array detector. The results show that the linearity is good in the concentration range of 0.10-200 μg/mL, and the correlation coefficient is greater than 0.999. The average recovery was 99.0%-100.3% and the relative standard deviation was 1.0%-2.1%. There were significant differences in the content of three limonoid compounds in different varieties of pomelo fruits and different tissues of fruit. This research provides a reference for the use of limonin compounds in food and medicine industries.

Key words pomelo fruits; limonins; HPLC; QuEChERS¹

柚子在我国栽培时间悠久, 种植面积广, 具有清香、凉润等优良特点, 被人们誉为果中珍品之一。柠檬苦素类化合物为一类三萜类物质, 是植物次生代谢产物, 主要存在芸香科和楝科植物中, 其中芸香科柑桔属植物是柠檬苦素类化合物的主要来源。

近年来, 随着研究的不断深入, 柠檬苦素类化合物的生物活性与药理功能日益受到重视。有研究

收稿日期: 2021-07-26

基金项目: 浙江省自然科学基金项目 (LQY18C200001)

作者简介: 钟世欢, 本科, 工程师

网络首发时间: 2021-11-03 09:41:16 网络首发地址: <https://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1802.TS.20211102.1417.004.html>

表明, 柠檬苦素类化合物具有显著的抗癌活性^[1-2], 如结肠癌, 胃癌等, 还可防治骨质疏松症, 提高骨矿物质的密度和含量, 调节体内胆固醇水平, 抗炎化保护肝脏等^[3-4], 柠檬苦素类具有与维生素 C 相当的抗氧化生物活性^[5], 且具有一定抗菌性^[6], 可用于食品防腐, 在药品原料和天然食品添加剂方面具有广阔的应用开发前景。此外, 柠檬苦素类物质还具有催眠、抗焦虑、调节细胞色素及改善心脑血管循环的作用^[7]。在农业方面, 柠檬苦素类物质被认为具有部分昆虫拒食、调节作物生长等作用, 作为植保方面的绿色杀虫剂, 用于生防也具有较好的前景^[8]。将其添加至饲料中可增强动物抗应激和解毒能力, 有利于动物健康, 同时还有利于饲料保藏等^[9]。

目前国内外报道的关于测定柠檬苦素类化合物方法有荧光检测法^[10]、分光光度法^[11]、放射免疫法^[12]、高效液相色谱法及液相色谱串联质谱法等^[13-16], 但主要测定到的是仅局限于柠檬苦素和诺米林, 同时测定柠檬苦素、诺米林、黄柏酮 3 种化合物的方法较少。且大多数是局限于某一种柚类果实或者相同部位, 针对不同种类柚类果实中不同部位的柠檬苦素化合物测定分析尚未有报道。目前带二极管阵列检测器 (diode array detector, DAD) 的高效液相色谱仪应用普遍, 可对目标物进行纯度分析。我国柚类果实加工的大量的副产物被当作废弃物丢弃, 其中的柠檬苦素类化合物若能被高效合理地利用, 将会带来显著的经济和社会效益。

本研究采用 QuEChERS 净化-高效液相色谱法同时测定柚类果实中柠檬苦素、诺米林、黄柏酮 3 种柠檬苦素类化合物, 高效便捷, 并测定比较了不同品种柚类果实以及不同果实组织部位中含量的差异, 为柚类果实中柠檬苦素类化合物在食品和医药等方面利用研究提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

3 种柠檬苦素类似物标准品: 柠檬苦素 (CAS:80226-00-2, 纯度 $\geq 98\%$), 诺米林 (CAS:1063-77-0, 纯度 $\geq 98\%$), 黄柏酮 (CAS:751-03-1, 纯度 $\geq 98\%$), 中国药品生物制品检定所。乙腈、甲醇均为色谱纯; 磷酸为分析纯; 试验用水为超纯水。

样品均为种植基地采摘的‘楚门文旦’、‘早熟暹罗柚’、‘五布红心柚’、‘强德勒柚’、‘舒化柚’、‘脆香甜柚’和‘马家柚’, 将果实的果肉、囊衣、白皮层、油胞层 4 个部位分离, 经冷冻粉碎后, 四分法缩分出适量备用。

1.2 仪器与设备

1260 高效液相色谱仪, 带 DAD 检测器, 美国 Agilent 公司; AR2140 电子分析天平, 常州奥豪斯仪器有限公司; KS-300EI 超声波清仪, 宁波海曙科生超声设备公司; Centrifug-5804R 台式离心机, 德国 Eppendorf 公司; 均质器, 德国弗鲁克公司; Milli-Q 纯水, 美国 Millipore 公司。

1.3 分析方法

1.3.1 样品前处理

准确称取样品 5.00 g (精确至 0.01g) 至离心管, 加 25.00 mL 乙腈, 均质匀浆, 加 5.0 g 氯化钠后再次匀浆, 放入超声波中超声提取 20 min, 离心分层后取 10.0 mL 上清液加入净化管 (装有 900 mg MgSO₄, 450 mg PSA 和 50 mg GCB) 中净化, 离心取上清液, 经 0.2 μ m 微孔滤膜过滤后供 HPLC 分析。

1.3.2 标准溶液的配制

准确称取柠檬苦素、诺米林、黄柏酮标准品各 0.01 g (精确至 0.000 1 g) 于同一 10.00 mL 棕色容量瓶中, 用甲醇溶解并定容刻度, 得到柠檬苦素、诺米林、黄柏酮质量浓度均为 1.0 mg/mL 的混合标准储备液, 在 -20 $^{\circ}$ C 避光保存。将混合标准储备液用甲醇稀释配制成系列浓度的标准工作溶液。

1.3.3 色谱条件

色谱柱: CAPCELL PAK C₁₈ MG(250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m); 流速 1.0 mL/min; 进样量: 10.0

μL；柱温：35 ℃；检测器：DAD，检测波长：210 nm；流动相：A 为 0.2%磷酸水溶液，B 为乙腈；梯度洗脱程序见表 1。

表1 梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution procedure

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	90	10
3	90	10
10	40	60
15	10	90
19	10	90
20	90	10

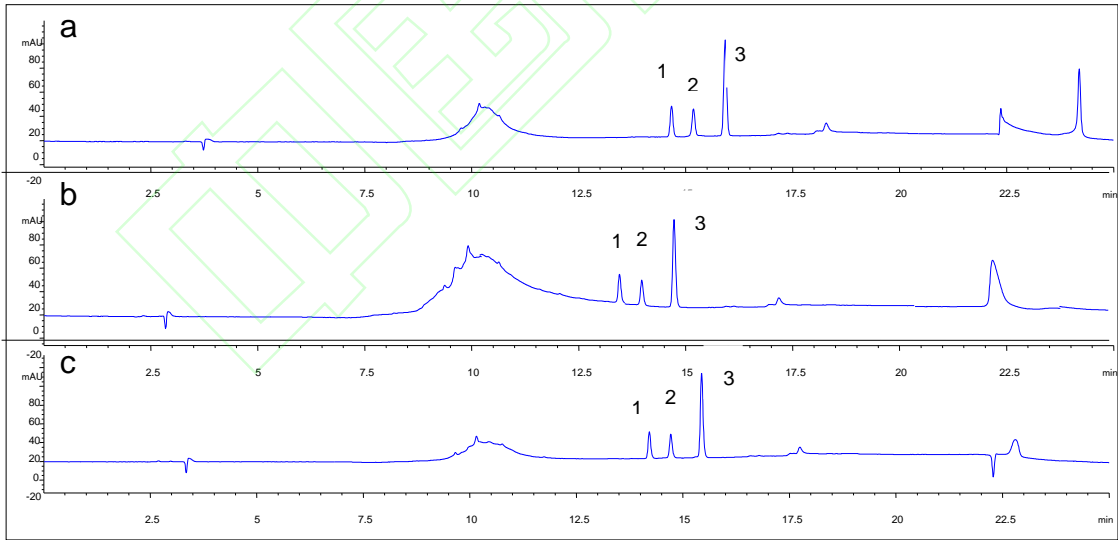
2 结果与分析

2.1 色谱条件确认

本方法用 DAD 在 190~700 nm 对柠檬苦素、诺米林和黄柏酮的色谱峰进行扫描，选择 210 nm 为检测波长。

本研究选用了 3 种 C₁₈ 色谱柱，分别为 Inertsil ODS-3 C₁₈（250 mm×4.6 mm，5 μm）、Eclipse XDB C₁₈（250 mm×4.6 mm，5 μm）、CAPCELL PAK C₁₈ MG（250 mm×4.6 mm，5 μm），并对其分离效果进行了比较。结果表明：3 种色谱柱在分离效果方面相当，目标峰对称性均良好。相比较 3 种色谱柱，CAPCELL PAK C₁₈ MG (250 mm×4.6 mm，5 μm) 色谱分析柱基线波动较小，目标峰附近基线平稳，故选之。不同色谱柱分离效果色谱图见图 1。

流动相选用 0.2%磷酸水溶液和乙腈两相体系进行梯度洗脱，经优化，确定了表 1 的梯度洗脱程序，3 种检测目标物得到完全分离。



a-Inertsil ODS-3 C₁₈; b-Eclipse XDB C₁₈; c-CAPCELL PAK C₁₈ MG

图 1 不同色谱柱分离效果色谱图
Fig.1 Chromatogram of separation effect of different chromatographic column

注：1-柠檬苦素；2-诺米林；3-黄柏酮（下同）

2.2 提取与净化

根据该 3 种化合物的性质，本方法考察了不同溶剂对其提取效率，比较了甲醇、乙醇、乙腈、丙

酮、二氯甲烷及乙酸乙酯溶液的提取效果。由图 2 可知,以乙腈作为提取剂时,3 种柠檬苦素类化合物响应均高于其他提取溶剂,且测定过程不需要转换溶剂,所以本方法采取乙腈作为提取溶剂。

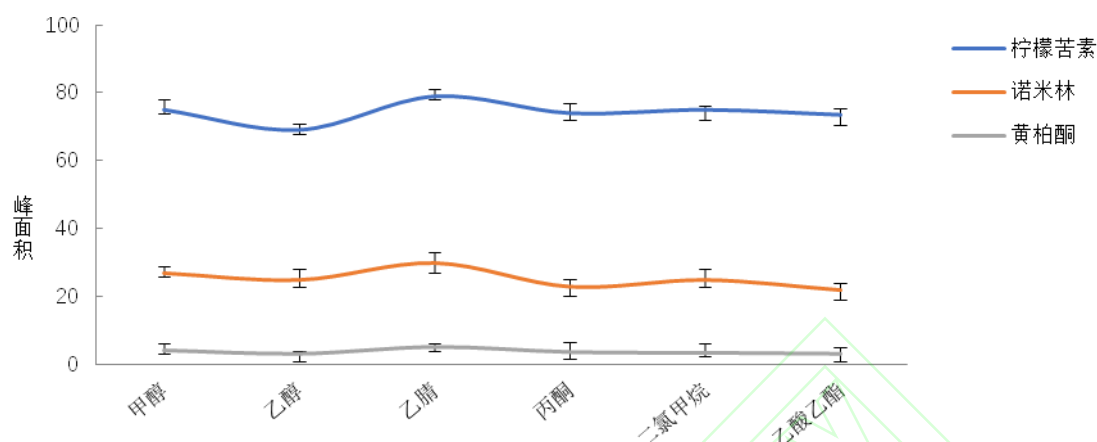
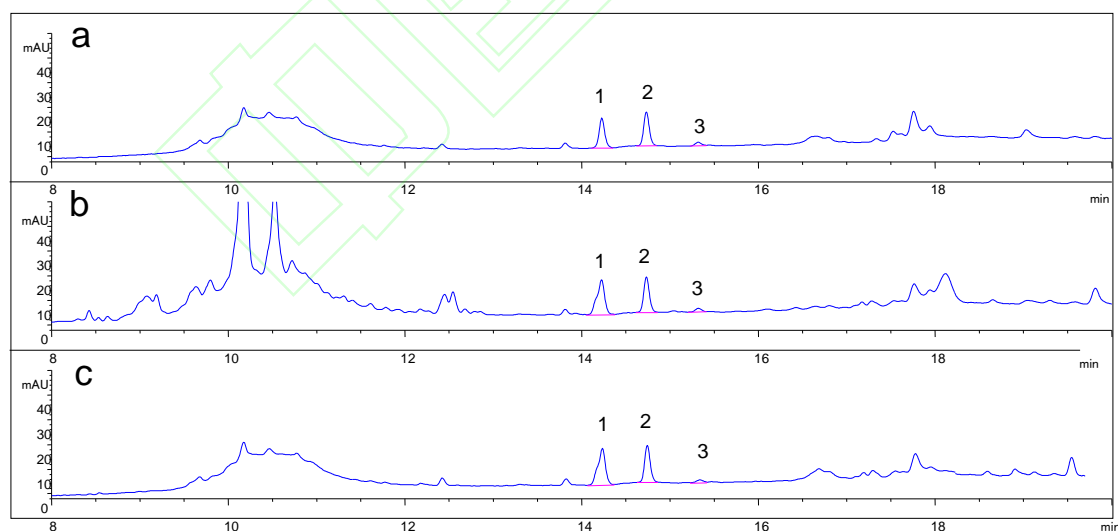


图 2 不同溶剂提取效果
Fig.2 Extraction effects of different solvents

在实际样品测定时,部分样品有干扰物存在,本方法考察了 3 种 QuEChERS 净化管对其净化效果,分别是 a (900 mg MgSO_4 +450 mg PSA+50 mg GCB), b (900 mg MgSO_4 +300 mg C_{18}), c (900 mg MgSO_4 +150 mg PSA)。该 3 种净化管对样品净化效果如图 3 所示。结果表明:净化管中的 PSA (硅胶键合 *N*-丙基乙二胺) 可有效去除糖和有机酸等糖类极性干扰物,石墨化炭黑 (graphitized carbon black, GCB) 可去除色素等干扰物。测定时比较了通过各净化管得到的色谱图峰高,无显著差异,说明净化管对样品中目标物无吸附。如图 3-a 所示,3 种柠檬苦素类化合物色谱峰对称,除杂效果明显,尤其是柠檬苦素色谱峰无杂质影响,所以本方法采取 a (900 mg MgSO_4 +450 mg PSA+50 mg GCB) 作为净化管。



a- (900 mg MgSO_4 +450 mg PSA+50 mg GCB) ; b- (900 mg MgSO_4 +300 mg C_{18}) ; c- (900 mg MgSO_4 +150 mg PSA)

图 3 不同净化管的色谱图
Fig.3 Chromatograms of different purification tubes

2.3 方法线性、检出限

配制 0.10、1.0、10.0、50.0、100.0、200.0 $\mu\text{g/mL}$ 系列质量浓度标准工作液，分别注入液相色谱仪中，测定相应的峰面积，以标准系列工作液中各组分的浓度为横坐标，以峰面积的响应值为纵坐标，绘制标准曲线。采用逐级稀释的方法，以 3 倍信噪比确定检出限。线性方程、相关系数和检出限分别见表 2。结果显示：柠檬苦素、诺米林和黄柏酮在 0.10~200.0 $\mu\text{g/mL}$ 质量浓度范围内线性关系良好。

表2 线性方程、相关系数和检出限
Table 2 Linear equation, correlation coefficient and detection limit

化合物	回归方程	相关系数	线性范围/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	检出限/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
柠檬苦素	$y=6.115x-0.569$	0.999 9	0.10~200.0	0.10
诺米林	$y=5.341x-0.063$	0.999 9	0.10~200.0	0.10
黄柏酮	$y=19.54x+0.175$	0.999 9	0.10~200.0	0.03

2.4 回收率试验

在 1.3 方法条件下，选取‘楚门文旦’样品，加入适量的混合标准储备液，按照‘1.3.1 样品前处理’重复测定 6 次，由表 3 可以看出，各样品测得加标回收率为 99.0%~100.3%，相对标准偏差在 1.0%~2.1%之间。实验结果表明本方法精密度和回收率均良好。

表3 加标回收率结果 (n=6)
Table 3 Results of recovery rate(n=6)

名称	油胞层		白皮层		囊衣		果肉	
	平均回收率 /%	RSD/%	平均回收率 /%	RSD /%	平均回收率 /%	RSD /%	平均回收率 /%	RSD/%
柠檬苦素	99.2	2.0	99.5	1.8	100.2	1.0	99.9	2.0
诺米林	99.0	1.1	99.2	1.2	99.3	1.6	100.3	1.7
黄柏酮	100.1	2.0	99.2	2.1	99.0	1.4	99.9	1.6

2.5 柚类果实含量测定

采用本方法对不同品种柚子果实的果肉、囊衣、白皮层、油胞层不同部位分别测定柠檬苦素、诺米林、黄柏酮的含量，结果见表 4。4 个组织部位中，囊衣中的 3 种柠檬苦素类似物含量较高，与其他部位差异显著。3 种柠檬苦素类化合物中，柠檬苦素和诺米林的含量高于黄柏酮。几个柚类果实品种中，‘早熟暹罗柚’、‘强德勒柚’和‘舒华柚’的柠檬苦素类化合物的含量较高，其中‘舒华柚’的囊衣中诺米林含量达 678.9 mg/kg 。‘脆香甜柚’和‘马家柚’的柠檬苦素类化合物含量较低，其中‘脆香甜柚’的囊衣中诺米林含量仅为 269.7 mg/kg ，而‘马家柚’囊衣中的柠檬苦素含量仅为 193.6 mg/kg 。

表4 不同品种柚类果实的不同部位中柠檬苦素类化合物含量
Table 4 Contents of limonoids in different parts of pomelo fruits of different cultivars

品种	部位	含量/(mg·kg ⁻¹)		
		柠檬苦素	诺米林	黄柏酮
‘楚门文旦’	油胞层	17.5±0.3	5.4±0.1	ND
	白皮层	17.7±0.3	15.7±0.3	0.55±0.01
	囊衣	374.7±3.1	527.9±2.7	30.4±0.2
	果肉	23.6±0.4	27.8±0.4	1.6±0.01
	油胞层	64.1±0.7	102.1±0.7	6.3±0.1
‘早熟暹罗柚’	白皮层	4.5±0.2	7.3±0.1	ND
	囊衣	402.8±5.4	635.5±2.5	32.8±0.7
	果肉	23.7±0.8	40.4±0.3	2.3±0.04
	油胞层	13.6±0.3	9.6±0.2	ND
‘五布红心柚’	白皮层	14.0±0.4	11.42±0.2	ND
	囊衣	290.5±4.6	397.8±3.5	22.2±0.5
	果肉	65.4±3.1	71.0±0.4	3.9±0.04
	油胞层	14.7±0.1	26.5±0.3	1.4±0.02
‘强德勒柚’	白皮层	31.5±0.6	53.4±0.5	3.2±0.04
	囊衣	406.6±5.2	669.9±3.3	35.5±0.3
	果肉	49.2±0.9	79.3±0.7	4.3±0.1
	油胞层	5.5±0.1	19.1±0.2	1.5±0.03
‘舒化柚’	白皮层	9.6±0.2	22.5±0.3	1.1±0.02
	囊衣	350.5±6.7	678.9±3.2	41.3±0.6
	果肉	55.1±1.2	107.4±1.1	5.9±0.1
	油胞层	8.7±0.3	1.2±0.1	ND
‘脆香甜柚’	白皮层	9.1±0.4	6.2±0.2	ND
	囊衣	286.1±4.8	269.7±3.7	10.1±0.5
	果肉	19.7±0.5	6.8±0.2	ND
	油胞层	2.6±0.1	2.0±0.1	ND
‘马家柚’	白皮层	4.9±0.1	11.9±0.3	ND
	囊衣	193.6±2.9	395.9±2.5	20.2±0.6
	果肉	2.4±0.1	4.8±0.1	ND

3 结论与讨论

本方法建立了柠檬苦素类似物的 QuEChERS 净化-高效液相色谱检测方法，并测定柚类果实中柠檬苦素、诺米林、黄柏酮含量。样品净化选择了 900 mg MgSO₄+450 mg PSA+50 mg GCB QuEChERS 净化管处理方式，有效去除了柚类果实中糖、有机酸、色素等干扰杂质。方法操作简单，快速高效，具有较强抗干扰能力，线性、精密度和回收率均良好。

应用本方法测定比较了柚类果实不同品种以及不同果实组织部位中柠檬苦素、诺米林、黄柏酮含量，发现存在较大差异，各组织部位中，囊衣中的柠檬苦素含量最高，且柠檬苦素和诺米林的含量高于黄柏酮的含量。‘早熟暹罗柚’、‘强德勒柚’和‘舒华柚’品种中柠檬苦素类化合物的含量较高量。这一规律为柚类果实中柠檬苦素类化合物在食品和医药等方面进行利用研究具有良好的参考价值。

参 考 文 献

[1] KAUR J, KAUR An insight into the role of citrus bioactives in modulation of colon cancer[J]. Journal of Functional Foods, 2015, 13(11):239-261.
[2] ZHAO W, WU M Y, CUI L J, et al. Limonin attenuates the stemness of cervical carcinoma cells by promoting YAP nuclear-cytoplasmic translocation[J]. Food and Chemical Toxicology, 2019, 125:621-628.
[3] 尤文挺, 王洒, 何龙, 等. 柠檬苦素单体的药理活性研究进展[J]. 中药材, 2017, 19(1): 242-246.

- YOU W T, WANG S, HE L, et al. Research progress in the pharmacological activities of limonin monomer[J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2017,19(1):242-246.
- [4] YANG R Y, SONG C Q, CHEN J X, et al. Limonin ameliorates acetaminophen-induced hepatotoxicity by activating Nrf2 antioxidative pathway and inhibiting NF- κ B inflammatory response via upregulating Sirt1[J]. Phytomedicine, 2020, 69(000):153211.
- [5] YU J, WANG L, WALZEM R L, et al. Antioxidant activity of citrus limonoids, flavonoids, and coumarins[J]. Journal Agricultural Food Chemical, 2005, 53(6):2 009-2 014.
- [6] 王辉, 曾晓房, 冯卫华, 等. 柠檬皮中的柠檬苦素对青霉的抑菌活性和机理研究[J]. 食品与发酵工业, 2019, 45(5): 75-79.
- WANG H, ZENG X F, FENG W H, et al. Antifungal activity and mechanism of limonoids from lemon peel against *Penicillium*[J]. Food and Fermentation Industries, 2019, 45(5):75-79.
- [7] 孙崇德. 柑桔中柠檬苦素、诺米林、吡啶酮的检测及相关含量与生物活性研究[D]. 杭州, 浙江大学, 2006.
- SUN C D. Determination of Limonin, nomilin and acridone in citrus and study on their relative contents and bioactivities[D]. Hangzhou, Zhejiang University, 2006.
- [8] 李彪, 施蕊, 熊智, 等. 柚皮柠檬苦素的提取及其杀虫活性研究[J]. 中国农学通报, 2012, 28(1): 284-288.
- LI B, SHI R, XIONG Z, et al. Extraction and insecticidal activities of limonin in peel of citrus maxima[J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2012, 28(1):284-288.
- [9] 晏敏, 周宇, 贺肖寒, 等. 柑橘籽中柠檬苦素及类似物的生物活性研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2018, 44(2): 290-296.
- YAN M, ZHOU Y, HE X H, et al. Research progress on the bioactivity of limonin and its analogues in citrus[J]. Food and Fermentation Industries, 2018, 44(2):290-296.
- [10] BREKSA A P, MANNERS G D. Determination of limonin D-ring lactone hydrolase activity by solid phase extraction with indirect fluorescence detection[J]. Journal of agricultural and food chemistry, 2004, 52(12):3 772-3 775.
- [11] 许海丹, 顾霞敏, 梁丹霞等. 柑橘中类柠檬苦素的含量测定方法研究[J]. 应用化工, 2012, 41(11): 2 006-2 008.
- XU H D, GU X M, LIANG D X, et al. Determination of limonoids in citrus fruits. Applied Chemical Indust, 2012, 41(11):2 006-2 008.
- [12] MCINTOSH C A. Quantification of limonin and limonoids a-ring monolactone during growth and development of citrus fruit and vegetative tissues by radioimmunoassay[J]. ACS Symp Ser, 2000, 758:73-95.
- [13] 刘亮, 戚向阳, 董绪燕, 等. 高效液相色谱法测定柑桔中的柠檬苦素类似物[J]. 食品与发酵工业, 2007, 33(4): 130-133.
- LIU L, QI X Y, Dong X Y, et al. Determination of limonoids in citrus by high performance liquid chromatography[J]. Food and Fermentation Industries, 2007, 33(4):130-133.
- [14] 郁林娜, 程盛勇, 付洋等. 响应面法优化橘核中 3 种柠檬苦素类成分的超声辅助提取工艺[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(5): 133-137.
- YU L N, CHENG S Y, FU Y, et al. Optimization of the ultrasonic-assisted extraction process of three limonoids constituents in citrus seed by response surface methodology, Food Research and Development, 2019, 40(5):133-137.
- [15] 涂勋良, 张利, 秦帆等. HPLC 法测定不同产地和品种柠檬果皮中柠檬苦素和诺米林含量[J]. 广西植物, 2020, 40(5): 744-750.
- TU X L, ZHANG L, QIN F, et al. Determination of limonin and nomilin of different varieties of lemon peel from different areas by HPLC[J]. Guihaia, 2020, 40(5):744-750.
- [16] 江海, 李新生, 吴三桥, 等. UPLC-MS/MS 分析橘汁发酵液中柠檬苦素的变化趋势[J]. 食品科学, 2013, 34(4): 208-211.
- JIANG H, LI X S, WU S Q, et al. UPLC-MS/MS analysis of the change trend of limonin in fermented orange juice[J]. Food Science, 2013, 34(4):208-211.