

丙酸钙改性聚乙烯醇包装薄膜性能研究

蒋 硕,杨福馨*,张 燕,黄志英,欧丽娟,杨 辉
(上海海洋大学食品学院,上海 201306)

摘要:研究经(0~2.5g/100mL)丙酸钙改性后的聚乙烯醇包装薄膜的各项包装性能和抗菌性能,结果发现,丙酸钙与聚乙烯醇薄膜相容性好,有良好的耐热性,丙酸钙的添加增加了薄膜的抗拉强度,降低了薄膜的断裂伸长率,影响了其光学性能,增加了薄膜的水蒸气透过系数、溶胀率和溶解率,提高了薄膜的热封温度。添加量为2.5g/100mL的丙酸钙改性薄膜对蜡样芽孢杆菌、大肠杆菌、米曲霉菌产生了一定的抑菌效果。经丙酸钙改性后的聚乙烯醇薄膜有良好的包装性能和一定的抑菌性,可以作为一种新型的食品内包装材料。

关键词:食品包装,薄膜,聚乙烯醇,丙酸钙

Study on properties of calcium propionate modified polyvinyl alcohol packaging films

JIANG Shuo, YANG Fu-xin*, ZHANG Yan, HUANG Zhi-ying, OU Li-juan, YANG Hui

(Shanghai Ocean University, Shanghai 201306, China)

Abstract: Different concentrations (0~2.5g/100mL) calcium propionate were adding on polyvinyl alcohol (PVA) to prepare the calcium propionate modified polyvinyl alcohol packaging films. The results showed that calcium propionate had a good compatibility with the polyvinyl alcohol films, and the films had a good heat resistance. Calcium propionate increased the tensile strength, water vapor permeation coefficient, swelling ratio and dissolution rate of the films; reduced the breaking elongation of the films and affected the optical properties, the sealing temperature of the films. Concentration of 2.5g/100mL calcium propionate modified film produced a certain inhibitory effect on *Bacillus cereus*, *E. coli*, *Aspergillus oryzae*. Calcium propionate modified polyvinyl alcohol films had a good packaging performance and some antibacterial properties, could be used as a novel food packaging material.

Key words: food packaging; film; polyvinyl alcohol; calcium propionate

中图分类号: TS206

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2015)02-0308-05

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2015.02.058

聚乙烯醇(PVA)是一种新兴的可用于食品软包装的无毒、可降解材料。其严格的线性结构,稳定的化学性质,使其具有优良的力学性能和热稳定性,成为一种可以取代传统塑料制品的新型食品包装材料^[1]。丙酸钙(CP)是联合国粮农组织(FAO)及世界卫生组织(WHO)批准使用的食品用保鲜剂,有着广泛的应用基础。严成^[2]研究了丙酸钙对新鲜牛肉的保鲜效果,发现常温下3%浓度的丙酸钙能延长牛肉货架期达12d。谭楨等^[3]研究了丙酸钙复合山梨酸对苹果的保鲜效果,研究发现其能有效提高苹果的保质期,抑制苹果的呼吸作用和营养流失。将保鲜剂与PVA

复合成膜的研究也有很多。孙森^[4]发现15%丁香精油/ β -环糊精改性PVA后可以得到对圣女果保鲜效果良好的保鲜薄膜。

前期正交实验^[5]设计研究得出由10g/100mL PVA、1g/100mL甘油复合制成的聚乙烯醇薄膜有良好的包装性能,本实验在此基础上在成膜溶液中添加不同浓度的(0、0.5、1、1.5、2、2.5g/100mL)丙酸钙研制有抗菌效果的PVA薄膜,旨在为PVA食品包装薄膜的研制提供实验依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

聚乙烯醇(PVA,聚合度1799) 购自上海精析化工科技有限公司;丙酸钙(CP) 纯度99.3%,姜堰市荣昌食品添加剂有限公司;甘油 国药试剂集团,分析纯;大肠杆菌(*Escherichia coli*)、蜡样芽孢杆菌(*Bacillus cereus*)、酵母菌(Yeast)、米曲霉菌(*Aspergillus oryzae*) 均由农业部水产品贮藏保鲜质量安全风险评估实验室(上海)提供。

固态LB培养基 国药试剂集团提供;YP202N电

收稿日期:2014-07-01

作者简介:蒋硕(1988-),男,硕士研究生,研究方向:食品包装技术。

* 通讯作者:杨福馨(1958-),男,博士研究生,教授,主要从事包装机械、包装工程理论与技术方面的研究。

基金项目:国家高技术研究发展863计划基金资助(2012AA0992301);上海市科委工程中心建设资助(11D22280300);上海高校一流学科建设项目资助。

子天平 上海精密科学仪器有限公司; SHB-III A 循环水式多用真空泵 郑州长城科工贸有限公司; DW-3 数显恒温电动搅拌器 河南荣铠工贸有限公司; GDS-100L 恒温恒湿箱 索亚特实验设备有限公司; DCP-KZ300 电脑测控抗张实验机 四川成都名驰仪器有限责任公司; WGT-S 透光率雾度测定仪 上海精科仪器公司; PERMATRAN-W1/5 水蒸气透过率测试仪 美国膜康有限公司; L-0305 电子数显螺旋测微仪 桂林广陆数字测控有限责任公司; GX-ZGF101 恒温鼓风干燥箱 上海贺德实验设备有限公司; HPX-9052 MB 数显电热培养箱 上海博讯实业有限公司医疗设备厂; DBF-1000 多功能自动充气薄膜封口机 常州振华包装机械有限公司; TG NETZSCH209F3 热重分析仪 德国耐驰仪器制造有限公司; S3400N 扫描电镜 Hitachi(日立)公司。

1.2 样品制备

a. 将实验PVA颗粒于去离子水中淘洗干净,于60℃恒温鼓风干燥箱中充分干燥6h后取出,使用电子天平准确称量100g PVA颗粒至1000mL去离子水中,在25℃下于恒温电动搅拌器下搅拌溶胀4h; b. 加入10g的甘油作为增塑剂于95℃搅拌3h使PVA颗粒融化,冷却到室温制成PVA薄膜母液; c. 分别向PVA母液中加入不同浓度的丙酸钙(0.0.5、1、1.5、2、2.5g/100mL),继续搅拌3h使其充分混合; d. 用真空泵将薄膜溶液真空抽气1h除气泡,制备成丙酸钙改性PVA薄膜母液; e. 使用流延法于25℃下干燥1d成膜,得到的所有膜样品置于53%相对湿度和25℃的恒温恒湿箱平衡48h,进行性能测试^[9]。

1.3 性能测试与结构表征

1.3.1 厚度测量 使用螺旋测微仪测在薄膜上选取5个点后测量,结果取平均值。厚度用于水蒸气透过率的计算。

1.3.2 机械性能 依据蒋硕的方法^[7]将膜裁剪成15mm×120mm(宽×长)的长条状,使用电脑测控抗张实验机测试抗拉强度以及断裂伸长率。设定夹距为50mm,速度50mm/min。抗拉强度用: $T_s=F/S$ 表示,式中, T_s 为抗拉强度(MPa); F 表示样品断裂时所承受的最大张力(N); S 为试样横截面积(m^2),每个样品测试10次,取平均值。

1.3.3 光学性能 依据卢叶的方法^[8],使用透光率雾度测定仪,将膜裁剪成与夹样器一般大小,夹于磁性夹具之间并将其拉平,每个样品测试5次,取平均值。

1.3.4 水蒸气透过率测定 依据寻倩男的方法^[9],使用水蒸气透过率测试仪测试,薄膜两侧相对湿度为10%/100%,水蒸气透过系数由公式 $WVP=WVTR \times n / \Delta p$ 计算(其中WVP为水蒸气透过系数,WVTR是通过仪器测试得到的水蒸气透过量, n 为膜的厚度, Δp 为气体的输出压力,为0.20MPa)。每个样品测10次,取平均值。

1.3.5 溶解和溶胀特性 根据文献[10],将称重后的薄膜(20mm×20mm)分成6组分别放入盛有100mL去离子水的烧杯中,分别按5、10、15、20、25、30min取出后用吸水纸沥干后称重,以薄膜质量增加量占初

始质量的比值来表示薄膜溶胀率。

溶解率测定先将薄膜(20mm×20mm)在70℃的恒温鼓风干燥箱中干燥24h后称重,得到初始重量 m_0 ,然后将薄膜置于100mL去离子水中24h后取出,用吸水纸沥干后将残余的薄膜置于70℃的恒温鼓风干燥箱中干燥24h,得到最终重量 m_1 ,溶解率(%)=[$(m_0-m_1) \times 100$]/ $m_0 \times 100$ 。

1.3.6 抑菌效果 参考Cissé等^[11]的方法,略有改动。分别将1mL活化后浓度为 10^6 CFU/mL蜡样芽胞杆菌液、米曲霉菌液、酵母菌液和大肠杆菌液用无菌玻璃棒均匀涂膜于固体LB培养基上,等菌液完全扩散后,用紫外灭菌后的打孔器切下直径为0.6cm的薄膜放在培养基的中心位置(整个过程在无菌环境下进行)。将培养皿倒置培养于37℃恒温培养24h后,观察记录抑菌圈的直径。其中,米曲霉属于霉菌,菌株个体大,较难形成成片的菌落群,故仅观察薄膜附近有无菌株生长。每个样品做5组平行,取平均值。

1.3.7 热重分析 参考Mu等^[12]的方法,使用TG NETZSCH209F3热重分析仪,放5.0mg样品于陶瓷坩埚,测量温度范围为35~510℃,使用0.05MPa的氮气作为保护气,升温速率为10℃/min。

1.3.8 电镜扫描 采用Hitachi(日立)公司的S3400N扫描电镜观察膜横截面的微观结构,生成薄膜横截面的表面照片,仪器的加速电压为5.0kV^[13]。

1.3.9 热封性能 参考Chen的方法^[14],使用多功能自动薄膜封口机,在恒定的压力、时间下,通过改变不同的热封温度完成对待测薄膜的热封口,测定其最低封口温度。

1.4 数据分析

采用Origin 8作图,Spss Statistics 20.0计算WVP,菌落总数均值及其标准差,并进行邓肯氏多重比较。

2 结果与讨论

2.1 丙酸钙改性PVA薄膜的机械性能

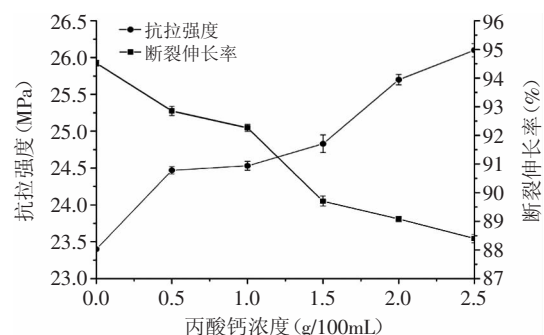


图1 丙酸钙改性PVA薄膜的机械性能

Fig.1 Mechanical properties of the calcium propionate modified films

图1是丙酸钙改性PVA薄膜的机械性能,可以看出,添加丙酸钙以后PVA薄膜的抗拉强度随着丙酸钙的添加量提高略微提高,当CP添加量达到2.5g/100mL时,薄膜的抗拉强度达到26.0MPa,比不添加CP时提高了2.60MPa。这可能是因为丙酸钙在薄膜中均匀分散,与PVA分子链相互作用,增强了薄膜的强度和韧

表1 丙酸钙改性PVA薄膜的水蒸气透过率、溶解率

Table 1 Water vapor permeability and dissolution rate of the calcium propionate modified films

丙酸钙添加量(g/100mL)	0	0.5	1	1.5	2	2.5
WVP($10^{-13}g \cdot m^{-1} \cdot s^{-1} \cdot Pa^{-1}$)	0.037 ^b	0.054 ^c	0.064 ^d	0.070 ^a	0.067 ^c	0.050 ^f
溶解率(%)	5.7 ^b	9.5 ^c	17.6 ^d	22.2 ^e	26.3 ^f	28.8 ^a

注:不同小写字母表示 $p < 0.05$ 水平上差异显著;表2同。

性。添加CP后薄膜的断裂伸长率略微下降,添加量为2.5g时,比未添加CP的薄膜断裂伸长率下降了6%。这可能是因为随着丙酸钙浓度增加,其分子接触几率增大,发生团聚现象,影响了PVA分子链的流动性。

2.2 丙酸钙改性PVA薄膜的光学性能

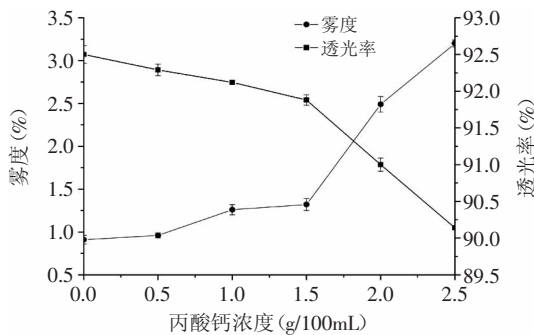


图2 丙酸钙改性PVA薄膜的光学性能

Fig.2 Optical properties of the calcium propionate modified films

图2是丙酸钙改性PVA薄膜的光学性能,可以看出随着丙酸钙添加量的增加,薄膜的透光率逐渐下降,从不添加CP时的92.5%下降到CP含量2.5g时的90.1%;而雾度逐渐上升,从0.88%上升到3.13%。可能是因为丙酸钙颗粒均匀分布于膜体,阻碍了光线的穿透,导致了薄膜的光学性能略微下降,但与纯PVA薄膜相比,CP最大添加量时其透光率仅降低了2.4%,说明当CP添加量不大于2.5g/100mL时,对PVA薄膜的光学性能影响不大。

2.3 丙酸钙改性PVA薄膜的水蒸气透过系数(WVP)和溶解率

聚乙烯醇的分子链上有大量羟基,容易与水分子中的羟基发生键合,形成氢键,由表1看出,随着CP添加量的增加,薄膜的WVP逐渐升高。这可能是因为,在一定范围内,CP分子均匀分布在薄膜内,与PVA分子链产生一定的分子间作用力,使PVA分子网链孔隙变大,使水分子容易通过,故而WVP升高;而当CP添加量达到2g/100mL后,WVP开始下降,这可能是因为随着CP含量的增加,越来越多的CP分子分布于薄膜内,填补PVA网链孔隙,使水分子通过变难,在添加量2.5g的时候,薄膜WVP($0.050 \times 10^{-13}g \cdot m^{-1} \cdot s^{-1} \cdot Pa^{-1}$)仍然高于纯PVA薄膜的WVP($0.037 \times 10^{-13}g \cdot m^{-1} \cdot s^{-1} \cdot Pa^{-1}$),且差异显著($p < 0.05$)。可以看出CP的添加增加了PVA薄膜的WVP。

聚乙烯醇的24h溶解率也随之提高,CP含量2.5g时比不添加提高了23.1%。这可能是因为CP是水溶性化合物的缘故。

2.4 丙酸钙改性PVA薄膜的溶胀率

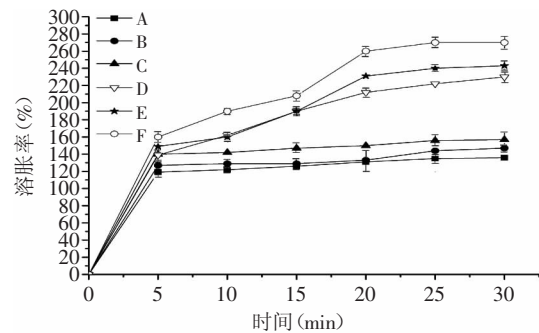


图3 丙酸钙改性PVA薄膜的溶胀率

Fig.3 Swelling ratio of the calcium propionate modified films

注:A~F中CP添加量分别为0、0.5、1、1.5、2、2.5g/100mL;图4、图5同。

由图3可以看出,随着CP添加含量的上升,PVA薄膜的溶胀率明显提高,添加量1g/100mL以下时,溶胀率上升较缓慢;添加量1.5g以上时,溶胀率迅速提高,当添加量达到2.5g时30min溶胀率达到270%,比未添加CP时提高了134%。可能是因为CP的加入,干扰了PVA分子的固有氢键,分子链变松散,水分子更容易扩散进其分子间隙,引起薄膜溶胀。

2.5 丙酸钙改性PVA薄膜的抑菌效果

表2 丙酸钙改性PVA薄膜的抑菌效果

Table 2 Antimicrobial activity of the calcium propionate modified films

丙酸钙添加量(g/100mL)	抑菌圈(cm)			
	蜡样芽胞杆菌	大肠杆菌	米曲霉菌	酵母菌
0	0	0	0	0
0.5	0	0	0	0
1	0	0	0	0
1.5	0.65±0.02 ^b	0	0	0
2	0.69±0.03 ^b	0	0	0
2.5	0.75±0.01 ^a	0.68±0.03 ^a	无菌株	0

由表2可以看出,CP添加量为1g以下时,对4种实验菌均无抑菌效果,随着CP添加量的增大,对蜡样芽胞杆菌的抑菌圈逐渐增大,到添加量为2.5g时,达到0.75cm,优于其他组别($p < 0.05$)。而当添加量达到2.5g时,薄膜才对大肠杆菌(0.68cm)和米曲霉菌产生抑菌效果。这是因为,丙酸钙需要在弱酸环境下,才有较好的抑菌性,而培养基为中性环境,故产生的游离丙酸含量较少,所以抑菌性没有完全表现。各添加量下的丙酸钙改性PVA薄膜均没有对酵母菌产生抑

制作用,这与杜荣茂等^[15]的研究结果一致。

2.6 丙酸钙改性PVA薄膜的热重分析

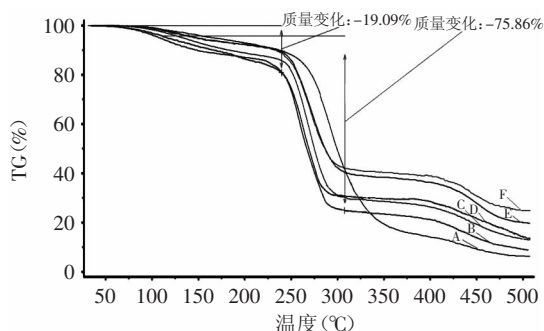


图4 丙酸钙改性PVA薄膜的热重分析

Fig.4 TGA curves of the calcium propionate modified films

从图4看出,添加CP以后,薄膜剧烈分解的温度降低,可能是由于丙酸钙与PVA分子链发生作用,影响了原来PVA分子链紧密交联的状态,使其更易分解;但分解后残留质量随着添加CP量的增加而提高,可能是因为残留丙酸钙质量的增加导致的。

膜体分解分为3阶段,第一阶段发生在0~240°C左右,这个阶段薄膜质量减少较小,质量变化为19.09%,主要是甘油和薄膜内水分的损失^[16]。第二阶段是240~300°C左右,质量变化75.86%,这个阶段薄膜质量剧烈下降,是由于主要成分PVA分子受热,其空间结构破坏,迅速分解而导致。第三阶段是300°C以后,这个阶段,薄膜主要成分PVA基本分解完毕,质量变化不大。可以看出,在120°C以内,薄膜质量较为稳定,适合使用。

2.7 丙酸钙改性PVA薄膜的电镜扫描结果

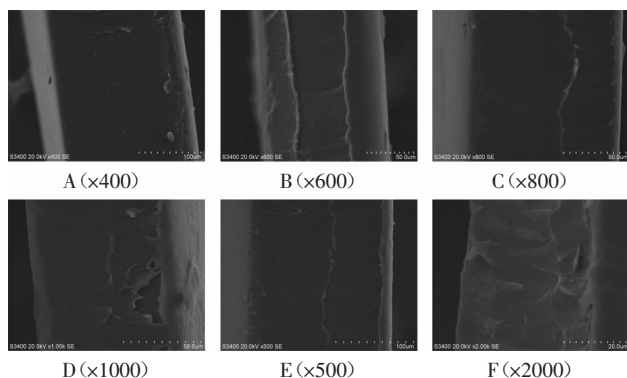


图5 丙酸钙改性PVA薄膜的微观结构图

Fig.5 Scanning electron microscopy (SEM) of the calcium propionate modified films

从图5看出,CP添加量不超过2g时,薄膜的截面整体均匀,致密平滑。在添加量上升到2.5g时,薄膜截面略有褶皱,但是未出现分子大量团聚、断裂和气孔现象,说明CP添加后相容性好,薄膜均一紧密。

2.8 丙酸钙改性PVA薄膜的热封性能

由表3看出薄膜的热封温度随CP的添加量增大而增加,从纯PVA薄膜的175°C上升到添加2.5g时的220°C,这可能因为CP的加入,薄膜两侧PVA分子链

需要更大的流动性才能进行粘合,从而提高了薄膜的熔化温度,进而提高了其热封温度。

表3 丙酸钙改性PVA薄膜的热封温度

Table 3 Sealing temperature of the calcium propionate modified films

丙酸钙添加量 (g/100mL)	0	0.5	1	1.5	2	2.5
热封温度(°C)	175±2	185±3	195±2	200±1	210±2	220±1

3 结论

丙酸钙改性聚乙烯醇薄膜的均一性好,有良好的耐热性,丙酸钙的添加增加了薄膜的抗拉强度,降低了薄膜的断裂伸长率,影响了其光学性能,增加了薄膜的水蒸气透过系数,溶胀率和溶解率,提高了薄膜的热封温度。添加量为2.5g/100mL的丙酸钙改性薄膜对蜡芽芽孢杆菌、大肠杆菌、米曲霉菌产生了一定的抑菌效果。经丙酸钙改性后的聚乙烯醇薄膜包装性能优良,表现出一定的抑菌性,是一种优秀的新型食品内包装材料。

参考文献

- [1] 顾瑾,李俊俊,孙余凭,等. 聚乙烯醇膜的改性及应用研究进展[J]. 化工进展,2013,32(5):1074-1080.
- [2] 严成. 丙酸钙对牛肉保鲜效果的研究[J]. 食品科学,2009(14):300-303.
- [3] 谭楨,蔡胜彬,冷一平. 山梨酸和丙酸钙复合保鲜剂对延长苹果保鲜期的研究[J]. 中小企业管理与科技,2013(4):299-301.
- [4] 孙森. 基于丁香精油/ β -环糊精包合物的聚乙烯醇抗菌膜的制备及性能研究[D]. 长沙:湖南工业大学,2012.
- [5] 蒋硕,杨福馨,张燕,等. 热带水果的能量触发式示温标签薄膜研究[J]. 包装工程,2014,35(1):1-5.
- [6] 陈桂云,雷桥. 海藻酸钠对可食性复合膜性能的影响研究[J]. 食品工业科技,2011,32(12):400-403.
- [7] 蒋硕,杨福馨,张燕,等. 改性抗菌聚乙烯醇包装薄膜的性能研究[J]. 食品与机械,2014,3(3):114-118.
- [8] 卢叶,杨福馨,张恒光. 载银抗菌剂/LDPE抗菌薄膜的制备与性能研究[J]. 包装工程,2013,34(11):27-30.
- [9] 寻倩男,雷桥,包建强,等. 明胶-酪蛋白酸钠可食性膜的包装性能研究[J]. 包装工程,2013,15:10.
- [10] Silva M A, Bierhalz A C K, Kieckbusch T G. Alginate and pectin composite films crosslinked with Ca^{2+} ions: Effect of the plasticizer concentration[J]. Carbohydrate Polymers, 2009, 77(4):736-742.
- [11] Mohamed C, Clementine K A, Didier M, et al. Antimicrobial and physical properties of edible chitosan films enhanced by lactoperoxidase system[J]. Food Hydrocolloids, 2013, 30(2): 576-580.
- [12] Mu C, Guo J, Li X, et al. Preparation and properties of dialdehyde carboxymethyl cellulose crosslinked gelatin edible films[J]. Food Hydrocolloids, 2012, 27(1):22-29.
- [13] Ghasemlou M, Khodaiyan F, Oromiehie A. Physical,

mechanical, barrier, and thermal properties of polyol-plasticized biodegradable edible film made from kefiran[J]. Carbohydrate Polymers, 2011, 84(1):477-483.

[14] Chen GY, Lei Q. Research on Preparation and Properties of Edible Composite Protein Films[J]. Applied Mechanics and

Manufacturing Technology, 2011, 87:213-222.

[15] 杜荣茂, 刘梅森, 何唯平. 脱氢醋酸钠, 丙酸钙及其复配形式在面包中的防腐作用[J]. 中国食品添加剂, 2004(4):72-74.

[16] 黄志英, 雷桥, 包建强. 抗菌蛋白膜的包装性能及抑菌性能研究[J]. 食品工业科技, 2014, 35(6):288-291.

(上接第295页)

压或超声波辅助提取后, 残渣颗粒表面孔隙明显变多、变大, 其组织结构被破坏的更加严重, 表面也变得更疏松, 比表面积增大, 这些变化都有利于山楂黄酮类物质的溶出, 因此在短时间内, 可达到较高的提取效率。

3 结论

对山楂黄酮超高压提取工艺进行了优化, 所选择的影响因素的主次顺序为: 乙醇体积分数>保压时间>液固比>压力, 同时建立了超高压辅助提取山楂黄酮的数学模型, 确定超高压辅助山楂黄酮的最佳工艺参数为: 乙醇体积分数90%, 液固比24:1mL/g, 压力500MPa, 保压时间为12min, 在此优化条件下超高压提取山楂中黄酮, 其得率为0.0553%; 比较了索氏抽提、超声波提取和超高压提取对山楂黄酮得率的影响, 发现在提取时间和黄酮得率上, 超高压提取都有着明显的优势, 对各自提取残渣的扫描电镜检测结果表明, 经过超声波和超高压短时间处理的物料表面组织结构破坏程度比长时间索氏抽提更严重, 因此短时间内可以达到较高的提取效率。

参考文献

- [1] 冯凤莲, 张卉朱. 山楂的研究进展[J]. 河北医科大学学报, 1997, 18(6):383-385.
- [2] Melikoglu G, Mericli F, Mericli A H. Flavonoids of *Crataegus orientalis*[J]. Bollettino Chinico Farmaceutico, 1999, 138(7):209-239.
- [3] 刘荣华, 余伯阳. 山里红叶化学成分研究[J]. 中药材, 2006, 29(11):1169-1173.
- [4] 孙敬勇, 杨书斌, 谢鸿霞, 等. 山楂化学成分研究[J]. 中草药, 2002, 33(6):483-486.
- [5] 韩秋菊. 山楂中黄酮类化合物提取工艺条件优化[J]. 化学与生物工程, 2012, 29(6):85-87.
- [6] 霍丹群, 张文, 李奇琳, 等. 超声波法与热提取法提取山楂总黄酮的比较研究[J]. 中成药, 2004, 26(12):1063-1065.
- [7] Prasad K N, Yi C, Yang E, et al. Effects of high pressure extraction on the extraction yield, total phenolic content and antioxidant activity of longan fruit pericarp[J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2009, 10(2):155-159.
- [8] Xi J. Comparison of Antioxidant Activity of Ethanolic Extracts of Propolis Obtained by Different Extraction Methods[J]. Canadian Journal of Chemical Engineering, 2006, 84(4):447-451.
- [9] 侯丽丽, 张守勤, 梁清. 槐花黄酮提取方法的比较[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(7):3971-3972.
- [10] Guo X F, Han D M, Xia H P, et al. Extraction of pectin from

navel orange peel assisted by ultra-high pressure, microwave or traditional heating: A comparison[J]. Carbohydrate Polymers, 2012, 88(2):441-448.

[11] Zhao M, Yang B, Wang J, et al. Immunomodulatory and anticancer activities of flavonoids extracted from litchi (*Litchi chinensis* Sonn) pericarp[J]. International Immunopharmacology, 2007, 7:162-166.

[12] Prasad KN, Yang B, Ruenroengklin N, et al. Application of ultrasonication or high-pressure extraction of flavonoids from litchi fruit pericarp[J]. Journal of Food Processing Engineering, 2009, 32(6):828-843.

[13] Joo C G, Lee K H, Park C, et al. Correlation of increased antioxidation with the phenolic compound and amino acids contents of *Camellia sinensis* leaf extracts following ultra high pressure extraction[J]. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 2012, 18(2):623-628.

[14] Jun X. Caffeine extraction from green tea leaves assisted by high pressure processing[J]. Journal of Food Engineering, 2009, 94(1):105-109.

[15] 奚灏鏊, 袁根良, 杜冰, 等. 超高压提取香菇多糖的研究[J]. 现代食品科技, 2010, 26(9):991-993.

[16] 王珍, 李秀霞, 李娇, 等. 高效液相色谱法测定山楂中芦丁、金丝桃苷和槲皮素的含量[J]. 食品工业科技, 2013, 34(9):302-305.

[17] 闫磊. 山楂黄酮类成分提取分离及其质量分析研究[M]. 武汉:湖北中医学院, 2007.

[18] 孙协军, 李秀霞, 刘雪飞, 等. 山楂黄酮超声波辅助提取工艺参数优化研究[J]. 食品工业科技, 2014, 35(9):203-207.

[19] 安卓, 贾昌喜. 响应面优化超高压提取苦苣黄酮工艺的研究[J]. 中国食品学报, 2012, 12(2):105-110.

[20] 樊振江, 于旺堂, 纵伟. 超高压提取柿叶黄酮的研究[J]. 食品工程, 2008, 6(2):46-48.

[21] 董海丽, 王谦. 枇杷叶总黄酮超高压提取及抗氧化活性[J]. 中国农学通报, 2011, 27(5):489-492.

[22] 李宏伟, 张守勤, 窦建鹏, 等. 超高压提取山楂叶中黄酮类化合物[J]. 吉林大学学报:工学版, 2006, 36(3):438-442.

[23] 王居伟, 马挺军, 陕方, 等. 超高压提取苦荞黄酮的工艺优化及动力学模型[J]. 中国粮油学报, 2011, 26(12):93-99.

[24] 励建荣, 韩晓祥. 超高压提取桑叶芦丁[J]. 分析化学研究简报, 2008, 36(3):365-368.

[25] 纵伟, 李晓. 超高压法提取金银花中总黄酮的研究[J]. 食品研究与开发, 2009, 30(2):65-68.

[26] 刘北林, 董继生, 霍红. 山楂黄酮最佳提取工艺探讨[J]. 食品科学, 2007, 28(6):167-171.