

# 不同精致工艺杜仲枝木醋液抑菌及抗氧化活性比较

胡瑞瑞, 苏印泉\*, 朱铭强

(西北农林科技大学 林学院, 陕西 杨陵 712100)

**摘要:**以杜仲枝木为材料,利用高温回转炉在 550℃下制备杜仲枝木粗木醋液,通过超低温冷冻解冻法、活性炭吸附法处理后,得 2 组精制杜仲木醋液,杜仲粗木醋液和 2 组精致木醋液分别记为 DC550、DL550、DX550,并对 3 组木醋液抑菌活性和抗氧化活性进行测定。结果表明:3 组木醋液均有抑菌活性和抗氧化活性,其抑菌活性顺序为 DC550>DL550>DX550,且 3 组木醋液对不同供试菌种的抑制效果的差异显著性不同;DC550 对植物病原菌的  $EC_{50}$  为 0.77~1.52 mg/g。对 DPPH· 自由基、ABTS· 自由基清除能力均低于抗坏血酸( $V_c$ ),大小顺序为  $V_c$ >DC550>DL550>DX550,3 组木醋液总酚含量大小顺序与抗氧化活性大小顺序一致。初步分析 DC550 具有较强的抗氧化活性和抑菌活性,这一特性与其总酚含量和有机酸含量较高有关。

**关键词:**杜仲枝木;木醋液;总酚含量;抗氧化活性;抑菌活性

**中图分类号:**S763.6

**文献标志码:**A

**文章编号:**1001-7461(2014)-02-0139-05

## Research on Antimicrobial and Antioxidant Activities of Pyrolygneous Acids of *Eucommia ulmoides* Branch Dealing with Different Refined Methods

HU Rui-rui, SU Yin-quan\*, ZHU Ming-qiang

(College of Forestry, Northwest A & F University, Yangling, Shaanxi 712100, China)

**Abstract:** Pyrolygneous acid was prepared from the pyrolysis of *Eucommia ulmoides* branches at 550℃. The obtained acid (DC550) was refined by cryogenic freezing and activated carbon adsorption methods, resulted in 2 acids (DL550 and DX550). Anti-microbial and antioxidant activities were measured. The results demonstrated that the three acids all exhibited antioxidant and anti-microbial activities. The order of antimicrobial activity was DC550 > DL550 > DX550. Differences were observed in anti-microbial activity among the acid groups, and microbial tested. The range of  $EC_{50}$  to plant pathogens was 0.77—1.52 mg/g in DC550. The free radical scavenging capabilities of three acids were all weaker than that of  $V_c$ , and the order was  $V_c$  > DC550 > DL550 > DX550. Correlations were observed between phenol contents in the acids and antioxidant activity. DC550 in which the contents of phenols and acid were high presented the highest antioxidant and anti-microbial activity.

**Key words:** *Eucommia ulmoides* branch; pyrolygneous acid; total phenol content; antioxidant activity; anti-microbial activity

杜仲(*Eucommia ulmoides* Oliv.)又名思仲、木棉等,单科单属单种,为中国特有植物,具有“活化石植物”之称,是中国珍贵的上等药用植物<sup>[1-2]</sup>,主要有木脂素类、有机酸、萜类、多糖、氨基酸和杜仲胶等有机化合物及钙铁等无机元素<sup>[3]</sup>,杜仲叶林栽培模式

是将高大乔木改为灌木的经营模式,在该模式下会产生大量的枝木,如果不加以有效回收利用,就会造成资源的极大浪费<sup>[4]</sup>。

木醋液(pyrolygneous acid)是将木材废弃物经过隔绝空气、高温裂解后的烟气,经冷凝回收分离获得

收稿日期:2013-08-28 修回日期:2013-10-08

基金项目:国家林业公益性行业科研专项(K313021208)。

作者简介:胡瑞瑞,女,在读硕士,研究方向:植物资源利用。E-mail:huruirui1987@126.com

\* 通信作者:苏印泉,男,教授,研究方向:植物资源利用。E-mail:syq009@126.com

的有烟熏味的有机混合物;其成分复杂,含有酸类、酚类近 200 余种有机化合物<sup>[5-7]</sup>。木醋液的性能因木材种类、烧制工艺、精致工艺等的不同而不同<sup>[8-9]</sup>。随着生活水平的提高,人们对食品营养、安全意识也逐渐提高。市售的食品抗氧化剂如 BHT 具有毒性和致癌性<sup>[5]</sup>;利用生物农药对植物进行杀虫杀菌药效慢、成本高、范围窄<sup>[10]</sup>。因此开发一种天然无副作用的食品抗氧化剂和杀菌剂具有重要意义。

通过 GC-MS 分析苦杏壳木醋液,表明有机酸类和多酚类化合物含量占总有机物的 70%,且大量研究证明,木醋液具有显著的体外抗氧化和抑菌活性<sup>[11]</sup>。本试验以在叶林模式下种植的杜仲枝木为热解原料,在 550℃干馏、收集粗木醋液,经活性炭吸附法和超低温冷冻解冻法 2 种方法精制后<sup>[12]</sup>,得精制木醋液,分析比较了粗木醋液和不同精制工艺的木醋液的总酚含量、清除自由基能力和抑菌能力的差异,为开发木醋液为抗氧化剂和天然杀菌、防腐剂提供理论参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料与仪器

杜仲枝木取自西北农林科技大学杜仲叶林基地,皆伐后剥皮晾干,经粉碎后冷藏备用。抗坏血酸、DPPH·(1,1-二苯基-2-苦基苯肼自由基)、ABTS·(2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐自由基)、NaCl、K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 等均为分析纯;活性炭粉(本课题组提供,比表面积为 716.6 m<sup>2</sup>/g)。

高温回转炉(陕西咸阳蓝光科技有限公司);R-50 旋转蒸发仪(上海申生科技有限公司);-86℃超低温冷冻储存箱(中科美菱低温科技有限责任公司);UV-1800 分光光度计(Shimadzu Suzhou Instruments Mfg. Co. Ltd);水浴锅;YXQ-LS-100S II 立式压力蒸汽灭菌器;SPX-300B 生化培养箱;AIRTECH 型超净工作台。

1.2 试验方法

1.2.1 粗木醋液的制取 利用高温回转炉在 550℃热解制取粗木醋液;进料 500 g/次,以 10℃/min 的速度升温,热解时不断向炉内通入水蒸气。将收集好粗木醋液进行 80℃减压蒸馏,除去大量的水分,然后静置 3 个月,虹吸中层液体<sup>[13]</sup>,密封于棕色瓶中,得 DC550。

1.2.2 粗木醋液的精制

1)活性炭吸附法 依据朴哲<sup>[14]</sup>等的一次性吸附法并加以改进,在上述虹吸后的中层液体(DC550)中加入质量分数为 5%的活性炭,超声 10 min 后静置 48 h,得 DX550。

2)超低温冷冻解冻法 通过低温条件下的温度变化来澄清粗木醋液(DC550),粗木醋液随着温度的下降(-1~-86℃),液体的流动性降低,木焦油等以颗粒状的形式沉淀下来,直至不再沉降为止,然后再缓慢地升温,进行解冻,用多层滤纸过滤得到精制的木醋液<sup>[12]</sup>,即本试验中的 DL550。

1.2.3 抑菌试验 测定 3 种木醋液对大肠杆菌(*E. coli*)、枯草杆菌(*B. subtilis*)、金黄色葡萄球菌(*S. aureus*)、杀螟杆菌和产气杆菌(*E. aerogenes*)5 种细菌的抑制能力。抑菌效果以抑菌圈直径大小表示<sup>[15]</sup>。

测定木醋液对黑曲霉(*A. niger*)、青霉(*Pseudomonas sp.*)、总状毛霉(*M. racemosus*)、里氏木霉(*Trichoderma reesei*)、绿木霉(*T. viride*)5 种霉菌的抑菌能力。抑菌能力大小以抑菌圈直径大小表示。

选用对细菌和霉菌有较强抑菌作用的粗木醋液,对油菜菌核病原菌(*Dothiorella gregaria*)、葡萄炭疽病原菌(*Colletotrichum gloeosporioides*)、梨黑星病原菌(*Venturia pyrina*)、杨树溃疡病原菌(*Sclerotinia cerealis*)、黄瓜黄萎病原菌(*Cucumis dahliae*)5 种植物病原菌进行毒力测定<sup>[16]</sup>。所得数据通过 Finney 几率值分析法用统计软件求出毒力回归方程、相关系数 *r* 和有效中浓度 EC<sub>50</sub>。

以上试验菌种均由西北农林科技大学资环学院微生物实验室提供,试验中所用工具和培养基等材料均在 YXQ-LS-100S II 立式压力蒸汽灭菌器进行灭菌,在超净工作台上进行无菌操作;接菌后放入 SPX-300B 生化培养箱中进行培养。

1.2.4 测定总酚含量 参照 C. Ubeda<sup>[17]</sup> 等方法,选用福林酚法测定总酚含量并加以改进:取 0.1 mL 样品加 8 mL 蒸馏水、0.5 mL 福林酚,最后加 4 mL 7.5%Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液,置于 75℃水浴加热 15 min,冷却,765 nm 下测定吸光值。类似于上述步骤,用浓度范围为 0.002~0.01 mg/mL 的没食子酸作标准曲线,得线性方程: $y=3.7814x-0.1112$ ,  $R^2=0.9914$ 。

1.2.5 清除 DPPH·(1,1-二苯基-2-苦基苯肼自由基) 参照 A. Y. Loo<sup>[18]</sup> 等方法,向 2 mL 0.1 mmol/LDPPH 无水乙醇溶液中加入 2 mL 不同质量浓度(0.0625~0.5 mg/mL)的样品,避光放置 20 min,在 517 nm 下测定吸光值 A<sub>1</sub>'。同时测定 DPPH 溶液与 2 mL 乙醇混合液的吸光值 A<sub>0</sub>,DPPH·清除率%=(A<sub>0</sub>'-A<sub>1</sub>')/A<sub>0</sub>'×100%。

1.2.6 清除 ABTS·(2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐自由基) 根据 Agourram A<sup>[19]</sup> 等方法,向 3.9 mL 7 mmol/L 的 ABTS<sup>+</sup> 反应液中加入 0.1 mL 不同质量浓度(0.0625~0.5

mg/mL) 的样品稀释液, 室温放置 10 min, 在 734 nm 下测定吸光值  $A_1'$ , 同时测定 3.9 mL ABTS+反应液与 0.1 mL 乙醇混合液的吸光值  $A_0'$ 。ABTS·清除率= $(A_0'-A_1')/A_0' \times 100\%$ 。

1.3 数据处理

原始数据的统计, 图表的制作使用 Excell2003 进行, 数据分析用 Spass16.0 进行, 各测定指标均为试验值。

2 结果与分析

2.1 不同精致工艺杜仲枝木醋液的抑菌试验

2.1.1 对细菌抑制效果 将粗木醋液与不同精致工艺下得到的木醋液分别对表 1 中所示的 5 组细菌的抑菌效果进行试验, 并做方差分析。结果表明 3

组木醋液对细菌均有一定程度的抑制作用, 且 3 组木醋液的抑菌能力大小顺序为 DC550>DL550>DX550; DC550 对 5 种细菌的抑菌能力最强, 其中对枯草杆菌的抑菌效果最明显; DL550 和 DX550 均对大肠杆菌的抑菌效果最明显; 3 组木醋液对金黄色葡萄球菌的抑制作用存在显著差异 ( $p<0.05$ )。说明木醋液对细菌的抑制效果与精致工艺有一定的关系, 精致工艺不同, 所得木醋液起抑菌作用的成分及含量可能发生改变。

2.1.2 对霉菌抑制效果 由表 2 可知, 3 组木醋液对霉菌均有一定的抑制作用, 且对绿木霉和里氏木霉的抑制效果差异显著 ( $p<0.05$ ); 里氏木霉对 DC550、DL550 的耐受性最弱, DX550 对青霉的抑菌效果最强。

表 1 不同精致工艺杜仲枝木醋液对细菌的抑制效果及方差分析

Table 1 Antibacterial activities of pyroligneous acid of *E. ulmoides* branches with different refinery methods

木醋液	金黄色葡萄球菌	大肠杆菌	杀螟杆菌	产气杆菌	枯草杆菌
DC550	20.27±0.76 <sup>a</sup>	20.70±7.10 <sup>a</sup>	22.55±2.95 <sup>a</sup>	21.05±0.45 <sup>a</sup>	24.35±0.05 <sup>a</sup>
DL550	16.20±0.50 <sup>b</sup>	20.60±3.50 <sup>a</sup>	19.26±0.54 <sup>ab</sup>	17.45±1.35 <sup>b</sup>	17.95±1.25 <sup>b</sup>
DX550	14.15±0.05 <sup>c</sup>	18.48±0.53 <sup>a</sup>	17.23±0.33 <sup>b</sup>	17.10±1.10 <sup>b</sup>	17.35±1.55 <sup>b</sup>

注: 表中数据为抑菌圈直径, 单位为 mm; 显著水平  $p<0.05$ , 上标字母表示差异显著性

表 2 不同精致工艺杜仲枝木醋液对霉菌的抑制效果及方差分析

Table 2 Antimould activities of pyroligneous acid of *E. ulmoides* branches with different refinery methods

木醋液	青霉	绿木霉	总状毛霉	黑曲霉	里氏木霉
DC550	17.05±1.15 <sup>a</sup>	12.32±0.14 <sup>a</sup>	12.57±1.36 <sup>a</sup>	11.03±0.44 <sup>a</sup>	19.55±0.51 <sup>a</sup>
DL550	11.30±0.10 <sup>b</sup>	8.30±8.30 <sup>b</sup>	11.44±1.39 <sup>ab</sup>	10.33±1.54 <sup>a</sup>	12.33±0.49 <sup>b</sup>
DX550	10.93±0.85 <sup>b</sup>	7.40±0.15 <sup>c</sup>	9.37±0.54 <sup>b</sup>	8.60±1.50 <sup>a</sup>	9.55±0.09 <sup>c</sup>

注: 表中数据为抑菌圈直径, 单位为 mm; 显著水平  $p<0.05$ , 上标字母表示差异显著性。

2.1.3 对植物病原菌抑制效果 选用对霉菌具有较强抑制效果的 DC550 对表 3 中的 5 种植物病原菌进行毒力测定。将 DC550 倍半稀释配成一系列不同浓度进行试验, 得毒力回归方程和 DC550 对供试植物病原菌的半数有效浓度  $EC_{50}$ , 以  $EC_{50}$  作为评

价木醋液对供试菌种抑制活性大小的标准。由表 3 可知, DC550 对黄瓜黄萎、杨树溃疡病原菌的毒力最强, 其次为梨黑星病原菌, 对葡萄炭疽病原菌的毒力最弱。可能说明不同植物病原菌对同一种木醋液的耐受能力具有差异性。

表 3 DC550 对植物病原菌抑制的独立回归结果

Table 3 Results of toxicity regression of pathogen activities of DC550

菌种	毒力回归方程	回归系数 $r$	$EC_{50}/(mg \cdot mL^{-1})$
油菜菌核( <i>Dothiorella gregaria</i> )	$y=0.115\ 2x+0.372\ 1$	0.956\ 5	1.11
葡萄炭疽( <i>Colletotrichum gloeosporioides</i> )	$y=0.134\ 5x+0.296\ 2$	0.906\ 7	1.52
梨黑星( <i>Venturia pyrina</i> )	$y=0.115\ 6x+0.395\ 3$	0.914	0.91
杨树溃疡( <i>Sclerotinia cerealis</i> )	$y=0.100\ 4x+0.414\ 2$	0.973\ 7	0.85
黄瓜黄萎( <i>Cucumis dahliae</i> )	$y=0.109\ 4x+0.415\ 9$	0.938\ 6	0.77

2.2 木醋液的总酚含量

酚类物质是具有抗癌、抗突变和抗氧化活性的植物次生代谢产物<sup>[20]</sup>, 测定 3 组木醋液 DC550、DL550、DX550 的总酚含量, 结果分别为 585.77±0.19<sup>b</sup>、409.74±3.75<sup>c</sup>、666.84±4.59<sup>a</sup> mg/g, 可知 3 组木醋液总酚含量差异显著 ( $p<0.05$ ), 且都小于粗木醋液的总酚含量。分析可能是由于在活性炭吸附和多层过滤的过程中, 在除掉焦油的同时也吸附、

损耗了酚类等有机成分<sup>[13]</sup>。

2.3 清除 DPPH·自由基活性

DPPH (1,1-disphenyl-2-picryl-hydrazyl), 其乙醇溶液为紫色, 通常以捕获 DPPH·自由基作为评定抗氧化能力大小的指标<sup>[21]</sup>。由图 1 可知, 3 组杜仲叶林枝木木醋液对 DPPH·均有一定的清除作用, 且清除能力的大小较为接近; 但在该试验浓度范围内 3 组木醋液的清除率均低于  $V_c$ , 清除能力顺

序为  $V_c > DC550 > DL550 > DX550$ 。分析表明木醋液的抗氧化能力与总酚含量有一定的相关性<sup>[22]</sup>。

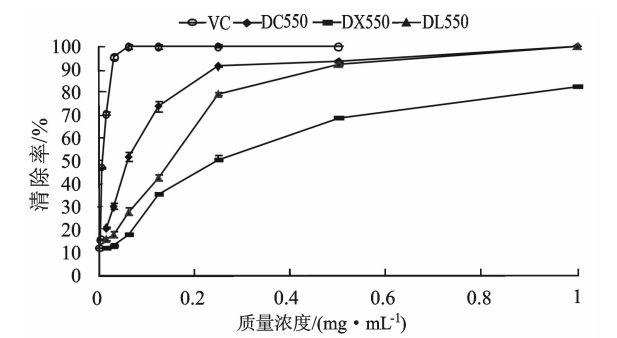


图1 不同精致工艺杜仲叶林枝木醋液、 $V_c$ 对 DPPH· 的清除活性

Fig. 1 Scavenging activity of pyroligneous acid and  $V_c$  on DPPH· free radical

ABTS·也具有稳定的自由基,清除 ABTS·能力大小也用于测定生物样品的抗氧化能力,如果加入的被测物具有氧化性,则可以使反应体系褪色。从图2中可以看出,各被测物质对 ABTS·的清除能力随着其浓度的增加而增强;当浓度范围为  $0 \sim 0.5 \text{ mg/g}$  时,4组被测物的清除能力大小顺序为  $V_c > DC550 > DL550 > DX550$ ;当浓度  $> 0.5 \text{ mg/g}$  时,DC550、DL550对 ABTS·的清除能力相当,但远大于 DX550。木醋液中的焦油含有大量酚类,超低温冷冻解冻法使木焦油沉淀从而纯化木醋液,活性炭吸附法在吸附大量的焦油的同时会吸附其他有机成分,2种方法使木醋液中酚类物质的含量减少,抗氧化能力减弱。但可能由于超低温冷冻解冻法使木醋液精制不彻底,酚类物质的损失较活性炭吸附的少,当浓度  $> 0.5 \text{ mg/g}$  时,DL550与 DC550清除 ABTS·的能力大小相同。

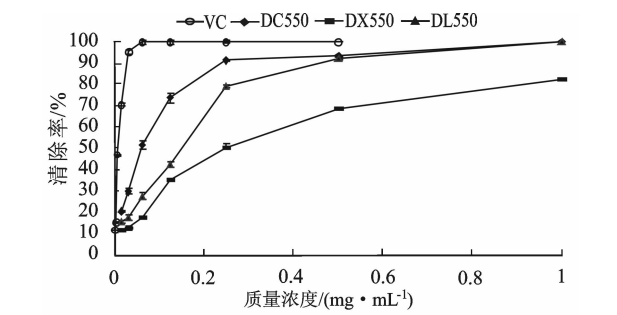


图2 不同精制工艺杜仲叶林枝木醋液、 $V_c$ 对 ABTS· 的清除活性

Fig. 2 Scavenging activity of pyroligneous acid and  $V_c$  on ABTS· free radical

3 结论与讨论

利用3组木醋液对供试的细菌、霉菌进行了抑

菌试验,研究结果表明3组木醋液对供试菌种均具有一定的抑菌活性,但抑菌能力大小有差异,其中DC550的抑菌能力最强,木醋液的抑菌能力的大小与其所含的有机酸含量的多少有关<sup>[23]</sup>,粗木醋液经过精制后,木醋液中的有机酸含量减少,其抑菌能力相应减小。对抑菌能力较强的DC550进行毒力测定,结果显示,DC550对植物病原菌的  $EC_{50}$  为  $0.77 \sim 1.52 \text{ mg/g}$ ;  $EC_{50}$  的不同说明植物病原菌对同一种木醋液的耐受性具有差异性。

测定3组木醋液的总酚含量后,进一步通过DPPH法和ABTS法分析比较了3组木醋液的抗氧化能力,结果表明,2种方法的测定结果是一致的,且同总酚含量的大小趋势相同。3组杜仲叶林枝木醋液与阳性对照( $V_c$ )清除 DPPH· 自由基和 ABTS· 自由基的大小顺序为:  $V_c > DC550 > DL550 > DX550$ 。酚类含量的多少通常与其抗氧化能力的大小呈一定的相关性,即总酚含量越高,其抗氧化能力越强<sup>[24]</sup>。超低温冷冻解冻法和活性炭吸附法都除去了含有大量酚类的焦油,与粗木醋液相比,总分含量和抗氧化能力都减小。

木醋液中含有苯酚、焦油等有害成分,因此开发利用木醋液为食品抗氧化剂,需要通过超低温冷冻解冻法或活性炭吸附法处理除掉其所含有害成分;开发利用其为植物杀菌剂,为了高效利用其杀菌能力,可直接使用经减压蒸馏、静置简单处理后的粗木醋液。木醋液经不同方法处理后,其所含的成分的种类和各成分的含量都会发生改变,因此需要根据不同用途选择不同的精制工艺处理木醋液<sup>[14]</sup>。

参考文献:

[1] 苑子夜,苏印泉,张强,等. DPPH·法评价杜仲叶提取物的抗氧化活性[J]. 西北林学院学报,2011,26(6):119-123.  
YUAN Z Y, SU Y Q, ZHANG Q. *et al.* Evaluation on of antioxidant activity of *Eucommia ulmoides* leaf extracts by DPPH· assay [J]. Journal of Northwest Forestry University, 2011,26(6):119-123. (in Chinese)  
[2] 邱高翔,董娟娥,马希汉,等. 杜仲雄花提取物的体外抗氧化活性评价[J]. 林业科学,2013,49(3):63-69.  
QIU G X, DONG J E, MA X H, *et al.* Evaluation of the antioxidant activity of the extracts from eucommia male flower in vitro[J]. Scientia Silvae Sinicae, 2013, 49(3): 63-69. (in Chinese)  
[3] 尉芹,马希汉,张康健. 杜仲化学成分研究[J]. 西北林学院学报,1995,10(4):88-93.  
[4] 高海霞,苏印泉,张强,等. 杜仲叶林枝木醋液化学成分及抑菌活性研究[J]. 西北植物学报,2011,31(10):2106-2112.  
GA H X, SU Y Q, ZHANG Q, *et al.* Chemical constituents analysis and antimicrobial activities of pyroligneous acid of *Eucommia ulmoides* [J]. Branch Acta Bot. Boreal. Occident. Sin. ,

2011,31(10):2106-2112. (in Chinese)

[5] 施琳,尉芹,赵忠,等. 苦杏壳木醋液多酚对核桃油过氧化的抑制作用[J]. 林业科学,2013,34(5):76-80.

[6] 蔚芹,马希汉,郑滔. 核桃壳木醋液的制取、成分分析及抑菌实验[J]. 农业工程学报,2008,24(7):276-281.

WEI Q, MA X H,ZHENG T. Preparation, chemical constituents analysis and antimicrobial activities of pyroligneous acid of walnut shell[J]. Transactions of the CSAE, 2008,24(7):276-281. (in Chinese)

[7] 周岭,蒋恩臣,张强,等. 木醋液的精制方法及其在农林生产上的应用[J]. 可再生能源,2007,25(4):56-60.

ZHOU L,JIANG E C,ZHANG Q,et al. The wood vinegar refining methods and their application in agricultural and forestry production[J]. Renewable Energy Resources,2007,25(4):56-60. (in Chinese)

[8] 平安,杨国亭,于学军. 木醋液在农业上的应用研究发展[J]. 中国农学通报,2004,25(19):244-247.

PING A,YANG G T,YU X J. Research progress of the pyro-ligneous acid applied to agriculture[J]. Chinese Agricultural Science Bulletin,2004,25(19):244-247. (in Chinese)

[9] 王海英,杨国亭,周丹. 木醋液研究现状及其综合利用[J]. 东北林业大学学报,2004,32(05):55-57.

WANG H Y,YANG G T,ZHOU D. Research situation and comprehensive utilization of wood vinegar [J]. Journal of Northeast Forestry University,2004,32(05):55-57. (in Chinese)

[10] 马承慧,杨国亭,刘牧,等. 植物源杀虫剂及其木醋液混合液对油松毛虫的防治效果[J]. 东北林业大学学报,2008,36(3):76-77.

MA C H,YANG G T,LIU M, et al. Control effect of plant-based pesticide and its pyroligneous liquid on dendrolimus tabulaeform[J]. Journal of Northeast Forestry University, 2008,36(3):76-77. (in Chinese)

[11] 毛巧芝,赵忠,马希汉,等. 苦杏壳木醋液抑菌活性和化学成分分析[J]. 农业机械学报,2010,41(2):164-170.

MAO Q Z,ZHAO Z,MA X H, et al. Preparation, toxicity and components for bitter almond shell wood vinegar[J]. Transaction of the Chinese Society for Agriculture Machinery, 2010,41(2):164-170. (in Chinese)

[12] 吴哲沫,王思宏,崔香兰,等. 木醋液精制方法的探讨[J]. 延边大学学报,2003,29(3):203-207.

WU Z M,WANG S H,CUI X L, et al. The studies of trea-ment methods of pyroligneous acid[J]. Journal of Yanbian University, 2003,29(3):203-207. (in Chinese)

[13] 王海英. 木醋液对植物生长机理调节研究[D]. 黑龙江:东北林业大学,2005.

[14] 朴哲,闫吉昌,崔香兰,等. 木醋液的精制及有机成分研究[J]. 林产化学与工业,2003(2):17-20.

PU Z,YAN J C,CUI X L,et al. Refining process and organic component of wodd vinegar[J]. Chemistry and Industry of Forest Products,2003(2):17-20. (in Chinese)

[15] MA X H,WEI Q, ZHANG S S,et al. Isolation and bioactivi-ties of organic acids and phenols from walnut shell pyroligne-ous acid[J]. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2011(91):338-343.

[16] DONG H K,HAN E S,LEE S C,et al. Effects of wood vine-gar mixed with insecticides on the mortalities of *Nilaparvata lugens Laodelphax striatellus* (Homoptera:Delphacidae)[J]. Animnz Cell and Sytems,2008,12(1):47-52.

[17] UBEDA C, CALLEJO R M, HIDALGO C. et al. Employ-ment of different processes for the production of strawberry vinegars; Effects on antioxidant activity, total phenols and monomeric anthocyanins[J]. LWT- Food Science and Tech-nology, 52 (2013) 139-145.

[18] SONG Y,LIN Y J, LIU M Y,et al. Research on the prepa-ration of antioxidant peptides derived from egg white with as-sisting of high-intensity pulsed electric field[J]. Food Chem-istry,2013,139:300-306.

[19] AGOURRAM A, GHIRARDELLO D, RANTSIOU K ,et al. Phenolic content, antioxidant potential, and antimicrobial activities of fruit and vegetable by-product extracts[J]. Inter-national Journal of Food Properties 2011,5(16):1092-1104.

[20] DORA M T, CALCaCABELAS V, MARTINS A, et al. HPLC-DAD quantification of phenolic compounds ccontribut-ing to the antioxidant activity of maclura pomifera, ficus cari-ca and ficus elastica extracts[J]. Taylor & Francis,2009,18(42):2986-3003.

[21] 金莹,孙爱东,胡晓丹,等. 苹果多酚的超声波提取及抗氧化作用研究[J]. 北京林业大学学报,2007,29(5):137-141.

JIN Y, SUN A D, HU X D, et al. Ultrasonic extraction and antioxidant activities of apple polyphenols[J]. Journal of Bei-jing Forestry University,2007,29(5):137-141. (in Chinese)

[22] TIAN D Y, YANG R H. Studies on the relation of total phe-nols content to the antioxidant activity of fruits and vegeta-bles [J]. Chemical World ,2004 ,45 (2) :70-73.

[23] LOOA A. Y, JAIN K, DARAH B, et al. Antioxidant and radical scavenging activities of the pyroligneous acid from a mangrove plant, *Rhizophora apiculata* [J]. Food Chemistry, 2007,104:300-307.

[24] 郑瑞生,封辉,戴聪杰,等. 植物中抗氧化活性成分研究进展[J]. 中国农学通报,2010,26(9):85-90.

ZHENG R S,FENG H,DAI C J,et al. Research progress on active antioxidant components from plants[J]. Chinese Agri-cultural Science Bulletin,2010,26(9):85-90. (in Chinese)