

大孔树脂纯化艾草多酚及其对 α -葡萄糖苷酶活性抑制作用

Purification of polyphenols from wormwood by macroporous resin and inhibitory activity of its against α -glucosidase

吴萍香 魏明 丁凯莉 聂风

WU Ping-xiang WEI Ming DING Kai-li NIE Feng

(安徽工程大学生物与食品工程学院, 安徽 芜湖 241000)

(School of Biological and Food Engineering, Anhui Polytechnic University, Wuhu, Anhui 241000, China)

摘要:目的:分离纯化艾草多酚,并研究其对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性。方法:对比了 7 种大孔树脂对艾草多酚的吸附与解吸性能的差异,得到较合适的树脂,优化了其纯化条件。采用乙醇溶液进行梯度洗脱,研究了不同梯度乙醇洗脱组分对 α -葡萄糖苷酶活性的抑制作用。结果:D101 树脂是较好的艾草多酚吸附剂,静态吸附 120 min 即达到饱和,最佳分离纯化条件为:粗多酚质量浓度 1.5 mg/mL, pH 2.0, 上样流速 1.5 mL/min, 吸附平衡后,以 60% 乙醇为洗脱液, 1.5 mL/min 流速进行洗脱,纯化效果良好,多酚纯度由 21.42% 提升到 69.19%, 纯度提高了 3.23 倍。对比不同梯度乙醇洗脱组分对 α -葡萄糖苷酶抑制活性,其中 60% 乙醇洗脱组分可以很好地抑制 α -葡萄糖苷酶活性。60% 乙醇洗脱的艾草多酚主要含有异槲皮苷、根皮苷、芦丁等,其可能对 α -葡萄糖苷酶活性具有抑制作用。结论:艾草多酚具有一定的降血糖效果。**关键词:**艾草;多酚;大孔树脂;纯化; α -葡萄糖苷酶活性

Abstract: Objective: This study aimed to purify crude polyphenols from wormwood and to study inhibitory activity of its against α -glucosidase. Methods: The adsorption-desorption properties of wormwood polyphenols by seven kinds of macroporous resins were studied. The suitable resin for separating and purifying Wormwood polyphenols was obtained and the purification parameters were optimized. Using different concentration ethanol solution for dynamic elution, the inhibitory activity of different elution fractions on α -glucosidase was

investigated. Results: The results indicated that D101 resin was a suitable material for purifying wormwood polyphenols and the macroporous resin reached equilibrium within 120 min. The optimal conditions for purifying wormwood polyphenols were as follows, crude polyphenol 1.5 mg/mL, pH 2.0, flow velocity of 1.5 mL/min, and 60% ethanol was used as the eluent with the elution flow rate of 1.5 mL/min. The purity of polyphenols increased from 21.42% to 69.19% after purification by D101 resin, which was enhanced 3.23 times. Different elution components were obtained by using different concentration ethanol as eluents, respectively. The 60% ethanol elution fraction that contained isoquercitrin, phloridzin and rutin had the best inhibitory effect on α -glucosidase activity. Conclusion: wormwood polyphenols have good development prospects for hypoglycemic effect.

Keywords: wormwood; polyphenols; macroporous resin; purification; α -glucosidase activity

艾草(*Artemisia argyi*)是蒿属草本植物,属菊科,常以叶入药,具有温经止血、祛寒祛湿、抑菌抗虫、调理经络和安胎等功效^[1]。艾草含有黄酮、三萜、多酚、挥发油、多糖等活性成分^[2],具有镇痛镇静、抑菌、抗病毒、抗氧化和抗炎等药理作用^[3],这些药理作用与其活性成分有关。

糖尿病是一种以高血糖为特征的代谢性疾病。据报道^[4], α -葡萄糖苷酶可延缓碳水化合物的合成,同时降低餐后高血糖。紫山药多酚^[5]、橡子仁多酚^[6]均存在一定体外 α -葡萄糖苷酶的抑制活性。Chang 等^[7]分析发现,青蒿叶片中的酚类物质对 α -葡萄糖苷酶有抑制活性。艾草含有大量酚类物质,然而对于艾草中多酚类物质的降血糖研究尚未见报道。

金属离子沉淀法^[8]、凝胶柱层析法^[9]、树脂吸附

基金项目:安徽省科技重大专项(编号:202203a06020029);企业委托项目(编号:HX-2021-12-163)

作者简介:吴萍香,女,安徽工程大学在读硕士研究生。

通信作者:魏明(1969—),男,安徽工程大学教授,博士。

E-mail: wmrainbow69@126.com

收稿日期:2022-12-29 **改回日期:**2023-05-04

法^[10]、膜分离技术^[11]和高速逆流色谱法^[12]是植物多酚分离纯化的主要方法,各方法均存在不同的优缺点。大孔树脂具有产品纯度较高、成本低、选择性较好、树脂可再生、工艺简单等优点,有利于大批量生产,已被广泛应用于天然产物中目标化合物的富集^[13]。酚类物质的性质具有差异性,大孔树脂纯化多酚的效果也不尽相同,因此选择合适的树脂就显得尤为重要^[14]。Yang 等^[15]利用大孔树脂分离洛神花中的花青素;Hu 等^[16]利用大孔树脂纯化苜蓿多糖,均取得了较好的效果,而大孔树脂纯化艾草多酚的工艺目前还未见报道。

研究拟采用大孔树脂分离纯化艾草多酚,确定最佳分离纯化工艺。利用乙醇进行梯度洗脱,并分析其多酚组成及抑制 α -葡萄糖苷酶的活性。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

艾草:安徽国绿艾草生物科技有限公司;

D001、HZ-841、AB-8、D101、D4006、NKA-9、ADS-7 型大孔树脂:东鸿化工有限公司;

α -葡萄糖苷酶、4-硝基苯- α -D-吡喃葡萄糖苷:分析纯,美国 Amresco 公司;

阿卡波糖、没食子酸、绿原酸、儿茶素、表儿茶素、芦丁、异槲皮苷、根皮素、木犀草素、咖啡酸、阿魏酸、槲皮素、山奈酚:色谱纯,美国 Amresco 公司;

乙醇:分析纯,国药化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

超声波清洗器:JK-300DB 型,合肥金尼克机械制造有限公司;

高效液相色谱仪:LC-2030 型,日本岛津公司;

真空冷冻干燥机:LGJ-12 型,北京松源华兴科技发展有限公司;

全自动酶标仪:1510 型,北京 Solarbio 公司;

旋转蒸发器:RE-52AA 型,上海亚荣生化仪器厂。

1.3 试验方法

1.3.1 艾草粗多酚的制备 将 100 g 阴干艾草用磨机打成艾绒,用环己烷脱脂,加入体积分数为 50%乙醇水溶液 1 600 mL,70 °C 超声 30 min。过滤将滤液浓缩后加入 4 倍无水乙醇,放入 4 °C 冰箱,静置过夜后除去絮状沉淀,将浓缩后的滤液置于冷冻干燥机内干燥 48 h,得艾草粗多酚备用。

1.3.2 总酚含量的测定 参考文献^[17]。制备 0~50 μ g/mL 没食子酸标准溶液,回归方程为 $y=0.011 6x+0.021 7$, $R^2=0.999 2$ 。

1.3.3 大孔树脂的筛选 根据朱延胜等^[5]的方法稍加修改,将大孔树脂预处理,风干后使用,7 种大孔树脂各称量 10.0 g,分别加入 50 mL、2.0 mg/mL 艾草粗多酚溶液于

7 个 100 mL 锥形瓶中,在室温下以 100 r/min 振荡 24 h,然后测定溶液中多酚的浓度;将已经吸附饱和的树脂取出,分别加入 50 mL、60%乙醇溶液,相同条件下振荡 24 h 后,测定多酚含量,按式(1)、式(2)计算树脂的吸附率和解吸率。

$$R_1 = \frac{C_0 - C_1}{C_0}, \quad (1)$$

$$R_2 = \frac{C_2}{C_0 - C_1} \times 100\%, \quad (2)$$

式中:

R_1 ——大孔树脂对多酚的吸附率,%;

R_2 ——洗脱液对大孔树脂中多酚的解析率,%;

C_0 ——初始多酚质量浓度,mg/mL;

C_1 ——吸附后溶液剩余的多酚质量浓度,mg/mL;

C_2 ——解吸后的多酚质量浓度,mg/mL。

1.3.4 吸附时间对 D101 树脂吸附率的影响 将 10 g D101 树脂精确称量,放入 100 mL 锥形瓶中,分别添加 50 mL、2.0 mg/mL 艾草粗多酚溶液。在室温下以 100 r/min 振荡,每 30 min 测量每个锥形瓶中多酚的浓度。

1.3.5 多酚浓度对 D101 树脂吸附率的影响 精确称量 6 份 D101 树脂各 10 g,装入 6 个 100 mL 锥形瓶中。然后添加质量浓度为 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mg/mL 的艾草粗多酚溶液 50 mL,以 100 r/min 振荡 120 min,测量每个锥形瓶中多酚的浓度。

1.3.6 pH 值对 D101 树脂吸附率的影响 精确称量 8 份 D101 树脂各 10 g,装入 8 个 100 mL 的锥形瓶中,分别添加 50 mL pH 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0 的艾草粗多酚溶液,多酚质量浓度为 1.5 mg/mL。以 100 r/min 振荡 120 min,测量每个锥形瓶中多酚的浓度。

1.3.7 乙醇体积分数对 D101 树脂解吸率的影响 将 D101 树脂精确称量 5 份,每份 10 g,放入 5 个 100 mL 锥形瓶中,加入 50 mL、pH 2、质量浓度为 1.5 mg/mL 的艾草多酚溶液,以 100 r/min 振荡 120 min。测量每个锥形瓶中多酚的浓度。将树脂过滤后,分别添加 50 mL 20%、40%、60%、80%、100% 的乙醇溶液振荡 12 h,测量每个锥形瓶中多酚的浓度。

1.3.8 上样流速对 D101 树脂吸附效果的影响 D101 大孔树脂湿法装入 16 mm \times 300 mm 的色谱柱中。1.5 mg/mL 的艾草粗多酚溶液以 0.5、1.5、2.5 mL/min 的流速分别上样,利用自动收集器每管收集 3 mL,并测定多酚的浓度。

1.3.9 洗脱流速对 D101 树脂解吸率的影响 D101 树脂吸附量达到饱和后,以 60%乙醇为洗脱剂,流速分别为 0.5、1.5、2.5 mL/min,利用自动收集器每管收集 3 mL,并测定多酚的浓度。

1.3.10 乙醇梯度洗脱分离艾草多酚 D101 树脂吸附量达到饱和后,设置乙醇洗脱梯度分别为 20%,60%,100%,洗脱流速为 1.5 mL/min。设置自动收集器每管 6 mL,每管吸收 0.1 mL 溶液,测定多酚浓度。

1.3.11 HPLC 分析单酚成分 精确称量各种多酚标准品,用甲醇配制为 0.4 mg/mL 的单一标准溶液。将每个标准溶液取 200 μ L 混合,在紫外波长 280 nm 下进行 HPLC 检测。

流动相梯度洗脱工艺参照朱延胜等^[5]的方法。

分析条件:Supersil AQ-C₁₈ 色谱柱(150 mm \times 4.6 mm,5 μ m);柱温 30 $^{\circ}$ C,进样量 10 μ L,流速 1.0 mL/min。

1.3.12 不同洗脱组分对 α -葡萄糖苷酶活的抑制率 参照文献[18]的方法稍作修改,分别以 20%,60%,100%乙醇进行洗脱,测定各组分对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性,阿卡波糖作为对照组。按式(3)计算酶活性抑制率。

$$E_1 = \frac{A_0 - (A_1 - A_2)}{A_0} \times 100\%, \quad (3)$$

式中:

E_1 ——酶活性抑制率,%;

A_0 ——不含样品的吸光值;

A_1 ——样品、酶与底物反应的吸光值;

A_2 ——样品吸光值。

1.4 数据处理

试验进行 3 次平行测定,结果用均数 \pm 标准差表示,使用 SPSS(IBM SPSS Statistics 25)进行计算;采用单因素方差分析(ANOVA)确定各属性值在 $P < 0.05$ 处的显著性;对应的图表用 Origin 2018 绘制。

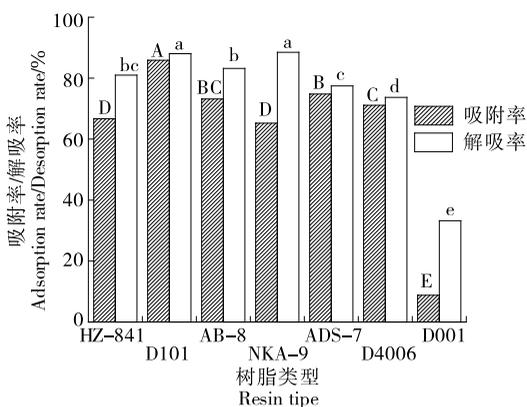
2 结果与分析

2.1 最优树脂筛选

如图 1 所示,吸附率最高的是 D101,为 85.63%,而 D001 的吸附率最低,仅为 8.73%。从解吸效果来看,NKA-9 的解吸率最高,为 88.5%,而 D101 的解吸率为 88.03%,二者差异不明显($P > 0.05$)。虽然 NKA-9 的解吸率最大,但是它对艾草多酚的吸附量较低,为 65.03%,可能是因为 NKA-9 大孔树脂的吸附位点“无法容纳”更多的艾草多酚,导致吸附能力降低。此外,树脂的表面积、积极性和孔径大小也对树脂的吸附能力有影响。综合考虑吸附率和解吸率,选择 D101 型大孔树脂分离纯化艾草多酚。

2.2 吸附时间对吸附率的影响

从图 2 可以看出,在前 120 min,D101 树脂的吸附速率与吸附时间呈显著正相关。当吸附时间超过 120 min 时,吸附速率增长缓慢且趋于稳定,是因为 D101 树脂对艾叶多酚的吸附已接近饱和。虽然后续各时间段仍有差



字母不同表示组间差异显著($P < 0.05$)

图 1 不同大孔树脂的吸附解吸性能比较

Figure 1 Comparison of adsorption and desorption properties of different macroporous resins

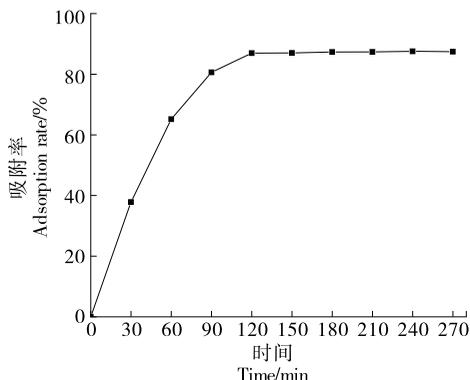


图 2 吸附时间对 D101 树脂吸附的影响

Figure 2 Effects of adsorption time on adsorption of D101 resin

异,但差异不显著($P > 0.05$)。因此,选择 D101 树脂的吸附时间为 120 min。

2.3 多酚浓度对吸附率的影响

由图 3 可知,当多酚类物质浓度较低时,吸附速率与浓度呈正相关,可能是因为浓度的提高可以增大树脂吸附位点与多酚分子的接触概率,从而提高吸附速率。当多酚质量浓度 > 1.5 mg/mL 时,吸附速率与浓度呈负相关,树脂表面附着了过量的多酚分子或其他物质,使其进入树脂内部受到阻碍,抑制其扩散,导致吸附率下降。多酚浓度提高的同时与多酚竞争的杂质增多,这也降低了多酚的吸附速率,因此,多酚最佳质量浓度约为 1.5 mg/mL。

2.4 样品溶液 pH 对吸附率的影响

由图 4 可知,当 $pH < 2$ 时,吸附率逐渐升高,当 $pH > 2$ 时,吸附率逐渐降低。这可能是因为酸性条件下艾草多酚的解离受到了抑制,多酚以分子形式存在,而分子状态的多酚在吸附时更容易被吸附在 D101 树脂内部的孔状

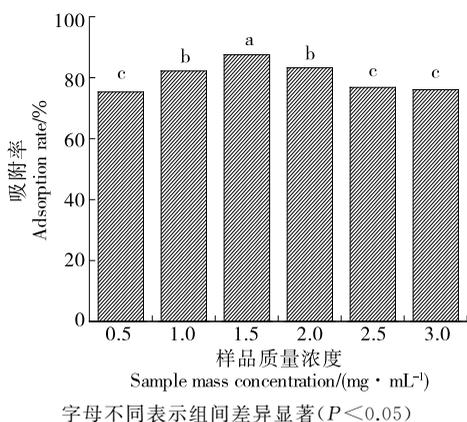


图 3 多酚浓度对 D101 树脂吸附率的影响

Figure 3 Effects of polyphenol concentration on adsorption rate of D101 resin

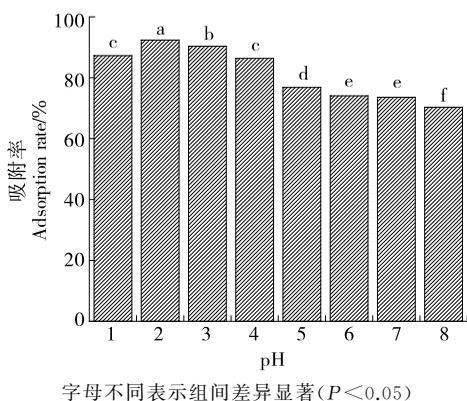


图 4 pH 对 D101 树脂吸附的影响

Figure 4 The effect of different pH of polyphenol on adsorption of D101 resin

结构上。pH 值增大,艾草多酚的解离受到促进作用,酚羟基电离增多,溶液中的阴离子数量增加,同时艾草多酚在酸性条件下更稳定,因此 pH 为 2 时最为适宜。

2.5 洗脱剂体积分数对 D101 树脂解吸率的影响

从图 5 可以看出,解吸率随乙醇体积分数的增加先升后降。解析率在乙醇体积分数达到 60% 时达到最大,不同浓度梯度的乙醇溶液极性不同。根据“相似相溶”原理,低浓度乙醇解吸的组分极性更强。解吸率在乙醇体积分数为 60% 时最大,可能是因为此时艾草中酚类物质的极性与 60% 乙醇溶液的更相似。

2.6 上样液流速对 D101 树脂吸附率的影响

动态吸附曲线又称泄漏曲线,当流出液中艾草多酚浓度达到上样液中艾草多酚浓度的 10% 时,上样体积记为艾草多酚的“泄露点/饱和上样体积”^[19],可作为树脂动态吸附饱和度的指标。由图 6 可知,泄露点出现的时间随流速的增加出现得越快,树脂的吸附能力随流速的增加而降低,其原因可能为过快的流速会使已经吸附的多

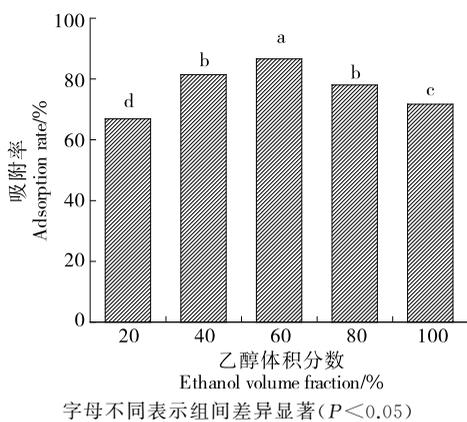


图 5 乙醇体积分数对多酚解吸率的影响

Figure 5 The effect of different concentration of ethanol on desorption rate of polyphenol

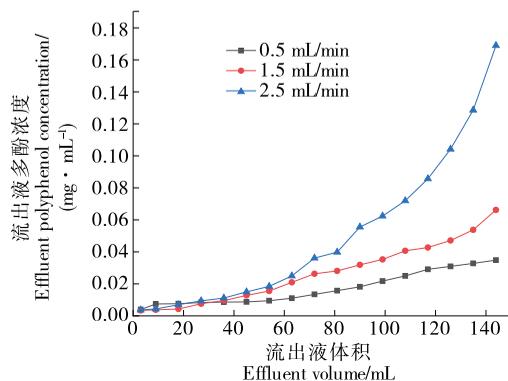


图 6 上样液流速对 D101 树脂吸附率的影响

Figure 6 The effect of loading liquid velocity on adsorption rate of D101 resin

酚又被洗脱下来。当上样流速为 0.5, 1.5, 2.5 mL/min 时,泄漏点分别在 126, 90, 72 mL, 吸附量分别为 37.8, 30.1, 27.0 mg。试验结果表明,上样流速的快慢与树脂吸附多酚的能力息息相关。因此,选择上样液流速 1.5 mL/min 较为恰当。

2.7 D101 树脂动态洗脱曲线

如图 7 所示,当洗脱流速为 0.5 mL/min 时,洗脱下来的多酚主要分布在 3~9 管;当流速为 1.5 mL/min 时,洗脱下来的多酚主要分布在 3~10 管;而流速为 2.5 mL/min 时洗脱下来的多酚主要分布在 2~11 管。可以看出,酚类物质的洗脱时间相对较短且集中。当洗脱液流速过快时,洗脱液与树脂的接触时间较短,可能造成严重的拖尾现象或树脂解吸不完全,从而降低了脱附速率。而当洗脱液流速过慢时,会使已经洗脱的多酚再一次被树脂吸附从而导致洗脱速率降低。因此,洗脱流速在 1.5 mL/min 比较合适,在 1.5 mL/min 的流速下收集洗脱液体积 126 mL,此时多酚回收率为 66.8%,多酚纯度由 21.42% 提升到 69.19%,纯度提高了 3.23 倍。

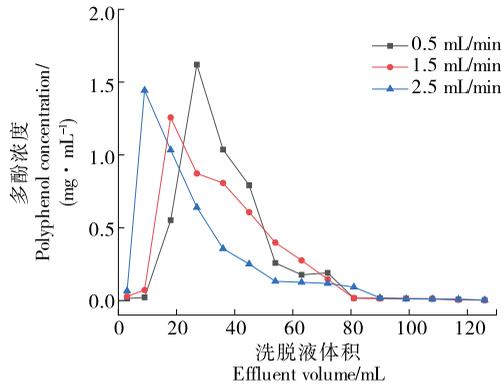


图 7 D101 树脂动态洗脱曲线

Figure 7 Dynamic elution curve of D101 resin

2.8 乙醇梯度洗脱分离艾草多酚

如图 8 所示,浓度曲线与管数的积分面积与各组分多酚含量有一定关系,当用 20%, 60%, 100% 乙醇洗脱时,所得多酚组分所占比重分别为 33.24%, 41.84%, 24.92%。

2.9 不同洗脱组分中多酚的组成分析

由图 9 可知,20%乙醇洗脱组分主要含有没食子酸、儿茶素、绿原酸、咖啡酸、阿魏酸和芦丁,60%乙醇洗脱组

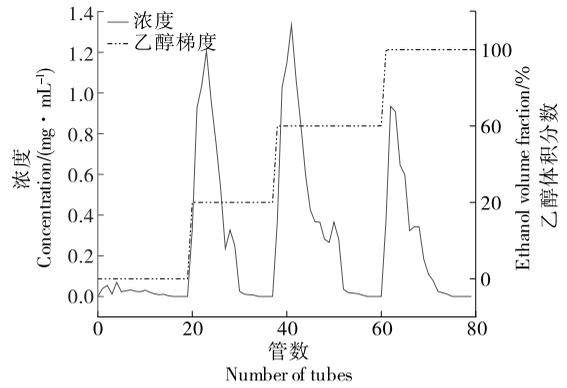


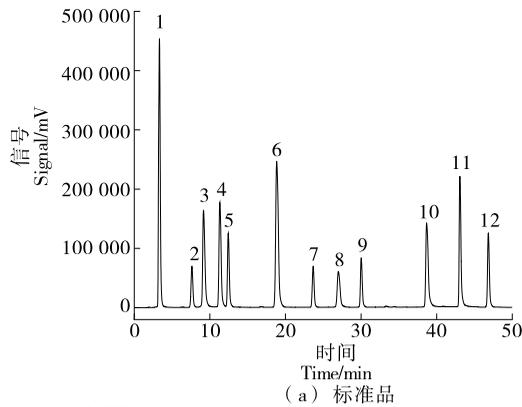
图 8 D101 树脂乙醇梯度洗脱多酚图谱

Figure 8 Ethanol gradient elution profile of polyphenols on D101 resin

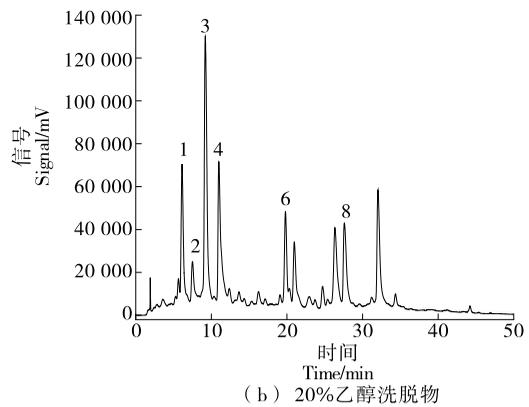
分主要含有异槲皮苷、根皮苷和芦丁,100%乙醇洗脱组分中主要含有芦丁、山奈酚和木犀草素。

2.10 不同溶剂洗脱组分对 α -葡萄糖苷酶活性的抑制率

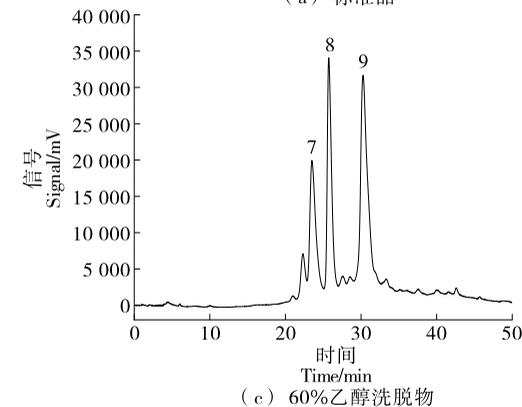
分别以 20%, 60%, 100% 的乙醇进行梯度洗脱,并测定其对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性。从图 10 和表 1 可以看出,对 α -葡萄糖苷酶活性的抑制作用依次是 60% 洗脱组分 > 20% 洗脱组分 > 100% 洗脱组分。在一定浓度范



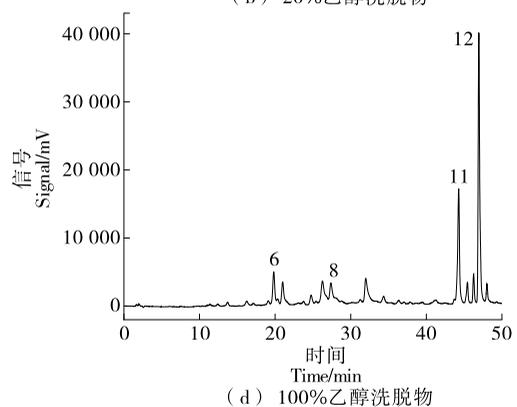
(a) 标准品



(b) 20%乙醇洗脱物



(c) 60%乙醇洗脱物



(d) 100%乙醇洗脱物

1. 没食子酸 2. 儿茶素 3. 绿原酸 4. 咖啡酸 5. 表儿茶素 6. 阿魏酸 7. 异槲皮苷 8. 芦丁 9. 根皮苷 10. 槲皮素
11. 山奈酚 12. 木犀草素

图 9 多酚标准品和目标组分的 HPLC 图谱

Figure 9 HPLC chromatogram of polyphenol standard and target component

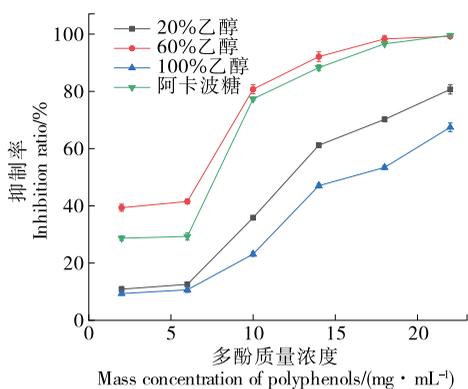


图 10 不同梯度乙醇洗脱的艾草多酚对 α -葡萄糖苷酶的抑制率

Figure 10 Inhibition of α -glucosidase by wormwood polyphenols eluted with different ethanol gradients

表 1 不同梯度乙醇洗脱的艾草多酚对 α -葡萄糖苷酶活性抑制率比较

Table 1 Comparison of the inhibition rate of α -glucosidase activity of wormwood polyphenols eluted with different ethanol gradients

样品	IC ₅₀ 值/(mg · mL ⁻¹)
阿卡波糖	7.68
20%乙醇洗脱组分	12.12
60%乙醇洗脱组分	6.87
100%乙醇洗脱组分	15.69

围内,样品浓度与 α -葡萄糖苷酶的抑制活性呈明显的正相关性,但是不同洗脱组分对 α -葡萄糖苷酶的抑制活性差异较大。曾桥等^[20]发现绿原酸对 α -葡萄糖苷酶有较强的抑制作用,但抑制能力低于阿卡波糖;Wang 等^[21]发现槲皮素对 α -葡萄糖苷酶与阿卡波糖表现出相似的抑制作用;Yan 等^[22]发现芦丁对 α -葡萄糖苷酶抑制活性随芦丁浓度的增加而增加;王斯慧等^[23]发现槲皮素及芦丁对 α -葡萄糖苷酶活性有抑制作用,且芦丁的抑制作用强于槲皮素。这些研究与试验结果一致。60%乙醇洗脱组分中芦丁成分较多,20%乙醇洗脱组分中含有绿原酸和少量的芦丁,100%洗脱组分中芦丁含量较少。

3 结论

D101 树脂较适合艾草多酚的分离纯化,静态吸附 120 min,多酚质量浓度为 1.5 mg/mL, pH 2.0,上样液流速 1.5 mL/min。以流速 1.5 mL/min,60%乙醇洗脱,得到洗脱液体积 126 mL,多酚回收率达到 66.8%,多酚纯度由 21.42%提高到 69.19%,纯度提高了 3.23 倍。采用乙醇梯度洗脱艾草多酚获得不同洗脱组分,20%乙醇洗脱组分主要含有没食子酸、儿茶素、绿原酸、咖啡酸、阿魏

酸和芦丁,60%乙醇洗脱组分主要含有异槲皮苷、根皮苷和芦丁,100%乙醇洗脱组分主要含有芦丁、山奈酚和木犀草素。60%乙醇洗脱组分对 α -葡萄糖苷酶抑制活性较强。但艾草多酚降血糖的具体成分尚未明确,还需进一步研究。

参考文献

[1] 薛贵民,赵晨光,薛金凤,等.艾草种子的化学成分研究[J].中草药,2022,53(9):2605-2611.
XUE G M, ZHAO C G, XUE J F, et al. Chemical constituents from seeds of *Artemisia argyi*[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2022, 53(9): 2605-2611.

[2] NGUYEN H T, RADÁCSI P, GOSZTOLA B, et al. Effects of temperature and light intensity on morphological and phytochemical characters and antioxidant potential of wormwood (*Artemisia absinthium* L.) [J]. Biochemical Systematics and Ecology, 2018, 79: 1-7.

[3] 梁峰,王巧利,王一飞.艾草抗氧化活性成分研究进展[J].中国野生植物资源,2020,39(10):61-66.
LIANG F, WANG Q L, WANG Y F. Research progress on antioxidant active components of *Artemisia argyi*[J]. Chinese Wild Plant Resources, 2020, 39(10): 61-66.

[4] WANG M T, JIANG J, TIAN J H, et al. Inhibitory mechanism of novel allosteric inhibitor, Chinese bayberry (*Myrica rubra* Sieb. et Zucc.) leaves proanthocyanidins against α -glucosidase[J]. Journal of Functional Foods, 2019, 56: 286-294.

[5] 朱延胜,魏明,钱森和,等.紫山药多酚分离纯化及其对 α -葡萄糖苷酶活性的抑制作用[J].食品与发酵工业,2022,48(16):182-187.
ZHU Y S, WEI M, QIAN S H, et al. Purification and α -glucosidase inhibitory activity of polyphenols from purple yam [J]. Food and Fermentation Industries, 2022, 48(16): 182-187.

[6] WU M, YANG Q, WU Y, et al. Inhibitory effects of acorn (*Quercus variabilis* Blume) kernel-derived polyphenols on the activities of α -amylase, α -glucosidase, and dipeptidyl peptidase IV [J]. Food Bioscience, 2021, 43: 101224.

[7] CHANG Y, FAN W, SHI H, et al. Characterization of phenolics and discovery of α -glucosidase inhibitors in *Artemisia argyi* leaves based on ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry and relevance analysis[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2022, 220: 114982.

[8] 李媛,刘石泉,谢丹,等.茯砖茶中茶多酚的纯化工艺研究[J].湖南城市学院学报(自然科学版),2018,27(6):75-78.
LI Y, LIU S Q, XIE D, et al. Study on the purification process of tea polyphenols in Fuzhuan tea[J]. Journal of Hunan City University (Natural Science), 2018, 27(6): 75-78.

[9] MA Z, HUANG Y, HUANG W, et al. Separation, identification, and antioxidant activity of polyphenols from lotus seed epicarp [J]. Molecules, 2019, 24(21): 4007.

- [10] 陈明威, 魏明, 陶良凡, 等. 大孔树脂分离纯化霍山石斛多酚及其抗氧化活性研究[J]. 食品与机械, 2020, 36(11): 148-153.
CHEN M W, WEI M, TAO L F, et al. Purification of polyphenols from *Dendrobium huoshanense* by macroporous resin and its antioxidant activity[J]. Food & Machinery, 2020, 36(11): 148-153.
- [11] CONIDI C, CASSANO A. Recovery of phenolic compounds from bergamot juice by nanofiltration membranes[J]. Desalination and Water Treatment, 2015, 56(13): 3 510-3 518.
- [12] LI Y Y, LI L X, CUI Y, et al. Separation and purification of polyphenols from red wine extracts using high speed counter current chromatography[J]. Journal of Chromatography B, 2017, 1 054: 105-113.
- [13] 刘永玲, 赵治兵, 马凤伟, 等. 基于大孔树脂与制备液相色谱技术快速分离野地瓜茎中的绿原酸[J]. 分析试验室, 2021, 40(6): 692-696.
LIU Y L, ZHAO Z B, MA F W, et al. Rapid separation of chlorogenic acid from the stems of *Ficus tikoua* Bur. by macroporous resin and preparative liquid chromatography [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2021, 40(6): 692-696.
- [14] GUO C X, QIAO J P, ZHANG S W, et al. Purification of polyphenols from kiwi fruit peel extracts using macroporous resins and high-performance liquid chromatography analysis [J]. International Journal of Food Science & Technology, 2018, 53(6): 1 486-1 493.
- [15] YANG D, LI M M, WANG W J, et al. Separation and purification of anthocyanins from Roselle by macroporous resins[J]. LWT-Food Science and Technology, 2022, 161: 113371.
- [16] HU Z, ZHOU H, LI Y, et al. Optimized purification process of polysaccharides from *Carex meyeriana* Kunth by macroporous resin, its characterization and immunomodulatory activity [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2019, 132: 76-86.
- [17] LUENGO E, ÁLVAREZ I, RASO J. Improving the pressing extraction of polyphenols of orange peel by pulsed electric fields [J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2013, 17: 79-84.
- [18] GHANI U, NUR-E-AALAM M, YOUSAT M, et al. Natural flavonoid α -glucosidase inhibitors from *Retama raetam*: Enzyme inhibition and molecular docking reveal important interactions with the enzyme active site[J]. Bioorganic Chemistry, 2019, 87: 736-742.
- [19] 周莹婷, 张涛俊, 刘楚瑶, 等. 比较两种大孔树脂动态分离多种甜菊糖苷的研究[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(5): 13-19.
ZHOU Y T, ZHANG J T, LIU C Y, et al. A comparison of two macroporous resins in dynamic separation of multiple stevia glycosides[J]. China Food Additives, 2021, 32(5): 13-19.
- [20] 曾桥, 韦承伯, 夏飞, 等. 响应面法优化超声波辅助提取杜仲叶茯砖茶绿原酸及其体外降血糖抗氧化活性[J]. 食品与发酵工业, 2018, 44(9): 204-211.
ZENG Q, WEI C B, XIA F, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of *eucommia ulmoides* leaves Fu brick tea chlorogenic acid via response surface analysis and its hypoglycemic and antioxidant activities in vitro [J]. Food and Fermentation Industries, 2018, 44(9): 204-211.
- [21] WANG L, WANG L, WANG T, et al. Comparison of quercetin and rutin inhibitory influence on Tartary buckwheat starch digestion in vitro and their differences in binding sites with the digestive enzyme[J]. Food Chemistry, 2022, 367: 130762.
- [22] YAN J, ZHANG G W, PAN J H, et al. α -Glucosidase inhibition by luteolin: Kinetics, interaction and molecular docking [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2014, 64: 213-223.
- [23] 王斯慧, 黄琬凌, 陈庆松, 等. 芦丁、槲皮素对 α -葡萄糖苷酶活性抑制研究[J]. 中国酿造, 2012, 31(1): 133-135.
WANG S H, HUANG W L, CHEN Q S, et al. Inhibition of rutin and quercetin on α -glycosidase[J]. China Brewing, 2012, 31(1): 133-135.

(上接第5页)

- [41] KIM H W, LEE J H, PARK S M, et al. Effect of hydrocolloids on rheological properties and printability of vegetable inks for 3D food printing[J]. Journal of Food Science, 2018, 83(12): 2 923-2 932.
- [42] PANT A, LEE A Y, KARYAPPA R, et al. 3D food printing of fresh vegetables using food hydrocolloids for dysphagic patients [J]. Food Hydrocolloids, 2021, 114: 106546.
- [43] LI D, ZHU Z, SUN D W. Effects of freezing on cell structure of fresh cellular food materials: A review[J]. Trends in Food Science & Technology, 2018, 75: 46-55.
- [44] SCHUDEL S, PRAWIRANTO K, DEFRAEYE T. Comparison of freezing and convective dehydrofreezing of vegetables for reducing cell damage [J]. Journal of Food Engineering, 2021, 293: 110376.
- [45] HUANG Y, ZHANG M, PATTARAPON P. Reducing freeze-thaw drip loss of mixed vegetable gel by 3D printing porosity[J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2022, 75: 102893.
- [46] SEVERINI C, DEROSI A, RICCI I, et al. Printing a blend of fruit and vegetables. New advances on critical variables and shelf life of 3D edible objects [J]. Journal of Food Engineering, 2018, 220: 89-100.
- [47] 韩野, 刘艳秋, 孙广仁, 等. 3D食品打印技术及影响因素的研究进展[J]. 食品工业科技, 2019, 40(24): 338-343, 348.
HAN Y, LIU Y Q, SUN G R, et al. Research progress of 3D food printing technology and influencing factors [J]. Science and Technology of Food Industry, 2019, 40(24): 338-343, 348.
- [48] ZAINAB T, MUHAMMAD A, SUNBAL K C. Redox protective potential of fruits and vegetables: A review[J]. Journal of Coastal Life Medicine, 2015, 3(8): 663-668.