

余甘子多酚纯化工艺研究及组分分析

孟令志,王佳慧,王甄洁,孙晗,李云飞,张雅捷,夏宁,谢春阳*

(吉林农业大学 食品科学与工程学院,吉林 长春 130000)

摘要: 为纯化余甘子(*Phyllanthus emblica* L.)中的多酚类物质,该研究比较6种大孔树脂对余甘子多酚静态吸附-解吸能力,筛选出XAD-7HP树脂对余甘子多酚纯化效果最佳,并对其纯化工艺进行优化。结果表明,最佳纯化工艺为吸附时上样液浓度4 mg/mL、pH3、上样体积310 mL、上样液流速2 mL/min,解吸时乙醇体积分数95%、解吸液体积280 mL、解吸液流速2 mL/min,在此工艺条件下余甘子多酚纯度由16.45%提升到60.67%,经高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)分析后,冻干粉中没食子酸的含量为72.179 mg/g、柯里拉京的含量为35.443 mg/g、柯子林鞣酸的含量为42.731 mg/g、鞣花酸的含量为38.652 mg/g。

关键词: 余甘子;多酚;大孔树脂;纯化;组分分析

Purification Technology and Component Analysis of Polyphenols from *Phyllanthus emblica* L.

MENG Ling-zhi, WANG Jia-hui, WANG Zhen-jie, SUN Han, LI Yun-fei,

ZHANG Ya-jie, XIA Ning, XIE Chun-yang*

(College of Food Science and Engineering, Jilin Agricultural University, Changchun 130000, Jilin, China)

Abstract: This study aimed to purify polyphenols from *Phyllanthus emblica* L. The static adsorption and desorption capacities of six macroporous resins for polyphenols from *P. emblica* were studied and compared. XAD-7HP resin was selected as the most suitable resin for the purification of polyphenols from *P. emblica*, and the purification process was optimized. The results showed that the optimal purification process was as follows: the concentration of sample solution during adsorption 4 mg/mL, pH3, volume of sample solution 310 mL and flow rate 2 mL/min; the volume fraction of ethanol during desorption 95%, volume of desorption solution 280 mL and flow rate 2 mL/min. Under the above conditions, the purity of polyphenols from *P. emblica* was increased from 16.45% to 60.67%. After analysis by high performance liquid chromatography (HPLC), the content of gallic acid, corilagin, chebulinic acid and ellagic acid in freeze-dried powder was 72.179, 35.443, 42.731 mg/g and 38.652 mg/g, respectively.

Key words: *Phyllanthus emblica* L.; polyphenols; macroporous resin; purification; component analysis

引文格式:

孟令志,王佳慧,王甄洁,等. 余甘子多酚纯化工艺研究及组分分析[J]. 食品研究与开发, 2022, 43(21): 147-153.

MENG Lingzhi, WANG Jiahui, WANG Zhenjie, et al. Purification Technology and Component Analysis of Polyphenols from *Phyllanthus emblica* L.[J]. Food Research and Development, 2022, 43(21): 147-153.

余甘子又称为庵摩勒、望果、久如拉等,是大戟科落叶灌木的干燥果实^[1],作为药食同源的材料^[2],含有氨基酸^[3-4]、油脂^[5]、糖类物质^[6]、维生素^[7]及多酚类物质^[8]。其中多酚类物质包括没食子酸、柯里拉京、鞣花

酸、诃子林鞣酸等^[9-11],具有抗癌、消炎、抗菌等作用。余甘子多酚经超声提取后,纯度较低,对其后续研究影响较大,需进行纯化处理,而大孔树脂作为吸附分离介质,具有吸附性好、稳定性高、可再生等优点,在工业

作者简介:孟令志(1993—),男(汉),硕士研究生,研究方向:果蔬贮藏与加工工程。

* 通信作者:谢春阳(1965—),男(汉),副教授,硕士,研究方向:农产品贮藏与加工工程。

脱色、活性物质分离纯化等领域已广泛应用^[12]。本试验采用大孔树脂纯化法,在6种大孔树脂中筛选出对余甘子多酚纯化效果良好的树脂,并确定最佳吸附-解吸条件,对纯化后的多酚采用高效液相色谱法测定具体成分及含量^[13]。为工业化生产其多酚类物质及成分分析提供参考。

1 材料与试剂

1.1 试验材料

新鲜余甘子:福建惠安采摘园,采摘后立即运送至实验室进行预处理。

1.2 试验试剂

福林酚(分析纯):上海蓝李科技发展有限公司;没食子酸、无水乙醇(均为分析纯)、甲醇(色谱纯):国药集团化学试剂有限公司;诃子林鞣酸、柯里拉京、鞣花酸(均为分析纯):上海源叶生物科技有限公司;X-5、D101、S-8型大孔树脂:东鸿化工有限公司;AB-8型大孔树脂:安徽皖树化工销售有限公司;D1400型大孔树脂:郑州和成新材料科技有限公司;XAD-7HP型大孔树脂:美国 ROHM AND HAAS 公司。

1.3 仪器与设备

U3000 高效液相色谱仪:赛默飞世尔科技公司;BS-100 自动部分收集器:上海沪西分析仪器厂有限公司;PHS-25 酸度计:上海理达仪器厂;层析柱(1.6 cm×20 cm):上海亚荣生化仪器厂;CX-HL-20004F 恒流泵:上海瓷熙仪器仪表有限公司;BSD-YX(F)3200 立式智能精密摇床:上海博讯医疗生物仪器股份有限公司。

2 试验方法

2.1 原料处理

运用超声波辅助法对余甘子多酚进行提取,将浓缩后的提取液冷冻干燥,获得余甘子多酚冻干粉,并对其多酚含量进行测定。

2.2 标准曲线的绘制

余甘子多酚浓度使用福林酚法测定^[14],以质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

2.3 大孔树脂预处理

使用无水乙醇对 X-5、D-101、S-8、AB-8、D-1400、XAD-7HP 大孔树脂进行活化,搅拌至无气泡产生,静置 24 h 使其活化充分后,用蒸馏水将树脂中乙醇洗净^[15]。

2.4 大孔树脂的筛选

称取 5 g 大孔树脂于锥形瓶中,加入 2.5 mg/mL 余甘子粗多酚溶液 50 mL,置于摇床上静态吸附 24 h,测定上清液中多酚质量浓度,按公式(1)、(2)计算吸附量、吸附率^[16]。

吸附后的大孔树脂表面残留多酚使用蒸馏水洗

净,加入 50 mL 85%乙醇溶液,置于摇床上静态解吸 24 h,测定上清液中多酚质量浓度,按公式(3)计算解吸率^[17]。

$$\text{吸附量 } Q/(\text{mg/g}) = \frac{(C_0 - C_1) \times V_1}{m} \quad (1)$$

$$\text{吸附率}/\% = \frac{(C_0 - C_1)}{C_0} \times 100 \quad (2)$$

$$\text{解吸率}/\% = \frac{V_2 - C_2}{m \times Q} \times 100 \quad (3)$$

式中:Q 为吸附量,mg/g;C₀ 为吸附前多酚质量浓度,mg/mL;C₁ 为吸附后多酚质量浓度,mg/mL;C₂ 为解吸后多酚质量浓度,mg/mL;V₁ 为多酚溶液体积,mL;V₂ 为乙醇溶液体积,mL;m 为树脂质量,g。

2.5 XAD-7HP 大孔树脂静态吸附-解吸条件优化

称取 XAD-7HP 大孔树脂 5 g 于锥形瓶中,分别加入 1、2、3、4、5 mg/mL 的余甘子多酚溶液 50 mL,置于摇床上静态吸附,充分吸附后测定上清液中多酚质量浓度,筛选最佳上样液质量浓度。

配制 pH 值为 2、3、4、5、6、7,质量浓度为 4 mg/mL 余甘子多酚溶液,称取 XAD-7HP 大孔树脂 5 g 于锥形瓶中,分别加入多酚溶液 50 mL 后,置于摇床上静态吸附,充分吸附后测定上清液中多酚质量浓度,筛选最佳上样液 pH 值。

吸附后的 XAD-7HP 大孔树脂使用蒸馏水将表面残留多酚洗净,分别加入 55%、65%、75%、85%、95%乙醇溶液 50 mL 后,置于摇床上静态解吸,充分解吸后测定上清液中多酚质量浓度,筛选最佳解吸乙醇体积分数。

配制 pH 值为 2、3、4、5、6、7、8、9、10 的乙醇溶液,重复上述步骤,筛选最佳解吸液 pH 值。

2.6 XAD-7HP 大孔树脂动态吸附-解吸条件优化

湿法装柱 XAD-7HP 大孔树脂于 1.6 cm×20 cm 的层析柱,将样液分别以 1、2、3、4、5 mL/min 速度通过恒流泵上样,进行动态吸附,收集流出液(5 mL/管),测定管中多酚质量浓度,计算泄漏点体积^[18],确定最佳上样流速及上样体积。达到平衡后,使用蒸馏水以相同流速洗柱直至无色,用苯酚硫酸法每 50 mL 测定多糖浓度,考察洗脱液体积。当杂质洗净后,以 1、2、3、4、5 mL/min 速度将解吸液注入层析柱中解吸,收集流出液(5 mL/管),测定流出液多酚质量浓度,确定最佳解吸液流速。

2.7 余甘子多酚纯度测定方法

称取一定量的余甘子粗多酚冻干粉和经过纯化后的余甘子多酚冻干粉,配制成溶液按步骤计算余甘子多酚质量浓度后,按公式(4)计算余甘子多酚纯度。

$$\text{多酚纯度 } P/\% = \frac{C_0 \times V}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:C₀ 为多酚质量浓度,mg/mL;V 为溶液体积,

mL; m 为冻干粉质量,mg。

2.8 余甘子多酚组分分析

采用高效液相色谱法测定多酚组分,称取 0.01 g 纯化后的余甘子多酚冻干粉,甲醇为溶剂,定容于 5 mL 棕色容量瓶中,然后经过 C18 固相萃取小柱,收集 3 mL 后的流出液,用 0.22 μ m 滤膜过滤,加入棕色进样瓶,用高效液相色谱(high performance liquid chromatography,HPLC)分析测定余甘子多酚组分。以对照品色谱图的保留时间为参考,进行分析鉴定其中的有效成分,并通过外标法计算各组分的含量^[9]。

色谱条件:Diamondsil C18 色谱柱;柱温 30 $^{\circ}$ C;总流速 1 mL/min;进样量 10 μ L;检测波长 270 nm;流动相 A 为甲醇,流动相 B 为 0.2% 醋酸溶液。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	5	95
10	15	85
15	25	75
30	30	70
50	60	40
55	90	10
60	90	10

2.9 数据统计分析

试验数据利用 Excel 2010、SPSS 17.0、Origin 2018 及 Design-Expert 8.0.6 进行分析及绘图。

3 结果与分析

3.1 没食子酸标准曲线及线性方程

没食子酸标准曲线如图 1 所示。回归方程为 $y=104.050 0x+0.045 8$, $R^2=0.999 3$,线性关系良好。

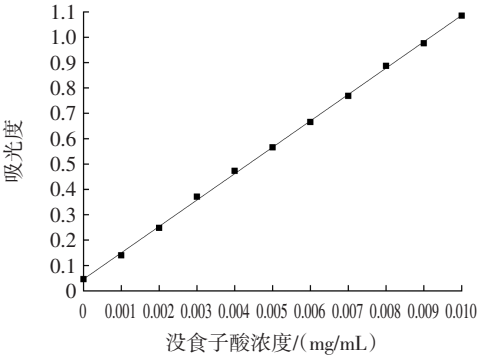


图 1 没食子酸标准曲线

Fig.1 Gallic acid standard curve

3.2 大孔树脂的筛选结果

6 种大孔树脂对余甘子多酚的静态吸附与解吸结果见表 2。

表 2 6 种大孔树脂对余甘子多酚的静态吸附与解吸结果

Table 2 Static adsorption and desorption results of polyphenols from *Phyllanthus emblica* L. by six macroporous resins

树脂类型	吸附量/(mg/g)	吸附率/%	解吸率/%
X-5	19.68 $\pm$ 0.09 ^e	78.91 $\pm$ 0.36 ^e	60.17 $\pm$ 0.91 ^d
S-8	21.39 $\pm$ 0.19 ^b	85.76 $\pm$ 0.76 ^b	68.96 $\pm$ 1.74 ^b
AB-8	20.34 $\pm$ 0.11 ^{cd}	81.43 $\pm$ 0.44 ^{cd}	65.97 $\pm$ 0.78 ^{bc}
D-101	20.62 $\pm$ 0.15 ^c	82.68 $\pm$ 0.60 ^c	67.62 $\pm$ 0.59 ^b
XAD-7HP	22.81 $\pm$ 0.21 ^a	91.46 $\pm$ 0.84 ^a	87.45 $\pm$ 2.36 ^a
D-1400	20.02 $\pm$ 0.16 ^{de}	80.27 $\pm$ 0.64 ^{de}	63.23 $\pm$ 1.46 ^{cd}

注:同列不同字母表示差异显著($P<0.05$)。

由表 2 可以看出,S-8、XAD-7HP 大孔树脂的吸附效果较好,在解吸方面 XAD-7HP 的解吸效果明显高于其余 5 种大孔树脂,综合考虑,余甘子多酚的纯化材料选择 XAD-7HP 大孔树脂。

3.3 XAD-7HP 大孔树脂静态吸附-解吸结果与分析

3.3.1 余甘子多酚质量浓度对吸附量的影响

余甘子多酚质量浓度对吸附量的影响见图 2。

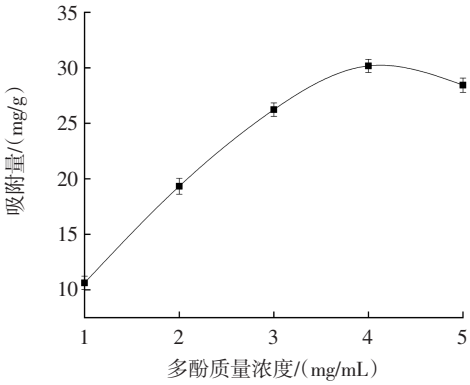


图 2 余甘子多酚质量浓度对吸附量的影响

Fig.2 Effect of polyphenol concentration of *Phyllanthus emblica* L. on adsorption capacity

由图 2 可知,随着多酚质量浓度的增加 XAD-7HP 大孔树脂对余甘子多酚的吸附量呈先上升后下降的趋势,余甘子多酚质量浓度为 4 mg/mL 时,大孔树脂的吸附量最大为(30.18 $\pm$ 0.12) mg/g,当余甘子多酚的质量浓度大于 4 mg/mL 时,吸附量降低,这是由于当余甘子多酚质量浓度过大时会在层析柱内产生絮状物沉淀,阻塞树脂空隙,同时杂质的含量也在增加,和余甘子多酚争夺 XAD-7HP 大孔树脂的活性位点;而低质量浓度的余甘子多酚会使 XAD-7HP 大孔树脂吸附活性降低。所以,XAD-7HP 大孔树脂对余甘子多酚

进行纯化时选定质量浓度为4 mg/mL最佳。

3.3.2 余甘子多酚溶液 pH 值对吸附量的影响

余甘子多酚溶液 pH 值对吸附量的影响见图 3。

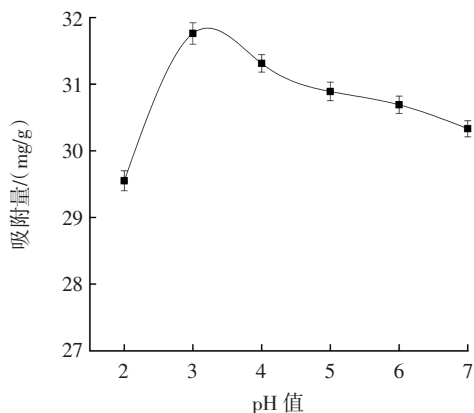


图3 余甘子多酚溶液 pH 值对吸附量的影响

Fig.3 Effect of pH value of *Phyllanthus emblica* L.polyphenol solution on adsorption capacity

由图 3 可知,XAD-7HP 大孔树脂的吸附量随着余甘子多酚溶液 pH 值的增大先增加后减少,当余甘子多酚溶液 pH 值为 3 时,吸附量最大为 (31.76 ± 0.16) mg/g,而余甘子多酚多为酚酸类,在酸性条件下会以分子形式存在,利于 XAD-7HP 大孔树脂对其吸附;多酚分子本身呈微极性,其极性会随着 pH 值的不同而改变,从而影响其与 XAD-7HP 大孔树脂之间的吸附作用。综上所述,XAD-7HP 大孔树脂对余甘子多酚进行纯化时样液的 pH 值为 3 最佳。

3.3.3 解吸液体积分数对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响

解吸液体积分数对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响见图 4。

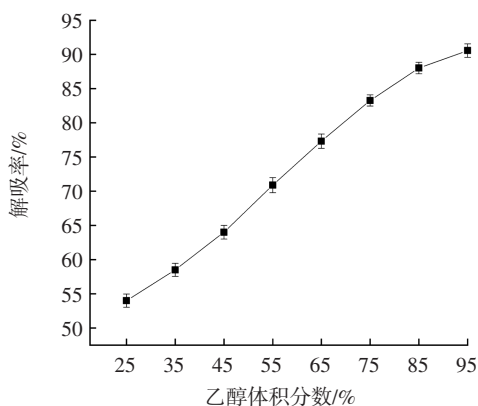


图4 乙醇体积分数对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响

Fig.4 Effect of ethanol volume fraction on desorption effect of XAD-7HP macroporous resin

由图 4 可知,XAD-7HP 大孔树脂的解吸率与乙醇体积分数呈正相关,当乙醇体积分数 95%时,解吸

率最大为 $(90.47 \pm 0.97)\%$ 。这是因为随乙醇体积分数的增大,溶剂的极性减小,与树脂的极性更加相近,余甘子多酚越容易从树脂上洗脱下来。综上所述,对 XAD-7HP 大孔树脂进行解吸时所选乙醇溶液的体积分数为 95%最佳。

3.3.4 解吸液 pH 值对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响

解吸液 pH 值对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响见图 5。

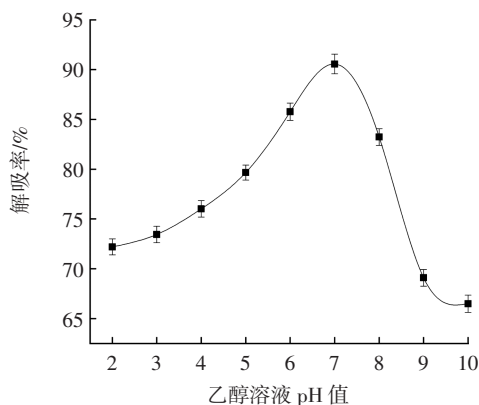


图5 乙醇溶液 pH 值对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响

Fig.5 Effect of pH value of ethanol solution on desorption effect of XAD-7HP macroporous resin

由图 5 可知,XAD-7HP 大孔树脂随着乙醇溶液 pH 值的增加,解吸率先增大后减小,pH 值为 7 时,解吸率达到最大为 $(90.61 \pm 0.97)\%$;当乙醇溶液 pH 值大于 7 时,解吸率急速减小。造成此种现象一方面可能是在酸性条件下,溶液的极性较大,XAD-7HP 大孔树脂属于弱极性,致使余甘子多酚不易脱离,导致解吸率较低;另一方面是在碱性条件下,余甘子多酚分子与碱发生反应,致使多酚含量减少,解吸率降低。所以,对 XAD-7HP 大孔树脂进行解吸时所选乙醇溶液的 pH 值定为 7 最佳。

3.4 XAD-7HP 大孔树脂动态吸附-解吸结果与分析

3.4.1 上样流速对 XAD-7HP 大孔树脂吸附效果的影响

上样流速对 XAD-7HP 大孔树脂吸附效果的影响见图 6。

树脂进行动态吸附时,当流出液中多酚质量浓度为原液的 10%时,定为泄漏点,即吸附终点,上样液质量浓度为 4 mg/mL。由图 6 可知,当上样流速分别为 1、2、3、4、5 mL/min 时,其泄漏点出现时上样体积分别在 400、310、210、150、95 mL。上样流速过快,使大孔树脂对余甘子多酚的吸附不充分,降低吸附效果,而上样

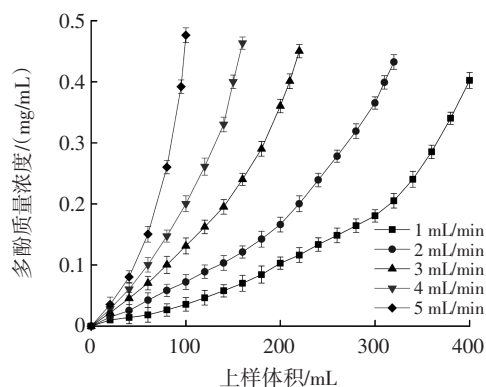


图6 不同流速的动态吸附曲线

Fig.6 Dynamic adsorption curves at different flow rates

流速过低,会增加试验周期。综合以上因素,在 XAD-7HP 大孔树脂对余甘子多酚进行动态吸附时上样流速为 2 mL/min 最佳,此时最佳上样体积为 310 mL。

3.4.2 蒸馏水洗脱用量对除杂效果的影响

蒸馏水洗脱用量对除杂效果的影响见图 7。

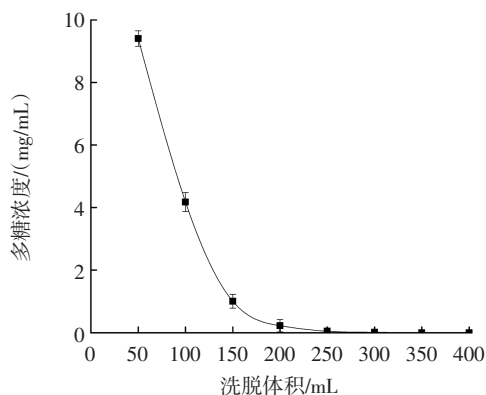


图7 水洗曲线

Fig.7 Water washing curve

由图 7 可知,随着洗脱体积的增加多糖浓度减小,当洗脱体积为 200 mL 时,层析柱中多糖基本被洗净,而此时流出液也基本为无色,说明未被吸附的余甘子多酚也被洗出。为了将未被吸附的余甘子多酚、多糖等杂质清洗干净,水洗体积定为 300 mL。

3.4.3 解吸流速对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响

解吸流速对 XAD-7HP 大孔树脂解吸效果的影响见图 8。

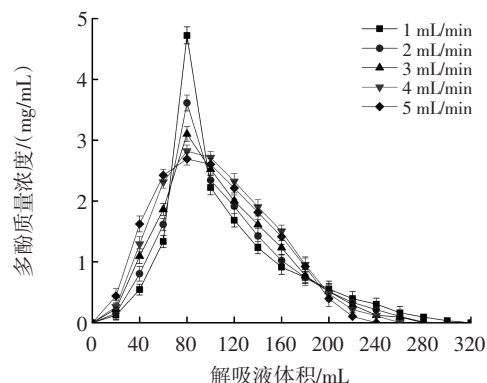


图8 解吸流速对洗脱效果的影响

Fig.8 Effect of desorption flow rate on elution effect

由图 8 可知,在相同吸附条件下,随着洗脱流速的增加,余甘子多酚洗脱峰越宽,拖尾现象越重,使得解吸效果变差。而过快的洗脱流速会导致 XAD-7HP 大孔树脂上的余甘子多酚不能充分溶解,使得洗脱体积增加,造成资源浪费。而洗脱流速过低会延长试验周期,综合考虑,对 XAD-7HP 大孔树脂进行解吸时,洗脱流速定为 2 mL/min,而此时的洗脱体积为 280 mL。

3.5 余甘子多酚纯化结果与分析

经显色反应,测得余甘子粗冻干粉中多酚纯度为 16.45%,经上述工艺纯化后多酚纯度提高到 60.67%,甘瑾等^[20]使用 NKA-II 大孔吸附树脂对余甘子多酚进行纯化,纯化后多酚纯度为 36.08%,与其相比,XAD-7HP 大孔树脂能够有效提高余甘子多酚纯度。

3.6 高效液相色谱仪分析纯化后余甘子多酚组分结果与分析

纯化后余甘子冻干粉经高效液相色谱分析,根据混合标准品出峰时间,余甘子多酚样品中均有相应峰出现,具体见图 9、图 10。

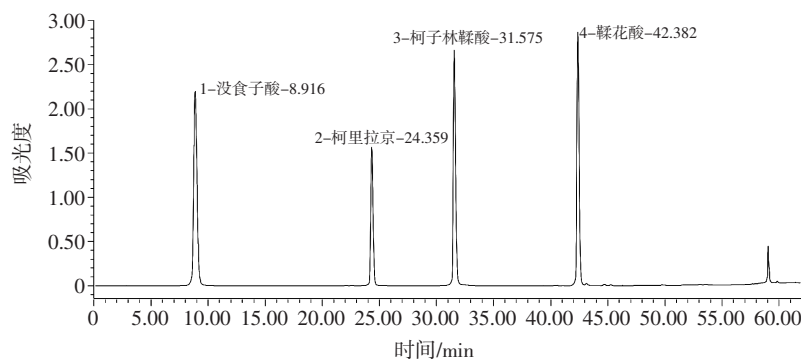


图9 混合标准品的 HPLC 色谱

Fig.9 HPLC chromatogram of mixed standard

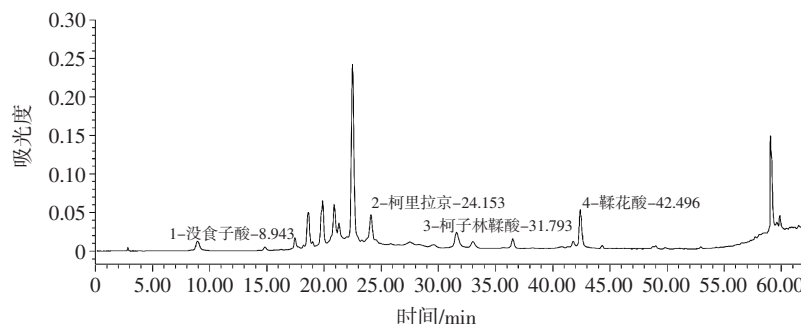


图10 纯化后余甘子多酚的HPLC色谱

Fig.10 HPLC chromatogram of purified *Phyllanthus emblica* L. polyphenols

经测定,样品中标准品的含量分别为没食子酸 72.179 mg/g、柯里拉京 35.443 mg/g、柯子林鞣酸 42.731 mg/g、鞣花酸 38.652 mg/g。合计占总多酚 31.15%,为余甘子中主要多酚类物质。

4 结论

研究比较了 X-5、D101、S-8、AB-8、D1400、XAD-7HP 型大孔树脂对余甘子多酚静态吸附-解吸能力,筛选出 XAD-7HP 树脂对余甘子多酚的纯化效果最佳,并对其纯化工艺进行优化。最佳纯化工艺为上样液浓度 4 mg/mL、pH3、上样体积 310 mL、上样液流速 2 mL/min,解吸时乙醇体积分数 95%、体积 280 mL、流速 2 mL/min。

在此纯化工艺条件下余甘子多酚纯度由 16.45% 提升到 60.67%,经 HPLC 法分析后,冻干粉中没食子酸的含量为 72.179 mg/g、柯里拉京的含量为 35.443 mg/g、柯子林鞣酸的含量为 42.731 mg/g、鞣花酸的含量为 38.652 mg/g。本试验可为余甘子多酚工业化生产和其深入研究提供参考。

参考文献:

- [1] 缪煜灿,王海燕. 叶下珠属植物抗肿瘤作用的研究进展[J]. 中国中医药现代远程教育, 2021, 19(24): 189-192.
MIAO Yucan, WANG Haiyan. Research progress on antitumor effect of *Phyllanthus* plants[J]. Chinese Medicine Modern Distance Education of China, 2021, 19(24): 189-192.
- [2] 尹可欢,罗晓敏,丁翼,等. 余甘子及其活性成分肝保护作用及机制的研究进展[J]. 中草药, 2022, 53(1): 295-307.
YIN Kehuan, LUO Xiaomin, DING Yi, et al. Research progress on hepatoprotective effect and mechanism of *Phyllanthus emblica* and its active components[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2022, 53(1): 295-307.
- [3] 张福平. 余甘子的营养价值[J]. 中国食物与营养, 2004(1):25.
ZHANG Fuping. Nutritional value of *Phyllanthus emblica*[J]. Food and Nutrition in China, 2004(1):25.
- [4] 袁建民,杨晓琼,许智萍,等. 云南干热河谷区余甘子果实氨基酸组成及营养价值评价[J]. 江西农业学报, 2021, 33(10): 29-37.
YUAN Jianmin, YANG Xiaoqiong, XU Zhiping, et al. Amino acid composition and nutritional value evaluation of *Phyllanthus emblica* fruit in Yunnan dry-hot valley[J]. Acta Agriculturae Jiangxi, 2021, 33(10): 29-37.
- [5] 毛正睿. 不同干燥工艺对余甘子质量、体外降血糖及抗氧化活性的影响研究[D]. 成都: 西华大学, 2020.
MAO Zhengrui. Effect of different drying processes on the quality, hypoglycemic activity and antioxidant activity of *Phyllanthus emblica* L. in vitro[D]. Chengdu: Xihua University, 2020.
- [6] 赵晓明,刘晓丽,罗维,等. 超临界 CO₂ 萃取余甘子籽油及其成分研究[J]. 林产化学与工业, 2007, 27(5): 107-112.
ZHAO Mouming, LIU Xiaoli, LUO Wei, et al. Studies on supercritical CO₂ extraction and chemical components of oil from *Emblca* seeds[J]. Chemistry and Industry of Forest Products, 2007, 27(5): 107-112.
- [7] 王德源,朱亚艳,戴晓勇,等. 余甘子天然居群果实的表型多样性分析及综合评价[J]. 贵州农业科学, 2020, 48(4): 20-26.
WANG Deyuan, ZHU Yayan, DAI Xiaoyong, et al. Fruit phenotypic diversity analysis and comprehensive evaluation of *Phyllanthus emblica* in natural population[J]. Guizhou Agricultural Sciences, 2020, 48(4): 20-26.
- [8] 林艺青. 余甘子多酚的化学组成及生物活性研究进展[J]. 食品工业, 2020, 41(10): 241-244.
LIN Yiqing. Research progress on chemical compounds and biological activities of polyphenols of *Phyllanthus emblica*[J]. The Food Industry, 2020, 41(10): 241-244.
- [9] KUMAR S, SINGH A, BAJPAI V, et al. Development of a UHPLC-MS/MS method for the quantitation of bioactive compounds in *Phyllanthus* species and its herbal formulations[J]. Journal of Separation Science, 2017, 40(17): 3422-3429.
- [10] SIVASANKAR C, GAYATHRI S, BHASKAR J P, et al. Evaluation of selected Indian medicinal plants for antagonistic potential against *Malassezia* spp. and the synergistic effect of embelin in combination with ketoconazole[J]. Microbial Pathogenesis, 2017, 110: 66-72.
- [11] ZHANG Y, ZHAO L J, GUO X J, et al. Chemical constituents from *Phyllanthus emblica* and the cytoprotective effects on H₂O₂-induced PC12 cell injuries[J]. Archives of Pharmacal Research, 2016, 39(9): 107-112.

- 1202-1211.
- [12] 何书莲,黎丽.中药制药工业中大孔吸附树脂分离技术的应用[J].黑龙江医药,2014,27(3): 564-565.
- HE Shulian, LI Li. Application of macroporous adsorption resin separation technology in traditional Chinese medicine pharmaceutical industry[J]. Heilongjiang medicine, 2014,27(3): 564-565.
- [13] 刘晓丽,杨冰鑫,陈柳青,等.余甘子多酚对体外酒精性肝损伤的保护作用[J].中国食品学报,2021,21(10): 108-115.
- LIU Xiaoli, YANG Bingxin, CHEN Liuqing, et al. Hepatoprotective effect of polyphenols of *Phyllanthus emblica* L. against alcohol-induced oxidative damage *in vitro*[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2021, 21(10): 108-115.
- [14] 乔锦莉,张妍,刘佩,等.野生蓝果忍冬多酚鉴定及其抗氧化、降血糖活性[J].食品科学,2021,42(11): 47-55.
- QIAO Jinli, ZHANG Yan, LIU Pei, et al. Polyphenol composition and antioxidant and hypoglycemic activities in wild blue honeysuckle fruit[J]. Food Science, 2021, 42(11): 47-55.
- [15] 李志民.新树脂预处理及提高树脂再生效果试验研究[J].新疆有色金属,2012,35(1): 72-73.
- LI Zhimin. Experimental study on pretreatment of new resin and improvement of resin regeneration effect[J]. Xinjiang Youse Jinshu, 2012, 35(1): 72-73.
- [16] 安晓东,贾清川,王浩亮,等.大孔吸附树脂去除银杏叶提取物中农药残留的研究[J].中国食品添加剂,2021,32(12): 97-103.
- AN Xiaodong, JIA Qingchuan, WANG Haoliang, et al. Study on removal of pesticide residues in *Ginkgo* leaf extract by macroporous adsorption resin[J]. China Food Additives, 2021, 32(12): 97-103.
- [17] 张卓睿,崔金麒,赵羚汐,等.桉叶唐棣花色苷分离纯化及抗氧化与抑菌活性[J].东北林业大学学报,2021,49(12): 45-51.
- ZHANG Zhuorui, CUI Jinqi, ZHAO Lingxi, et al. Purification, antioxidant and antibacterial activities of anthocyanins from *Ame-lanchier alnifolia*[J]. Journal of Northeast Forestry University, 2021, 49(12): 45-51.
- [18] 魏旖琪,姚雷.皱皮木瓜中总黄酮分离纯化工艺[J].上海交通大学学报(农业科学版),2014,32(6): 71-77.
- WEI Yiqi, YAO Lei. Optimized extraction and purification of total flavonoids from *Chaenomeles speciosa* (sweet) nakai[J]. Journal of Shanghai Jiao Tong University (Agricultural Science), 2014, 32(6): 71-77.
- [19] 吴玲芳,梁文仪,张兰珍.藏药余甘子主要成分含量测定研究[J].世界科学技术-中医药现代化,2020,22(8): 2857-2863.
- WU Lingfang, LIANG Wenyi, ZHANG Lanzhen. Determination of main components of Tibetan medicine *Phyllanthus emblica* L. [J]. Modernization of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica-World Science and Technology, 2020, 22(8): 2857-2863.
- [20] 甘瑾,何钊,李娴,等.余甘原汁中多酚的大孔树脂提取分离及其抗氧化活性[J].生物资源,2018,40(1): 24-30.
- GAN Jin, HE Zhao, LI Xian, et al. Separation by macroporous adsorption resin and antioxidant activity of polyphenol from *Phyllanthus emblica* L. juice[J]. Biotic Resources, 2018, 40(1): 24-30.

加工编辑:姚骏

收稿日期:2022-03-04