

玉米皮中阿魏酸超声辅助碱醇提取及大孔树脂纯化工艺优化

张乃丹, 佐兆杭, 王颖, 孙维, 庞惟俏

Optimization of Ultrasound-Assisted Alkali Alcohol Extraction and Macroporous Resin Purification of Ferulic Acid from Corn Husk

ZHANG Naidan, ZUO Zhaohang, WANG Ying, SUN Wei, and PANG Weiqiao

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023030342>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

超声辅助提取小米谷糠油工艺优化

Optimization of Ultrasound-assisted Extraction Process of Millet Bran Oil

食品工业科技. 2021, 42(8): 186-193 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020060214>

玉米皮纤维素提取工艺优化及结构表征

Optimization of Extraction Technique and Structure Characterization of Cellulose from Corn Bran

食品工业科技. 2019, 40(5): 207-212 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2019.05.034>

阿魏酸对小麦淀粉理化特性的影响

Effect of Ferulic Acid on Physicochemical Properties of Wheat Starch

食品工业科技. 2018, 39(18): 12-16,21 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2018.18.003>

核桃仁超声波辅助碱液去皮工艺优化

Optimization of ultrasonic assisted alkali peeling process of walnut kernel

食品工业科技. 2017(18): 195-200 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2017.18.037>

阿魏酸对大肠杆菌和蜡状芽孢杆菌产组胺的影响

Effect of ferulic acid on histamine-producing by *Escherichia coli* and *Bacillus cereus*

食品工业科技. 2018, 39(8): 113-118 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2018.08.021>

阿魏酸-米渣蛋白复合膜的结构及性能

Structural and Functional Properties of Ferulic Acid-Rice Residue Protein Composite Film

食品工业科技. 2019, 40(18): 201-206 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2019.18.032>



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

张乃丹, 佐兆杭, 王颖, 等. 玉米皮中阿魏酸超声辅助碱醇提取及大孔树脂纯化工艺优化 [J]. 食品工业科技, 2023, 44(22): 1-11.
doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023030342

ZHANG Naidan, ZUO Zhaohang, WANG Ying, et al. Optimization of Ultrasound-Assisted Alkali Alcohol Extraction and Macroporous Resin Purification of Ferulic Acid from Corn Husk[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(22): 1-11. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023030342

· 特邀主编专栏—食源性功能物质挖掘与评价 (客座主编: 王颖、郭慧媛) ·

玉米皮中阿魏酸超声辅助碱醇提取及 大孔树脂纯化工艺优化

张乃丹¹, 佐兆杭¹, 王颖^{1,2,3,4,*}, 孙维¹, 庞惟俏¹

(1.黑龙江八一农垦大学食品学院, 黑龙江大庆 163319;

2.国家杂粮工程技术中心, 黑龙江大庆 163319;

3.粮食副产物加工与利用教育部工程研究中心, 黑龙江大庆 163319;

4.黑龙江省农产品加工与质量安全重点实验室, 黑龙江大庆 163319)

摘要: 为探究玉米皮中阿魏酸的提取、纯化工艺。以玉米皮为原料, 采用超声辅助碱醇法提取玉米皮中阿魏酸, 通过单因素实验和响应面优化试验, 以粗提液中阿魏酸的含量为指标得出最佳提取工艺条件。进一步采用大孔吸附树脂法对玉米阿魏酸进行纯化, 通过静态吸附方法选出适合树脂进行实验。在动态吸附方法中确定最佳上样量, 在通过单因素实验和响应面优化试验, 以回收率为指标得出最佳纯化工艺条件。结果表明, 玉米皮中阿魏酸最佳提取工艺条件为: 料液比 1:12 g/mL, 碱液质量浓度 4%, 碱醇比 2:1, 超声时间 30 min, 超声温度 59 °C, 超声功率 229 W, 此条件下阿魏酸的提取量可达 22.31 mg/g。阿魏酸纯化部分采用 HPD-100 型大孔吸附树脂, 最佳上样量为 6 倍床体积, 最佳纯化工艺条件为: 上样浓度 0.3 mg/mL, 上样流速 3 mL/min, 乙醇质量浓度 75%, 洗脱流速 1 mL/min。此条件下玉米皮阿魏酸的回收率可达 95.17%, 阿魏酸纯度为 81.56%。本实验增加了玉米皮附加值, 为玉米皮深加工和阿魏酸开发提供理论依据和数据支持。

关键词: 玉米皮, 阿魏酸, 超声辅助碱醇法, 大孔吸附树脂法, 工艺优化

中图分类号: TS210.9

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2023)22-0001-11

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023030342



本文网刊:

Optimization of Ultrasound-Assisted Alkali Alcohol Extraction and Macroporous Resin Purification of Ferulic Acid from Corn Husk

ZHANG Naidan¹, ZUO Zhaohang¹, WANG Ying^{1,2,3,4,*}, SUN Wei¹, PANG Weiqiao¹

(1.College of Food, Heilongjiang Bayi Agricultural University, Daqing 163319, China;

2.National Coarse Cereals Engineering Research Center, Daqing 163319, China;

3.Engineering Research Center of Processing and Utilization of Grain By-products,

Ministry of Education, Daqing 163319, China;

4.Key Laboratory of Agro-Products Processing and Quality Safety of Heilongjiang Province, Daqing 163319, China)

Abstract: To explore the extraction and purification process of ferulic acid from corn bran, ferulic acid from corn husks was extracted by ultrasound-assisted alkali alcohol method. The best extraction conditions were obtained by using the content of ferulic acid in the crude extract of corn husk as the index through single factor tests and response surface optimization test. Further purification of corn ferulic acid was used macroporous adsorption resin method, and suitable resin

收稿日期: 2023-03-30

基金项目: 国家重点研发计划项目“杂粮产业链一体化示范”(2020YFD1001400); 国家重点研发计划项目“杂粮食品精细化加工关键技术合作研究及应用示范”(2018YFE0206300); 黑龙江省自然科学基金研究团队项目“杂粮与主粮复配科学基础及慢病干预机制”(TD2020C003); 黑龙江省省属高等学校基本科研业务费科研项目“杂粮主食化食品生产关键技术与高附加值产品开发”(ZDZX202106)。

作者简介: 张乃丹(1998-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品科学与工程, E-mail: Zndan1025@163.com。

* **通信作者:** 王颖(1979-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 粮食贮藏加工技术与工程, E-mail: wychen@163.com。

was selected by static adsorption method. Determined the optimal sample loading amount in the dynamic adsorption method, and obtained the optimal purification process conditions using recovery rate as an indicator through single factor experiments and response surface optimization experiment. Results showed that, the best extraction conditions of ferulic acid from corn bran were obtained as follows: Solid-liquid ratio 1:12 g/mL, mass concentration of lye was 4%, alkali-alcohol ratio was 2:1, ultrasound time 30 min, ultrasonic thermometer 59°C, ultrasonic power 229 W, and the amount of ferulic acid extracted could reached 22.31 mg/g under these conditions. The purification of ferulic acid was performed using HPD-100 macroporous adsorption resin. The optimal loading volume was 6 times the bed volume. The optimal purification process conditions are as follows: Sample loading concentration 0.3 mg/mL, loading flow rate 3 mL/min, mass concentration of ethanol 75%, elution flow rate 1 mL/min. Under these conditions, the recovery rate of ferulic acid from corn peel was up to 95.17%, and the purity of ferulic acid was 81.56%. This experiment increased the added value of corn brans, and would provide the theoretical basis and data support for the further processing of corn brans and the development of ferulic acid.

Key words: corn bran; ferulic acid; ultrasound-assisted alkali-alcohol method; macroporous adsorption resin method; process optimization

玉米(*Zea mays* L.)是世界总产量最高的粮食作物^[1],在玉米的湿法加工过程中,可以获取多种物质。其中玉米皮是加工过程中分离出来的皮层部分,大约占玉米干重的14%^[2-3]。在工业生产中,玉米皮多被用作饲料或者作为废物丢弃,利用不够充分、附加值低,造成了很大的资源浪费。玉米皮富含纤维素、淀粉、脂肪、蛋白质和酚酸等,其中酚酸主要为阿魏酸和二芥酸^[4],其内阿魏酸含量高达3%^[5]。阿魏酸是天然的抗氧化剂,具有多种生物活性,有良好的研究前景。目前已知阿魏酸及其衍生物具有抗动脉粥样硬化、防治心血管疾病的功效^[6-7],同时还具有抗血栓^[8]、抗菌消炎^[9]、抗氧化^[10]、抗突变和抗癌等作用^[11],其在食品加工、农业、医学等领域的研究和应用日益广泛^[12-14]。

目前从米糠、麦麸中提取阿魏酸的研究比较成熟^[15-17],但很少有以玉米皮为原料提取阿魏酸。阿魏酸在植物中主要是和细胞壁物质结合,碱液对玉米皮有良好的降解性,乙醇可以加快阿魏酸的提取,超声辅助能短时性的增加细胞壁的通透性,从而高效地提取出阿魏酸^[18]。大孔吸附树脂可以通过其吸附性对化学物质进行分离作用,节省费用、稳定性高等优点^[19]。

本研究结合以米糠和麦麸为原料的提取方法,采用碱醇法提取阿魏酸,再此基础上通过超声辅助进行提取。并通过大孔吸附树脂对阿魏酸提取液进行纯化。本研究增加了玉米皮附加值,为玉米皮深加工和阿魏酸开发提供理论依据和数据支持。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

玉米皮 山东博阳生物科技有限公司;阿魏酸标准品 成都瑞芬思公司; α -淀粉酶(4×10^4 U/mL)、碱性蛋白酶(2×10^5 U/g)、亚硫酸钠、氢氧化钠 北京索莱宝科技有限公司;盐酸、无水乙醇 辽宁泉瑞试剂有限公司;D101、HPD-100、AB-8型大孔吸附树脂 北京索莱宝科技有限公司。

A390型紫外分光光度计 上海翱艺仪器有限公司;AL104型电子天平 上海梅特勒-托利多仪器;DK-8D型水浴锅 山东千司科学仪器;KH-500GTDV超声波清洗机 昆山禾创超声仪器有限公司;5702离心机 德国Eppendorf公司;TGL-16M离心机 湖南湘仪实验室仪器开发有限公司;旋转蒸发仪、真空冷冻干燥机 上海舜制仪器制造有限公司;ZD-9550摇床 Kylin-Bell公司。

1.2 实验方法

1.2.1 玉米皮预处理 玉米皮中具有较多的营养成分,可先除去玉米皮中的淀粉和蛋白质,降低提取液的粘度,降低其他成分对试验过程的影响。将玉米皮干燥粉碎后过60目筛,按料液比1:10(g/mL)加入蒸馏水,放入60°C水浴锅中,使用NaOH将pH调至6.0,加入1%的 α -淀粉酶反应1h后,灭酶(100°C,15min)。等温度降到53°C时,使用NaOH将pH调至9.0,加入2%的碱性蛋白酶反应2h后,灭酶(100°C,15min)。等温度降至室温,4000 r/min离心10min,弃上清,蒸馏水清洗2遍,将沉淀晾干至干燥,得到去淀粉、去蛋白的玉米皮。

1.2.2 玉米皮中阿魏酸的提取 参考王蓓^[20]的方法,称取10g预处理后的玉米皮,加入2%的亚硫酸钠,选取不同浓度的氢氧化钠溶液、碱醇比(NaOH:95%乙醇)和料液比(预处理后的玉米皮:碱醇混合液),在不同功率、时间和温度的超声波仪器中辅助提取。提取结束4000 r/min离心10min,用蒸馏水将沉淀洗涤2次,合并上清,将pH调节至4进行酸化,得到玉米皮中阿魏酸粗提液,定容至一定容量,静置1h开始测定。

1.2.3 单因素实验设计

1.2.3.1 料液比对粗提液中阿魏酸提取量的影响 保持碱液质量浓度4%,碱醇比2:1 g/mL,超声时间30min,超声温度60°C,超声功率225W,考察不同料液比(1:8、1:10、1:12、1:14、1:16 g/mL)对粗提液中阿魏酸提取量的作用。

1.2.3.2 碱液质量浓度对粗提液中阿魏酸提取量的影响 保持料液比 1:12 g/mL, 碱醇比 2:1 g/mL, 超声时间 30 min, 超声温度 60 °C, 超声功率 225 W, 考察不同碱液质量浓度(0.5%、1%、2%、4%、6%)对粗提液中阿魏酸提取量的作用。

1.2.3.3 碱醇比对粗提液中阿魏酸提取量的影响 保持料液比 1:12 g/mL, 碱液质量浓度 4%, 超声时间 30 min, 超声温度 60 °C, 超声功率 225 W, 考察不同碱醇比(1:3、1:2、1:1、2:1、3:1、4:1 g/mL)对粗提液中阿魏酸提取量的作用。

1.2.3.4 超声时间对粗提液中阿魏酸提取量的影响 保持料液比 1:12 g/mL, 碱液质量浓度 4%, 碱醇比 2:1 g/mL, 超声温度 60 °C, 超声功率 225 W。考察不同超声时间(15、30、45、60、75 min)对粗提液中阿魏酸提取量的作用。

1.2.3.5 超声温度对粗提液中阿魏酸提取量的影响 保持料液比 1:12 g/mL, 碱液质量浓度 4%, 碱醇比 2:1 g/mL, 超声时间 30 min, 超声功率 225 W, 考察不同超声温度(20、40、60、80、100 °C)对粗提液中阿魏酸提取量的作用。

1.2.3.6 超声功率对粗提液中阿魏酸提取量的影响 保持料液比 1:12 g/mL, 碱液质量浓度 4%, 碱醇比 2:1 g/mL, 超声时间 30 min, 超声温度 60 °C, 考察不同超声功率(125、150、175、200、225、250 W)对粗提液中阿魏酸提取量的作用。

1.2.4 响应面优化试验设计 在单因素实验的基础上, 选取碱液质量浓度、碱醇比、超声温度和超声功率 4 个因素, 设计 4 因素 3 水平响应面试验。表 1 为因素水平表。

表 1 响应面因素水平表
Table 1 Response surface factor level table

因素	水平		
	-1	0	1
A碱液质量浓度(%)	2	4	6
B碱醇比(g/mL)	1:1	2:1	3:1
C超声温度(°C)	40	60	80
D超声功率(W)	200	225	250

1.2.5 阿魏酸标准曲线的制定及含量的计算 参考张康逸等^[21]方法, 称取阿魏酸标准品 10 mg, 用 95% 乙醇溶解定容至 100 mL 棕色容量瓶中, 摇匀得到浓度为 0.1 mg/mL 的阿魏酸标准品溶液, 避光储存。将阿魏酸标准品溶液配制成 0.001、0.002、0.003、0.004、0.005、0.006、0.007、0.008 mg/mL 的阿魏酸标样溶液。用紫外分光光度计在 320 nm 波长处测定吸光值, 绘制标准曲线。得到阿魏酸的标准曲线为 $y=53.345x+0.0051$, $R^2=0.9991$, 式中 y 为吸光度, x 为阿魏酸溶液浓度(mg/mL)。

将阿魏酸粗提液稀释至一定体积后, 用紫外分

光光度计于 320 nm 处测定吸光值, 进行 3 次平行测定, 利用标准曲线计算阿魏酸的提取量。计算阿魏酸提取量:

$$\text{阿魏酸提取量(mg/g)} = \frac{X \times V_{\text{定}} \times \text{稀释倍数}}{W} \quad \text{式 (1)}$$

式中: X 为样品中阿魏酸浓度(mg/mL); $V_{\text{定}}$ 为定容体积(mL); W 为样品的质量(g)。

1.2.6 大孔吸附树脂的预处理及选择 用 95% 乙醇浸泡 D101、HPD-100、AB-8 三种大孔吸附树脂 24 h 后装入层析柱中, 用乙醇流动冲洗, 至流出液不浑浊, 再将树脂中的乙醇用蒸馏水洗去。

参考谭诗涵等^[22]的方法, 称取处理好的树脂 1 g, 加入 50 mL, 0.3 mg/mL 的阿魏酸粗提液于振荡摇床中(25 °C, 120 r/min, 24 h), 测定阿魏酸浓度。将吸附液过滤, 用蒸馏水洗涤树脂, 加入 50 mL 95% 乙醇, 置于振荡摇床后(25 °C, 120 r/min, 24 h), 吸取上层液通过紫外分光光度计测定其阿魏酸浓度。按照下式计算大孔树脂的吸附率和解析率, 选取吸附和解析能力较优的大孔树脂进行后续实验。

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

$$\text{解析率(\%)} = [C_2/(C_0 - C_1)] \times 100 \quad \text{式 (3)}$$

式中: C_0 为吸附前样液中阿魏酸浓度(mg/mL); C_1 为吸附后上层液中阿魏酸浓度(mg/mL); C_2 为解吸后上层液中阿魏酸浓度(mg/mL)。

1.2.7 大孔吸附树脂纯化玉米阿魏酸 参考尹丽等^[23]的方法, 称取一定量预处理后的 HPD-100 型大孔树脂, 确定上样量, 在选取不同的阿魏酸粗提液上样浓度、上样流速、洗脱液质量浓度和洗脱流速进行大孔树脂纯化, 测定流出液中阿魏酸的回收率。

1.2.7.1 上样量的确定 将预处理后的 HPD-100 型大孔吸附树脂湿法入层析柱中, 高约 5 cm, 即床体积为 15 mL。将阿魏酸提取液缓慢上柱, 控制上样流速为 3 mL/min, 以 15 mL 流出液体积为单位收集, 测定流出液中阿魏酸的含量, 得到阿魏酸的泄露率, 确定最佳上样量。

1.2.7.2 上样浓度对回收率的影响 保持上样流速 3 mL/min, 乙醇质量浓度 75%, 洗脱流速 1 mL/min, 考察不同上样浓度(0.1、0.2、0.3、0.4 mg/mL)对回收率的影响。

1.2.7.3 上样流速对回收率的影响 保持上样浓度 0.3 mg/mL, 乙醇质量浓度 75%, 洗脱流速 1 mL/min, 考察不同上样流速(2、3、4、5 mL/min)对回收率的影响。

1.2.7.4 乙醇质量浓度对回收率的影响 保持上样浓度 0.3 mg/mL, 上样流速 3 mL/min, 洗脱流速 1 mL/min, 考察不同乙醇质量浓度(35%、55%、75%、95%)对回收率的影响。

1.2.7.5 洗脱流速对回收率的影响 保持上样浓度

0.3 mg/mL、上样流速 3 mL/min、乙醇质量浓度 75%。考察不同洗脱流速(0.5、1、1.5、2 mg/mL)对回收率的影响。

1.2.8 响应面优化试验设计 在单因素实验的基础上,选取上样浓度、上样流速、乙醇质量浓度和洗脱流速 4 个因素,设计 4 因素 3 水平响应面试验。表 2 为因素水平表。

表 2 响应面因素水平表
Table 2 Response surface factor level table

因素	水平		
	-1	0	1
A上样浓度(mg/mL)	0.2	0.3	0.4
B上样流速(mL/min)	2	3	4
C乙醇浓度(%)	55	75	95
D洗脱流速(mL/min)	0.5	1	1.5

1.2.9 回收率的计算 参考尹丽等^[23]的方法,计算回收率,公式如下:

$$\text{回收率}(\%) = [C_2 \times V_2 / C_0 \times V_1] \times 100 \quad \text{式(4)}$$

式中: C_0 为吸附前样液中阿魏酸浓度(mg/mL); C_2 为解吸后上层液中阿魏酸浓度(mg/mL); V_1 为吸附液体积(mL); V_2 为解析液体积(mL)。

1.2.10 阿魏酸纯度检测 将纯化后的阿魏酸溶液用流动相稀释,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤后,加入进样瓶中,采用 Ultimate Plus- C_{18} (4.6 \times 150 mm, 5 μm), 流动相为乙腈:0.1% 磷酸水=22:78, 流速为 1.0 mL/min, 柱温为 30 $^{\circ}\text{C}$, 进样量为 10 μL , 在 320 nm 波长处进行检测,并采用峰面积归一法观察阿魏酸的纯度^[24]。

1.3 数据处理

所有实验均重复三次平行,采用 SPSS 21.0、Design Expert 8.0.6 和 Excel 2021 软件进行统计分析和图形绘制。

2 结果与分析

2.1 超声辅助碱醇法提取玉米皮中阿魏酸的实验结果

2.1.1 单因素实验结果

2.1.1.1 料液比对阿魏酸提取量的影响 由图 1 可

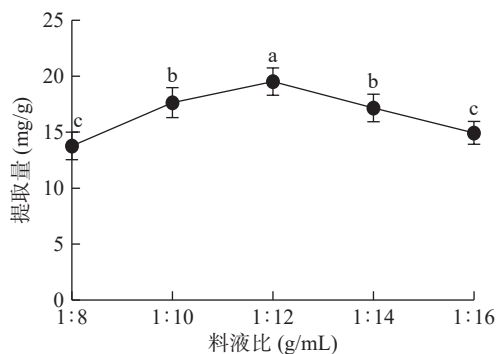


图 1 料液比对阿魏酸提取量的影响

Fig.1 Influence of solid-liquid ratio on ferulic acid extraction

注:不同小写字母表示差异显著, $P < 0.05$; 图 2~图 6、图 8、图 10~图 13 同。

知,随着料液比的降低阿魏酸提取量随之增加,提取量在 1:12 g/mL 时达到最高值,之后随着液体的增加阿魏酸提取量降低。可能是由于过多的提取液中和了游离出来的阿魏酸导致提取量降低。因此,在此试验条件下,最佳料液比为 1:12 g/mL。

2.1.1.2 碱液质量浓度对阿魏酸提取量的影响 由图 2 可知,随着碱液质量浓度的增加,提取量在 4% 时达到最高值,之后阿魏酸提取量呈下降趋势。可能是由于较小的碱液质量浓度不能使阿魏酸与大分子物质分离,而碱液质量浓度增加时提取液的黏度可能会随之增大,所以较低或较高的碱液质量浓度都会导致阿魏酸的释放受到抑制^[18]。因此,在此实验条件下,最佳碱液质量浓度为 4%。

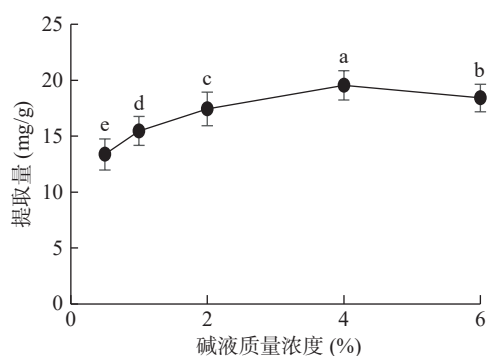


图 2 碱液质量浓度对阿魏酸提取量的影响

Fig.2 Influence of lye mass concentration on ferulic acid extraction

2.1.1.3 碱醇比对阿魏酸提取量的影响 由图 3 可知,碱醇比为 2:1 g/mL 时阿魏酸的提取量达到最高值。可能是由于较少的碱液可能无法打开连接的酯键,只释放出部分的阿魏酸,而较多的碱液会导致提取液的黏度大,影响阿魏酸释放^[20],导致阿魏酸提取量降低。因此,在此实验条件下,最佳碱醇比为 2:1 g/mL。

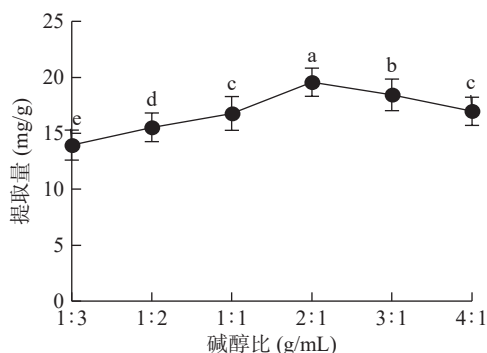


图 3 碱醇比对阿魏酸提取量的影响

Fig.3 Influence of alkali-alcohol ratio on ferulic acid extraction

2.1.1.4 超声时间对阿魏酸提取量的影响 由图 4 可知,超声时间 30 min 时提取量达到最高值,随着超声时间的增加提取量缓慢降低。可能是由于超声时间越长阿魏酸暴露在空气中容易被氧化破坏^[25]。因此,在此实验条件下,最佳超声时间为 30 min。

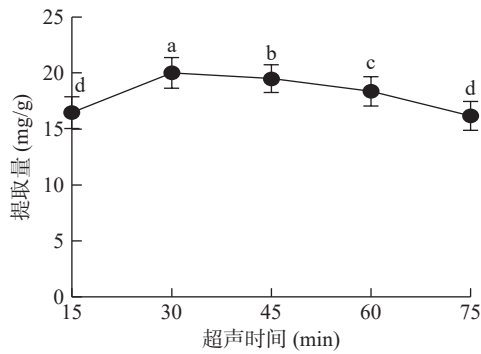


图 4 超声时间对阿魏酸提取量的影响

Fig.4 Influence of ultrasonic time on ferulic acid extraction

2.1.1.5 超声温度对阿魏酸提取量的影响 由图 5 可知,随着超声温度的增加阿魏酸的提取量逐渐增加,提取量在 60 °C 时达到最高值,之后随着超声温度的增加阿魏酸的提取量呈下降趋势。可能是由于过高的温度导致阿魏酸与其他物质发生反应,从而降低了阿魏酸的提取量^[18]。因此,在此实验条件下,最佳超声温度为 60 °C。

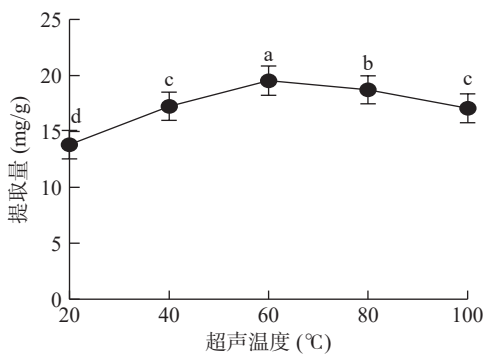


图 5 超声温度对阿魏酸提取量的影响

Fig.5 Influence of ultrasonic temperature on ferulic acid extraction

2.1.1.6 超声功率对阿魏酸提取量的影响 由图 6 可知,随着超声功率的增加阿魏酸的提取量逐渐增加,提取量在 225 W 时达到最高值,之后随着超声功率的增加阿魏酸提取量呈下降趋势。可能是由于过大的超声功率会导致游离的阿魏酸不稳定从而促使其分解,降低提取量^[25]。因此,在此实验条件下,最佳超声功率为 225 W。

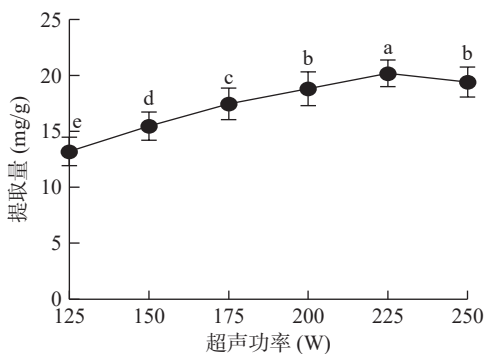


图 6 超声功率对阿魏酸提取量的影响

Fig.6 Influence of ultrasonic power on ferulic acid extraction

2.1.2 响应面优化试验结果 以单因素实验为参考选取 4 个影响较大的因素,以阿魏酸提取量为指标,设计 4 因素 3 水平的响应面试验,确定最佳提取工艺条件。

通过 Design Expert 8.0 软件对表 3 数据进行处理,得到二次多项回归方程: $Y=22.41+0.26A+0.32B+0.3C+0.21D+0.027AB+0.2AC-0.22AD+0.8BC+0.36BD+-0.077CD-1.84A^2-1.56B^2-1.45C^2-1.72D^2$

表 3 响应面试验设计及阿魏酸提取量

Table 3 Response surface test design and ferulic acid extraction

实验号	碱液质量浓度	碱醇比	超声温度	超声功率	阿魏酸提取量 (mg/g)
1	1	0	0	-1	19.35
2	0	0	1	-1	19.43
3	0	1	0	-1	18.72
4	-1	1	0	0	19.05
5	-1	0	0	-1	18.36
6	0	-1	1	0	18.58
7	0	1	0	1	20.02
8	1	0	1	0	19.8
9	0	0	0	0	22.4
10	0	0	0	0	22.34
11	0	0	0	0	22.3
12	0	0	0	0	22.6
13	0	1	-1	0	18.79
14	1	1	0	0	19.63
15	1	-1	0	0	18.89
16	1	0	-1	0	18.8
17	-1	0	0	1	18.95
18	0	0	-1	-1	18.5
19	-1	-1	0	0	18.42
20	1	0	0	1	19.06
21	0	0	1	1	19.8
22	0	-1	0	-1	18.83
23	0	-1	0	1	18.69
24	-1	0	-1	0	18.72
25	0	1	1	0	20.81
26	-1	0	1	0	18.92
27	0	0	-1	1	19.18
28	0	-1	-1	0	19.75
29	0	0	0	0	22.41

表 4 为响应面回归模型的方差分析。可知回归模型极显著 ($P<0.0001$), 而回归方程失拟项 P 值为 $0.2691>0.05$, 检验结果不显著, 表明该模型能够很好地将实验值真实地反映出来, 并利用此回归方程取代试验实际点对玉米皮中阿魏酸的提取进行预测和分析。由方差分析表可知, 因素 A、B、C 和 D 对玉米皮中提取阿魏酸的提取量有极显著 ($P<0.0001$) 影响, 各因素对玉米皮中提取阿魏酸的提取量影响顺序依次为碱醇比>超声温度>碱液质量浓度>超声功率。

由图 7 可知, 响应面图的曲面越陡峭, 两个因素之间相互作用越强, 等高线越密集并会呈现出椭圆形^[26-27]。AC 交互和 AD 交互作用对响应值有显著性影响, 且 BC 交互与 BD 交互曲面弯曲程度相较前二者更大。经 Design Expert 8.06 优化玉米皮中提取阿魏酸工艺参数: 碱液质量浓度 4.16%、碱

表4 方差分析及显著性检验表

Table 4 Variance analysis and significance test table

来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	52.41	14	3.74	166.58	<0.0001	**
A:碱液质量浓度	0.81	1	0.81	35.87	<0.0001	**
B:碱醇比	1.24	1	1.24	55.25	<0.0001	**
C:超声温度	1.08	1	1.08	48.06	<0.0001	**
D:超声功率	0.53	1	0.53	23.36	0.0003	**
AB	3.03E-03	1	3.03E-03	0.13	0.7192	
AC	0.16	1	0.16	7.12	0.0184	*
AD	0.19	1	0.19	8.62	0.0109	*
BC	2.54	1	2.54	113.21	<0.0001	**
BD	0.52	1	0.52	23.07	0.0003	**
CD	0.024	1	0.024	1.07	0.3187	
A ²	21.92	1	21.92	975.47	<0.0001	**
B ²	15.78	1	15.78	702.08	<0.0001	**
C ²	13.58	1	13.58	604.44	<0.0001	**
D ²	19.21	1	19.21	854.76	<0.0001	**
残差	0.31	14	0.022			
失拟项	0.26	10	0.026	1.97	0.2691	
误差项	0.053	4	0.013			
总变异	52.72	28				

注: **差异极显著, P<0.01; *差异显著, P<0.05; 表6同。

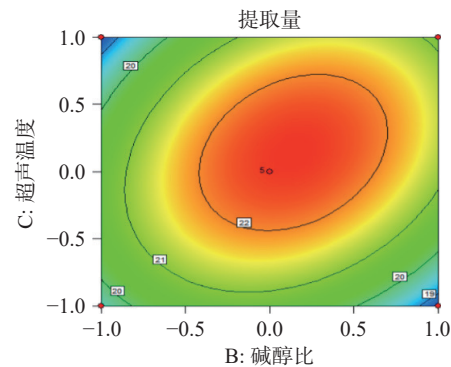
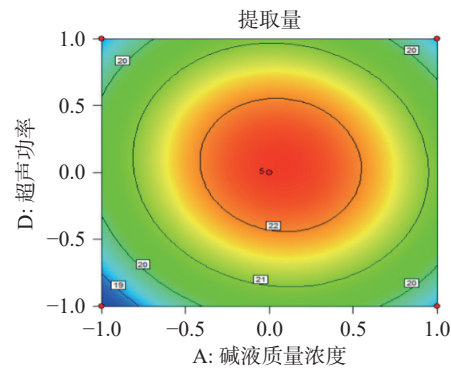
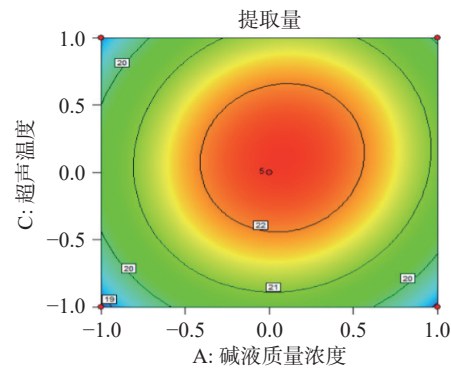
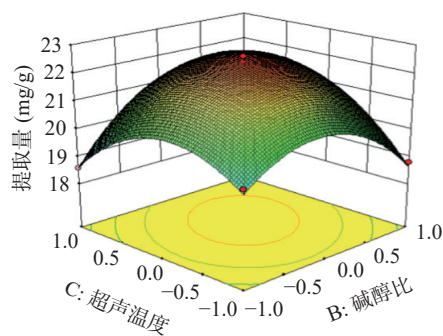
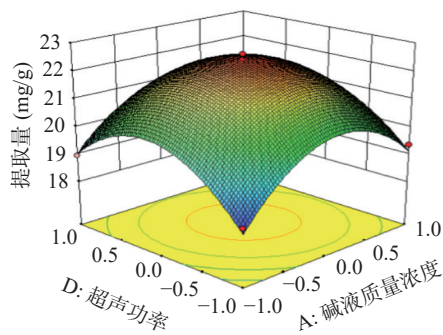
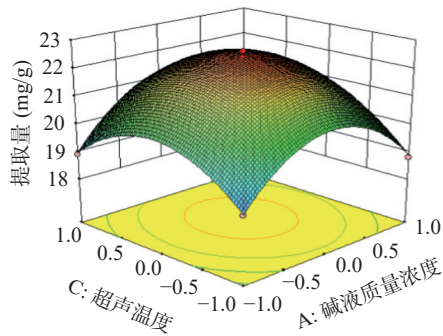
醇比 2.15:1 g/mL、超声温度 58.92 °C、超声功率 228.75 W。此条件下阿魏酸的提取量预测值可达 22.47 mg/g。为验证试验结果真实性,考虑到实践操作可行性,优化工艺参数为料液比 1:12 g/mL、碱液质量浓度 4%、碱醇比 2:1 g/mL,超声时间 30 min,超声温度 59 °C,超声功率 229 W,重复 3 次试验进行验证,得到阿魏酸提取量为 22.31 mg/g(误差 0.71%),证明优化的工艺参数具有准确性。

2.2 大孔吸附树脂法纯化阿魏酸实验结果

2.2.1 大孔吸附树脂静态吸附与解析实验结果 由图 8 可以看出,三种大孔吸附树脂对玉米阿魏酸提取液的吸附率大小顺序为:HPD-100>D101>AB-8;解析率大小顺序为:HPD-100>AB-8>D101。HPD-100 型大孔吸附树脂适用于天然产物(黄酮类、萜类、酚酸类等)的提取分离^[28]。因此,选用 HPD-100 大孔吸附树脂进行实验。

2.2.2 大孔吸附树脂纯化玉米阿魏酸试验结果

2.2.2.1 上样量的确定 由图 9 可知,床体积超过 6 BV 时,随着上样量的增加,阿魏酸大量泄露损失。



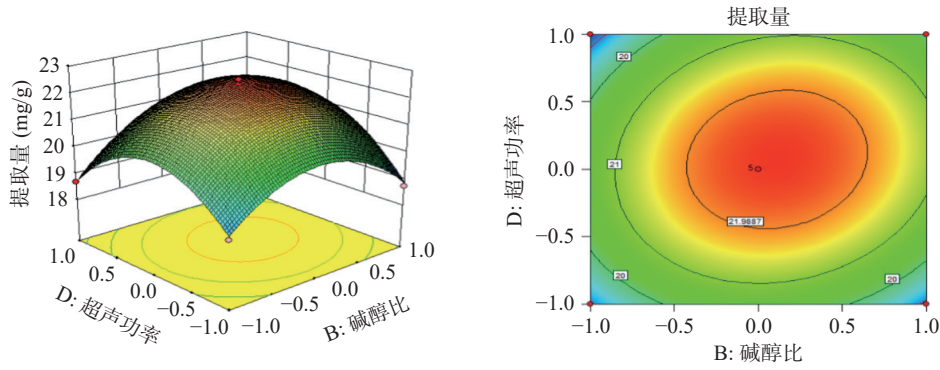


图 7 各因素交互作用对阿魏酸提取量的响应面图和等高线图

Fig.7 Response surface and contour plots of the interaction of factors on ferulic acid extraction

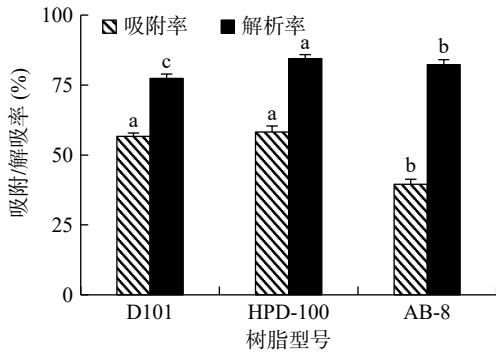


图 8 各树脂对阿魏酸的吸附率和解析率

Fig.8 Adsorption and analytical rates of ferulic acid on each resin

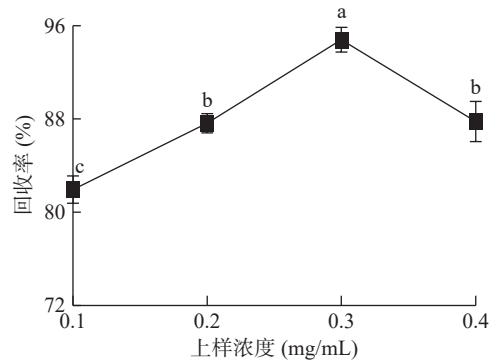


图 10 不同上样浓度对回收率的影响

Fig.10 Influence of different loading concentration on recovery rate

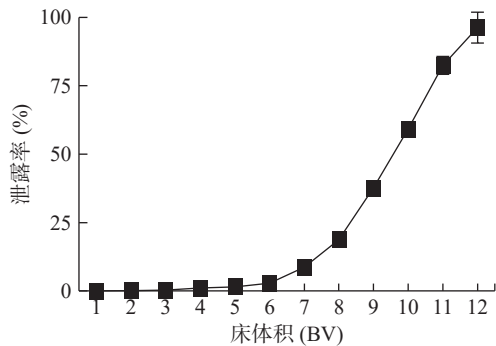


图 9 玉米阿魏酸泄露曲线

Fig.9 Ferulic acid leakage curve of corn

因此,最佳上样量为 6 倍床体积。

2.2.2.2 上样浓度对回收率的影响 由图 10 可知,回收率随着上样浓度的增加,呈现上升的趋势,0.3 mg/mL 最高,后又出现下降趋势,这可能是由于上样浓度较低时树脂的处理量大,吸附率也大。而较高的浓度可能会增加粘度从而影响树脂的吸附能力^[20]。因此,在此实验条件下,最佳上样液浓度为 0.3 mg/mL。

2.2.2.3 上样流速对回收率的影响 由图 11 可知,回收率随着上样流速的增加,呈现先升高,在 3 mL/min 时最高,后又呈现下降趋势。可能是由于太慢的流速会浪费大量的时间,导致大孔树脂表面出现堵塞,而过快的流速时大孔树脂和样品的接触时间过短,使样品不能在大孔树脂表面充分吸附,导致泄露率增加,

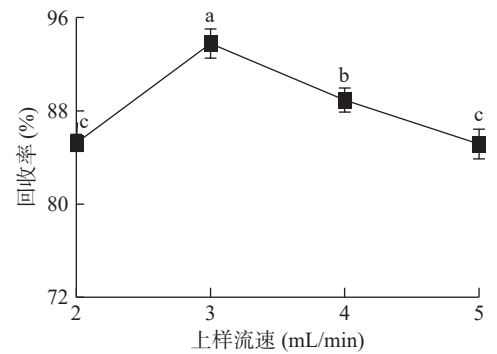


图 11 不同上样流速对回收率的影响

Fig.11 Influence of different loading velocity on recovery rate

损失增加^[29]。因此,在此实验条件下,最佳上样流速为 3 mL/min。

2.2.2.4 乙醇质量浓度对回收率的影响 由图 12 可知,回收率随着乙醇质量浓度的增加而呈现上升趋势,在 75% 时达到最高值,随后呈现下降趋势。可能是由于乙醇质量浓度较低时洗脱不彻底,而过高浓度的乙醇会导致大量的样品和杂质一起被洗脱下来,导致回收率和质量降低^[30]。因此,在此实验条件下,最佳乙醇质量浓度为 75%。

2.2.2.5 洗脱流速对回收率的影响 由图 13 可知,回收率随着洗脱流速的增加呈现先升高,在 1 mL/min 处最高,之后呈现下降的趋势。可能是由于较快的洗脱流速样品没有充足的时间从大孔树脂中分配到洗

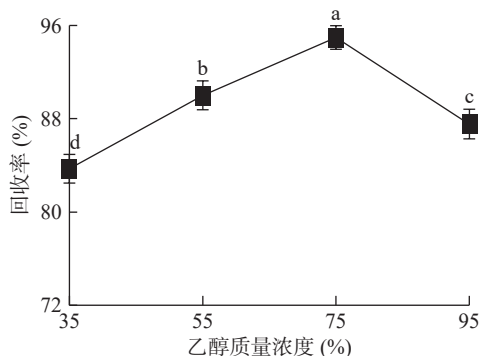


图 12 不同乙醇质量浓度对回收率的影响

Fig.12 Influence of different concentration of ethanol on recovery rate

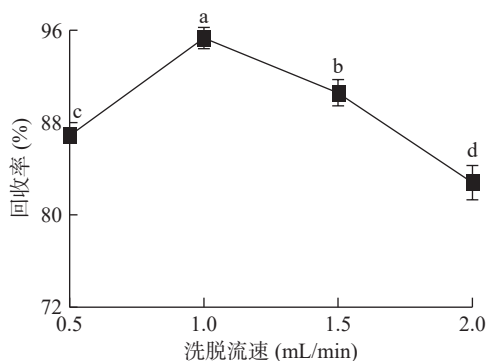


图 13 不同洗脱流速对回收率的影响

Fig.13 Influence of different elution velocity on recovery rate
脱剂中^[31]。因此,在此实验条件下,最佳洗脱流速为 1 mL/min。

2.2.3 响应面优化试验结果 以单因素实验为参考,以阿魏酸回收率为指标,设计 4 因素 3 水平的响应面试验,确定最佳纯化工艺条件。

通过 Design Expert 8.0 软件对表 5 数据进行处理,得到二次多项回归方程: $Y=95.41+0.47A+0.55B-0.15C+0.53D+0.14AB+0.075AC+0.038AD+0.07BC-0.25BD+0.56CD-1.55A^2-2.16B^2-1.91C^2-2.19D^2$

表 6 为响应面回归模型的方差分析。可知回归模型极显著 ($P<0.01$), 而回归方程失拟项 P 值为 $0.5137>0.05$, 检验结果不显著, 表明该模型能够很好地将实验值真实的反映出来, 并利用此回归方程取代试验实际点对玉米阿魏酸的纯化进行预测和分析。由方差分析表可知, 因素 A、B、C 和 D 对玉米皮阿魏酸的回收率有极显著 ($P<0.01$) 影响, 各因素对玉米皮阿魏酸的回收率顺序依次为上样流速>洗脱流速>上样浓度>乙醇质量浓度。

由图 14 可知, AB 交互、BD 交互和 CD 交互曲面弯曲程度均较大, 且 AB 交互弯曲程度大于 BD 与 CD, 与回归方程的方差分析结果一致。经 Design Expert 8.06 优化玉米皮阿魏酸的回收率工艺参数: 上样浓度 0.32 mg/mL, 上样流速 3.13 mL/min, 乙醇质量浓度 74.6%, 洗脱流速 1.06 mL/min。此条件下玉米皮阿魏酸的回收率预测值可达 95.52%。为验证

表 5 响应面试验设计及阿魏酸回收率

Table 5 Response surface design and ferulic acid recovery rate

实验号	A	B	C	D	Y: 回收率(%)
1	0	0	0	0	95.33
2	0	0	0	0	95.31
3	0	1	-1	0	91.96
4	0	-1	0	-1	89.77
5	0	-1	-1	0	91.04
6	0	0	0	0	95.44
7	0	-1	1	0	90.54
8	1	1	0	0	93.00
9	-1	1	0	0	91.66
10	0	0	0	0	95.45
11	1	0	1	0	92.35
12	0	0	1	1	92.37
13	0	0	0	0	95.55
14	1	-1	0	0	91.58
15	0	-1	0	1	91.20
16	-1	0	1	0	91.27
17	0	1	1	0	91.74
18	1	0	-1	0	92.47
19	-1	0	0	-1	90.76
20	1	0	0	1	92.62
21	0	1	0	-1	91.39
22	0	0	1	-1	90.05
23	0	0	-1	1	91.57
24	0	0	-1	-1	91.46
25	1	0	0	-1	91.50
26	-1	0	-1	0	91.68
27	-1	-1	0	0	90.79
28	0	1	0	1	91.83
29	-1	0	0	1	91.74

表 6 方差分析及显著性检验表

Table 6 Variance analysis and significance test table

来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	76.7	14	5.48	542.79	<0.0001	**
A: 上样浓度	2.64	1	2.64	261.25	<0.0001	**
B: 上样流速	3.7	1	3.7	366.22	<0.0001	**
C: 乙醇质量浓度	0.29	1	0.29	28.42	0.0001	**
D: 洗脱流速	3.41	1	3.41	337.87	<0.0001	**
AB	0.076	1	0.076	7.49	0.016	*
AC	0.022	1	0.022	2.23	0.1576	
AD	5.63E-03	1	5.63E-03	0.56	0.4677	
BC	0.02	1	0.02	1.97	0.1824	
BD	0.24	1	0.24	23.88	0.0002	**
CD	1.23	1	1.23	122.22	<0.0001	**
A ²	15.49	1	15.49	1534.88	<0.0001	**
B ²	30.22	1	30.22	2993.94	<0.0001	**
C ²	23.62	1	23.62	2340.39	<0.0001	**
D ²	31.06	1	31.06	3077.54	<0.0001	**
残差	0.14	14	0.01			
失拟项	0.1	10	0.01	1.08	0.5137	
误差项	0.038	4	9.55E-03			
总变异	76.84	28				

试验结果真实性, 考虑到实践操作可行性, 优化工艺参数为上样浓度 0.3 mg/mL, 上样流速 3 mL/min, 乙醇质量浓度 75%, 洗脱流速 1 mL/min, 重复 3 次试验进行验证, 得到玉米皮阿魏酸的回收率为 95.17% (误差 0.37%), 证明优化的工艺参数具有准确性。

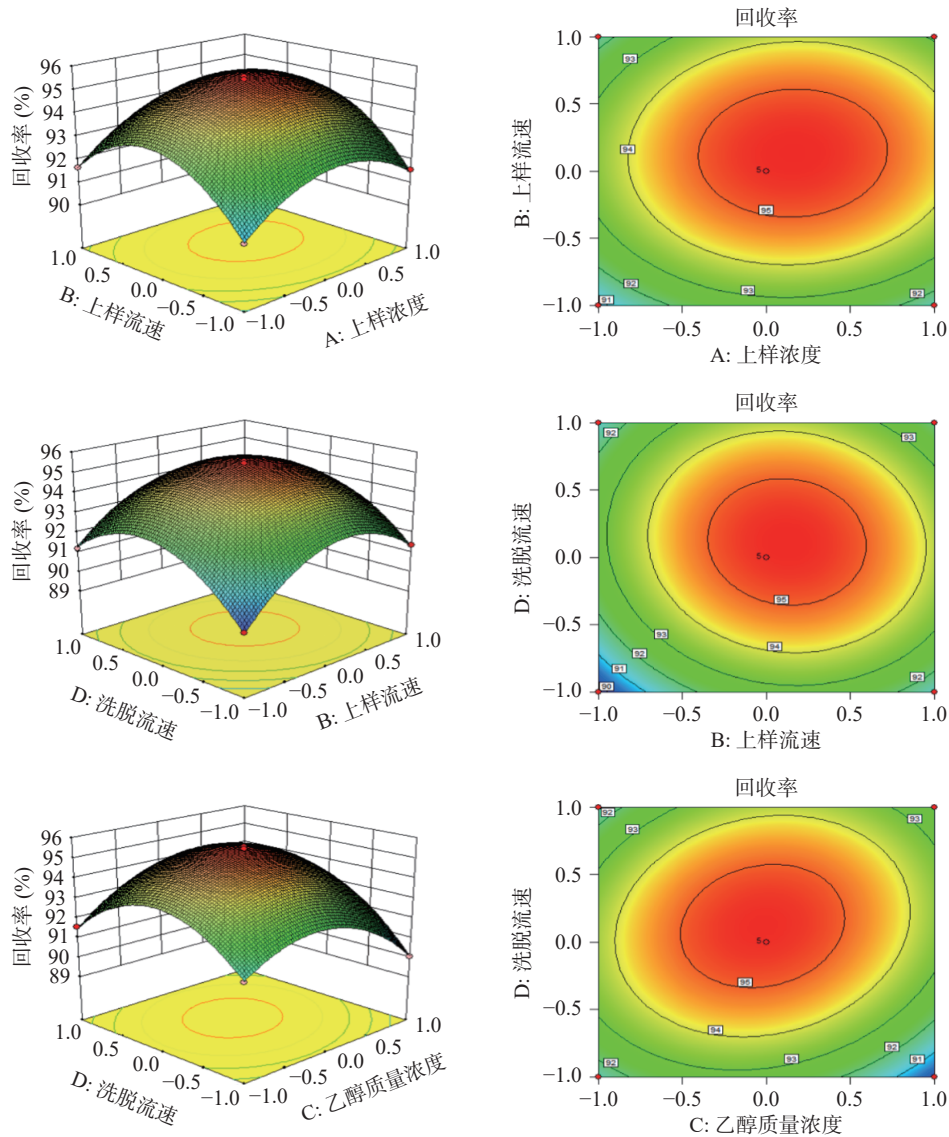


图 14 各因素交互作用对阿魏酸回收率的响应面图和等高线图

Fig.14 Response surface and contour plots of the interaction of factors on ferulic acid recovery rate

2.2.4 阿魏酸纯度检测 图 15 为纯化后阿魏酸的高相液相色谱图。通过面积归一法得出面积, 得到纯化后的阿魏酸纯度为 81.56%。

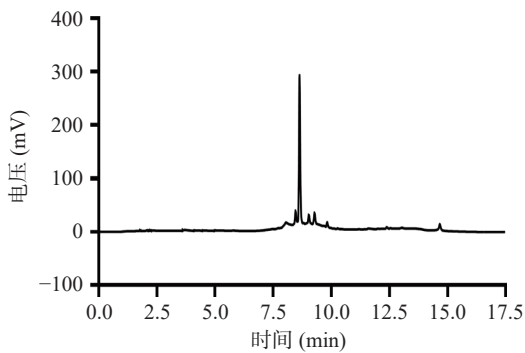


图 15 纯化后阿魏酸高效液相色谱图

Fig.15 HPLC of ferulic acid after purification

3 结论

本研究采用超声辅助碱醇法提取, 通过单因素实验和响应面优化试验得出最佳提取工艺条件为: 料

液比 1:12 g/mL, 碱液质量浓度 4%, 碱醇比 2:1 g/mL, 超声时间 30 min, 超声温度 59 °C, 超声功率 229 W。此条件下阿魏酸的提取量可达 22.31 mg/g。进一步通过大孔吸附树脂法对玉米阿魏酸进行纯化, 通过静态吸附方法选出吸附和解吸能力最好的 HPD-100 大孔吸附树脂进行玉米阿魏酸的分离纯化。并在动态吸附方法中确定最佳上样量为 6 倍床体积, 在通过单因素实验和响应面优化试验得出最佳纯化工工艺条件为: 上样浓度 0.3 mg/mL, 上样流速 3 mL/min, 乙醇质量浓度 75%, 洗脱流速 1 mL/min。此条件下玉米皮阿魏酸的回收率可达 95.17%, 阿魏酸纯度为 81.56%。本研究增加了玉米皮附加值, 为玉米皮深加工和阿魏酸开发提供理论依据和数据支持。

参考文献

[1] XUE J, SHENG X, ZHANG B J, et al. The sirtuin-1 relied antioxidant and antiaging activity of 5,5'-diferulic acid glucoside esters derived from corn bran by enzymatic method[J]. Food Biochem, 2020, 44(12): e13519.

[2] 曹亚倩, 肖军霞, 蒋林宏, 等. 玉米纤维素在 Pickering 乳液制

- 备中的应用研究[J]. *中国粮油学报*, 2020, 35(4): 54-60. [CAO Y Q, XIAO J X, JIANG L H, et al. Application of corn fiber in the preparation of Pickering emulsions[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2020, 35(4): 54-60.]
- [3] 刘宽博, 施晶晶, 何贝贝, 等. 玉米皮及发酵玉米皮的营养特性及研究进展[J]. *饲料工业*, 2023, 44(3): 17-22. [LIU K B, SHI J J, HE B N, et al. Research progress on nutritional characteristics of corn bran and fermented corn bran[J]. *Feed Industry*, 2023, 44(3): 17-22.]
- [4] WANG L, LIU H M, XIE A J, et al. Dietary fiber extraction from defatted corn hull by hot-compressed water[J]. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 2018, 68(2): 133-140.
- [5] 赵战利, 宁占国, 李宁, 等. 玉米皮中阿魏酸的提取工艺研究[J]. *食品工业*, 2014, 35(3): 37-40. [ZHAO Z L, NING Z G, LI N, et al. Study on the extraction process of ferulic acid from maize bran[J]. *The Food Industry*, 2014, 35(3): 37-40.]
- [6] QIN F, HUANG X. Guanxin II (II) for the management of coronary heart disease[J]. *Chin J Integr Med*, 2009, 15(6): 472-476.
- [7] 文为, 杨菱, 姚琰. 阿魏酸钠对冠心病病人 SOD, LPO 及纤溶系统的影响[J]. *中国药师*, 2002(9): 555-556. [WEN W, YANG Z, YAO Y. Effect of sodium ferulate injection on superoxide dismutase, lipid peroxide, and fibrinolysis system in patients with coronary disease[J]. *China Pharmacist*, 2002(9): 555-556.]
- [8] JIN C, CHEN D, ZHU T, et al. Poly(ferulic acid)-hybrid nanofibers for reducing thrombosis and restraining intimal hyperplasia in vascular tissue engineering[J]. *Biomaterials Advances*, 2023, 146: 213278.
- [9] SHI Y, CHEN X, QIANG S, et al. Anti-oxidation and anti-inflammatory potency evaluation of ferulic acid derivatives obtained through virtual screening[J]. *International Journal of Molecular Sciences*, 2021, 22(21): 11305.
- [10] HAN H, DYE L, MACKIE A. The impact of processing on the release and antioxidant capacity of ferulic acid from wheat: A systematic review[J]. *Food Research International*, 2023, 164: 112371.
- [11] GUPTA A, SINGH A K, LOKA M, et al. Ferulic acid-mediated modulation of apoptotic signaling pathways in cancer[J]. *Adv Protein Chem Struct Biol*, 2021, 125: 215-257.
- [12] VILLANUEVA M P, GIOIA C, SISTI L, et al. Valorization of ferulic acid from agro-industrial by-products for application in agriculture[J]. *Polymers-Basel*, 2022, 14(14): 2874.
- [13] 谢伊莎, 傅新鑫, 郑佳楠, 等. 天然保鲜剂对预制南美白对虾贮藏品质的影响[J]. *食品工业科技*, 2021, 42(4): 264-270. [XIE Y S, FU X X, ZHENG J N, et al. Effects of bio-preservatives on the quality of pre-cooked pacific whiteshrimp (*Penaeus vannamei*) during refrigerated storage[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2021, 42(4): 264-270.]
- [14] KAWABATA K, YAMAMOTO T, HARA A, et al. Modifying effects of ferulic acid on azoxymethane-induced colon carcinogenesis in F344 rats[J]. *Cancer Lett*, 2000, 157(1): 15-21.
- [15] 赵文红, 冯丽然, 关二旗, 等. 均匀设计法优化麦麸阿魏酸的酶法提取工艺[J]. *食品工业*, 2020, 41(5): 38-43. [ZHAO W H, FENG L R, GUAN R Q, et al. Optimization of extraction process of wheat bran ferulic acid by uniform design method[J]. *The Food Industry*, 2020, 41(5): 38-43.]
- [16] 宋微, 辛嘉英, 路雪纯, 等. 小麦中阿魏酸的分布、存在形式以及制备方法的研究进展[J]. *食品工业科技*, 2022, 43(14): 445-452. [SONG W, XIN J Y, LU X C, et al. Research progress on distribution, forms and preparation methods of ferulic acid in wheat[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2022, 43(14): 445-452.]
- [17] 刘珂, 徐成, 郭玉梅, 等. 酚酸类化合物阿魏酸的研究进展[J]. *当代化工研究*, 2022, 121(20): 70-74. [LIU K, X C, GUO Y M, et al. Research progress of phenolic acid compound ferulic acid[J]. *Modern Chemical Research*, 2022, 121(20): 70-74.]
- [18] 杨徐宁, 张国治. 超声辅助碱醇法提取青麦仁麸皮中阿魏酸的工艺研究[J]. *河南工业大学学报(自然科学版)*, 2020, 41(1): 72-77. [YANG X N, ZHANG G Z. Extraction process of ferulic acid from green wheat bran by ultrasonic-assisted alkali alcohol method[J]. *Journal of Henan University of Technology (Natural Science Edition)*, 2020, 41(1): 72-77.]
- [19] 胡迎丽, 夏璐, 雷福厚. 大孔吸附树脂在天然产物的分离纯化中的应用进展[J]. *化工技术与开发*, 2021, 50(11): 29-34. [HU Y L, XIA L, LEI F H. Application progress on macroporous adsorption resin in separation and purification of natural products[J]. *Technology & Development of Chemical Industry*, 2021, 50(11): 29-34.]
- [20] 王蓓. 麦麸中阿魏酸提取及纯化技术的研究[D]. 西安: 陕西科技大学, 2012. [WANG B. Study on extra ction and purification of ferulic acid in wheat bran[D]. Xi'an: Shaanxi University of Science & Technology, 2012.]
- [21] 张康逸, 杨妍, 康志敏. 超声辅助碱醇提取青麦仁中阿魏酸的工艺研究[J]. *粮食加工*, 2020, 45(2): 5-10. [ZHANG K Y, YANG Y, KANG Z M. Studies on technologies for extracting ferulic acid from green wheat berry by ultrasonic assisted with alkaline-alcohol hydrolysis[J]. *Grain Processing*, 2020, 45(2): 5-10.]
- [22] 谭诗涵, 雷雅婷, 张也, 等. HPD100 与 D101 大孔吸附树脂纯化禾本科芦笋总黄酮与总酚酸研究[J]. *中国药师*, 2020, 23(5): 839-844. [TAN S H, LEI Y T, ZHANG Y, et al. Study on the static and dynamic adsorption properties of total flavonoids and total phenolic acids in asparagus from gramineae by HPD100 and D101 macroporous adsorbent resins[J]. *China Pharmacist*, 2020, 23(5): 839-844.]
- [23] 尹丽, 王华坤, 蒋德旗, 等. 大孔吸附树脂纯化九节总黄酮工艺的研究[J]. *饲料研究*, 2023, 46(5): 70-75. [YIN L, WANG H K, JIANG D Q, et al. Optimization of purification process of total flavonoids from *Psychotria asiatica* by macroporous resin[J]. *Feed Research*, 2023, 46(5): 70-75.]
- [24] 马浩森, 吴海, 王德发, 等. 面积归一法测定萜烯试剂纯度[J]. *计量学报*, 2018, 39(5): 736-740. [MA H R, WU H, WANG D F, et al. Purity analysis of some terpenes by peak area normalization method[J]. *Acta Metrologica Sinica*, 2018, 39(5): 736-740.]
- [25] 阿来·海拉希. 新疆阿魏中阿魏酸的提取纯化、结构修饰及生物活性研究[D]. 乌鲁木齐: 新疆师范大学, 2018. [ALAI H L X. Study on extraction, purification, determination method, biological activities of *Ferula sinkiangensis* for ferulic acid[D]. Urumqi: Xinjiang Normal University, 2018.]
- [26] 段红梅, 王丹丹, 王顺余, 等. 响应面法优化高盐腌长白穗木嫩芽脱盐工艺[J]. *食品研究与开发*, 2020, 41(4): 88-94. [DUAN H M, WANG D D, WANG S Y, et al. Optimization of process for desalting high-salted *Aralia continentalis* Kitagwa by response surface methodology[J]. *Food Research and Development*, 2020, 41(4): 88-94.]
- [27] 王迪, 王颖, 张艳莉, 等. 芸豆酵素复合发酵工艺优化及功能性分析[J]. *中国粮油学报*, 2021, 36(7): 62-68. [WANG D, WANG Y, ZHANG Y L, et al. Optimization and functional analysis on complex fermentation process of kidney bean ferment[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2021, 36(7): 62-68.]

- [28] 王丹丹, 刘芫汐, 左甜甜, 等. 大孔吸附树脂及其在中药领域应用研究进展[J]. *中国药事*, 2022, 36(7): 826–835. [WANG D D, LIU R X, ZUO T T, et al. Research progress of macroporous adsorption resin and its application in traditional Chinese medicines [J]. *Chinese Pharmaceutical Affairs*, 2022, 36(7): 826–835.]
- [29] 孙开芬, 陈胤睿, 徐文芬, 等. 大孔吸附树脂分离纯化红禾麻总黄酮工艺的优化[J]. *中成药*, 2022, 44(8): 2619–2623. [SUN K F, CHEN Y R, XU W F, et al. Optimization of separation and purification of total flavonoids from red herba flax by macroporous adsorption resin [J]. *Chinese Traditional Patent Medicine*, 2022, 44(8): 2619–2623.]
- [30] 何安乐, 熊瑶. 大孔吸附树脂对罗汉果甜苷 V 竞争吸附行为研究及纯化工艺优化[J]. *食品科技*, 2023, 48(1): 188–196. [HE A L, XIONG Y. Study on competitive adsorption behavior of mogroside V by macroporous adsorption resin and purification process optimization [J]. *Food Science and Technology*, 2023, 48(1): 188–196.]
- [31] 郝彩琴, 冷晓红, 李军, 等. 柴胡地上部分总黄酮的大孔吸附树脂分离纯化工艺及抑菌活性研究[J]. *北京化工大学学报(自然科学版)*, 2022, 49(6): 64–72. [HAO C Q, LENG X H, LI J, et al. Separation, purification and antibacterial activity of total flavonoids from the aboveground parts of *Bupleurum chinense* DC. using a macroporous adsorption resin [J]. *Journal of Beijing University of Chemical Technology (Natural Science Edition)*, 2022, 49(6): 64–72.]