张嘉琼, 刘晨星, 曹艳, 等. 椪柑陈皮总黄酮大孔树脂纯化工艺优化及其体外活性分析 [J]. 食品工业科技, 2026, 47(2): 239−248. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025010149

ZHANG Jiaqiong, LIU Chenxing, CAO Yan, et al. Optimization of Macroporous Resin Purification Process and *in Vitro* Activity Study of Total Flavonoids from *Citrus reticulata* cv. Ponkan Peel[J]. Science and Technology of Food Industry, 2026, 47(2): 239−248. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025010149

· 工艺技术 ·

椪柑陈皮总黄酮大孔树脂纯化工艺优化及其体外活性分析

张嘉琼[1,2], 刘晨星[2], 曹　艳[2], 徐晓强[3], 舒月文[3], 张　俊[2], 张雪春[1,*], 夏其乐[2,*]

（1.西南林业大学, 云南昆明 650224;
2.农业农村部果品采后处理重点实验室, 农业农村部蔬菜采后保鲜与加工重点实验室（部省共建）, 全省生鲜食品智慧物流与加工重点实验室, 中国轻工业果蔬保鲜与加工重点实验室, 浙江省农业科学院食品科学研究所, 浙江杭州 310021;
3.浙江早椿农业开发有限公司, 浙江衢州 324000）

摘　要: 为探究椪柑陈皮黄酮（Ponkan Chenpi flavonoids，PCf）的纯化工艺及其体外抗氧化和降血糖活性，本研究通过超声辅助溶剂提取法提取 PCf，研究四种大孔树脂对 PCf 的静态吸附解吸效果，筛选出最佳的大孔树脂，利用单因素实验对纯化工艺进行优化。同时，探究纯化前后 PCf 对 DPPH 自由基清除率、$ABTS^+$自由基清除率、铁离子还原能力等抗氧化效果；同时探究其对 α-葡萄糖苷酶的抑制效果。结果显示，HPD-500 大孔树脂对 PCf 的纯化效果最好，得到纯化的最佳条件是 pH 为 2，乙醇浓度为 80%，上样流速 4 mL/min，洗脱流速 3 mL/min，上样量与洗脱量比例为 1:1.6。经过大孔树脂纯化后有效降低了样品还原糖含量，提高了总黄酮的含量（132.2±9.62 mg RE/g DW)。纯化后的 PCf 抗氧化和降血糖活性都达到更好的效果，$ABTS^+$自由基清除率达到 93.75%±0.82%，DPPH 自由基清除率达到 77.42%±0.91%，铁离子还原能力为纯化前的 2 倍，对 α-葡萄糖苷酶的抑制率达到 66.84%±0.67%。综上，HPD-500 适用于椪柑陈皮总黄酮的初步分离纯化，且纯化后的产物表现出良好的抗氧化活性和对 α-葡萄糖苷酶的抑制活性，为椪柑陈皮的进一步开发提供参考。

关键词: 陈皮黄酮, 分离纯化, 抗氧化, 降血糖
中图分类号: TS209　　**文献标识码:** B　　**文章编号:** 1002−0306(2026)02−0239−10
DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2025010149　　本文网刊:

Optimization of Macroporous Resin Purification Process and *in Vitro* Activity Study of Total Flavonoids from *Citrus reticulata* cv. Ponkan Peel

ZHANG Jiaqiong[1,2], LIU Chenxing[2], CAO Yan[2], XU Xiaoqiang[3], SHU Yuewen[3], ZHANG Jun[2], ZHANG Xuechun[1,*], XIA Qile[2,*]

（1.Southwest Forestry University, Kunming 650224, China;
2.Key Laboratory of Post-harvest Handling of Fruits, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Key Laboratory of Postharvest Preservation and Processing of Vegetables (Co-construction by Ministry and Province), Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Zhejiang Key Laboratory of Intelligent Food Logistic and Processing, Key Laboratory of Postharvest Preservation and Processing of Fruits and Vegetables, China National Light Industry, Food Science Institute,

收稿日期: 2025−01−17
基金项目: 国家重点研发计划资助（2024YFD2100603）; 国家现代农业产业技术体系（CARS-26-04BY）。
作者简介: 张嘉琼（1999−）, 女, 硕士研究生, 研究方向: 农林产品加工与贮运, E-mail: 13417688430@163.com。
*** 通信作者:** 张雪春（1981−）, 女, 博士, 教授, 研究方向: 植物蛋白的加工及其性质研究、药食两用植物资源开发及其对疾病的改善作用, E-mail: xuechun_zhang@163.com。
夏其乐（1979−）, 男, 硕士, 研究员, 研究方向: 果品加工, E-mail: cookxql@163.com。

Zhejiang Academy of Agricultural Sciences, Hangzhou 310021, China;
3.Zhejiang ZaoChun Agricultural Development Limited Company, Quzhou 324000, China)

Abstract: To investigate the desirable purification process of ponkan Chenpi flavonoids (PCf) and their *in vitro* antioxidant and hypoglycemic activities, this study extracted PCf using ultrasound-assisted solvent extraction. Four types of macroporous resins were evaluated for their static adsorption-desorption efficiency toward PCf, and HPD-500 resin was identified as the optimal carrier. Single-factor experiments were subsequently conducted to optimize the purification parameters. The antioxidant activity of PCf (before and after purification) were assessed using DPPH radical scavenging rate, $ABTS^+$ radical scavenging rate, and ferric ion reducing capacity. The α-glucosidase inhibitory activity was evaluated. Results demonstrated that HPD-500 resin achieved the highest purification efficiency for PCf under optimized conditions: 2 of pH, 80% ethanol concentration, sample loading flow rate of 4 mL/min, elution flow rate of 3 mL/min, and a sample-to-eluent volume ratio of 1∶1.6. Post-purification, the reducing sugar content of PCf was significantly reduced, while the total flavonoid content increased (132.2±9.62 mg RE/g DW). Purified PCf exhibited stronger antioxidant and hypoglycemic activities, with 93.75%±0.82% of $ABTS^+$ radical scavenging rate reaching, 77.42%±0.91% of DPPH radical scavenging rate, double ferric ion reducing capacity, and 66.84%±0.67% of α-glucosidase inhibitory rate. In summary, HPD-500 resin is suitable for the preliminary separation and purification of ponkan Chenpi flavonoids, and the purified substance demonstrates significant antioxidant activity and inhibitory effect of α-glucosidase, providing a valuable reference for the further development of ponkan Chenpi-based functional products.

Key words: ponkan flavonoids; separation and purification; antioxidant; hypoglycemic

椪柑(*Itrus reticulata Blanco* cv. Ponkan),芸香科柑橘属木本植物,主产于福建、浙江、湖南、四川等地区。衢州是浙江省重点柑橘产区,其中以椪柑最有名,“衢州椪柑”是国家地理标志保护产品,在该地区已经有千年的种植历史[1],衢州椪柑具有“皮薄肉香”的特点,每年都有大量的原料用于果汁和囊胞的加工,同时会产生大量的果皮,民间有对橘皮进行晾晒制作陈皮的习惯。陈皮(Chenpi)是芸香科植物橘及其栽培变种的干燥果皮,是我国传统的药食同源物质之一,素有“陈久者良”的说法[2]。近年来,关于陈皮的研究主要集中于广陈皮,柑橘品种是产于新会的茶枳柑[3]。研究证明,随着陈化年份的增加,陈皮中主要的活性成分类黄酮含量也会随着陈皮陈化时间的增加而逐渐增加,使其药理作用更强[4]。但椪柑陈皮缺乏系统研究,其中富含的黄酮成分未得到充分开发和利用。

黄酮类化合物是柑橘果皮中最重要的生物活性成分之一[5]。柑橘黄酮类化合物被认为具有多种药理作用,如抗氧化、抗炎、抗癌、降血脂[6−7],在医药、食品、保健品和化妆品等领域具有一定的商业化应用潜力[8]。大孔树脂被广泛用于分离纯化,可以有效去除糖分和其他杂质,提高目标化合物的纯度[9]。穆莎茉莉等[10]用 D101 大孔树脂纯化蓖麻叶总黄酮,纯度达到了 56.34%;朱成成等[11]用 AB-8 纯化蓝莓果葡糖浆中的花色苷,对还原糖的去除率达到 84.13%,杜国军等[12]用 DM301 对酸枣仁总黄酮进行纯化,纯化物的纯度达到 38.7%。目前关于采用大孔树脂纯化椪柑陈皮黄酮的工艺未见报道,适宜的大孔树脂填料尚不明确,其体外抗氧化和降血糖活性也缺乏研究。

本研究以衢州椪柑陈皮为原料,采用超声波辅助溶剂提取法提取椪柑陈皮黄酮(Ponkan Chenpi flavonoids, PCf),开展单因素实验确定其最佳的大孔树脂纯化工艺。进一步通过傅里叶红外光谱鉴定化合键,研究纯化前后陈皮黄酮的抗氧化活性及对 α-葡萄糖苷酶的抑制效果。该研究旨在明确椪柑陈皮黄酮的相关活性,促进椪柑果皮的高值化利用,并且可以为椪柑果皮的药食两用提供重要的依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

8 年陈椪柑陈皮　浙江早椿农业开发有限公司提供;大孔树脂:D101、HP-20、AB-8、HPD-500　分析级,杭州慧赢仪器有限公司;无水乙醇、冰醋酸　分析纯,上海麦克林生化科技股份有限公司;3,5-二硝基水杨酸(3,5-dinitrosalicylic acid, DNS)　分析级,飞净生物科技有限公司;DPPH、$FeCl_3$、ABTS、α-葡萄糖苷酶(10 U/mg)、对硝基苯基-β-D-吡喃葡萄糖(pNPG)、3,5,6,7,8,3',4'-七甲氧基黄酮(3,5,6,7,8,3',4'-heptamethoxyflavone, HMF)、5-去甲基川陈皮素、柚皮苷、芸香柚皮苷、新橙皮苷、橙皮苷、桔皮素、川陈皮素等　色谱级,均购自上海源叶生物科技有限公司;甲醇、乙醇、磷酸　色谱级,默克股份有限公司。

200 T 高速多功能粉碎机、200 T 分析天平　天津市泰斯仪器有限公司;RE-2000A 旋转蒸发仪　上海亚荣生化仪器厂;KQ-500DB 数控超声波仪器　昆山市超声仪器有限公司;SCIENTZ-18N/A 冷冻干燥机　宁波新芝生物科技有限公司;YZ1515 恒流泵　保定融柏恒流泵制造有限公司;Tecan Spark 酶标仪　瑞士 Tecan 公司;LC-2030C 3D Plus 高效液相色谱仪　岛津公司。

1.2 实验方法

1.2.1 PCf 的提取及总黄酮含量测定　将陈化八年

的陈皮打成粉，过 50 目筛，以 1∶25 的料液比加入 60% 乙醇，50 ℃ 超声 400 W 辅助提取 30 min，3000 r/min 离心 10 min，重复 3 次，合并上清液。用滤纸过滤杂质后用减压旋转蒸发仪浓缩。

参照陈叶廷等[13]的测定方法，配制 0.01~0.1 mg/mL 浓度的芦丁对照品溶液，取 1 mL 溶液加入 0.3 mL 5% $NaNO_2$，静置 6 min，加入 0.3 mL 10% $Al(NO_3)_3$，在静置 6 min，加入 4 mL 4% NaOH 反应 10 min，定容至 10 mL 后在 510 nm 处测吸光值，绘制标准曲线，其回归方程为 y=5.8801x+0.00993，R^2=0.9991。PCf 浓度以芦丁(mg/g)当量表示。

1.2.2　HPLC 对桔柑陈皮的黄酮类化合物含量的测定　取陈皮粉约 0.3 g，加入甲醇 25 mL，超声处理 400 W 辅助提取30 min，提取液在 25 ℃ 下以 3500 r/min 的速度离心 10 min，取上清液。加入甲醇补足重量至 25 mL，得到黄酮提取物，分别取 1 mL 溶液过 0.22 μm 有机微孔滤膜，待进样。

参考本课题组原有的高效液相色谱分析方法[14]，色谱条件：色谱柱：C_{18} 柱(250 mm×4.6 mm ID，5 μm)；流动相：乙腈(A 相)-0.1% 磷酸水溶液(B 相)；流速：1.0 mL/min；柱温：25 ℃；进样量：10 μL；波长设置为：283 nm 和 330 nm；梯度洗脱条件：0~15 min，20% A；15~35 min，20%~60% A；35~40 min，60%~100% A；40~42 min，100% A；42~45 min，100%~20% A；45~50 min，20% A。

1.2.3　大孔树脂吸附纯化 PCf

1.2.3.1　大孔树脂预处理　四种大孔树脂的理化性质见表 1。将四种大孔树脂浸泡在约 3 倍体积的 95%(v/v)乙醇中使其充分膨胀，24 h后用蒸馏水反复冲洗至无醇味，并依次浸泡在 2 倍体积的 4% HCl(v/v)和 5% NaOH(w/v)溶液中各 5 h。用蒸馏水清洗至中性，浸没在蒸馏水中备用。

表 1　四种大孔树脂的理化性质

Table 1　Physicochemical properties of the four macroporous resins

树脂类型	极性	粒径范围(mm)	比表面积(m^2/g)	平均孔径(nm)
AB-8	弱极性	0.3~1.25	480~520	130~140
D101	非极性	0.3~1.25	500~550	90~100
HPD-500	极性	0.3~1.25	570~600	60~80
HP-20	非极性	0.3~1.25	550~600	85~90

1.2.3.2　大孔树脂的筛选　参考本课题组原有的方法并经过预实验后进行调整[15]，选用 D101、HP-20、HPD-500、AB-8 四种大孔树脂对 PCf 进行纯化。分别取 8 g 四种预处理的大孔树脂至于锥形瓶中，加入 10 mL PCf(0.7 mg/mL)，将烧瓶置于摇床在 25 ℃ 和 100 r/min 下震荡 4 h。将混合物进行过滤以分离树脂并用蒸馏水洗涤树脂。在同样条件下，将树脂浸没在 20 mL 80%(v/v)乙醇中解吸。真空过滤后，测定滤液(解吸溶液)中黄酮的浓度。根据以下公式计算吸附和解吸性质。

$$吸附量(qe,mg/g) = [(C0-Ce)\times V]/W \quad 式（1）$$

$$吸附率(A,\%) = [(C0-Ce)/C0]\times 100 \quad 式（2）$$

$$解吸量(qd,mg/g) = (Cd\times Vd)/W \quad 式（3）$$

$$解吸率(D,\%) = (Cd\times Vd)/[(C0-Ce)\times V]\times 100 \quad 式（4）$$

式中，C0、Ce 和 Cd 分别代表初始溶液、平衡溶液和解吸溶液中总黄酮的浓度，mg/mL；V 和 Vd 分别代表样品体积和洗脱体积，mL；W 代表预处理的大孔树脂的重量，g。

1.2.3.3　静态吸附曲线和解吸曲线绘制　称取 8 g HPD-500 树脂加入锥形瓶中，同时移取 10 mL 的 PCf(0.7 mg/mL)，随后将该烧瓶置于摇床中，于 25 ℃、100 r/min 条件下持续振荡 6 h。分别在 1、3、5、8、10、15、20、30、60、90、120、150、180、210、240、270、300 min 时取 1 mL 测定总黄酮含量，并绘制吸附曲线。

将 HPD-500 树脂(8 g)和 10 mL PCf(0.7 mg/mL)加入锥形烧瓶中。将该烧瓶置于摇床中，100 r/min，在 25 ℃ 下持续 2.5 h，清洗树脂至中性后，加入 20 mL 80% 的乙醇进行解吸，分别在 30~300 min 时间内间隔半小时取 1 mL 测定总黄酮含量并绘制解吸动力学曲线。

采用拟一级动力学模型、拟二级动力学模型和颗粒内扩散动力学模型对树脂的吸附行为进行了分析。以大孔吸附树脂与 PCf 溶液刚接触时为 0 时刻，然后计算 t 时刻样品液中剩余总黄酮浓度。以时间 t 为横坐标，以剩余总黄酮浓度为纵坐标，绘制大孔树脂的静态吸附动力学曲线。

$$拟一阶模型方程：\ln(qe-qt) = -k1t + \ln qe \quad 式（5）$$

$$准二级模型方程：t/qt = 1/k2qe^2 + t/qe \quad 式（6）$$

$$粒内扩散模型方程：qt = kpt1/2 + C \quad 式（7）$$

其中，qt(mg/g)表示时间 t(min)时的吸附量；qe(mg/g)表示吸附量；k1(min^{-1})、k2 [g/(mg·min)] 和 kp [mg/(g·$min^{1/2}$)] 分别表示准一级、准二级和颗粒内扩散模型的速率常数；C(mg/g)表示取决于边界层的常数。

1.2.3.4　大孔树脂静态吸附-解吸单因素实验　参考 Yang 等[16]的方法并稍做修改，为探究不同 pH 对 HPD-500 大孔树脂吸附效果的影响，使用 1% HCl 和 1% NaOH 将 PCf 的 pH 调节至 2、3、4、5、6 和 7。然后，将 HPD-500 树脂 8 g 加入到不同 pH 的 PCf 溶液(0.7 mg/mL)中，置于摇床 100 r/min 振荡 2 h。根据初始和平衡溶液中的总黄酮含量计算吸附量和吸附率。

为探究不同乙醇浓度对 HPD-500 大孔树脂解

吸效果的影响，称取 HPD-500 树脂 8 g，置于含 PCf 溶液（0.7 mg/mL）10 mL 的锥形瓶，置于摇床 100 r/min 振荡 2.5 h，过滤后，将 20 mL 不同浓度（0%、20%、40%、60%、80%、95% 和 100%，v/v）的乙醇溶液加入大孔树脂中进行解吸。并在相同条件下振荡 2 h，以总黄酮含量为指标计算解吸量和解吸率。

1.2.3.5 大孔树脂动态吸附-解吸单因素实验 参考 Yang 等[16] 的方法并稍做修改，动态吸附和解吸过程进行了使用玻璃柱（2.6×40 cm）填充预处理 HPD-500 树脂 50 mL。为探究不同上样速率对动态吸附效果的影响，以不同流速（1、2、3、4、5 mL/min）将 50 mL 的 PCf 溶液（0.7 mg/mL）流入柱子进行吸附。根据总黄酮的含量计算吸附量和吸附率。

探究洗脱液流速对动态解吸效果的影响，将 PCf 溶液（0.7 mg/mL）以 4 mL/min 的流速吸附后，分别用不同的流速 1、2、3、4、5 mL/min 的 80% 乙醇溶液（50 mL）作为洗脱液。测定流出总黄酮含量计算解吸量。

探究洗脱剂用量对动态解吸量的影响，以 4 mL/min 的流速加入 PCf 溶液（0.7 mg/mL）50 mL。完全吸附后，使用 80% 乙醇溶液以3 mL/min 的流速进行解吸。研究了 1∶0.8、1∶1、1∶1.2、1∶1.4、1∶1.6、1∶2 的 80% 乙醇体积。以总黄酮含量为指标计算解吸量和解吸率来确定最佳上样液与洗脱液比例。

按照试验得到的最佳的动态实验条件进行纯化，装柱 160 mL 的大孔树脂，200 mL 的 PCf 溶液，接收器设置 10 mL 每管收集后测定解吸率绘制洗脱液含量曲线。

1.2.4 纯化前后 PCf 溶液还原糖含量的测定 参考恽含等[17] 的方法有所改动：配制 1 mg/mL 葡萄糖母液，分别取 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mL 母液加蒸馏水至 0.5 mL，再加入 2 mL DNS，置于沸水中加热 5 min 显色后，用冰水冷却，加入 4 mL 蒸馏水，在 540 nm 处测吸光值并绘制标准曲线，得到回归方程 y=1.3351x−0.0314，R^2=0.9997。根据标准曲线方程计算纯化前后的 PCf 的还原糖含量（mg/g）。

1.2.5 PCf 的傅里叶红外光谱扫描 称取 0.3 mg 纯化后的 PCf，与 300 mg 的溴化钾混匀，采用压片的方式在 500~4000 cm^{-1} 区间进行红外光谱扫描。

1.2.6 抗氧化实验

1.2.6.1 $ABTS^+$自由基清除实验 参考叶佳丰等[18] 的方法有所改动，配制不同浓度纯化前后 PCf 溶液，取 50.0 μL 按梯度稀释的样品溶液，加入 150.0 μL ABTS 储备液，室温避光反应 6 min 后于 734 nm 波长处测定吸光，以 V_C 为阳性对照。清除率公式如下：

$$R(\%)=\frac{[Ac-(As-Ab)]}{Ac}\times 100 \qquad 式（8）$$

R：清除率，%；样品组（As）：空白组（Ac）：无水乙醇代替样品；样品对照组（Ab）：无水乙醇代替反应液。

1.2.6.2 DPPH 自由基清除实验 参考杨永涛等[19] 的方法，略有改动。配制不同浓度纯化前后 PCf 溶液，各吸取 1 mL，加入 1 mL DPPH 溶液中，混匀后室温下避光 30 min，并于 517 nm 处测吸光度，以 V_C 为阳性对照。计算公式同公式（8）。

1.2.6.3 FRAP 法测定抗氧化能力 参考韩益等[20] 的方法，略有改动。取 100 μL 的不同浓度纯化前后 PCf 溶液，加入 2.4 mL 工作液，混匀，37 ℃ 水浴 10 min，在 593 nm 测定吸光值。V_C 溶液作为阳性对照组。吸光度表示铁离子还原能力。

1.2.7 α-葡萄糖苷酶抑制效果 参考 Karim 等[21] 的方法，略有改动。将 20 μL α-葡萄糖苷酶溶液（2 U/mL）、20 μL 不同浓度纯化前后的 PCf 溶液及 90 μL PBS 缓冲液加入 96 孔板中混匀，37 ℃ 下共孵育 5 min，加入 pNPG 底物（5 mmol/L）至 150 μL，孵育后立刻加入 0.2 mol/L 的 Na_2CO_3 溶液至体系为 200 μL 终止反应，测定其在 405 nm 处吸光度。阿卡波糖为阳性对照，等体积 PBS 为阴性对照。计算公式参照公式（9）。

$$抑制率(\%)=\left(1-\frac{ODA-ODa}{ODB-ODb}\right)\times 100 \qquad 式（9）$$

式中，ODA 是实验组；ODa 是实验对照组；ODB 是空白组；ODb 是空白对照组。

1.3 数据处理

所有数据都是经过三次平行实验，结果均以平均值±标准差表示，采用 SPSS 27.0 ANOVA 方法分析和 Waller-Duncan 模型对组间差异进行显著性分析，P<0.05 被认为存在显著性差异；Origin pro 2025 和 Omnic 进行相关绘图。

2 结果与分析

2.1 桔柑陈皮黄酮类化合物的定性

图 1 是 8 种标准品和 PCf 在 283 nm 和 330 nm 的色谱图，图 1 中第三个峰橙皮苷的峰强度高，即 PCf 中的含有丰富的橙皮苷，含量达到 48.71±0.82 mg/g，符合中国药典对陈皮中含橙皮苷（≥3.5%）的要求。

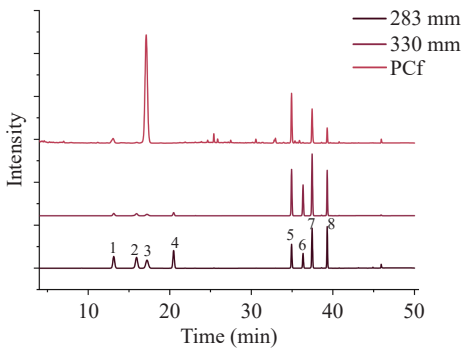


图 1 混合标准品色谱图和 PFs 色谱图

Fig.1 Chromatograms of mixed standards and PFs

注：1. 芸香柚皮苷；2. 柚皮苷；3. 橙皮苷；4. 新橙皮苷；5. 川陈皮素；6. HMF；7. 桔皮素；8. 5-去甲基川陈皮素。

橙皮苷在不同的抗氧化模型(DPPH 自由基清除、超氧阴离子清除、还原力和金属螯合作用)中显示出比橙皮素更有效的抗氧化活性[22]。多甲氧基黄酮是柑橘属中特有的成分，研究证明，多甲氧基黄酮在抗氧化和抗肿瘤方面具有更强的生物活性[23]。从图 1 可以看出桔柑陈皮中含有川陈皮素、桔皮素、HMF 和 5-去甲基川陈皮素。黄烷酮以柑橘类植物中的糖苷和糖苷配基形式存在，柚皮苷和橙皮苷水解后可得到柚皮素和橙皮素，是最重要的糖苷配基形式，柑橘黄烷酮已被证明通过清除自由基表现出抗氧化活性，这是许多其他生物活性的基础[24]。因此，桔柑陈皮具有研究抗氧化活性的潜力。

2.2　大孔树脂筛选

大孔树脂的吸附和解吸能力影响目标产物的纯化效果，4 种大孔树脂的物理性质如表 2 所示，4 种大孔树脂对 PCf 的吸附和解吸的能力如表 2 所示。通过静态吸附和解吸实验发现，这 4 种大孔树脂的吸附率依次为 AB-8>HPD-500>HP-20>D101，解吸率依次为 HP-20>HPD-500>AB-8>D101。AB-8 对 PCf 的吸附率最高，但 HPD-500 对 PCf 的解吸率最高，从表 1 可知 HPD-500 大孔树脂的比表面积为 570~600 m^2/g，比其他 3 种更大，更有利于解吸时乙醇充分渗透空隙，高效洗脱 PCf。因此，结合吸附-解吸性能后，确定用 HPD-500 作为 PCf 的纯化材料。

表 2　四种大孔树脂的吸附-解吸能力
Table 2　Adsorption-desorption capacity of four macroporous resins

类型	吸附量(mg/g)	吸附率(%)	解吸量(mg/g)	解吸率(%)
AB-8	0.86±0.0001^a	92.99±0.0934^a	0.67±0.0003^b	77.34±0.3562^c
HP-20	0.69±0.0002^c	73.77±0.1975^c	0.67±0.0002^b	97.35±0.4474^a
HPD-500	0.76±0.0002^b	82.32±0.2585^b	0.69±0.0008^a	90.98±.2916^b
D101	0.66±0.0005^d	71.08±0.5283^d	0.44±0.0012^c	66.73±2.2442^d

注：不同小写字母表示不同大孔树脂组间的显著性差异(P<0.05)，相同字母表示差异不显著(P>0.05)。

2.3　HPD-500 树脂吸附动力学曲线

图 2A 为大孔树脂对 PCf 的吸附曲线，吸附率随着时间增加而增加，在 0~30 min 之间，吸附量迅速上涨，在 30 min 吸附率为 79.13%±0.30%，30 min 后吸附率的变化趋于平缓，在 2.5 h 时，大孔树脂吸附率最高值可达 79.45%，超过 150 min 时，吸附率降低，表明树脂在接近饱和时会发生自脱附，吸附和脱附在同时发生[25]。

将吸附动力学的数据拟合到准一级动力学、准二级动力学和颗粒扩散模型，由图 2B、图 2C 和表 3 中的拟合参数表明，准二级动力学模型方程拟 R^2 值(0.9997)高于准一级动力学模型方程 R^2 值(0.8972)，表明准二级动力学对于 HPD-500 对 PCf 吸附过程的阐释更准确，结果与 Wu 等[26] 纯化枸杞黄酮类化合物的研究结果一致。由准二级动力学方程计算得到最大的理论吸附量为 0.7 mg/mL，与实际最大吸附

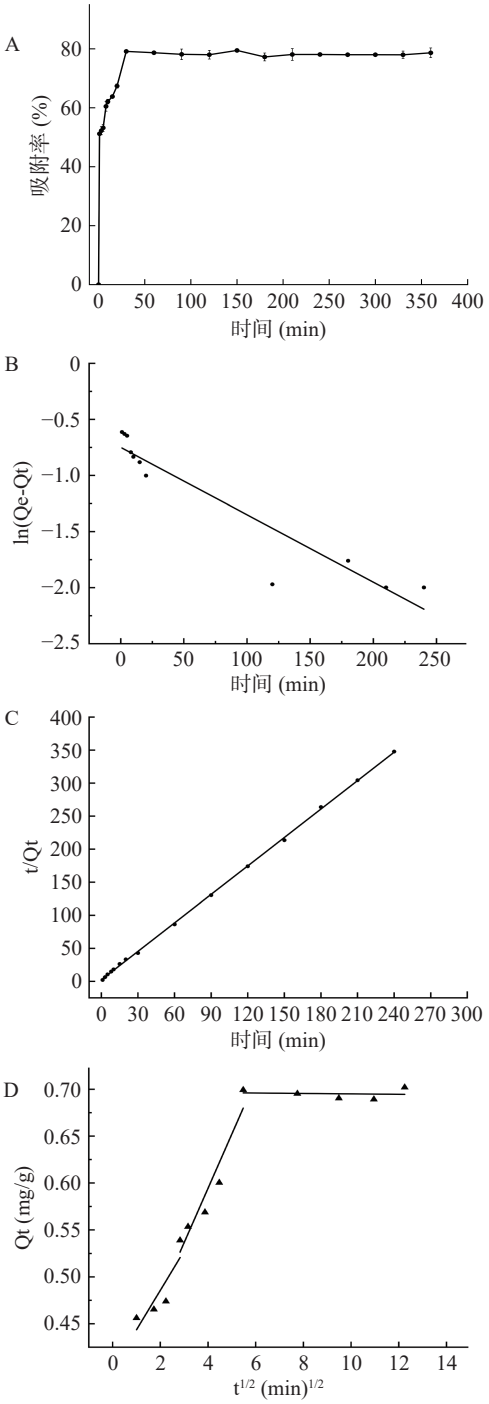


图 2　HPD-500 大孔树脂对 PCf 的吸附动力学
Fig.2　Adsorption kinetics of HPD-500 macroporous resin for PCf

注：A. 大孔树脂吸附曲线；B. 准一级动力学模型；C. 准二级动力学模型；D. 粒子内扩散模型。

表 3　动力学模型拟合方程及模型参数
Table 3　Kinetic model fitting equations and model parameters

动力学模型	动力学方程	R^2	动力学参数
准一级动力学	ln(qe-qt)=−0.7496t−0.006	0.8972	K=−0.7496
准二级动力学	t/qt=1.4353t+2.3892	0.9997	K=1.4353 qe=0.7 mg/g
粒子内扩散模型	$Qt=0.04207t^{1/2}+0.4016$	0.7531	/
	$Qt=0.05792t^{1/2}+0.3626$	0.9163	/
	$Qt=-0.0003t^{1/2}+0.6973$	0.0113	/

量 0.699 mg/mL 非常接近，由图 2D 可见，PCf 溶液在粒子内扩散模型涉及三个阶段，更加清晰地表示 PCf 通过溶液扩散到 HPD-500 的运动过程，在第二阶段为高速吸附阶段，R^2 为 0.9163，且第三阶段趋于平衡。所以 HPD-500 对 PCf 的吸附是逐步从表面扩散到孔内扩散，孔内扩散是总黄酮吸附的主要阶段[27]。

2.4 静态解吸曲线

图 3 为 HPD-500 大孔树脂的静态解吸曲线，在 0~1 h 的时间范围内，HPD-500 大孔树脂对 PCf 的静态解吸速率增长最快；在 1 h 时，解吸率已经达到 93.33%±3.06%，随后在 2 h 达到了 97.26%±1.88%，3.5 h 时达到最高值 98.36%±1.05%，4 h 之后，PCf 浓度趋于平缓，选择 2 h 为解吸时间较为理想。

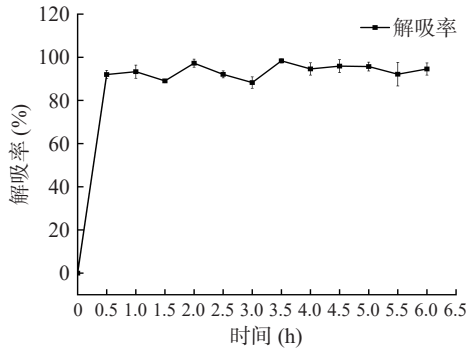


图 3 大孔树脂静态解吸曲线

Fig.3 Static desorption curve of macroporous resin

2.5 大孔树脂静态单因素实验

2.5.1 pH 对 HPD-500 大孔树脂吸附效果的影响 溶液的 pH 对大孔树脂的吸附能力有显著影响，图 4 为不同 pH 对吸附能力的影响。从图 3 可知，随着 pH 的增加，大孔树脂对 PCf 的吸附能力逐渐减小。在当 pH=2 时，HPD-500 吸附率达到最高值 95.32%±0.59%，与其他 pH 为 4、5、6、7 的吸附率有显著的区别（P<0.05）；当 pH 超过 3 时，HPD-500 大孔树脂对黄酮的吸附率逐渐下降。当 pH 为中性时，吸附率降低至 71.14%±4.07%；推测可能因为黄酮类化合物含有酚羟基而呈现一定的酸性，在酸性条件下容易与树脂产生氢键作用，从而更易被吸附[28]。

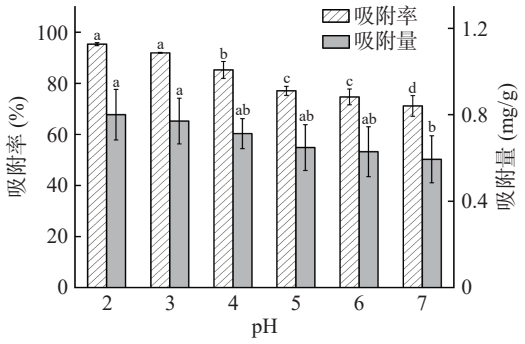


图 4 pH 对 HPD-500 大孔树脂吸附能力的影响

Fig.4 Effect of pH on the adsorption capacity of HPD-500 macroporous resin

注：不同小写字母表示显著性差异（P<0.05），相同字母表示差异不显著（P>0.05），图 5~图 8 同。

2.5.2 乙醇浓度对 HPD-500 大孔树脂解吸效果的影响 由图 5可以发现乙醇浓度从 20% 增加到 80% 时，对 PCf 的洗脱逐渐增高。当洗脱液为纯水时或者 20% 乙醇时，吸附在树脂上的黄酮类化合物不易被水和低浓度乙醇解吸[26]；洗脱效果最好的浓度为 80% 乙醇，其解吸率高达 96.23%±2.35%，与 0%~60% 及 95% 浓度的乙醇洗脱液有显著的差异（P<0.05）；当乙醇浓度为 95% 时解吸率反而下降了，可能是乙醇浓度增大，洗脱剂极性变小，溶剂分子不能和 HPD-500 树脂形成氢键作用，难以将树脂上的黄酮类化合物分子置换下来，导致黄酮类化合物不容易解吸。因此，选择乙醇浓度为 80%。

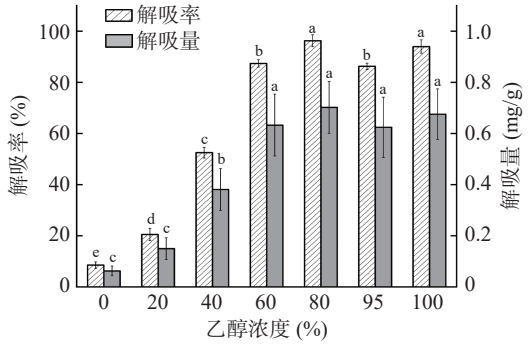


图 5 乙醇浓度对 HPD-500 大孔树脂解吸效果的影响

Fig.5 Effect of ethanol concentration on the desorption efficiency of HPD-500 macroporous resin

2.6 大孔树脂动态单因素实验

2.6.1 上样流速对 HPD-500 大孔树脂吸附效果的影响 如图 6 所示，在较低的流速下，溶液与树脂之间接触时间的延长逐渐增加吸附率。当流速为 1 mL/min 时，吸附率达到 94.12%±0.23%，流速为 5 mL/min 时，吸附率为 89.32%±0.27%。因此，控制流速可以提高吸附率。过快的流速可能导致溶液和树脂之间的接触时间不足，这导致有效成分的不完全吸附和黄酮类化合物泄漏增加，降低了吸附率和吸附量[29]。因此，流速 4 mL/min 为最佳上样流速。

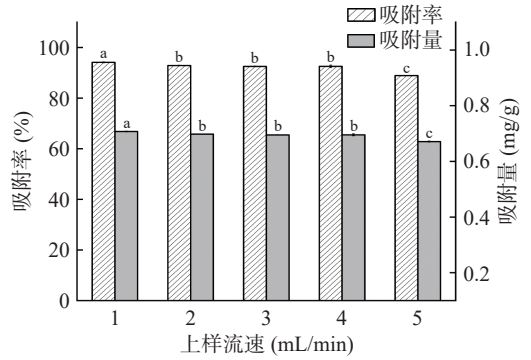


图 6 上样流速对 HPD-500 大孔树脂吸附效果的影响

Fig.6 Effect of sample loading flow rate on the adsorption performance of HPD-500 macroporous resin

2.6.2　洗脱流速对 HPD-500 大孔树脂解吸效果的影响　不同的洗脱流速下，80% 乙醇对 PCf 的洗脱率不同。据图 7 可以看出，过快或者过慢的洗脱速度都会影响树脂对 PCf 的解吸。在 3 mL/min 的流速时，洗脱效果最好，达到 79.91%±1.28%，与其他的流速有显著区别（P<0.05）。当洗脱流速过快，导致洗脱液与大孔树脂接触时间不够，无法完全将树脂上吸附的黄酮洗脱下来[30]。因此，3 mL/min 为理想的洗脱流速。

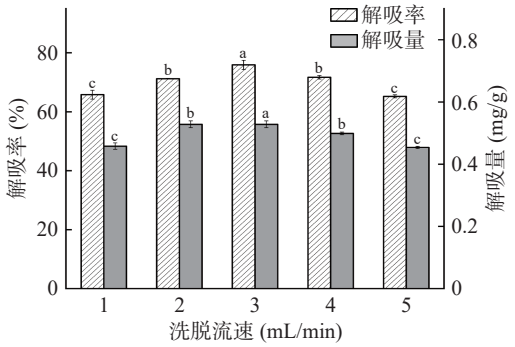


图 7　洗脱流速对 HPD-500 大孔树脂解吸效果的影响

Fig.7　Effect of elution flow rate on the desorption efficiency of HPD-500 macroporous resin

2.6.3　洗脱剂用量对 HPD-500 大孔树脂解吸效果的影响　根据图 8 可以发现上样液与洗脱液的比例从 1∶0.8 到 1∶1 时，大孔树脂的解吸率快速上升，随着洗脱液的用量逐渐增加，洗脱液对树脂的解吸效果也更好。当上样液和洗脱液的比例为 1∶0.8 的时候，解吸率最低，可能是因为洗脱剂的用量难以洗脱全部的黄酮。当上样液和洗脱液的比例为 1∶1.6 时，解吸率最高 94.27%±1.14%，且解吸量也达到最高，与其他洗脱体积下的解吸量有显著区别（P<0.05）。因此，选择上样液与洗脱液的体积比为 1∶1.6。

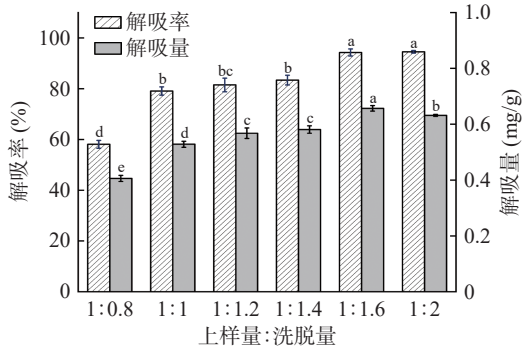


图 8　洗脱剂用量对 HPD-500 大孔树脂解吸效果的影响

Fig.8　Effect of ethanol volume on the desorption efficiency of HPD-500 macroporous resin

2.6.4　动态解吸曲线　根据以上单因素所得出的最佳条件，测定动态下的解吸曲线。图 9 为动态解吸曲线，可以发现，解吸峰在 12 管之后开始出现，30 管之后趋于平缓，为了使纯化后 PCf 的纯度更高，因此选择 12~30 管进行收集，减压浓缩后进行冻干。

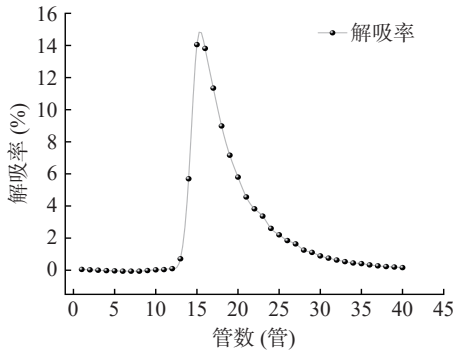


图 9　动态解吸曲线

Fig.9　Dynamic desorption curve

2.7　PCf 纯化前后的黄酮和还原糖含量测定

经 HPD-500 大孔树脂纯化后，PCf 总黄酮和还原糖含量的变化。纯化后的 PCf 的总黄酮含量显著增加（P<0.05）从 48.49±0.91 mg RE/g DW 增加到 132.2±9.62 mgRE/g DW，提高了约 3 倍，与周红艳等[31] 提取纯化瓯柑果皮类黄酮纯度提高 3.07 倍的结果接近，王狄等[32] 利用超声提取并用大孔树脂分离纯化番茄渣的总黄酮，其总黄酮含量从 7.35 mg/g 提升至 53.5 mg/g，相比较之下，陈皮总黄酮含量更高；其还原糖含量显著下降（P<0.05）从 239.06±1.37 mg GE/g DW 降低到 6.36±0.07 mg GE/g DW，展示出良好的脱糖效果，纯化前后的含量表现出显著差异性。

2.8　纯化后 PCf 的红外光谱

利用傅里叶红外光谱对纯化后的 PCf 进行扫描，可以对 PCf 的化学键成分进行初步鉴定。如图 10 所示，在 3407.1526 cm^{-1} 处的吸收峰是黄酮类物质中酚羟基的伸缩振动峰，信号强说明羟基数目较多[33]，在 2028.815 cm^{-1} 处的吸收峰是 C-H 的伸缩振动，在 1639.1245 cm^{-1} 处的吸收峰 C=C 的伸缩振动，属于黄酮醇。1000~1200 cm^{-1} 的区域内为 C-O 伸缩产生的振动，黄酮苷通常显示出糖基与黄酮骨架之间的连接带来的特征振动[34]。综上可知，纯化后的 PCf 具有黄酮基本骨架，初步鉴定纯化后的 PCf 属于黄酮类化合物。

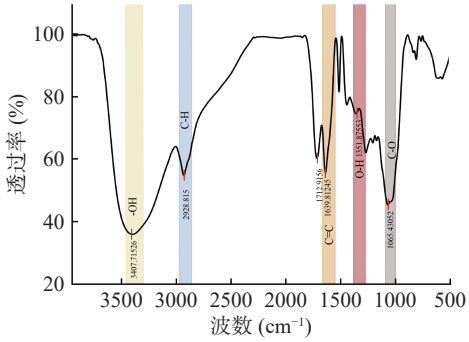


图 10　纯化后 PCf 的红外光谱

Fig.10　Infrared spectra of purified PCf

2.9　抗氧化、降血糖活性评价

ABTS⁺自由基、DPPH 自由基清除能力和铁离

子还原能力来检验 PCf 的抗氧化效果，α-葡萄糖苷酶抑制率常用来表征体外降血糖活性，PCf 的抗氧化和降血糖活性如图 11 所示。由图 11 可得，在 0.1~0.5 mg/mL 的浓度范围内，随着浓度的提升，PCf 对 $ABTS^+$自由基和 DPPH 自由基的清除率也在增加。纯化后的 PCf 对 $ABTS^+$自由基的清除率比纯化前的 PCf 有大幅度提升，且在 0.5 mg/mL 的浓度与 V_C 差距较小，可达到 93.75%±0.82%。纯化前后的 IC_{50} 值分别是 0.18±0.01 mg/mL 和 0.10±0.01 mg/mL。

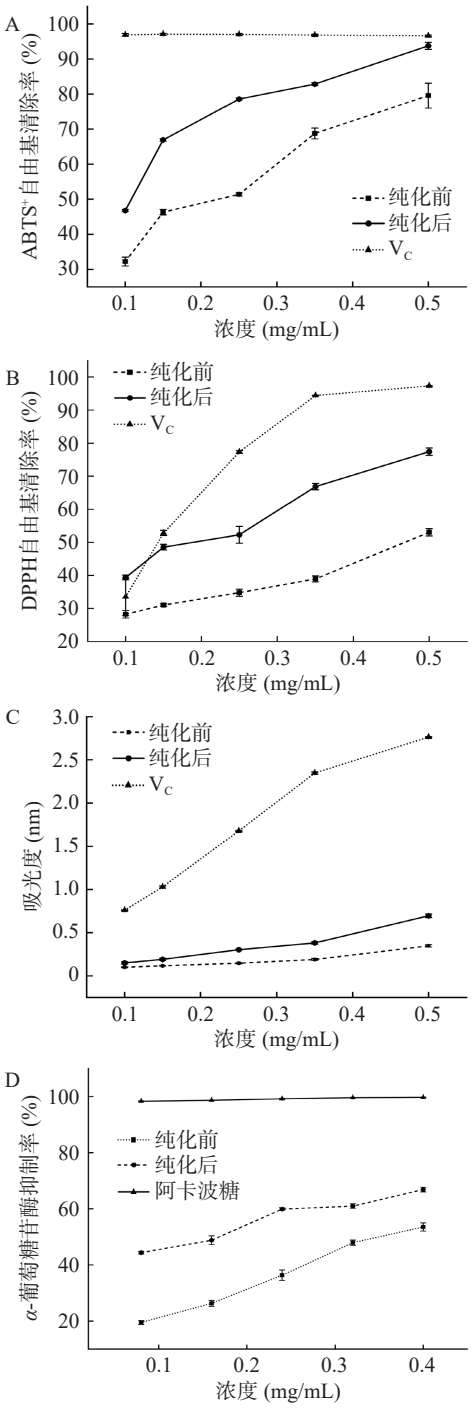


图 11 PCf 的抗氧化活性和抑制 α-葡萄糖苷酶活性

Fig.11 Antioxidant and α-glucosidase inhibitory activities of PCf

注：A. $ABTS^+$自由基清除活性；B. DPPH 自由基清除活性；C. 铁离子还原能力；D. α-葡萄糖苷酶的抑制活性。

纯化后的 PCf 明显比纯化前的 PCf 清除率更强。黄芪茎叶的总黄酮 $IC_{50\ ABTS}$ 值 0.69 mg/mL 和菜芙蓉花黄酮的 $IC_{50\ ABTS}$ 值 0.018 mg/mL[35−36]，PCf 显示出更强的 $ABTS^+$自由基清除率。

在 0.5 mg/mL 的浓度时，纯化前的 PCf 对 DPPH 自由基清除率为 53.04%±0.01%，沈晓静等[37] 提取的咖啡叶总黄酮对 DPPH 自由基的清除率在 0.5 mg/mL 的浓度下为 59.44%，两者较为接近。张贵川等[38] 采用 AB-8 纯化后的大蓟总黄酮的 $IC_{50\ DPPH}$ 值为 0.58 mg/mL，大于纯化后 PCf 的 $IC_{50\ DPPH}$ 为 0.19±0.01 mg/mL，相比之下 PCf 有更好的效果。

利用吸光度来反映纯化前后 PCf 对铁离子还原能力，在 0.1~0.5 mg/mL 的浓度范围内，随着浓度的增加，纯化前后的 PCf 对铁离子的还原能力也逐渐增加，在 0.5 mg/mL 时纯化后 PCf 的还原力是纯化前的 2 倍，与青皮无花果对铁离子的还原能力相当[39]。基于先前的报道，黄酮具有良好的抗氧化活性，本结果与之相符合[40]。因此，椪柑陈皮的抗氧化活性具有一定的研究意义。

由图 11D 可以看出纯化后的 PCf 比纯化前的 PCf 对 α-葡萄糖苷酶呈现出更强的抑制效果。在 0.04~0.4 mg/mL 的浓度范围内，陈皮总黄酮对 α-葡萄糖苷酶的抑制率随着浓度上升而上升，在 0.4 mg/mL 时，纯化后的总黄酮对 α-葡萄糖苷酶的抑制率达到 66.84%±0.67%，纯化前后的 IC_{50} 值分别为 0.27±0.01 mg/mL 和 0.13±0.01 mg/mL，比黑青稞麸皮多酚的（IC_{50} 0.52±0.03 mg/mL）的效果更好[41]，表明 PCf 对 α-葡萄糖苷酶是具有一定的抑制作用。

3 结论

本研究发现 HPD-500 大孔树脂适合分离纯化 PCf，准二级动力学模型 R^2 值最高为 0.9997，最能反映 HPD-500 对 PCf 的吸附过程。当 pH 为 2，上样流速为 4 mL/min，洗脱流速为 3 mL/min，洗脱浓度乙醇浓度为 80%，PCf 含量最高，提高了约 3 倍，表明该工艺条件效果可行，可以用于富集 PCf，同时可为后续开展椪柑陈皮总黄酮功能鉴定和结构解析等研究提供技术基础。

体外活性表明，纯化后的 PCf 对 $ABTS^+$、DPPH 自由基清除能力，铁离子还原能力都有良好的效果，对于 α-葡萄糖苷酶也具有抑制活性，结果表明 PCf 具有良好的抗氧化和降血糖应用潜力，可以为后续更加深入研究椪柑陈皮的活性提供理论依据，该研究可为椪柑陈皮的开发利用提供一定的参考价值。后续研究可以增加不同陈化年份的椪柑陈皮黄酮类化合物的变化以及生物活性，黄酮单体物质与活性之间的关系，探究椪柑陈皮的生物活性及增加其附加值。

© The Author(s) 2026. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

参考文献

［1］地理标志质押授信让“资源”变“资产”——以“衢州椪柑”为例的探索与思考[J]. 中国合作经济, 2024(3): 65−67. ［Geographical indication (GI) collateralized credit: transforming resources into assets-an exploration and reflection on Quzhou Ponkan [J]. China Co-operation Economy, 2024(3): 65−67. ］

［2］高蓓. 广陈皮黄酮类化合物和挥发油成分及其活性研究[D]. 武汉：华中农业大学, 2011. ［GAO B. Studies on components identifcation and biological activitiesof flavonoids and essential oils in PCR ‘Chachi’ peels[D]. Wuhan: Huazhong Agricultural University, 2011. ］

［3］CHEN S H, CHEN Z Y, O'NEILL ROTHENBERG D, et al. Short-term steaming during processing impacts the quality of *Citri reticulatae* ‘Chachi’ peel[J]. Food Chemistry, 2024, 447: 138964.

［4］CHEN L H, XIAO G S, XU Y J, et al. Effects of aging on the bioactive flavonoids and fungal diversity of Pericarpium Citri Reticulatae (*Citrus reticulata* ‘Chachi’)[J]. LWT, 2024, 200: 116135.

［5］朱泰霖, 王慧心, 陈杰标, 等. 不同品种柑橘果实的类黄酮分离纯化及其抗氧化活性研究[J]. 浙江大学学报(农业与生命科学版), 2021, 47(6): 704−718. ［ZHU T L, WANG H X, CHEN J B, et al. Separation and purification of flavonoids from different citrus fruits and their antioxidant activities[J]. Journal of Zhejiang University (Agriculture and Life Sciences), 2021, 47(6): 704−718. ］

［6］WANG Y, LIU X J, CHEN J B, et al. Citrus flavonoids and their antioxidant evaluation[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2022, 62(14): 3833−3854.

［7］GAO Z, WANG Z Y, GUO Y, et al. Enrichment of polymethoxyflavones from *Citrus reticulata* ‘Chachi’ peels and their hypolipidemic effect[J]. Journal of Chromatography B, 2019, 1124: 226−232.

［8］ZHAO C Y, WANG F, LIAN Y H, et al. Biosynthesis of citrus flavonoids and their health effects[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2020, 60(4): 566−583.

［9］ZHU C Q, CHEN J B, ZHAO C N, et al. Advances in extraction and purification of citrus flavonoids[J]. Food Frontiers, 2023, 4: 750−781.

［10］穆莎茉莉, 袁晓霞, 李国瑞, 等. 蓖麻叶总黄酮纯化工艺优化及抗氧化研究[J]. 内蒙古民族大学学报(自然科学版), 2023, 38(6): 519−523. ［MU S M L, YUAN X X, LI G R, et al. Study on purification and antioxidant activity of total flavonoids from castor leaves[J]. Journal of Inner Mongolia Minzu University (Natural Sciences Edition), 2023, 38(6): 519−523. ］

［11］朱成成, 隋世有, 魏文毅, 等. 微滤联合大孔树脂纯化蓝莓果脯糖浆中花色苷的工艺优化[J]. 食品工业科技, 2024, 45(9): 177−185. ［ZHU C C, SUI S Y, WEI W Y, et al. Purification of anthocyanin from Blueberry candied syrup by microfiltration combined with macroporous resin[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(9): 177−185. ］

［12］杜国军, 洪婉婷, 李占锋, 等. 大孔树脂吸附法纯化酸枣仁总黄酮的工艺研究[J]. 中国调味品, 2024, 49(1): 100−106. ［DU G J, HONG W T, LI Z F, et al. Study on purification process of total flavonoids from *Ziziphi spinosae* Semen by macroporous resin adsorption method[J]. China Condiment, 2024, 49(1): 100−106. ］

［13］陈叶廷, 刘丹, 朱建国, 等. 银杏中总黄酮不同提取方法比较及含量测定研究[J]. 山东化工, 2024, 53(21): 28−31. ［CHEN Y T, LIU D, ZHU J G, et al. Comparison of different extraction methods and content determination of total flavonoids in *Ginkgo Biloba*[J]. Shandong Chemical Industry, 2024, 53(21): 28−31. ］

［14］张慧静, 陆胜民, 朱卫东, 等. 应用多成分定量结合化学计量学分析评价不同陈化时长椪柑陈皮质量[J]. 食品工业科技, 2023, 44(24): 23−33. ［ZHANG H J, LU S M, ZHU W D, et al. Applying multi-component quantitative analyses combined with-chemometric analyses to evaluate the quality of Ponkan Chenpi withdifferent aging durations[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(24): 23−33. ］

［15］曹艳, 金佳秀, 巩卫琪, 等. 大孔树脂法纯化覆盆子中黄酮化合物[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(7): 2137−2143. ［CAO Y, JIN X J, GONG W Q, et al. Purification of flavonoids from *Rubus chingii* Hu extraction by macroporous resin[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(7): 2137−2143. ］

［16］YANG Y H, LIANG Q M, ZHANG B, et al. Adsorption and desorption characteristics of flavonoids from white tea using macroporous adsorption resin[J]. Journal of Chromatography A, 2024, 1715: 464621.

［17］恽含, 于溪, 李芳菲, 等. 超声辅助低共熔溶剂提取黑玉米芯多糖及其抑制 α-糖苷酶活性分析[J]. 食品工业科技, 2025, 46(14): 153−162. ［YUN H, YU X, LI F F, et al. Extraction of polysaccharides from black corncob using ultrasonic-assisted deep eutectic solvent and its activity in inhibiting α-glycosidase[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(14): 153−162. ］

［18］叶佳丰, 马晶菁, 张雨瑞, 等. 油茶蒲总黄酮大孔吸附树脂纯化工艺优化及其体外抗氧化、抗炎活性[J/OL]. 食品工业科技1−20[2025-03-27].https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024040151. ［YE J F, MA J Q, ZHANG Y R, et al. Purification process and antioxidant, anti-inflammatory activities of total flavonoids from *Camellia oleifera* with macroporous adsorption resin[J/OL]. Science and Technology of Food Industry, 1−20[2025-03-27]. https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024040151. ］

［19］杨永涛. 罗布麻总黄酮的提取、分离纯化及其抗氧化性能研究[D]. 广州：华南理工大学, 2018. ［YANG Y T. Study on extraction, purification and antioxidant activityof total flavonoids from *Apocynum venetum*[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2018. ］

［20］韩益, 侯秋月, 余建军, 等. 超声辅助低共熔溶剂提取海带多糖工艺优化及其抗氧化活性[J]. 食品研究与开发, 2024, 45(22): 94−101. ［HAN Y, HOU Q Y, YU J J, et al. Optimization of ultrasonic-assisted eutectic solvent extraction of kelp polysaccharides and its antioxidant activity[J]. Food Research and Development, 2024, 45(22): 94−101. ］

［21］KARIM M R, ISLAM M S, SARKAR S M, et al. Anti-amylolytic activity of fresh and cooked okra (*Hibiscus esculentus* L.) pod extract[J]. Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, 2014, 3(4): 373−377.

［22］YANG H L, CHEN S C, SENTHIL KUMAR K J, et al. Antioxidant and anti-inflammatory potential of hesperetin metabolites obtained from hesperetin-administered rat serum: an *ex-vivo* approach[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2012, 60(1): 522−532.

［23］WALLE T. Methoxylated flavones, a superior cancer chemopreventive flavonoid subclass[J]. Seminars in Cancer Biology, 2007, 17(5): 354−362.

［24］CZECH A, MALIK A, SOSNOWSKA B, et al. Bioactive substances, heavy metals, and antioxidant activity in whole fruit, peel, and pulp of citrus fruits[J]. International Journal of Food Science, 2021, 2021(1): 6662259.

［25］HOU M Y, HU W Z, XIU Z L, et al. Preparative purification of total flavonoids from *Sophora tonkinensis* Gagnep. by macrop-

orous resin column chromatography and comparative analysis of flavonoid profiles by HPLC-PAD[J]. Molecules, 2019, 24(17): 3200.
[26] WU S H, WANG Y Y, GONG G L, et al. Adsorption and desorption properties of macroporous resins for flavonoids from the extract of Chinese wolfberry (*Lycium barbarum* L.)[J]. Food and Bioproducts Processing, 2015, 93: 148−155.
[27] SHIN H S, KIM J H. Isotherm, kinetic and thermodynamic characteristics of adsorption of paclitaxel onto Diaion HP-20[J]. Process Biochemistry, 2016, 51(7): 917−924.
[28] WANG X H, WANG J P. Ultrasonic-assisted extraction and enrichment of the flavonoids from *Salicornia europaea* leaves using macroporous resins and response surface methodology[J]. Chemical Papers, 2023, 77(5): 2769−2781.
[29] ZHAN J J, LIANG Z J, LI J, et al. Pulsed electric field - ultrasonic assisted extraction combined with macroporous resin for the preparation of flavonoids from Pericarpium Citri Reticulatae[J]. Journal of Food Processing & Preservation, 2022, 46(10).
[30] ZHANG X Y, WANG R T, ZHAO Y Y, et al. Separation and purification of flavonoids from polygonum cuspidatum using macroporous adsorption resin[J]. Pigment & Resin Technology, 2021, 50(6): 574−584.
[31] 周红艳, 陆胜民, 李彦坡, 等. 瓯柑果皮类黄酮提取纯化及其功能活性评价[J]. 食品科技, 2024, 49(8): 228−237. [ZHOU H Y, LU S M, LI Y P, et al. Extraction and purification processes of flavonoids from ougan (*Citrus suavissima* Hort. Ex Tanak) peel and its biological activity evaluation[J]. Food Science and Technology, 2024, 49(8): 228−237.]
[32] 王狄, 王繁瑞, 崔海滨, 等. 响应面优化番茄皮渣总黄酮的提取工艺与抗氧化活性评价[J]. 食品工业, 2024, 45(7): 43−47. [WANG D, WANG F R, CUI H B, et al. Optimization of extraction process and antioxidant activity of total flavonoids from tomato pomace by response surface methodology[J]. The Food Industry, 2024, 45(7): 43−47.]
[33] 孙岩, 郭庆兴, 童群义. 油菜蜂花粉黄酮体外降糖活性研究[J]. 食品工业科技, 2015, 36(12): 122−126. [SUN Y, GUO Q X, TONG Q Y, et al. Study on hypoglycemic activities of flavonoids of *Brassica napus* L. bee pollen *in vitro*[J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(12): 122−126.]
[34] 林烨欣, 阎光宇, 王雅茹, 等. 蛹虫草可溶性 β-葡聚糖的分离纯化、结构表征及降血糖活性[J]. 食品工业科技, 2025, 46(2): 55−63. [LIN Y X, YAN G Y, WANG Y R, et al. Isolation and purification, structural characterization, hypoglycemic activity of soluble β-glucan from *Cordyceps chrysanthemi*[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(2): 55−63.]
[35] 郭丽丽, 李小兰, 高欣缘, 等. 黄芪茎叶总黄酮的超声辅助双水相提取工艺优化及其抗氧化活性[J]. 食品研究与开发, 2025, 46(5): 94−101. [GUO L L, LI X L, GAO X Y, et al. Optimization of ultrasonic-assisted aqueous two-phase extraction process of total flavonoids from astragalus membranaceus stems and leaves and their antioxidant activity[J]. Food Research and Development, 2025, 46(5): 94−101.]
[36] 杨胜男, 赵斗, 刘宇桂, 等. 菜芙蓉花黄酮的超声协同双水相提取、成分分析及抗氧化性[J]. 食品研究与开发, 2025, 46(5): 102−113. [YANG S N, ZHAO D, LIU Y G, et al. Ultrasound-assisted aqueous two-phase extraction of *Abelmoschus manihot* (L.) medic flower flavonoids, components analysis, and antioxidant activities[J]. Food Research and Development, 2025, 46(5): 102−113.]
[37] 沈晓静, 雷秋琳, 方国庆, 等. 咖啡叶总黄酮的提取及抗氧化活性研究[J]. 中国食品添加剂, 2024, 35(12): 1−7. [SHEN X J, LEI Q L, FANG G Q, et al. Extraction and antioxidant activity of total flavonoids from coffee leaves[J]. China Food Additives, 2024, 35(12): 1−7.]
[38] 张贵川, 黄春花, 李帅. 大孔树脂纯化大蓟总黄酮工艺优化及其纯化前后抗氧化活性比较[J]. 化学工程师, 2024, 38(8): 99−104. [ZHNAG G C, HUANG C H, LI S, et al. Purification of total flavonoids from *Cirsium japonicum* DC. with macroporous resin and comparison of antioxidant activity of crude and purified flavonoids[J]. Chemical Engineer, 2024, 38(8): 99−104.]
[39] 丁真真, 夏娜, 刘艳全, 等. 不同干燥方式对 5 种无花果干营养成分、抗氧化活性和挥发性成分的影响[J/OL]. 食品工业科技, 1−19[2025-03-28]. https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.42024080042. [DING Z Z, XIA N, LIU Y Q, et al. Effects of different drying methods on nutritional components, antioxid ant activity and volatile components of five kinds of dried figs[J/OL]. Science and Technology of Food Industry, 1−19[2025-03-28]. https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024080042.]
[40] SHEN D, LABRECHE F, WU C, et al. Ultrasound-assisted adsorption/desorption of jujube peel flavonoids using macroporous resins[J]. Food Chemistry, 2022, 368: 130800.
[41] 杨月杭, 邱爱东, 夏陈, 等. 不同酸性溶剂提取黑青稞麸皮多酚及其体外抗氧化和降血糖活性[J]. 粮食与油脂, 2025, 38(3): 34−40. [YANG Y H, QIU A D, XIA C, et al. Extraction of polyphenols from black highland barley bran with different acidic solvents and their *in vitro* antioxidant and hypoglycemic activities[J]. Cereals & Oils, 2025, 38(3): 34−40.]