

# 胡椒碱分离纯化工艺的研究

蒲立柠<sup>1,2</sup>, 柳中<sup>1,2</sup>, 陈光静<sup>1,2</sup>, 王莉莎<sup>1,2</sup>, 阚建全<sup>1,2,\*</sup>

(1.西南大学食品科学学院, 重庆 400715;

2.重庆市农产品加工及贮藏重点实验室, 重庆 400715)

**摘要:**以胡椒碱粗提物为研究对象,通过静态和动态实验,对适合分离纯化胡椒碱的大孔树脂进行筛选,确定大孔树脂分离胡椒碱的最佳工艺条件。将分离纯化的胡椒碱浓缩液进行重结晶,得到胡椒碱单体,确定最佳重结晶条件。结果表明:HPD-800大孔树脂分离纯化胡椒碱效果最好,动态实验最佳工艺参数为上样液浓度1.6mg/mL,pH自然,上样量30mL,上样流速80mL/h,洗脱液甲醇体积分数50%,pH3,体积50mL,在此条件下得到胡椒碱旋干物的纯度为82%。最佳重结晶条件为:胡椒碱浓度200mg/mL、自然pH、0℃下重结晶24h。该条件下得到的胡椒碱单体纯度≥96%,再次结晶后其纯度可达99%。

**关键词:**胡椒碱,分离纯化,大孔树脂,HPD-800,重结晶

## Separation and purification process of piperine

PU Li-ning<sup>1,2</sup>, LIU Zhong<sup>1,2</sup>, CHEN Guang-jing<sup>1,2</sup>, WANG Li-sha<sup>1,2</sup>, KAN Jian-quan<sup>1,2,\*</sup>

(1.College of Food Science, Southwest University, Chongqing 400715, China;

2.Chongqing Key Laboratory of Produce Processing and Storage, Chongqing 400715, China)

**Abstract:**Based on static and dynamic adsorption performance,HPD-800 type macroporous resin was selected as a more appropriate carrier to separate and purify piperine from crude extract of piperine by ultrasonic. Then,recrystallize the concentrated piperine solution. The optimal process parameters for dynamic adsorption and desorption were determined as follows:30mL of 1.6mg/mL samples at natural pH and 80mL/h of loading flow rate,followed by desorption with 50mL 50% methanol at pH3.0. Under this condition,the purity of piperine was 82%. The purity of piperine could reach 96% at the optimal process parameters for recrystallization: piperine concentration was 200mg/mL,natural pH,0℃ recrystallize for 24h. Recrystallize again,the purity could up to 99%.

**Key words:**piperine;separation and purification;macroporous resin;HPD-800;recrystallize

中图分类号:TS201.1

文献标识码:B

文章编号:1002-0306(2015)02-0304-05

doi:10.13386/j.issn1002-0306.2015.02.057

胡椒(*Piper nigrum*)又名白川、浮椒,是胡椒科的一种开花藤本植物。胡椒分为白胡椒和黑胡椒,是传统的香料作物,常用于食品调味和防腐。胡椒碱是胡椒主要的辛辣成分,也是胡椒主要的化学活性成分,具有免疫调节、抗氧化、抗肿瘤、抗抑郁、促进药物代谢等作用<sup>[1-8]</sup>。胡椒碱具有的功能作用使其在食品和医学领域都具有广阔的应用前景<sup>[9]</sup>。因此对胡椒碱的提取、分离、纯化、利用以及相关产品的开发都具有非常重要的意义。

胡椒碱的提取方法有酸水提取法、有机溶剂萃取法、超声萃取法以及超临界萃取法等<sup>[10-13]</sup>,但这些方法的胡椒碱提取液中常含有油脂、色素等杂质,因

此还需进一步的分离纯化得到高纯度的胡椒碱。大孔树脂是一类有机高分子聚合物吸附材料,被广泛应用于分离纯化活性成分<sup>[14-16]</sup>。研究表明超声萃取法提取胡椒碱,简单易操作且提取效果较好,本文拟采用前期已进行实验条件优化的超声萃取法萃取胡椒碱,并采用大孔树脂层析柱法和重结晶法对胡椒碱进行分离纯化<sup>[17-18]</sup>,制备高纯度的胡椒碱,确定最佳分离纯化工艺,以期对胡椒碱的开发利用提供基础实验数据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

胡椒 购于海南糖酒集团,将胡椒颗粒放入恒温鼓风干燥箱中于45℃下烘干,粉碎,60目过筛,收集胡椒粉备用;胡椒碱标准品 天津一方科技有限公司;大孔树脂D101(非极性,比表面积500~550m<sup>2</sup>/g)、D155(弱酸性,全交换容量11.2mmol/g)、HPD-800(非极性,比表面积700~750m<sup>2</sup>/g)、AB-8(弱极性,比表面积480~520m<sup>2</sup>/g) 沧州宝恩化工有限公司;其他试

收稿日期:2014-05-23

作者简介:蒲立柠(1989-),女,硕士研究生,研究方向:食品化学与营养学。

\* 通讯作者:阚建全(1965-),男,教授,研究方向:食品化学与营养学、食品生物技术、食品质量与安全。

剂 均为分析纯,为实验室常用试剂。

HH-6数显恒温水浴锅 金坛市富华仪器有限公司;KQ3200DB数控超声波清洗仪 昆山市超声仪器有限公司;DHG-9240电热恒温鼓风干燥箱 上海一恒科学仪器有限公司;RE52-98旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂;BT-200B数显恒流泵 上海泸西分析仪器有限公司;BSZ-100自动部分收集器 上海泸西分析仪器有限公司;LC-20A高效液相色谱仪 日本岛津公司。

## 1.2 实验方法

1.2.1 胡椒碱粗提物的制备 按武桂芝等<sup>[19]</sup>的方法稍作修改:准确称取一定量的胡椒粉,装入平底烧瓶,加入95%的乙醇(料液比1:4),浸泡2h后,在70℃、功率100%的条件下超声萃取80min,萃取两次,萃取结束后抽滤并收集萃取液,将萃取液浓缩至一定浓度后真空干燥,制成胡椒碱粗提物,备用,并测定粗提物中胡椒碱的含量。用适量95%乙醇溶解胡椒碱粗提物得到不同浓度的胡椒碱溶液待用。

1.2.2 大孔树脂的预处理 用95%乙醇浸泡处理24h后,先抽滤,然后用95%乙醇淋洗至220nm波长处无吸收峰,再用蒸馏水洗尽乙醇。接着用5倍体积的5% HCl溶液浸泡5h后,用蒸馏水洗至pH为7,再用5倍体积的5% NaOH浸泡5h后,用蒸馏水洗至中性,备用<sup>[20]</sup>。

1.2.3 大孔树脂种类的筛选 以吸附率、解析率、回收率为指标<sup>[21]</sup>,比较D101、D155、HPD-800、AB-8四种大孔树脂对胡椒碱的分离纯化效果。向100mL锡箔纸包裹的具塞三角瓶中分别加入预处理好的大孔树脂3g和浓度为 $A_1$ 的胡椒碱溶液20mL,密封避光并振荡(振荡速率为150r/min)吸附12h后取出过滤,测定滤液中胡椒碱浓度 $A_2$ 。再将过滤后的大孔树脂重新置于100mL具塞三角瓶中,加入pH为3.0的50%甲醇溶液20mL,相同条件下振荡 12h后取出过滤,测定滤液中胡椒碱浓度 $A_3$ ,按式(1)、式(2)、式(3)计算吸附率、解析率和回收率。

$$\text{吸附率}(\%) = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \times 100 \quad \text{式(1)}$$

$$\text{解析率}(\%) = \frac{A_3 \times V_2}{(A_1 - A_2) \times V_1} \times 100 \quad \text{式(2)}$$

$$\text{回收率}(\%) = \frac{A_3 \times V_2}{A_1 \times V_1} \times 100 \quad \text{式(3)}$$

式中: $A_1$ 为初始液中胡椒碱的质量浓度(mg/mL); $A_2$ 为吸附液中胡椒碱的质量浓度(mg/mL); $A_3$ 为解析液中胡椒碱的质量浓度(mg/mL); $V_1$ 为初始胡椒碱溶液体积(mL); $V_2$ 为甲醇溶液体积(mL)。

1.2.4 大孔树脂静态吸附-解吸条件研究 按1.2.3节进行静态吸附-解析:向100mL锡箔纸包裹的具塞三角瓶中分别加入预处理好的大孔树脂3g和不同浓度的胡椒碱溶液20mL,以吸附率为指标,固定50%甲醇溶液为洗脱液、洗脱液pH3.0、洗脱液体积20mL等因素,分别考察胡椒碱溶液浓度、胡椒碱溶液pH对HPD-800大孔树脂吸附性能的影响,确定最佳吸附条件。固定胡椒碱溶液浓度1.6mg/mL、pH自然、洗脱液体积20mL等因素,以不同pH的50%甲醇溶液进

行洗脱,以解析率<sup>[22]</sup>为指标,确定甲醇溶液最佳解析pH。

1.2.5 大孔树脂动态吸附-解吸条件研究 通过静态吸附-解吸实验确定了大孔树脂纯化胡椒碱的最佳上样液浓度为1.6mg/mL、上样液pH自然和甲醇洗脱液的pH为3,在此基础上,设定上样量30mL、上样流速为80mL/h、甲醇洗脱液体积分数50%、洗脱液体积为50mL,以吸附率为指标<sup>[23]</sup>,固定上述因素,研究上样流速对HPD-800大孔树脂吸附效果的影响,以解析率为指标,研究洗脱液体积对大孔树脂解析效果的影响。在层析柱(1.6cm×20cm)中装满预处理好的HPD-800大孔树脂(有效柱高16cm),湿法上柱<sup>[24]</sup>,将30mL一定浓度的胡椒碱溶液以一定流速流经层析柱,用自动部分收集器以每5mL收集过柱液,测定过柱液中胡椒碱含量,计算吸附率。然后用pH为3.0的50%甲醇洗脱,用自动部分收集器以每5mL收集洗脱液,测定洗脱液中胡椒碱含量,计算解析率。

1.2.6 重结晶法制备胡椒碱单体 将经过大孔树脂纯化的胡椒碱溶液浓缩至一定浓度(141.367mg/mL),取不同浓度的胡椒碱浓缩液100mL于250mL的三角瓶中,以甲醇/水为溶剂,采用均相结晶得到胡椒碱晶体,抽滤烘干,并观察晶体的形态、大小、颜色,按式(4)计算胡椒碱提取率。设定胡椒碱浓度141.367mg/mL、pH自然、温度0℃、时间24h,固定其他因素,以晶体产量和胡椒碱结晶率为指标,分别研究胡椒碱浓度、pH、结晶温度、结晶时间对胡椒碱结晶的影响<sup>[25]</sup>。

$$\text{胡椒碱结晶率}(\%) = \frac{M_2}{C \times V} \times 100 \quad \text{式(4)}$$

式中: $M_2$ 为胡椒碱晶体质量(mg); $C$ 为结晶液中胡椒碱的质量浓度(mg/mL); $V$ 为结晶液体积(mL)。

1.2.7 分析方法 采用高效液相色谱法(HPLC)测定胡椒碱含量<sup>[26]</sup>。

1.2.8 数据处理方法 所有实验数据取三次重复实验的平均值,采用Origin 8作图,统计软件DPS 9.5进行统计分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 胡椒碱标准色谱图

HPLC测定胡椒碱含量的标准色谱图见图1,HPLC测定胡椒碱含量的标准曲线为 $y=0.00004x-2.1061$

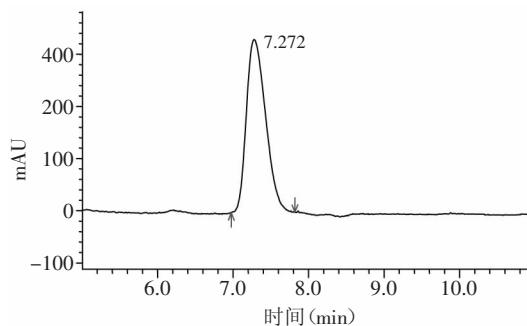


图1 HPLC测定胡椒碱含量标准色谱图

Fig.1 The standard chromatogram of HPLC determination of pepper alkali content

( $R^2=0.9995$ ), 在0.20~1.00mg/L范围内线性关系良好。

## 2.2 分离胡椒碱的最适大孔树脂的筛选结果

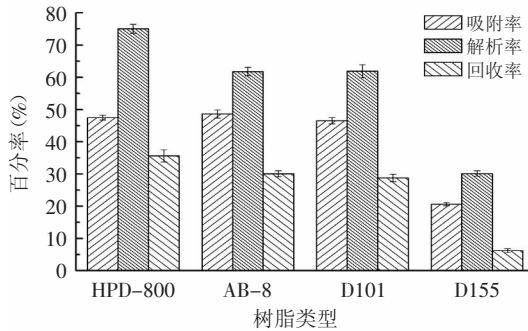


图2 不同树脂对胡椒碱作用效果的影响

Fig.2 The effect of different types of resin on the piperine

从图2可以看出,4种大孔树脂按其吸附率的大小排列为AB-8>HPD-800>D101>D155,解析率的大小排列为HPD-800>D101>AB-8>D155,回收率的大小排列为HPD-800>AB-8>D101>D155,尽管AB-8的吸附率为48.59%,稍大于HPD-800的吸附率47.47%,但其解析率和回收率均明显小于HPD-800。故综合考虑,选用HPD-800作为分离纯化胡椒碱的树脂。

## 2.3 大孔树脂静态吸附-解吸工艺实验

### 2.3.1 胡椒碱浓度对HPD-800大孔树脂吸附的影响

由图3可知,随着胡椒碱浓度的增大,大孔树脂的吸附率呈现先升高后降低的趋势,当胡椒碱浓度为1.6mg/mL时,大孔树脂对胡椒碱的吸附率达到最大,此时吸附率为47.2%。当胡椒碱浓度大于1.6mg/mL时,随着胡椒碱浓度的增大,吸附率呈下降趋势,由此可见1.6mg/mL是该大孔树脂静态吸附的饱和和质量浓度。

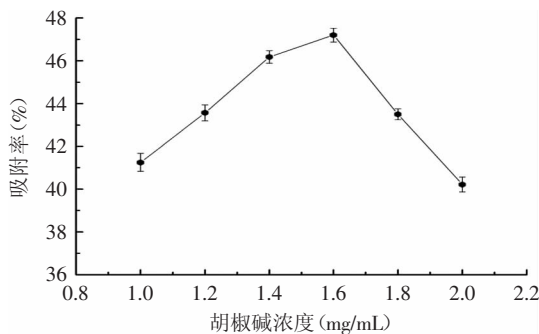


图3 胡椒碱浓度对树脂吸附的影响

Fig.3 The effect of concentration of piperine on adsorption of the resin

### 2.3.2 胡椒碱溶液pH对HPD-800大孔树脂吸附的影响

由图4可以看出,随着pH的增加,大孔树脂的吸附率呈现先升高后降低的趋势,当胡椒碱溶液pH不做改变时,即自然pH为5.91时,大孔树脂对胡椒碱的吸附率达到最大,为48.92%。当pH大于其自然pH后,随着pH的增大,吸附率呈下降趋势,可能是由于pH增大以后,溶液中形成了一些不利于吸附的盐类物质,影响了大孔树脂的吸附效果。

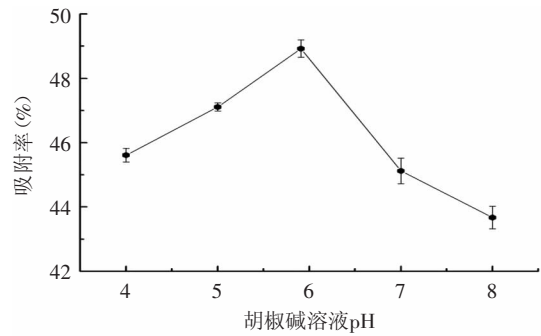


图4 胡椒碱溶液pH对树脂吸附的影响

Fig.4 The effect of the pH of piperine on adsorption of the resin

### 2.3.3 甲醇溶液pH对HPD-800大孔树脂解析效果的影响

由图5可以看出,随着甲醇洗脱溶液pH的增大,大孔树脂的解析率呈现先升高后降低的趋势,当pH为3时,其解析率达到最大,为92.32%。当pH大于3以后,随着pH的增大,解析率呈下降趋势。这可能是由于胡椒碱在不同pH的甲醇洗脱液中的溶解度不同。

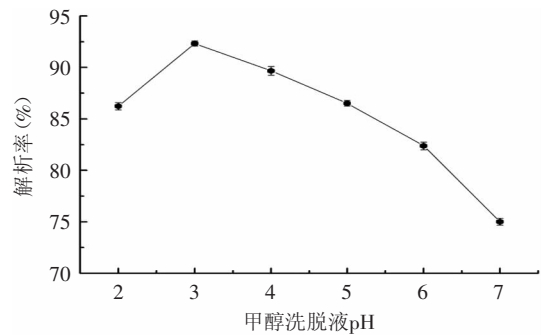


图5 甲醇洗脱液pH对洗脱效果的影响

Fig.5 The effect of different eluent pH on the elution

## 2.4 大孔树脂动态吸附-解吸工艺实验

### 2.4.1 上柱液流速对HPD-800大孔树脂吸附的影响

从图6可以看出,随着上柱液流速的增大,吸附率降低。上柱流速为40mL/h时,其吸附率高于其他3个流速的吸附率,结果表明上柱液流速越慢,大孔树脂的吸附效果越好,可能是因为树脂的吸附需要接触和扩散的过程,若流速太快,树脂还未充分吸收,上柱液就流出层析柱了。由图6可知,流速为80mL/h

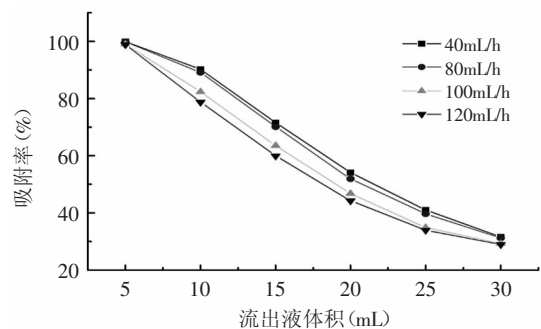


图6 上柱液流速对树脂吸附的影响

Fig.6 The effect of the column flow rate on adsorption of the resin

时,其吸附率略低于40mL/h,但却明显高于其他2个流速的吸附率( $p < 0.05$ ),综合考虑,采用80mL/h流速过柱。

2.4.2 洗脱液体积对HPD-800大孔树脂解析效果的影响 由图7可以看出,胡椒碱主要存在于10~50mL洗脱液中。当洗脱液体积大于50mL时,胡椒碱已基本洗脱完全,故洗脱液中胡椒碱含量很低。因此,收集10~50mL洗脱液,用旋转蒸发器挥发掉有机溶剂,测得旋干物中胡椒碱的纯度由粗提物的44%上升到82%。

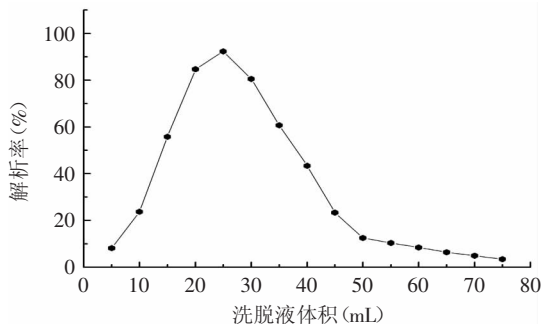


图7 洗脱液体积对树脂解析效果的影响

Fig.7 The effect of eluent volume on the analytical resin

## 2.5 重结晶法纯化胡椒碱实验

2.5.1 胡椒碱浓度的确定 由表1可知,胡椒碱浓度只有在130~200mg/mL时才能结晶并得到晶体,且随着胡椒碱浓度的增大,胡椒碱晶体产量和结晶率均呈上升趋势,当胡椒碱浓度在230mg/mL时,无晶体析出,且有胡椒油树脂沉淀凝结。所以综合考虑,胡椒碱浓度在200mg/mL左右较适宜。

表1 不同胡椒碱浓度对结晶的影响

Table 1 The effect of different concentration of piperine on the crystallization

胡椒碱浓度 (mg/mL)	晶体形态	晶体产量(g)	结晶率 (%)
100	无晶体形成	/	/
130	颗粒状、多、细、白色	3.255±0.177	25.04±0.012
150	棱状、短、粗、白色	4.234±0.337	28.23±0.024
200	棱状、短、粗、白色	5.896±0.118	29.48±0.008
230	无晶体析出,有胡椒油树脂沉淀凝结		

2.5.2 重结晶温度的确定 由表2可知,胡椒碱在不同结晶温度下会产生三种明显的晶体形态,而这三种晶体形态中以棱状晶体最好,其晶体形态呈短、粗、大,所以结晶温度以0℃最佳。

2.5.3 重结晶时间的确定 由表3可以看出,结晶时间越长对结晶越有利,但结晶时间越长,胡椒碱晶体产量和结晶率的增加量逐渐变缓,且结晶时间的延长也会增加工业生产的成本,所以结晶时间在24h左右最好。

2.5.4 重结晶pH的确定 由表4可知,当胡椒碱溶液pH增大或减小时,胡椒碱晶体产量和结晶率均降

表2 不同结晶温度对结晶的影响

Table 2 The effect of different crystallization temperature on the crystallization

结晶温度 (°C)	晶体形态	晶体产量(g)	结晶率 (%)
18	颗粒状、多、细、白色	2.184±0.084	15.45±0.006
5	颗粒状、多、白色	4.145±0.126	29.32±0.009
0	棱状、短、粗、白色	3.974±0.148	28.11±0.011
-18	针状、长、尖、细、白色	3.673±0.237	25.98±0.017

表3 不同结晶时间对结晶的影响

Table 3 The effect of different crystallization time on the crystallization

结晶时间 (h)	晶体形态	晶体产量(g)	结晶率 (%)
8	棱状、短、粗、白色	2.325±0.154	16.45±0.011
12	棱状、短、粗、白色	3.516±0.171	24.87±0.012
20	棱状、短、粗、白色	3.856±0.123	27.28±0.009
24	棱状、短、粗、白色	3.991±0.087	28.23±0.006

表4 不同pH对结晶的影响

Table 4 The effect of different pH on the crystallization

pH	晶体形态	晶体产量(g)	结晶率 (%)
5	棱状、短、粗、白色	3.927±0.130	27.78±0.009
5.89(原液)	棱状、短、粗、白色	3.987±0.204	28.20±0.014
7	棱状、短、粗、白色	3.629±0.307	25.67±0.022
8	棱状、短、粗、白色	2.636±0.159	18.65±0.011

低,当其pH不做改变时,胡椒碱的结晶率最高,所以结晶时胡椒碱溶液的pH保持自然。

在结晶过程中,采用不同结晶条件时其晶体形态略有不同,分别有针状、棱状和颗粒状三种,其晶体大小也有差异。以上实验结果表明,纯化胡椒碱的最佳结晶条件为结晶时间24h,结晶温度0℃,pH自然,胡椒碱浓度200mg/mL,该条件下得到的胡椒碱晶体为白色棱状,此时胡椒碱纯度 $\geq 96\%$ ,该晶体经第二次重结晶其纯度可达99%。另外,在实验过程中发现,若结晶温度采用先在5℃下结晶24h,再在0℃下结晶24h,则胡椒碱晶体会产生相互凝结核现象,更加有利于晶体的分离,且结晶率比单一温度下有所增加,可达32.12%。

## 3 结论

3.1 通过静态吸附-解吸实验表明,HPD-800型大孔树脂效果最好,通过动态吸附-解析实验得到HPD-800型大孔树脂分离胡椒碱的最佳工艺条件为:上柱液浓度1.6mg/mL,上柱液pH自然,上柱液体积30mL,上柱液流速80mL/h,50%甲醇洗脱液pH为3,洗脱液体积50mL,解析液的最佳旋干物中胡椒碱纯度为82%。

3.2 重结晶法纯化胡椒碱时,其最佳结晶条件为结晶时间24h,结晶温度0℃,自然pH,胡椒碱浓度200mg/mL,此条件下,得到的胡椒碱晶体为白色棱

(下转第354页)

- [9] 任宝生. 台蘑的驯化栽培及其产业化开发[J]. 山西林业科技, 2007(4):42-43.
- [10] 荣福熊, 靳洪顺, 刘波. 山西五台山地区大型真菌调查报告(一)[J]. 山西大学学报, 1984(1):81-89.
- [11] 常鼎然, 吴欣仪. 五台山杯菌营养成分分析[J]. 山西农业大学报:自然科学版, 2011, 31(3):250-252.
- [12] 姜萍萍, 韩焯. 五种食用菌氨基酸含量的测定及营养评价[J]. 氨基酸和生物资源, 2009, 31(2):67-71.
- [13] BANO Z, Rajarathram S. Pleurotus mushroom as a nutrition food[M]. In: Tropical mushroom: biological nature and cultivation methods. Hong Kong: The Chinese University Press, 1982:363-380.
- [14] FAO Food Policy and Food Sci Serv. Div. FAO. No.24

- Amino acid content of foods and biological data on proteins[S]. Rome: Nutr Stud, 1970:5-6.
- [15] 朱圣陶, 吴坤. 蛋白质营养评价-氨基酸比值系数法[J]. 营养学报, 1988, 10(2):187-190.
- [16] Pellet P I, Young VR. Nutritional Evaluation of Protein Foods[M]. Tokyo: The United National University Publishing Company, 1980.
- [17] Oser B L. Method for integrating essential amino acid content in the nutritional evaluation of protein[J]. J Am Diet Assoc, 1951, 27:396-402.
- [18] OSER B L. An integrated essential amino acid index for predicting the biological value of protein//Protein and amino acid nutrition[M]. New York: Academic Press, 1959:281-295.

(上接第307页)

状, 胡椒碱纯度 $\geq 96\%$ , 该晶体经第二次重结晶可得到纯度高达99%的白色棱状胡椒碱单体。通过变温结晶, 胡椒碱结晶率可达32.12%。

#### 参考文献

- [1] SV Ramasamy, MN Namasivaya. Efficacy of piperine, an alkaloidal constituent from Piper nigrum on erythrocyte antioxidant status in high fat diet and antithyroid drug induced hyperlipidemic rats[J]. Cell BioChemicalistry and Function, 2006, 24(6):491-495.
- [2] 包兰兰, 金桩. 胡椒碱降血脂作用的实验研究[J]. 中国民族医药杂志, 2004(1):22-23.
- [3] 李崧, 王澈, 李巍, 等. 胡椒碱及其衍生物3,4-次甲二氧桂皮酰吡啶的抗抑郁作用[J]. 沈阳药科大学学报, 2006, 23(6):392-394.
- [4] M Kakarala, DE Brenner, H Korkaya, et al. Targeting breast stem cells with the cancer preventive compounds curcumin and piperine[J]. Breast Cancer Res Treat, 2010(122):777-785.
- [5] V Rama Subba Rao, G Suresh, R Ranga Rao, et al. Synthesis of piperine-amino acid ester conjugates and study[J]. Med Chem Res, 2012(21):38-46.
- [6] Mao QQ, Huang Z, Xian YF, et al. Protective effects of piperine against corticosterone induced neurotoxicity in PC12 cells[J]. Cell Mol Neurobiol, 2012(32):531-537.
- [7] P Umadevi, K Deepti, DVR Venugopal. Synthesis, anticancer and antibacterial activities of piperine analogs[J]. Med Chem Res, 2013(22):5466-5471.
- [8] A Duangjai, K Ingkaninan, S Praputbut, et al. Black pepper and piperine reduce cholesterol uptake and enhance translocation of cholesterol transporter proteins[J]. J Nat Med, 2013(67):303-310.
- [9] 刘屏, 索婧侠, 于腾飞. 胡椒碱药理作用的研究进展[J]. 中国药物应用与监测, 2007(3):7-9.
- [10] 石宝俊, 高君泽, 黄晓德, 等. 95%乙醇提取白胡椒中胡椒碱的工艺研究[J]. 中国野生植物资源, 2013, 32(1):21-23.

- [11] 侯文洁, 张卫刚, 薛文娇, 等. 胡椒中胡椒碱的提取工艺研究[J]. 中国调味品, 2008, 35(5):55-58.
- [12] N Kanaki, M Dave, H Padh, et al. A rapid method for isolation of piperine from the fruits of Piper nigrum Linn[J]. J Nat Med, 2008(62):281-283.
- [13] 张伟晶, 王立红, 费大龙. 胡椒超临界CO<sub>2</sub>萃取物中胡椒碱分离工艺的研究[J]. 现代中西医结合杂志, 2010(13):1639-1640.
- [14] 朱锦坤, 张全伟, 张奕丹, 等. 大孔树脂富集纯化木棉花总黄酮的工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014(11):19-22.
- [15] 白夺龙, 杨开华. 大孔吸附树脂分离纯化技术及应用[J]. 海峡药学, 2007(9):96-99.
- [16] 王世潇, 秦大伟. 大孔树脂分离技术在药物成分分析中的应用[J]. 北京联合大学学报:自然科学版, 2009(3):61-65.
- [17] 吴珍菊, 林先哲, 潘海亮, 等. H103大孔树脂吸附胡椒碱的性能研究[J]. 食品工业科技, 2011(8):295-297.
- [18] 王雅琼, 许文林, 黄一波. 重结晶法分离混合植物甾醇中豆甾醇[J]. 扬州大学学报:自然科学版, 2002(2):53-56.
- [19] 武桂芝, 杜娟, 白音夫, 等. 超声波提取萆薢胡椒碱的研究[J]. 中国民族医药杂志, 2008(3):70.
- [20] Chen Q, He GQ, Jiliao YC, et al. Effects of elastase from a Bacillus strain on the tenderization of beef meat[J]. Food Chemistry, 2006, 98(4):624-629.
- [21] 邓惠玲, 郑炯, 阚健全. 大孔树脂DA201-C对猪血红蛋白ACE抑制肽吸附性能的研究[J]. 食品科学, 2013(12):27-31.
- [22] 张英. 大孔树脂吸附黄酮总生物碱的理论和应用基础研究[D]. 广州: 广州中医药大学, 2010.
- [23] 李凤林, 李青旺. 大孔树脂纯化甘薯叶黄酮的工艺研究[J]. 中国食品添加剂, 2009(4):103-108.
- [24] 李进, 瞿伟菁. 大孔树脂吸附分离黑果枸杞色素的研究[J]. 食品科学, 2005(6):47-51.
- [25] 苏文贵. 番茄红素的超声波辅助提取以及纯化研究[D]. 乌鲁木齐: 新疆农业大学, 2013.
- [26] 郭飞燕, 王友志, 王晓青, 等. HPLC测定海南产胡椒中胡椒碱的含量[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(12):74-76.