

HPLC 法测定不同提取工艺及不同部位的雀舌茶中 6 种多酚成分

孔令朋, 刘会灵, 王增援, 程桂广, 赵天瑞*

昆明理工大学云南省食品安全研究院, 云南 昆明 650500

摘要:目的 建立 HPLC 法测定雀舌茶 *Vaccinium dunalianum* 6 种主要化学成分 6'-O-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯的方法。方法 采用 SunFire® C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相为乙腈-0.1%磷酸水溶液, 体积流量为 1.0 mL/min, 柱温为 30 ℃, 优化雀舌茶的提取方法, 并考察方法的线性关系、精密度、稳定性、重复性。结果 以蒸馏水为提取溶剂, 超声提取 20 min 可以得到最高的提取率。在上述色谱条件下, 6'-O-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯有很好的分离效果, 线性关系、稳定性、重复性较好。结论 该方法操作简便, 灵敏、准确, 可以作为上述 6 种主要化学成分的检测方法。

关键词: 雀舌茶; 高效液相色谱法; 方法学验证; 含量测定; 6'-O-咖啡酰基熊果苷; 熊果苷; robustaside A; 对羟基苯甲酸; 咖啡酸; 咖啡酸甲酯

中图分类号: R286.2

文献标志码: A

文章编号: 0253-2670(2019)17-4176-05

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2019.17.025

Determination of six polyphenols in different parts of Queshe tea extracted by different processes by HPLC

KONG Ling-peng, LIU Hui-ling, WANG Zeng-yuan, CHENG Gui-guang, ZHAO Tian-rui

Yunnan Institute of Food Safety, Kunming University of Science & Technology, Kunming 650500, China

Abstract: Objective To establish HPLC method for the determination of 6'-O-caffeoylarbutin (1), arbutin (2), robustaside A (3), *p*-hydroxybenzoic acid (4), caffeic acid (5) and caffeic acid methyl ester (6) of Queshe tea. **Methods** Using the SunFire® C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) chromatographic column, mobile phase of acetonitrile-0.1% phosphoric acid aqueous solution, the flow rate at 1.0 mL/min, and column temperature at 30 ℃ to optimum the extraction method of Queshe tea and investigate the linearity, stability and repeatability of the method. **Results** With distilled water as the extraction solvent, the highest extraction rate can be obtained by ultrasonic extraction for 20 min. Under the above chromatographic conditions, 6'-O-caffeoylarbutin (1), arbutin (2), robustaside A (3), *p*-hydroxybenzoic acid (4), caffeic acid (5) and caffeic acid methyl ester (6) have good separation effect, and the experiment has good linearity, stability and repeatability. **Conclusion** The method is simple, sensitive and accurate, and can be used for the detection of the above six main chemical components.

Key words: Queshe tea; HPLC; methodological verification; content determination; 6'-O-caffeoylarbutin; arbutin; robustaside A; *p*-hydroxybenzoic acid; caffeic acid; caffeic acid methyl ester

樟叶越桔(越桔属)是一种常绿多年生灌木,其花芽和嫩叶制作成的茶叶称为雀舌茶,又称雀嘴茶,是云南武定县少数民族必不可少的茶饮,据记载雀舌茶具有祛风除湿、舒筋活络的功效^[1]。研究表明,越桔属植物中含有丰富的花青素类和原花青素类等具有抗氧化活性的多酚^[2-3]。对雀舌茶的化学成分进行研究,发现其含有丰富的咖啡酰熊果

苷类衍生物^[4]。对雀舌茶的营养成分进行分析,发现雀舌茶中含丰富的氨基酸、矿物质和维生素 C^[5]。

前期研究发现,雀舌茶中富含多酚类物质,其中以 6'-O-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯 6 种成分为主^[6]。其中 6'-O-咖啡酰基熊果苷具有很好的抑制黑色素生成、抗肿瘤、调血脂、抗菌、抗血

收稿日期: 2019-04-03

基金项目: 国家自然科学基金青年基金资助项目(31600274); 云南省应用基础研究面上项目(2018FB036); 云南省重点实验室培育计划(2017DG006); 中国博士后科学基金面上项目(2018M633419)

作者简介: 孔令朋(1992—),男,山东菏泽人,硕士,主要从事功能食品研究工作。Tel: 18487139424 E-mail: 13573073577@163.com

*通信作者 赵天瑞,硕士生导师,功能食品。Tel: (0871)65920216 E-mail: food363@163.com

栓等生理活性^[7-8]。熊果苷具有镇咳、抗菌、利尿、消炎、美白、抑制黄褐斑等药理活性^[9-11]。robustaside A 具有很好的抗菌活性^[8]。对羟基苯甲酸具有很好的抗氧化活性^[12]。咖啡酸可以有效防止因化疗而引起的白细胞和血小板的减少,对血管紧张素转换酶有较好的抑制活性,具有较好的抗氧化等活性^[13-15]。咖啡酸甲酯具有改善心肌缺血时的血流动力学紊乱,发挥心肌保护的作用^[16]。这些物质可能为雀舌茶的主要活性成分。然而到目前为止,尚未有关于雀舌茶质量标准的相关研究。

本实验以 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯 6 种多酚物质为研究对象,采用 HPLC 法建立雀舌茶植物的质量控制方法,并对 6 种成分进行定量分析,比较雀舌茶不同部位(花芽、叶、茎、根)中 6 种化合物的含量差异为雀舌茶植物的资源利用和综合开发提供科学依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 1260 高效液相色谱仪,1260 DAD 检测器(美国安捷伦科技有限公司);AL204 型电子分析天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];SCQ-6201B 型数控超声波清洗机(上海声彦超声波仪器有限公司)。

1.2 试剂

适量刚上市(批号 Cao20181001)、存储 3 年(批号 Cao20150901)和存储 5 年(批号 Cao20130901)的雀舌茶花芽、叶、茎、根采自云南武定,经昆明理工大学曹建新教授鉴定为雀舌茶 *Vaccinium dunalianum* Wight。对照品 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯(质量分数分别为 99.3%、98.7%、99.3%、

99.8%、98.5%、99.5%)由昆明理工大学功能食品因子实验室提供;甲醇、乙腈、磷酸、乙酸、甲酸为色谱纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 雀舌茶中 6 种成分的 HPLC 测定

2.1.1 供试品溶液的制备 取干燥的雀舌茶花芽,打粉,过 80 目筛,准确称取 107.8 mg 于 150 mL 三角瓶中,加入 50 mL 超纯水超声处理 30 min,冷却至室温后转至 100 mL 量瓶中,加超纯水定容到刻度,摇匀,过 0.45 μ m 微孔滤膜,得质量浓度为 1.078 mg/mL 的供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液的制备 分别取 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯适量,于干燥器中干燥 24 h。分别称取以上 6 种对照品适量,加入适量甲醇溶解,至 50 mL 量瓶中,定容至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密称取以上 6 种对照品适量,加适量甲醇溶解并转移至 50 mL 量瓶中,定容至刻度,摇匀,作为混合对照品溶液。

2.1.3 色谱条件 色谱柱为 SunFire[®] C₁₈ 柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);进样量 10 μ L;体积流量 1.0 mL/min;柱温 35 $^{\circ}$ C;乙腈(A)-水(B)溶液,梯度洗脱,0~20 min, 5%~60% B; 20~25 min, 60%~5% B; 25~30 min, 5% B。

雀舌茶花芽提取物溶液色谱图和混合对照品色谱图结果见图 1。通过比较单一对照品的保留时间和紫外吸收对样品中相关物质进行定性。结果显示,6'-*O*-咖啡酰基熊果苷的保留时间为 11.47 min,熊果苷的保留时间为 13.79 min,robustaside A 保留时间为 15.78 min,对羟基苯甲酸保留时间为 9.14 min,咖啡酸的保留时间为 19.35 min,咖啡酸甲酯保留时间为 4.99 min。

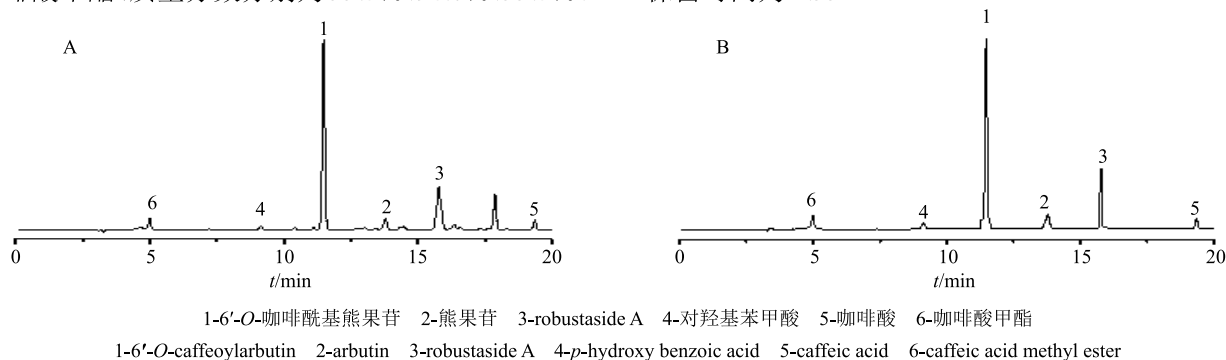


图 1 雀舌茶花芽提取物 (A) 和混合对照品 (B) 溶液色谱图

Fig. 1 Chromatograms of extract solution of flower bud of Queshe tea (A) and mixed standards (B)

2.1.4 线性关系考察 准确吸取一定量的混合对照品溶液,用甲醇进行稀释,配制成不同质量浓度的系列混合对照品溶液,按照“2.1.3”项下的色谱条件进行测定。以对照品的质量浓度为横坐标(X),以峰面积为纵坐标(Y)进行线性分析,结果见表 1。从回归方程可知,6 种对照品在一定质量浓度范围内呈现出较好的线性关系。

表 1 对照品线性回归方程、相关系数及线性范围

Table 1 Linear regression equation, correlation coefficient and linear range of standard solution

化合物	回归方程	线性范围/ μg	r^2
6'- <i>O</i> -咖啡酰基熊果苷	$Y=12\,075\,893.12X-10\,124.57$	0.002 7~3.446 2	0.999 5
熊果苷	$Y=12\,272\,013.32X-26\,587.81$	0.003 0~5.120 3	0.999 8
robustaside A	$Y=8\,164\,727.11X-6\,764.95$	0.004 0~4.012 5	0.999 8
对羟基苯甲酸	$Y=11\,422\,022.83X-61\,041.17$	0.004 3~6.826 2	0.999 5
咖啡酸	$Y=5\,106\,756.81X-2\,138.26$	0.010 1~1.003 3	0.999 5
咖啡酸甲酯	$Y=20\,082\,769.01X-78\,154.97$	0.002 6~4.658 1	0.999 4

2.1.5 检出限的确定 准确吸取“2.1.2”项中配制的对照品溶液,用甲醇进行稀释,按照“2.1.3”项的色谱条件进行测定。样品峰高为仪器噪声高度 3 倍时即为样品的检出限。结果显示,6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸和咖啡酸甲酯的检出限分别为 0.85、3.03、0.95、1.21、0.86、1.28 ng。

2.1.6 定量限的确定 信噪比为 10:1 时为样品的定量限,准确吸取“2.1.2”项中配制的对照品溶液,用甲醇进行稀释,按照“2.1.3”项的色谱条件进行测定。结果显示 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸和咖啡酸甲酯的定量限分别为 2.89、10.04、3.22、3.97、2.85、4.27 ng。

2.1.7 重复性试验 取同一批雀舌茶,按照“2.1.1”项的方法平行配制 6 份供试品溶液,按照“2.1.3”项色谱条件进行测定,测得供试品溶液中 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷平均质量浓度为 0.23 mg/mL, RSD 为 0.431 2%;熊果苷平均质量浓度为 12.1 $\mu\text{g/mL}$, RSD 为 0.82%;robustaside A 平均质量浓度为 17.2 $\mu\text{g/mL}$, RSD 为 0.71%;对羟基苯甲酸平均质量浓度为 5.9 $\mu\text{g/mL}$, RSD 为 0.77%;咖啡酸平均质量浓度为 9.6 $\mu\text{g/mL}$, RSD 为 0.93%;咖啡酸甲酯平均质量浓度为 4.1 $\mu\text{g/mL}$, RSD 为 1.02%。结果表明,上述 6 个化合物的重复性较好。

2.1.8 稳定性试验 取同一批雀舌茶花芽,按照“2.1”项的方法配制供试品溶液,按照“2.1.3”项的色谱条件在放置 0、2、4、8、12、24 h 后进行测定。6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯峰面积的 RSD 分别为 1.02%、1.08%、0.95%、0.82%、1.06%和 1.16%。表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.1.9 精密度试验 取适量“2.1.2”项配制的混合对照品溶液,按照“2.1.3”项色谱方法连续进样 6 次,测定峰面积。结果显示 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸和咖啡酸甲酯峰面积的 RSD 分别为 0.99%、1.32%、0.98%、1.35%、1.14%和 0.73%。

2.1.10 加样回收率试验 准确称取同一批雀舌茶花芽样品 6 份,分别准确加入 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯,按照“2.1.1”项方法配制所需溶液,在“2.1.3”项色谱条件下进行测定,计算回收率。6'-*O*-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸、咖啡酸甲酯平均回收率分别为 100.11%、100.15%、99.81%、100.08%、100.03%和 100.03%。RSD 分别为 0.71%、1.04%、1.15%、1.34%、0.89%和 1.24%。

2.1.11 雀舌茶不同部位 6 种化合物的含量测定 分别取雀舌茶花芽、叶、茎、根打粉,按照“2.1.1”项的方法配制样品,并将样品按照“2.1.3”项的色谱方法进行测定,根据色谱峰的峰面积比较不同部位 6 种化合物的含量差异,雀舌茶不同部位之间各化合物的含量差别较大。在雀舌茶的花芽中,6'-*O*-咖啡酰基熊果苷质量分数最高(21.52 $\pm$ 0.15)%,其次为熊果苷(6.79 $\pm$ 0.02)%,其他成分质量分数依次为 robustaside A(1.38 $\pm$ 0.01)%,咖啡酸(0.60 $\pm$ 0.01)%,咖啡酸甲酯(0.53 $\pm$ 0.02)%,对羟基苯甲酸(0.16 $\pm$ 0.03)%。在叶中化合物质量分数依次为 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷(6.80 $\pm$ 0.46)%,熊果苷(0.42 $\pm$ 0.01)%,robustaside A(0.84 $\pm$ 0.01)%,咖啡酸(0.71 $\pm$ 0.01)%,咖啡酸甲酯(0.96 $\pm$ 0.01)%。茎中 6'-*O*-咖啡酰基熊果苷质量分数为(1.08 $\pm$ 0.03)%,熊果苷质量分数为(0.21 $\pm$ 0.01)%,robustaside A 的质量分数为(0.31 $\pm$ 0.01)%,咖啡酸的质量分数为(0.41 $\pm$ 0.01)%,咖啡酸甲酯的质量分数为(0.52 $\pm$ 0.03)%,而对羟基苯甲酸未检测到。在根中测到 6'-*O*-咖啡

酰基熊果苷和咖啡酸甲酯 2 种成分,其质量分数分别为 $(0.18 \pm 0.01)\%$ 和 $(0.53 \pm 0.01)\%$ 。

2.1.12 不同批次雀舌茶中 6 种化合物的含量测定 分别取适量刚上市、存储 3 年和存储 5 年的 3 批次雀舌茶花芽,打粉,按照“2.1.1”项的方法配制样品,并将样品按照“2.1.3”项的色谱方法进行测定,

根据色谱峰的峰面积比较不同批次样品中 6 种化合物的含量差异,其结果见表 2。不同存储周期的 3 批次雀舌茶中 6 种化合物的含量差异较大。存储周期越久,6'-O-咖啡酰基熊果苷和 robustaside A 在雀舌茶中的含量越少,熊果苷和咖啡酸的含量越高,对羟基苯甲酸和咖啡酸甲酯的含量基本不变。

表 2 不同批次样品中 6 种化合物的含量测定结果

Table 2 Determination of six compounds in different batches of sample

批次	质量分数/%					
	6'-O-咖啡酰基熊果苷	熊果苷	robustaside A	对羟基苯甲酸	咖啡酸	咖啡酸甲酯
刚上市	23.00 ± 0.15^d	1.30 ± 0.09^b	2.13 ± 0.10^c	0.60 ± 0.06^{ab}	1.11 ± 0.08^b	0.41 ± 0.03^a
存储 3 年	20.67 ± 0.46^c	1.59 ± 0.01^b	1.72 ± 0.01^b	0.60 ± 0.03^a	1.67 ± 0.01^b	0.41 ± 0.01^a
存储 5 年	14.10 ± 0.03^d	2.22 ± 0.01^d	1.68 ± 0.01^c	0.60 ± 0.03^b	1.84 ± 0.01^c	0.41 ± 0.03^a

不同小写字母表示差异显著, $P < 0.05$, 下同

Different lowercase letters indicate significant differences, $P < 0.05$, same as below

2.2 提取方法的优化

准确称取干燥的雀舌茶花芽 12 份,随机分成 4 组,采用蒸馏水回流提取 3 h、甲醇回流提取 3 h、蒸馏水超声提取 30 min、甲醇超声提取 30 min、重复提取 3 次,合并滤液,按照“2.1.3”项的色谱条件进行测定,比较 6 种化合物的提取率。结果见表 3。

由表 3 可知,蒸馏水回流提取比甲醇回流提取效果好,而采用的超声提取方法中同样也是蒸馏水为提取溶剂时效果好。超声提取与回流提取相比较,超声 30 min 与回流提取 3 h 的结果差别不大。综上,选择蒸馏水作为提取溶剂,超声提取作为雀舌茶的提取方法。

表 3 不同提取方法及不同提取溶剂对 6 种化合物提取率的影响

Table 3 Effects of different extraction methods and solvents on extraction rate of six compounds

提取方法	提取率/%					
	6'-O-咖啡酰基熊果苷	熊果苷	robustaside A	对羟基苯甲酸	咖啡酸	咖啡酸甲酯
蒸馏水回流	21.67 ± 0.02^e	2.78 ± 0.01^d	1.38 ± 0.01^c	0.17 ± 0.02^a	0.62 ± 0.01^b	0.56 ± 0.01^b
甲醇回流	21.67 ± 0.13^e	2.01 ± 0.06^d	1.38 ± 0.02^c	0.15 ± 0.01^a	0.60 ± 0.01^c	0.56 ± 0.01^a
蒸馏水超声	21.71 ± 0.10^e	2.79 ± 0.16^d	1.39 ± 0.02^c	0.16 ± 0.02^a	0.62 ± 0.03^c	0.55 ± 0.02^a
甲醇超声	21.39 ± 0.26^e	2.16 ± 0.01^d	1.38 ± 0.01^c	0.16 ± 0.01^a	0.63 ± 0.02^c	0.55 ± 0.03^a

2.3 超声提取时间的优化

准确称取 12 份干燥的雀舌茶花芽,随机分成 4 组,采用蒸馏水作为提取溶剂,分别超声 10、20、30、40 min,收集滤液,使用量瓶定容,取溶液过 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜,按照“2.1.3”项的色谱条件进行测定,比较 6 种化合物的提取率。由表 4 可知,超声提取 20 min 的提取率高于超声提取 10 min 的提取率,超声提取 20、30、40 min 时,样品的提取率没有显著性差别,故样品的超声处理时间选择 20 min。

3 讨论

3.1 流动相的选择

选用为甲醇-水、甲醇-0.1%磷酸水溶液、甲醇-0.1%甲酸水溶液、甲醇-0.1%乙酸水溶液、乙腈-水、

乙腈-0.1%磷酸水溶液、乙腈-0.1%甲酸水溶液、乙腈-0.1%乙酸水溶液等 8 种不同的流动相组成对样品中的化合物进行测定,通过比较化合物的出峰时间和分离度确定乙腈-0.1%磷酸水溶液为最佳流动相组成。

3.2 检测波长的选择

采用 Agilen 1260 DAD 检测器对各对照品进行全波长扫描,通过比较各种对照品的特征吸收波长和各个化合物的峰形、峰面积以及峰高,确定 280 nm 为最佳检测波长。

本实验以雀舌茶为研究对象,采用高效液相色谱仪,对其 6 种主要成分 6'-O-咖啡酰基熊果苷、熊果苷、robustaside A、对羟基苯甲酸、咖啡酸和咖啡酸甲酯含量进行分析,确定选用 SunFire® C₁₈(250

表 4 超声提取时间对 6 种化合物提取率的影响

Table 4 Effect of ultrasonic extraction time on extraction rate of six compounds

超声提取时间/min	提取率/%					
	6'-O-咖啡酰基熊果苷	熊果苷	robustaside A	对羟基苯甲酸	咖啡酸	咖啡酸甲酯
10	20.068 4±1.19 ^e	2.058 6±0.12 ^d	1.574 8±0.08 ^c	0.160 5±0.06 ^a	0.588 4±0.08 ^b	0.560 1±0.06 ^b
20	21.857 8±0.97 ^e	2.831 5±0.08 ^d	1.593 2±0.08 ^c	0.167 2±0.04 ^a	0.630 5±0.02 ^b	0.561 0±0.03 ^b
30	21.830 5±0.47 ^e	2.647 9±0.06 ^d	1.577 8±0.04 ^c	0.163 9±0.011 ^a	0.594 0±0.01 ^b	0.547 7±0.02 ^b
40	21.698 4±0.43 ^e	2.413 4±0.02 ^d	1.390 3±0.09 ^c	0.164 6±0.01 ^a	0.618 2±0.02 ^b	0.552 9±0.19 ^b

mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 乙腈-0.1%磷酸水溶液为流动相, 体积流量为 1.0 mL/min, 柱温箱 30 ℃ 的最佳分析方法。在蒸馏水为提取溶剂, 超声提取 20 min 的条件下雀舌茶中 6 种化合物的提取率最高。在此方法下, 对雀舌茶植物的提取方法进行优化, 比较雀舌茶不同部位中 6 种化合物的含量差异及 3 批次不同存储周期雀舌茶中 6 种化合物的含量差异。结果表明该方法操作简便, 灵敏、准确, 重复性良好, 可为其质量控制标准化和规范化提供参考文献。

参考文献

- [1] 刘淑兰, 吕秀莲, 王晓军, 等. 越橘的化学成分与药理活性研究进展 [J]. 中医药学报, 2006, 34(6): 53-54.
- [2] Prior R L, Cao G H, Martin A, *et al.* Antioxidant capacity as influenced by total phenolic and anthocyanin content, maturity, and variety of *Vaccinium* species [J]. *J Agric Food Chem*, 1998, 46(7): 2686-2693.
- [3] Moyer R A, Hummer K E, Finn C E, *et al.* Anthocyanins, phenolics and antioxidant capacity in diverse small fruits: *Vaccinium*, *Rubus* *Ribes* [J]. *J Agric Food Chem*, 2002, 50(3): 519-525.
- [4] Zhao P, Tanaka T, Hirabayashi K, *et al.* Caffeoyl arbutin and related compounds from the buds of *Vaccinium dunalianum* [J]. *Phytochemistry*, 2008, 69(18): 3087-3094.
- [5] 刘会灵. 樟叶越橘化学成分的研究 [D]. 昆明: 昆明理工大学, 2009.
- [6] Xu M, Lao Q C, Zhao P, *et al.* 6(1)-O-Caffeoylarbutin inhibits melanogenesis in zebrafish [J]. *Nat Prod Res*, 2014, 28(12): 932-934.
- [7] 曹建新. 樟叶越橘苷的提取及其在健康产品中的应用: 中国, CN101297692B [P]. 2008-11-05.
- [8] Baumann L, Woolerylloyd H, Friedman A. Natural Ingredients in *Cosmetic Dermatology* [J]. *J Drugs Dermatol*, 2009, 8(6 Suppl): 5-9.
- [9] 房 军, 杜顺晶, 金银龙. 熊果苷在化妆品中应用的研究进展 [J]. 卫生研究, 2009, 38(1): 111-113.
- [10] 王亚芳, 周宇辉, 张建军. 熊果苷镇咳、祛痰及平喘的药效学研究 [J]. 中草药, 2003, 34(8): 739-741.
- [11] Sarg T, Abdel-Ghani A, Zayed R, *et al.* Bioactive compounds from *Phyllanthus atropurpureus* [J]. *J Nat Prod*, 2014, 5: 10-20.
- [12] 张 雪, 续洁琨, 王乃利, 等. 金钗石斛中联苯类和酚酸类成分的抗氧化活性研究 [J]. 中国药理学杂志, 2008, 43(11): 829-832.
- [13] 范金波, 蔡茜彤, 冯叙桥, 等. 咖啡酸体外抗氧化活性的研究 [J]. 中国食品学报, 2015, 15(3): 65-73.
- [14] 姜迎宵, 郝福荣. 咖啡酸片对宫颈放疗时白细胞减少的预防作用 [J]. 现代中西医结合杂志, 2008, 17(27): 4260-4260.
- [15] 张 静, 杨文宇, 张 艺, 等. 灯盏细辛化学成分及视神经保护活性成分的研究 [J]. 中国药理学杂志, 2006, 41(22): 1695-1697.
- [16] 王东晓, 刘 屏, 安 娜, 等. 回心草活性成分对实验性心肌缺血血流动力学的影响 [J]. 中国药物应用与监测, 2007, 4(3): 17-20.