

AB-8 树脂对苦参总黄酮的吸附性能研究

高红宁¹, 金万勤¹, 郭立伟¹, 庄 华², 张征林²

(1. 南京中医药大学 植物深加工工程中心, 江苏 南京 210029; 2. 东南大学 化学化工系, 江苏 南京 210009)

摘要: 目的 研究大孔吸附树脂 AB-8 对苦参总黄酮的吸附性能及原液浓度、pH 值、流速、洗脱剂的种类对树脂吸附性能的影响。方法 采用紫外分光光度法测定苦参中总黄酮的含量。结果 AB-8 树脂对苦参总黄酮的适宜吸附条件为: 原液浓度为 0.285 mg/mL, pH 值为 4, 流速为 3 BV/h; 洗脱剂用 50% 乙醇时, 解吸效果较好。结论 AB-8 树脂可用作苦参总黄酮的精制方法。

关键词: 吸附树脂; 苦参; 总黄酮; 中药精制

中国分类号: R 284.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)10-0887-03

Adsorption properties of AB-8 resin for purification of total flavone in *Sophora flavescens*

GAO Hong-ning¹, JIN Wan-qin¹, GUO Li-wei¹, ZHUANG Hua², ZHANG Zheng-lin²

(1. Botanical Medicine Refining Engineering Research Center, Nanjing University of TCM, Nanjing Jiangsu 210029, China; 2. Department of Chemical Engineering, Southeast University, Nanjing Jiangsu, China)

Abstract: **Object** To study the adsorption function of macroporous resin AB-8 for the purification of total flavones in *Sophora flavescens* Ait. and the effects of concentration, pH, flow rate of the adsorbate and eluant. **Methods** UV spectrophotometry was used to analyze the content of total flavone in *S. flavescens*. **Results** The appropriate adsorption conditions were: concentration of *Sophora* extract, 0.285 mg/mL; pH= 4; flow rate 3 BV/h, when 50% alcohol was used as eluant, the effect of desorption was satisfactory. **Conclusion** AB-8 resin can be used to refine the total flavone in *S. flavescens*.

Key words: macroporous resin; *Sophora flavescens* Ait.; total flavone; purification of TCM

苦参为豆科植物苦参 *Sophora flavescens* Ait. 的干燥根, 是常用的清热燥湿药, 主要成分为生物碱和黄酮类化合物^[2]。以往中药中有效成分的精制多为水醇法^[3], 但成分损失严重、乙醇损耗量大、周期长。大孔吸附树脂近年在天然产物提取分离中广为运用^[4,5]。本文对于 AB-8 树脂精制分离苦参总黄酮的工艺作了进一步的研究^[6], 确定了适宜的吸附、解吸的工艺条件。

1 仪器与试剂

苦参药材(南京市药材公司), 经鉴定符合《中国药典》2000 年版规定。

JW-I 型陶瓷微滤膜装置(南京化工大学膜科学技术研究所, 膜材料 Al₂O₃ 孔径 0.2 μm, 膜面积为 0.4 m²); UV-754 型紫外可见分光光度计(上海分析仪器总厂)。

芦丁对照品(中国药品生物制品检定所); AB-8

大孔吸附树脂(南开大学化工厂)。

2 实验方法

2.1 树脂的预处理: AB-8 树脂用乙醇浸泡 24 h, 充分溶胀, 用适当浓度的乙醇洗至洗出液加适量蒸馏水无白色浑浊现象, 再用蒸馏水洗至无醇备用。

2.2 供试样品液的制备: 取苦参药材适量, 第一次加入 12 倍水, 第二次加入 8 倍水, 每次煎煮 1.5 h, 过滤, 合并滤液, 滤液以微滤膜进行处理, 微滤采用错流过滤方式, 实验装置及流程见文献^[7]。

2.3 树脂对苦参总黄酮吸附实验: 精确称取湿树脂 0.005 g, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入浓度为 0.285 mg/mL 的苦参微滤液 50 mL, 置于恒温摇床中, 24 h 后测定树脂的静态吸附效果。按下式计算吸附率:

$$Q = \frac{(C_0 - C_e) \times V}{W} \quad E\% = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100\%$$

收稿日期: 2001-03-19

基金项目: 国家中医药管理局基金项目研究内容(批准号: 97-Z023)

作者简介: 高红宁(1970-), 女, 浙江杭州市人, 硕士研究生。研究方向为中药精制技术集成。Tel: (025) 6798186

*通讯联系人

式中: C_0 -吸附前溶液浓度(mg/mL) C_e -吸附后溶液浓度(mg/mL) W -树脂干重(g) V -溶液体积(mL) Q -吸附量 E -吸附率

2.4 苦参总黄酮的测定方法: 使用 754 分光光度计在 500 nm 波长下测定溶液的吸光度^[8]。

3 结果与讨论

3.1 AB-8 树脂的吸附性能及其影响因素

3.1.1 AB-8 树脂的吸附容量: 将浓度为 0.285 mg/mL 、 $\text{pH} = 4$ 的苦参微滤液通入装有 150 mL AB-8 树脂的玻璃柱中, 流速为 3 BV/h , 测定流出液中总黄酮浓度, 直至树脂吸附饱和为止, 绘制吸附曲线。150 mL AB-8 树脂可处理 6 倍树脂床体积的物料液, 树脂床共吸附苦参总黄酮 256.5 mg 。湿态 AB-8 树脂对苦参总黄酮的吸附量可达 1.71 mg/mL , 达到饱和时可处理 14 倍树脂体积量, 吸附量可达 3.99 mg/mL 。

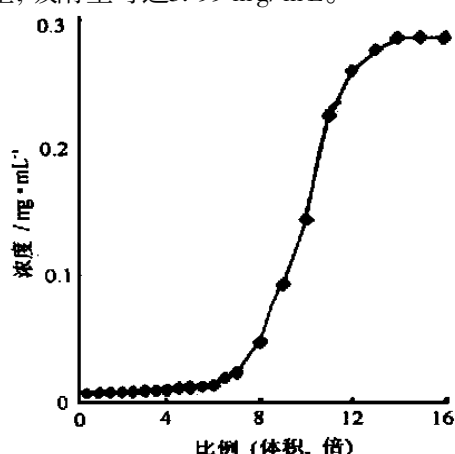


图 1 AB-8 树脂对苦参总黄酮(SFGF)的吸附曲线

3.1.2 原液 pH 值对吸附的影响: 将苦参微滤液调成不同 pH 值进行吸附实验, 结果见图 2。

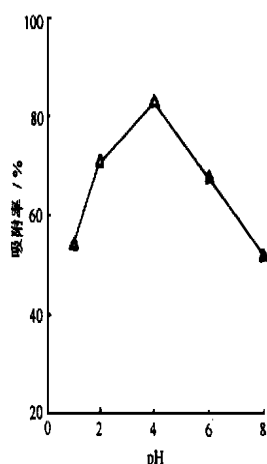


图 2 pH 值与吸附率的关系

苦参微滤液 pH 值对吸附有较大影响。 pH 值对物质吸附的影响主要取决于化合物的酸碱度^[9], 酸性化合物在酸性溶液中易吸附, 碱性化合物在碱性条件下易吸附。苦参总黄酮具有多酚结构和糖苷链, 呈弱酸性, 故在酸性条件下吸附为好。根据图 2, 苦参微滤液的 pH 值为 4 时为宜。

3.1.3 原液浓度对吸附的影响: 用浓度不同的苦参微滤液进行吸附实验。由图 3 可知苦参总黄酮浓度是影响树脂吸附性能的重要因素之一。吸附树脂的吸附容量不是很大, 一般低浓度下进行比较有利。如果原液浓度偏高, 则泄漏早, 处理量小, 树脂使用周期短, 从而树脂再生次数增多。根据图 3, 苦参微滤液的初始浓度以 0.28 mg/mL 为宜。

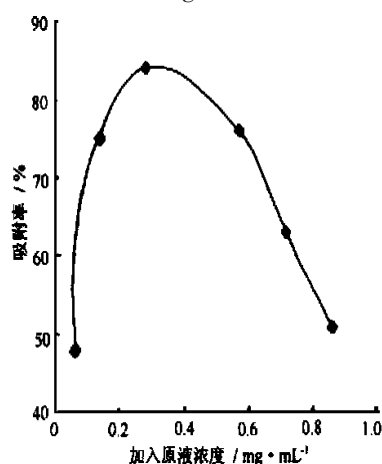


图 3 原液浓度与吸附率的关系

3.1.4 流速对吸附的影响: 将浓度为 0.285 mg/mL 、 $\text{pH} = 4$ 的苦参微滤液通入装有 150 mL AB-8 树脂的玻璃柱中, 考察不同流速对树脂吸附量的影响, 结果见图 4。

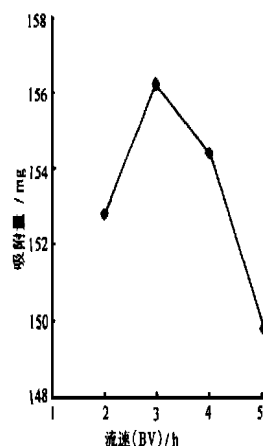


图 4 流速与吸附量的关系

流速过大, 会使树脂的工作吸附量下降, 提早泄漏, 且树脂层压头损失增加, 耗能增多。由图 4 可知,

AB-8 树脂对苦参总黄酮的吸附, 以 3 BV/h 的流速为最佳。

3.2 AB-8 树脂的脱附性能

3.2.1 洗脱液的选择: 树脂吸附苦参总黄酮以后, 从吸附效率、节能、省时等角度考虑, 洗脱液以醇类较佳^[10]。取浓度为 0.285 mg/mL 苦参微滤液, 调 pH = 4, 在 3 BV/h 的流速下吸附后, 比较用不同浓度的乙醇液洗脱, 用紫外检测, 结果表明, 用 50% 乙醇做洗脱剂效果较好。

3.2.2 解吸曲线: 用 50% 乙醇洗脱, 流速为 3 BV/h, 解吸曲线见图 5, 可见, 用 4 倍树脂床体积的洗脱液即可将苦参总黄酮基本上解吸下来。

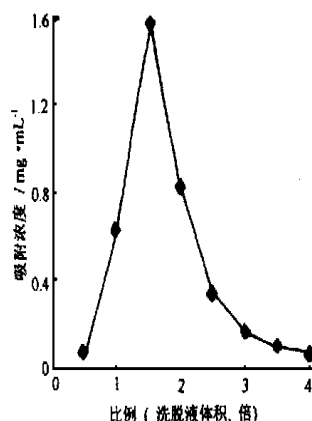


图 5 AB-8 树脂的解吸曲线

解吸操作自下而上(逆向洗脱)为佳, 解吸后的树脂用水洗后进行下次吸附操作(正向吸附), 反复使用。

4 结论与讨论

4.1 AB-8树脂精制苦参总黄酮是可行的。当原液

浓度 0.285 mg/mL、pH 值为 4、流速为 3 BV/h 时, AB-8 树脂对苦参总黄酮的吸附效果良好。用 50% 的乙醇能将所试样品中已吸附的苦参总黄酮基本上洗脱下来。

4.2 上柱前, 苦参药液应经滤过, 以免污染堵塞树脂。本文要用陶瓷膜错流过滤法对药液直接进行澄清处理, 有效地去除了提取液中的悬浮物质, 为大孔吸附树脂提供了可靠的预处理。

致谢: 感谢南京中医药大学 97 级中药制药专业单进军同学和 98 级海洋药学专业陈爱萍同学在本文中所做的部分实验工作。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典(一部)[S]. 2000.
- [2] 阴健. 中药现代研究与临床应用[M]. 北京: 中国古籍出版社, 1994.
- [3] 韩桂茹, 徐初柳, 冯丽, 等. 水提醇沉对中药各类有效成分的影响[J]. 中国中药杂志, 1993, 18(5): 286-288.
- [4] 马振山. 大孔吸附树脂在药学领域中的应用[J]. 中成药, 1997, 19(12): 40-41.
- [5] 中国医学科学院药物研究所植化室. 大孔吸附树脂在中草药化学成分提取分离中的一些应用[J]. 中草药, 1980, 11(3): 138-141.
- [6] 高红宁, 金万勤, 郭立玮. 陶瓷微滤膜与大孔吸附树脂联用精制苦参水提液中总黄酮[J]. 中成药, 2001, 23(9): 628-630.
- [7] 金万勤, 郭立玮, 文红梅, 等. 微滤法澄清枳实水煎液的工艺研究[J]. 南京中医药大学学报, 2000, 16(6): 347-348.
- [8] 王曙, 贾运涛, 孙毅毅. 复方制剂水煎液中总黄酮含量测定方法[J]. 华西药科学杂志, 1996, 11(2): 95-96.
- [9] 宓晓黎, 杨焱, 成恒嵩, 等. 大孔吸附树脂技术应用于复方中药制剂工艺的研究[J]. 离子交换与吸附, 1997, 13(6): 594-598.
- [10] 朱浩, 侯世祥, 孙毅毅, 等. 大孔吸附树脂吸附纯化不同中药有效部位特性研究[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(10): 607-609.

RP-HPLC-ELSD 法测定知母药材及含知母制剂中菝葜皂苷元的含量

沈岚, 朱沪平, 宋崎, 陈明, 范广平

(上海中医药大学, 上海 200032)

摘要: 目的 阐明 ELSD 对于检测菝葜皂苷元等不含发色团的化合物是一种优越的检测器, 为知母药材及含知母制剂提供了一种可靠的质检手段。方法 采用 RP-HPLC-ELSD 法测定知母药材及含知母制剂中菝葜皂苷元的含量。结果 分离完全的色谱峰, 有良好的线性关系, $r = 0.9990$, 对药材及制剂测定的回收率分别为 100.5%、91.38%。结论 该方法先进、可靠、简便, 可广泛用于知母药材及含知母制剂的质量监控。

关键词: RP-HPLC-ELSD; 知母; 菝葜皂苷元

中国分类号: R 927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)10-0889-03

收稿日期: 2000-12-28

作者简介: 沈岚(1975-), 女, 上海人, 助教, 药理学硕士, 工作于上海中医药大学中药学院中心实验室, 研究方向为中药药剂及质量分析,

通讯方法: Te: (021) 54231923 E-mail: alan7598@online.sh.cn