

大孔吸附树脂纯化骨碎补总黄酮的研究

张全香, 苑晓威, 赵兴华

沧州宝恩吸附材料科技有限公司, 河北 沧州 061000

摘要: 目的 优选出分离纯化骨碎补总黄酮的最佳树脂。方法 采用静态吸附的方法对 5 种不同的树脂进行筛选, 并采用优选树脂对骨碎补总黄酮的分离工艺进行了优化, 同时对优选树脂的吸附稳定性进行了检测。结果 树脂 II (HPD-BJQH) 在解吸液为 50%乙醇液时所得到的干膏中总黄酮的量较高, 并且具有较高的吸附稳定性。结论 在室温及 pH 值约为 4.0 的条件下, 分离纯化骨碎补总黄酮的最佳树脂为 HPD-BJQH, 最佳解吸液为 50%乙醇溶液, 最佳流量为 10 mL/min。

关键词: 大孔树脂; 骨碎补; HPD-BJQH 树脂; 总黄酮; 静态吸附

中图分类号: R283.1 文献标志码: B 文章编号: 0253-2670(2011)04-0708-02

Purification of flavonoids from *Drynariae Rhizoma* by macroporous resin

ZHANG Quan-xiang, YUAN Xiao-wei, ZHAO Xing-hua

Cangzhou Bon Adsorbing Material Technology Co., Ltd., Cangzhou 061000, China

Key words: macroporous resin; *Drynariae Rhizoma*; HPD-BJQH resin; total flavonoids; static adsorption

骨碎补为水龙骨科植物槲蕨 *Drynaria fortunei* (Kunze) J. Sm. 的干燥根茎, 具有疗伤止痛、补肾强骨、消风祛斑等功能^[1]。以柚皮苷为主的骨碎补总黄酮, 是其治疗骨质疏松症的主要有效成分^[2]。有报道称骨碎补总黄酮具有刺激骨生长、预防骨质疏松和抗炎作用^[3-4]。吸附树脂是近年来发展起来的一类具有强吸附能力的高分子聚合物, 具有吸附容量大、吸附速度快、解吸条件温和、再生简便、使用周期长等优点, 因而被广泛地应用于中药有效成分的提取、分离与纯化^[5-6]。本实验针对 5 种不同型号的大孔树脂进行了纯化骨碎补总黄酮的筛选, 并对树脂分离纯化总黄酮的工艺进行了优化。

1 仪器与材料

UV7504 紫外可见分光光度计 (上海欣茂仪器有限公司), R-52AA 旋转蒸发仪、SHZ-III 型循环水真空泵 (上海亚荣生化仪器厂), 电热鼓风干燥箱 (北京市永光明医疗仪器厂)。

骨碎补药材由北京岐黄制药有限公司质检部提供并经南开大学王春红副教授鉴定为水龙骨科植物槲蕨 *Drynaria fortunei* (Kunze) J. Sm. 的干燥根茎; 大孔树脂 I (HPD-D)、II (HPD-BJQH)、III (20100105-1) 和 IV (20100120-2) (沧州宝恩吸附

材料科技有限公司); 骨碎补专用树脂 V (北京岐黄制药有限公司)。

2 方法与结果

2.1 树脂筛选

2.1.1 标准曲线的制备 精密称定柚皮苷对照品 5.0 mg, 用甲醇定容于 50 mL 量瓶中, 精密量取对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL, 分别用甲醇定容于 25 mL 量瓶中。以甲醇为空白, 在 284 nm 处测定吸光度 (A) 值, 以 A 值 (Y) 对柚皮苷质量浓度 (X) 进行线性回归, 得回归方程 $Y=32.34X-0.002\ 060$, $R^2=0.999\ 9$, 表明柚皮苷在 4~20 $\mu\text{g/mL}$ 线性关系良好。

2.1.2 上样液的制备 称取骨碎补粗粉 500 g, 加入 10 倍量的水浸泡 30 min, 然后煎煮 3 次, 每次 1 h。合并 3 次提取液 8 010 mL, 真空抽滤, 备用。以甲醇为空白, 在 284 nm 处测定 A 值, 依据标准曲线计算总黄酮的量为 12.22%。

2.1.3 静态吸附试验 分别称取 10.0 g 抽滤至干的 5 种湿树脂各 3 份, 分别加入一定浓度的骨碎补样品溶液 500 mL, 用 HCl 调 pH 4.0^[7], 室温下吸附 24 h; 将上清液倒出, 用适量的水冲洗, 分别用 30%、50%、70%乙醇进行解吸至解吸液无色为止。依法

收稿日期: 2010-08-04

作者简介: 张全香 (1976—), 女, 河北省献县人, 工程师, 主要从事大孔吸附树脂和离子交换树脂的研发和分析工作。

Tel: (0317)3096766 E-mail: zhangqx1976@163.com

测定解吸液中总黄酮的量, 结果见表 1。解吸液为 50%乙醇溶液时, 树脂 II 所得到的干膏量及总黄酮的

量都比较高, 因此选择树脂 II 为骨碎补总黄酮分离的最佳树脂, 最佳解吸液为 50%乙醇溶液。

表 1 不同浓度解吸液对骨碎补总黄酮的影响

Table 1 Effect of desorption solution with different concentrations on total flavonoids in *Drynariae Rhizoma*

树脂	30%乙醇		50%乙醇		70%乙醇	
	干膏量/mg	总黄酮/%	干膏量/mg	总黄酮/%	干膏量/mg	总黄酮/%
I	721.6	48.69	796.3	55.24	817.4	54.82
II	706.2	49.03	778.5	57.29	793.4	53.86
III	867.3	39.94	958.6	45.37	987.3	42.47
IV	794.1	40.62	862.5	47.63	887.6	44.58
V	587.3	49.67	654.7	57.95	723.8	52.74

2.2 吸附工艺条件的优化

2.2.1 吸附流量的考察 取 3 根规格相同的树脂柱 ($\Phi=20\text{ mm}$), 湿法装入等量已处理好的树脂 II。取 400 g 骨碎补药材煎煮液 6 000 mL, 调 pH 值约为 4.0, 平均分成 3 份, 分别通过每根树脂柱, 控制流量分别为 5、10、15 mL/min, 测定流出液的 A 值并检测是否漏吸, 结果吸附流量为 5、10 mL/min 时无漏吸现象, 完全吸附; 当流量为 15 mL/min 时, 产生漏吸现象, 吸附不完全。因此采用的吸附流量为 10 mL/min。

2.2.2 吸附树脂的用量选择 取一定量的骨碎补煎煮液, 按生药量与树脂量 1:1、1:1.5、1:2、1:2.5, 吸附流量 10 mL/min 进行试验, 所得样品分别测定总黄酮的量, 结果见表 2。当生药量与树脂量之比为 1:2 时, 骨碎补总黄酮的量最大。因此选用生药量与树脂量的最佳比例为 1:2。

表 2 树脂的量对骨碎补总黄酮的影响

Table 2 Effect of resin amount on total flavonoids of *Drynariae Rhizoma*

生药量与树脂量比例	干膏量/g	总黄酮/%
1:1	2.1	56.87
1:1.5	2.4	54.39
1:2	2.6	53.63
1:2.5	2.8	44.51

2.2.3 吸附稳定性试验 为了进一步考查树脂 II 对骨碎补总黄酮的吸附稳定性, 本研究以优化的吸附工艺条件对树脂 II 进行了连续 3 次吸附骨碎补总黄酮试验, 并分别测定了 3 次试验所得的干膏量和总

黄酮的量。结果干膏量与树脂量的比值为 78.61、76.74、77.04 mg/g, 总黄酮的量分别为 53.60%、52.37%、52.62%, 表明树脂 II 对骨碎补总黄酮的吸附具有较好的稳定性。

3 结论

本实验对 5 种不同型号的大孔吸附树脂进行了骨碎补总黄酮分离纯化研究。结果表明树脂 HPD-BJQH 对骨碎补总黄酮的富集效果较好。此外, 在室温、pH 值约为 4.0 的条件下, 对树脂吸附骨碎补总黄酮的吸附流量、生药量与树脂量比例、解吸液的浓度进行考察, 结果表明树脂对骨碎补总黄酮的富集最佳工艺为体积流量 10 mL/min、生药量与树脂量比例为 1:2、最佳解吸液为 50%乙醇溶液。但是否能应用于工业化生产还有待于进一步研究。

参考文献

[1] 中国药典 [M]. 一部. 2010.
[2] 赵忠海, 王玉倩. 大孔树脂分离骨碎补总黄酮工艺优化 [J]. 世界中西医结合杂志, 2009, 4(4): 254-256.
[3] 高颖, 房德敏. 骨碎补黄酮类化合物的研究进展与开发前景 [J]. 中草药, 2009, 40(2): 323-326.
[4] 孙金谔, 何伟涛, 刘康. 骨碎补总黄酮与骨质疏松症的研究 [J]. 中国骨质疏松杂志, 2008, 14(10): 763-766.
[5] 马丽娜, 张铁军, 田成旺, 等. 大孔树脂分离纯化川西獐牙菜中环烯醚萜苷类和吡啶酮类成分的工艺研究 [J]. 中草药, 2010, 41(2): 227-231.
[6] 易海燕, 何桂霞, 欧阳文, 等. 大孔吸附树脂分离纯化藤茶总黄酮的研究 [J]. 中草药, 2011, 42(1): 74-77.
[7] 陈顺, 关延彬. 大孔树脂吸附骨碎补总黄酮特性的研究 [J]. 中国中药杂志, 2007, 32(8): 750-753.