

# 大孔吸附树脂分离纯化千斤拔总黄酮的工艺研究

陈 帅<sup>1,2</sup>,王慧竹<sup>1</sup>,姜 昆<sup>1</sup>,赵成华<sup>3</sup>

(1. 吉林化工学院 化学与制药工程学院,吉林 吉林 132022;2. 沈阳药科大学 药学院,辽宁 沈阳 132001;3. 吉林毓文中学,吉林 吉林 132022)

**摘要:**为研究大孔树脂分离纯化千斤拔总黄酮的最佳工艺,以总黄酮的含量为指标,通过静态吸附解析试验比较7种不同类型大孔吸附树脂的吸附解析特性,确定AB-8型大孔吸附树脂适用于千斤拔总黄酮的分离纯化。通过动态吸附试验确定了大孔吸附树脂分离纯化千斤拔总黄酮的最佳工艺条件。结果表明:大孔树脂分离纯化千斤拔总黄酮的最佳工艺为:上样液质量浓度相当于原生药质量浓度为 $0.12\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,最大上样量为 $12.83\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,上样液的pH为5.0,上样流速为 $2.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ,洗脱液乙醇体积分数为70%,洗脱剂用量为7 BV,洗脱流速为 $1.5\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 。在此条件下,千斤拔总黄酮的纯度由31.26%提高至65.7%,说明该工艺稳定可靠,可用来分离纯化千斤拔总黄酮。

**关键词:**千斤拔;大孔吸附树脂;总黄酮

**中图分类号:**R932

**文献标识码:**A

**文章编号:**1002-2767(2014)10-0115-05

千斤拔[*Moghania philippinensis* (Merr. et Rolfe) L.] 隶属于豆科(Leguminosac)蝶形花亚科(Papilionoideae),在我国广泛分布于东南、中南和西南地区。《中药大辞典》记载“千斤拔味甘辛,微苦,性温平,无毒,具有祛风利湿、消痰解毒之功效,可治疗风湿痹痛,慢性肾炎、跌打损伤、痈肿和喉蛾等症”。国内外学者对该植物化学成分及其生物活性的研究报道很多,其化学成分含有黄酮类、香豆素类、萜类、挥发油和甾醇类等,其中以黄酮类化合物为主<sup>[1-3]</sup>;现代药理研究及临床实验表明千斤拔总黄酮不仅对各种妇科炎症有显著疗效,具有类雌激素作用,还具有良好的抗血栓、抗炎镇痛、抗氧化的作用,对神经系统的损伤也具有一定的保护作用<sup>[4-6]</sup>,有关大孔树脂分离纯化千斤拔总黄酮的研究鲜有报道<sup>[7]</sup>。

大孔吸附树脂是一种多孔性的高分子材料,具有多孔性和较大的比表面积,因此具有良好的吸附性能,尤其在纯化中药化学成分或天然产物活性成分方面具有极大优势<sup>[8]</sup>,不同型号的树脂由于本身性质的差异而影响纯化的效果。该研究首先通过考察7种不同型号大孔吸附树脂对千斤拔总黄酮的静态吸附与解析性能,筛选出适合分离千斤拔总黄酮的大孔树脂,然后探索了该大孔吸附树脂分离纯化千斤拔总黄酮的最佳工艺条

件,拟为千斤拔总黄酮在医药工业中的应用提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

千斤拔购于安徽省亳州市华申药业有限公司,经吉林大学药学院王广树教授鉴定为豆科植物蔓性千斤拔的根,大孔树脂D101、AB-8、LSA-21、XDA-6、XDA-8、LSA-7、LSA-19购于西安蓝晓科技有限公司,芦丁对照品(批号: MUST-12122003)纯度 $\geq 98\%$ ,购于成都曼斯特生物科技有限公司,甲醇为色谱纯,购于天津大茂化学试剂厂,其它试剂均为分析纯。

TU-1810PC型紫外分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)、R-52AA型旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂)、SHA-B型水浴恒温振荡器(常州国华电器有限公司)、SHZ-D型循环水真空泵(河南巩义市英峪仪器厂)、DHZ-9075型电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司)、AUY220型电子天平(日本岛津)、BS50-1A型恒流泵(保定思诺流体科技有限公司)、PHS-2C型酸度计(上海精密科学仪器厂)和CBS-B型自动部分收集器(上海沪西分析仪器厂)。

### 1.2 方法

**1.2.1 供试品溶液的制备** 称取适量千斤拔药材,粉碎,过40目筛,依次加入15倍量70%乙醇回流提取,提取3次,每次2 h,合并提取液,过滤,滤液减压回收乙醇至无醇味,浓缩液加水稀释,静置,滤去不溶性物质,将滤液以蒸馏水定容,即得千斤拔供试品溶液。

**1.2.2 标准曲线的建立** 精密称取芦丁对照品(105℃干燥至恒重)5.0 mg于50 mL容量瓶

收稿日期:2014-04-07

基金项目:吉林省教委科研基金资助项目(吉教科合字2013470)

第一作者简介:陈帅(1982-),男,河北省衡水市人,在读博士,讲师,从事中药有效成分分离纯化及中药指纹图谱研究。E-mail:chenshuai2011@163.com。

中,以65%乙醇超声溶解,稀释至刻度,摇匀得对照品溶液( $0.1\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )。精密吸取对照品溶液2.0、4.0、6.0、8.0、10.0和12.0 mL,分别置于25 mL容量瓶中,分别加5%亚硝酸钠0.3 mL,摇匀,放置6 min,加入10%硝酸铝溶液0.3 mL,摇匀,放置10 min,加入 $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液1.0 mL,用65%乙醇定容,摇匀,静置20 min后,以相应溶剂为空白对照液,采用分光光度法在510 nm处测吸光度 $A^{[9]}$ ,以吸光度 $A$ 为纵坐标,质量浓度 $C$ 为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $A=11.87C-0.0156$ , $R=0.9996$ ,表明吸光度与浓度在 $0.008\sim 0.048\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好。

1.2.3 总黄酮纯度的测定 定量取上样液或洗脱液,按1.2.2方法测定吸光度,计算总黄酮质量浓度,将该样品液真空干燥后得固体干膏<sup>[10]</sup>。按公式(1)计算总黄酮纯度 $P$ 。

$$P(\%)=[C_s\times V_s/M_s]\times 100 \quad (1)$$

其中: $P$ 为固体干膏中总黄酮的纯度; $C_s$ 为样品溶液中总黄酮的浓度( $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ); $V_s$ 为样品溶液体积(mL); $M_s$ 为固体干膏的质量(mg)。

1.2.4 树脂的预处理 分别取试验用7种型号的树脂,用95%乙醇浸泡过夜,倾去漂浮物后湿法装柱,用95%乙醇以1 BV流速通过树脂层,洗至流出液按1:2体积比加蒸馏水不变浑浊为止,用蒸馏水以同样流速洗至树脂无醇味为止,树脂以蒸馏水浸泡备用。

1.2.5 树脂的筛选 分别以比吸附量和解析率为考察指标,进行树脂型号的筛选。称取预处理好的树脂D101、AB-8、LSA-21、XDA-6、XDA-8、LSA-7、LSA-19各2.0 g,加入到100 mL具塞三角瓶中,加入总黄酮质量浓度为 $1.57\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的千斤拔总黄酮提取液40 mL,25℃恒温水浴振荡24 h,过滤,分别吸取各树脂吸附后的溶液1.0 mL置于50 mL容量瓶中,65%乙醇定容,按1.2.2方法测定吸光度,按公式(2)计算各树脂的吸附量<sup>[11]</sup>;将过滤后各型号树脂表面用滤纸吸干,以100 mL 95%乙醇进行解析,25℃恒温水浴振荡24 h,过滤,分别吸取各树脂解析后的溶液2.0 mL置于50 mL容量瓶中,以65%乙醇定容,按1.2.2方法测定吸光度,按公式(3)计算各树脂的解析率。7种树脂在相同条件下,经过24 h的静态吸附及解析,求得静态比吸附量和解析率。

$$A=(C_0\times V_0-C_1\times V_1)/W \quad (2)$$

$$\text{解吸率}(\%)=[(C_0\times V_0-C_1\times V_1)/C_0\times V_0]\times 100 \quad (3)$$

其中: $A$ 为比吸附量( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ); $C_0$ 为千斤拔总黄酮样品液中总黄酮的质量浓度( $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ); $C_1$ 为吸附24 h后千斤拔总黄酮样品液中总黄酮的

质量浓度( $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ); $V_0$ 为千斤拔总黄酮样品液体积(mL); $V_1=V_0$ ;  $W$ 为称取树脂质量(g)。

1.2.6 吸附条件的选择 一般认为影响吸附效率的主要因素有上柱液浓度、pH、流速及吸附温度等,该试验主要考察上样液浓度、pH、流速对吸附的影响,并绘制动态吸附曲线(泄漏曲线),最终确定最佳吸附条件。

1)上样液质量浓度对吸附的影响。取不同质量浓度的千斤拔总黄酮上样液( $3.2072$ 、 $1.6036$ 、 $0.8018$ 、 $0.5345$ 、 $0.3207\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )以 $1.5\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 的流速分别连续通过装柱体积为30 mL的AB-8树脂柱(20 mm×300 mm)进行动态吸附,利用自动部分收集器收集流出液,用紫外分光光度法检测。

2)上样液pH对吸附的影响。取质量浓度为 $1.6036\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的千斤拔总黄酮上样液6份,每份100 mL,分别调节pH至3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0,以 $1.5\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 的流速分别通过装柱体积为30 mL的AB-8树脂柱(20 mm×300 mm),进行动态吸附,利用自动部分收集器收集流出液,用紫外分光光度法检测。

3)上样液流速对吸附的影响。取pH 5.0,质量浓度为 $1.6036\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的千斤拔总黄酮上样液100 mL,分别以1.0、1.5、2.0、2.5、3.0  $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 的流速分别通过装柱体积为30 mL的AB-8树脂柱(20 mm×300 mm),进行动态吸附,利用自动部分收集器收集流出液,采用紫外分光光度法检测。

4)动态吸附曲线的确定。按所确定的吸附条件,pH 5.0,质量浓度为 $1.6036\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的千斤拔总黄酮上样液,以 $2.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 的流速通过装柱体积为30 mL的AB-8树脂柱(20 mm×300 mm),利用自动部分收集器收集流出液,采用紫外分光光度法对流出液进行检测<sup>[12]</sup>。

1.2.7 解析条件的选择 分别对影响解析的洗脱剂浓度和洗脱剂流速进行考察,绘制洗脱曲线,最终确定最佳解析条件。

1)洗脱剂浓度的选择。取千斤拔总黄酮质量浓度为 $1.6036\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的上样液100 mL,以 $2.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 流速通过装柱体积为30 mL的AB-8大孔吸附树脂柱(20 mm×300 mm),进行动态吸附,吸附完全后,依次用蒸馏水、10%、30%、50%、70%、95%乙醇各210 mL以 $1.5\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 流速进行梯度洗脱,利用自动部分收集器收集各部分洗脱液,紫外分光光度法测定吸光度,计算洗脱率<sup>[13]</sup>。

2)洗脱流速的确定。取已处理好的AB-8型大孔树脂5份,湿法装柱(20 mm×300 mm),控制柱体积为30 mL,各加入pH为5.0,质量浓度

为  $1.6036 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的千斤拔总黄酮上样液  $100 \text{ mL}$ , 以  $2.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  的流速通过树脂柱, 进行动态吸附, 吸附饱和后, 先用蒸馏水洗至流出液无色, 再用  $210 \text{ mL}$   $30\%$  乙醇洗至无色, 最后用  $210 \text{ mL}$   $70\%$  乙醇溶液分别以  $1.0$ 、 $1.5$ 、 $2.0$ 、 $2.5$  和  $3.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  的流速进行洗脱, 利用自动部分收集器收集洗脱液, 用紫外分光光度法进行检测, 计算各洗脱流速下的洗脱率。

3) 洗脱曲线的确定。按所确定的吸附和解吸条件, 取千斤拔总黄酮上样液(总黄酮质量浓度为  $1.6036 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )  $240 \text{ mL}$ , 调节溶液  $\text{pH}$  至  $5.0$ , 以  $2.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  流速通过装有柱体积约为  $30 \text{ mL}$  的 AB-8 大孔吸附树脂柱 ( $20 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$ ), 进行动态吸附, 吸附饱和后, 先用蒸馏水洗至无色, 再用  $30\%$  乙醇洗至无色, 后用  $70\%$  乙醇以  $1.5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  流速进行充分洗脱, 利用自动部分收集器收集洗脱液, 测定其中总黄酮含量, 绘制洗脱曲线图。

1.2.8 验证试验 取上样液质量浓度相当于原生药质量浓度为  $0.12 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$  的上样液  $240 \text{ mL}$ , 调节  $\text{pH}$   $5.0$ , 以  $2.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  流速连续通过装柱

体积为  $30 \text{ mL}$  的 AB-8 大孔吸附树脂柱 ( $20 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$ ), 吸附平衡后, 先用蒸馏水洗至无色, 再用  $30\%$  乙醇洗至无色, 后用  $210 \text{ mL}$  的  $70\%$  乙醇以  $1.5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  流速进行充分洗脱, 收集洗脱液, 减压浓缩回收溶剂, 水浴蒸干, 真空干燥得干浸膏, 称重, 按 1.2.2 方法测定吸光度, 计算浸膏中总黄酮纯度。结果表明上样液制成的膏状物中千斤拔总黄酮含量为  $31.26\%$ , 而经大孔树脂分离纯化后的洗脱液制成的膏状物中千斤拔总黄酮含量为  $65.78\%$ 。

## 2 结果与分析

### 2.1 树脂的筛选

从表 1 可知, 7 种不同型号树脂对千斤拔总黄酮的吸附能力差异很大, 其中对千斤拔总黄酮比吸附量最高的树脂是 LSA-21, 其次为 AB-8 型树脂, XDA-6 型树脂的比吸附量最低; 而由解析率测定结果可以看出, LSA-21 型大孔树脂的解析率只有  $62.39\%$ , 小于 AB-8 型大孔树脂的  $93.65\%$ , 综合考虑选择 AB-8 型大孔树脂进行千斤拔总黄酮的分离纯化。

表 1 不同树脂对千斤拔总黄酮的比吸附量和解析率

Table 1 The adsorption and desorption rate of different resins for flavonoids from *Moghania philippinensis*

树脂型号 Resin type	极性 Polarity type	比吸附量/ $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ Adsorption unit	解析率/ $\%$ Desorption rate
D101	非极性	10.63	98.14
LSA-21	中极性	41.21	62.39
AB-8	弱极性	39.18	93.65
LSA-7	极性	26.09	83.92
XDA-6	中极性	7.39	96.39
XDA-8	极性	16.93	81.26
LSA-19	极性	27.46	72.95

### 2.2 吸附条件的选择

2.2.1 上样液质量浓度对吸附量的影响 从图 1 可以看出, 树脂的吸附量随上样浓度增大呈

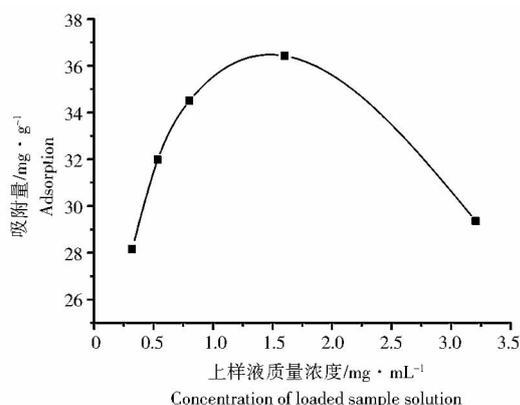


图 1 上样液质量浓度对吸附量的影响

Fig. 1 Effect of loaded sample on adsorption

现先增大后减小的趋势, 当上样液浓度为  $1.6036 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  时, 树脂的吸附量达到最大, 上样液浓度继续增大, 树脂的吸附量反而降低, 可能是由于上样液浓度过大导致树脂泄漏加快, 因此最佳上样液浓度选择  $1.6036 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 相当于原生药质量浓度为  $0.12 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.2.2 上样液  $\text{pH}$  对吸附量的影响 由图 2 可知, 当上样液  $\text{pH}$  为  $5.0$  时, 树脂的吸附量最大;  $\text{pH} > 5$  时, 吸附量随  $\text{pH}$  增大而逐渐减小, 可能是由于黄酮类化合物分子上的酚羟基逐渐与溶液中的  $\text{OH}^-$  反应形成离子, 从而不容易被树脂吸附;  $\text{pH} < 5$  时, 吸附量随  $\text{pH}$  减小而降低, 可能是由于溶液酸性太强, 黄酮类化合物容易转化成伴盐而不易被树脂吸附, 因此适当的酸性环境有利于千斤拔总黄酮化合物的吸附, 故选定上样液  $\text{pH}$  为  $5.0$ 。

2.2.3 上样液流速对吸附率的影响 由图 3 可知, 随着上样液流速的增大, 总黄酮的吸附率降

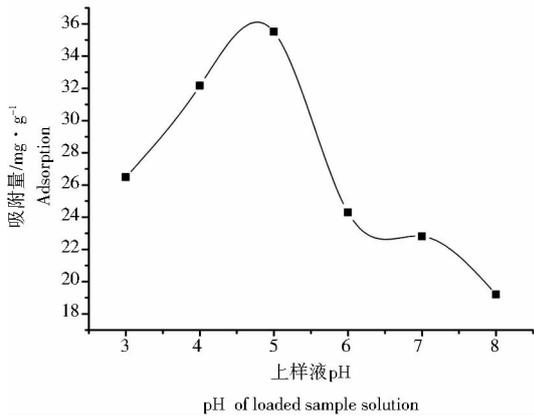


图2 上样液 pH 对吸附的影响  
Fig. 2 Effect of pH value on adsorption

低,主要原因是树脂的泄漏随上样液流速增大而加快;但如果流速过慢,工作效率大大降低。因此,在保证目标成分被充分吸附的同时兼顾工作效率,确定 $2.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 为最佳上样液流速。

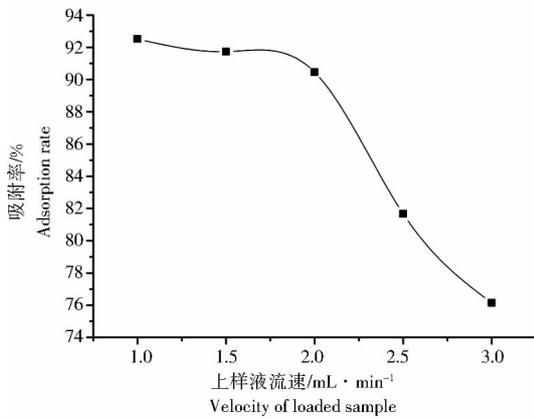


图3 上样液流速对吸附率的影响  
Fig. 3 Effect of loaded sample velocity on adsorption rate

2.2.4 动态吸附曲线的确定 从图4可以看出,30 mL AB-8 树脂可处理 3 BV 柱体积,即 90 mL

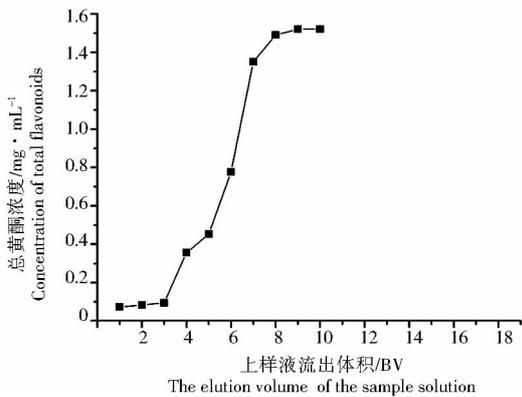


图4 动态吸附曲线  
Fig. 4 The dynamic adsorption curve

的千斤拔总黄酮上样液而不发生泄漏。此时树脂床共吸附千斤拔总黄酮 144.3 mg,湿态 AB-8 大孔吸附树脂对千斤拔总黄酮的吸附量为  $4.81 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。树脂床达到吸附饱和时可处理 8 BV,即 240 mL 的千斤拔总黄酮上样液,湿态饱和吸附量为  $12.83 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.3 洗脱条件的选择

2.3.1 洗脱剂浓度的选择 从图5可知,水洗的洗脱率为 3.7%,各浓度乙醇洗的洗脱率分别为 0.5%、2.38%、25.7%、64.69%和 0.83%。因此,蒸馏水和低浓度的乙醇只能将少量千斤拔总黄酮洗脱下来,而浓度为 50%和 70%的乙醇洗脱完后,总洗脱率可以达到 90%以上,故选用 70%乙醇作为最佳洗脱剂。

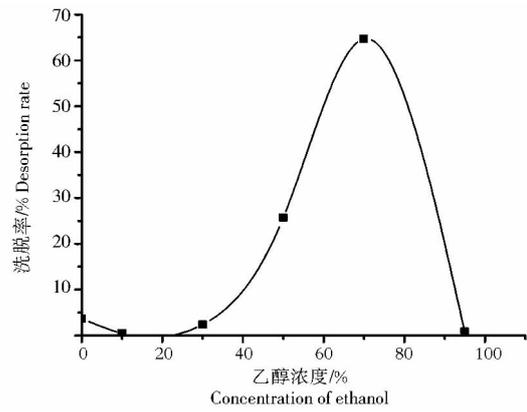


图5 乙醇浓度对洗脱的影响  
Fig. 5 Effect of ethanol concentration on desorption rate

2.3.2 洗脱流速的确定 由图6可知,洗脱率随洗脱流速增大呈现逐渐减小的趋势,可能是因为洗脱流速太大,洗脱剂分子来不及与被吸附物质分子相互作用就已流出色谱柱;但流速太慢,工作效率低,综合考虑,最佳洗脱流速选择  $1.5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

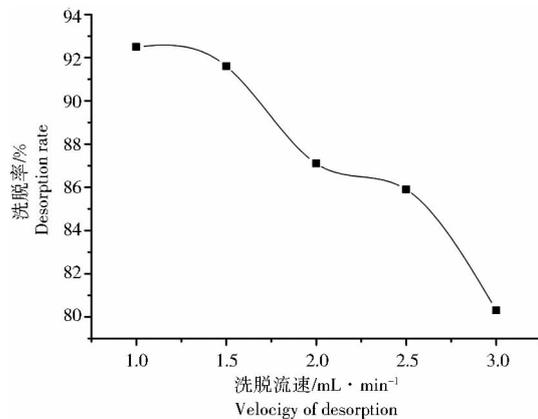


图6 洗脱流速对洗脱率的影响  
Fig. 6 Effect of desorption velocity on desorption rate

2.3.3 洗脱曲线的确定 从图7可以看出,当洗

脱液体积达到 7 BV 柱体积,即 210 mL 时,基本能把树脂吸附的千斤拔总黄酮洗脱完全。

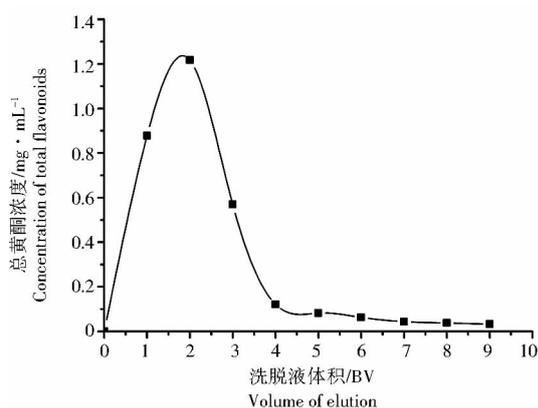


图 7 洗脱曲线

Fig. 7 The desorption curve

## 2.4 工艺验证试验结果

为了验证上述工艺的稳定性,进行 3 次验证性。试验结果表明,采用 AB-8 大孔树脂分离纯化千斤拔总黄酮的最佳工艺条件为:上样液质量浓度相当于原生药质量浓度为  $0.12 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,最大上样量为  $12.83 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,上样液 pH5.0,上样流速为  $2.0 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ,洗脱液乙醇体积分数为 70%,洗脱剂用量为 7 BV,洗脱流速为  $1.5 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 。

## 3 结论

该试验采用 7 种不同类型的大孔吸附树脂对千斤拔总黄酮的吸附和解析性能进行了研究,确定了 AB-8 大孔吸附树脂分离纯化千斤拔总黄酮效果比较好,其最佳工艺条件:千斤拔总黄酮上样液质量浓度相当于原生药质量浓度  $0.12 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,最大上样量为  $12.83 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,上样液 pH5.0,上

样流速为  $2.0 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ,洗脱液乙醇体积分数为 70%,洗脱剂用量为 7 BV,洗脱流速为  $1.5 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 。在此条件下,千斤拔总黄酮纯度由 31.26% 提高到 65.78%,表明 AB-8 型大孔树脂对千斤拔总黄酮具有较好的分离纯化作用,为千斤拔总黄酮的工业化生产提供了基本的依据。

## 参考文献:

- [1] 李华,杨美华,斯建勇,等. 千斤拔化学成分研究[J]. 中草药,2009,40(4):512.
- [2] 李华,杨美华,马小军. 千斤拔黄酮类化学成分研究[J]. 中国中药杂志,2009,34(6):724.
- [3] 孙琳,李占林,韩国华. 千斤拔化学成分研究[J]. 中国药物化学杂志,2009,19(5):364.
- [4] 陈鹏,翁剑斌,殷虎,等. 千斤拔属植物提取工艺及药理作用研究进展[J]. 陕西中医,2013,34(2):247-249.
- [5] 任朝琴,戴先芝,刘圆. 千斤拔药材资源开发与利用的调查报告[J]. 西南民族大学学报:自然科学版,2011,37(4):610-612.
- [6] 张丽霞,彭建明,马洁. 千斤拔研究进展[J]. 中药材,2007,30(7):887-890.
- [7] 任朝琴,刘圆. 千斤拔总黄酮的提取与纯化工艺研究[J]. 西南民族大学学报:自然科学版,2009,35(3):524.
- [8] 傅华强,邹建国,刘飞,等. 大孔树脂分离纯化枳壳中总黄酮的工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(4):14-17.
- [9] 刘荣,何娇,王振宇. 大孔树脂对樟子松树皮多酚的纯化工艺的研究[J]. 食品工业科技,2013,34(11):202-204.
- [10] 苏秀芳,秦健梅. 超声辅助法提取剑叶龙血树根总黄酮的工艺研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(10):98-99.
- [11] 田徽,阮期平,赖恩阳,等. 大孔树脂纯化马兰总黄酮树脂吸附特性及工艺的研究[J]. 食品与发酵工业,2012,38(1):225-226.
- [12] 陈超,陈国芹,陈阿丽,等. AB-8 型大孔吸附树脂纯化复方通脉颗粒有效部位的工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(5):5-6.
- [13] 王晓林,钟方丽,薛健飞. 猴腿蹄盖蕨总黄酮的纯化工艺研究[J]. 河南工业大学学报:自然科学版,2013,34(1):65-67.

# Study on Separation and Purification Technology of Flavonoids from *Moghania philippinensis* by Macroporous Adsorption Resins

CHEN Shuai<sup>1,2</sup>, WANG Hui-zhu<sup>1</sup>, JIANG Kun<sup>1</sup>, ZHAO Cheng-hua<sup>3</sup>

(1. College of Chemistry and Pharmaceutical Engineering, Jilin University of Chemical Technology, Jilin, Jilin, 132022; 2. School of Pharmacy, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang, Liaoning 110016; 3. Jilin Yuwen Middle School, Jilin, Jilin 130012)

**Abstract:** To optimize the process of separating and purifying total flavones from *Moghania philippinensis* by macroporous adsorption resins. The adsorption and desorption characteristics of seven different types of macroporous resins were investigated with total flavone content as the evaluation index. AB-8 resin showed the best effect of separation and purification of total flavones from *Moghania philippinensis*. Optimum conditions for separation and purification of total flavonoids by the macroporous resin were determined according to dynamic adsorption experiments. The optimum process conditions were as follows: the loaded sample concentration was  $0.12 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ , the maximum sample volume was  $12.83 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ , pH was 5.0, loaded velocity was  $2.0 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ , elution solvent concentration was 70% ethanol, elution solvent volume was 7 BV and desorption velocity was  $1.5 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ . Under the process conditions, the purity of total flavones from *Moghania philippinensis* raised to 65.7% from 31.26%. The process could be used to separate and purify the total flavonoids from *Moghania philippinensis*.

**Key words:** *Moghania philippinensis*; macroporous adsorption resins; flavonoids