

AB-8 树脂对半边旗提取液中黄酮的吸附作用

丁利君

(广东工业大学轻工化工学院, 广东 广州 510006)

摘 要: 采用微波协同提取半边旗中的总黄酮, 用分光光度法测定, AB-8 大孔吸附树脂对黄酮进行吸附、纯化。研究表明, AB-8 树脂对提取液中的黄酮有很好的吸附作用, 且静态吸附的效果比动态吸附效果好。静态吸附的最佳工艺参数为: AB-8 树脂与提取液以 1:20 (W/V) 的比例, 于 25℃、pH5~6 的条件下, 提取液中的黄酮含量在 1.5~2.5mg/ml 范围, 恒温震荡 3h 后; 用 60% 的乙醇洗脱。在此条件下, 半边旗黄酮提取液中黄酮总收率为 87.4%。

关键词: 半边旗; 微波; 黄酮; AB-8 树脂

Sorption of AB-8 Resin to Flavonoids of Extract from *Pteris semipinnata* L.

DING Li-jun

(Faculty of Chemical Engineering and Light Industry, Guangdong University of Technology, Guangzhou 510006, China)

Abstract: The extraction and purification of the flavonoid from *Pteris semipinnata* L. was studied. The flavonoids were picked up by cooperated with microwave, and determined with spectrophotometer. The result showed that AB-8 resin had good sorption to the flavonoids of the extract from *Pteris semipinnata* L. and the effect of sorption with static state was better than with dynamic. The best technical parameter of sorption with static state of AB-8 macro porous resin were, the ratio of resin and extracts 1:20 (W/V), pH5~6, and the flavonoids content of the extract was 1.5~2.5 mg/ml, shaking 3 h at 25 °C, then eluted with 60% ethanol. On these conditions, the callback rate of the flavonoids in the extracts from *Pteris semipinnata* L. is 87.4%.

Key words *Pteris semipinnata* L.; flavonoid; microwave; AB-8 resin

中图分类号: Q946.86

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)10-0241-05

半边旗(*Pteris semipinnata* L.), 又名急解索(《纲目》), 蛇利草(《岭南采药录》), 为凤尾蕨科蕨类植物, 主要分布于江西、福建、广东等地。半边旗是药用植物, 全草入药, 现代文献记载, 有止血、生肌、解毒、消肿之功效^[1]。

初步分析证明, 半边旗中含有多种有效成分, 含有丰富的黄酮类化合物。天然来源的生物黄酮分子量小, 能被人体迅速吸收, 能消除疲劳、保护血管、防动脉硬化、扩张毛细血管、疏通微循环、活化大脑及其他脏器细胞的功能、抗脂肪氧化、抗衰老等^[2]。近几年来, 人们对分离与提取植物中的总黄酮研究较多, 提取与分离技术发展也较快。半边旗中黄酮含量高, 测定出黄酮含量高达 4.22%, 有开发利用价值。

AB-8 大孔吸附树脂是通过表面吸附、氢键等与黄酮发生作用, 具有再生简便、解吸条件温和、使用周期长、节省费用等诸多优点, 是一种性能良好的黄酮吸附剂。本实验采用微波协同提取半边旗中的黄酮, 研

究 AB-8 树脂对半边旗黄酮提取液的纯化技术, 对其在医药、食品工业中的应用提供理论依据, 促进半边旗药用植物资源的有效开发利用。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

半边旗, 采自潮州市竹竿山。取其根、茎、叶洗净, 于 80℃ 烘箱内干燥至恒重, 取出, 粉碎, 备用。

试剂 芦丁标准品(99.9%) 中国药品生物制品检定所; AB-8 树脂 南开大学化工厂。

1.2 方法

1.2.1 总黄酮含量的测定方法

以芦丁为标样, 采用分光光度法测定总黄酮含量^[3]。

1.2.2 半边旗中总黄酮的提取

准确称取半边旗干粉 20.00g, 于锥形瓶中, 加入 250ml 90% 的乙醇以浸没样品, 采用微波协同提取法提

收稿日期: 2007-08-03

作者简介: 丁利君(1965-), 女, 副研究员, 主要从事食品化学、食品加工方面的研究。

取半边旗黄酮, 得到萃取液, 过滤, 收集滤液, 定容至 500ml, 备用。

1.2.3 回收率实验

采用加样回收实验, 准确吸取已知含量的半边旗黄酮提取液 0.3ml, 加入芦丁标准溶液, 按样品含量测定方法测定, 结果回收率平均为 99.21%。

1.2.4 AB-8 树脂对半边旗提取液中总黄酮的吸附实验

1.2.4.1 AB-8 大孔树脂的预处理

用 95% 乙醇充分浸泡, 洗涤, 再用蒸馏水洗去乙醇; 然后用 5% HCl 溶液浸泡 3h, 用蒸馏水洗至中性; 最后用 50g/L NaOH 溶液浸泡 3h 后, 用蒸馏水洗至中性。

1.2.4.2 AB-8 大孔树脂对半边旗黄酮的静态吸附实验

准确称取处理好的 AB-8 树脂适量, 置于 100ml 锥形瓶中, 加入半边旗黄酮提取液 20ml, 于 25℃ 恒温震荡, 在 8h 内, 每小时取 0.5ml, 测其黄酮含量, 绘制静态吸附动力学特征曲线。然后将吸附有黄酮的树脂, 用不同浓度的乙醇溶液洗脱, 恒温震荡 2h 后, 过滤, 测定滤液的总黄酮含量, 并计算 AB-8 树脂对半边旗总黄酮静态吸附率、吸脱率和总收率:

$$\text{吸附率 (mg/g)} = \frac{\text{样品黄酮总量} - \text{吸附后滤液中黄酮总量}}{\text{树脂的质量}}$$

$$\text{洗脱率 (\%)} = \frac{\text{洗脱液黄酮总量}}{\text{饱和吸附量}} \times 100$$

$$\text{总收率 (\%)} = \frac{\text{洗脱液黄酮总量}}{\text{原液中的黄酮总量}} \times 100$$

1.2.4.3 AB-8 大孔树脂对半边旗黄酮的动态吸附实验方法

准确量取半边旗黄酮提取液 30ml, 分别缓慢地加入装有 AB-8 树脂的层析柱中, 控制流速分别为 2、1、0.5ml/min, 树脂床的体积为 5ml。每 5ml 收集一次流分, 测定不同流速每个流分的总黄酮含量。吸附饱和后的树脂用 60% 乙醇对其进行洗脱, 分步收集洗脱液, 依次测定总黄酮含量, 计算总黄酮的动态饱和吸附率和动态解吸率。

1.2.4.4 树脂的回收^[7]

AB-8 树脂除了吸附目标物黄酮之外, 还会吸附杂质, 而这些杂质会污染树脂。在使用几次后, 树脂要回收。将要回收树脂用 80% 乙醇洗脱多次, 过滤, 除去杂质, 再用 80% 乙醇浸泡, 干燥, 回收。

2 结果与分析

2.1 AB-8 树脂对半边旗提取液中黄酮的静态吸附效果

2.1.1 AB-8 树脂的用量对静态吸附作用的影响

AB-8 树脂与提取液按不同的比例混合, 分析树脂对黄酮的吸附效果。图 1 结果表明, 树脂与提取液的比值为 1:20 (W/V) 时, 对黄酮的吸附率最高 (92.78%)。

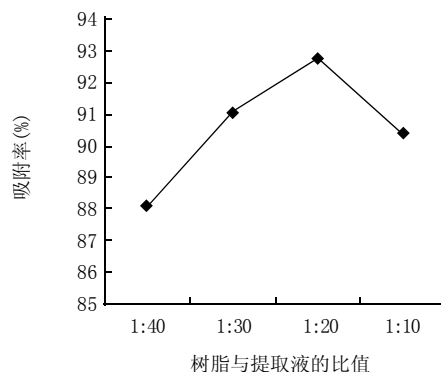


图1 树脂用量对静态吸附作用的影响

Fig.1 Effects of AB-8 resin dosage to sorption with static state

2.1.2 提取液中黄酮浓度对吸附作用的影响

用不同黄酮含量的提取液进行静态吸附实验。图 2 结果可知, 提取液黄酮含量在 1.5~2.5mg/ml 范围时, AB-8 树脂对半边旗提取液中黄酮的静态吸附作用比较好。这是因为过高和过低的黄酮浓度, 都可能影响树脂与黄酮的相互作用。

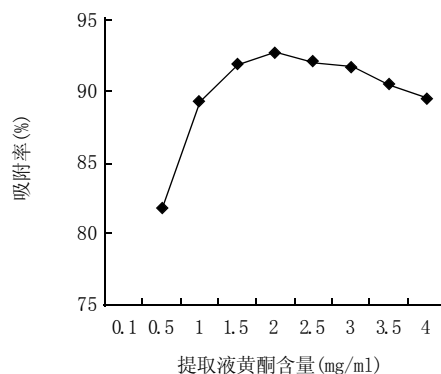


图2 提取液黄酮浓度对静态吸附效果的影响

Fig.2 Effects of flavonoid content of extract to sorption with static state

2.1.3 pH 值对静态吸附作用的影响

将提取液调成不同的 pH 值, 进行静态吸附。实验结果表明 (图 3), 由于提取液中的黄酮的多酚结构特点, 在微酸性条件下, 即 pH5~6 时, AB-8 树脂通过表面吸附与氢键等作用, 对提取液中黄酮的静态吸附率比较高。

2.1.4 作用时间对静态吸附作用的影响

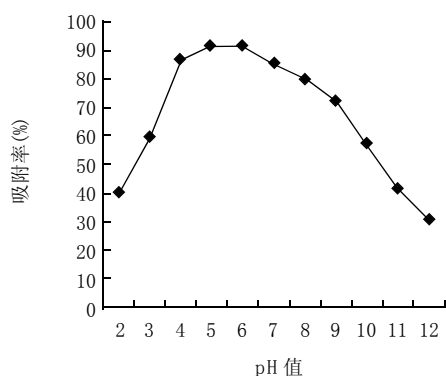


图3 pH 值对静态吸附作用影响
Fig.3 Effects of pH values to sorption with static state

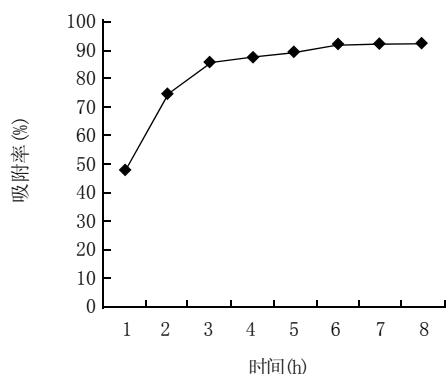


图4 AB-8 树脂对半边旗黄酮的静态吸附进程
Fig.4 Sorption course with static state

从图4可知,该树脂对半边旗黄酮的静态吸附时(AB-8树脂与提取液以1:20 W/V的比例),在0~8h内,处理时间越长,总吸收率越高。但处理3h后的吸附率提高幅度较小,一般处理时间3~5h为宜。

2.1.5 洗脱液对洗脱效果的影响

采用不同浓度的乙醇溶液对吸附于树脂上的黄酮进行洗脱,确定洗脱液。图5结果表明,60%的乙醇溶液洗脱效果最好;且用量是树脂的20倍(重量比)为宜(图6)。

2.2 AB-8 树脂对半边旗提取液中黄酮的动态吸附效果

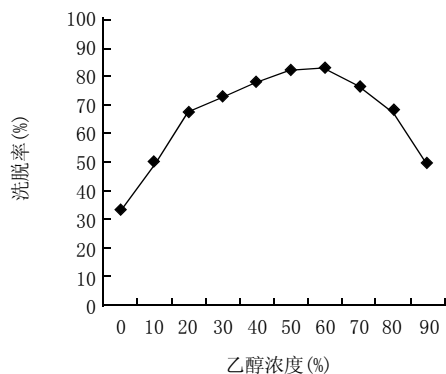


图5 乙醇浓度对洗脱率的影响
Fig.5 Effects of ethanol concentration to eluting rate

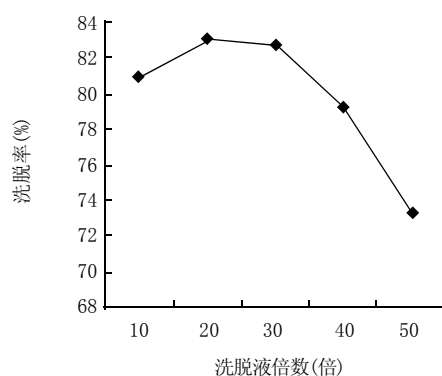


图6 洗脱液量对洗脱效果的影响
Fig.6 Effects of quantity of eluting liquid to eluting rate

2.2.1 流速对动态吸附作用的影响

图7的结果表明,流速太慢、太快都不利于树脂对提取液中黄酮的吸附,流速为1ml/min时,有较高的吸附率。

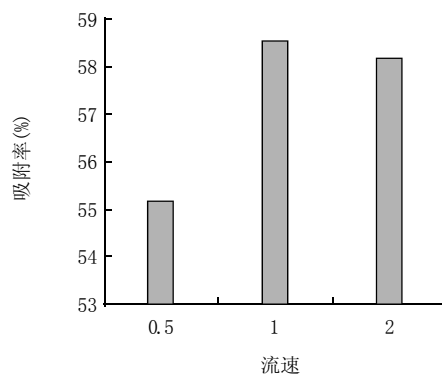


图7 流速对动态吸附率的影响
Fig.7 Effects of velocity of flow to adsorbing rate with dynamic

2.2.2 pH 值对动态吸附作用的影响

将提取液调成不同的pH值,流速为1ml/min,测定树脂对黄酮的吸附率。图8结果表明,pH 5~6时,吸附效果比较好。

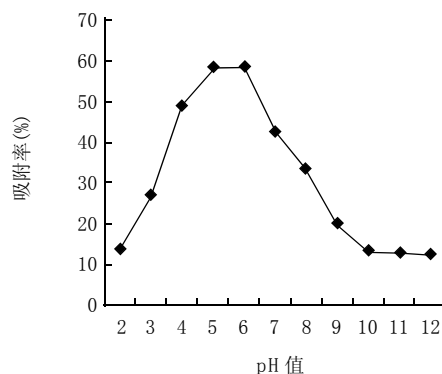


图8 pH 值对动态吸附作用的影响
Fig.8 Effects of pH values to adsorbing rate with dynamic

2.2.3 原液浓度对动态吸附作用的影响

图9结果可知,半边旗提取液的黄酮含量在1~4mg/ml范围时,AB-8树脂对提取液中黄酮的动态吸附作用都比较好。

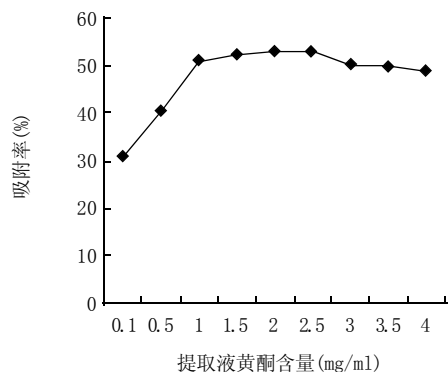


图9 提取液黄酮浓度对动态吸附效果的影响

Fig.9 Effects of flavonoid content of extract to sorption rate with dynamic

2.2.4 洗脱时的动态解吸

用60%的乙醇溶液对吸附于树脂上的黄酮进行洗脱,分段对流分进行分析,测定洗脱率。图10结果表明,先出的流分中,洗脱速度快,黄酮含量高;随着吸附于树脂上的黄酮越来越少,洗脱量也越来越小,流分中的黄酮量也逐渐减少。

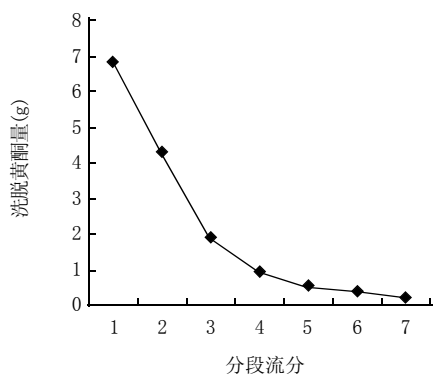


图10 对半边旗黄酮动态解吸

Fig.10 Desorption course with dynamic

2.3 静态吸附与动态吸附的效果比较

比较动态吸附与静态吸附所得的黄酮总收率,静态吸附明显优于动态吸附。可能是由于在AB-8树脂对半边旗黄酮的动态吸附过程中,黄酮提取液在树脂上停留

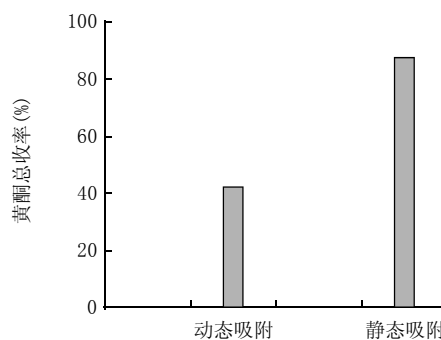


图11 静态与动态吸附效果比较

Fig.11 Compared sorption effect of static state with dynamic

的时间相对缩短,影响了黄酮与树脂的结合,从而降低了吸附效果。

3 结论

半边旗植物资源丰富,黄酮含量较高。采用微波协同提取半边旗黄酮,并用AB-8大孔吸附树脂对其进行吸附,其静态吸附效果比动态吸附效果好。静态吸附的最佳工艺参数为:提取液中黄酮量在1.5~2.5mg/ml范围,AB-8树脂与提取液以1:20(W/V)的比例,于25℃,pH5~6的条件下恒温震荡3h后;然后用60%的乙醇洗脱。此条件下黄酮的总收率可达87.4%。

半边旗总黄酮的分析与吸附,给正确开发利用半边旗资源提供了科学的依据,为其在医药和食品加工中的应用提供了理论基础。

参考文献:

- [1] 卢海生, 庄惠如. 福建福州鼓山药用蕨类植物资源调查[J]. 亚热带通讯, 1999, 28(2): 42-46.
- [2] 赵莉, 杨文钰. 蕨类植物的活性成分研究进展[J]. 中药材, 2004, 27(6): 452-456.
- [3] 丁利君. 微波协同提取乌毛蕨黄酮及其抗氧化研究[J]. 广东化工, 2006, 33(1): 33-35.
- [3] 王威. 黄酮类食用天然色素抗氧化活性的研究[J]. 食品科学, 2001, 22(5): 26-28.
- [4] 塔娜, 周雪梅, 永梅. 紫外分光光度法测定沙棘中黄酮的含量[J]. 中国民族医药杂志, 2005(2): 34.
- [5] 朱华, 邹登峰, 肖建波, 等. 拳卷地钱总黄酮的提取与纯化[J]. 食品科学, 2005, 26(1): 156-159.
- [6] 林天慕, 管清香, 张三奇, 等. 大孔吸附树脂分离纯化独一味总黄酮的研究[J]. 中国药学杂志, 2005, 40(4): 264-266.
- [7] 余白蓉, 秦达念, 余运初. 淫羊藿总黄酮精制方法的建立[J]. 中国现代医学杂志, 2004, 14(16): 27-29; 34.