

几种大孔树脂对甘草黄酮吸附及解吸性能的研究

李红¹, 李炳奇², 刘红², 毛雁升²

(1. 石河子大学生命科学学院 新疆 石河子832003) (2. 石河子大学化学化工学院, 新疆 石河子832003)

摘要: 本论文通过静态吸附及解吸实验、动态吸附及解吸实验, 初步研究了 AB-8、S-8、NKA、NKA-II、D4020、D201、XDA-1、X-5 等八种大孔树脂对甘草黄酮的吸附及解吸性能。实验结果表明, XDA-1 型大孔树脂对甘草黄酮的动态吸附率为 92.18%, 动态解吸率为 83.73%, 是一种较好的分离甘草黄酮的树脂材料。

关键词: 甘草黄酮; 大孔树脂; 吸附; 解吸

中图分类号: R284.2; **文献标识码:** A; **文章篇号:** 1673-9078(2007)01-0011-03

Study on the Sorption and Desorption of Licorice Flavonoid with

Macroporous Resins

LI Hong¹, LI Bing-qi², LIU Hong², MAO Yan-sheng²

(1. College of Life Science, Shihezi University, Shihezi 832003, China)

(2. College of Chemistry and Chemical Engineering of Shihezi University, Shihezi 832003, China)

Abstract: Through static adsorption and desorption as well as dynamic adsorption and desorption, the sorption and desorption properties of macroporous resin including AB-8, S-8, NKA, NKA-II, D4020, D201, XDA-1 and X-5 for licorice flavonoids were studied to gain better understanding of the separation characteristics of these resins. The results showed XDA-1 resin was preferable for separating licorice flavonoids with the dynamic adsorption and desorption ratio being 92.18% and 83.73%, respectively.

Key words: Licorice flavonoids; Macroporous resin; Adsorption; Desorption

甘草除有抗炎、抗病毒活性及治疗溃疡、肝炎、胃肠疾病等功效, 还有抗癌和抗爱滋病毒的作用^[1~3], 同时它又是重要的工业原料, 需求量很大。

许多研究表明甘草的主要成分为甘草三萜皂甙类、甘草黄酮类、甘草多糖类化合物, 另外还有香豆素类、氨基酸、生物雌激素和有机酸等^[4]。随着甘草黄酮类物质药理的研究, 对其有效成分的需求量也不断地增加。但到目前为止, 人们对甘草中有效成分的开发、生产多限于甘草酸, 对甘草黄酮类化合物的开发仅限于粗制品, 不能满足经济日益发展的需要。

分离甘草总黄酮的方法主要有有机溶剂萃取法和树脂吸附分离法, 有机溶剂萃取存在溶剂残留和成本高等缺点, 而大孔吸附树脂具有吸附性能好、效率高、再生容易等优点, 是一种较为经济实用的新方法^[4]。

1 实验材料、试剂与仪器

收稿日期: 2006-08-07

教育部国际合作项目“春晖计划”(项目编号: Z2004-2-65054)。

作者简介: 李红, 硕士研究生, 研究方向为天然产物化学。

通讯作者: 李炳奇教授。

材料: 乌拉尔甘草(石河子开发区天德中药厂提供)。

树脂: S-8、NKA-II、NKA、AB-8、D201、X-5、D4020(均购自南开大学化工厂)、XDA-1(购自西安蓝晓科技有限公司)。

试剂: 95%乙醇(A.R)、KOH(A.R)、甲醇(A.R)、柚皮苷对照品(中国药品生物制品检定所)。

仪器: 超声提循环取机, 紫外-可见分光光度计, 离心机, 旋转薄膜蒸发器, 多头磁力搅拌器, 电子天平, 玻璃仪器气流烘干机, 循环水式多用真空泵, 层析柱。

2 实验方法

2.1 大孔吸附树脂的预处理

(1) 取8种型号的大孔吸附树脂, 用95%乙醇浸泡24h, 然后湿法装柱。

(2) 用95%乙醇冲洗层析柱(流速2BV/h, BV为树脂体积数, 下同), 至流出液加2倍蒸馏水后不产生浑浊为止, 再用大量蒸馏水洗至流出液澄清。

(3) 继续用2~3BV的5%盐酸溶液洗层析柱(流速4~6BV/h), 并浸泡2~3h, 再用蒸馏水以同样的流速洗至中性。

(4)用2~3BV的5%氢氧化钠溶液洗层析柱(流速4~6BV/h),浸泡2~3h后,再用蒸馏水以同样的流速洗至中性。用95%乙醇浸泡备用。

2.2 供试液的制备

甘草粉碎后过40目筛,称取250.00g加8倍量70%乙醇,25℃下超声提取3次,每次25min,超声功率为1000W,抽滤,合并滤液,离心。取上清液旋蒸回收乙醇,浓缩至一定体积后再离心,取上清液定容,测定黄酮浓度。

2.3 黄酮含量测定方法

以柚皮苷为标准品,采用紫外可见分光光度计,在415nm处测定黄酮的吸光度值,并计算黄酮含量。

2.4 静态吸附及解吸试验

2.4.1 静态吸附率测定

准确称取经预处理的大孔吸附树脂各3份,每份2.00g,装入具磨口塞三角瓶中,准确加入过量的甘草黄酮提取液,磁力搅拌器上搅拌24h,充分吸附后过滤,蒸馏水洗涤,准确记录残液体积。测定残液中甘草黄酮的吸光度值,按下式计算各树脂在室温下的吸附量(mg/g)和吸附率。

$$Q_{\text{吸附量}} = (C_1V_1 - C_2V_2) / W$$

吸附率=[上样液中总样品量(mg)-吸附残液中总样品量(mg)]/上样液中总样品量(mg)×100%

式中, Q —吸附量(mg/g), C_1 —吸附前样品液的起始浓度(mg/mL), V_1 —吸附前样品液的起始体积(mL), C_2 —吸附后样品液的剩余浓度(mg/mL), V_2 —吸附残液体积(mL), W —树脂重量(g)。

2.4.2 静态解吸率测定

在做完静态吸附实验的树脂中分别加入50mL 70%的乙醇溶液,在磁力搅拌器上搅拌24h。充分解吸后,准确记录解吸液体积,测定解吸液中甘草黄酮的吸光度值,计算滤液中黄酮浓度,按下式计算各树脂在室温下的解吸率。

$$\text{解吸率} = (CV/Q) \times 100\%$$

式中, Q —吸附在树脂上的总黄酮量; C —解吸液中黄酮的浓度(mg/mL); V —解吸液体积(mL)。

2.5 动态吸附及解吸试验

称取不同型号的大孔吸附树脂10.00g,用蒸馏水湿法装柱,将甘草黄酮提取液稀释成一定的浓度后上样,以2BV/hr的流速进行动态吸附,每10min收集样品一次,每隔一瓶测定流出液中甘草黄酮的吸光度值,计算黄酮浓度,绘制各树脂的泄漏曲线。

上样完全后,用3BV蒸馏水洗柱,再用70%的乙醇以2BV/hr的流速进行动态解吸,每5min收集样品一次,每

隔一瓶测定洗脱液中甘草黄酮的吸光度值,并计算黄酮浓度。

3 结果与分析

3.1 静态吸附及解吸试验结果

八种大孔吸附树脂对甘草黄酮的静态吸附及解吸实验结果见表1。

表1 八种大孔吸附树脂对甘草黄酮的静态吸附率及解吸率 单位:%

	XDA-1	X-5	S-8	D201	AB-8	NKA-II	D4020	NKA
吸附率	77.18	27.21	55.11	52.65	46.21	42.17	31.863	32.73
解吸率	63.04	94.34	63.77	35.92	42.19	8.49	47.36	47.72

表1可知,XDA-1、D201、S-8和AB-8型大孔吸附树脂不仅具有较大的吸附率,而且具有较高的解吸率。

3.2 动态吸附及解吸试验结果

八种大孔吸附树脂的动态吸附及解吸实验结果见表2、表3。

表2 八种大孔吸附树脂对甘草黄酮的动态吸附结果

时间 (min)	黄酮浓度/mg·ml ⁻¹							
	NKA-II	D4020	D201	X-5	AB-8	XDA-1	NKA	S-8
10	5.04	1.72	1.14	1.37	1.02	0.55	1.66	0.42
30	6.90	3.36	2.42	3.47	1.75	1.57	3.67	1.91
50	7.03	4.77	4.12	5.33	3.65	2.75	4.51	3.73
70	7.04	5.32	4.85	5.74	4.92	3.59	5.35	4.77
90	7.07	5.95	5.58	6.05	5.43	4.38	5.76	5.25
110	7.23	6.22	5.76	6.10	5.79	4.69	5.82	5.56
130	7.23	6.62	5.84	6.16	5.84	4.70	5.93	5.67
150	7.23	6.64	5.86	6.18	5.87	4.87	5.97	5.84

表2结果表明,D201、AB-8、S-8、XDA-1型大孔吸附树脂对甘草黄酮都具有较高的吸附性能。

表3 八种大孔吸附树脂对甘草黄酮的动态解吸结果

时间 (min)	黄酮浓度/mg·mL ⁻¹							
	NKA-II	D201	X-5	AB-8	XDA-1	NKA	S-8	D4020
5	1.15	0.79	0.56	0.57	0.42	0.60	1.06	0.26
15	0.37	1.45	1.36	0.49	1.09	0.83	1.49	0.76
25	0.14	1.80	1.41	0.79	1.52	1.52	1.50	1.24
35	0.06	1.84	1.20	1.34	1.63	0.56	1.62	1.17
45	0.05	1.48	0.45	1.50	1.52	0.16	1.59	0.45
55		1.09	0.14	1.06	1.27	0.09	1.03	0.19
65				0.57	0.84		0.50	0.17
75				0.31				0.12

从表3的动态吸附及解吸实验可知,D201、XDA-1、AB-8、S-8型树脂对甘草黄酮都具有较高的吸附及解吸性能,因此,需要继续做动态吸附及解吸实验,以便进一步对这四种树脂进行筛选。

3.3 动态吸附及解吸性能的优选

D201、XDA-1、AB-8、S-8型4种大孔吸附树脂对甘草黄酮的吸附和解吸结果见表4。(下转第16页)