

陈亮,辛秀兰,苏东海,等.金花葵花总黄酮的精制工艺研究[J].江苏农业科学,2016,44(8):339-343.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2016.08.098

金花葵花总黄酮的精制工艺研究

陈亮¹,辛秀兰¹,苏东海¹,王晓杰¹,胡仙妹²,李淳¹,刘琦³

(1.北京电子科技职业学院生物工程学院,北京100029;2.郑州轻工业学院食品与生物工程学院,河南郑州450002;

3.甘肃农业大学食品科学与工程学院,甘肃兰州730070)

摘要:通过静态吸附解吸试验从12种树脂中优选出聚酰胺树脂,其吸附率为38.20%、吸附量为43.93 mg/g,解吸率73.22%,综合吸附解吸效率最高。聚酰胺树脂动态吸附解吸试验结果表明,在提取液上样量50 mL、上样液浓度4.37 mg/mL、上样pH值6.0、上样流速1.0 mL/min、水洗体积5倍、80%乙醇5倍体积洗脱、洗脱流速1.0 mL/min的最佳条件下,金花葵花总黄酮纯度可达到72.6%,产品具有很大的开发潜力。

关键词:金花葵;黄酮;聚酰胺树脂;纯化工艺

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2016)08-0339-04

金花葵(*Hibiscus smanihot* L.)别称菜芙蓉、野芙蓉、黏干、山榆皮,为一年生草本锦葵科秋葵属植物^[1]。金花葵含有丰富的黄酮类化合物和Mn、Fe、Mg、Zn、Cu、Cr等微量元素,能显著调节人体内分泌、免疫力,增强人体抵抗力,增强机体抗氧化能力,具有抗衰老、防癌、降血脂等功效。金花葵含有丰富的金丝桃苷^[2],对神经、循环、免疫、消化系统等具有调节活性,有抗炎、止咳,以及较强的抑制糖醛还原酶活性的作用,具有一定的抗抑郁功效。金花葵适应性强,可广泛种植,含有极为丰富的黄酮类化合物,是黄酮类化合物提取的较佳原料。但因其发现时间短,研究还不够深入,其黄酮类化合物的提取分离方法还不够完善,关于其生理活性方面的研究还不够深入。

本试验研究了12种树脂对金花葵花总黄酮纯化效果,通过静态试验从中筛选出纯化效果最优的树脂,并进行了动态试验,得出树脂纯化就金花葵花总黄酮的最优工艺参数。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

金花葵由河南平顶山军昊农业有限公司提供;HPD100、HPD400、HPD500、HPD722、HPD826、HPD100B、AB-8、S-8、X-5、D4020、聚酰胺、XDA-7PH型树脂均为河北沧州宝恩化学有限公司生产;芸香苷对照品(纯度>98%)为江苏南京

苏朗医药科技开发有限公司生产;亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠、盐酸、无水乙醇均为分析纯,由天津市津海化工有限公司生产;其他试剂均为分析纯。

AR2140型电子分析天平(奥豪斯国际贸易有限公司);601超级恒温水浴(江苏省金坛市医疗仪器厂);T6新世纪型分光光度计(普析通用科技有限公司);TGL-16高速台式冷冻离心机(湖南湘仪离心机厂);LABOROTA 4000旋转蒸发器(Heidolph公司);LGJ-18B型冷冻干燥机(北京四环科学仪器厂有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 树脂种类 参照夏文宽等的研究^[3-5],选择12种树脂:HPD100、HPD400、HPD500、HPD722、HPD826、HPD100B、AB-8、S-8、X-5、D4020、聚酰胺、XDA-7PH型,各树脂型号及物理参数见表1。

1.2.2 树脂预处理 将树脂分别置于95%乙醇溶液中浸泡12 h,用蒸馏水漂洗至无醇味,再依次用1%盐酸、蒸馏水、5% NaOH溶液、蒸馏水洗至中性。

1.2.3 总黄酮含量测定

1.2.3.1 标准曲线的绘制 参照Li的方法^[6],称取20.00 mg芸香苷标准品,加入75%乙醇溶解定容至100 mL容量瓶中,制成浓度为0.20 mg/mL的标准溶液;分别吸取1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL标准液置于25 mL比色管中,加5%亚硝酸钠溶液1.0 mL,摇匀,放置5 min,再加10%硝酸铝溶液1.0 mL,摇匀,放置5 min。最后加10%氢氧化钠溶液10.0 mL,摇匀,75%乙醇定容至25 mL刻度放置15 min,以相应试剂为空白,在505 nm波长处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。回归方程为 $y = 4.7807x + 0.0051$, $r^2 = 0.9996$,在0.02~0.14 mg/mL范围内有良好的线性关系。

1.2.3.2 样品的测定 将金花葵提取物样品置于25 mL比色管中,加5%亚硝酸钠溶液1.0 mL,摇匀,放置5 min,再加10%硝酸铝溶液1.0 mL,摇匀,放置5 min。最后加10%氢氧化钠溶液10.0 mL,摇匀,75%乙醇定容至刻度放置15 min,以相应试剂为空白,在505 nm波长处测定吸光度,利用回归

收稿日期:2015-06-16

基金项目:公益性行业(农业)科研专项(编号:201103037);北京电子科技职业学院科技类博士资助课题(编号:YZKB2014005);促进人才培养(师资队伍建设和校内专业教学团队和优秀人才培养计划项目(编号:CJRC-SZDW-2015/001);北京市教委科技计划面上项目(编号:KM201510858001);促进人才培养(教学项目)-国家教育体制改革-北京现代制造职教集团建设项目(编号:CJRC-JX-2015/002);促进人才培养综合改革项目。

作者简介:陈亮(1986—),男,陕西汉中,博士,讲师,主要从事天然产物的分离与分析的研究。Tel:(010)84652991;E-mail:leon200482085@sina.com。

通信作者:辛秀兰,博士,教授,主要从事天然产物研究与产品创新。Tel:(010)84652991;E-mail:xiulanxin@163.com。

表1 吸附树脂型号及物理参数

树脂	极性	粒径范围(mm)	比表面积(m ² /g)	平均孔径(Å)	表观密度(g/mL)
AB-8	弱极性	0.30~1.25	480~520	130~140	0.25~0.32
S-8	极性	0.30~1.25	100~120	280~300	
X-5	非极性	0.30~1.00	500~600	290~300	
D4020	非极性	0.30~1.25	540~580	100~105	
HPD100	非极性	0.30~1.25	600~630	85~90	0.28~0.34
HPD100B	非极性	0.30~1.25	540~580	120~160	
HPD400	中极性	0.30~1.20	500~550	75~80	0.28~0.34
HPD500	极性	0.30~1.20	500~550	55~75	0.28~0.34
HPD722	弱极性	0.30~1.25	485~530	130~140	0.25~0.32
HPD826	极性	0.30~1.25	500~600	90~100	0.27~0.34
聚酰胺	弱极性	0.30~1.25	520~560		
XDA-7PH	极性	0.30~1.20	560~700	25~30	

方程,计算出样品总黄酮含量。

1.2.4 静态试验

1.2.4.1 静态吸附试验 参考吴亚琼的方法^[7],称取12种预处理后的树脂各1.0 g于250 mL具塞磨口三角瓶,加入金花葵黄酮提取液20 mL,在28℃条件下恒温振荡24 h,过滤,采用“1.2.3”节方法测定滤液中的黄酮含量,根据下式计算各种树脂的吸附量、吸附率:

$$\text{吸附量 } Q = \frac{(C_0 - C_r) \times V}{m}; \text{吸附率 } A = \frac{(C_0 - C_r)}{C_0} \times 100\%。$$

式中:Q为吸附量(mg/g干树脂);C₀为起始浓度(mg/mL);C_r为滤液浓度(mg/mL);V为溶液体积(mL);m为树脂质量(g)。

1.2.4.2 静态解吸试验 将滤后树脂置于三角瓶,加入80%乙醇20 mL,在28℃条件下恒温振荡24 h,过滤,采用“1.2.3”节方法测定滤液中的黄酮含量,根据下式计算各种树脂的解吸率:

$$\text{解吸率 } D = \frac{20 \times C_r}{m \times Q} \times 100\%。$$

式中:Q为吸附量(mg/g干树脂);C_r为解吸后总黄酮浓度(mg/mL);m为树脂干质量(g)。

1.2.5 动态吸附和动态解吸试验

1.2.5.1 动态上样量的确定 参考严志慧的方法^[5],将静态试验筛选出的树脂装于层析柱(1.0 cm×30 cm)内,用95%乙醇清洗至无白色浑浊,用蒸馏水洗至无醇味,将黄酮粗提液100 mL于柱顶注入,以1 mL/min的流速动态吸附,收集流出液,每5 mL为1个样品,测定吸光度,计算黄酮浓度,绘制树脂泄漏曲线,确定动态上样量。

1.2.5.2 水洗体积确定 装柱、进样方法同“1.2.4.1”节,以1.0 mL/min的流速动态洗脱,分别使用1、2、3、4、5、6、7、8、9、10倍去离子水洗脱,收集洗脱液,每5 mL为1个样品,测定其吸光度,计算洗脱液中黄酮浓度,确定最佳水洗体积量。

1.2.5.3 醇洗体积确定 装柱、进样方法同“1.2.4.1”节,以1.0 mL/min的流速进行动态洗脱,用去离子水、80%乙醇洗脱,收集洗脱液,每5 mL为1个样品,测定其吸光度,计算黄酮浓度,绘制动态解吸曲线,得出最优乙醇洗脱体积。

1.2.5.4 树脂纯化单因素试验 参考王克勤等的方法^[8],装柱、进样方法同“1.2.4.1”节。在其他因素不变的前提下,对单因素设定不同水平,以总黄酮吸附率为指标进行单因素试

验。单因素试验设计如下:(1)上样液浓度单因素试验:在1.0 mL/min流速吸附、上样pH值为4.0、蒸馏水洗脱、80%乙醇1.0 mL/min流速洗脱的条件下,上样浓度优选试验设置为2.34、3.35、4.37、5.46、6.24 mg/mL。(2)上样流速单因素试验:在上样浓度6.24 mg/mL、上样pH值为4.0、蒸馏水洗脱、80%乙醇1.0 mL/min流速洗脱的条件下,上样流速优选试验设置为0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL/min。(3)上样pH值单因素试验:在上样浓度6.24 mg/mL、1.0 mL/min流速吸附、蒸馏水洗脱、80%乙醇1.0 mL/min流速洗脱的条件下,上样pH值优选试验pH值设置为2.0、4.0、6.0、8.0、10.0。(4)乙醇洗脱浓度单因素试验:在上样浓度6.24 mg/mL、上样pH值为4.0、1.0 mL/min流速吸附、蒸馏水洗脱、1.0 mL/min流速洗脱的条件下,乙醇洗脱浓度优选试验设置为20%、40%、60%、80%、100%。(5)洗脱流速单因素试验:在上样浓度6.24 mg/mL、1.0 mL/min流速吸附、上样pH值为4.0、蒸馏水洗脱、80%乙醇洗脱的条件下,洗脱流速优选试验设置为0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL/min。

2 结果与分析

2.1 静态试验结果

2.1.1 静态吸附 从表2可以看出,12种树脂吸附量、吸附率大小顺序为AB-8>聚酰胺>HPD826>HPD722>HPD100B>HPD100>D4020>HPD400>HPD500>X-5>S-8>XDA-7PH,其中AB-8的吸附率、吸附量最高,分别为38.81%和44.63 mg/g,其次是聚酰胺,吸附率为38.20%,吸附量为43.93 mg/g。

2.1.2 静态解吸 由表3可知,12种树脂解吸率大小顺序为HPD500>HPD400>D4020>聚酰胺>HPD100>XDA-7PH>X-5>HPD826>HPD100B>S-8>HPD722>AB-8。HPD500解吸率最大,为81.75%,其次是HPD400,解吸率为79.54%,聚酰胺解吸率为73.22%,AB-8解吸率为45.65%。

2.1.3 树脂优选 图1表明,综合吸附率和解吸率选择聚酰胺树脂作为纯化金花葵总黄酮树脂。

2.2 动态试验

2.2.1 上样量的确定 图2表明,流出液中总黄酮浓度随上样量增加而增大,上样量达50 mL(第10管)时,流出液中总黄酮浓度为0.667 mg/mL,约为上样浓度6.24 mg/mL的1/10,即树脂达饱和吸附^[7],故上样量确定为50 mL。

表2 各种树脂静态吸附结果

树脂种类	质量 (g)	平衡浓度 (mg/mL)	吸附量 (mg/g)	吸附率 (%)
HPD100	1.01	4.13	32.43	28.20
HPD400	1.00	4.20	31.03	26.99
HPD500	1.00	4.27	29.64	25.77
HPD722	0.98	3.65	42.02	36.54
HPD826	0.99	3.58	43.41	37.75
HPD100B	1.00	3.91	36.79	31.99
AB-8	0.99	3.52	44.63	38.81
S-8	1.01	4.32	28.59	24.86
X-5	1.01	4.27	29.64	25.77
D4020	0.99	4.19	31.21	27.14
聚酰胺	0.98	3.55	43.93	38.20
XDA-7PH	1.00	4.32	28.59	24.86

表3 各种树脂静态解吸结果

树脂种类	质量 (g)	平衡浓度 (mg/mL)	解吸率 (%)
HPD100	1.00	1.08	71.93
HPD400	1.00	1.28	79.54
HPD500	1.01	1.56	81.75
HPD722	0.99	0.96	45.92
HPD826	0.98	1.32	61.24
HPD100B	1.00	1.09	59.19
AB-8	0.98	1.01	45.65
S-8	0.99	1.74	49.85
X-5	1.00	1.24	63.83
D4020	0.99	1.14	74.56
聚酰胺	0.98	1.38	73.22
XDA-7PH	0.99	1.26	68.92

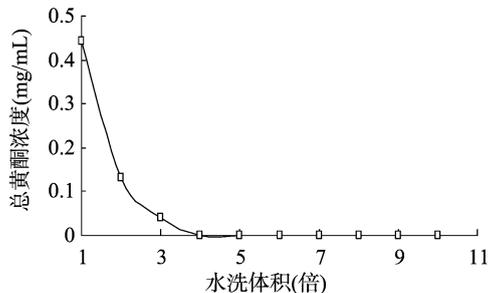


图3 水洗体积对总黄酮浓度的影响

2.2.3 醇洗体积的确定 由图4可以看出,随着乙醇洗脱体积增加,洗脱液中总黄酮浓度升高,且第9管达最大值,随后呈下降趋势,当乙醇体积达到5倍时,洗脱液中总黄酮浓度为0并保持不变,说明黄酮类成分已完全被洗脱,故确定乙醇洗脱体积为5倍,即125 mL。

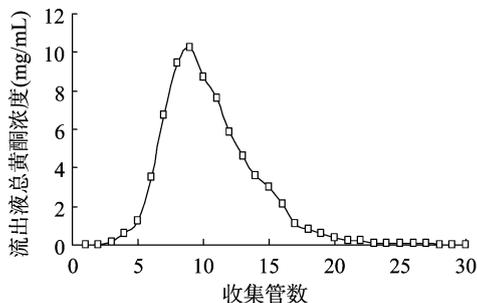


图4 聚酰胺树脂动态解吸曲线

2.2.4 聚酰胺树脂纯化条件确定

2.2.4.1 上样浓度的确定 图5表明,上样浓度在2.34~4.37 mg/mL之间时吸附率随上样浓度的升高而增大,且上样浓度为4.37 mg/mL时,吸附率达最大值22.92%,随后吸附率下降,故确定上样浓度为4.37 mg/mL。

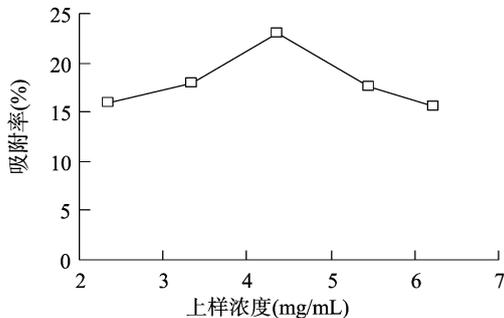


图5 上样浓度对吸附率的影响

2.2.4.2 上样流速的确定 图6表明,上样流速0.5~1.0 mL/min之间时,吸附率随之增大,并于1.0 mL/min时吸附率达最大值,上样流速继续增大,则吸附率下降,故上样流速确定为1.0 mL/min。

2.2.4.3 上样pH值的确定 由图7可以看出,上样pH值为2.0~6.0之间时,吸附率随pH值的增加而增大,且pH值为6.0时达到最大值,pH值继续增大,则吸附率下降,故确定上样pH值为6.0。

2.2.4.4 乙醇洗脱浓度的确定 由图8可以看出,乙醇洗脱浓度在20%~80%之间时,洗脱液中总黄酮含量随乙醇浓度的升高而增大,浓度为80%时达到最大值,乙醇洗脱浓度在

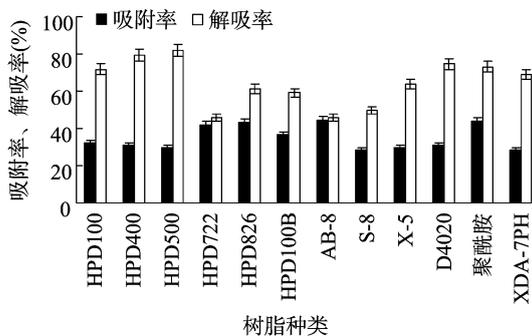


图1 各种树脂静态吸附、解吸效果

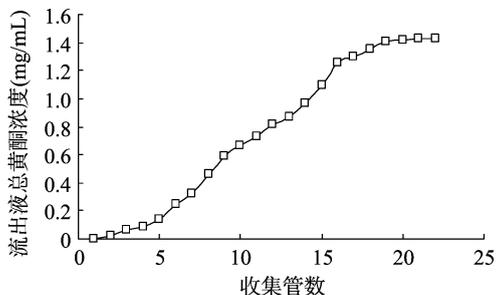


图2 聚酰胺树脂动态吸附曲线

2.2.2 水洗体积的确定 由图3可知,随水洗量增加,洗脱液中总黄酮浓度逐渐减小,水洗体积4倍后,洗脱液中总黄酮浓度趋于0,故选择5倍水洗体积洗脱。

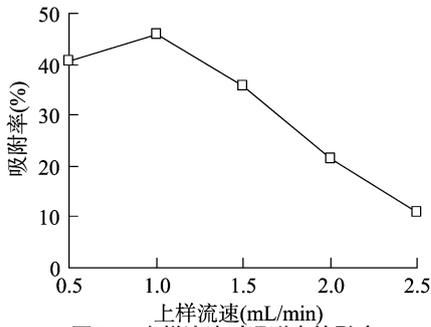


图6 上样流速对吸附率的影响

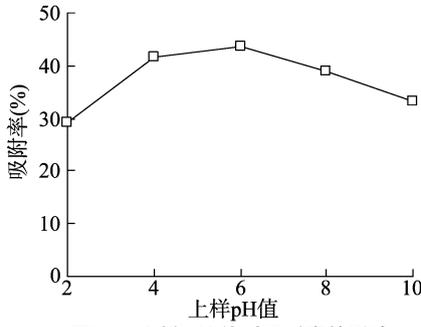


图7 上样 pH 值对吸附率的影响

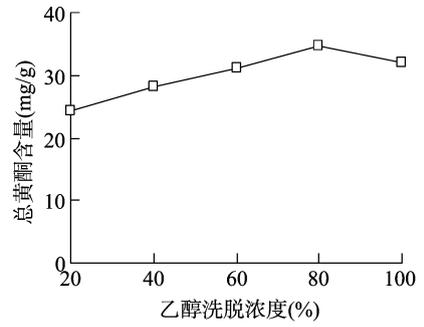


图8 乙醇洗脱浓度对总黄酮含量的影响

80%~100%时总黄酮含量随之降低,故确定乙醇洗脱浓度为80%。

2.2.4.5 洗脱流速的确定 由图9可知,洗脱流速在0.5~1.0 mL/min时,洗脱液中总黄酮含量随流速的增加而增大,流速1.0 mL/min时达最大值36.07 mg/g,而洗脱流速在1.0~2.5 mL/min时总黄酮含量逐渐降低,故洗脱流速确定为1.0 mL/min。

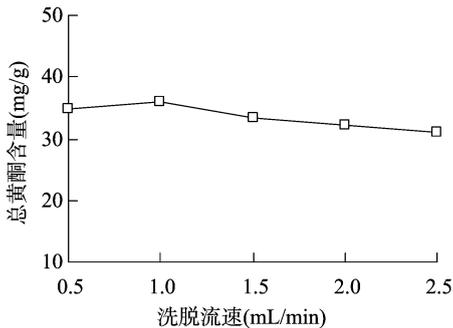


图9 洗脱流速对总黄酮含量的影响

3 讨论与结论

金花葵花总黄酮经聚酰胺树脂纯化后具有一定的浓缩富集作用,粗提物纯度为38.21%,聚酰胺树脂纯化后产品纯度为72.6%,产品精制倍数为1.9倍,得到了良好的纯化效果。

树脂的极性是影响吸附性能的重要因素之一,极性不同吸附特点不同^[9]。非极性树脂是由偶极矩很小的单体聚合而成,与小分子疏水部分作用吸附有机物,适于吸附极性溶剂中的非极性物质,如芳香族化合物。中性树脂含酯基表面兼有疏水和亲水2个部分,既可在极性溶剂中吸附非极性物质,又可在非极性溶剂中吸附极性物质。极性树脂含酰胺基、氨基、酚羟基等,通过静电相互作用吸附极性物质,如丙烯酰胺^[10]。被吸附化合物的分子量大小和极性的强弱对吸附效果也有影响。例如同一种树脂,对分子量较大的化合物吸附作用较强^[11]。本研究选取的12种树脂包含了极性(S-8、HPD826、HPD500)、弱极性(AB-8、聚酰胺、HPD722、XDA-7PH)、非极性(X-5、D4020、HPD100、HPD100B)和中性极性(HPD400)4种类型,纯化试验结果表明,弱极性树脂纯化效果较好,其原因是金花葵花中的黄酮类化合物具有酚羟基和糖苷键,是弱极性的物质,根据相似相容原理,弱极性的聚酰胺树脂较为理想,其酰胺键与黄酮类化合物的酚羟基相结合吸附效果优于其他树脂。吴名全等采用聚酰胺纯化乙醇回流

提取金花葵花总黄酮,得到了较好的纯化效果^[12]。

影响树脂吸附效果的主要因素为上样液浓度、上样液 pH 值、上样流速及洗脱剂浓度、流速等。被吸附物浓度增加吸附效果增加,但被吸附物浓度增加有一定的限度,不能超过树脂的吸附容量。若上样浓度较低,部分树脂未达到吸附饱和,而浓度过高时,黄酮提取液容易发生絮凝和沉淀,无法与树脂充分接触。在树脂的吸附容量不是很大的情况下,一般低浓度下进行吸附效果较好^[11]。陆志科等研究了大孔树脂对竹叶黄酮的吸附分离特性,结果表明,上样浓度为3.5 mg/mL时,大孔树脂吸附率最高^[13]。

黄酮类化合物为多羟基酚类,呈弱酸性,因而要达到高效的吸附效果,必须在弱酸性或酸性条件下进行吸附。pH 值过大,金花葵花总黄酮中的酚羟基与聚酰胺以氢键的形式结合,碱性增大,酚羟基上的氢解离形成酸根离子,与树脂结合力减弱,影响吸附率。肖坤福等采用 PDH-600 树脂对多穗柯总黄酮的吸附性能研究,结果发现,pH 值为5时吸附量最大,效果最好^[14]。王冬梅等利用大孔吸附树脂对翅果油树叶中总黄酮进行了分离研究,翅果油树叶样液 pH 值为4时,LSA-10 树脂对总黄酮的吸附量最大^[15]。

上样流速主要是影响溶质向树脂内表面扩散,决定吸附效果,如果吸附液流速太快,被吸附物质的分子未被树脂充分吸附就提早发生泄露。刘锡建等利用 X-5 树脂对沙棘中总黄酮进行精制研究,结果表明,吸附速度为2 mL/min 效果最好^[16]。任顺成等研究 AB-8 树脂对玉米须总黄酮的纯化效果,结果表明,吸附速度为12 mL/min 效果最理想^[17]。

洗脱速度一般都较慢,因为流速过快,洗脱性能差,洗脱带宽,且拖尾严重,洗脱不完全;而流速过慢,会延长时间^[17]。因此,在洗脱时,一定要确定合适的洗脱速度,常用的解吸流速为0.5~3 mL/min^[18]。

本试验对所选用12种不同极性的树脂进行静态试验,结合静态吸附率和静态解吸率选出聚酰胺是纯化金花葵花总黄酮的最理想树脂,因其含有酰胺键可与黄酮的酚羟基结合,使纯化效果更佳。对聚酰胺树脂动态试验条件优化,确定了提取液上样量50 mL、水洗体积5倍、醇洗体积5倍、上样浓度4.37 mg/mL、上样 pH 值6.0、上样流速1.0 mL/min、80%乙醇溶液以1.0 mL/min 流速洗脱的条件下,纯化后的金花葵花总黄酮纯度可达72.6%。

参考文献:

[1] 吴明全. 珍稀植物——金花葵[J]. 现代园艺, 2008(10): 16-17.

曹剑锋,任朝辉,芦静波,等. 百尾参多糖的提取工艺及其抗氧化性评价[J]. 江苏农业科学,2016,44(8):343-346.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2016.08.099

百尾参多糖的提取工艺及抗氧化性评价

曹剑锋^{1,2}, 任朝辉³, 芦静波⁴, 王自布¹, 夏慧芳¹, 夏丽莎¹, 刘丹¹

(1. 贵州师范学院贵州省生物资源开发利用特色重点实验室, 贵州贵阳 550018; 2. 贵州师范学院转化与分离研究所, 贵州贵阳 550018; 3. 贵州师范大学, 贵州贵阳 550001; 4. 皖南医学院, 安徽芜湖 241002)

摘要:水提醇沉法提取百尾参多糖,以多糖得率为指标,考察提取时间、提取温度、料液比、提取次数对多糖提取量的影响,在单因素试验基础上以正交试验优化提取工艺参数。通过测定百尾参多糖清除 1,1-二苯基-2-苦基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH) 自由基和 ·OH 自由基能力、还原力及螯合力来评价其抗氧化活性。结果表明,百尾参多糖水提取的最佳工艺条件为提取温度 100 ℃、提取时间 4 h、料液比 1 g : 50 mL、提取次数 4 次,在此条件下,百尾参多糖的提取率为 15.68%,以正交试验极差分析得出,温度对百尾参多糖提取影响最大。百尾参多糖清除 DPPH 自由基和 ·OH 自由基、还原力及螯合力的 IC₅₀ 值分别是 4.8、1.8、3.9、0.24 mg/mL,百尾参多糖具有显著体外抗氧化活性。

关键词:百尾参;多糖;提取;抗氧化

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2016)08-0343-04

百尾参为百合科(Liliaceae)万寿竹属(*Disporum*)植物万寿竹[*Disporum cantoniense*(Lour.) Merr.]的根及根茎,别称白味参、白龙须等。百尾参为多年生草本药用植物,在中国南北均有分布,具有润肺止咳、健脾消积的功效,传统用于虚损咳嗽、痰中带血、肠风下血、食积胀满等症[¹⁻²]。以百尾参为主药的市售复方制剂有贵州百灵生产的咳速停系列药物。陈磊等对其化学成分研究发现,百尾参含有多种活性成分,如黄

酮类化合物以及糖苷类化合物、萜类以及挥发油、有机酸等[³⁻⁶]。现代药理学研究表明,百尾参具有止咳、抗菌、抗炎等多种药理作用[⁷⁻⁸];关于百尾参多糖提取的工艺研究未见报道。本研究以百尾参为原料,水提醇沉法提取多糖。在单因素试验基础上以正交试验对百尾参多糖提取工艺进行优化,通过测定百尾参多糖清除 1,1-二苯基-2-苦基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH) 自由基和 ·OH 自由基能、还原力及螯合力来评价其抗氧化活性。为百尾参多糖在食品及相关领域的开发利用提供理论依据。

收稿日期:2016-03-08

基金项目:贵州省教育厅自然科学基金(编号:黔教合 KY 字[2015]374);贵州省科技厅自然科学基金(编号:黔科合 J 字[2013]2233);贵州省应用化学特色重点学科建设项目(编号:黔教科研发[2012]442)。

作者简介:曹剑锋(1971—),男,甘肃天水人,博士,副教授,研究方向为天然药物。Tel:(0851)-85816647;E-mail:cj266@126.com。

1 材料与方法

1.1 材料

百尾参药材采自贵州省安顺市,经贵州师范学院鉴定为百合科(Liliaceae)万寿竹属(*Disporum*)植物万寿竹[*Disporum*

[2]彭志兵,吴正平. 高效液相色谱-质谱法分析金花葵花中金丝桃苷[J]. 安徽农业科学,2008,36(23):10028-10029.

[3]夏文宽. 菜芙蓉花中黄酮的提取及抗氧化性分析[D]. 镇江:江苏大学,2007.

[4]蔡碧琼. 稻壳黄酮类化合物的提取、精制及抗氧化活性研究[D]. 福州:福建师范大学,2008.

[5]严志慧. 芹菜黄酮的分离与纯化技术研究[D]. 长沙:湖南农业大学,2009.

[6] Li W X. Standardization of method for determination of flavone in tartary buckwheat and its products[M]. Beijing: China Agricultural Science & Technology Press,2006:38-45.

[7]吴亚琼. 柑橘皮黄酮提取、纯化和抗氧化性研究[D]. 杨凌:西北农林科技大学,2008.

[8]王克勤,严志慧,罗军武,等. 聚酰胺树脂分离纯化芹菜黄酮的工艺研究[J]. 食品与机械,2009,25(3):46-50.

[9]董珂. 大孔树脂技术在中药研究中的应用概况[J]. 药学实践杂志,2006,24(1):13-16.

[10]李萍. 大孔吸附树脂在中草药有效成分研究中的应用[J]. 天津药学,2002,14(3):9-11.

[11]郭永学,李楠,杨美燕,等. 大孔吸附树脂在中草药研究中的应用进展[J]. 药品评价,2004,1(5):378.

[12]吴名全,雷波. 金花葵花中总黄酮的提取纯化及含量测定[J]. 农技服务,2009,26(10):127,138.

[13]陆志科,谢碧霞. 大孔树脂对竹叶黄酮的吸附分离特性研究[J]. 经济林研究,2003,21(3):1-4.

[14]肖坤福,廖晓峰,于容,等. HPD-600树脂对多穗柯总黄酮的吸附性能研究[J]. 广州食品工业科技,2005,19(4):10-11.

[15]王冬梅,李瑛,杨秀萍,等. 大孔吸附树脂提取分离翅果油树叶总黄酮的研究[J]. 西北植物学报,2003,23(9):1621-1624.

[16]刘锡建,王艳辉,马润宇. 利用大孔吸附树脂精制沙棘总黄酮工艺的研究[J]. 中国油脂,2004,29(5):37-39.

[17]任顺成,丁霄霖. 大孔树脂对玉米须类黄酮的吸附分离特性研究[J]. 食品与发酵工业,2003,29(12):17-21.

[18]钱庭宝. 吸附树脂及其应用[M]. 北京:化学工业出版社,1990.