

李 凤,刘芸芸,李爱峰,等. 大孔吸附树脂纯化大黄中游离蒽醌的工艺[J]. 江苏农业科学,2019,47(19):203-208.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2019.19.048

大孔吸附树脂纯化大黄中游离蒽醌的工艺

李 凤, 刘芸芸, 李爱峰, 孙爱玲, 柳仁民

(聊城大学化学化工学院, 山东聊城 252059)

摘要:拟研究大孔吸附树脂纯化大黄中游离蒽醌的最佳工艺。先以大黄中总游离蒽醌和苯乙酸的静态吸附率和解吸率为指标,对 6 种不同型号的大孔吸附树脂进行筛选,然后通过静态和动态吸附解吸试验优化纯化工艺。结果表明,HPD-400 型大孔吸附树脂对大黄中游离蒽醌和苯乙酸的吸附与解吸性能较好,且其吸附等温线方程较符合 Langmuir 模型;确定最佳吸附条件如下:pH 值 4.5,上样液浓度 4 mg/mL,最大上样量 7 BV;最佳洗脱条件如下:先用 70 BV 的 0.2 mol/L NaHCO_3 溶液从大黄中分离出苯乙酸及杂质,再用 15 BV 的 95% 乙醇洗脱游离蒽醌;总游离蒽醌纯度由 41.17% 提高到了 82.60%。HPD-400 型大孔吸附树脂可以有效纯化大黄游离蒽醌。

关键词:大黄;游离蒽醌;大孔吸附树脂;纯化;Langmuir 模型

中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2019)19-0203-06

大黄(Radix et Rhizoma Rhei)为临床常用的传统中药,具有清热退火、活血化瘀、减肥降脂等功效^[1-2]。现代药理学研究表明,大黄具有保肝、利胆、抗肿瘤、免疫调节等功能^[3]。大黄的主要药用成分为蒽醌类衍生物,分为游离型蒽醌和结合型蒽醌,游离型蒽醌主要有大黄酸、大黄素、大黄酚、芦荟大黄素、大黄素甲醚^[4-5];结合型蒽醌有番泻苷 A、B、C、D 及大黄酸-8-葡萄糖苷、大黄素葡萄糖苷等^[4-5]。

近年来,大孔吸附树脂的应用越来越广泛,尤其是在天然产物有效成分分离方面,它具有分离纯化效果优良的应用特点^[6-8]。目前,国内利用大孔吸附树脂对大黄成分的研究主要集中在对总蒽醌的纯化,方法是使用大孔吸附树脂以不同

浓度的乙醇进行洗脱^[9-10],但以大孔吸附树脂用 NaHCO_3 除去大黄中的苯乙酸和杂质进而纯化蒽醌类化合物的研究尚未见报道。本研究采用无水乙醚和 20% 硫酸水溶液混合液(体积比 1:5)回流提取,以 HPD-400 型大孔吸附树脂使用 NaHCO_3 溶液就可以将杂质以及苯乙酸分离出来,然后用 95% 乙醇纯化得到高纯度的总蒽醌类化合物。采用高效液相色谱法同时测定其中的苯乙酸和 5 种蒽醌类物质的峰面积,从而对其进行定量分析。

1 材料与方法

1.1 试验材料

粗提物制备及大孔吸附树脂分离纯化所用的溶剂均为分析纯,购自烟台远东精细化工有限公司;所用试剂 NaHCO_3 、 Na_2CO_3 、 NaOH 为分析纯,购自天津市风船化学试剂科技有限公司;HPLC(高效液相色谱法)分析用的甲醇为色谱纯,购自美国 TEDIA 试剂公司;试验用水为娃哈哈纯净水。ADS-7 型、HPD-500 型、HPD-826 型、HPD-400 型、HPD-100 型和 AB-8 型大孔吸附树脂,购自沧州恩宝化工有限公司。大黄药材购于聊城利民大药店总店,经山东中医药大学张永清

收稿日期:2018-07-10

基金项目:国家自然科学基金(编号:21675071);山东省重点研发计划(编号:2016GSF202007)。

作者简介:李 凤(1990—),女,山东菏泽人,硕士研究生,主要从事药物分离与分析研究。E-mail:lifeng8129@163.com。

通信作者:柳仁民,博士,教授,主要从事药物分离与分析研究。E-mail:renminliu@126.com。

[12]刘 珊,罗义辉. 利用基于单链抗体的 BIAcore 技术检测蔬菜中的杀螟硫磷残留[J]. 河南农业科学,2017,46(5):95-99.

[13]中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,中华人民共和国农业农村部. 食品中农药最大残留限量:GB 2763—2014[S]. 北京:中国标准出版社,2014:151.

[14]韩丽君,贾明宏,钱范范,等. 甲基对硫磷的酶联免疫吸附分析(ELISA)研究[J]. 农业环境科学学报,2005,24(1):187-190.

[15]Liu B, Ge Y, Zhang Y, et al. Production of the class-specific antibody and development of direct competitive ELISA for multi-residue detection of organophosphorus pesticides[J]. Food & Agricultural Immunology, 2012, 23(2):157-168.

[16]Liang Y, Liu X J, Liu Y, et al. Synthesis of three haptens for the class-specific immunoassay of O, O-dimethyl organophosphorus pesticides and effect of hapten heterology on immunoassay sensitivity

[J]. Analytica Chimica Acta, 2008, 615(2):174-183.

[17]Hua X D, Yang J F, Wang L M, et al. Development of an enzyme linked immunosorbent assay and an immunochromatographic assay for detection of oranophosphorus pesticides in different agricultural products[J]. PLoS One, 2012, 7(12):e53099.

[18]吴 刚,黄雅丽,朱国念,等. 有机磷杀虫剂毒死蜱的免疫化学分析方法研究[J]. 中国农业科学,2004,37(3):382-386.

[19]刘运清,李岩松,乔 斌,等. 3 种有机磷农药间接竞争 ELISA 检测方法的建立[J]. 农药,2017,56(10):746-749,766.

[20]王 茜,李高华,陈 涛,等. 基于广谱性单克隆抗体免疫分析有机磷农药残留[J]. 食品安全质量检测学报,2015,6(11):4399-4408.

[21]邹茹冰,柳 颖,王双节,等. 化学发光酶联免疫分析法同时检测 3 种有机磷农药残留[J]. 农药学报,2017,19(1):37-45.

教授鉴定为正品药材。

1.2 试验仪器

Thermo UitiMate 3000 高效液相色谱仪,美国戴安公司;色谱柱 SPHERIGEL ODS C₁₈ (250 mm×4.6 mm ID,5 μm),大连江申分离科学技术公司;RE-3000 旋转蒸发仪,上海亚荣生化仪器厂;THZ-82 水浴恒温振荡器,金坛市杰瑞尔电器有限公司。

1.3 分析方法

采用高效液相色谱仪测定目标成分的峰面积进行定量分析(成分的峰面积与浓度呈线性关系)。SPHERIGEL ODS C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm ID,5 μm),流动相使用甲醇-水(含 0.1% 磷酸)梯度洗脱(甲醇 0~30 min,65%~85%;30~50 min,85%~95%),流速为 1.0 mL/min,检测波长为 254 nm,柱温为 25 ℃,进样量为 15 μL。

1.4 大黄提取物溶液的制备

称取约 200 g 大黄药材,经高速药物粉碎机粉碎至约 40 目,采用无水乙醚和 20% 硫酸水溶液混合液(体积比 1:5)回流提取 3 次,每次 1.5 h,料液比为 1 g:6 mL,合并乙醚回流提取液,浓缩得浸膏,冷藏备用。

1.5 大孔吸附树脂型号的筛选

1.5.1 大孔树脂的预处理 新购的大孔树脂用 95% 乙醇浸泡 24 h,装玻璃层析柱。先用乙醇洗脱至洗脱液加水不出现混浊,接着用去离子水洗至洗脱液无乙醇味,备用。

1.5.2 静态吸附解吸性能的比较 因为成分的峰面积与浓度呈线性关系,因此对 6 个目标成分的峰面积进行定量分析。大孔树脂吸附率和解吸率的计算公式如下:

$$\text{吸附率} = \frac{\text{原液的总峰面积} - \text{吸附后药液的总峰面积}}{\text{原液的总峰面积}} \times 100\%; \quad (1)$$

$$\text{解吸率} = \frac{\text{解吸后药液的总峰面积}}{\text{原液的总峰面积} - \text{吸附后药液的总峰面积}} \times 100\%。 \quad (2)$$

准确称取经预处理的 6 种型号的大孔树脂:ADS-7 型、HPD-500 型、HPD-826 型、HPD-400 型、HPD-100 型和 AB-8 型各 5 g,分别装入 100 mL 具塞磨口三角瓶中,各加入相同浓度的大黄提取物溶液 50 mL。置于水浴恒温振荡器上,30 ℃ 恒温振荡 12 h,分别取吸附后的溶液,用高效液相色谱仪检测。经计算得到各树脂对 6 个目标成分的吸附量和吸附率。分别取上述吸附饱和的树脂,各加入 95% 乙醇 50 mL,用与吸附试验同样的条件进行解吸 12 h。解吸完全后,取解吸液用高效液相色谱仪检测。经计算得到各树脂对 6 个目标成分的解吸率。

1.6 静态吸附解吸工艺的考察

1.6.1 静态吸附 pH 值的考察 准确称取 7 份预处理过的 HPD-400 型大孔树脂各 5 g,分别加入含药量相同的 pH 值分别为 1、3、4.5、6.5、8.5、10.5、11.5 的溶液 50 mL 进行静态吸附。

1.6.2 吸附动力学的考察 准确称取经预处理过的 HPD-400 型大孔树脂 10 g,加入大黄提取物溶液 100 mL,按在“1.6.1”节中确立的最佳 pH 值下进行静态吸附,每隔 30 min 取样 1 mL,用 HPLC 进行分析检测。

1.6.3 吸附等温线的考察 取浓度分别为 0.25、0.30、0.35、0.40、0.50、0.60 g/mL 的大黄提取物溶液各 20 mL,各加入 1 g HPD-400 树脂,分别置于 25、35、45 ℃ 恒温摇床上振摇进行静态吸附至饱和,测其吸附量,绘制吸附等温线。为进一步了解树脂对大黄中目标成分的吸附,选择 2 种标准理论模型(Langmuir 和 Freundlich 模型^[11]),对 25 ℃ 时的吸附等温线进行拟合,来探讨 25 ℃ 下树脂与大黄蒽醌的吸附行为。Langmuir 吸附等温线模型,假定吸附剂的孔隙表面是均匀的,并且吸附分子之间的相互作用力可忽略不计,它适用于单分子层吸附^[11];Freundlich 模型,假设表面具有吸附热不均匀分布的异质表面,用于描述单分子层以及多分子层的吸附行为^[11]。2 种吸附等温线模型的公式如下:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{q_m} + \frac{1}{K_L q_m}; \quad (3)$$

$$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} \ln C_e。 \quad (4)$$

式中: q_e 为平衡吸附量,g/g; C_e 为平衡浓度,g/mL; q_m 为最大吸附量,g/g; K_L 为 Langmuir 吸附平衡常数,L/g; K_f 为 Freundlich 系数,L/g; n 为表观常数。

1.6.4 纯化溶剂的考察 取 18 g 树脂置于 60 mL 大黄提取物溶液中,在“1.6.3”节中确立的最优吸附温度下静态吸附至饱和(其余吸附条件同“1.6.3”节),从中取 3 份吸附饱和的树脂各 5 g,分别加入 60 mL、0.2 mol/L NaHCO₃、Na₂CO₃、NaOH 溶液进行静态解吸,在 1 min、5 min、10 min、30 min、1 h、2 h 各取 1 mL 溶液,调节 pH 值至中性后用甲醇定容,用 HPLC 进行检测。

1.7 动态吸附及洗脱行为的考察

1.7.1 上样液浓度的考察 取 3 份 20 g 预处理过的 HPD-400 树脂分别装柱(30 cm×1.7 cm),分别加入含药量为 3、4、5 mg/mL 的大黄提取物溶液,调节流速为 1 mL/min,分别收集流出液,以 1/2 个柱体积作为 1 个流份,收集至流出液中各目标成分含量不再变化。分别经 HPLC 测定各流份中苯乙酸钠和 5 种蒽醌类物质的峰面积。绘制 HPD-400 型树脂在不同浓度下的动态吸附曲线。

1.7.2 泄漏曲线的考察 准确称取 20 g 预处理过的 HPD-400 树脂装柱(30 cm×1.7 cm),加入含药量为 4 mg/mL 的大黄提取物溶液,调节流速为 1 mL/min,收集流出液,以 1/2 个柱体积作为 1 个流份,收集至流出液中 6 个目标成分含量不再变化。

1.7.3 洗脱剂用量的考察 取 HPD-400 树脂按“1.7.2”节确立的吸附条件进行上柱吸附至饱和。使用 0.2 mol/L NaHCO₃ 溶液动态洗脱苯乙酸钠及杂质,收集流出液,直到流出液中几乎不含有苯乙酸钠。再用 95% 乙醇动态洗脱蒽醌类物质,收集流出液,直到 5 种蒽醌类物质被洗脱完全。

1.8 验证试验

准确称取 20 g 预处理的 HPD-400 树脂,装柱(30 cm×1.7 cm),在各项优选条件下进行试验。

2 结果与分析

2.1 色谱条件

如图 1 所示,采用“1.3”节确立的 HPLC 条件,各成分分

离良好,主要得到 6 个目标成分。由前人研究结果可知,峰 1 至峰 6 分别是苯乙烯酸、芦荟大黄素、大黄酸、大黄酚、大黄素甲醚、大黄素,其中峰 2 至峰 6 为蒽醌类物质^[12-13]。

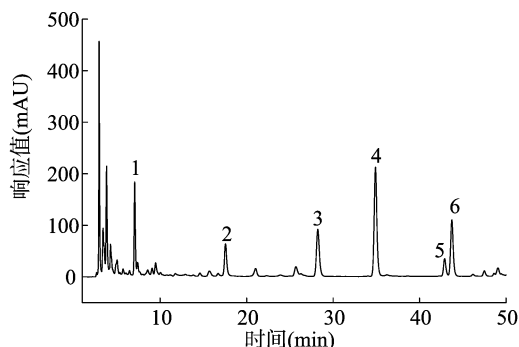


图1 大黄供试品溶液色谱

表 1 六种型号的大孔树脂对大黄中目标成分的静态吸附和解吸性能

大孔吸附树脂类型	极性	静态吸附量 (mAU · min)	静态吸附率 (%)	静态解吸量 (mAU · min)	静态解吸率 (%)
ADS-7 型	强极性	102.35	31.15	30.06	29.37
HPD-500 型	极性	109.81	33.42	32.48	29.58
HPD-826 型	氢键型	161.05	49.02	78.10	48.50
HPD-400 型	中极性	272.33	82.89	179.49	65.91
HPD-100 型	非极性	259.37	78.95	175.31	67.59
AB-8 型	弱极性	235.22	71.59	164.30	69.85

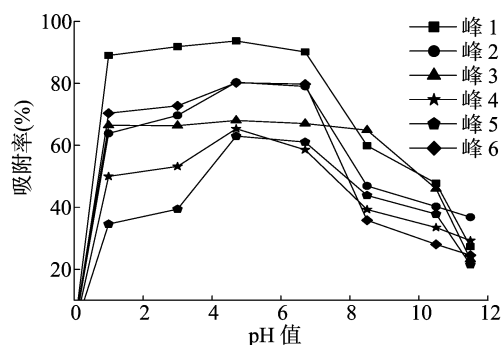


图2 不同 pH 值下大黄中 6 种目标成分的吸附率变化曲线

2.3.2 吸附动力学的考察 由图 3 可知,初始阶段吸附量增长幅度大,随着时间的延长,吸附量增长幅度变得缓慢,在 3 h 以后树脂吸附达到平衡,吸附量基本保持不变。因此,吸附时间确定为 3 h。

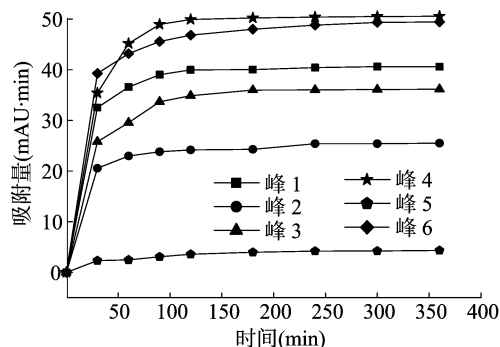


图3 吸附动力学曲线

2.3.3 吸附等温线的考察 由图 4 可知,随着大黄提取物溶

2.2 大孔吸附树脂型号的筛选

由表 1 可知,HPD-400 型、HPD-100 型和 AB-8 型树脂的静态吸附率和静态解吸率均高于其他 3 种树脂。其中 HPD-400 型树脂静态吸附率最高,且 HPD-400 型树脂对目标成分的静态解吸率也在 65% 以上。因此,选择 HPD-400 型树脂纯化大黄中的游离蒽醌。

2.3 静态吸附解吸工艺的考察

2.3.1 静态吸附 pH 值的考察 从图 2 中可以看出,在 pH 值为 4.5 时,6 个目标成分的吸附率均达到了最高值,之后呈现下降趋势,主要原因是蒽醌类物质大多含有酚羟基因而呈现一定的酸性,在弱酸性条件下游离蒽醌容易被 HPD-400 型树脂吸附,而在碱性条件下游离蒽醌则易发生分解及氧化,故不易被 HPD-400 型树脂吸附。因此,确立 HPD-400 型树脂静态吸附的 pH 值为 4.5。

液浓度的增加,吸附量先迅速增加,然后增长幅度越来越缓慢。同时可以看出,随着温度的升高,树脂的吸附量降低。可能的解释是,树脂对大黄蒽醌的吸附过程是放热的,温度的升高不利于吸附。由表 2 可知,Langmuir 吸附等温线模型拟合的 r^2 (0.971 3 ~ 0.998 7) 大于用 Freundlich 模型拟合的 r^2 (0.862 2 ~ 0.950 6)。因此,Langmuir 吸附等温线模型能更好地描述 HPD-400 型大孔树脂对大黄蒽醌的吸附作用。

2.3.4 纯化溶剂的考察 如图 5 所示,与使用 Na_2CO_3 、 NaOH 溶液相比,使用 NaHCO_3 溶液只有苯乙烯酸被解吸出来,蒽醌类化合物完全没有被解吸出来。因此,使用 0.2 mol/L NaHCO_3 作为纯化蒽醌类物质的溶剂,能够使苯乙烯酸与蒽醌类物质分离,从而提高蒽醌类物质的纯度。

2.4 动态吸附及洗脱行为的考察

2.4.1 上样液浓度的考察 从图 6 可以看出,随着大黄提取物溶液浓度的增加,大黄中 6 个目标成分对 HPD-400 树脂的穿透点提前,即达到饱和和吸附量的吸附时间减少;吸附速率随着溶液浓度的增加而增加。但是如果浓度太大,会造成传质阻力增加,上样困难,为提高效率最终选择 4 mg/mL 上样浓度。

2.4.2 泄露曲线的考察 从图 7 可以看出,在 4 BV 时出现了少量的 6 个目标成分,到 7 ~ 8 BV 时,达到泄漏点,即达到平衡浓度时的 1/10,16 BV 时,HPD-400 树脂对目标成分的吸附达到饱和。因此,确定上样量为 7 BV 的样品液。

2.4.3 洗脱剂用量的考察 由图 8-a 可知,70 BV 的 0.2 mol/L NaHCO_3 溶液可以将大黄中的苯乙烯酸完全洗脱下来。由图 8-b 可知,当用 95% 乙醇洗脱到 3 BV 时,大黄中总游离蒽醌洗脱量最大;当用 95% 乙醇洗脱到 15 BV 时,

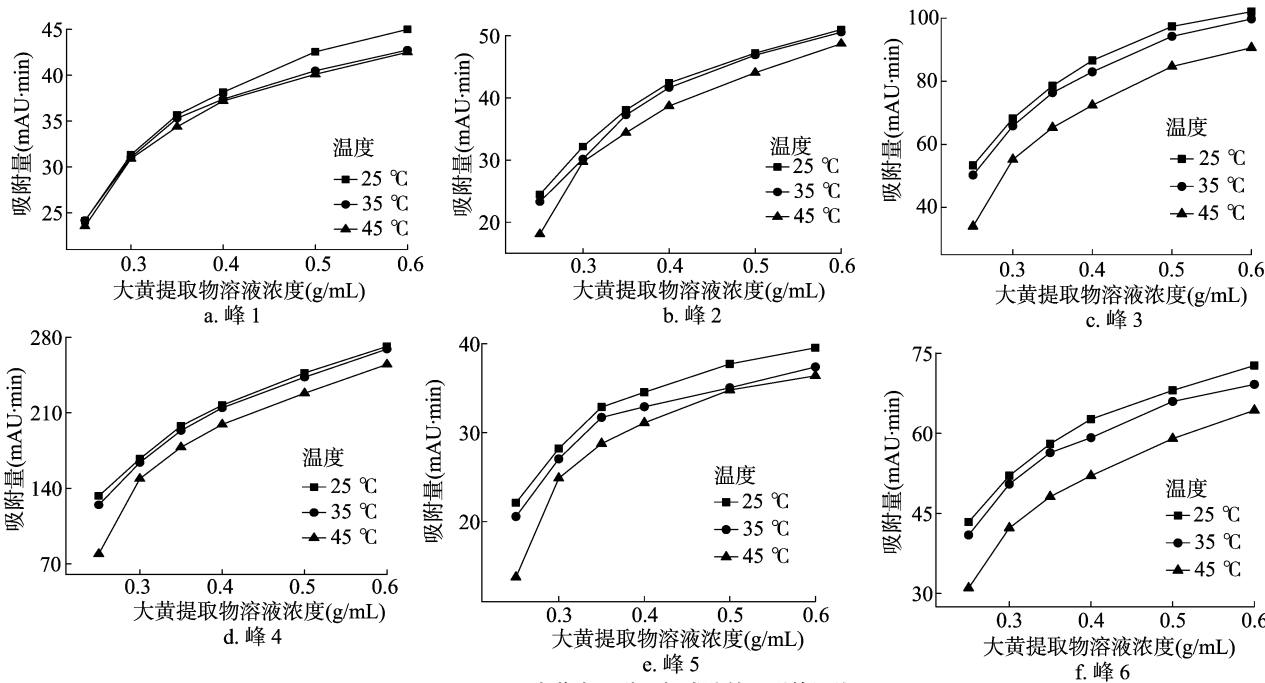


图4 大黄中 6 种目标成分的吸附等温线

表 2 Langmuir 和 Freundlich 吸附等温线模型拟合的回归方程和参数

成分	Langmuir 方程				Freundlich 方程			
	回归方程	q_m	K_L	r^2	回归方程	K_f	n	r^2
峰 1	$q_e/C_e=0.012\ 8q_e+0.005\ 4$	77.87	2.34	0.984\ 7	$\ln q_e=0.675\ 6\ln C_e+4.21$	67.52	1.48	0.925\ 7
峰 2	$q_e/C_e=0.010\ 6q_e+0.005\ 3$	94.45	1.98	0.981\ 8	$\ln q_e=0.813\ 0\ln C_e+4.41$	82.71	1.23	0.912\ 5
峰 3	$q_e/C_e=0.005\ 7q_e+0.002\ 4$	174.92	2.41	0.971\ 3	$\ln q_e=0.724\ 6\ln C_e+5.07$	158.46	1.38	0.914\ 6
峰 4	$q_e/C_e=0.001\ 8q_e+0.001\ 1$	563.89	1.55	0.998\ 2	$\ln q_e=0.794\ 2\ln C_e+10.6$	428.68	1.25	0.95\ 06
峰 5	$q_e/C_e=0.108\ 0q_e+0.004\ 4$	55.71	4.12	0.998\ 7	$\ln q_e=0.628\ 9\ln C_e+4.06$	58.23	1.59	0.862\ 2
峰 6	$q_e/C_e=0.090\ 0q_e+0.002\ 8$	110.88	3.18	0.997\ 5	$\ln q_e=0.568\ 2\ln C_e+4.62$	101.12	1.76	0.937\ 5

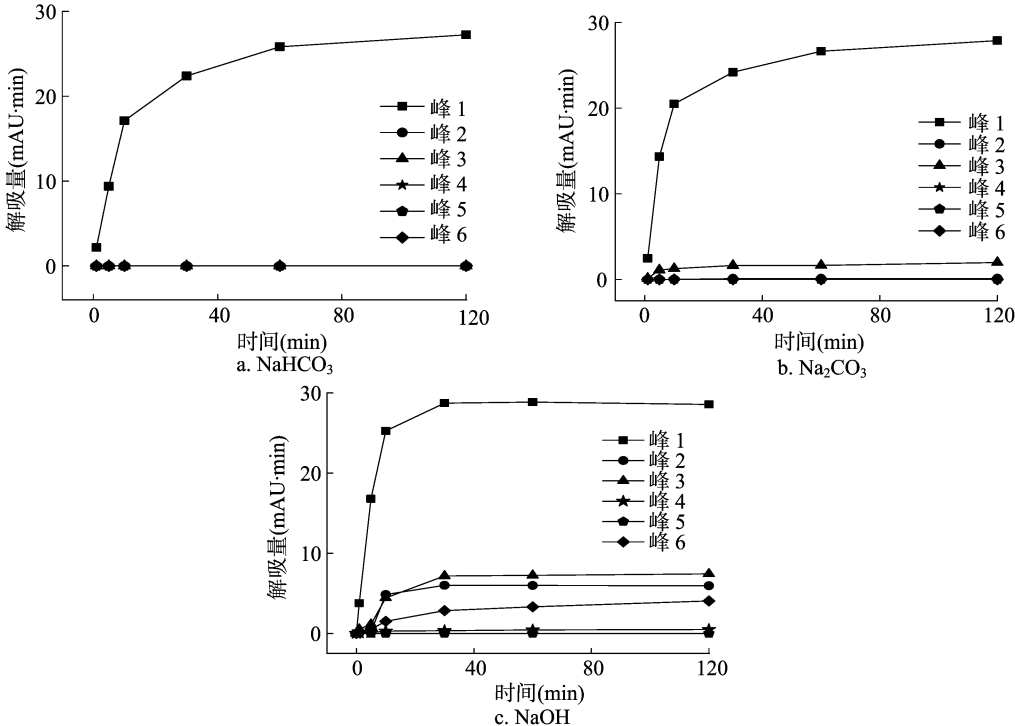


图5 纯化蒽醌类物质溶剂的考察

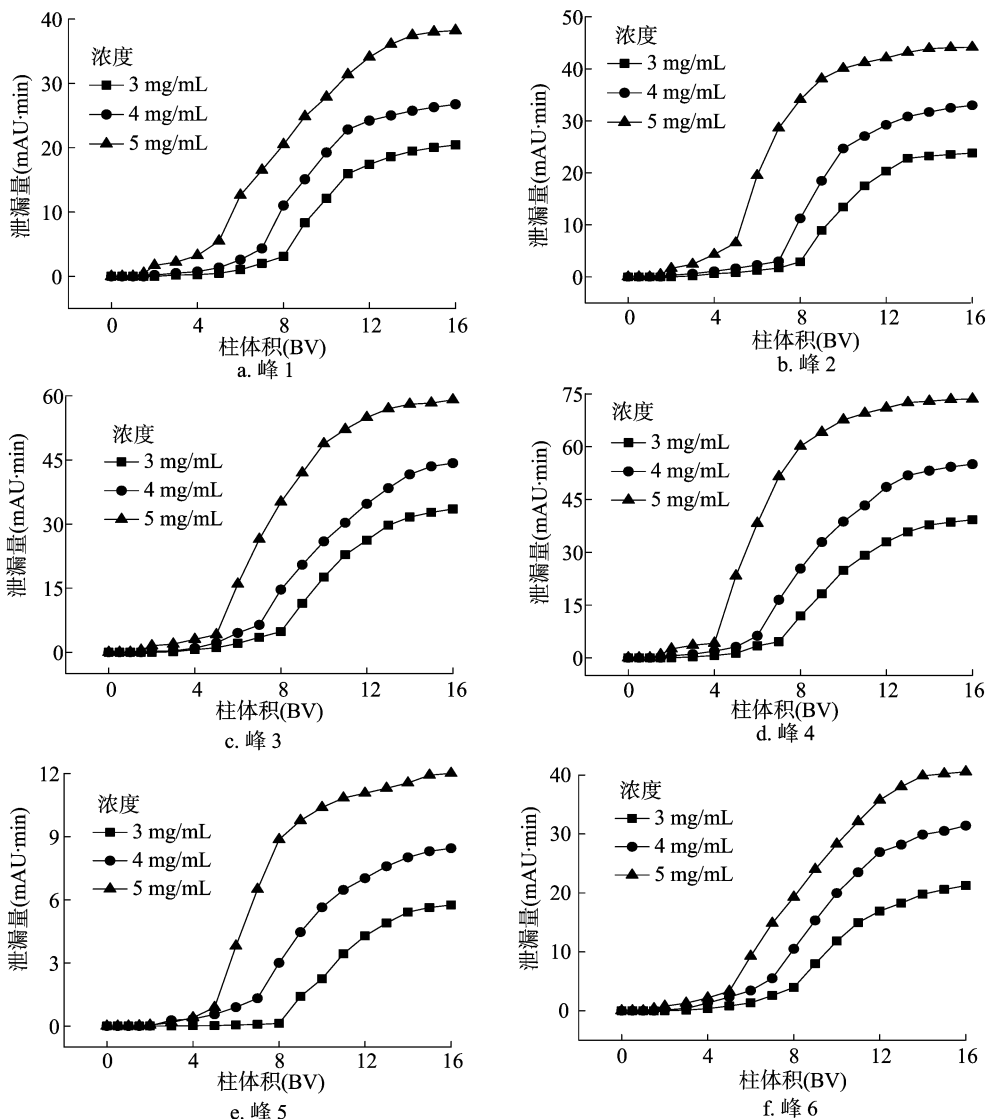


图6 HPD-400 型树脂在不同大黄提取物溶液浓度下的动态吸附曲线

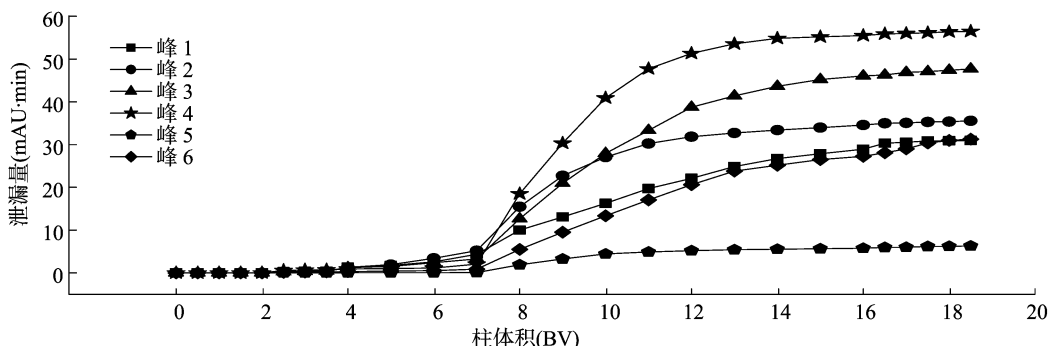


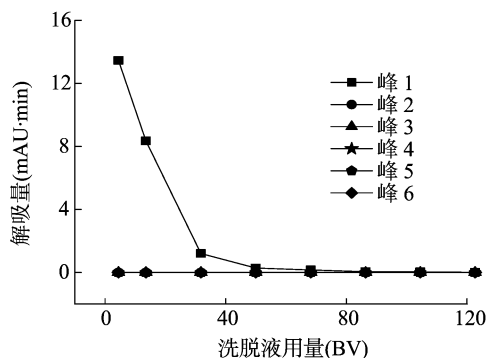
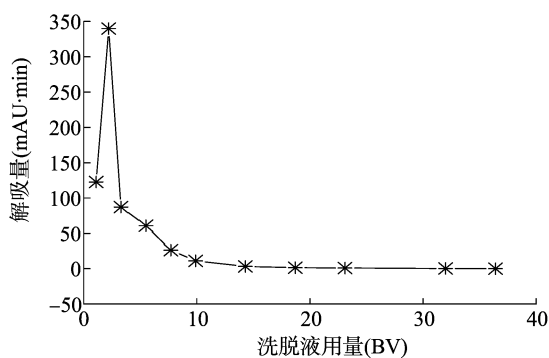
图7 泄漏曲线的考察

HPD-400 树脂将大黄总游离蒽醌基本洗脱完全。因此,选择 70 BV 的 0.2 mol/L NaHCO_3 溶液洗脱大黄中的苯乙烯酸和杂质,选择 15 BV 的 95% 乙醇洗脱大黄中的总游离蒽醌。

2.5 验证试验

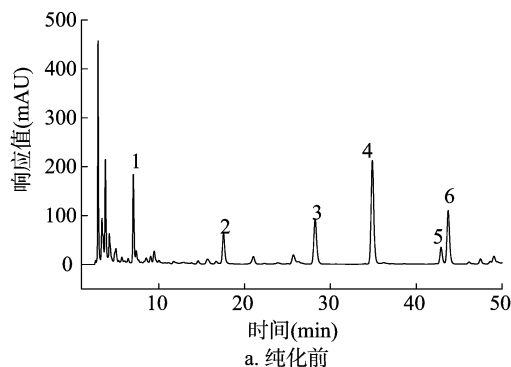
称取 20 g 预处理好的 HPD-400 型大孔吸附树脂装柱,量取 7 BV 浓度为 4 mg/mL 的大黄提取物溶液 (pH 值为 4.5

左右) 上样,吸附饱和后,先用 70 BV 的 0.2 mol/L NaHCO_3 溶液洗脱并收集洗脱液,再用 15 BV 的 95% 乙醇洗脱并收集洗脱液,然后用高效液相色谱仪检测 (图 9),采用 HPLC 面积归一化法计算 95% 乙醇洗脱部分的游离蒽醌的纯度。由图 9 可知,本验证试验较好地实现了苯乙烯酸与大黄中总游离蒽醌的分离,提高了总游离蒽醌的纯度,其纯度由 41.17% 提高

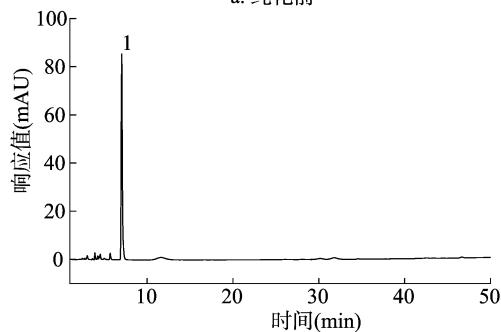
a. NaHCO_3 溶液洗脱苯乙酸用量的考察

b. 95% 乙醇洗脱总蒽醌用量的考察

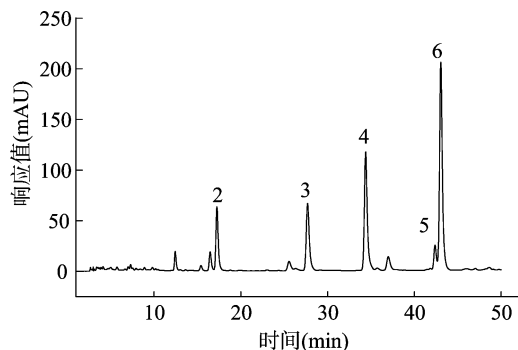
图8 洗脱剂用量的考察



a. 纯化前



b. 纯化后的苯乙酸



c. 纯化后的总游离蒽醌

图9 分离纯化结果

明,选择的最佳工艺达到了纯化大黄中游离蒽醌类物质的目的,总游离蒽醌类物质的纯度由 41.17% 提高到了 82.60%。使用本试验确立的分离纯化方法,只需 2 步洗脱就可以纯化大黄中的总游离蒽醌。第 1 步洗脱使用 NaHCO_3 溶液作为洗脱剂,只有苯乙酸被洗脱出来,蒽醌类化合物完全没有被洗脱出来,第 2 步使用 15 BV 的 95% 乙醇洗脱游离蒽醌,避免了大黄游离蒽醌不必要的损失,与依次使用不同浓度的乙醇进行洗脱来纯化总游离蒽醌相比,洗脱步骤更加便捷,且方法操作简单、重复性好、纯化效果优良。本试验确立的纯化方法可以为进一步研究大黄中的成分提供参考。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:282.
- [2] 童婷婷,谭玉柱,赵高琼,等. 大孔树脂纯化大地上部位总蒽醌的工艺研究[J]. 中成药,2013,35(4):848-852.
- [3] 叶殷殷,曾元儿,曹 骋,等. 不同型号大孔树脂分离大黄蒽醌类成分的研究[J]. 中成药,2011,33(1):168-170.
- [4] 刘月红,黄政海,董 玲,等. 高效液相色谱法同时测定大黄中 14 种成分的含量[J]. 中国中药杂志,2017,42(23):4514-4519.
- [5] 颜永刚,尹立敏,王红艳,等. HPLC 法同时测定大黄炮制品中 10 种化学成分的含量[J]. 中国药房,2016,27(27):3839-3842.
- [6] 樊 秦,夏鹏飞,彭雪晶,等. 大孔吸附树脂分离纯化党参中苍术内酯 I 和苍术内酯 II 的工艺研究[J]. 天然产物研究与开发,2017,29(9):1602-1607.
- [7] 赖红芳,潘立卫,吕贵密,等. 大孔树脂纯化翠云草中穗花杉双黄酮的工艺[J]. 江苏农业科学,2018,46(7):201-204.
- [8] 师仁丽,于文龙,梁 娜,等. 大孔吸附树脂分离纯化金丝小枣总黄酮工艺研究[J]. 江苏农业科学,2017,45(8):172-175.
- [9] 钟 旭,王 丽,徐广涛,等. 大黄游离蒽醌的大孔吸附树脂纯化工艺研究[J]. 中华中医药学刊,2013,31(6):1402-1404.
- [10] 曹 骋,叶殷殷,王浩龙,等. DM301 型大孔吸附树脂分离纯化大黄总蒽醌的研究[J]. 中国现代中药,2010,12(8):37-40.
- [11] Zhu S, Bo T T, Chen X Y, et al. Separation of succinic acid from aqueous solution by macroporous resin adsorption[J]. Journal of Chemical and Engineering Data,2016,61(2):856-864.
- [12] 孙爱玲,于琳琳,李爱峰,等. 一种从大黄中分离纯化蒽醌类化合物和苯乙酸的方法:104909999B[P]. 2015-09-16.
- [13] 毛春芳,施 忠,罗 琳,等. HPLC 法同时测定大黄中芦荟大黄素等 11 种成分的量[J]. 中草药,2014,45(16):2400-2403.

到了 82.60%。

3 结论

本研究通过对大孔树脂分离纯化的主要工艺参数进行考察,确立了最佳工艺,并对优选工艺进行了验证试验,结果表