

· 论著 ·

AB-8 大孔树脂纯化五味子木脂素工艺研究

蒋益萍¹, 薛黎明², 辛海量¹, 张巧艳¹, 秦路平¹ (1. 第二军医大学药学院生药学教研室, 上海 200433; 2. 上海市疾病预防控制中心化学品毒性检定所, 上海 200336)

[摘要] **目的** 研究 AB-8 大孔吸附树脂分离纯化五味子木脂素的工艺条件。**方法** 采用高效液相色谱法对五味子醇甲、五味子甲素和五味子乙素进行定量分析, 通过考察静态和动态吸附、洗脱效果, 筛选 AB-8 大孔吸附树脂分离纯化五味子木脂素的工艺条件, 对加样量、上样液浓度、洗脱速度和乙醇浓度进行考察。**结果** AB-8 大孔树脂分离五味子木脂素的工艺条件为: 上样量 1 BV (bed volume), 上样液质量浓度 9.159~16.523 mg/ml, 树脂柱径高比 1:5, 吸附流速 2.5 BV/h, 吸附后用 5 BV 的 30% 乙醇洗脱, 再以 10 BV 的 95% 乙醇洗脱, 纯化处理后五味子木脂素总含量达到 22.06%, 转移率高达 77.07%。**结论** AB-8 大孔吸附树脂能有效分离纯化五味子木脂素, 该方法具有操作简单、成本低廉等突出优点, 有较高的工业生产应用价值。

[关键词] 五味子; 木脂素; 纯化; AB-8 大孔树脂

[中图分类号] R284 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1006-0111(2017)06-0520-06

[DOI] 10.3969/j.issn.1006-0111.2017.06.010

Study on the technology for extracting lignans in *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill by AB-8 macroporous resin

JIANG Yiping¹, XUE Liming², XIN Hailiang¹, ZHANG Qiaoyan¹, QIN Luping¹ (1. Department of Pharmacognosy, School of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433, China; 2. Institute of Chemical Toxicity, Shanghai Municipal Center for Disease Control and Prevention, Shanghai 200336, China)

[Abstract] **Objective** To study the conditions for isolating and purifying lignans in *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill by AB-8 type of macroporous adsorption resin. **Methods** The content of Schizandrol, Deoxyschizandrin, r-Schizandrin was determined by HPLC. The optimum separation and purification process of lignans from *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill with AB-8 macroporous adsorption resin were identified by static and dynamic adsorption, desorption tests. The sample volume, concentration, eluting velocity, and ethanol concentration were investigated. **Results** The optimum conditions for isolating and purifying lignans in *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill by AB-8 macroporous adsorption resin were as follows: dosage of sample liquid was 1BV, concentration of sample solution was 9.159-16.523 mg/ml, ratio of diameter to height of resin column 1:5, adsorption flow rate was 2.5 BV/h, eluted by 5 BV 30% ethanol, followed by 10BV 95% ethanol. The transfer rate of lignans was 77.07% with 22.06% of total lignan content. **Conclusion** AB-8 macroporous adsorptive resin can effectively isolate and purify lignans from *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill. This low cost process is easy to operate and with high industrial production value.

[Key words] *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill; lignans; AB-8 macroporous resin

五味子为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz) Baill 的干燥成熟果实, 习称“北

五味子”^[1], 具收敛固涩、益气生津、补肾宁心之功效, 有抗炎、抗病毒、保肝、抗心肌缺血、抗氧化等广泛的药理作用^[2-5], 临床主要用于治疗慢性肝炎。五味子含有木脂素、三萜、倍半萜、有机酸、挥发油等成分^[6], 木脂素类成分是五味子的主要药用成分之一, 其中五味子醇甲、五味子乙素在血清中含量较高, 是阻滞肝损伤的主要有效活性成分^[7]。如欲获得木脂素类成分含量较高的提取物, 必须将三萜、倍半萜、有机酸、挥发油类成分作为杂质去除。大孔吸附树脂能够选择性地吸附中药中的有效部分, 弃除无效

[基金项目] 国家自然科学基金资助项目(81403162, 81503493)

[作者简介] 蒋益萍, 硕士, 实验师, 研究方向: 中药活性成分及品质评价, Tel: (021)81871305, Email: msjyp@163.com

[通讯作者] 张巧艳, 博士, 教授, 博士生导师, 研究方向: 中药活性成分及其资源开发利用, Tel: (021)81871303, Email: Zqy1965@163.com; 秦路平, 博士, 教授, 博士生导师, 研究方向: 中药资源开发和质量管理, Tel: (021)81871309, Email: qinsmmu@126.com

部分,使中药的有效成分更明确。大孔吸附树脂是一类不溶于酸、碱及各种有机溶剂且有较好吸附性能的有机高聚物吸附剂,近年来被广泛用于医药、环保和食品等领域,在中草药研究方面也有广泛应用^[8],与传统的醇沉法比较,大孔吸附树脂法具有成本低、易操作、有效成分损失率低等特点^[9]。AB-8型(非极性)大孔树脂能够满足工艺要求,并适用于工业化生产。笔者通过筛选确定选用AB-8型树脂,从静态和动态吸附及解吸附两方面进行全面考察,研究AB-8型树脂纯化五味子木脂素类成分的各种性能,进一步优化并确定纯化工艺。

1 仪器与材料

1.1 仪器 Agilent 1100 高效液相色谱仪(美国Agilent公司),旋转蒸发器(zx98-1 Rotavapor),循环水式多用真空泵 SHB-III A(上海豫康科教仪器设备有限公司),Mettler AE 分析天平,Branson 8510 超声波震荡仪(美国Branson公司)。

1.2 材料 药材五味子产地为吉林泉阳,由第二军医大学药学院秦路平教授鉴定为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz) Bail1 的干燥成熟果实。其中,五味子醇甲、五味子甲素和五味子乙素的总含量为 0.92%。AB-8 型大孔吸附树脂(南开大学化工厂,天津振天成科技有限公司生产),95%乙醇(药用,上海国药集团化学试剂有限公司),甲醇(分析纯,上海国药集团化学试剂有限公司),蒸馏水(杭州娃哈哈纯净水),乙腈和甲醇(色谱级,上海国药集团化学试剂有限公司),盐酸和 NaOH(分析纯,上海国药集团化学试剂有限公司)。五味子醇甲(schisandrin)批号:110857-200408,五味子甲素(deoxyschizandrin)批号:110764-200408,五味子乙素(γ -schisandrin)批号:110765-200508,均购自中国食品药品检定研究院。

2 方法和结果

2.1 五味子药材的前处理 用上海鼎广 D Y F-500 的粉碎机将五味子药材粉碎成 40 目的粉末^[10],备用。

2.2 五味子木脂素类成分含量测定方法的建立

参照文献^[10]中建立的木脂素类成分含量的测定方法进行实验。采用反相高效液相色谱 C₁₈ 柱(Eclipse XDB, 5 m, 4.6 mm×250 mm),保护柱 Extend-C₁₈柱(5 m, 4.6 mm×12.5 mm)。检测波长:254 nm;柱温:30 ℃;进样量:20 μ l,流速:0.8 ml/min。以水(A)-乙腈(C)为流动相进行梯度洗脱:0~13 min,乙腈:水(48:52)→乙腈:水(52:48),流速:0.8 ml/min;13~30 min,乙腈:水(52:48),流速:1.0 ml/min;30~55 min,乙腈:水(80:20),流速:1.0 ml/min^[10]。

2.3 树脂型号的选择 五味子木脂素类成分为脂溶性成分,故考虑选择非极性或弱极性的树脂对其进行纯化。选取 SP-850、XAD-16、HPD-500、AB-8、DM130、NKA-9、D101、ZTC-1 共 8 种树脂,精密称取上述树脂各 2 g,置 250 ml 锥形瓶中,加入浓度为每 ml 含 1.0 g 五味子药材的样品液 50 ml,置于恒温摇床中 24 h,充分吸附后,滤过,水洗树脂表面,合并吸附残液与水洗液,测定其中五味子木脂素类成分的含量,计算树脂的静态吸附力。将水洗后的树脂转移至 100 ml 锥形瓶中,加入 95%乙醇 50 ml,置于恒温摇床中 24 h,进行解吸附,测定解吸液中五味子木脂素类成分的含量,计算解吸率。以静态吸附量和解吸率为指标,综合评价,筛选树脂型号。结果如表 1 所示,AB-8 大孔树脂对五味子木脂素类成分具有较好的吸附和解吸附性能,适用于五味子木脂素类成分的纯化。

2.4 纯化工艺研究

2.4.1 AB-8 大孔树脂的预处理 有机溶剂处理:用 2 倍树脂床体积 (bed volume, BV) 的 95%乙醇浸泡 24 h 后,回流提取 3 h,滤除乙醇后装柱,加入 95%乙醇,以 2 BV/h 的流速通过树脂层,连续洗脱至洗出液不浑浊,再用蒸馏水洗脱,流速为 2 BV/h,洗至洗脱液无醇味,以供进行酸、碱处理^[11,12]。

酸处理:树脂加入 3 BV 的 5%盐酸溶液浸泡 3 h 后,以 5 BV/h 的流速通过大孔树脂,再用蒸馏水以 5 BV/h 的流速洗至 pH 为中性。

碱处理:加入 3 BV 的 2% NaOH 液浸泡 3 h 后,以 5 BV/h 的流速通过大孔树脂,再用蒸馏水以 5 BV/h 的流速洗至 pH 为中性。

表 1 不同型号树脂对五味子木脂素类成分的静态吸附力和解吸率

指标	SP-850	XAD-16	HPD-500	AB-8	NKA-9	DM130	D101	ZTC-1
静态吸附力(mg/g)	52.6	89.1	55.8	89.8	61.5	54.1	57.7	56.6
解吸率(%)	68.5	76.4	63.9	92.3	89.5	78.2	94.2	73.9

酸、碱依次处理,并重复3次^[11,12]。

2.4.2 样品液的制备 取五味子药材粗粉3 kg,用10倍量95%乙醇回流提取2次,每次2 h,将提取液抽滤后浓缩成稠浸膏至恒重无醇味,得浸膏498.2 g。用30%的乙醇将浸膏溶解,使每ml溶液中含有1 g的原药材,即将浸膏用30%的乙醇溶解至体积为3 000 ml,作为上柱样品液^[10]。按“2.2”项下色谱条件测定样品中含有五味子醇甲6.386 mg/ml,五味子甲素0.751 mg/ml,五味子乙素2.022 mg/ml。

2.4.3 AB-8型大孔吸附树脂对五味子木脂素的吸附性能考察 药液pH的考察:五味子提取液为酸性溶液,pH值约为2.4,当用NaOH溶液调节其pH值为4、6、8、10、12时,五味子提取液颜色变深,出现不溶性沉淀,薄层层析分析发现调节pH后,五味子提取液的化学成分发生了一定的降解。因此,本工艺以五味子提取液原液作为上样溶液。

温度的考察:精密称取处理后的湿树脂3份,每份1 g,置于250 ml的三角瓶中,加入五味子总木脂素浓度为5.199 mg/ml供试样品液50 ml,置于10、20、30℃的恒温摇床(120 r/min)中,于0.5、1、2、4、6、8、10、12 h时间点测定吸附残液中五味子木脂素类成分的含量,结果如表2所示。AB-8树脂在10、20、30℃的温度下,对五味子木脂素类成分的吸附性能没有显著影响,AB-8树脂在4~6 h后达到吸附平衡。因此,使用AB-8大孔吸附树脂纯化五味子木脂素类成分可在室温下进行。

表2 温度对AB-8树脂吸附五味子木脂素类成分性能的影响

时间(t/h)	吸附量(mg/g)		
	10℃	20℃	30℃
0.5	25.9	16.5	28.7
1	31.2	37.8	40.2
2	47.2	48.5	34.8
4	57.5	70.5	54.7
6	75.5	76.5	68.7
8	66.5	71.5	66.7
10	74.7	65.0	70.0
12	64.7	65.5	70.0

吸附容量的考察:精密称取处理后的湿树脂100 g(体积为100 ml)装于层析柱(22×400/24)中,将木脂素含量为9.159 mg/ml的样品液通入树脂柱中,流速为2.5 BV/h,测定流出液中五味子醇甲、五味子甲素和五味子乙素的总含量,直至树脂吸附

饱和为止,停止加样。结果见图1。

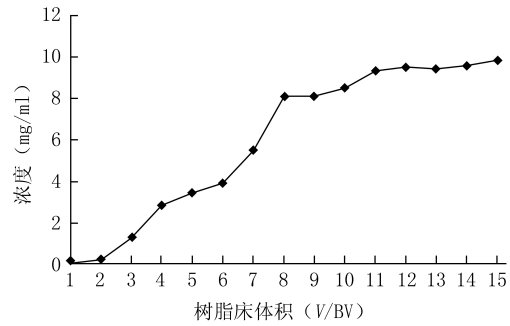


图1 AB-8型树脂对五味子木脂素吸附量曲线图

结果显示,100 g树脂达到饱和状态时可处理约10 BV的样品液。当处理到2 BV时,薄层色谱(TLC)检查发现流出液中有五味子乙素,此时,流出液中五味子木脂素含量为0.184 mg/ml,为降低损耗,实际进行纯化时,加样量确定为1 BV,吸附量为9.159 mg/g。

上样液浓度的考察:用五味子醇甲、五味子甲素、五味子乙素总含量为2.357、5.671、9.159、11.490、16.523 mg/ml的5个供试样品液分别通入装有50 g(体积为50 ml)树脂的层析柱中,进行吸附实验,流速为2.5 BV/h,TLC检查发现流出液中有五味子乙素时停止加样,计算各浓度条件下的吸附量。

$$Q = \frac{C_1 \times V_1 - C_2 \times V_2}{W}$$

式中: C_1 为样品液浓度(mg/ml), C_2 为树脂床干床后的溶液浓度(mg/ml), W 为树脂重量(g), V_1 为样品液体积(ml), V_2 为树脂床干床后的溶液体积(ml), Q 为吸附量(mg/g)。

经考察,湿树脂装柱后,树脂床干床后可得0.25 BV的水,故最低上样量确定为12.5 ml,结果见图2。

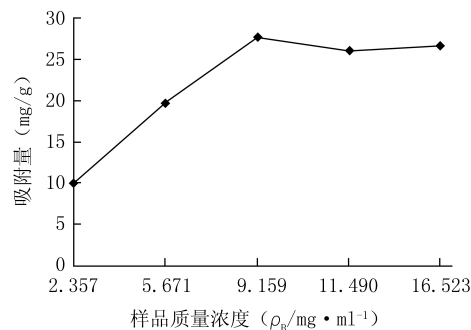


图2 样品液浓度对AB-8型树脂吸附性能的影响

结果显示,样品液浓度对树脂的吸附性能有一

定影响,当样品液浓度在 9.159~16.523 mg/ml 范围,AB-8 型树脂对五味子总木脂素的吸附量基本保持稳定。

流速对吸附性能的影响:将 5 份五味子总木脂素含量为 5.199 mg/ml 的供试样品液 50 ml,分别通入装有 50 g (体积为 100 ml) AB-8 树脂的色谱柱中,先用 5 BV 的 30% 乙醇洗脱,再用 95% 乙醇以流速为 0.5、1.5、2.5、3.5、4.5 BV 进行洗脱,TLC 法定性检查各部分洗脱液中的化合物,以确定更换洗脱液。各部分洗脱液减压干燥,计算不同洗脱速度下五味子总木脂素的含量及转移率,结果见表 3。

表 3 不同洗脱速度下五味子木脂素类成分的转移率

洗脱速度 (BV/h)	干物质量 (m/g)	总木脂素含量 (m/mg)	转移率 (%)
0.5	1.3	201.89	77.7
1.5	1.4	196.28	75.5
2.5	1.3	206.31	79.4
3.5	1.0	165.60	63.7
4.5	1.3	170.43	65.6

结果显示,在洗脱速度为 0.5、1.5 和 2.5 BV/h 时,五味子木脂素类成分的转移率没有显著变化;洗脱速度为 3.5 和 4.5 BV/h 时,木脂素类成分的转移率显著降低。为了节省时间,确定 95% 乙醇的洗脱速度为 2.5 BV/h。

树脂柱径高比的考察:取不同量的树脂湿法装柱,使径高比分别为 1:5、1:7、1:9,按确定的吸附量,精密吸取五味子样品液,以蒸馏水清洗至 Molish 反应为阴性,以 30% 乙醇洗脱,再以 95% 乙醇洗脱,收集洗脱液,测定五味子木脂素的含量,计算木脂素类成分的转移率。结果表明径高比为 1:5、1:7、1:9 时,AB-8 树脂木脂素的转移率分别为 77.3%、80.6% 和 72.8%。实验结果见图 3。

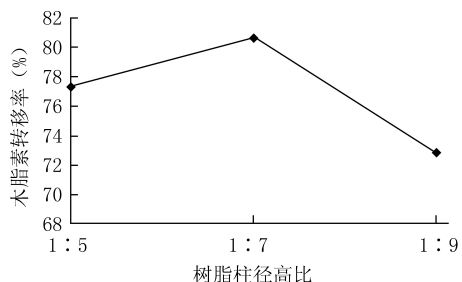


图 3 AB-8 型树脂径高比与木脂素成分转移率的关系

结果表明在径高比 1:5 和 1:7 时,五味子木

脂素类成分的转移率差别不大,为了节省设备空间以及防止树脂被挤压变形,故选择径高比为 1:5 左右。

不同浓度洗脱剂对吸附性能的影响:根据五味子木脂素的理化性质,洗脱液选择乙醇-水系统为佳。取五味子总木脂素含量为 9.159 mg/ml 的供试样品液 100 ml,通入装有 100 g (体积为 100 ml) AB-8 大孔树脂的色谱柱中,以不同浓度的乙醇进行梯度洗脱,流速为 2.5 BV/h,采用 TLC 法定性检查各部分洗脱液中的化合物,以确定更换洗脱液。各部分洗脱液减压浓缩干燥后,计算各洗脱部位的得率及五味子总木脂素的含量^[12],实验结果见表 4 及图 4。

表 4 不同浓度乙醇洗脱部位的物质分布

洗脱液浓度 (%)	洗脱液用量 (V/ml)	干物质量 (m/g)	木脂素含量 (%)	占总木脂素的百分比 (%)
30	400	27.5	0.04	0.001
50	400	0.7	16.55	12.65
70	800	2.1	21.27	48.77
95	600	2.0	14.34	31.42

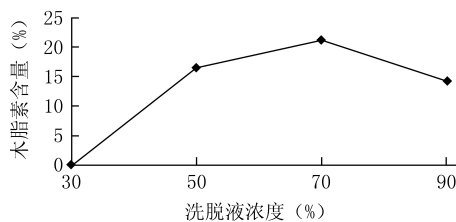


图 4 不同浓度乙醇洗脱液的干物质中木脂素类成分的解吸曲线图

结果表明五味子木脂素类成分主要分布在 50%、70% 和 95% 洗脱部位。根据上述结果,调整实验方案。将木脂素含量 9.159 mg/ml 的供试样品液 100 ml,通入装有 100 g (体积为 100 ml) 树脂的色谱柱中,用 30%、95% 的乙醇梯度洗脱,流速为 2.5 BV/h, TLC 法定性检查各部分洗脱液中的化合物,以确定更换洗脱液。计算各洗脱液用量、各洗脱部位的得率及其中总木脂素的含量。结果见表 5。

结果表明采用 5 倍量 30% 的乙醇洗脱后,用

表 5 不同浓度乙醇洗脱部位的木脂素成分的分布

洗脱液浓度 (%)	洗脱液用量 (V/ml)	干物质量 (m/g)	木脂素含量 (%)	占总木脂素的百分比 (%)
30	500	29.7	0.04	1.30
95	1 000	3.2	22.06	77.07

10 BV 的 95% 乙醇洗脱,95% 乙醇洗脱部分减压浓缩、干燥,得五味子提取物,得率为 3.2%,木脂素类成分的含量为 22.06%,转移率为 77.07%。

95% 乙醇洗脱液干燥工艺的考察:取 AB-8 大孔吸附树脂 95% 乙醇洗脱液的浓缩浸膏 5 g,分别于 50、60、70、80 °C 的恒温干燥箱中干燥至恒重,测定浸膏中五味子木脂素类成分的含量。结果如表 6 所示,60 °C 下五味子木脂素类成分的含量较高,因此,采用 60 °C 恒温干燥五味子大孔树脂 95% 乙醇洗脱液的浓缩浸膏。

表 6 干燥条件对五味子木脂素类成分的影响

干燥条件	干燥后重量 (m/g)	木脂素总含量 (m/mg)
干燥前	5	165.26
50 °C	0.9	142.5
60 °C	0.9	156.8
70 °C	0.8	126.8
80 °C	0.8	134.6

2.4.4 纯化工艺的验证 将木脂素含量 9.159 mg/ml 的供试样品液 300 ml,通入装有 100 g (体积为 300 ml)树脂的色谱柱中,先后用 5 BV 的 30% 乙醇和 10 BV 的 95% 乙醇梯度洗脱,流速为 2.5 BV/h,收集 95% 乙醇洗脱部位,HPLC 法测定其五味子醇甲、五味子甲素、五味子乙素含量。木脂素含量及转移率如表 7 所示,表明优化后的纯化工艺结果与表 5 中的结果相近,说明本研究所确定的工艺合理可行,可操作性强。

表 7 验证试验所得木脂素类成分的含量及转移率

序号	洗脱液用量 (V/ml)	干物质量 (m/g)	木脂素含量 (%)	占总木脂素的百分比 (%)
1	3 000	9.02	22.4	73.2
2	3 000	8.62	23.4	73.1
3	3 000	8.98	25.1	72.7
均值		8.87	23.6	73.0

2.4.5 树脂的再生性能考察 上样次数对 AB-8 树脂吸附五味子木脂素类成分性能的影响:将总木脂素含量为 5.199 mg/ml 的五味子提取液 100 ml 通入装有 100 g AB-8 树脂的色谱柱中,先以 5 BV 体积的 30% 乙醇进行洗脱,再以 95% 乙醇进行洗脱,收集 95% 乙醇洗脱液,减压浓缩、干燥至恒重,测定其中木脂素类成分的含量,计算转移率。以 95% 乙醇和蒸馏水活化树脂,反复上样,观察随着上

样次数的增加,五味子木脂素类成分转移率的变化。结果发现重复上样 8 次后,五味子木脂素类成分的转移率为 65%,降低了 23.6%;重复上样 9 次后,五味子木脂素类成分的转移率为 59.5%,降低了约 30%。因此,确定应用大孔吸附树脂纯化五味子木脂素类成分,重复上样 8 次后,需要对大孔树脂进行再生。

AB-8 树脂再生方法研究:将对五味子木脂素吸附后转移率下降 30% 的 AB-8 大孔吸附树脂分别采用常规酸碱处理、常规酸碱处理后再以 5% 盐酸处理、常规酸碱处理后再用 5% NaOH 处理。取上述 3 种方法处理后的树脂 1.5 g,加入五味子木脂素成分含量为 5.199 mg/ml 的上样样品液 50 ml,吸附 24 h 后,测定吸附残液中木脂素类成分的含量,计算再生树脂对五味子木脂素类成分的吸附率,结果如表 8 所示。经过 3 种再生方法处理后,树脂的外观性状分别为浅棕色、灰黄色,采用常规酸碱处理后,再用 5% 盐酸或者 2% NaOH 处理,可使树脂恢复原有的吸附性能。

表 8 再生方法对 AB-8 大孔树脂吸附五味子木脂素类成分性能的影响

再生方法	树脂外观性状	吸附量 (mg/g)
常规酸碱处理	浅棕色	70.81
常规+5% 盐酸	灰黄色	86.96
常规+5% NaOH	灰黄色	80.96

AB-8 树脂再生次数的研究:进一步考察再生次数对树脂吸附量的影响,连续考察 10 个再生循环,测定每次再生后,AB-8 树脂对五味子木脂素类成分的吸附量,结果见图 5,树脂经过 8 次再生后,其静态吸附量下降为新树脂的 70% 以下,不宜作再生使用。

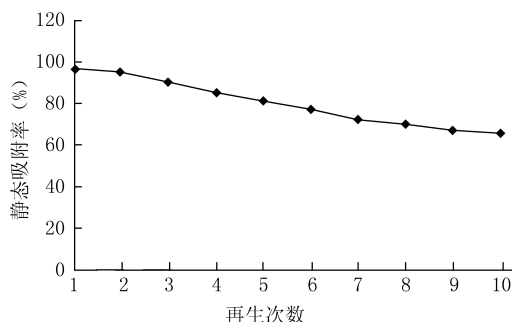


图 5 AB-8 树脂再生次数对五味子木脂素类成分吸附效果的影响

3 小结

研究发现 AB-8 树脂对五味子木脂素的吸附量大,吸附率较高,易解吸,能够有效吸附五味子木脂素类成分,是一种理想的五味子木脂素吸附剂,适用于对五味子木脂素的提取分离。

目前已有的报道中,五味子木脂素的纯化工艺多采用静态吸附^[13,14]或等度洗脱^[15]等方法,本实验首次采用从静态和动态吸附及解吸附两方面同时结合梯度洗脱的方法进行全面考察,优化五味子木脂素纯化工艺,经纯化后有效物质的含量显著提高。在优化纯化工艺的同时对大孔树脂的再生性能进行考察,确定 AB-8 型树脂可循环有效再生的次数。

五味子提取液呈酸性,增加其 pH 值,可使五味子木脂素类成分发生降解,因此,采用五味子原液进行 AB-8 树脂柱的上样。温度对 AB-8 树脂的吸附率没有显著影响,可在室温下进行吸附。

通过动态吸附与解吸实验的研究,确定了 AB-8 吸附五味子木脂素的最佳吸附条件:上样量 1 BV,上样液质量浓度为 9.159~16.523 mg/ml,树脂柱径高比为 1:5,待吸附后,用 5 BV 的 30% 乙醇洗脱,再以 10 BV 的 95% 乙醇洗脱,大孔树脂洗脱的流速为 2.5 BV/h,收集 95% 乙醇洗脱部分即为五味子提取物。进行吸附分离时,建议五味子木脂素的吸附量达到 9.159 mg/g。

AB-8 型树脂可循环使用,反复使用 8 次,对五味子木脂素有较佳的吸附率,之后吸附率大幅降低,确定在纯化五味子总木脂素时,树脂使用 8 个循环后应进行再生。较佳的再生方法是按常规的酸碱处理后,再用 5% 盐酸或 3% NaOH 处理 1 次,以蒸馏水洗至 pH 为中性,再生后的树脂吸附率可达新树脂的 90% 以上。树脂可再生 8 次,之后不宜使用。

实验中采用 HPLC 法测定树脂处理五味子木脂素成分的含量,能够准确、科学地反映五味子木脂素成分在 AB-8 型树脂上的吸附及洗脱等特点,该工艺稳定、可行,具有较好的推广应用前景。

【参考文献】

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2015 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 66-67.
- [2] Cheng N, Ren NY, Gao H, *et al.* Antioxidant and hepatoprotective effects of Schisandra chinensis pollen extract on CCl₄-induced acute liver damage in mice [J]. Food Chem Toxicol, 2013, 55: 234-240.
- [3] 陈泽慧, 田应彪, 李丹丹, 等. 五味子、石榴皮等中药对鲍曼不动杆菌体外的抑菌作用[J]. 中国医院药学杂志, 2011, 31(15): 1248-1251.
- [4] Kim EY, Baek IH, Rhyu MR. Cardioprotective effects of aqueous Schisandra chinensis fruit extract on ovariectomized and balloon-induced carotid artery injury rat models: effects on serum lipid profiles and blood pressure [J]. J Ethnopharmacol, 2011; 134(3): 668-75.
- [5] Li LB, Zhang TR, Zhou Li, *et al.* Schisandrin B attenuates acetaminophen-induced hepatic injury through heat-shock protein 27 and 70 in mice [J]. J Gastroenterol Hepatol, 2014, 29(3): 640-647.
- [6] 高雁, 李廷利. 五味子有效成分的药理作用研究进展[J]. 中医药学报, 2011, 39(6): 104-106.
- [7] 孔华丽, 闫亮, 段惠娟. 五味子醇提取物保肝作用成分分析[J]. 解放军药学报, 2010, 26(1): 27-29.
- [8] 朱英, 何远, 李丽. 大孔树脂对地锦草、金银花叶与杭白菊总黄酮吸附分离性能研究[J]. 医学研究杂志, 2007, 36(1): 56-59.
- [9] 贾永艳, 田效志, 李九席, 等. 丹参大孔树脂纯化工艺研究[J]. 河南科学, 2012, 30(4): 427-430.
- [10] 蒋益萍, 张巧艳, 张宏, 等. 正交试验优选五味子木脂素类成分的提取工艺[J]. 中成药, 2013, 35(11): 2390-2394.
- [11] 贾存勤, 李阳春, 屠鹏飞, 等. HPD 系列大孔吸附树脂预处理方法研究[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(18): 1425-1427.
- [12] 孙振亮. 青葙子化学成分及保肝活性的研究[D]. 上海: 第二军医大学, 2009.
- [13] 程振玉, 宋海燕, 杨英杰, 等. AB-8 大孔吸附树脂静态纯化五味子木脂素工艺研究[J]. 北方园艺, 2015(7): 141-145.
- [14] 莫永俊, 汪春泉, 王琦, 等. 大孔树脂纯化五味子总木脂素、总三萜工艺研究[J]. 中国医药导报, 2013, 10(5): 106-108.
- [15] 黄家富, 周晓东, 周山. 大孔吸附树脂纯化五味子木脂素的工艺考察[J]. 中国现代药物应用, 2014, 8(19): 12-16.

【收稿日期】 2016-11-22 【修回日期】 2017-03-23

【本文编辑】 李睿旻