

# AB-8 大孔吸附树脂静态纯化 北五味子木脂素工艺研究

程振玉<sup>1</sup>, 宋海燕<sup>2</sup>, 杨英杰<sup>1</sup>, 薛俊礼<sup>1</sup>, 吉惠杰<sup>1</sup>

(1. 吉林化工学院 化学与制药工程学院, 吉林 吉林 132022; 2. 吉林农业科技学院 实验中心, 吉林 吉林 132101)

**摘要:**以五味子醇甲、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素为研究指标,以高效液相色谱作为检测方法,在考察不同类型大孔吸附树脂吸附和解析性能的基础上,对最佳树脂静态纯化北五味子木脂素的工艺进行探索。结果表明:AB-8 大孔吸附树脂纯化效果最佳,最佳吸附条件为:提取液 pH 值为 6.6,5 种木脂素总浓度为 161.815 mg/L,1 g 大孔吸附树脂加入 150 mL 提取液,于 55℃ 振荡吸附 10 h;最佳解析条件为:以无水乙醇为解析剂,在 65℃ 下解析 8 h;在此条件下,5 种木脂素的总含量由粗体物浸膏中的 0.98% 上升到 5.86%。该方法为工业化大量生产北五味子木脂素提供了理论依据和数据支撑。

**关键词:**高效液相色谱法;北五味子;木脂素;大孔吸附树脂;纯化

**中图分类号:**R 285 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2015)07-0141-05

五味子(*Schisandra chinensis* Baill)为五味子科五味子属的干燥成熟果实<sup>[1]</sup>,是我国著名的传统滋补性中药,最早记录在“神农本草经”中,被列为上品,其应用已有 2 000 多年的历史<sup>[2]</sup>。五味子醇甲、五味子甲素和五味子乙素等木脂素类化合物是五味子最主要的化学成分<sup>[3-4]</sup>,现代药理研究表明其具有抗氧化、抗肿瘤、抗癌症、抗衰老等活性,在中枢神经系统、消化系统、泌尿系

统、生殖系统以及心血管系统等方面具有很强的药理作用<sup>[5-7]</sup>。但目前对木脂素的提取研究主要集中在回流法萃取方面<sup>[8-10]</sup>,该法存在提取时间长、能耗大、溶剂耗量大等一系列不足之处;特别地对粗提液的浓缩物不做任何处理,致使浸膏中木脂素含量较低,严重地限制了五味子药用资源的充分利用。因此建立一种高效率提取木脂素并对其进行纯化的方法变得越来越有意义。

超声波-微波协同萃取技术将超声波与微波 2 种作用相结合,充分利用超声波振动的空化作用和微波的高能作用,具有溶剂用量少、提取时间短、提取率高等特点<sup>[11]</sup>;高效液相色谱法操作简单、分析速度快、灵敏度高、结果准确、可靠<sup>[12]</sup>。大孔吸附树脂是 20 世纪 60 年

**第一作者简介:**程振玉(1986-),男,硕士,助教,研究方向为天然产物化学。E-mail:844503608@qq.com.

**责任作者:**杨英杰(1955-),男,本科,教授,研究方向为天然产物化学。E-mail:yanghjm@163.com.

**收稿日期:**2014-11-10

## Comparison of the Effective Components on Different Harvesting Periods of *Radix astragali*

TANG Wen-wen<sup>1</sup>, LI Guo-qin<sup>2</sup>, JIN Xiao-jun<sup>2</sup>

(1. Tongren Vocational Institute, Tongren, Guizhou 554300; 2. Agricultural College, Gansu Agricultural University, Lanzhou, Gansu 730070)

**Abstract:** Taking *Radix astragali* as test materials, the contents of polysaccharides, saponin and total flavonoids of three-year-old *Radix astragali* were determined by using UV-Vis spectrum, to discuss the suitable harvest time of *Radix astragali*. The results showed that the samples of *Radix astragali* harvested from the beginning of October had the highest contents of polysaccharide, which was 7.79%. The sample harvested from the beginning of August had the highest contents of saponin and total flavonoids, which were 3.18% and 0.568% respectively. The suitable harvesting period of triennial *Radix astragali* was from the beginning of September to the beginning of October. *Radix astragali* harvested during this period had the best quality.

**Keywords:** *Radix astragali*; harvesting period; polysaccharides; flavonoids; saponins; spectrophotometer

代发展起来的一种有机高聚物吸附剂,具有物理化学稳定性高、选择性好、比表面积大,吸附和交换容量大等特点,近几年已广泛应用到天然活性化合物的分离和纯化领域<sup>[13]</sup>。但是到目前为止采用大孔树脂对五味子木脂素进行静态纯化的报道还很少。现以五味子醇甲、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素为研究指标,对大孔吸附树脂静态纯化北五味子的工艺进行了研究,建立了超声波-微波协同萃取-大孔吸附树脂纯化-高效液相色谱同时检测 5 种木脂素的方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

五味子药材购买于吉林省通化市大药房,产地为长白山地区。对照品五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素来自中国药品生物制品检定所,五味子醇甲、五味子丙素来自上海源叶生物科技有限公司。大孔吸附树脂购买于西安蓝晓科技有限公司。乙腈为色谱纯,其余试剂为分析纯,试验用水为超纯水。

P230 依利特高效液相色谱仪,EC2000 色谱工作站,配 UV-230<sup>+</sup> 紫外可见检测器,超声-微波协同萃取/反应仪 CW-2000A(中山大学-上海新拓分析仪器科技有限公司),多功能粉碎 RT-08(荣聪精密科技有限公司),旋转蒸发仪 RE-52A(上海亚荣生化仪器厂),循环水式真空泵 SHZ-D(河南省巩义市英峪仪器一厂)。

### 1.2 试验方法

1.2.1 高效液相色谱定量测定条件 试验在前期研究的基础上<sup>[14]</sup>,采用 HPLC 法对 5 种木脂素含量进行分析。以 Hypersil ODS C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm×250 mm×5 μm)作分析柱,选择乙腈(A)和水(B)作流动相,进行梯度洗脱。配置 6 个不同浓度的五味木脂素混合对照品溶液, HPLC 进样,以各木脂素相应的峰面积  $Y$  为纵坐标,质量浓度  $X(\mu\text{g/mL})$  为横坐标进行线性回归。回归方程分别为五味子醇甲: $Y=97.178X+317.02$ ,五味子酯甲: $Y=97.787X+73.383$ ,五味子甲素: $Y=107.48X-427.32$ ,五味子乙素: $Y=103.35X-102.40$ ,五味子丙素: $Y=106.91X-60.784$ ,相关系数均大于 0.9992,表明回归方程拟合度高,适用于木脂素的定量分析。

1.2.2 大孔吸附树脂的预处理 取适量大孔吸附树脂置于 95%乙醇中浸泡 24 h,然后用蒸馏水洗至无醇味,再用质量分数为 5%的盐酸浸泡 10 h,用蒸馏水洗至中性,然后用质量分数为 5%的氢氧化钠溶液浸泡 10 h,用蒸馏水洗至中性。酸碱处理后的树脂置于 95%乙醇浸泡,用时将树脂洗至无醇味即可<sup>[15]</sup>。

1.2.3 五味子木脂素粗提液的制备 在前期研究的基

础上<sup>[16]</sup>,木脂素的萃取采用超声波-微波协同法进行提取。五味子晾干,粉碎过 120 目筛,精确称量 100.0 g,按照料液比 1:15 加入 84%的乙醇,在 50 W 的超声波(40 kHz)下,以 430 W 功率的微波辅助萃取 2.0 min。萃取完成后,抽滤,滤液用旋转蒸发仪于 50℃下减压浓缩,回收乙醇,所得浸膏用 50%的乙醇溶解,作为粗提液,供大孔吸附树脂纯化研究用。

1.2.4 大孔吸附树脂饱和和吸附量测定 准确称取预处理的湿树脂 1.0 g,置于 250 mL 具塞磨口三角瓶中,精密加入一定质量浓度的木脂素(五味子醇甲 151.16 mg/L,五味子酯甲 18.26 mg/L,五味子甲素 21.04 mg/L,五味子乙素 102.76 mg/L,五味子丙素:30.41 mg/L)提取液 80 mL,室温下振荡 24 h(80 r/min)。充分吸附后,抽滤, HPLC 测量滤液(吸附液)中 5 种木脂素剩余的质量浓度。计算 5 种木脂素的饱和吸附量: $Q=(C_0-C_e) \times V_A/W$ 。式中: $Q$ -饱和吸附量,mg/g; $C_0$ -粗提液的质量浓度,mg/L; $C_e$ -吸附液的质量浓度,mg/L; $V_A$ -粗提液的体积;W-树脂的干质量,g。

1.2.5 大孔吸附树脂解析率的测定 取吸附饱和且减压过滤后的树脂,加入 80 mL 蒸馏水,室温下振荡 2 h,减压过滤,将树脂置于 250 mL 具塞磨口三角瓶中,加入 80 mL 95%的乙醇,室温下振荡 24 h(80 r/min),过滤,测定滤液(解析液)中五味子醇甲、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素的含量,计算 5 种木脂素的总解析率: $D(\%)=C_D V_D/(C_0-C_e) \times V_A \times 100\%$ 。式中: $D$ -解析率,mg/g; $C_D$ -解析液的质量浓度,mg/L; $C_0$ -粗提液的质量浓度,mg/L; $C_e$ -吸附液的质量浓度,mg/L; $V_D$ -解析液的体积; $V_A$ -粗提液的体积;W-树脂的干质量,g。

1.2.6 木脂素的纯化 精确称量 1.0 g 的 AB-8 大孔吸附树脂若干份,分别置于 250 mL 具塞磨口三角瓶中,加入一定体积的一定质量浓度的木脂素(五味子醇甲、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素、五味子丙素)提取液,调到一定的 pH 值,于一定的温度下振荡吸附一段时间,进行吸附。吸附完成后,过滤,测定滤液(解析液)中 5 种木脂素的浓度,计算吸附量;然后将抽滤后的树脂转移到另 1 个 250 mL 具塞磨口三角瓶中,加入与提取液等体积的蒸馏水,室温下振荡洗涤 2 h,除去水溶性多糖、无机盐离子等杂质。最后加入一定体积一定浓度的乙醇,在一定的温度下振荡(80 r/min)解析。解析完成后过滤,测量滤液(解析液)中 5 种木脂素的含量,计算总解析率。

1.2.7 单因素试验 木脂素提取液浓度对木脂素纯化

的影响:量取 6 份总质量浓度为 323.63 mg/L 的木脂素(五味子醇甲 151.16 mg/L,五味子酯甲 18.26 mg/L,五味子甲素 21.04 mg/L,五味子乙素 102.76 mg/L,五味子丙素 30.41 mg/L)提取液 40 mL,分别稀释到 1、2、3、4、5、6 倍,然后加入到 6 份 0.5 g 的 AB-8 大孔吸附树脂中。调节 pH 值到 3.6,设定吸附温度 25℃,振荡吸附 6 h,考察木脂素提取液浓度对吸附量的影响;粗提液体积对木脂素纯化的影响:称量 6 份 1.0 g 的 AB-8 大孔吸附树脂,分别加入质量浓度为 161.815 mg/g 的木脂素粗提液 120、130、140、150、160 mL,调节 pH 值到 3.6,设定吸附温度 25℃,振荡吸附 6 h,考察木脂素提取液用量对吸附量的影响;吸附时间对木脂素纯化的影响:称量 7 份 1.0 g 的 AB-8 大孔吸附树脂,加入总质量浓度为 161.815 mg/g 的木脂素粗提液 150 mL,调节 pH 值到 3.6,设定吸附温度 25℃,分别振荡吸附 2、4、6、8、10、12、14 h,考察吸附时间对吸附量的影响;吸附温度对木脂素纯化的影响:称量 6 份 1.0 g 的 AB-8 大孔吸附树脂,加入总质量浓度为 161.815 mg/g 的木脂素粗提液 150 mL,调节 pH 值到 3.6,分别在 25、35、45、55、65、75℃下振荡吸附 10 h,考察温度对吸附量的影响;pH 值对木脂素纯化的影响:称量 6 份 1.0 g 的 AB-8 大孔吸附树脂,加入总质量浓度为 161.815 mg/g 的木脂素粗提液 150 mL,分别调节 pH 值到 2.6、3.6、4.6、5.6、6.6、7.6、8.6,然后在 65℃下振荡吸附 10 h,考察 pH 值对吸附量的影响;解析温度对木脂素解析率的影响:对在相同条件下吸附结束并经蒸馏水洗涤的 6 份 AB-8 大孔树脂,加入 80%的乙醇 50 mL,分别在 25、35、45、55、65、75℃下解析 6 h,考察温度对解析率的影响。解析时间对木脂素解析率的影响:对在相同条件下吸附结束并经蒸馏水洗涤的 6 份 AB-8 大孔树脂,加入 80%的乙醇 50 mL,在 65℃下分别解析 2、4、6、8、10、12 h,考察时间对解析率的影响。乙醇浓度和用量对木脂素解析率的影响:对在相同条件下吸附结束并经蒸馏水洗涤的若干份 AB-8 大孔树脂,分别加入 20%、40%、60%、80%、100%的乙醇 10、20、30、40、50、60、70 mL,然后在 65℃下解析 8 h,考察乙醇浓度和用量对解析率的影响。

1.2.8 验证试验 为了进一步考虑试验所确定的最佳工艺稳定性和合理性,进行 3 次验证试验。根据静态吸附-解析试验探索的最佳条件,精确称量 AB-8 大孔吸附树脂 1.0 g,置于 250 mL 具塞磨口三角瓶中,按照最佳吸附条件进行吸附。吸附完成后,抽滤,树脂中加入与木脂素提取液等体积的蒸馏水,室温下振荡 2 h 后,在最佳解析条件解析木脂素。纯化后的木脂素提取液浓缩

得浸膏,放置于 60℃烘箱中,待干燥恒重后,测定木脂素的纯度。

## 2 结果与分析

### 2.1 大孔树脂的筛选

在相同的试验条件下,测得各种树脂的 5 种木脂素的吸附量和总解析率。由表 1 可知,HPD-500 树脂对 5 种木脂素的吸附量最低,LX-HPD-600、AB-8、LSA-33 树脂吸附量都较高,达到 14 mg/g 以上。但是为了保证木脂素的回收率,不仅要求树脂吸附量大,还要解析率高,从表 1 可以看出,采用 AB-8 树脂 5 种木脂素总解析率达到 84.49%,因此试验选择 AB-8 为最佳大孔树脂。

表 1 不同大孔吸附树脂的吸附量与解析率

Table 1 Adsorption and desorption capacity of different macroporous adsorption resin

大孔树脂	吸附量/(mg·g <sup>-1</sup> )					总解析率/%
	五味子醇甲	五味子酯甲	五味子甲素	五味子乙素	五味子丙素	
D-101	3.13	0.84	1.30	7.27	1.10	66.02
LX-HPD-100	3.07	0.46	1.15	7.34	1.13	65.75
LX-HPD-600	4.10	0.88	1.58	8.39	1.22	64.35
LSA-10	3.06	0.49	1.15	7.16	1.09	62.54
AB-8	3.61	0.62	1.41	7.67	1.01	84.49
LX-36	3.13	0.46	1.31	7.30	1.09	63.54
LSA-21	3.36	0.45	1.22	6.97	0.97	77.92
HPD-500	2.37	0.52	0.51	5.27	0.87	44.03
HPD-100	2.87	0.61	1.15	7.30	1.10	58.28
LSA-33	3.91	0.76	0.49	7.97	1.18	61.27

### 2.2 静态吸附试验结果

2.2.1 粗提液浓度对吸附效果的影响 由表 2 可知,当浓度稀释到 2 倍时,5 种木脂素的吸附量明显增大,但是超过 2 倍以后,吸附量则没有明显的变化,继续稀释,吸附量反而呈减小的趋势。因此木脂素粗提液稀释到 2 倍时吸附性能最佳,即 5 种木脂素的总质量浓度为 161.815 mg/g 时吸附量最大。

表 2 木脂素提取液浓度对吸附量的影响

Table 2 Effect of lignans extracting solution concentration on adsorption capacity

木脂素	吸附量/(mg·g <sup>-1</sup> )					
	1 倍	2 倍	3 倍	4 倍	5 倍	6 倍
五味子醇甲	1.31	2.32	2.33	2.34	2.35	2.33
五味子酯甲	0.11	0.38	0.39	0.40	0.41	0.41
五味子甲素	0.95	1.15	1.16	1.18	1.17	1.14
五味子乙素	1.83	3.14	3.19	3.22	3.24	3.22
五味子丙素	0.17	0.25	0.26	0.27	0.29	0.30

2.2.2 粗提液体积对吸附量的影响 由表 3 可知,随着粗提液体积的逐渐增加,木脂素的吸附量逐渐增大,当粗提液的体积达到 150 mL 时,5 种木脂素的总吸附量最大,继续增加体积,五味子丙素的吸附量反而呈减小的



表 3 木脂素提取液体积对吸附量的影响

Table 3 Effect of lignans extracting solution volume on adsorption capacity

木脂素	吸附量/(mg·g <sup>-1</sup> )				
	120 mL	130 mL	140 mL	150 mL	160 mL
五味子醇甲	2.32	2.48	2.71	2.95	2.97
五味子酯甲	0.39	0.44	0.51	0.53	0.53
五味子甲素	0.95	1.07	1.14	1.21	1.22
五味子乙素	3.28	3.58	4.01	4.49	4.51
五味子丙素	0.26	0.72	0.95	1.21	1.13

趋势,因此确定粗提液的最佳体积为 150 mL。

2.2.3 吸附时间对吸附量的影响 由表 4 可知,当振荡时间达到 10 h 后,吸附已达到最大量。继续延长时间,吸附量基本不变,但时间越长能耗越高,所以选择 10 h 为最佳吸附时间。

表 4 吸附时间对吸附量的影响

Table 4 Effect of shaking time on adsorption capacity

木脂素	吸附量/(mg·g <sup>-1</sup> )						
	2 h	4 h	6 h	8 h	10 h	12 h	14 h
五味子醇甲	2.03	2.76	2.97	3.05	3.13	3.14	3.13
五味子酯甲	0.29	0.43	0.53	0.55	0.56	0.57	0.57
五味子甲素	0.51	0.76	1.22	1.34	1.35	1.36	1.37
五味子乙素	2.75	3.21	4.51	5.91	6.97	6.98	7.01
五味子丙素	0.43	0.98	1.13	1.54	1.86	1.89	1.91

2.2.4 温度对吸附量的影响 由表 5 可知,当温度低于 45℃时,随着温度的升高,木脂素的吸附量逐渐增加;当超过 45℃时,温度升高,吸附量则急剧下降,因此选择 45℃为木脂素的最佳吸附温度。

表 5 吸附温度对吸附量的影响

Table 5 Effect of adsorption temperature on adsorption capacity

木脂素	吸附量/(mg·g <sup>-1</sup> )					
	25℃	35℃	45℃	55℃	65℃	75℃
五味子醇甲	3.13	3.45	3.65	3.51	2.45	0.56
五味子酯甲	0.56	0.69	0.70	0.66	0.49	0.21
五味子甲素	1.35	1.49	1.58	1.52	1.21	0.72
五味子乙素	6.97	7.68	7.99	7.28	5.98	4.08
五味子丙素	1.86	1.97	2.15	2.14	1.87	1.13

2.2.5 pH 值对吸附量的影响 由表 6 可知,当 pH 值等于 6.6 时,吸附量最大,当 pH 值过高或者过低时,吸附量均比较低,因此选择粗提液的最佳 pH 值为 6.6。

表 6 pH 值对吸附量的影响

Table 6 Effect of pH value on adsorption capacity

木脂素	吸附量/(mg·g <sup>-1</sup> )						
	2.6	3.6	4.6	5.6	6.6	7.6	8.6
五味子醇甲	3.38	3.65	3.73	3.78	3.81	3.54	3.41
五味子酯甲	0.61	0.70	0.70	0.72	0.73	0.68	0.61
五味子甲素	1.31	1.58	1.63	1.66	1.71	1.60	1.33
五味子乙素	6.64	7.99	8.01	8.02	8.11	8.02	7.97
五味子丙素	2.08	2.15	2.17	2.18	2.26	2.13	1.89

## 2.3 静态解析试验结果

2.3.1 解析温度对解析率的影响 由表 7 可知,随着温度的升高。五味子醇甲、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素的总解析率呈逐渐增大的趋势,但当温度升高到 65℃时,各木脂素的解析率没有明显变化,因此选择 65℃为最佳解析温度。

表 7 解析温度对 5 种木脂素总解析率的影响

Table 7 Effect of desorption temperature on desorption capacity of 5 lignans

解析温度/℃	25	35	45	55	65	75
总解析率/%	43.21	54.31	62.12	66.47	69.34	70.04

2.3.2 解析时间对解析率的影响 由表 8 可知,当解析时间在 8 h 之内,随着时间的延长,5 种木脂素总解析率逐渐增加,但 8 h 之后,总解析率没有明显的变化,因此选择最佳解析时间为 8 h。

表 8 解析时间对 5 种木脂素总解析率的影响

Table 8 Effect of desorption temperature on desorption capacity of 5 lignans

时间/h	2	4	6	8	10	12
总解析率/%	45.21	57.31	69.34	80.24	80.49	81.11

2.3.3 乙醇浓度及用量对解析率的影响 由表 9 可知,乙醇浓度严重影响着木脂素的解析效果,当乙醇浓度较低时,木脂素解析率很低,随着体积的增加,木脂素的解析率均没有明显地增加。当乙醇浓度为 20%时,用 70 mL 进行解析,5 种木脂素的总解析率仅为 2.65%,但当选择 100%的乙醇作洗脱剂时,用量为 20 mL 时,5 种木脂素的总解析率已经达到 94.48%,大量的木脂素已经得到了解析,因此选择无水乙醇作解析剂,最佳用量为 20 mL。

表 9 乙醇浓度和用量对总解析率的影响

Table 9 Effect of ethanol concentration and volume on desorption capacity of 5 lignans

乙醇浓度 / %	总解析率/%						
	10 mL	20 mL	30 mL	40 mL	50 mL	60 mL	70 mL
20	1.02	2.23	2.53	2.65	2.65	2.65	2.65
40	4.12	5.06	5.51	5.62	5.73	5.74	5.75
60	15.33	46.39	56.43	59.86	60.11	61.50	61.77
80	46.78	80.12	80.24	80.72	81.11	81.47	81.79
100	70.88	94.48	94.57	94.79	95.07	95.11	95.12

## 2.4 大孔树脂纯化五味子粗提物验证试验

通过 3 次平行试验,测得采用 AB-8 大孔树脂,五味子醇甲、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素 5 种木脂素的总吸附量达到 15.21 mg/g,总解析率达到 94.48%,5 种木脂素总含量由粗提取浸膏中的 0.98%上升到 5.86%,3 次测定 RSD 值分别为 2.32%、1.04%、1.85%,表明该工艺重现性良好。

### 3 结论

AB-8 大孔树脂的吸附量和解析率均较大,适合北五味子木脂素的分离纯化。其最佳吸附条件为:调节木脂素提取液 pH 值到 6.6,五味子醇甲、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素 5 种木脂素总浓度为 161.815 mg/L,1 g 大孔吸附树脂加入 150 mL 提取液,于 55℃ 吸附 10 h;最佳解析条件为:以无水乙醇为解析剂,在 65℃ 下解析 8 h。5 种木脂素总含量由粗提取浸膏中的 0.98% 上升到 5.86%,纯度增加了 5 倍。表明 AB-8 大孔树脂吸附量大,解析率高,最佳条件下浸膏中五味子含量得到了显著的提高,纯化效果好。

### 参考文献

- [1] 程振玉,杨英杰,刘治刚. 超声波辅助酶法提取北五味子多糖工艺研究[J]. 中国酿造,2014,33(3):104-108.
- [2] Lu Y,Chen D F. Analysis of *Schisandra sphenanthera* [J]. Journal of Chromatography A,2009,1216:1980-1990.
- [3] Ma C H,Yang L,Zu Y G,et al. A new approach to catalytic hydrolysis of ester-bound biphenyl cyclooctene lignans from the fruits of *Schisandra chinensis* Baill by ion exchange resin[J]. Chemical Engineering Research and Design,2012,90:1189-1196.
- [4] Liu C J,Zhang S Q,Wu H,et al. Non-thermal extraction of effective ingredients from *Schisandra chinensis* Baill and the antioxidant activity of its extract[J]. Natural Product Research,2009,23:1390-1401.
- [5] Ma C H,Liu T T,Yang L,et al. Preparation of high purity biphenyl cyclooctene lignans from *Schisandra* extract by ion exchange resin catalytic transformation combined with macroporous resin[J]. Journal of Chromatography

B,2011,879:3444-3451.

- [6] 王佳丽,杨洪涛. 五味子主要化学成分的药理研究[J]. 河南中医,2014,34(2):357-359.
- [7] 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.
- [8] 丁璞,宋新,李先宽,等. 星点及正交试验优化五味子藤茎提取工艺研究[J]. 中成药,2013,35(11):2534-2537.
- [9] 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.
- [10] 王少杰,杨敏,王漫,等. 南五味子有效成分提取及其在不同相体系中的分布研究[J]. 现代食品科技,2013,29(2):324-327.
- [11] 商雪丘,李超. 桑白皮总黄酮的超声波协同微波提取工艺及其抗氧化活性研究[J]. 食品工业,2013,34(1):63-65.
- [12] Wei H,Sun L,Tai Z,et al. A simple and sensitive HPLC method for the simultaneous determination of eight bioactive components and fingerprint analysis of *Schisandra sphenanthera* [J]. Analytical Chimica Acta,2010,662:97-104.
- [13] 吴昊,宗志敏,石金龙. S-8 大孔树脂分离纯化银杏黄酮的工艺研究[J]. 食品科学,2013,38(4):224-227.
- [14] 程振玉,杨英杰,刘治刚,等. 高效液相色谱法测定北五味子中 5 种木脂素含量[J]. 理化检验-化学分册,2014,50(5):575-578.
- [15] 刘伟,周春丽,赵婧,等. 大孔吸附树脂纯化生姜提取物中 6-姜粉工艺优化[J]. 农业机械学报,2014,45(6):37-241.
- [16] Cheng Z Y,Yang Y J,Liu Y,et al. Two-steps extraction of essential oil, polysaccharides and biphenyl cyclooctene lignans from *Schisandra chinensis* Baill fruits[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis,2014,96:162-169.

## Study on Technology of Static Purification of Lignans from *Schisandra chinensis* Baill by Macroporous Adsorption Resin

CHENG Zhen-yu<sup>1</sup>, SONG Hai-yan<sup>2</sup>, YANG Ying-jie<sup>1</sup>, XUE Jun-li<sup>1</sup>, JI Hui-jie<sup>1</sup>

(1. College of Chemical and Pharmaceutical Engineering, Jilin Institute of Chemical Technology, Jilin, Jilin 132022; 2. Center of Experiments, Jilin Agricultural Science and Technology College, Jilin, Jilin 132101)

**Abstract:** Taking Schisandrol A, Schisantherin A, Deoxyschisandrin, Schisandrin B and Schisandrin C as test index, the static purification conditions of lignans were determined on the basis of investigating the adsorption and desorption performance of different kind of macroporous resins. The results showed that, AB-8 macroporous resins was chose and employed in this study, the optimal adsorption conditions were as follows: adsorption sample volumes of 40 mL, pH value of 6.6, adsorption temperature of 55℃ and adsorption time of 10 hours; the optimal desorption conditions were desorption time of 8 hours, desorption temperature of 65℃, dehydrated ethanol as desorption solvent and the volume of 150 mL. Under these optimal conditions, the lignans content of *Schisandra* crude extracts increased from 0.98% to 5.86%. The method proposed in this study provided data and theoretical support.

**Keywords:** high performance liquid chromatography; *Schisandra chinensis* Baill; lignans; macroporous adsorption resin; purification