

DOI:10.11937/bfyy.201702033

大孔吸附树脂纯化桔梗茎总黄酮 工艺及其抗氧化性

王晓林¹, 金龙哲², 钟方丽¹, 薛健飞¹, 贾佳佳¹

(1. 吉林化工学院 化学与制药工程学院, 吉林 吉林 132022;

2. 延边朝鲜族自治州农业科学院 农特产品加工研究所, 吉林 延吉 133001)

摘 要:以桔梗茎为试材,采用单因素试验及正交实验方法,以总黄酮吸附率、解吸率为考察指标,研究了 LSA-21 型大孔吸附树脂纯化桔梗茎总黄酮的工艺条件及其体外抗氧化性。结果表明:桔梗茎总黄酮的最佳纯化工艺条件为样品液生药浓度 $0.06 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$,样品液体积与树脂质量比值 $20.0 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$,振荡吸附时间 4.5 h,70%乙醇溶液为洗脱剂,解吸液体积与树脂质量比值为 $27.5 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$,振摇解吸时间 3.5 h,此条件下,桔梗茎浸膏中总黄酮的含量由 6.37% 提高到 14.02%。桔梗茎总黄酮样品液对 DPPH· 及 ·OH 具有较强的清除能力,而且其清除活性随桔梗茎总黄酮样品液质量浓度的增加而逐渐增强。

关键词:桔梗茎;总黄酮;大孔吸附树脂;纯化;抗氧化

中图分类号:R 284.2 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2017)02-0136-06

桔梗为桔梗科植物桔梗的干燥根,分布在全国大部分地区,其中东北产量较大,桔梗花呈蓝紫色,花型美丽,常作观赏植物栽培于公园庭院之中^[1]。桔梗始载于《神农本草经》,为药食同源的临床常用中药材,传统上以桔梗根入药。近年来研究表明,桔梗根主要含有三萜皂苷、黄酮类、酚类化合物等活性化合物^[2],具有降血脂、祛痰镇咳、抗氧化、免疫调节等生理活性^[3-5]。桔梗茎多被丢弃,但研究表明,桔梗茎中含有大量黄酮类活性成分,其提取物具有明显的抗炎、祛痰等生理活性^[6-7]。目前关于桔梗茎总黄酮的研究较少,开展对桔梗茎的试验研究,不但可以变废为宝,减少资源浪费,还可提高药农收益。黄酮类化合物具有抗氧化、增强人体免疫力、降血脂、抗衰老等多种生理活性^[8],黄酮类化合物是一类前景广阔天然抗氧化剂,评价天然产物的抗氧化活性已成为研究保健食品、药品的重要内容之一^[9]。大孔吸附树脂是一种具有多孔性、比表面积高等特点的高分子材料,已广泛应用于天然植物中黄酮类成

分的分离、富集、纯化^[10]。该试验以桔梗茎为试材,对 LSA-21 型大孔吸附树脂纯化桔梗茎总黄酮的工艺条件进行了优化,并探索了桔梗茎总黄酮提取液的体外抗氧化活性,以期桔梗茎的综合利用提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试桔梗茎购于吉林省均林中草药种植有限公司。

供试试剂:芦丁对照品(中国食品药品检定研究院),大孔吸附树脂(LX-19、LX-8、LSA-21、LSA-10、AB-8、LX-36、D-101 型,西安蓝晓科技有限公司),DPPH·(上海如吉生物科技有限公司),邻二氮菲(天津市科密欧化学试剂有限公司),硫酸亚铁(分析纯,天津市大茂化学试剂厂),硝酸铝、氢氧化钠、亚硝酸钠、无水乙醇等试剂(分析纯,天津市大茂化学试剂厂)。

供试仪器:紫外-可见分光光度计(TU-1810 型,北京普析通用仪器有限责任公司);旋转蒸发器(RE-52AA 型,上海亚荣生化仪器厂);水浴恒温振荡器(SHA-B 型,金坛市科析仪器有限公司);循环水真空泵(SHZ-D 型,河南省巩义市英峪仪器一厂);数控超

第一作者简介:王晓林(1969-),男,山东五莲人,硕士,教授,现主要从事天然产物有效成分的提取及纯化工艺等研究工作。
E-mail:204238517@qq.com

收稿日期:2016-10-20

声波清洗器(KQ-250DE型, 昆山市超声仪器有限公司); 电热鼓风干燥箱(DMG-9076A型, 上海精宏实验设备有限公司); 电子天平(FA2004N型, 上海精密科学仪器有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 标准曲线的绘制及样品含量测定 根据参考文献[11]绘制芦丁的标准曲线。吸取桔梗茎提取液、大孔树脂吸附后的提取液和乙醇解吸液适量, 分别置于25 mL容量瓶中, 按标准曲线的绘制方法显色, 以相应试剂为空白, 于510 nm处测定上述溶液的吸光度, 计算树脂对桔梗茎总黄酮的吸附率、解吸率和浸膏中总黄酮的含量^[12]。 $R_1(\%) = (C_0 - C_1)/C_0 \times 100$, $R_2(\%) = V_2 C_2/[V_1 \times (C_0 - C_1)] \times 100$, $R_3(\%) = m_2/m_1 \times 100$ 。式中: R_1 -吸附率, %; R_2 -解吸率, %; R_3 -纯度, %; C_0 -桔梗茎提取液中总黄酮质量浓度, $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$; C_1 -大孔树脂吸附后溶液中总黄酮质量浓度, $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$; C_2 -解吸液中桔梗茎总黄酮质量浓度, $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$; V_1 -桔梗茎样品液体积, mL; V_2 -解吸液体积, mL; m_1 -解吸液干燥后固体的质量, mg; m_2 -解吸液中桔梗茎总黄酮的质量, mg。

1.2.2 大孔吸附树脂的预处理 称取LX-19、LX-8、LSA-21、LSA-10、AB-8、LX-36、D-101型大孔吸附树脂各30 g, 分别加入到玻璃柱中, 按参考文献[13]进行预处理, 密封备用。

1.2.3 桔梗茎总黄酮样品液的制备 称取粉碎的桔梗茎15 g, 加入80%乙醇水溶液300 mL, 40℃水浴中超声提取50 min, 然后水浴回流1.5 h, 过滤, 滤液减压浓缩至相对密度为1.20~1.25(60℃), 加入蒸馏水定容至250 mL容量瓶中, 备用。

1.2.4 大孔树脂类型的选择 称取1.2.2中已预处理好的湿树脂各2 g, 分别置于具塞锥形瓶中,

分别加入桔梗茎总黄酮样品液30 mL(生药浓度 $0.06 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$)。在水浴恒温振荡器中室温振荡2 h, 静置24 h, 过滤后将不同树脂分别置于具塞锥形瓶中, 各加入80%乙醇水溶液50 mL, 在水浴恒温振荡器中室温振荡2 h, 静置24 h, 过滤。分别吸取各树脂吸附后的溶液、各解吸液适量, 分别加入至25 mL容量瓶中, 按1.2.1中的方法显色, 于510 nm处测定上述各溶液的吸光度, 计算各树脂对桔梗茎总黄酮的吸附率、解吸率。

1.2.5 大孔吸附树脂纯化桔梗茎总黄酮的单因素试验 称取若干份LSA-21型树脂, 每份2 g, 分别置于具塞锥形瓶中, 分别加入30 mL桔梗茎总黄酮样品液, 在固定其它试验条件的前提下, 分别考察吸附时间(1、2、3、4、5、6 h)、样品液pH(3、4、5、6、7、8)、样品液生药浓度(0.060、0.030、0.020、0.015、0.012、0.010 $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)、样品液体积/树脂质量的比值(5、10、15、20、25、30 $\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$)对桔梗茎总黄酮吸附率的影响。在最佳吸附条件及固定其它试验条件的前提下, 分别考察解吸液乙醇体积分数(0、10%、30%、50%、70%、80%、90%)、解吸液体积/树脂质量的比值(10、15、20、25、30、35 $\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$)、解吸时间(1、2、3、4、5、6 h)对桔梗茎总黄酮解吸率的影响。

1.2.6 大孔吸附树脂纯化桔梗茎总黄酮的正交实验 通过单因素试验结果可知, 样品液pH在4~5吸附率较高, 而样品液本身pH为4.8, 所以样品液pH不需调节, 在考察样品液生药浓度对吸附率的影响时, 按1.2.3中的方法提取得到的初始提取液的吸附率最高, 所以直接选择初始提取液进行试验即可, 在正交实验中对吸附时间、样品液体积/树脂质量的比值、解吸液乙醇体积分数、解吸液体积/树脂质量的比值、解吸时间5个因素按五因素四水平进行试验, 因素及水平见表1。

表1 正交实验的因素及水平

Table 1		Factors and levels of orthogonal test			
水平 Level	A 吸附时间 Adsorption time /h	B 样品液体积/树脂质量 Ratio between volume of sample and mass of resin/($\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$)	C 解吸乙醇体积分数 Ethanol volume fraction /%	D 解吸液体积/树脂质量 Ratio between eluent volume and mass of resin/($\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$)	E 解吸时间 Desorption time /h
1	4.0	15.0	60	20.0	2.5
2	4.5	17.5	70	22.5	3.0
3	5.0	20.0	80	25.0	3.5
4	5.5	22.5	90	27.5	4.0

1.2.7 工艺稳定性验证试验 称取3份LSA-21型树脂各2 g, 分别置于具塞锥形瓶中, 分别加入初始桔梗茎总黄酮提取液40 mL, 在水浴恒温振荡器中室温振荡4.5 h, 过滤, 将上述抽滤后的树脂分别置

于具塞锥形瓶中, 各加入70%乙醇水溶液55 mL, 在水浴恒温振荡器中室温振荡3.5 h, 过滤。分别吸取树脂吸附后的溶液、解吸液适量, 各置于25 mL容量瓶中, 按1.2.1中的方法显色, 于510 nm处测定吸光

度,计算树脂对桔梗茎总黄酮的吸附率、解吸率。吸取 50 mL 桔梗茎总黄酮样品液、解吸液于 60 ℃干燥至恒重,计算桔梗茎干浸膏中总黄酮的质量。

1.2.8 清除 DPPH· 试验 将质量浓度为 0.388 mg·mL⁻¹的桔梗茎总黄酮初始提取液分别稀释 1、2、3、4、5 倍,将维生素 C 配制成与桔梗茎总黄酮样品液相同质量浓度的对照溶液。分别吸取上述不同质量浓度的桔梗茎总黄酮样品液及维生素 C 溶液各 2.0 mL,分别置于 10 mL 比色管中,按文献[14]方法,在 517 nm 处测定吸光度 $A_{\text{样品}}$ 、 $A_{\text{空白}}$ 、 $A_{\text{对照}}$ 。计算桔梗茎总黄酮样品液、维生素 C 溶液对 DPPH· 的清除率^[14]。 $C(\%) = (1 - (A_{\text{样品}} - A_{\text{对照}})/A_{\text{空白}}) \times 100$, 式中, C -DPPH· 清除率,%; $A_{\text{样品}}$ -各质量浓度桔梗茎总黄酮样品液与 DPPH· 乙醇溶液反应后的吸光度值; $A_{\text{对照}}$ -无水乙醇代替 DPPH· 乙醇溶液反应后的吸光度值; $A_{\text{空白}}$ -无水乙醇代替桔梗茎总黄酮样品液与 DPPH· 乙醇溶液反应后的吸光度值。

1.2.9 清除·OH 试验 分别吸取清除 DPPH· 试验中不同质量浓度的桔梗茎总黄酮样品液及维生素 C 溶液各 1.0 mL,分别置于 10 mL 比色管中,按文献[15]方法,在 536 nm 处测其吸光度 A_s 、 A_p 、 A_b 。按照下式计算桔梗茎总黄酮样品液、维生素 C 溶液对·OH 的清除率^[15]。 $C(\%) = (A_s - A_p)/(A_b - A_p) \times 100$, 式中, C ·OH 清除率,%; A_s -各质量浓度桔梗茎总黄酮样品液与邻二氮菲+硫酸亚铁+H₂O₂ 反应后的吸光度值; A_p -蒸馏水代替桔梗茎总黄酮样品液与邻二氮菲+硫酸亚铁+H₂O₂ 反应后的吸光度值; A_b -蒸馏水代替桔梗茎总黄酮样品液与邻二氮菲+硫酸亚铁反应后的吸光度值。

2 结果与分析

2.1 线性关系考察

以芦丁对照品溶液的吸光度为纵坐标,质量浓度(g·L⁻¹)为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $A = 10.858C + 0.0136$, $r = 0.9991$ 。结果表明,芦丁进样质量浓度在 0.003 6~0.043 2 g·L⁻¹,呈良好线性关系。

2.2 大孔树脂类型的选择

在试验条件相同的前提下,7 种不同型号树脂经过静态吸附与解吸附试验,分别得到不同树脂对桔梗茎总黄酮的吸附率及解吸率。由表 2 可知,LX-36 型树脂的吸附率最高,其次是 LSA-21 型树脂,但 LSA-21 型树脂的解吸率为 87.90%,而 LX-36 型树

脂的解吸率为 80.21%,通过对吸附率和解吸率的综合考虑,选择 LSA-21 型树脂进行后续试验。

表 2 大孔树脂的选择

Table 2 Selection of macroporous resins types %

树脂种类 Resins type	LSA-10	LX-36	LX-19	LSA-21	LX-8	D-101	AB-8
吸附率 Adsorption ratio	79.34	86.91	52.72	79.83	52.75	78.04	74.92
解吸率 Desorption ratio	79.45	80.21	79.97	87.90	82.81	74.83	73.66

2.3 单因素试验结果

2.3.1 吸附时间对吸附率的影响 由图 1 可知,在吸附时间为 1~5 h,吸附率随着吸附时间的延长而提高,当吸附时间达到 5 h 时,桔梗茎总黄酮的吸附率达到最高值,继续延长吸附时间吸附率变化趋势不明显,所以后续单因素试验将吸附时间确定为 5 h,并通过正交实验继续考察吸附时间对桔梗茎总黄酮吸附率的影响。

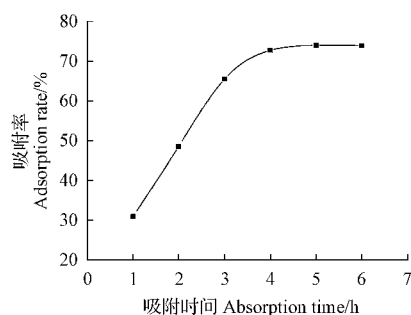


图 1 吸附时间对吸附率影响

Fig. 1 Effect of adsorption time on adsorption rate

2.3.2 样品液 pH 对吸附率的影响 由图 2 可知,样品液 pH 在 4~5 吸附率较高,而样品液本身 pH 为 4.8,所以样品液 pH 不需调节,后续试验直接以初始提取液进行。

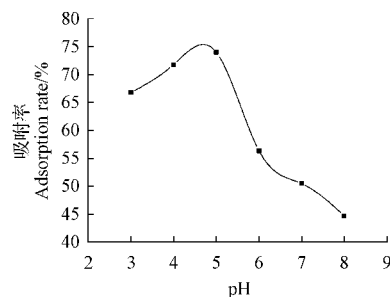


图 2 样品液 pH 对吸附率影响

Fig. 2 Effect of sample pH on adsorption rate

2.3.3 样品液生药浓度对吸附率的影响 由图 3 可知,随着样品液生药浓度的升高,桔梗茎总黄酮吸

附率也升高,所以直接以初始提取液($0.06 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$)进行后续试验。

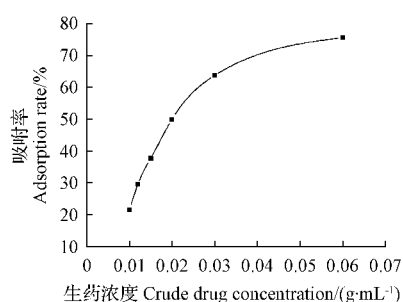


图3 样品液生药浓度对吸附率影响

Fig. 3 Effect of crude drugs concentration of sample solution on adsorption rate

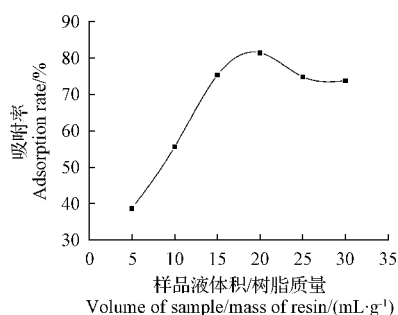


图4 样品液体积/树脂质量对吸附率影响

Fig. 4 Effect of ratio between volume of sample and mass of resin on adsorption rate

2.3.4 样品液体积/树脂质量的比值对吸附率的影响 由图4可知,随着样品液体积/树脂质量比值的增加,桔梗茎总黄酮吸附率逐渐提高,当样品液体积/树脂质量比值为 $20 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$ 时,其吸附率最高,继续增加样品液体积/树脂质量的比值,其吸附率开始下降,所以后续试验将样品液体积/树脂质量的比值确定为 $20 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$ 。为了进一步考察样品液体积/树脂质量的比值对解吸率的影响,分别选择样品液体积/树脂质量的比值为 15.0 、 17.5 、 20.0 、 $22.5 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$ 进行正交实验。

2.3.5 解吸液乙醇体积分数对解吸率的影响 由图5可知,随着乙醇体积分数的升高,桔梗茎总黄酮解吸率逐渐提高,当乙醇体积分数为 70% 时,其解吸率达到最大值,继续提高乙醇体积分数,其解吸率反而下降,所以后续单因素试验将解吸液乙醇体积分数确定为 70% ,并通过正交实验继续考察解吸液乙醇体积分数对桔梗茎总黄酮解吸率的影响。

2.3.6 解吸液体积/树脂质量的比值对解吸率的影响

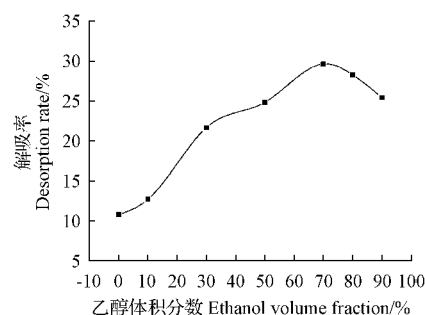


图5 乙醇体积分数对解吸率影响

Fig. 5 Effect of ethanol volume fraction on desorption rate

由图6可知,随着解吸液体积/树脂质量比值的增加,桔梗茎总黄酮解吸率逐渐提高,当解吸液体积/树脂质量比值为 $25 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$ 时,其解吸率最高,继续增加解吸液体积/树脂质量比值,其解吸率变化不大,所以后续单因素试验将解吸液体积/树脂质量比值确定为 $25 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$,并通过正交实验继续考察解吸液体积/树脂质量比值对解吸率的影响。

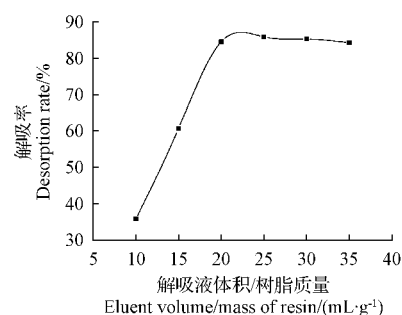


图6 解吸液体积/树脂质量对解吸率影响

Fig. 6 Effect of ratio between eluent volume and mass of resin ratio on desorption rate

2.3.7 解吸时间对解吸率的影响 由图7可知,当解吸时间由 1 h 延长到 2 h 时,桔梗茎总黄酮解吸率由 62.57% 提高到 85.57% ,继续延长解吸时间至 3 h 时,其解吸率达到最高值 86.83% ,再延长解吸时间,其解吸率反而开始逐渐降低,所以将解吸时间确定为 3 h ,并通过正交实验继续考察解吸时间对解吸率的影响。

2.4 正交实验结果

由表3可知,5个因素对桔梗茎总黄酮纯化工艺的影响顺序为解吸液体积/树脂质量的比值>解吸时间>乙醇体积分数>吸附时间>样品液体积/树脂质量的比值,最佳纯化条件为以桔梗茎初始提取液进行试验,吸附时间为 4.5 h ,样品液体积/树脂质量的比值为 $20.0 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$,解吸液乙醇体积分数

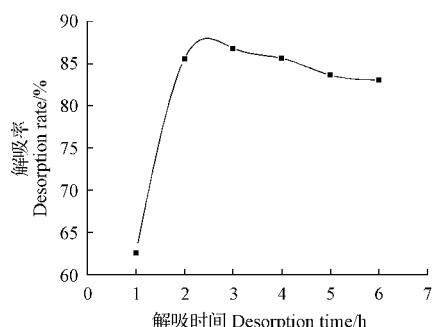


图7 解吸时间对解吸率的影响

Fig. 7 Effect of desorption time on desorption rate

表3 正交实验结果

Table 3 Results of orthogonal test

试验号 Number	吸附率 Adsorption/%					解吸率 Desorption ratio/%
	A	B	C	D	E	
1	1	1	1	1	1	85.56
2	1	2	2	2	2	85.88
3	1	3	3	3	3	86.68
4	1	4	4	4	4	86.54
5	2	1	2	3	4	87.47
6	2	2	1	4	3	87.27
7	2	3	4	1	2	85.53
8	2	4	3	2	1	86.31
9	3	1	3	4	2	85.54
10	3	2	4	3	1	85.02
11	3	3	1	2	4	85.51
12	3	4	2	1	3	85.43
13	4	1	4	2	3	86.58
14	4	2	3	1	4	86.29
15	4	3	2	4	1	87.06
16	4	4	1	3	2	86.02
k_1	86.22	86.18	86.09	85.70	85.99	
k_2	86.64	86.17	86.64	86.07	85.74	
k_3	86.38	86.20	86.21	86.29	86.49	
k_4	86.48	86.08	85.92	86.60	86.45	
R	0.42	0.12	0.72	0.90	0.75	
最优水平 Optimal level	A ₂	B ₃	C ₂	D ₄	E ₃	

为70%，解吸液体积/树脂质量的比值为27.5 mL·g⁻¹，解吸时间为3.5 h。

2.5 工艺稳定性验证试验

通过3次工艺稳定性验证试验可知，LSA-21型树脂对桔梗茎总黄酮的吸附率和解吸率分别为81.75%、82.28%、81.80%和88.32%、88.85%、88.93%，其平均吸附率、解吸率分别为81.94%、88.70%，干浸膏中总黄酮含量由6.37%提高到14.02%。

2.6 体外抗氧化性试验

由图8、9可知，随着总黄酮样品液和维生素C溶液质量浓度的升高，二者对DPPH·和·OH的清除能

力均逐渐增强，当二者质量浓度达到0.388 g·L⁻¹时，二者对DPPH·的清除率分别为81.15%、84.35%，对·OH的清除率分别为82.26%、84.02%，由此可见，二者对DPPH·和·OH均具有显著的清除活性，而且清除能力相当。

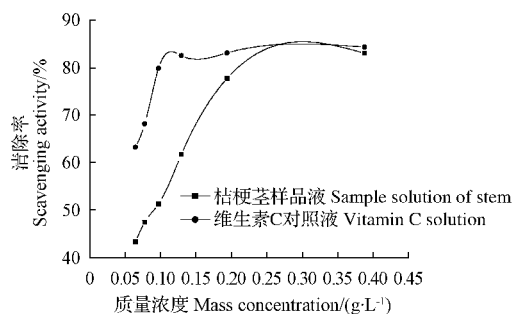


图8 样品液对DPPH·的清除能力

Fig. 8 Scavenging activity of sample solution to DPPH·

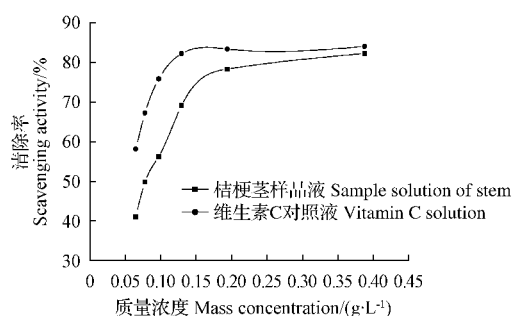


图9 样品液对·OH的清除能力

Fig. 9 Scavenging activity of sample solution to ·OH

3 结论

该试验对不同型号树脂纯化桔梗茎总黄酮进行了筛选，并通过单因素试验及正交实验考察了LSA-21型树脂对桔梗茎总黄酮纯化的工艺条件。结果表明，以桔梗茎初始提取液进行试验，纯化工艺条件为吸附时间4.5 h，样品液体积/树脂质量的比值为20.0 mL·g⁻¹，解吸液乙醇体积分数为70%，解吸液体积/树脂质量的比值为27.5 mL·g⁻¹，解吸时间为3.5 h。在上述工艺条件下桔梗茎总黄酮样品液的平均吸附率和解吸率分别为81.94%和88.70%，纯化后的干浸膏总黄酮含量由6.37%提高到14.02%。该试验在探索纯化工艺条件的同时，采用分光光度法探索了桔梗茎总黄酮样品液对DPPH·和·OH的清除能力，试验结果表明，桔梗茎样品液对2种自由基均具有较强的清除能力，说明桔梗茎总黄酮样品液具有较强的体外抗氧化活性。

参考文献

- [1] 余椿声. 桔梗[J]. 食品与药品, 2006, 8(2): 75.
- [2] 郁梅, 方彭华, 于桂芳, 等. 桔梗的化学成分和抗肿瘤活性研究进展[J]. 国际药学研究杂志, 2011, 38(4): 280-283.
- [3] 梁仲远. 桔梗水提液的镇咳、祛痰作用研究[J]. 中国药房, 2011, 22(35): 3291-3292.
- [4] 王茂山, 吴敬涛. 桔梗皂苷 D 对氧化型低密度脂蛋白诱导的内皮细胞氧化损伤的作用[J]. 食品科学, 2013, 34(13): 293-296.
- [5] 于婷, 李晓东, 金乾坤, 等. 桔梗提取物对小鼠的抗疲劳作用[J]. 食品工业科技, 2012, 33(24): 394-396.
- [6] INADA A, MURATAH, SOMEKAWAM, et al. Phytochemical studies of seeds of medicinal plants II: A new dihydroflavonol glycoside and a new 3-methyl-1-butanol glycoside from seeds of *Platycodon grandiflorum* A. decandolle[J]. Chem Pharm Bull, 1992, 40(11): 3081-3083.
- [7] 欧丽兰, 余昕, 朱烨, 等. 桔梗茎叶不同部位提取物的抗炎活性研究[J]. 安徽农业科学, 2013, 41(25): 10272-10274.
- [8] 曹伟国, 刘志勤, 邵云, 等. 黄酮类化合物药理作用的研究进展[J]. 西北植物学报, 2003, 23(12): 2241-2247.
- [9] 郑瑞生, 封辉, 戴聪杰, 等. 植物中抗氧化活性成分研究进展[J]. 中国农学通报, 2010, 26(9): 85-90.
- [10] 安卓, 贾昌喜. 大孔树脂分离纯化苦苣菜黄酮的工艺研究[J]. 食品与机械, 2012, 28(3): 122-125.
- [11] 唐生永, 陈晓平. 桔梗总黄酮的提取及纯化工艺研究[J]. 农产品加工·学刊, 2010(3): 20-22.
- [12] 钟方丽, 王晓林, 王志敏, 等. 大孔吸附树脂法纯化玉竹总黄酮工艺研究[J]. 食品与机械, 2013, 29(1): 131-134.
- [13] 王晓林, 薛健飞, 陈帅, 等. 大孔树脂法纯化锦灯笼宿萼总黄酮的工艺[J]. 食品科学, 2014, 35(14): 58-61.
- [14] 薛红玮, 牟德华. 不同品种紫甘薯体外抗氧化活性的比较工艺研究[J]. 食品与机械, 2011, 27(1): 36-39.
- [15] 马博, 张婷婷, 黎远成, 等. 麻疯树籽壳总黄酮的提取及其羟基自由基清除作用[J]. 食品与机械, 2014, 30(5): 196-199.

Purification Technology of Total Flavonoids in *Platycodon grandiflorum* Stems With Macroporous Resin Methods and Its Antioxidant Ability

WANG Xiaolin¹, JIN Longzhe², ZHONG Fangli¹, XUE Jianfei¹, JIA Jiajia¹

(1. School of Chemistry and Pharmaceutical Engineering, Jilin Institute of Chemical Technology, Jilin, Jilin 132022; 2. Institute of Processing of Agricultural Products, Yanbian Academy of Agricultural Sciences, Yanji, Jilin 133001)

Abstract: *Platycodon grandiflorum* stems were used as test materials. The purification technology of total flavonoids (TFs) in stems with LSA-21 type macroporous resin methods and its antioxidant ability *in vitro* were discussed by single factor and orthogonal test. The results indicated that in the condition that the crude drug concentration of sample solution, ratio between sample solution volume and resin mass, batch adsorption time, concentration of eluent, ratio between desorption solution volume and resin mass and vibrating desorption time were $0.06 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$, $20.0 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$, 4.5 hours, 70% ethanol solution, $27.5 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$ and 3.5 hours, respectively, the content of TFs in *Platycodon grandiflorum* stems extracts increased from 6.37% to 14.02%. The TFs in *Platycodon grandiflorum* stems had strong scavenging activity to DPPH· and ·OH, and the scavenging activity might gradually be enhanced with the increase of mass concentration of TFs in extraction solution.

Keywords: *Platycodon grandiflorum* stems; total flavonoids; macroporous resin; purification; antioxidant