

## 选择性吸附树脂提取大豆异黄酮探讨

天津南开和成科技有限公司

### 摘 要

选取了7种不同特性的吸附树脂，对比了这些树脂对大豆异黄酮的吸附效果。分别研究了浸出液中乙醇量、浸出液的pH值、浸出液的浓度等对树脂吸附效果的影响。探讨了洗脱液浓度和不同的洗脱液对洗脱结果的影响。尝试了解决提取过程中树脂板结的方法。

实验结果表明，**ADS-22**树脂对大豆异黄酮有良好的吸附选择性，静态吸附量为**50mg/g湿树脂**（**125mg/g干树脂**）。用**80%乙醇**提取，可将原料中**90%**的大豆异黄酮提到浸出液中，减压蒸馏蒸出乙醇，将浸出液转换成含**10%**乙醇的水溶液，经离心过滤，得到澄清溶液，用**ADS-22**树脂柱，吸附后经纯水洗涤，用**75%**的甲醇（或乙醇）洗脱，可以得到大豆异黄酮含量为**55-75%**（乙醇洗脱得**40-55%**）的大豆异黄酮提取物。

2

### 几种吸附树脂的结构

分类	树脂品种	生产厂	功能基	比表面积 (m <sup>2</sup> /g)	平均孔径 (nm)
非极性	ADS-8	南开和成公司	无	450-500	12-16
中极性	ADS-17	南开和成公司	-COOR	110	25-30
极性	ADS-F8	南开和成公司	-NHCOR	≤1	凝胶型
极性	ADS-16	南开和成公司	-NHCOR	50	15-20
极性	ADS-21	南开和成公司	-NHCOR	80	10-15
极性	ADS-22	南开和成公司	-NRn	80	12-18
强极性	ADS-7	南开和成公司	-NRn	120	25-30

3

### 静态吸附结果

不同树脂的静态吸附比较

树脂品种	吸附量 (mg/g湿树脂)	含量%
ADS-22	50	35
ADS-21	48	28
ADS-7	28	25
ADS-16	24	23
ADS-8	22	13
ADS-F8	18	22
ADS-17	14	10

4

### 静态吸附结果分析

- 树脂的吸附量: **ADS-22 > ADS-21 > ADS-7 > ADS-16 > ADS-8 > ADS-F8 > ADS-17**
- 树脂的极性:   **极性      极性      强极性    极性    非极性    极性    中性**
- 树脂的比表面积:   **80      80      120      50    450-500    ≤1    110**
- 树脂的孔径:   **12-18    10-15    25-30    15-20    12-16    凝胶型    25-30**

■ 不同比表面积和不同功能基的树脂吸附效果比较, 说明树脂对大豆异黄酮的吸附不仅仅是一般的由范德华力产生的物理吸附, 而是与大豆异黄酮结构产生一定作用的化学吸附为主。吸附量与树脂的不同功能基产生的选择性有关, 同时考虑孔径和比表面积的综合作用。

- **ADS-22和ADS-21树脂**的综合性能较好, 所以选择这两种树脂进行以下的试验。

### 浸出液中乙醇浓度对树脂吸附的影响

乙醇含量 (%)	吸附量 (mg/g湿树脂)	大豆异黄酮含量 (%)
0	4.5	3.0
0.5	4.6	2.9
1.0	5.2	3.4
1.5	4.6	3.0
2.0	3.6	2.8
2.5	3.1	2.0
3.0	1.8	1.6

- 吸附液中**乙醇含量在10%**时, **ADS-21树脂的吸附量**和提取物中**大豆异黄酮含量最高**。乙醇含量很低时, 杂质和大豆异黄酮同时被吸附到树脂上, 所得提取物的含量也稍低; 乙醇含量超过10%以后, 树脂对大豆异黄酮的吸附量大幅度减少。

### 浸出液pH值对吸附的影响

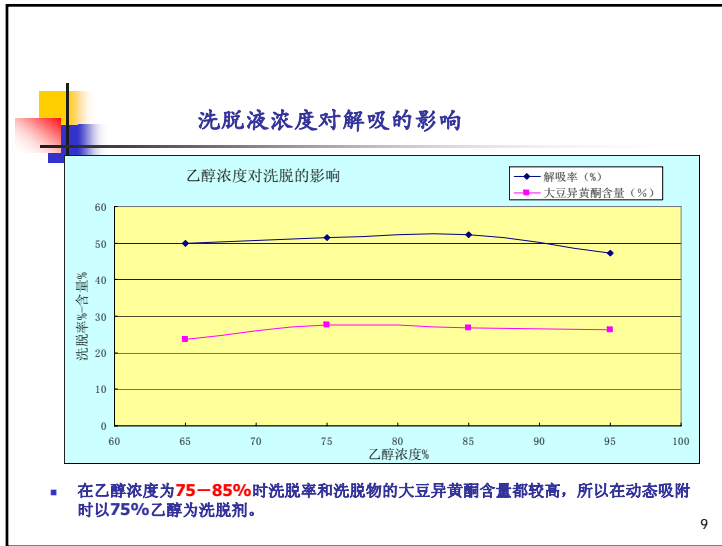
pH值	吸附量 (mg/g湿树脂)	大豆异黄酮含量 (%)
5	46	28
7	53	34
8	53	35
9	49	30

- 树脂对大豆异黄酮的吸附在**pH7-8**时比较有利, 树脂的吸附量和所得提取物的**大豆异黄酮含量**都较高, 这与其他文献报道的非极性树脂的吸附不同。

### 浸出液浓度对吸附的影响

吸附液浓度 (mg/ml)	吸附量 (mg/g湿树脂)	大豆异黄酮含量 (%)
0.5	1.8	3.0
1.0	3.6	3.0
1.1	3.8	3.2
1.5	5.0	2.8
2.0	5.8	2.6

- 随浸出液浓度的增大, 树脂的吸附量增加, 这是所有吸附现象的共同规律。而大豆异黄酮的含量是先增加后减少, 在浓度**1.1mg/ml**时达到最大值。这是大豆异黄酮与其它杂质成分随着浓度增大, 在树脂上吸附量增加不同步造成的。

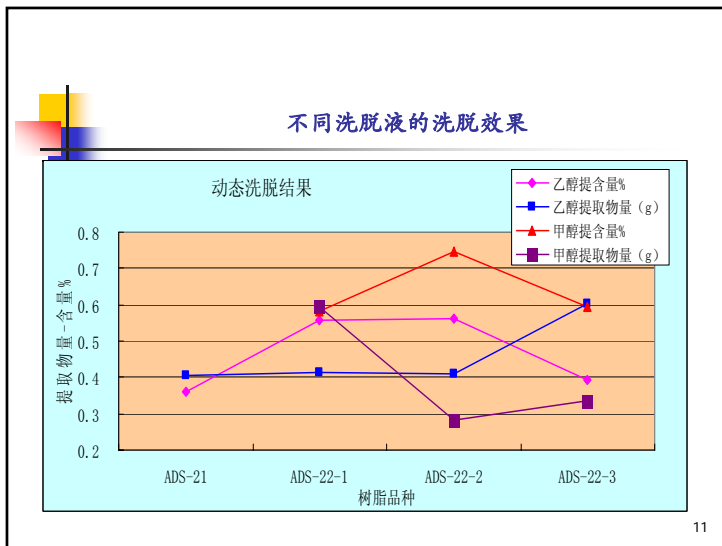


### 动态吸附-洗脱实验

- 动态实验条件:** 采用40ml树脂柱进行动态吸附，溶液浓度2 mg/ml、乙醇含量为10%、pH值为7.5、吸附流速为1床体积/小时(BV/hr)，洗脱液为75%甲醇或75%乙醇，洗脱流速为1BV/hr。

	ADS-22树脂	ADS-21树脂
动态吸附饱和点	9 BV	7 BV
动态吸附量	18 mg/ml	14 mg/ml
洗脱剂用量	6 BV	5 BV
动态洗脱率	84%	78%

10



### 树脂板结的处理

- 试验现象:** 在吸附和水洗的过程中不会出现树脂板结的现象，板结是在洗脱过程出现的。就是在从水相转成洗脱溶剂后出现。
- 可能原因:** ADS-22树脂在乙醇中溶胀度10%、甲醇中溶胀度15%；ADS-21树脂在乙醇中溶胀度30%、甲醇中溶胀度40%
- 解决方法:** 水洗结束后，首先用1.5BV的洗脱液自下向上进行反洗，使树脂充分的溶胀后，再继续从上往下洗脱，可以消除板结现象。

12

### 吸附树脂提取大豆异黄酮的步骤

- 浸出**—用80%乙醇将大豆异黄酮溶解到溶液中
- 转换**—将80%乙醇溶液转换成10%乙醇水溶液
- 过滤**—去除不溶的杂质，得到澄清上柱液
- 吸附**—上柱液通过树脂柱，将大豆异黄酮吸附到树脂上
- 洗涤**—用水将树脂上吸附的其他杂质洗去
- 洗脱**—用75%乙醇或75%甲醇将大豆异黄酮从树脂上洗脱下来
- 干燥**—将洗脱液蒸干，得到固体大豆异黄酮提取物
- 再生**—将树脂处理干净，进行下一次提取

13

### 参考文献

1. 王兆梅等, 大豆异黄酮结构及其活性分析, *天然产物研究与开发*, 2002, 14(3), 70
2. 李文亮等, S-8大孔吸附树脂对大豆异黄酮吸附饱和度的研究, *中国油脂*, 2003, 28 (5), 71
3. 关海君等, 大豆异黄酮提取工艺的研究, *中国油脂*, 2003, 28 (8), 75
4. 潘廖明等, 大孔树脂吸附大豆异黄酮特性的研究, *食品与发酵工业*, 2003, 29 (5), 15
5. 冯建光等, 大孔吸附树脂对大豆异黄酮的吸附与洗脱性能, *无锡轻工大学学报*, 2003, 22 (1), 82
6. 董文宾等, LSA-10型树脂纯化大豆异黄酮工艺条件的研究, *粮油加工与食品机械*, 2004, (7), 43
7. 吴道银等, 谈大豆异黄酮的提取和分离, *粮食加工*, 2004, (2), 45
8. 姜文花等, 选择性ADS-21吸附树脂对大豆异黄酮吸附性能的研究, *天然产物研究与开发*, 2007, 19, 496

14

请多提宝贵意见

# 谢谢!

15