

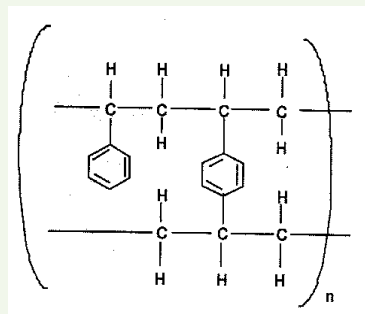


## Amberlite™ XAD16 大孔吸附树脂

### 产品简介

罗门哈斯公司生产树脂已经超过 50 多年历史，发明了大孔吸附树脂树脂，成功地实现了树脂再生的工艺。在提取和富集模式中，当进行抗生素和植物有效成份的提取时，罗门哈斯 AMBERLITE™ XAD 系列大孔吸附树脂系列产品能够提供一个极好的初步纯化方案，其具有残留低、吸附能力强。其中 XAD16 等树脂通过了美国 FDA 的认证。

AMBERLITE XAD16 是一种以聚苯乙烯为基材的吸附树脂，它是非离子的、疏水的交联聚合物，其吸附的特性主要是由于其独特的大孔网络结构、高的比表面积和其表面芳香环的独特结构。见右图。XAD16 可用于吸附极性溶剂中的疏水分子和蒸汽流中的有机挥发物。它独特的孔径分布使其成为吸附相对低分子量的有机物质的最好选择。



树脂基材-聚苯乙烯型

### 产品信息

树脂牌号	规格	平均粒径	平均孔径	比表面积
AMBERCHROM XAD16	100mL	700 μ m	150 Å	800m <sup>2</sup> /g
AMBERCHROM XAD16	500mL			
AMBERCHROM XAD16	1000mL			

### 产品性能

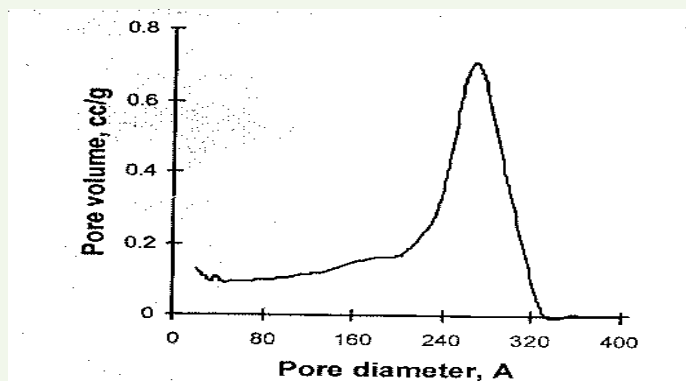
基材——大孔网络的交联聚合物  
外观——白色透明珠粒  
含水量——62-70%  
密度——720g/L  
比重——1.015-1.025  
平均粒径——0.56-0.71mm

均一系数—— 2.0  
细粒含量—— < 0.350mm : 2.0%max  
粗粒颗粒—— > 1.18mm : 2.0%max  
颗粒溶胀比例——见下表  
比表面积—— 800m<sup>2</sup>/g  
孔隙度—— 0.55ml/ml

XAD16 在各种溶剂中的溶胀比例

Solvent	%Increase from as-received volume
Methanol	15
2-propanol	15
Acetone	20
p-Xylene(via methanol)	25

XAD16 孔径与孔体积关系曲线



建议操作条件

PH 范围-----0-14  
 最大温度限制-----150  
 最小柱床深度-----75cm  
 流速  
   上样-----2-16 BV/h  
   洗脱-----1-4 BV/h  
   再生-----1-4 BV/h  
   水洗脱-----2-16BV/h

\*1BV(床容积) =每 1m<sup>3</sup> 树脂为 1m<sup>3</sup> 溶液

应用实例综述

1 抗生素、植物有效成分、水溶性类固醇等物质的回收及纯化

在这类应用中，头孢菌素 C 的回收纯化是最好的实例，上样流速和洗脱流速相对较低（0.5-2 BV/h）。溶液的 PH 值对上样和洗脱有着重要的影响，同时，由于样品是通过发酵方法得到的，所以再生时所需浓度较大，达到 4%NaOH。在这些应用实例中，需要注意的是分离两种或多种相似溶液时，在扩大规模和最后生产的过程中，设备等机械工程方面是很关键的一点。

2009-4 volume 22

2、从极性溶剂中去除非极性化合物，例如苯酚。  
这类应用可认为是简单的粗提，从工业生产液流中去除少量的溶质，常常是废物液流。  
AMBERLITE XAD16 在这方面的应用已被证明是很有用的，且去除的溶质分子量相对较大( > 200 D )

## 具体实例

### 大孔吸附树脂富集款冬花总黄酮的研究

(本文摘自广州中医药大学硕士学位论文《紫菀、款冬花药的药学研究》作者 黄珊珊 2008 年 4 月)

现代富集总黄酮比较经典的方法是用大孔树脂吸附药材提取液的水液。然后用一定浓度的乙醇溶液洗脱，即可得到纯度较高的总黄酮。此文对总黄酮的富集也采用了大孔树脂法，并对比了 D101, AB-8, XAD 16, HP20 四种不同填料。

#### 主要流程：

大孔树脂预处理

样品溶液的制备

对照品溶液的制备及标准曲线

大孔树脂对款冬花总黄酮吸附量的测定

款冬花总黄酮解吸率的测定

大孔树脂对款冬花总黄酮的动态吸附试验

大孔树脂对款冬花总黄酮吸附容量的确定

根据结果挑选出最为理想树脂

#### 试验结果：

##### 1、四种树脂对款冬花总黄酮的吸附与解吸试验

本试验选用了四种不同型号的大孔吸附树脂对款冬花提取物进行了分离纯化，考察了它们对总黄酮的吸附和解吸能力。

2009-4 volume 22

### 吸附结果

下表列出了 D101, AB-8, XAD16 和 hp20 四种型号的大孔吸附树脂对款冬花总黄酮的吸附能力。

四种树脂的吸附量

树脂牌号	初始浓度	滤液浓度	吸附量	吸附率
D101	11.4	4.15	29.01	63.62
AB-8	11.4	5.35	24.149	52.94
XAD16	11.4	2.71	34.77	76.26
Hp20	11.4	3.63	31.08	68.16

由表中的结果可以看出，四种树脂对款冬花总黄酮的吸附能力都比较强，吸附率均超过了 50%。其中以 XAD16 的吸附能力最强。

### 解吸结果

下表列出了 D101, AB-8, XAD16 和 hp20 四种型号的大孔吸附树脂对款冬花总黄酮的解吸能力。

四种树脂的解吸率

树脂型号	吸附量 (mg)	解吸量(mg)	解吸率(%)
D101	145.05	144.28	99.47
AB-8	120.70	120.80	100.1
XAD16	173.87	162.36	93.38
Hp20	155.41	133.48	85.89

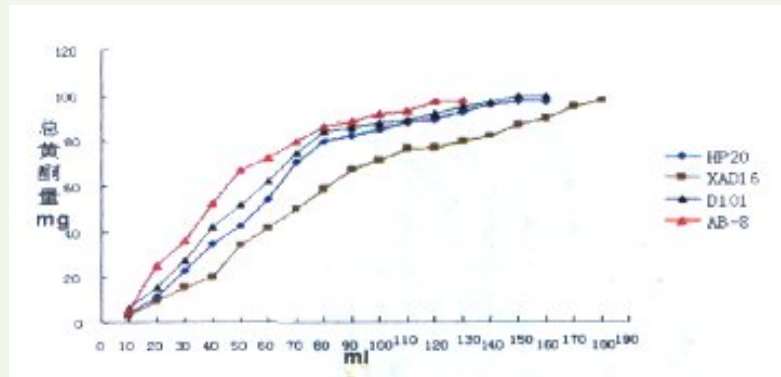
由表中的结果可以看出，在 40%的乙醇溶液中，三种树脂对款冬花总黄酮的解吸能力都比较强，解吸率均超过了 80%。其中 AB-8 的解吸能力最强，解吸率达到了 100%。

吸附量和解吸率是大孔吸附树脂在提分离富集天然产物时需要考虑的重要参数，它不仅要求吸附树脂对目标物质具有较高的吸附量，同时还应该具备较高的解吸率。综合吸附量和解吸率及大孔树脂的吸附容量，XAD 16 在对款冬花总黄酮的纯化过程中是一种较为理想的吸附树脂。

## 2 大孔树脂对款冬花总黄酮吸附容量的确定

按吸附容量测定方法进行实验，上柱样品浓度为 0.2g 生药//ml, 11.4mg 总黄酮/ml。并以收集瓶号为横坐标，总黄酮量为纵坐标得到大孔树脂吸附总黄酮的容量曲线图。

四种大孔树脂吸附总黄酮的容量曲线



图中所示的数据表明,随着上样液体体积的增加,大孔吸附树脂吸附的总黄酮逐渐减少,最终至饱和。具体数据如下:四种大孔树脂饱和吸附量 AB-8 为 120ml, D 101 和 hp20 为 140ml, XAD16 为 180ml。

总之, XAD 16 型大孔树脂吸附的黄酮最多, 综合吸附量和和解吸率, 在后续试验中, 将选 XAD 16 型树脂对款冬花总黄酮纯化条件的研究, 但必须注意, XAD16 型树脂上样液中总黄酮量不得超过 2.05g。

### 3 XAD16 对款冬花总黄酮吸附量的影响

- ② 不同乙醇浓度对 XAD 16 树脂洗脱效果的影响
- ② 不同 40%乙醇体积对 XAD16 树脂洗脱效果的影响
- ② 上样液吸附流速对款冬花总黄酮吸附效果的影响
- ② 解吸速度对对款冬花总黄酮解吸附效果的影响
- ② 上样液浓度对款冬花总黄酮吸附效果的影响
- ② PH 值对吸附量的影响

根据以上实验得出最佳工艺条件为树脂型号为 XAD16、上样液浓度为 0.2g 生药/ml, 加浓盐酸 0.15ml/20ml 上样液调上样液的 PH 值, 饱和吸附量是树脂:总黄酮=5:2, 吸附流速为 2ml/min, 解析乙醇浓度为 40%, 乙醇体积为 80ml, 解析流速为 2ml/min。

作者搜集 10 种不同产地或搜集地款冬花用 XAD16 大孔树脂按照最佳富集工艺, 总黄酮的纯度都超过了 56%, 而药材中总黄酮的转移率都超过了 60%。故可确定款冬花的总黄酮富集工艺的可行性。

## 学习园地

### 针对 XAD16 树脂上不同的污染物，分别使用哪些溶剂进行再生？

一般进行树脂再生时，可多次应用 75%乙醇、丙酮、碱+乙醇溶液，但有时仍不能去除，可尝试用以下溶剂。

填料上污染物	再生剂
疏水性化合物	能与水混合的有机溶剂。例如：甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇
油、防沫剂	纯溶剂
弱酸化合物	碱冲洗 0.1-0.5%NaOH
蛋白质、多肽	较浓碱溶液：2-4%NaOH
弱碱化合物	酸溶液：0.1-0.5%HCL
蛋白液	氧化剂（0.5%）例如过氧化物
PH 敏感化合物	缓冲洗脱剂
离子溶液	水
挥发物	加热了的氮气或蒸汽

北京总公司：  
地址：北京回龙观西大街龙冠大厦 719 室  
园 67 号 201 室  
邮编：102208  
热线：(10)-51528296, 51528297, 51528298,  
传真：(10)-51528299  
邮箱：sales@prep-hplc.com  
网站：www.prep-hplc.com

上海办事处：  
地址：上海张江益丰路 55 弄春港丽  
邮编：201203  
电话：021-58950178  
传真：021-58950178

**更多产品信息欢迎来电咨询 !!!**