

超声波提取杜仲叶中有效成分工艺研究*

董娟娥¹，马柏林¹，刘 丽²，马 玲³，张博勇¹

(1. 西北农林科技大学,陕西 杨陵 712100 2. 南京农业大学,江苏 南京 210014 ;3. 汉中市林业科学研究所,陕西 汉中 723000)

摘 要 对超声波提取杜仲叶中的活性成分工艺进行了研究,并与常规加热回流法进行比较分析。结果认为,超声波提取的最佳条件为:提取前的浸泡时间是 60 ~ 90 min,提取时间为 40 min,超声波频率为 40 kHz,超声波提取对热敏性物质的提取效果优于加热回流法。

关键词 杜仲;超声波提取;工艺

中图分类号 S794.908 文献标识码:A 文章编号:1001-7461(2003)03-0066-03

An Ultrasonic Extraction Method of *Eucommia ulmoides* Leaves

DONG Juan-e¹, MA Bai-lin¹, LIU Li², MA Ling³, ZHANG Bo-yong¹

(1. NW Sci-Tech Univ. of Agr. and For. Yangling, Shaanxi 712100, China ;2. Nanjing Agricultural University, Nanjing, Jiangsu 210095, China ;
3. Forestry Research Institute of Hanzhong, Hanzhong, Shaanxi 723000, China)

Abstract Extraction technics of metabolites in *Eucommia ulmoides* leaves by ultrasonic were studied. Ultrasonic and heating method were compared. The results were as follows :the optimum condition was pre - marinate the material 60 ~ 90 min and then extracted 40 min with the ultrasonic waves under 40 kHz. The ultrasonic wave was better than heating method on the extraction of instability metabolites.

Key words :*Eucommia ulmoides* ;ultrasonic extraction method ;technics

杜仲 (*Eucommia ulmoides*) 为杜仲科杜仲属植物。以其树皮入药,有补肝肾、强筋骨、安胎等作用,主产于川、贵、滇、陕、鄂等省。近年来,对杜仲的研究工作不断深入,已在医药、工业等领域开发利用,并引起了国际界的广泛关注。

目前,超声技术、微波技术、超临界技术亦被应用于植物活性成分的提取。超声波提取法是近年来兴起的新方法^[1,2],其原理是利用超声波产生的强烈振动、空化效应、粉碎等作用,将植物药材中所含成分提取到溶剂之中^[3],超声波是一种强的弹性波,其振动能产生强大的能量,给媒质质点以很大的速度和加速度,将植物体快速穿透^[3],使溶剂能和植物中的有效成分充分接触,有利于有效成分向提取溶剂转移,提高提取效率。该方法操作简单,副产品少,提取物易分离,能达到比常规提取法更理想的结果。对于超声波提取来说,超声波提取前的浸泡时间、超声波的强度、超声波频率以及提取时间等也是影响活性成分提取率的重要因素,但其应用于杜

仲活性物质提取方面却未见报道。为此,作者对超声波提取杜仲叶中活性成分的工艺进行研究,为生产实践提供理论依据。

1 材料

1.1 材料来源

2001 年 6 月 15 日采自同一棵树东西南北 4 个部位的杜仲叶,采后立即杀青,阴干后封袋保存。

1.2 仪器及试剂

UV-2000 型紫外-可见分光光度计(上海第三分析仪器厂),H6605T 型超声波清洗器(无锡超声电子设备厂),超声波发生器(陕西师范大学应用声学研究所自制)。

桃叶珊瑚甙标样(和光纯药工业株式会社,日本),绿原酸标样(德国),芦丁标样(上海生化试剂厂),硝酸铝、亚硝酸钠、氢氧化钠等均为分析纯。

2 方法

* 收稿日期 2002-07-05
基金项目 陕西省重大科技项目(97K 04-G2)
作者简介 董娟娥(1968-),女,陕西蒲城人,硕士,讲师,主要从事天然产物提取研究和教学工作。

2.1 提取方法

取干燥的杜仲叶装入密闭的塑料袋中浸泡一定时间后进行提取 ,并对活性成分的含量进行测定。计算提取率。

提取率 = $\frac{\text{溶出成分质量}}{\text{干叶质量}} \times 100 \%$

采用加热回流法的最佳提取条件即以 60 % 的乙醇在 80℃ 条件下对杜仲叶进行提取 ,提取 3 次 ,每次 30 min ,对杜仲叶中的活性成分进行加热回流

物细胞内部 ,提高浸提效果。但浸泡时间过长 ,溶液浓度增大 ,传质作用缓慢 ,浸提效果反而下降。因此 ,超声振动前期以浸泡 60 ~ 90 min 为宜。

3.1.2 超声波提取时间 由图 2 可知 ,超声振动在 40 min 内 ,有效成分的溶出随时间的延长而增大 ,但有一极大值 ,以 40 min 为最佳 ,桃叶珊瑚甙的浸出率达 1.91 % ,绿原酸浸出率达 2.566 % ,总黄酮浸出率达 1.832 % 。超过 40 min 后 ,呈下降趋

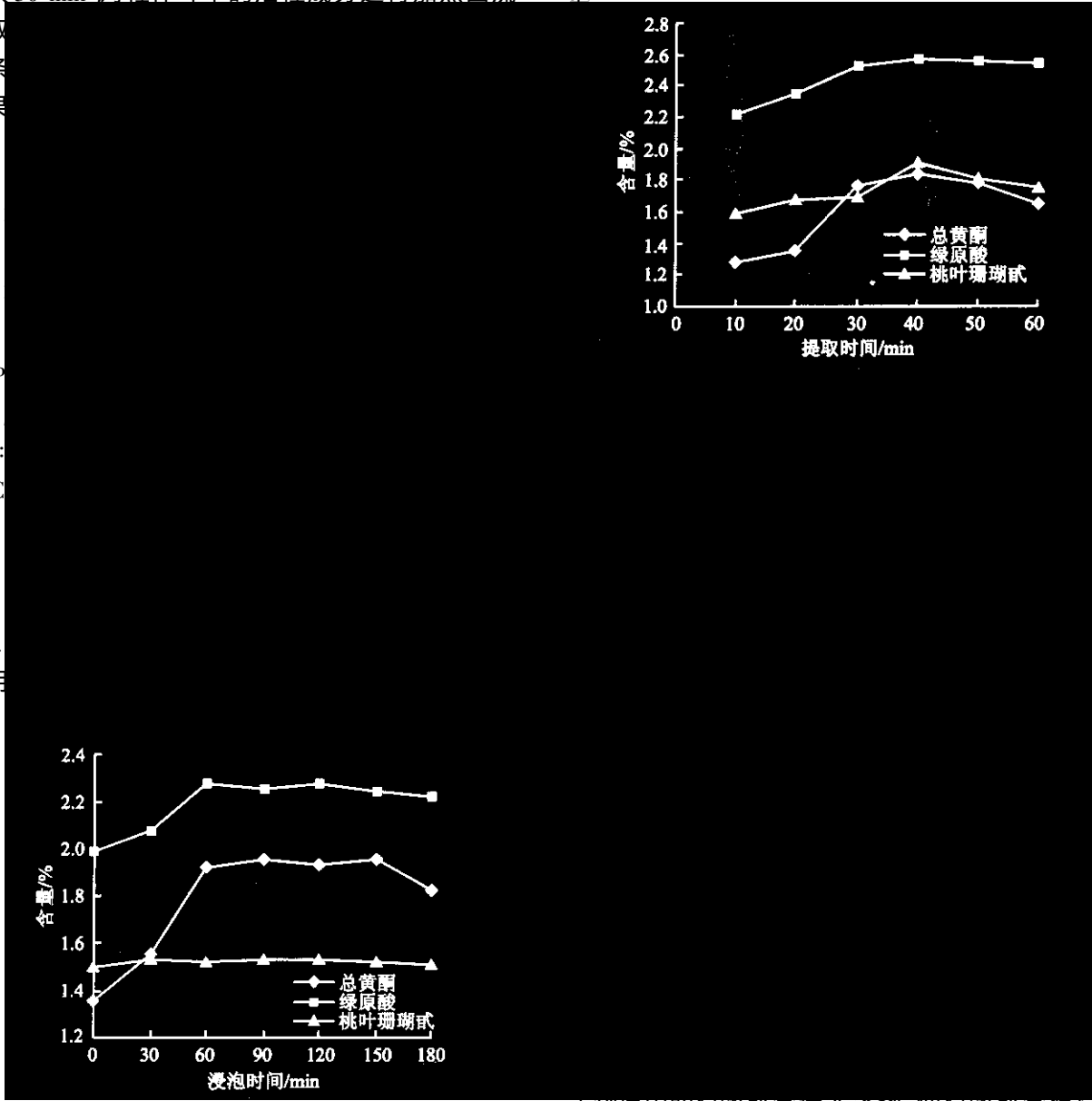


图 1 浸泡时间对提取效果的影响

Fig.1 Effects of marination time on the extraction

测含量达到最高 ,此后 ,随浸泡时间的延长 ,所测活性成分的含量有所下降 ,绿原酸与总黄酮在浸泡 60 min 时 ,所测活性成分的含量达到最高 ,此后含量略有下降。显然 ,浸泡一定时间能使溶剂充分渗入植

于物质中的有效成分进入溶剂 ,使有效成分被提取出来。所以提取效果与超声频率有关。本试验所选频率为 20、40、800 kHz。在相同条件下(40 min) ,不同频率的超声波对杜仲叶有效成分提取率有不同影响。

由图 3 可见 ,就桃叶珊瑚甙和总黄酮而言 ,高频率超声波的提取率低于低频率超声波的提取率 ,与

郭孝武^[8]对益母草总碱的提取结论一致,就绿原酸而言,高频率超声波的提取率高于低频率超声波的提取率,与郭孝武^[9]对黄芩甙的提取结论一致。不同的目标物质,具有不同的性质,要求有不同的提取条件,所以我们不能一概而论。但就3种有效成分提取效果综合考虑,认为提取采用40 kHz 频率的超声波比较好。

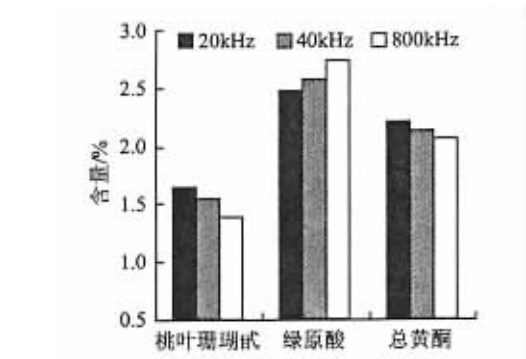


图3 不同超声频率波对提取率的影响

Fig.3 Effects of different ultrasonic frequencies on the extraction

3.2 超声波提取法与常规加热回流法提取效果比较

分别采用加热回流法的最佳提取条件和上述超声波提取法所选择的提取条件进行提取,比较2种提取方法的提取效果。

表1 超声波法与加热回流法提取效果

Table 1 Effects of ultrasonic and heating methods on the extraction

提取方法	桃叶珊瑚甙	绿原酸	总黄酮
超声波	1.649	2.291	2.223
加热回流	1.520	2.356	2.308
$F_{0.05} = 5.4$	$F = 7.893^*$	$F = 5.359$	$F = 1.249$

由表1可知,在同等条件下,加热回流法提取的绿原酸和总黄酮的含量高于超声波法,而桃叶珊瑚甙的提取率又略低于超声波法。方差分析结果表明,超声波提取和加热回流提取对桃叶珊瑚甙的提取率差异显著,超声波法提取率高于加热回流法,对

绿原酸和总黄酮的提取率差异均不显著。

4 结论

采用超声波法提取的最佳浸泡时间为60~90 min,提取时间为40 min,超声频率为40 kHz。

在提取时间、提取溶剂浓度和提取次数都相同的条件下,加热回流法与超声波提取法对杜仲中有效成分的提取率有一定差异。加热回流法对绿原酸和总黄酮的提取率高于超声波提取法,但差异均不显著,对桃叶珊瑚甙的提取率低于超声波提取法,差异显著。

超声波提取法操作简便、快捷,具有节省时间、无须加热、提取率高的优点,可以用来提取一些受热易被破坏、分解的物质,是一种比较好的提取方法。

本文得到了陕西师范大学应用声学研究所郭孝武老师的帮助,在此表示感谢。

参考文献:

[1] 罗恩齐. 中草药活性成分含量测定概述[J]. 中草药, 1989, 20(9): 19-26

[2] 郭孝武. 一种提取中草药化学成分的方法—超声提取法[J]. 天然产物研究与开发, 1998, 11(2): 37-40

[3] 郭孝武. 超声技术在中草药成分提取中的应用[J]. 中草药, 1996, 27(增刊): 234-235

[4] 董娟娥, 马柏林, 仝小林, 等. 提高杜仲叶中主要活性物质提取率的研究[J]. 西北林学院学报, 2002, 17(1): 64-67

[5] 董娟娥, 马柏林, 贾二红. 杜仲中桃叶珊瑚甙测定方法的研究[J]. 西北林学院学报, 2001, 15(1): 56-58

[6] 冯 煦, 李鸿英. 北柴胡与烟台柴胡黄酮成分的比较研究[J]. 中草药, 1990, 21(5): 5-6

[7] Takahashi T, Matsumoto N, Oshio H. The stability of bio-active components in the bark of *Eucommia ulmoides*: *Eucommiae cortex* [J]. Shoyakugaku Zasshi, 1988, 42(2): 111-115

[8] 郭孝武, 杨 锐. 不同频率超声提取对益母草总碱提出率的影响[J]. 中国医药学杂志, 1999, 19(8): 465-466

[9] 郭孝武. 超声提取对黄连素提出率的影响[J]. 中国中药杂志, 1995, 40(11): 673-675