

30

578-580

超声提高小檗碱得率的研究

R284.2

郭孝武

(陕西师范大学 应用声学研究所, 陕西 西安 710062)

摘要:对从黄连中提取小檗碱成分的超声技术工艺进行了系统的实验研究,给出了超声提取小檗碱的最佳工艺参数。结果表明,此工艺具有省时、节能、得率高等优点,可以作为实验室的模拟工艺。

关键词:超声提取;黄连;小檗碱;得率

模拟, 提取

中图分类号:O644.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1000-274X(1999)06-0578-03

黄连(*Coptis chinensis*)是毛茛科植物。其根味苦,性寒,能泻火、解毒,清热、燥湿,主治温病、热其心烦、吐血、痢疾、肠炎等疾病^[1],对多种革兰阳性及阴性细菌都有显著的抑制作用。小檗碱(berberine)是黄连的主要有效成分,常规提取多采用浸泡法(有石灰乳浸泡法和硫酸浸泡法等),但提取时间长(约8~12 h),产量低(约5%)^[2],笔者曾报道过超声用于碱性浸泡法的工艺^[3]。本文为了探讨超声的实际作用及超声提取工艺,以酸性浸泡法为对照,验证超声提取工艺的优越性。

1 实验

1.1 仪器与试剂

超声波发生器,频率为20,800,1 100 kHz;710型自动记录分光光度计(上海第三分析仪器厂);核磁共振波谱仪(瑞士AC-80型);黄连干燥根,粉碎成50目粉;小檗碱标准品(陕西省中医药研究院);试剂均为分析纯。

1.2 绘制标准曲线

配制小檗碱标准水溶液40 μg/mL。分别吸取1.0,1.5,2.0,2.5,3.0,3.5,4.0 mL溶液,放入25 mL容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。在波长,345 nm处,以蒸馏水作参比,分别测得吸光度Y为0.114,0.174,0.234,0.301,0.362,0.420,0.483。用最小二乘法经线性回归,得方程

$$Y = 0.07710X - 0.01009,$$

$$r = 0.9998(P < 0.01).$$

1.3 实验方法

称取黄连粉,每份20 g,分别用不同浓度的硫酸溶液300 mL浸润,用不同频率的超声处理不同时间或浸泡不同时间,过滤。滤液中加石灰水调至pH 9~10,静置,过滤。向滤液中加NaCl晶体,放置过夜,过滤,沉淀烘干,加沸水溶解沉淀,趁热过滤。滤液中加盐酸调pH值至2,静置过夜,过滤,用水洗涤,80℃下干燥,即得盐酸小檗碱。再重结晶一次。

1.4 样品液的制备

取不同浓度硫酸浸泡不同时间的提取液(或不同频率超声处理不同时间的提取液),配成含黄连浓度为66.67 mg/mL的测试液备用。

2 结果与讨论

2.1 硫酸浓度对小檗碱提出率的影响

分别取不同浓度的硫酸溶液,各浸泡黄连24 h的供试液1 mL,用蒸馏水稀释625倍,摇匀。以蒸馏水作参比,在分光光度计上345 nm处测其吸光度,计算出小檗碱提出率,结果见表1。

由表1可见,用不同浓度的硫酸浸泡24 h后提取黄连中的小檗碱,0.5%硫酸的提出率最高。

2.2 相同浓度硫酸浸泡不同时间对小檗碱提出率的影响

取0.5%硫酸溶液,分别浸泡不同时间,取试液1 mL用蒸馏水稀释625倍,摇匀。用上法测定,结果

收稿日期:1998-11-02

基金项目:陕西省自然科学基金资助项目(95SL12)

作者简介:郭孝武(1940-),男,陕西华县人,陕西师范大学副教授,从事超声学应用研究。

见表2。

表1 硫酸浓度与小檗碱提出率的关系

Tab. 1 The relation between consistence of sulphuric acid and extraction rate of berberine

硫酸浓度 /%	吸光度	含量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	提出率 /%
0	0.374	4.981 7	4.67
0.1	0.413	5.487 5	5.14
0.5	0.465	6.162 0	5.78
1.0	0.398	5.293 0	4.96
1.5	0.388	5.163 3	4.84

表2 浸泡时间与小檗碱提出率的关系

Tab. 2 The relation between immersion time and extraction rate of berberine

浸泡时间 /h	吸光度	含量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	提出率 /%
12	0.381	5.072 5	4.76
24	0.465	6.162 0	5.78
36	0.458	6.071 2	5.69
48	0.457	6.058 2	5.68

由表2可见,用稀硫酸浸泡法提取黄连中小檗碱,以浸泡24 h的提出率最高。

2.3 超声提取不同时间对小檗碱提出率的影响

取频率为20 kHz超声处理不同时间的试液各1 mL,用蒸馏水稀释625倍,摇匀。用以上方法测定,结果见表3。

由表3看出,从黄连中提取小檗碱,用超声法的提出率均高于酸性浸泡法,并且时间短。在超声处理30 min内,小檗碱的提出率随提取时间的延长而提高,且有一峰值。当用频率为20 kHz的超声处理30 min时,提出率为8.04%,比浸泡法(0.5% H_2SO_4 浸24 h)高39%以上。

2.4 超声频率对小檗碱提出率的影响

吸取不同频率超声处理30 min的试液1 mL,用蒸馏水稀释625倍,摇匀,按上法测定,结果见表4。

由表4可见,在同一提取时间下,超声频率不同,其小檗碱提出率也不同,频率愈高,提出率愈低,故以频率为20 kHz超声的提出率最高。因为,频率为20 kHz的超声空化效应强,加之粉碎、搅拌等作

用,有利于溶剂渗入黄连组织中,促进小檗碱成分在硫酸溶液中溶解,并加速小檗碱成分的提取。

表3 超声法提取与小檗碱提出率的关系

Tab. 3 The relation between of immersion method and ultrasonic method and extraction rate of berberine

超声提取时间 /min	吸光度	含量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	提出率 /%
10	0.501	6.628 9	6.21
20	0.578	7.627 6	7.15
30	0.651	8.574 4	8.04
40	0.623	8.211 3	7.70
50	0.601	7.925 9	7.43
60	0.590	7.783 3	7.30

表4 超声频率与小檗碱提出率的关系

Tab. 4 The relation between ultrasonic frequency and extraction rate of berberine

超声频率 /kHz	吸光度	含量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}$	提出率 /%
20	0.651	8.574 4	8.04
800	0.591	7.796 2	7.31
1 100	0.543	7.173 7	6.73

为了进一步观察用硫酸溶液进行超声提取后所得小檗碱结构的变化,用核磁共振波谱仪测其硫酸溶液浸泡24 h,和用频率为20 kHz的超声处理30 min提取所得小檗碱样品的氢谱。结果表明,两种提取法所得的氢谱图一致,说明超声提取未破坏小檗碱成分的结构。

以上实验表明,从黄连中提取小檗碱成分的最佳工艺流程为:将20 g黄连粉用300 mL 0.5%硫酸溶液浸润,再用20 kHz的超声处理30 min,过滤;药渣重复提取一次,合并滤液,经提纯、浓缩、析晶即可。

黄连根中所含成分复杂,本文用超声法在酸性浸泡提取工艺中仅对黄连中小檗碱成分提出率的影响进行了初步的实验研究,但可以此模拟工艺,将超声加入药材提取的生产过程中,以加速提取速度,提高药材的利用率。对于黄连中其他成分的影响和超声提取的机理有待于进一步探讨。

参考文献:

- [1] 王裕生. 中药药理与应用[M]. 北京:人民卫生出版社,1993. 965-982.
- [2] 胡惠民,黄乾明. 小檗碱提取新工艺[J]. 中国中药杂志,1993,18(7):419-420.

- [3] 郭孝武,王蕊娥,员维俭等. 超声提取与碱性浸泡法对小檗碱成分提出率的影响[J]. 陕西师范大学学报(自然科学版), 1997, 25(1): 47-49.

(编辑 张银玲)

An experimental study on ultrasonic extraction rate of berberine

GUO Xiao-wu

(Applied Acoustics Institute, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China)

Abstract: The techniques of extracting berberine from rhizoma of *Coptis chinensis* by ultrasound are studied by experiment systematically. The optimum parameters for extraction berberine are proposed. Experimental results show that ultrasonic is a simple, time-saving, energy-saving and high-effect way, which can be used as a simulative technology in lab.

Key words: ultrasonic extraction; *Coptis chinensis*; berberine; yield

(上接第 577 页)

Studies on the cultural condition of strain

cellulomonas flavigena cellulase

GUO Ai-lian, YANG Lin, LIU Mei, WANG Hong-cang, LANG Hui-yun

(1. Department of Biology, Northwest University, Xi'an 710069, China; 2. Department of Chemistry, Northwest University, Xi'an 710069, China)

Abstract: Studies on the cultural condition of strain *Cellulomonas flavigena* cellulase were made; when the optimum pH was 6.0; the optimum temperature was 25°C; 8~16 h was the zymogenous peak. The best carbon source and nitrogen source were CMC-Na, casein. High concentration glucose inhibited the cellulase production. Cellulobiose was better carbon source and inducer, and studied on the capability of the use of natural cellulose.

Key words: *Cellulomonas flavigena*; cellulase; natural cellulose; culture condition

· 学术动态 ·

我校“夏商周断代工程”研究取得重要成果

在国家重大科研项目——“夏商周断代工程”所取得的 22 个重要阶段性成果中, 我校周晓陆副教授和他的课题组获取了 5 个公认的成果。在 1996~1999 年期间, 周晓陆参与陕西天文台和我校共同承担的“工程”中 6 个子课题研究。其中“天再旦”、“武王伐商”、“吴虎鼎及周代铜器研究”、“虎簋铭文及周穆王纪年研究”等, 获得公认成就。“三苗日食”、“天大噬”也获得重要成果。例如武王伐商年确认为公元前 1046 年, 懿王元年为公元前 899 年, 昭王 19 年为公元前 997 年, 并再次确认共和元年为公元前 841 年, 把中国明确纪年的历史向前大大推进。

1999 年国庆期间, 首都北京为 50 年大庆举办的《光辉的历程》和《新中国文物工作 50 年》两个国家级大型展览中, 周晓陆历尽艰辛, 在新疆拍摄的多幅有关“天再旦”学术大型彩色照片和他所在学科组掌握的西周初年考古学、古文字学资料得到显著展示。这也是我校科研领域显著成绩的重要展示。

(薛 鲍)