

(14)

511-514

杜仲叶中有效成分提取工艺的研究

R284.2

李稳宏¹⁾ 李多伟²⁾ 张阿鹏¹⁾ 何 嵩¹⁾ 孙贵彬¹⁾

(1)西北大学化工系; 2)西北大学生物系, 710069, 西安; 第一作者 46岁, 男, 副教授)

A 摘要 采用了水提法、醇提法和超声波法3种提取工艺路线, 以分光光度法为检测手段, 以氯原酸为检测对象, 得出了杜仲叶中有效成分提取过程的优化条件。

关键词 杜仲叶; 提取方法; 陕西

分类号 R94

有效成分, 水提法, 卅

杜仲(*Eucommia Ulmoides*)是杜仲科落叶乔木, 为我国特产的第三纪残留古生树种^[1]。杜仲中由于含有桃叶珊瑚甙、筋骨草甙等环烯醚单萜类化合物, 松脂醇二葡萄糖甙、吉尼波西狄克酸甲酯等木脂素化合物, 以及氯原酸、各种游离氨基酸等有效成分^[2], 因之其在降压、抗菌、安胎、利尿、抗肿瘤、止咳等方面有独特的疗效^[3,4]。近年来人们对杜仲在保健品方面的应用也进行了开发, 市场上已出现的有“杜仲茶”、“杜仲口服液”、“杜仲咖啡”等商品。

随着杜仲皮资源的紧俏, 人们已逐渐将眼光移到了杜仲叶的开发上, 研究表明叶与皮的成分基本相同^[4], 因之对杜仲叶的开发有着明显的经济效益和社会效益。陕西南部秦岭山区盛产杜仲^[5], 杜仲叶资源十分丰富, 为了对其充分开发利用, 作者在这方面做了初步探索。

1 材料和方法

提取原料杜仲叶购于陕西城固。实验中采用了水提法、醇提法和超声波法3种工艺。

1.1 水提法

将烘干后的碎叶100 g和水按比例加到2 000 mL烧杯中, 加热至沸煮提, 然后进行粗滤。滤渣加水重复煮提, 粗滤, 如此反复, 共煮提3次。将3次滤液合并, 并进行真空抽滤后加热浓缩至250 mL以下, 然后定容至250 mL, 待分析。

实验中将浸提时间作为变量, 研究了过程的优化条件。

1.2 醇提法

实验中选择了两种变量, 即乙醇的浓度和提取时间。实验中先选定乙醇的浓度为60%, 在4 h和8 h下进行时间优化, 分析结果认为4 h即可达到满意的结果。

然后固定时间不变, 改变乙醇浓度进行优化选择。实验步骤如下: 将烘干的碎叶100 g与乙醇按比例加入一带有回流冷凝管、温度计的3口烧瓶中, 加热进行回流提取, 中间粗滤1次, 将滤渣再用乙醇提取1次, 共萃取两次, 然后将滤渣再用水洗涤。将提取液、水洗液合并真空过滤后浓缩, 定容至250 mL待分析。

1.3 超声波法

本法的原理是利用超声波波能击碎细胞壁, 使细胞内组分渗透至溶液中, 从而达到分离的目的。超声波设备型号为H66025T, 由无锡超声电子设备厂生产。实验中选取提取时间和pH值为变量。将烘干碎叶100 g和800 mL的水一起加入设备中, 在不同的时间和pH值下进行实验, 然后进行粗滤, 滤渣用

水洗涤,粗滤液与洗涤液合并,并进行真空抽滤,浓缩至 250 mL 以下,定容至 250 mL 待分析。

2 产品分析方法

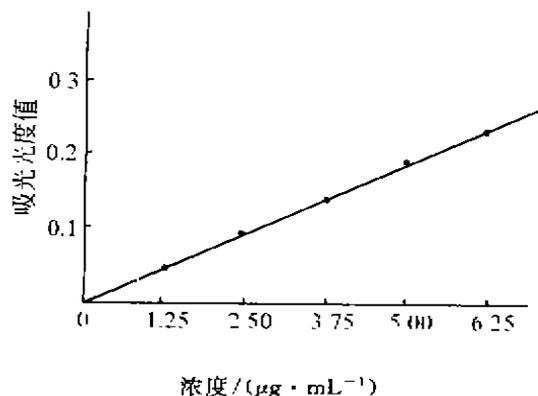
杜仲叶中所含成分比较复杂,本研究以提取率为主要指标,以氯原酸作为辅助检测指标。作者对氯原酸的分析方法曾做过深入的研究^[6],本次实验中采用较为理想的分光光度法对提取物中的氯原酸进行了定量分析。通过显色剂对桃叶珊瑚甙进行了定性分析。

2.1 分析仪器及药品

日产岛津 CS-930 型紫外显示仪;
UV-265 型岛津自动记录分光光度计;
氯原酸标准品,美国产;
层析纸,新华 1 号滤纸;
其他药品均为分析纯。

2.2 标准工作曲线的绘制

精确称取氯原酸标准品 12.5 mg,用甲醇溶解并定容至 10 mL (1.25 mg/mL),分别精确吸取 10 μ L, 20 μ L, 30 μ L, 40 μ L, 50 μ L, 点于层析纸上成条形,用正丁醇:冰醋酸:水=4:1:5 混合后的上层清液作展开剂,饱和 1 h 后展开,展距 20 cm 时取出,晾干,在紫外灯 254 nm 下观察。画出斑点,剪下,置带塞试管中,精密加入 0.2 mol/L 盐酸溶液各 10 mL,振摇,静置过夜,在 324 nm 波长处测吸收度同时作空白,得出表 1 中一组数据,按该数据即可绘出标准工作曲线(见附图)。



附图 氯原酸标准品吸收度标准曲线图

Fig. Standard Curve of the Absorption Capacity of Standard Chlorogenic Acid

表 1 氯原酸标准品吸收度

Tab. 1 Absorption Capacity of Standard Chlorogenic Acid

浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	0	1.25	2.50	3.75	5.00	6.25
吸光光度值	0	0.045 3	0.091 3	0.137 3	0.183 3	0.230 0

2.3 试样中氯原酸的分析步骤

将各组试验样品分别经点样—纸层析—紫外观察—分光光度分析。将各分析样品的吸光光度值代入标准曲线上,即可查出该样品对应的提取液中氯原酸的浓度。

3 结果与讨论

水提法、醇提法和超声波法 3 种工艺路线所获得的出粉率、氯原酸的含量以及有关工艺条件分别列于表 2,表 3 和表 4 中。

(1)从表 2 可看出,随着提取时间的延长,水提液中氯原酸的含量和干粉中氯原酸含量均下降。出粉率有所上升,但不明显,故在水提法中半小时是较为理想的工艺条件。

(2)从表 3 中可看出,用 60%乙醇提取 4 h,提取液及干粉中氯原酸含量和出粉率等指标均较高,而 8 h 虽出粉率较高,但干粉中氯原酸含量明显较低,且工作时间较长,故以 60%乙醇提取 4 h 为宜。

(3)表 4 明显表明,在中性条件下,时间为 1 h,是超声波法提取较为理想的工艺条件。

(4)对 3 种提取工艺路线进行横向比较,可以明显看出,水提法的出粉率最高(21.72%);醇提法次之(18.94%),超声波法最低(13.07%);水提法的不足之处是过滤分离较为困难,氯原酸含量比醇提法偏低。醇提法除了出粉率比水提法低外,还由于有机溶剂的使用,使工艺过程变得复杂、设备投资增大。

最终造成产品成本增高;并且使车间的安全等级提高。因之,在这两种工艺路线比较之下,水提法是一条行之有效的工业化方法。

表 2 水提法中出粉率及氯原酸的含量

Tab. 2 Yield and Content of Chlorogenic Acid in Water Extraction

实验序号	每次提取时间/h	提取次数	提取液中氯原酸含量/%	出粉率/%	干粉中氯原酸含量/%	干粉中氯原酸平均含量/%
SO1	0.5	3	0.958 1	21.36	4.48	
SO2	0.5	3	0.932 4	21.14	4.41	4.44
SO3	0.5	3	0.964 7	21.72	4.44	
SO4	1	3	0.767 1	21.73	3.53	
SO5	1	3	0.722 4	21.41	3.37	3.47
SO6	1	3	0.711 8	21.82	3.53	
SO7	2	3	0.727 1	21.74	3.34	
SO8	2	3	0.741 1	21.82	3.39	3.33
SO9	2	3	0.711 4	21.64	3.28	

表 3 醇提法中出粉率及氯原酸的含量

Tab. 3 Yield and Content of Chlorogenic Acid in Alcohol Extraction

实验序号	每次提取时间/h	提取次数	提取液中氯原酸含量/%	出粉率/%	干粉中氯原酸含量/%	干粉中氯原酸平均含量/%	乙醇浓度/%
yo1	4	2	0.873 8	18.35	4.76		40
yo2	4	2	0.852 1	18.12	4.70	4.77	40
yo3	4	2	0.894 3	18.42	4.85		40
yo4	4	2	0.960 2	18.65	5.14		60
yo5	4	2	0.920 2	18.05	5.09	5.11	60
yo6	4	2	0.971 4	18.94	5.12		60
yo7	4	2	0.693 8	19.21	3.61		80
yo8	4	2	0.677 3	19.02	3.56	3.59	80
yo9	4	2	0.705 4	19.54	3.61		80
y10	4	2	0.467 8	9.01	5.19		95
y11	4	2	0.471 4	9.22	5.11	5.11	95
y12	4	2	0.453 2	8.98	5.04		95
y13	8	2	0.732	20.71	3.53		60
y14	8	2	0.754	20.92	3.60	3.54	60
y15	8	2	0.716	20.43	3.50		60

表 4 超声波法中出粉率及氯原酸的含量

Tab. 4 Yield and Content of Chlorogenic Acid in Ultrasonic Wave Extraction

实验序号	提取时间/h	pH 值	提取液中氯原酸含量/%	出粉率/%	干粉中氯原酸含量/%	干粉中氯原酸平均含量/%
CO1	0.5	7	0.463 2	8.91	5.20	
CO2	0.5	7	0.441 2	8.51	5.18	5.21
CO3	0.5	7	0.438 4	8.36	5.24	
CO4	1	7	0.678 0	12.82	5.28	
CO5	1	7	0.681 4	13.07	5.21	5.26
CO6	1	7	0.674 2	12.72	5.30	
CO7	2.5	7	0.362 0	7.07	5.12	
CO8	2.5	7	0.371 8	7.37	5.04	5.11
CO9	2.5	7	0.359 2	6.93	5.18	
C10	0.5	7	0.382 6	8.85	4.32	
C11	0.5	7	0.389 8	9.25	4.21	4.32
C12	0.5	7	0.368 4	8.33	4.42	
C13	1	4	0.368 0	8.63	4.26	
C14	1	4	0.341 1	7.82	4.36	4.25
C15	1	4	0.378 2	9.18	4.12	
C16	2.5	4	0.444 6	10.19	4.36	
C17	2.5	4	0.474 2	11.51	4.12	4.33
C18	2.5	4	0.430 5	9.52	4.52	

超声波法中各项工艺技术指标均较低,初步分析可能是因为本研究中所采用的超声波功率偏小所致。由于超声波法综合成本低,污染较小,无水提法中难以过滤的制约因素,无醇提法中因溶剂的使用所带来的不利之处,因之在条件具备时有必要进一步深入研究。

参 考 文 献

- 1 邓毓芳. 杜仲叶的开发利用. 中国水土保持, 1989(6): 39~40
- 2 陕西省森林工业管理局. 秦巴山区经济植物. 西安: 陕西师范大学出版社, 1990
- 3 藏友维. 杜仲化学成分研究进展. 中草药, 1989, 20(4): 42~44
- 4 李家实, 阎玉凝. 杜仲皮与叶化学成分初步研究. 中药通报, 1986(8): 41~42
- 5 李稳宏, 张阿鹏. 陕南秦巴山区几种重要生物资源的化工利用. 西北大学学报(自然科学版), 1995, 25(6): 735~738
- 6 李多伟, 吴红, 李稳宏等. 杜仲叶中氯原酸含量测定方法的比较研究. 李宝璋, 李稳宏, 范代娣编. 第六届全国生物化学学术会议论文集. 北京: 化学工业出版社, 1995. 337~340

责任编辑 叶亚丽

A Study on the Extractive Technology of Effective Composition from the Leaf of *Eucommia Ulmoides*

Li Wenhong¹⁾ Li Duowei²⁾ Zhang Apeng¹⁾ He Ai¹⁾ Sun Guibin¹⁾

(1) Department of Chemical Engineering; 2) Department of Biology, Northwest University, 710069, Xi'an

Abstract Three technological process; water extraction, alcohol extraction and ultrasonic wave extraction were used. By using the paper chromatography's UV spectrophotometer a better technological condition to extracting effective composition from the leaf of *eucommia ulmoides* is obtained.

Key words leaf of *eucommia ulmoides*; extractive technology; Shaanxi province