

几种影响提取东北红豆杉鲜枝叶中紫杉醇含量的干燥方法比较

薛艳华^{1,2} 祖元刚^{1,*} 史权³ 唐中华¹ 于景华¹ 韩梅¹

¹ 东北林业大学森林植物生态学教育部重点实验室, 哈尔滨 150040; ² 佳木斯大学基础医学部, 黑龙江佳木斯 154007;

³ 佳木斯大学化学与药学院, 黑龙江佳木斯 154007

Comparison of Some Dry Pretreatment Methods for Extraction of Taxol Content in the Twig-Leaf of *Taxus cuspidata* Sieb. et Zucc

XUE Yan-Hua^{1,2}, ZU Yuan-Gang^{1,*}, SHI Quan³, TANG Zhong-Hua¹, YU Jing-Hua¹, HAN Mei¹

¹Key Laboratory of Ministry of Education in Forestry Plant Ecology, Northeast Forestry University, Harbin 150040, China; ²Basic Medical Sciences Department, Jiamusi University, Jiamusi, Heilongjiang 154007, China; ³Chemistry and Pharmic Sciences Institute, Jiamusi University, Jiamusi, Heilongjiang 154007, China

提要 自然风干使东北红豆杉鲜枝叶中紫杉醇含量降低, 烘箱温度 90~100℃ 和微波高火档干燥使其提高, 后二者比自然风干的紫杉醇含量提高近 0.42 倍。

关键词 紫杉醇; 东北红豆杉鲜枝叶; 微波干燥

紫杉醇(taxol)是红豆杉中含有的一种生物碱^[1], 有促微管聚合作用的独特抗癌特性, 主要存在于红豆杉的树皮和枝叶中^[2, 3], 尤以树皮中含量较高。目前紫杉醇主要来源于红豆杉的树皮, 由此导致红豆杉资源破坏严重。另外, 传统的紫杉醇生产方法一般是将原料(树皮、枝叶)自然风干后提取分离, 方法粗放, 紫杉醇浪费严重。本文以东北红豆杉新鲜枝叶为材料, 比较不同烘干预处理方法对紫杉醇含量的影响, 寻找一种既能产业化生产, 又能最大限度地减少原材料中有效成分紫杉醇损失的方法, 减少由于材料预处理工艺粗放而造成的不必要浪费, 以提高原材料的利用率。

材料与方法

东北红豆杉(*Taxus cuspidata* Sieb. et Zucc)鲜枝叶采自东北林业大学植物实验园内, 树龄在 18~20 龄。剪取长 7~12 cm 的新鲜枝叶, 每份 5 g, 分别进行以下 3 种处理: (1) 自然风干, 干燥条件为室温 20~25℃, 置通风处风干至恒重, 并记录相应的风干时间; (2) 烘箱干燥, 温度梯度分别为 60、70、80、90、100、110、120℃, 记录参数同前; (3) 微波干燥, 条件设为高火(78.1℃)、中高火(67.3℃)、中火(55.5℃)、解冻(47.8℃)、低火(35.3℃) 5 档, 记录参数同前。每种处理 6 份样品。取经不同方式干燥处理后的样

品分别加 80 mL 80% 乙醇匀浆萃取 1.5 min, 匀浆液以 3 500×g 离心 2 min, 上清液保留, 沉淀中加入 50 mL 80% 乙醇后超声(功率 100 W, 频率 24 kHz)提取 15 min, 再离心, 保留上清液, 沉淀同上再重复超声提取 5 次。将 6 次所得到的上清液同匀浆上清液合并, 于 60℃ 下减压浓缩至干, 精细吸取 5 mL 甲醇定容, 加入等体积的流动相[乙腈-水(47:53)]混匀, 以 1 000×g 离心 8 min, 上清液保留, 再加等体积的流动相, 重复上述操作 2 次。所得上清液置 4℃ 冰箱中过夜, 再以 1 000×g 离心 8 min, 过 0.45 mm 滤膜。

色谱条件: 色谱柱为 HIQsilC18V(4.6 mm×250 mm); 流动相为乙腈-水(47:53); 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长为 227 nm; 柱温为 28℃; 进样量为 10 mL。标准品和样品色谱图如图 1。

结果与讨论

1 烘箱干燥对紫杉醇含量的影响

图 2 和表 1 显示: (1) 采用烘箱干燥东北红豆杉枝叶中的紫杉醇含量高于自然风干的, 烘干温度为 90、100℃ 的含量最高, 80 和 60℃ 的次之,

收稿 2005-02-28 修定 2005-08-16
资助 黑龙江省自然科学基金项目(ZJN04-03)。
*通讯作者(E-mail: zygor1@public.hr.hl.cn, Tel: 0451-82191517)。

而高温 110 和 120℃虽比自然风干的高, 但已下降, 且趋于平稳(图2); (2) 自然风干的材料达到恒

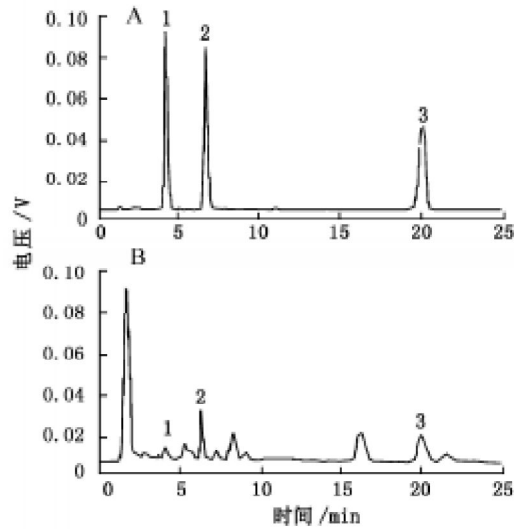


图1 紫杉烷标准品(A)和样品(B)色谱图
1: 10-脱乙酰基巴卡亭III; 2: 巴卡亭III; 3: 紫杉醇。

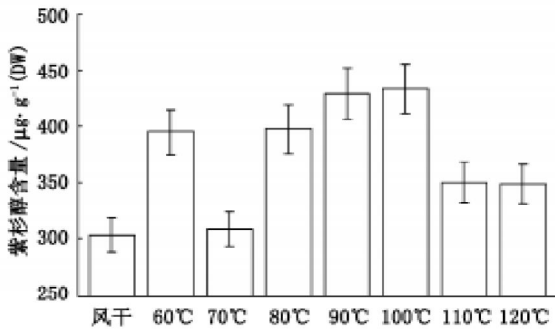


图2 烘干温度对紫杉醇含量的影响

表1 自然干燥、烘干和微波干燥所用的时间

干燥方式		干燥时间/min
烘箱干燥	60℃	310±12.95
	70℃	230± 9.35
	80℃	160± 6.20
	90℃	70± 3.05
	100℃	60± 2.37
	110℃	52± 2.04
	120℃	43± 1.35
微波干燥	高火(78.1℃)	6± 0.27
	中高火(67.3℃)	9± 0.36
	中火(55.5℃)	12± 0.53
	解冻(47.8℃)	27± 1.21
	低火(35.3℃)	48± 2.16
自然干燥		7200

$\bar{x} \pm SD$, $n=6$ 。

重的时间最长(近5 d), 烘箱干燥的时间则随着温度的增加而缩短, 120℃的所用时间最少, 为 43 min, 110℃的为 52 min(表 1), 但结合图 2 来看, 此时的紫杉醇含量并不是最高。据此认为, 用烘箱干燥时以 90~100℃烘干为最佳。

2 微波干燥对紫杉醇含量的影响

由图 3 及图 4 可知, 微波干燥的东北红豆杉枝叶中紫杉醇含量显著高于自然风干的, 以高火档的最高, 中火档的次之, 解冻档最低。另外, 由表 1 可知, 在微波干燥中高火档所用时间最短, 为 6 min, 低火档最长, 为 48 min; 而从温度来说, 高火档瞬间温度最高为 78℃, 低火档温度最低为 35℃。据此认为, 以微波干燥东北红豆杉枝叶时, 高火档为最佳, 但微波高火档与 90、100℃烘箱干燥相比, 紫杉醇含量无显著差异, 所用时间则差异显著。

综上所述, 在 3 种干燥方式中, 微波干燥法为最佳(图 4、表 1)。

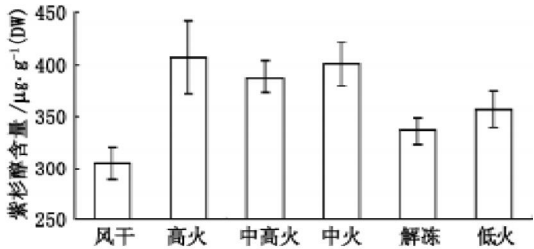


图3 微波干燥对紫杉醇含量的影响

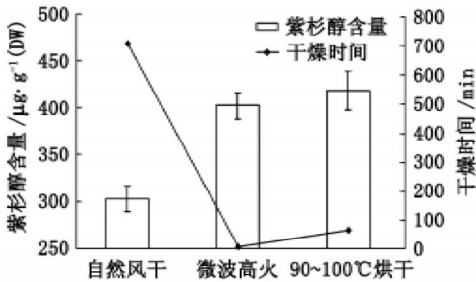


图4 不同干燥方式所用时间及对紫杉醇含量的影响

参考文献

1 Kingston DG, Samaranayake G, Ivey CA. The chemistry of taxol. J Nat Prod, 1990, 53(1): 112~113
2 张沿军, 李锐, 吴立军. 东北紫杉茎皮化学成分的研究. 中草药, 1996, 27(4): 200~201
3 佟晓杰, 方唯硕, 周金云. 东北红豆杉枝叶的化学成分研究. 药学报, 1994, 29(1): 55~66