

УДК 634.986: 615.7

Е.Н. Коптелова, Н.А. Кутакова, С.И. Третьяков

Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова

Коптелова Елена Николаевна родилась в 1982 г., окончила в 2004 г. Поморский государственный университет имени М.В. Ломоносова, аспирант кафедры лесохимических производств Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова. Имеет 4 печатные работы в области технологии экстрактивных веществ. E-mail: elen-koptelova@yandex.ru



Кутакова Наталья Алексеевна родилась в 1953 г., окончила в 1975 г. Архангельский лесотехнический институт, кандидат технических наук, доцент кафедры лесохимических производств Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова. Имеет около 50 научных трудов в области технологии сорбентов и экстрактивных веществ. E-mail: lesochim@agtu.ru



Третьяков Сергей Иванович родился в 1946 г., окончил в 1971 г. Архангельский лесотехнический институт, кандидат технических наук, профессор кафедры лесохимических производств Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова. Имеет около 90 печатных трудов в области химической переработки древесины. E-mail: lesochim@agtu.ru



ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ЭТАНОЛЬНОГО ЭКСТРАКТА БЕРЕСТЫ

Изучен состав этанольного экстракта бересты. С использованием хромато-масс-спектрометрии, показано, что основными компонентами экстракта бересты являются бетулин и лупеол.

Ключевые слова: экстракция, этанольный экстракт бересты, бетулин, лупеол.

Кора березы служит источником разнообразных экстрактивных веществ. Наиболее богата экстрактивными веществами внешняя кора различных видов берез, в экстрактах которой преобладают пентациклические три-терпеноиды ряда лупана, основным представителем которых является бетулин. Его содержание во внешней коре составляет от 10 до 40 % от массы абс. сухого вещества (а.с.в.) в зависимости от вида березы, места и условий ее произрастания, возраста дерева и т.д. [1]. Бетулин обладает противовирусными, противоопухолевыми и антисептическими свойствами, проявляет антиоксидантную активность. Доступность и биологическая активность бетулина ставят его в ряд ценных природных соединений.

Экспериментальная часть

Нами был изучен состав этанольного экстракта бересты (ЭЭБ), выделенного различными способами (см. таблицу). В качестве исходного сырья использована береста березы, заготовленная в окрестностях г. Архангельска, и образцы промышленной бересты Архангельского фанерного завода. В качестве растворителя использован 95 %-й этиловый спирт. Выбор экстрагента произведен исходя из основных требований: доступность, невысокая температура кипения, широкое применение этилового спирта для изготовления лекарственных настоек и экстрактов.

Экстракция бетулина проведена дефлегмационным методом в аппарате Сокслета путем настаивания с двукратной сменой растворителя и применением ультразвука. Экстракция с ультразвуком осуществлена в лабораторном ультразвуковом аппарате, частота ультразвуковых колебаний составляла 22 кГц. Электронный генератор характеризовался потребляемой от электрической сети мощностью 140 Вт [3].

Выделение бетулина из экстракта проводили двумя способами: первый – частичная отгонка растворителя и осаждение бетулина водой, в результате чего получен порошок светло-бежевого цвета, второй – полная отгонка растворителя с получением порошка бежевого цвета. В обоих случаях сушка бетулина-сырца проведена при температуре 60 °С.

Качественный и количественный состав продуктов исследовали на хромато-масс-спектрометре GCMS-QP 2010 Plus фирмы «Shimadzu*». Была использована капиллярная колонка HP-5MS длиной 60 м, имеющая внутренний диаметр 0,32 мм. Условия хроматографирования: газа-носитель – гелий; скорость потока – 37 см/мин; температура ввода образца – 300 °С; начальная температура – 110 °С; подъем температуры до 220 °С – со скоростью 10 °С/мин, до 300 °С – со скоростью 40 °С/мин; изотермальный режим – 35 мин; температура трансферной линии – 280 °С, источника ионов – 250 °С; режим электронного удара при 70 eV, детекция молекулярных масс – от 50 до 500.

Определение компонентов ЭЭБ осуществлено сопоставлением времени удерживания пиков на хроматограмме и полных масс-спектров отдельных компонентов с соответствующими данными чистых соединений из библиотеки масс-спектров NIST 2008. Относительное количественное содержание компонентов экстракта рассчитано методом внутренней нормализации площадей пиков.

Результаты и обсуждение

Основные фракции этанольного экстракта бересты – тритерпеноиды бетулин и лупеол.

Идентификация бетулина и лупеола была проведена с высокой вероятностью [2] (индекс сходства с табличными спектрами превышал 80 %).

* Хроматографические исследования проведены в Центре коллективного пользования научным оборудованием «Арктика» Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова

Состав этанольного экстракта бересты, выделенного разными способами

Береста	Метод получения	Содержание, % от суммы экстрагированных веществ (ЭВ)		
		бетулина (Б)	лупеола (Л)	Б+Л
Промышленная	Дефлегмационный	57,8	26,9	84,7
		70,6	26,3	96,9
	Настаивание с двукратной сменой растворителя	80,2	12,6	92,8
78,8		13,2	92,0	
Свежезаготовленная	Настаивание с двукратной сменой растворителя и обработкой ультразвуком	70,4	27,8	98,2
		64,9	28,8	93,7
	Настаивание с двукратной сменой растворителя	44,7	18,9	63,6

Примечание. В числителе приведены данные по первому способу извлечения, в знаменателе – по второму.

Основным ионом, совпадающим с молекулярной массой бетулина, является m/z 442 (рис. 1, а). Идентифицирующим фрагментом, который получается при отщеплении спиртовой группы в положении 28, является фрагмент m/z 411 (рис. 1, а и б) [2]. Характер фрагментации исследуемого вещества (m/z 55, 69, 81, 95, 107, 121, 135, 147, 161, 175, 189, 203) свидетельствует о принадлежности данного соединения к лупановому ряду.

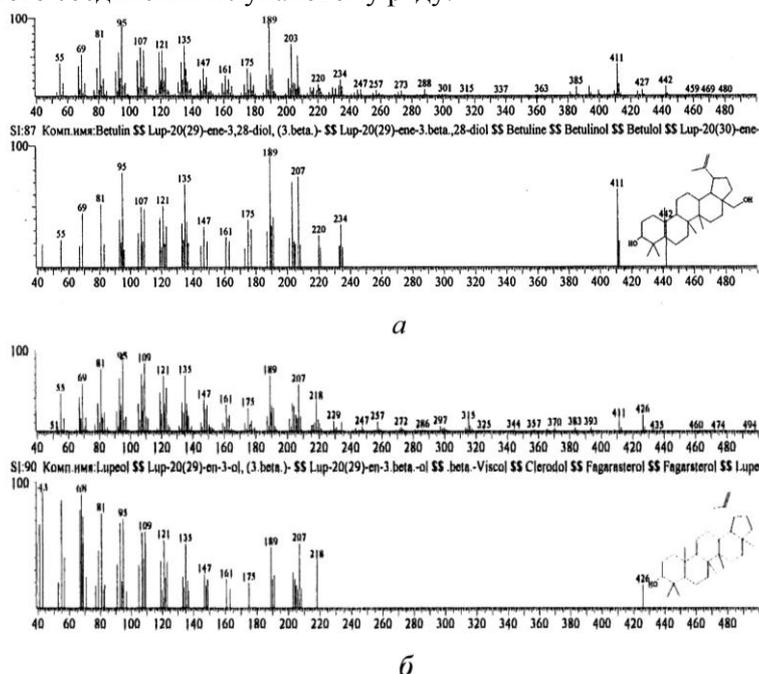


Рис. 1. Идентификация бетулина (а) и лупеола (б) с базой данных библиотеки масс-спектров

Другим идентифицированным соединением является лупеол с молекулярной массой 426 (рис. 1, б). При отщеплении метильной группы в положении 28 образуется фрагмент с m/z 411, кроме этого идентифицированы следующие фрагменты лупеола с m/z 81, 95, 109, 135, 189, 207, 218.

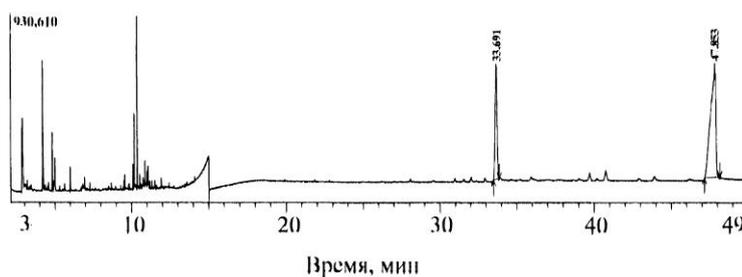
Метод настаивания с двукратной сменой растворителя обеспечивает максимальное содержание бетулина в экстракте (80 % от суммы ЭВ). Хроматограмма ЭЭБ, полученного методом настаивания и ультразвуковой обработкой, представлена на рис. 2.

Относительное содержание лупеола в этанольном экстракте бересты варьирует в пределах 13...29 % от суммы ЭВ, причем максимальный его выход наблюдается при ультразвуковой обработке (рис. 2, б).

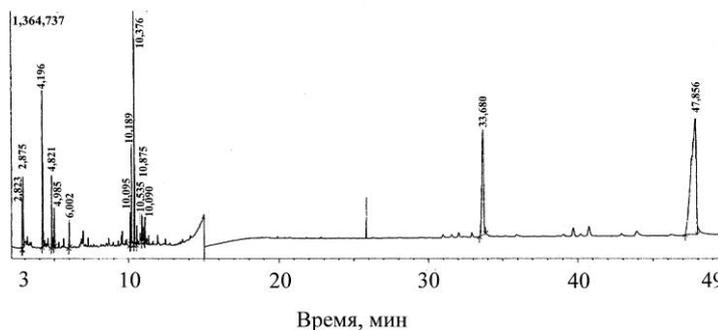
Выводы

1. Способ экстрагирования влияет на содержание бетулина в экстракте и практически не оказывает влияния на содержание лупеола.

2. Выход бетулина, полученного при полной отгонке растворителя из экстракта, больше, чем при частичной отгонке растворителя и дальнейшем осаждении водой.



а



б

Рис. 2. Хроматограмма ЭЭБ, полученного методом настаивания (а) и ультразвуковой обработкой (б)

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Кислицын А.Н.* Экстрактивные вещества бересты: выделение, состав, применение // Химия древесины. 1994. № 3. С. 3–28.
2. *Кузнецова С.А., Кузнецов Б.Н., Веселова О.Ф.* Изучение состава гексанового экстракта бересты и его токсико-фармакологических свойств // Химия растительного сырья. 2008. № 1. С. 45–49.
3. *Koptelova E.N., Kutakova N.A., Tretyakov S.I.* Isolation of betulin from birch bark with the use of ultrasound // Renewable wood and plant resources: chemistry, technology, pharmacology, medicine: International Conference, St-Petersburg, June 21–24, 2011. P. 100.

Поступила 20.10.11

E.N. Koptelova., N.A. Kutakova., S.I. Tretyakov

Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov

Determination of Ethanol Extract of Birch Bark

The composition of the ethanol extract of bark has been studied. Gas chromatography-mass spectrometry analysis has showed that the main components of the birch bark extract are betulin and lupeol.

Keywords: extraction, ethanol extract of bark, betulin, lupeol.
