

油橄榄中橄榄苦苷的研究进展

谢碧秀¹, 马建英¹, 刘 滕¹, 何 强¹, 杨泽身², 朱华荣¹

(1. 眉山职业技术学院, 四川 眉山 620020; 2. 凉山州中泽新技术开发有限责任公司, 四川 西昌 615000)

摘 要:油橄榄富含多种功能活性成分, 该研究主要介绍了油橄榄中多酚类物质的含量特点、提取分离、分析鉴定和生物活性, 以期对油橄榄的进一步开发利用提供理论参考。

关键词:油橄榄; 橄榄苦苷; 多酚; 提取分离; 分析鉴定; 生物活性

中图分类号:S 565.7 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2015)24-0175-06

油橄榄(*Olea europaea* L.) 属木犀科木犀榄属常绿乔木^[1], 又名洋橄榄、齐敦果^[2], 原产于地中海沿岸国家, 全球自北纬 45°到南纬 37°的广阔地域都有分布, 且有 40 多个国家种植^[3]。我国从 1964 年开始从欧洲引种栽培油橄榄, 在全国 39 个点进行试种; 进入 21 世纪得到快速发展, 2011 年中国油橄榄栽植面积约 3 万 hm², 以四川、甘肃、云南、重庆等地栽培较多^[4]。油橄榄树全身都是宝, 果实主要用于榨油和生盐渍罐头、果脯, 榨油时产生的汁水可用于加工果汁、果酒和饮料, 果渣可作为配合饲料的原料, 油橄榄叶不仅可加工成茶, 还可用于提取橄榄苦苷。油橄榄叶中的活性成分主要包括裂环烯醚萜类、黄酮类、甾醇、烷烃类及挥发性成分等, 其中裂环烯醚萜类化合物被公认为木犀科植物化学分类学上的标记化合物, 其主要成分及代表化合物是橄榄苦苷^[5]。自 1908 年从油橄榄果中发现橄榄苦苷以来, 国内外学者对其的研究就日益深入。现将对油橄榄中橄榄苦苷的含量、提取分离、分析鉴定和生物活性进行了综述, 以期对油橄榄更好地开发利用提供理论参考。

1 有机酸含量

不同产地、不同品种、不同树龄、不同收获时间、不同部位的油橄榄中橄榄苦苷含量的差别很大。四川达州栽培的橄榄叶中橄榄苦苷含量为 1.86%~8.25%, 甘肃武都县的为 0.31%~17.39%; 同一产地、同一时期采集的不同品种的油橄榄叶中橄榄苦苷含量差异很大, 四川达州的卡林最高为 6.63%, 弗奥为 1.86%, 甘肃武都县科拉地高达 17.2%, 配多灵则仅为 1.65%; 达州的 1 年生的橄榄叶中橄榄苦苷较 2 年生的高, 武都的 20 年生较 3 年生的高; 1 年生长期内有 2 个高峰期, 分别是在 2

月份和 5 月份, 其中 2 月份最高; 2 个低谷期则是在 11 月份和 4 月份^[6-7]; 绿叶中橄榄苦苷含量最高, 黄叶的最低^[8]; 与油橄榄其它组织部位相比, 油橄榄叶中橄榄苦苷含量最高^[9]。

2 提取分离

2.1 提取

2.1.1 浸提法 浸提法是利用相似相溶原理, 通过系统中不同组分在溶剂中有不同的溶解度来分离混合物的一种方法^[10]。由于环烯醚萜类化合物独特的化学性质, 以及油橄榄叶中的裂环烯醚萜类化合物母环上均连接有多酚结构, 其水溶性较大, 一般采用极性较大的水、甲醇、乙醇、正丁醇、乙酸乙酯为溶剂^[11]。李辰等^[5]以 80% 的乙醇溶液为溶剂浸提 2 次, 每次 2 h, 油橄榄叶中橄榄苦苷的得率为 11.6%; 王成章等^[7]以甲醇-水(体积比 80:20)为溶剂在 70℃下提取 3 次, 每次 3 h, 油橄榄叶中橄榄苦苷的得率为 10.41%。谢普军等^[12]以 85% 的乙醇为溶剂分别采用常温常压浸提 72 h 和在 85℃的条件下进行索氏提取 3 h, 得率分别为 4.67%、5.71%。叶建中等^[13]以 80% 乙醇为溶剂在 70℃, 提取 3.5 h 橄榄苦苷得率为 6.85%。浸提法的特点有: 常温浸提消耗试剂量大, 费时; 用索氏提取器操作, 省溶剂, 但耗时较长; 用易挥发的有机溶剂加热浸提, 溶剂消耗量大, 提取时间长, 操作安全要求高, 且所得的产物提取率不高且纯度低、杂质多^[14]。

2.1.2 减压内部沸腾法 首先采用少量的有机溶剂浸取物料中的有效成分, 提取时加入一定温度的提取剂, 并迅速减压至一定程度, 使渗入药材细胞内部的有机溶剂能在较低的温度下发生沸腾现象, 从而将有效成分大量的挟带至溶剂主体中^[15]。谢普军等^[12]优化了橄榄苦苷低温减压沸腾提取条件: 温度 60℃, 时间 20 min, 料液比 1:30 mg/L, 乙醇浓度 85%, 并在此优化条件下橄榄苦苷提取得率为 5.90%。减压内部沸腾能实现有效成

第一作者简介:谢碧秀(1982-), 女, 硕士, 讲师, 研究方向为果蔬加工。E-mail: xiebixiu@163.com

基金项目:四川省技术创新工程专项资助项目(2013ZZ0038)。

收稿日期:2015-08-19

分低温快速提取,可有效避免高温提取过程中淀粉糊化及热敏性物质分解^[16-17],且溶剂消耗量少,大大提高了提取生产过程的安全性^[18]。

2.1.3 超声波法 超声波产生的强烈震动、较高的加速度、强烈的空化效应、搅拌作用,可加速溶剂渗入细胞中,促使环烯醚萜类等有效成分溶解,实现快速提取有效成分的目的。此法程序简单,操作简便,能够降低操作成本,提取时间大大缩短,且产量高,纯度好,具有较好的提取效率^[19],但目前仅限于实验室规模。JAPÓNLUJAN等^[20]采用了水浴热提,并在提取器中插入超声波探测器辅助提取,同时进行超声波辅助提取动态监测,结果超声波辅助提取效果远远好于单纯溶剂提取。刘崑等^[21]通过超声辅助提取确定油橄榄叶中橄榄苦苷的最佳提取工艺条件:甲醇体积分数为70%,液料比为30:1 mg/L,提取40 min,结果橄榄苦苷含量为3.96 mg/g。谢晋军等^[22]在温度51℃,超声功率71 W,提取时间32 min,料液比1:30 mg/L的条件下,橄榄苦苷提取率达到7.18%。闫树军等^[23]采用响应面法优化了油橄榄叶中橄榄苦苷超声辅助提取工艺,油橄榄叶中橄榄苦苷提取率可达7.83%。XIE等^[24]采用减压-超声波辅助提取橄榄苦苷,得率可达 $(7.67 \pm 0.02)\%$ 。超声波作用的时间和强度需要一系列试验来确定,超声波发生器工作噪声比较大,需注意防护,工业应用有一定困难。此外,在大规模提取时效率不高,故常作为一种强化或辅助手段。

2.1.4 微波预处理法 微波预处理法的作用原理是利用微波加热导致作用物细胞内的极性物质,尤其是水分子吸收微波能,产生大量的热量,使细胞内温度迅速升高,液态水汽化产生的压力将细胞膜和细胞壁冲破形成微小的孔洞,进一步加热,导致细胞内部和细胞壁水分减少,细胞收缩,表面出现裂痕,孔洞和裂纹的存在使细胞外溶液容易进入细胞内,溶解并释放细胞内物质^[25]。党建章等^[26]以70%甲醇为溶剂,利用微波在优化条件下(微波功率200 W、辐射3 min)提取有效成分的提取效果与索氏提取6 h后橄榄苦苷的得率相当。微波萃取具有设备简单、适用范围广、萃取效率高、重现性好、节省时间、节省试剂、污染小等特点^[27]。但这种技术也具有一定的局限性,只适合极性物质的提取,且富含挥发性或热敏性成分的中药材不适合使用微波萃取技术^[28],并且因细胞破裂使不希望的成分也被溶剂溶解,导致选择性降低^[9]。

2.1.5 超临界流体萃取法 超临界流体萃取法是一项新型提取技术,超临界流体常用二氧化碳为萃取剂^[29]。超临界流体萃取技术的分离过程是利用超临界流体在超临界状态下对有机物有特殊增加的溶解度,而低于临界状态下对有机物基本不溶解的特性,有效地将需要分

离提取的组分从原料中分离出来^[30]。郭玉玉等^[31]采用单因素试验和正交实验得到了超临界CO₂提取油橄榄叶中橄榄苦苷的优化工艺条件:萃取压力25 MPa,萃取温度45℃,分离温度45℃,萃取时间4 h,CO₂流量30 kg/h。在此条件下,橄榄苦苷得率为0.435%。超临界CO₂萃取法具有快速高效、选择性好、产品无溶剂残留、特别适合分离热敏性物质等优点。但这一技术还存在一定的局限性:1)有关超临界流体技术的基础理论研究还太薄弱;2)高压设备的研究与开发尚待加强;3)超临界萃取过程工业化装置成本太高^[32]。

2.1.6 高速剪切技术处理 高速剪切技术是样品在高剪切分散乳化机上,由转子回转吸入,在转子和定子间隙处接受高速旋转产生的高剪切线速度和高频机械效应带来的强劲动能,使物料在定、转子狭窄的间隙中受到强烈的机械及液力剪切、离心挤压、液层摩擦、撞击撕裂和湍流等综合作用^[33],从而使不相溶的固相、液相、气相在相应成熟工艺和适量添加剂的共同作用下,瞬间均匀精细地分散乳化^[34]。张振兴等^[35]优化了基于高剪切分散乳化技术提取油橄榄叶中有效成分的工艺:温度40℃,料液比1:51.72 mg/L,溶剂60%乙醇,转速16 000 r/min,提取时间150 s。该技术具有提取速度快、溶剂耗量少、提取率高等优点,是一种具有较好发展前景的提取方法^[36]。

2.1.7 微流体萃取 微流体技术是基于微反应器及微通道,对流体在微观尺度下实施观测、操作和控制的技术。与传统萃取法相比,微流体萃取具有比表面积大、扩散距离短、传质过程均匀、互不相溶的两相能够保持平稳连续的层流状态等优点^[37-39]。NASIM等^[40]采用微流体设备,研究了pH值、温度、流速和保留时间对油橄榄叶中橄榄苦苷提取率的影响,实践证明这是一种环保、高效的方法。

2.2 分离

2.2.1 膜分离 膜分离技术以选择性透过膜为分离介质,当膜两侧存在某种推动力(如压力差、浓度差、电位差等)时,原料组分选择性的透过膜,以达到分离、提纯的目的^[41]。常用的膜分离技术主要有微滤、超滤、纳滤、反渗透^[42]几种,在天然产物提取中最常用的是前二者。微滤可除去提取液中大量亚微粒、微粒及絮状沉淀,超滤可除去淀粉、树胶、果胶、粘液质、蛋白质等可溶性大分子杂质和微生物及部分热原^[43]。油橄榄叶中橄榄苦苷的分离常用0.45 μm的微孔滤膜^[6,12,44]。大多数膜分离过程中物质不发生相变,且分离系数较大,操作温度可为常温,所以膜分离过程中具有节能、高效等特点^[45]。

2.2.2 大孔吸附树脂法 大孔吸附树脂为吸附性和筛选性原理相结合的分选材料,它所具有的吸附性是由于

范德华引力或产生氢键吸附的结果,而筛选性分离则是它的多孔性网状结构所决定的。欲分离的天然产物成分依其分子体积的大小及吸附力的强弱,在一定规格的大孔吸附树脂上,以适当的溶剂洗脱而分开^[46]。党建章等^[47]研究发现以 70% 的乙醇为洗脱剂, D-101 大孔树脂可将固体中橄榄苦苷的质量分数从 5% 提高至 21.6%, 回收率为 88.6%。李辰等^[5]选用 HP-1 大孔吸附树脂对提取液进行分离纯化。傅珊等^[48]在对 6 种树脂进行吸附与解析率研究的基础上,确定了分离纯化橄榄苦苷的最佳工艺条件为: DI01 型树脂、上样液浓度取 41.06 mg/mL、洗脱液浓度取 50% 乙醇 260 mL, 洗脱流速取 5 mL/min, 经大孔树脂富集后, 橄榄苦苷的纯度可达 55% 以上。叶建中等^[44]将橄榄苦苷的粗提物经过 AB-8 树脂纯化后, 橄榄苦苷的纯度达到 47.90%。大孔树脂具有吸附容量大、选择性好、易于解吸附、机械强度高、再生处理简便、吸附速度快等优点^[43]。

2.2.3 柱层析法 硅胶柱层析法:在一定条件下,硅胶表面与溶质分子之间存在范德华力,硅羟基与待分离物质之间存在氢键作用而被吸附。不同的化合物与硅胶表面作用力的大小、与不同洗脱剂的溶解度不同,因而在洗脱时不同的化合物组分在层析柱中的流动速度不同,使得复杂的混合物达到分离^[49]。王成章等^[50]、郭玉玉等^[31]都以氯仿-甲醇为洗脱剂,对橄榄苦苷提取液进行了硅胶柱层析。硅胶的价格比较低廉,化学性质稳定,在柱层析过程中,吸附与解析过程的重复性好。凝胶柱层析:凝胶层析原理是分子筛作用,即被分离物质的分子大小不同,进入凝胶内部的能力不同,因此移动速率有差异^[51-52]。傅珊等^[48]将经过大孔树脂后的试样旋蒸浓缩,去除乙醇后经葡聚糖凝胶(G-25)柱分离纯化,橄榄苦苷的相对质量分数可达到76%以上。党建章等^[53]采用50%乙醇为流动相,利用sephadex LH-20分离橄榄苦苷粗提物,经过二次上柱可得到82.9%的橄榄苦苷。凝胶层析具有设备简单、操作方便、每次层析都无需再生等优点^[51-52]。

2.2.4 薄层色谱法 薄层色谱,或称薄层层析,是以涂布于支持板上的支持物作为固定相,以合适的溶剂为流动相,对混合样品进行分离、鉴定和定量的一种层析分离技术。以氯仿-甲醇-乙酸(体积比 4 : 1 : 0.1)为展开剂,用 10%阿魏酸作喷显剂,油橄榄叶提取液中的组分可以实现较好的分离^[50]。

3 分析鉴定

3.1 色谱法

利用高效液相色谱法的定性及定量测定油橄榄叶中有效成分是目前诸多分析方法中最常用的一种方法^[29]。高效液相色谱是利用各组分在固定相和流动相中的吸附能力存在差异,在两相间的分配系数不同,而

先后流出色谱柱,结合柱后检测器加以检测,从而实现各组分被分离检测的目的^[54]。

橄榄苦苷分析中最常用的是紫外型检测器,对应的常用的色谱条件:色谱柱 C18,测定波长 230 nm,流动相有甲醇-水^[12-13,23,31,50]、乙腈-水^[6,22,24,55],流速为 1 mL/min。高效液相色谱法具有分离效能高、灵敏度高、应用范围广、分析速度快、色谱柱可反复使用等优点。

3.2 光谱法

3.2.1 紫外光谱法 紫外可见分光光谱法是基于物质吸收紫外或可见光引起的分子中价电子跃迁产生的分子吸收光谱与物质组分之间的关系建立起来的分析方法^[56]。李辰等^[5]建立了紫外可见分光光谱测定油橄榄叶中橄榄苦苷含量的方法。以芦丁和橄榄苦苷为对照品,分别采用 $\text{NaNO}_2 - \text{Al}(\text{NO}_3)_3 - \text{NaOH}$ 络合体系和 AlCl_3 络合体系进行显色。利用橄榄苦苷在 2 种显色体系中的吸收特性差别,通过差减法换算后可间接测定样品中橄榄苦苷的含量。王成章等^[50]研究发现橄榄苦苷有 2 个紫外吸收峰,分别为 231、281 nm,紫外光谱表明化合物中具有苯环和羰基等结构。该法具有灵敏度高、选择性好、适用浓度范围广、准确度高、操作简便、快速、安全等特点^[57]。

3.2.2 红外光谱 红外光谱法是一种重要的分子振动光谱,是利用分子振动能级的变化来鉴定分子中存在的官能团^[58]。被测物质的分子在红外线照射下,只吸收与其分子振动、转动频率相一致的红外光谱。化合物分子中的各原子团被激发后,都会产生特征振动,其振动频率也必然反映在红外吸收光谱上,据此可鉴定化合物中各种原子团^[59]。王成章等^[50]对引种阿斯油橄榄叶提取物分离纯化后,采用红外光谱法分析表明该化合物具有裂环烯醚的结构;郭玉玉等^[31]采用超临界 CO₂ 提取油橄榄叶橄榄苦苷,得出了同样的结论。

3.3 NMR 谱

核磁共振波谱法是研究处于强磁场中的原子核对射频辐射的吸收,从而获得有关化合物分子结构信息的分析方法。

3.3.1 $^1\text{H-NMR}$ ^[50] 在 $^1\text{H-NMR}$ 谱中橄榄苦苷的化学位移如图1所示。

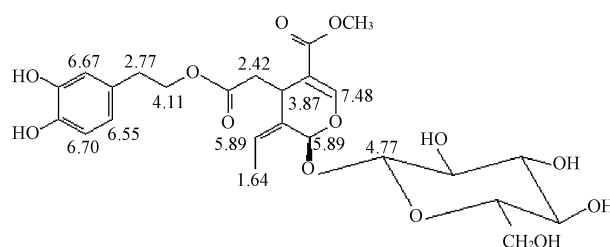


图 1 ^1H -NMR 谱中橄榄苦苷的化学位移图

Fig. 1 ^1H -NMR chemical shifts of oleuropein

3.3.2 ^{13}C -NMR^[50] 在 ^{13}C -NMR 谱中橄榄苦苷的化学位移如图 2 所示。

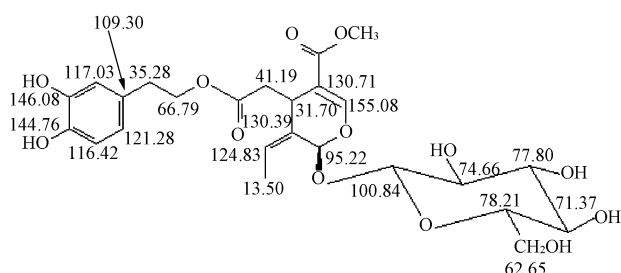


图 2 ^{13}C -NMR 谱中橄榄苦苷的化学位移图

Fig. 2 ^{13}C -NMR chemical shifts of oleuropein

3.4 质谱法

质谱法是通过将样品分子转化为运动着的气态离子(带电荷的原子、分子或分子碎片,有分子离子、同位素离子、碎片离子、重排离子、多电荷离子、亚稳离子、负离子和离子-分子相互作用产生的离子),在高压电场和磁场的综合作用下,按照质荷比依次排列并被记录下来,根据记录结果进行物质结构和组成分析的方法^[60]。王成章等^[50]对油橄榄提取物经 MS 分析,确定此物质的相对分子质量(Mr)为 540,与橄榄苦苷的 Mr 相符。

4 生物活性

橄榄苦苷属裂环烯醚萜类化合物,其母核具半缩醛结构,化学性质活泼,一般都与糖结合成苷^[61]。橄榄苦苷突出的特性是抗氧化活性,尤其是作自由基清除剂,能够提高 SOD 活性^[62];橄榄苦苷能减弱关键炎症细胞因子和前列腺素的释放,恢复蛋白激酶的活性和活性^[63];能够抑制癌细胞的生长、抑制新血管的生成和蛋白激酶的活性、激活肿瘤抑制蛋白、诱导细胞凋亡^[64-66];橄榄叶提取物可显著降低收缩压和舒张压和甘油三酯的水平和低密度脂蛋白胆固醇^[66];橄榄苦苷可降低四氯化碳中毒小鼠血浆转氨酶,特别是丙氨酸转氨酶和天冬氨酸转氨酶的水平^[67];富含橄榄苦苷的提取物可显著降低四尿嘧啶诱发型糖尿病小鼠和兔子的血浆葡萄糖和 TBARS 的水平^[68],但对血糖正常者的降糖作用,完全可以经体内血糖平衡系统相抵抗^[69]。因此,橄榄苦苷具有抗氧化、抗菌消炎、抗肿瘤、保护心血管系统、降血糖等作用^[65]。

5 前景与展望

近年来,我国大力发展油橄榄产业,但其加工副产物的应用研究还不够深入,不仅浪费了资源,还造成了环境污染。橄榄苦苷作为油橄榄的主要活性成分,越来越受到大家的重视。选择适宜的油橄榄品种及采收期,研究更高效、快速、环保的提取分离方法,拓展橄榄苦苷

的应用范围,提高油橄榄的精深加工,从而产生更大的经济效益、社会效益和环境效益。

参考文献

- [1] 孔维宝,张峰,杨晓龙,等. 油橄榄果渣油的提取工艺及其脂肪酸组成研究[J]. 中国油脂,2011,36(10):12-15.
- [2] 李向婷,清源,唐娅梅,等. 三种油橄榄叶片中黄酮含量的季节动态变化研究[J]. 湖北农业科学,2011,50(2):383-385.
- [3] 邓煜. 从油橄榄引种看我国木本食用油料产业的发展[J]. 经济林研究,2010,28(4):119-124.
- [4] 王成章,陈强,罗建军,等. 中国油橄榄发展历程与产业展望[J]. 生物化学工程,2013,47(2):41-46.
- [5] 李辰,郑媛媛,黄新异,等. UV-Vis 光谱差减法测定油橄榄叶中橄榄苦苷含量初探[J]. 分析测试学报,2011,30(3):242-247.
- [6] 彭焕超,张浩,陈维,等. RP-HPLC 测定不同来源油橄榄叶中的橄榄苦苷[J]. 华西药理学杂志,2008,23(2):199-200.
- [7] 王成章,高彩霞,叶建中,等. HPLC 研究油橄榄叶中橄榄苦苷的含量变化规律[J]. 林产化学与工业,2008,28(6):39-43.
- [8] ALFONSO R, STEFANIA C, LUCIA L, et al. Factors affecting the contents of iridoid oleuropein in olive leaves (*Olea europaea* L.)[J]. Agricultural and Food Chemistry,2006,54:434-440.
- [9] DEL RÍO J A, BAIDEZ A G, BOTÍ J M, et al. Enhancement of phenolic compounds in olive plants (*Olea europaea* L.) and the influence on resistance against *Phytophthora* sp. [J]. Food Chemistry,2003,83(1):75-78.
- [10] 谢普军,黄立新,张彩虹,等. 橄榄苦苷提取工艺的研究进展[J]. 生物化学工程,2012,46(3):45-50.
- [11] 林鹏,王洁雪,李晓鲁,等. 油橄榄叶中裂环烯醚萜类化合物的研究进展[J]. 西南民族大学学报(自然科学版),2008,34(5):999-1004.
- [12] 谢普军,黄立新,张彩虹,等. 低温减压沸腾提取橄榄苦苷的工艺研究[J]. 中国中药杂志,2012,37(13):1946-1951.
- [13] 叶建中,高彩霞,周昊,等. 油橄榄中橄榄苦苷的提取及纯化工艺研究[J]. 生物化学工程,2011,45(3):35-40.
- [14] 汪茂田,谢培山,王忠东,等. 天然有机化合物提取分离与结构鉴定[M]. 北京:化学工业出版社,2004:13.
- [15] 陈晓光. 内部沸腾法强化提取若干中药有效成分的研究及评价[D]. 南宁:广西大学,2012.
- [16] 陈晓光,韦藤幼,彭梦微,等. 丹酚酸 B 减压内部沸腾法提取的动力学及相关热力学研究[J]. 高校化学工程学报,2011,25(6):961-965.
- [17] 韦藤幼,赵钟兴. 解吸-内部沸腾两步法提取黄连小檗碱的工艺及机理[J]. 过程工程学报,2006,6(3):380-383.
- [18] 曾森洋,童张法,韦藤幼. 减压内部沸腾法提取烟草中的烟碱[J]. 中国烟草学报,2013,19(5):6-10.
- [19] 刘平怀,刘洋洋,时杰,等. 废弃菠萝皮中色素的循环超声提取及其抗过敏活性[J]. 精细化工,2010,27(2):165-170.
- [20] JAPON-LUJAN R, LUQUE-RODRIGUEZ J M, LUQUE de CASTRO M D. Dynamic ultrasound-assisted extraction of oleuropein and related biophenols from olive leaves[J]. Journal of Chromatography (A),2006,1108(1):76-82.
- [21] 刘嵬,李春燕,唐远谋,等. 超声辅助提取油橄榄叶中橄榄苦苷工艺研究[J]. 成都大学学报(自然科学版),2013,32(2):125-127.
- [22] 谢普军,黄立新,张彩虹,等. 响应面法超声辅助提取优化橄榄苦苷工艺的研究[J]. 天然产物研究与开发,2012(24):939-944.
- [23] 闫树军,王远,苏艳红,等. 响应面法优化油橄榄叶中橄榄苦苷超声辅助提取工艺[J]. 食品科学,2012,33(18):73-76.

- [24] XIE P J, HUANG L X, ZHANG C H, et al. Reduced pressure extraction of oleuropein from olive leaves (*Olea europaea* L.) with ultrasound assistance [J]. Food and Bioprocess Technology, 2015, 9(3): 29-38.
- [25] 曾里, 夏之宁. 超声波和微波对重要提取的促进和影响[J]. 化学研究与应用, 2002(14): 245-249.
- [26] 党建章, 黄志立, 张志安, 等. 橄榄叶中橄榄苦苷不同提取方法的研究[J]. 深圳职业技术学院学报, 2006(4): 34-36.
- [27] 焦士龙. 微波提取中药有效成分实验研究[D]. 天津: 天津大学, 2006.
- [28] 沙宏. 中药有效成分提取分离方法研究进展[J]. 黑龙江医药, 2004, 17(5): 375-377.
- [29] 郑媛媛. 油橄榄叶中橄榄苦苷和黄酮含量测定方法研究[D]. 兰州: 兰州大学, 2011.
- [30] 赵宋亮. 超临界萃取都昌菊三七生物碱的工艺及分离研究[D]. 南昌: 南昌大学, 2008.
- [31] 郭玉玉, 王玲, 罗金岳, 等. 超临界 CO₂ 提取油橄榄叶中橄榄苦苷及其结构鉴定[J]. 林产化学与工业, 2015, 35(2): 73-78.
- [32] 廖传华, 黄振仁. 超临界流体萃取技术-工艺开发及其应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [33] 张平亮. 新型食品高剪切分散乳化机的结构原理及其应用[J]. 食品工业, 2010(6): 81-83.
- [34] 刘俊梅, 王丹, 李琢伟, 等. 高剪切分散乳化技术对大豆分离蛋白凝胶中水分状态的影响[J]. 现代食品科技, 2014, 30(8): 131-137.
- [35] 张振兴, 刘永峰, 刘毅, 等. 基于高剪切分散乳化技术提取油橄榄叶中有效成分的样品前处理新方法[J]. 天然产物研究与开发, 2013, 25(11): 1555-1561.
- [36] 邸羿, 刘永峰, 孙小明, 等. 高剪切分散乳化技术提取茶叶中有效成分的动力学及热力学研究[J]. 分析测试学报, 2013, 32(4): 401-407.
- [37] 简坚. 微流体在低浓度含锌溶液中萃取锌的应用研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2014: 4.
- [38] ROBINS I, SHAW J, MILLER B, et al. Solute transfer by liquid-liquid exchange without mixing in micro-contact devices[M]. Microreaction Technology. Springer Berlin Heidelberg, 1998: 35-46.
- [39] PRIEST C, ZHOU J, SEDEV R, et al. Microfluidic extraction of copper from particle-laden solutions[J]. International Journal of Mineral Processing, 2011, 98(3): 168-173.
- [40] NASIM N, MASOUD R, ROUHOLLAH H. Oleuropein extraction using microfluidic system[J]. Chemical Engineering and Processing, 2015, 92: 1-6.
- [41] 孙福东, 王淑玲, 王英姿. 膜分离技术在中药提取与制剂研究中的应用[J]. 齐鲁药事, 2008, 27(4): 226-228.
- [42] 徐龙泉, 彭黔荣, 杨敏, 等. 膜分离技术在中药生产及研究中的应用进展[J]. 中成药, 2013, 35(9): 1989-1994.
- [43] 陈义红. 大孔树脂法与超滤法富集六味地黄中芍药苷的研究[D]. 长沙: 湖南大学, 2007.
- [44] 叶建中, 高彩霞, 周昊, 等. 油橄榄中橄榄苦苷的提取及纯化工艺研究[J]. 生物质化学工程, 2011, 45(3): 35-40.
- [45] 万俊辉, 游淦秀. 膜分离技术在中药中的应用概况[J]. 湖南中医杂志, 2007, 23(2): 104-106.
- [46] 尚红伟. 大枣多糖提取分离过程研究[D]. 西安: 西北大学, 2002.
- [47] 党建章, 张幸生, 黄晓裕, 等. D-101 大孔树脂富集橄榄叶中橄榄苦苷的研究[J]. 中药材, 2007, 30(4): 454-457.
- [48] 傅珊, 万文倩, 杨文革, 等. 油橄榄叶中橄榄苦苷的分离纯化[J]. 生物加工过程, 2011, 9(4): 31-34.
- [49] 贾雁高. 生姜精油中姜烯成分的分离纯化[D]. 济南: 山东大学, 2010.
- [50] 王成章, 高彩霞, 叶建中, 等. 引种阿斯图橄榄叶中橄榄苦苷提取分离及结构鉴定[J]. 林产化学与工业, 2009, 29(3): 53-57.
- [51] 闫宁环. 黑莓色素超声波提取、纯化及特性研究[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2007.
- [52] 何炳林, 黄文强. 离子交换与吸附树脂[M]. 上海: 上海科技教育出版社, 1995: 325.
- [53] 党建章, 聂小忠, 梁丽琴. Sephadex LH-20 纯化橄榄苦苷[J]. 中药材, 2010, 33(1): 119-121.
- [54] 熊建飞. 高效液相色谱法、离子色谱法在环境分析和食品分析中的应用研究[D]. 重庆: 西南大学, 2013.
- [55] 李春燕, 唐远谋, 梁晓玲, 等. 油橄榄叶中橄榄苦苷含量的 HPLC-DAD 测定分析[J]. 西华大学学报(自然科学版), 2014, 33(2): 98-101.
- [56] 郭春晖. β -兴奋剂的伏安法和紫外可见光谱法分析检测研究[D]. 武汉: 湖北大学, 2013.
- [57] 王海军, 宁新霞. 紫外可见分光光度技术的应用进展[J]. 理化检验-化学分册, 2012, 48(6): 740-745.
- [58] 李莉莉, 赵丽娟, 钟儒刚. 红外光谱法检测生物大分子损伤的研究进展[J]. 光谱学与光谱分析, 2011, 31(12): 3194-3199.
- [59] 刘文杰. 铁皮石斛的红外光谱定性定量研究[D]. 北京: 北京中医药大学, 2014.
- [60] 丁明洁. 仪器分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2014.
- [61] 罗玉燕, 卢成瑛, 陈功锡, 等. 裂环烯醚萜类化合物研究概况[J]. 食品科学, 2010, 31(21): 431-436.
- [62] MARTINEZ-MARROS J M, MAYAS M D, CARRERA-GONZALEZ M P, et al. Phenolic compounds oleuropein and hydroxytyrosol exert differential effects on glioma development via antioxidant defense systems[J]. Journal of Functional Foods, 2014, 11: 221-234.
- [63] IMPELLIZZER D, ESPOSITO E, MAZZON E, et al. The effects of a polyphenol present in olive oil, oleuropein aglycone, in an experimental model of spinal cord injury in mice[J]. Biochemical Pharmacology, 2012, 83: 1413-1426.
- [64] CARDENO A, SANCHEZ-HIDALGO M, ROSILLO M A, et al. Oleuropein, a secoiridoid derived from olive tree, inhibits the proliferation of human colorectal cancer cell through downregulation of HIF-1 α [J]. Nutrition and Cancer, 2013, 65(1): 147-156.
- [65] SEPORTA M V, FUCCELLI R, ROSIGNOLI P, et al. Oleuropein inhibits tumour growth and metastases dissemination in ovariectomised nude mice with MCF-7 human breast tumour Xenografts[J]. Journal of Functional Foods, 2014, 8: 269-273.
- [66] SUSALIT E, AGUS N, EFFENDI I, et al. Olive (*Olea europaea*) leaf extract effective in patients with stage I-hypertension: comparison with captopril[J]. Phytomedicine: International Journal of Phytotherapy and Phytopharmacology, 2010, 18(4): 251-258.
- [67] DOMITROVIC R, JAKOVAC H, MARCHESI V V, et al. Preventive and therapeutic effects of oleuropein against carbon tetrachloride-induced liver damage in mice[J]. Pharmacological Research, 2012, 65(4): 451-464.
- [68] 张佳, 卜令娜, 裴栋. 油橄榄叶抗糖尿病活性部位筛选[J]. 中草药, 2013, 44(13): 1807-1810.
- [69] 王胜奎, 蒋浩明, 韩莉琴. 橄榄叶提取物对正常成人血葡萄糖影响研究[J]. 现代检验医学杂志, 2007, 22(6): 115-116.

DOI:10.11937/bfyy.201524048

中国梨喀木虱在我国的发生规律和综合防治研究进展

张 航^{1,2}, 刘奇志¹, 栾小兵¹, 周 成¹

(1. 中国农业大学 农学与生物技术学院, 北京 100193; 2. 新疆农业科学院 植物保护研究所, 新疆 乌鲁木齐 830091)

摘 要:中国梨喀木虱是我国梨树主要害虫之一。该文综述了中国梨喀木虱的为害特点、国内各地发生规律,以及农业防治、物理防治、生物防治、化学防治等方面的研究进展,以期为中国梨喀木虱的防治提供理论参考。

关键词:梨;中国梨喀木虱;发生规律;综合防治

中图分类号:S 436.612.2⁺9 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2015)24-0180-04

梨木虱属昆虫纲半翅目同翅亚目木虱科(Psyllidae)喀木虱属(*Cacopsylla*),是危害梨树的主要害虫之一,据记述我国的梨木虱至少有 22 种^[1-3]。在我国梨产区,中国梨喀木虱(*Cacopsylla chinensis*)是主要优势种群,曾用名中国梨木虱(*Psylla chinensis*)。20 世纪 80 年代以来,由于耕作制度的改革,农药大面积施用、害虫抗药性的产生及气候等因素,促使中国梨喀木虱逐年发生严重^[4]。现将中国梨喀木虱发生规律和防治技术研究现状综述如下。

1 中国梨喀木虱分布及危害

中国梨喀木虱在我国各梨产区均有发生,特别是在

第一作者简介:张航(1987-),男,硕士,研究实习员,研究方向为农业昆虫与害虫防治。E-mail:4zhanghang@163.com.

责任作者:刘奇志(1959-),女,博士,教授,研究方向为生物防治。E-mail:lqzxyz163@163.com.

基金项目:国家梨产业技术体系建设专项资助项目(CARS-29);新疆农业科学院人才培养科研启动经费资助项目。

收稿日期:2015-07-29

东北、华北、西北等北方梨区发生普遍^[5]。主要以若虫群集于梨树叶片、嫩芽、嫩枝为害,除刺吸汁液外,还分泌大量分泌物——蜜露,蜜露及其残留物在适宜温湿度条件下易滋生霉菌。在霉菌及其毒素的共同作用下,梨树叶表皮组织结构被破坏,形成大小不等的被害斑,而梨果果面上的蜜露,在被霉菌附生后,则往往形成污斑,严重降低果实等级^[6-7]。李大乱等^[8]报道了蜜露的主要成分,包括水、单糖、多糖、蛋白质、氨基酸、微量元素及杂质等。张翠瞳等^[6]鉴定了蜜露上的附生霉菌,主要是链格孢菌(*Alternaria alternata*)和枝孢菌(*Cladosporium* spp.),二者占 90%以上,这其中造成危害的主要是链格孢菌及其毒素。

2 中国梨喀木虱发生规律

中国梨喀木虱在我国按不同地域,每年可发生 2~6 代,在特殊年份,由于出蛰早、越冬晚,则会发生 7 代^[9]。以冬型成虫在树皮裂缝、落叶和杂草中越冬,越冬成虫出蛰后多产卵于梨树叶痕处和果台上,以后各代产卵于叶柄纵槽、叶脉凹沟、叶缘齿间和嫩梢端部茸毛内。第

Research Progress of Oleuropein in *Olea europaea* L.

XIE Bixiu¹, MA Jianying¹, LIU Teng¹, HE Qiang¹, YANG Zeshen², ZHU Huarong¹

(1. Meishan Vocational and Technical College, Meishan, Sichuan 620020; 2. Liangshan Zhongze New Tech Development Co. Ltd., Xichang, Sichuan 615000)

Abstract: *Olea europaea* L. is rich in various functional components. In this paper the characteristics of contents, extraction and separation, analysis and identification, biological activity of oleuropein in *Olea europaea* were introduced, in order to provide a reference for the further development and utilization.

Keywords: *Olea europaea* L.; oleuropein; extraction and separation; analysis and identification; biological activity