

sine in stroma of *Cordyceps* sp. by capillary zone electro-phoresis (CZE) [J]. *J Biosci Bioeng*, 2002, 94 (4): 371-374.

[4] Zweier J L. Measurement of superoxide-derived free radicals in the reperfused heart [J]. *Biol Chem*, 1988, 26 (3): 1353-1357.

[5] Wang X P, Ma M X, Shuang S M, et al. Determination of druggery in Rhubarb and the content in loop dextrin by TLC [J]. *Anal Chem* (分析化学), 2002, 31 (1): 98-100.

[6] Ling J Y, Zhang C K, Sun Y J, et al. Study on the nucleotides in *Cordyceps kyushuensis* [J]. *Anal Chem* (分析化学), 2003, 31 (1): 123-125.

[7] Liang Q, Davis P A, Thompson B H, et al. High-

performance liquid chromatography multiplex detection of two single nucleotide mutations associated with hereditary hemochromatosis [J]. *J Chromatogr B: Biomed Sci Appl*, 2001, 745 (1): 265-270.

[8] Liu H, Pan G X, Gao X M, et al. Detecting the content of glycoside in Chinese silkvine bark by HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35 (4): 578-579.

[9] Kvalheim O M, Liang Y Z. Heuristic evolving latent projections; resolving two-way multicomponent data. Part 1. Selectivity, latent projective graph, datascope, local rank and unique resolution [J]. *Anal Chem* (分析化学), 1992, 6 (4): 936-938.

表面活性剂对大黄总蒽醌提取率的影响

韩 刚, 史国友, 孙海燕*, 王炳强*, 安 晋*

(华北煤炭医学院 药理学系, 河北 唐山 063000)

大黄具有清热解毒、抗菌消炎、泻热通肠等功效。其主要化学成分为结合和游离的大黄酸、大黄酚、大黄素、大黄素甲醚和芦荟大黄素等蒽醌类化合物。游离蒽醌难溶于水, 溶于乙醇、氯仿和乙醚等有机溶剂。结合蒽醌易溶于水和乙醇, 难溶于氯仿和乙醚等有机溶剂。大黄总蒽醌的提取多采用 70%~80% 乙醇回流提取^[1,2], 但所使用的乙醇体积分数高, 回收耗能高。利用表面活性剂能够提高姜黄中姜黄素提取率^[3], 因此本实验研究了不同表面活性剂对大黄中总蒽醌提取率的影响, 结果表明十二烷基硫酸钠(SDS)可大幅度提高大黄中总蒽醌的提取率。

1 仪器与试剂

AE-240S 十万分之一电子天平(瑞士梅特勒); THZ-82 气浴恒温振荡器(江苏金坛市医疗仪器厂); TU-1800 紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器公司)。

1,8-二羟基蒽醌对照品(中国药品生物制品检定所, 供测定用); 表面活性剂为化学纯(浙江黄岩人民化工厂); 其余试剂均为分析纯; 实验用水均为去离子水。大黄饮片购自唐山市药材采购供应站, 批号 040306, 经鉴定为掌叶大黄 *Rheum Palmatum* L.。

2 方法与结果

2.1 大黄粉末的制备: 取大黄饮片于烘箱中 60 ℃ 干燥 24 h, 粉碎至全部通过 20 目筛备用。

2.2 标准曲线的制备: 精密称取干燥后的 1,8-二

羟基蒽醌 2.5 mg, 置于 25 mL 量瓶中, 以 0.5% 醋酸镁甲醇溶液为显色剂定容。分别准确量取该溶液 0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 于 10 mL 量瓶中, 0.5% 醋酸镁甲醇溶液定容。以 0.5% 醋酸镁甲醇溶液为参比, 于 510 nm 波长下测定吸光度(A)值^[4], 回归得标准曲线 $A = 32.74 C + 0.013 5$, $r = 0.999 9$, 线性范围为 5~25 μg/mL。

2.3 提取方法和提取溶剂的选择: 精密称取大黄粉末 0.5 g 于比色管中, 准确加入提取溶剂 10 mL, 浸泡 30 min, 35 ℃ 气浴恒温振荡器中振荡 30 min, 静置 2 min, 迅速用 0.45 μm 微孔滤膜滤过。准确量取续滤液 0.5 mL 于具塞试管中, 沸水浴挥去乙醇, 加入 1.5 mL 蒸馏水, 加入 0.5 mL 40% 三氯化铁水解 20 min, 再加入 0.2 mL 稀盐酸沸水浴 30 min, 水浴蒸干。加水 2 mL, 用乙醚萃取 3 次, 至醚层无色。合并乙醚萃取液, 转入量瓶中, 水浴挥干乙醚, 残渣用 0.5% 醋酸镁甲醇溶液定容。于 510 nm 波长下测量 A, 按照提取率 = 总蒽醌质量/药材质量 × 100%, 计算总蒽醌提取率。见表 1。结果显示: 70% 乙醇提取率最高。以 70% 乙醇的提取率为相对标准 100%, 选定 40% 乙醇为提取溶剂, 此工艺条件下总蒽醌提取率相对 70% 乙醇的提取率为 49.2%, 提取率适中, 以便考察表面活性剂对提取率的影响。以 40% 乙醇为溶剂, 考察加入不同的表面活性剂对总蒽醌提取率的影响。

2.4 表面活性剂的选择: 以 40% 乙醇为溶剂, 加入

收稿日期: 2004-12-18

作者简介: 韩 刚(1957—), 男, 河北唐山人, 教授, 硕士生导师, 主要从事中药有效成分提取分离及药物新剂型的研究。

Tel: (0315) 3807977 E-mail: YXXHG@163.com.cn

* 华北煤炭医学院药理学系 2000 级实习生

表1 不同体积分数乙醇对总蒽醌提取率影响
Table 1 Effect in different alcohol concentration on extracting rate of anthraquinone

提取溶剂	总蒽醌提取率/%	提取溶剂	总蒽醌提取率/%
去离子水	0.51	60%乙醇	1.79
20%乙醇	0.67	70%乙醇	2.95
40%乙醇	1.45	95%乙醇	2.15

质量浓度为0.2%的不同表面活性剂,测定总蒽醌提取率,见表2。结果表明SDS对大黄总蒽醌提取率影响最大。

2.5 不同质量分数SDS对提取率的影响:以40%乙醇为提取溶剂,分别加入不同质量分数的SDS,测定提取率,见表3。提取率的增加幅度是以70%乙醇提取率为相对标准(100%),考察加入不同质量分数的SDS后相对提取率的增加值,结果表明0.8% SDS提取率增加幅度最大。

表2 表面活性剂对提取率的影响

Table 2 Effect of surface active agent on extracting rate

表面活性剂	总蒽醌提取率/%
聚山梨酯85	1.28
聚山梨酯80	1.31
十二烷基硫酸钠(SDS)	1.63
十二烷基磺酸钠	1.56
司盘40	1.31

表3 加入不同质量分数SDS对提取率的影响

Table 3 Effect of SDS concentration on extracting rate

SDS/%	总蒽醌提取率/%	增幅/%
0.0	1.38	—
0.2	1.66	9.5
0.4	1.80	14.20
0.6	1.88	16.95
0.8	1.98	20.33
1.0	1.92	18.31

2.6 SDS对游离与结合蒽醌提取率的影响:以40%乙醇为提取溶剂,精密量取0.5 mL续滤液,乙醚萃取至无色,合并乙醚萃取液,浓缩液置5 mL量瓶中,挥去乙醚,0.5%醋酸镁甲醇显色,测定游离蒽

醌提取率。精密量取0.5 mL于具塞试管中,测定总蒽醌的提取率。以总蒽醌提取率减去游离蒽醌提取率即为结合蒽醌提取率。见表4。

表4 SDS对游离和结合蒽醌提取率的影响

Table 4 Effect of SDS on extracting rate of free and conjugated anthraquinone

SDS/%	存在状态	总蒽醌提取率/%
0.0	总蒽醌	1.31
	游离型	0.72
	结合型	0.59
0.8	总蒽醌	1.96
	游离型	1.09
	结合型	0.87

3 讨论

表面活性剂在溶液中形成临界胶束,对难溶性药物产生增溶作用,因此可以提高大黄中总蒽醌的提取率。不同的表面活性剂对不同分子结构的难溶物质增溶作用不同。大黄中的游离蒽醌极性弱,不溶于水,易溶于氯仿、乙醇、乙醚等有机溶剂,结合蒽醌极性较强,易溶于水。实验结果表明:SDS对游离与结合蒽醌均有增溶作用。

SDS可以增加大黄中总蒽醌提取率,降低提取溶剂乙醇的体积分数,降低提取成本,因此本方法有较高的实用价值。

References:

- [1] Huang Y. Orthogonal test for effect of water and alcohol extracting process to anthraquinone content in *Radix et Rhizoma Rhei* [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2003, 25 (4): 273-276.
- [2] Zhang Y H. Researching the condition that can effect the content of extracting anthraquinone in *Radix et Rhizoma Rhei* [J]. *J Lanzhou Med Coll* (兰州医学院学报), 1996, 22 (2): 27-29.
- [3] Han G, Han X C, Zhang W G. Study on applying surface active agent to increase extractive rate of curcumin [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2004, 26 (4): 577-579.
- [4] *British Pharmacopoeia* [S]. Vol 1. 1993.

一步提取山楂中总黄酮和熊果酸的工艺研究

杨万运, 殷殿书, 蒋建兰*, 元英进

(天津大学化工学院 制药工程系, 天津 300072)

山楂为药食两用中药, 广泛用于治疗消化不良、高血脂、冠心病等症。主要含黄酮类和三萜类等有效

收稿日期: 2004-12-30

作者简介: 杨万运(1976—), 男, 陕西富平人, 硕士研究生, 2000年毕业于天津大学生物化工专业, 研究方向为药物制剂、药物分析、中药现代化研究。E-mail: yangwanyun@eyou.com

* 通讯作者 蒋建兰 Tel: (022) 27400388 E-mail: jiang0202@126.com