

定的要求,采用此色谱条件能达到 Cur I、Cur II、Cur III 的良好分离。

References:

[1] Rasmussen C A simple and efficient separation of the curcumin, the antiprotozoal constituents of *Curcuma longa* [J]. *Planta Med*, 2000, 663:96.  
 [2] Li J M, Yang H P, Liu S Q, et al. Inhibition of human endothelial cell line by curcumin and its derivatives [J]. *Chongqing Med J* (重庆医学), 2002, 31 (9): 804-805.

[3] Yang H P, Li J M, Tang C L, et al. Role of active components of curcumin in anti-angiogenesis *in vitro* [J]. *Acta Acad Med Mil Tert* (第三军医大学学报), 2005, 27 (11): 1068-1070.  
 [4] Wang Y J, Pan M H, Cheng A L, et al. Stability of curcumin in buffer solutions and characterization of its degradation products [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 1997; 15 (12): 1867-1876.  
 [5] Wang Q, Metabolism of curcumin [J]. *Chin Pharmacol Bull* (中国药理学通报), 2003, 19 (10): 1097-1100.

## 微波辅助萃取槐米中芦丁工艺条件的探讨

董庆洁, 邵仕香, 葛 卿, 缴佩佩

(天津理工大学生物与化学学院, 天津 300191)

芦丁是豆科植物槐树 *Sophora japonica* L. 的花蕾即槐米中提取的植物原料药。槐米含芦丁约 10%~28%。芦丁具有维生素 P 样作用,可防治毛细血管发脆而引起的出血症,用于高血压的辅助治疗;具有抗毛细血管脆性和异常的透过性作用。

微波辅助提取(microwave-assisted extraction)具有快速、高效、安全、节能等优点,提取时间极短,设备简单,投资较少,无污染,具有绿色化学概念。因此本试验利用微波萃取技术辅助提取槐米中的芦丁,提取效果增大,用时缩短。

### 1 仪器与试剂

格兰仕家用微波炉 PW700 型(改装,顶部开口加回流冷凝装置),普通家用粉碎机,Agilent1100 型液相色谱仪(美国)。槐米(天津中药批发有限公司),95%乙醇(天津大学科威公司)。

### 2 方法与结果

2.1 萃取工艺:将槐米用家用粉碎机打碎,用天平称量每 50 g 一组,加入 1 000 mL 95%乙醇浸泡后进行微波辐射。然后抽取滤液进行蒸馏,蒸出乙醇。当蒸馏液剩余约 250 mL 时,停止蒸馏。采用 HPLC 法分析产品中芦丁的量。

#### 2.2 HPLC 法分析芦丁<sup>[1]</sup>

2.2.1 色谱条件:Zebras C<sub>18</sub>柱(150 mm×4.6mm, 5 μm);流动相:甲醇-水(40:60);体积流量:0.4 mL/min;柱温:(32±1)℃;检测波长:254 nm;进样量:10 μL。

2.2.2 标准曲线的制备:精密称取在 105℃下干燥

至恒重的芦丁 24.5 mg,置 2.5 mL 量瓶中,用无水乙醇溶解,并加至刻度,得 0.980 mg/mL 的芦丁对照溶液。稀释成质量浓度分别为 0.490、0.245、0.123、0.061 mg/mL,进样测定。以峰面积对质量浓度进行线性回归,得到标准曲线工作方程:Y=8 123.3 X+18 425,r=0.987。

2.2.3 芦丁的测定:将样品溶液进行 HPLC 分析,HPLC 图上的芦丁峰面积值代入标准曲线方程,计算产品中芦丁的量。

2.3 槐米中芦丁的测定:采用 HPLC 法测定槐米中的芦丁,结果芦丁的质量分数为 21.97%

2.4 提取率的计算:采用提取率=产品中芦丁的量/原料中芦丁的量×100%表示。

2.5 正交设计试验结果与分析:根据前期试验及关于微波辅助提取的研究经验,选用 L<sub>16</sub>(4<sup>4</sup>)正交试验表,讨论提取液 95%乙醇用量(A)、辐射时间(B)、微波功率(C)及浸泡时间(D)对萃取结果的影响。因素水平见表 1,实验结果及极差分析见表 2。

表 1 因素和水平

Table 1 Factors and levels

水 平	因 素			
	A/mL	B/min	C/W	D/h
1	600	7	280	6
2	800	9	330	12
3	1 000	11	380	18
4	1 200	13	430	24

极差值顺序为:微波功率>辐射时间>浸泡时间>溶剂用量;最佳工艺条件为 A<sub>3</sub>B<sub>2</sub>C<sub>4</sub>D<sub>3</sub>。

收稿日期:2005-11-21

作者简介:董庆洁(1952—),女,副教授,长期从事化学及化学工程教学、科研工作,主持或参与省部级课题 5 项,在国内期刊发表学术论文十余篇。 Tel: (022) 23679645 E-mail: dongqj52@sina.com

表 2 L<sub>16</sub>(4<sup>4</sup>)正交试验设计与结果

Table 2 Design and results of L<sub>16</sub>(4<sup>4</sup>) orthogonal test

试验号	A	B	C	D	提取率/%
1	1	1	1	1	55.08
2	1	2	2	2	81.72
3	1	3	3	3	88.93
4	1	4	4	4	79.01
5	2	1	2	3	78.10
6	2	2	3	4	93.45
7	2	3	4	1	83.97
8	2	4	1	2	52.82
9	3	1	3	4	60.95
10	3	2	4	3	96.61
11	3	3	1	2	79.91
12	3	4	2	1	76.30
13	4	1	4	2	85.78
14	4	2	1	1	68.62
15	4	3	2	4	71.33
16	4	4	3	3	61.85
K <sub>1</sub>	304.74	279.91	256.43	283.97	
K <sub>2</sub>	308.34	340.40	307.45	302.23	
K <sub>3</sub>	313.77	324.14	305.18	325.49	
K <sub>4</sub>	287.58	269.98	345.37	304.74	
极差 R	26.16	70.40	89.92	41.52	
较优水平	3	2	4	3	

2.6 微波萃取与其他方法对比:根据实验取得的优化条件,与采取不同的提取方法<sup>[2]</sup>进行比较,结果见表 3,结果表明微波法萃取时间仅用 9 min,而萃取率也大大增加。

表 3 微波辅助与其他方法的对比

Table 3 Comparison of microwave-assistant to other extracting methods

方法	时间	提取率/%
水煎煮	1.5~2 h	18.51
酸碱煎煮	>12 h	57~76
甲醇回流	>12 h	47.45
乙醇微波萃取	9 min	

### 3 结论

本实验在微波辐射条件下,采用正交试验法对影响提取率的萃取时间、微波功率及不同萃取液等因素进行了讨论,确定了微波萃取的最佳条件对槐米中芦丁的萃取反应进行了比较研究。最佳反应条件为:辐射时间:9 min;微波功率:480 W;原料中槐米与乙醇比为 1:20,提取率为 97.98%。

结果表明:微波辅助提取槐米中的芦丁与传统萃取法比较,不仅使萃取速度显著提高节省能源,而且萃取收率较之要高,是一种很好的提取芦丁的方法。

### References:

- [1] Wang L J, Li J, Zhang L J, et al. An improved method to rutin from *Budo of Sophora japonica* under microwaves. [J]. *J Northeast Fores Univ* (东北林业大学学报); 2003, 31 (3) 36-37.
- [2] Fu Q, Liang M, Chang C, et al. Determination of rutin in *Flor Sophorae* by thin layer chromatography-chemical deviation fluorospectrophotometry [J]. *Chin J Mod Appl Pharm* (中国现代应用药学) 2002, 19 (2) 142-144.

## HPLC 法测定外用应急软膏中黄芩苷

曹继军

(辽东学院医学院,辽宁 丹东 118000)

外用应急软膏主要由黄芩、白芍、丹参、补骨脂、人参、党参、金银花、茯苓等 15 味中药组成,具有消肿止痛,抗感染,促进伤口愈合的功效,用于冻疮, I 度烫伤,手足皲裂等症。方中黄芩为君药,其有效成分为黄芩苷。本实验采用 HPLC 法测定软膏中黄芩苷,方法简便、准确、重现性好。

### 1 仪器与试剂

日本 Shimadzu 公司 LC-10Avp 高效液相色谱仪;Anastar 工作站。

黄芩苷对照品购自中国药品生物制品检定所,批号:715-200010;甲醇为色谱纯;水为二次蒸馏水;

其他试剂均为分析纯;外用应急软膏为威海申威药业有限公司生产。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:CR HPLC Column-C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-水-磷酸 (50:50:0.2);体积流量:0.8 mL/min;检测波长:280 nm;柱温:18 ℃;进样量:10 μL。在上述色谱条件下黄芩苷峰的保留时间约为 20 min,理论板数按黄芩苷峰计大于 3 000。

2.2 线性关系考察:精密称取在 60 ℃减压下干燥 4 h 的黄芩苷对照品 12.12 mg,置 100 mL 量瓶中,