

反相高效液相色谱法测定姜黄素含量

天津市医药科学研究所(300070) 杨企铮* 刘桂敏

摘要 应用反相高效液相色谱法对市售姜黄素试剂中所含姜黄素(curcumin)进行了比较。该方法简单、迅速、分离度好,结果可靠。

关键词 姜黄素 反相高效液相色谱法

姜黄素(curcumin)除了合成之外,目前大多是从姜科植物姜黄 *Curcumin longa L.* 的根茎中所分离得到的天然产物,并且是一类姜黄酚性色素类成分,其中主要含有姜黄素外尚含有去甲氧基姜黄素(demethoxycurcumin)和二去甲氧基姜黄素(bisdemethoxy curcumin)。姜黄素长期以来除了作为化学试剂之外,已广泛应用于食品工业,作为食品添加剂^[1]。另外药用具有较好的抗炎、降血脂、抗氧化等多种药理活性^[2]。作者为了解市售姜黄色素中姜黄素的含量,故对4个样品进行了比较,建立了以反相高效液相色谱的定量方法,得到了满意的结果。

1 仪器、试剂

仪器: 美国Beckman公司黄金系列通用Ⅱ型高效液相色谱仪,包括406泵,166检测器。

试剂: 姜黄素对照品:上海化学试剂三厂(AR);乙腈为色谱纯;水为重蒸馏水;冰醋酸为AR级。

2 色谱条件的选择

美国Beckman公司Ultrasphere-ODS柱[†](4.6×250mm,5μm);流动相:乙腈-水(含9.6%冰醋酸,45:55);流速1ml/min;检测波长:254nm;灵敏度:0.05AUFs。在上述色谱条件下姜黄素的保留值为13.176min。在供试品中姜黄素峰同最邻近的去甲氧基姜黄素峰(保留时间11.810min)达到基线分离,分离度为2.03(见色谱图)。理论塔板数为34625。

3 线性关系与精密度测定

3.1 标准曲线: 精密称取姜黄素对照品5mg置10ml量瓶中,用甲醇溶解,稀释至刻度。吸取0.5ml用甲醇定溶于5ml量瓶中,配制成0.05mg/ml的甲醇溶液。精密进样1、2、4、8μl,以所得姜黄素质谱峰的面积值与进样量(μg)作图,求得回归方程为 $Y = 0.051031X - 0.01064$, $r = 0.9995$ 。峰面积与浓度在50~400μg/ml范围内呈良好的线性关系。

3.2 方法的精密度: 本实验取上述4μl的标液进样,重复8次,分别测定峰面积和保留时间。其结果。峰面积S为0.1817, CV = 1.37%

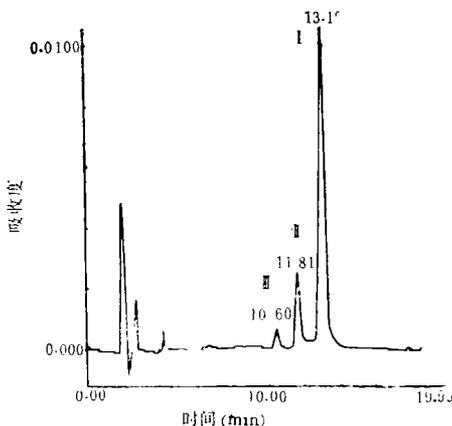


图 供试品色谱图

I-姜黄素 II-去甲氧基姜黄素 III-二去甲氧基姜黄素

(下转第94页)

* Address: Yang Gizheng, Tianjin Institute of Medical and Pharmaceutical Science, Tianjin

证中药资源的永续利用。

4 讨论

样方的数量，直接影响蕴藏量调查的精度。调查所需的样方数 n 与所测得的精度 V 、所要求的精度 P 成下式关系〔周荣汉，等.中药资源学.北京：中国医药科技出版社，1993.16〕。

$$n = V^2/P^2$$

样方的抽样亦有主观取样、系统取样和随机取样等多种方法。

大多数药用植物的分布受坡向、坡度以及海拔高度的影响。由于黑龙江省呼玛县的地势起伏不大，以上探讨蕴藏量调查时只考虑了坡向和坡度因素。如果被调查地区的海拔高度差异较大，明显影响植物的垂直分布时，应考虑海拔高度因素对蕴藏量测定的影响。

在进行出材率测定时，应以各种药用植物的实际可能采收的药用部位量为依据。如黄芩在实际采收时根的量大约为原植物根的量的3/4。另外，应特别注意测定的时间与药材的采收时节相吻合。不同采收时期的出材率往往有很大变化。

正确求得不同坡度地块上的药用植物的蕴藏量，是影响调查精度的另一关键。多数坡度较大的山地上，由于郁闭度相对较低，草本药用植物的分布种类多，密度高。坡度越大，地图面积与实际地表面积相差越大。在求算这些地块上的蕴藏量时，首先应尽可能准确地测得实际地表面积。文中给出的在求算地面积时的实测系数，因人为的坡度级划分可相应地有不同。

年允收量的计算，除了需要准确掌握蕴藏量外，还需掌握被测植物的采收周期（更新周期）。影响采收周期的因素主要是植物自身的生长特性，气候、生态环境等因素占次要地位。另外，实际年允收量，应扣除因交通等原因人们目前无法采收的地块上的蕴藏量。

(1993-12-16收稿)

(上接第76页)

保留时间 S 为0.0395， $CV = 0.799\%$ ；

4 样品的测定

样品用甲醇溶解，分别配制成0.05mg/ml的溶液，经超滤膜滤过，进样4 μ l，测得结果见表。

5 讨论

5.1 本实验流动相中加入一定量的醋酸，对姜黄素起离子抑制作用。

5.2 本实验柱效高，分离效果优于文献方法〔3〕，其中姜黄素与去甲氧基姜黄素和二去甲氧基姜黄素之间达到基线分离。

表 样品测定结果

样 品	批号	姜黄素含量(%)
北京长城食用色素厂	870420	72.14
北京怀柔生化研究所	921025	87.70
邢台新华化工厂	910910	83.37
BDH进口分装(北京采购供应站)	880924	81.28

参 考 文 献

1 凌关庭 等.食品添加剂手册.化学工业出版社, 1986, 236

2 许实波, 等.中草药, 1991, 22(8): 140

3 黑柳正曲 他.药学杂志, 1970, 90(11): 1467
(1994-05-16收稿)