

残留量约为 0.01%,说明壳聚糖作为精制中药水提液的澄清剂是可行的。

参考文献:

[1] 倪健,任天池. 甲壳素用于中药提取液的澄清[J]. 中草药, 1995, 26(12): 637-638.

[2] 张彤,徐莲英,陶建生,等. 壳聚糖用于单味中药浸提液澄清效果的研究[J]. 中草药, 1999, 30(10): 744-747.

[3] 汪志君. 碱量法测定壳聚糖中的胺基[J]. 化学世界, 1986, (1): 22-23.

[4] 柯火仲,陈庆绸. 线性电位滴定壳聚糖[J]. 化学通报, 1990, (10): 44-47.

4种姜黄属药材挥发油中莪术醇含量比较

谢莹,杭太俊,张正行,安登魁*

(中国药科大学药物分析教研室,江苏南京 210009)

摘要:目的 建立准确测定姜黄属 4种中药材挥发油中莪术醇含量。方法 以高效毛细管柱程序升温气相色谱法测定莪术醇的含量。结果 本法能准确地测定莪术醇的含量,回收率为 101.4%,RSD为 0.4%,还测定了 4种姜黄属药材(温郁金,姜黄,桂莪术,蓬莪术)中莪术醇的含量,发现 4种药材中莪术醇的含量差异显著。结论 为姜黄属药材质量的分析控制提供可行的含量测定方法。

关键词:姜黄属;莪术醇;温郁金;姜黄;莪术;桂莪术

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文献编号: 0253-2670(2001)07-0600-03

Comparison of curcumol contents in essential oil from four species of rhizoma *Curcumae* L.

XIE Ying, HANG Tai-jun, ZHANG Zheng-xing, AN Deng-kui

(Department of Pharmaceutical Analysis, China Pharmaceutical University, Nanjing Jiangsu 210009, China)

Abstract Object To develop a new method for the determination of curcumol in essential oil from rhizoma *Curcumae* L. **Methods** The contents of curcumol were determined by high performance capillary gas chromatography with sequential increase of temperature on a HEWLETT PACKARD 5890A gas chromatograph. **Results** The method can be used to determine curcumol with accuracy at a recovery of 101.4% and RSD of 0.4%. **Conclusion** The present study provided a satisfactory method for the determination of curcumol, and it was found that its contents in four different species (*C. wenyujin*, *C. longa*, *C. aeruginosa*, and *C. kwangsiensis*) were markedly different.

Key words *Curcumae* L.; curcumol; *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling; *Curcuma longa* L.; *Curcuma aeruginosa* Roxb.; *Curcuma kwangsiensis* S. G. Lee et C. F. Liang

姜科(Zingiberaceae)姜黄属(*Curcuma* L.)植物是较为常用的中药。我国有植物 8种,其中有 5种:温郁金 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling,姜黄 *C. longa* L.,莪术 *C. aeruginosa* Roxb.,桂莪术 *C. kwangsiensis* S. G. Lee et C. F. Liang和川郁金 *C. sp.*的根茎作为中药材莪术、郁金或姜黄应用于临床,具有破瘀、行气、消积和止痛的功效;还具有抗癌、抗早孕、抗凝血、抗氧化和保肝等活性^[1]。均富含挥发油,且成分相当复杂,除了莪术醇(curcumol)外还有莪术酮、莪术烯、吉马酮、乌药奥等 20几种成分^[3]。经研究发现,挥发油中抗癌有效成分为莪术醇与莪二酮^[2]。文献报道莪术醇的含量

用气相色谱归一法^[3,4],或薄层扫描法^[5]测定。本实验采用高效毛细管气相色谱法定量测定莪术醇含量并比较了蓬莪术、姜黄、温郁金、桂莪术(《中国药典》2000版规定蓬莪术、桂莪术都为莪术)这 4种药材挥发油中莪术醇含量的差异。该方法简便准确,为药材质量标准的建立提供可行方法。

1 药材

莪术醇对照品购于中国药品生物制品检定所;桂莪术、姜黄购于江苏省药材公司;温郁金、蓬莪术购于江苏省中医院中药房;有机溶媒皆为 AR级。药材经本校生药学教研室程志宏博士鉴定。

2 仪器与色谱条件

气相色谱仪: HEWLETT-PACKARD 5890A; HP-1 色谱柱 (25 m× 0.32 mm ID, 0.52 μm); FID 检测; 载气为 N₂ 气; 柱前压为 50 kPa; 分流比为 1/100; 气化室温度 280 °C; 检测器温度 300 °C; 柱温采用程序升温: 起始温度 125 °C (35 min), 升温速率 40 °C/min, 终止温度 280 °C (10 min)。

采用内标法定量测定莪术醇, 内标物质为正十三烷 对照品溶液 (正十三烷浓度为 0.210 mg/mL, 莪术醇浓度 0.196 mg/mL, 乙酸乙酯溶剂) GC 分析图谱见图 1-A

3 方法学研究

3.1 标准储备液的制备: 对照品储备液: 精密称取莪术醇纯品约 100 mg 置于 100 mL 容量瓶中, 以乙酸乙酯溶解后定容即得。

内标储备液: 精密称取正十三烷约 30 mg 置于 10 mL 容量瓶中, 以乙酸乙酯溶解后定容即得。

3.2 标准曲线的绘制: 精密吸取莪术醇对照品储备液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 置于 10 mL 容量瓶中, 分别加内标储备液 0.3 mL 于容量瓶中, 以乙酸乙酯定容至刻度, 摇匀即得。浓度分别为 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mg/mL 的系列标准液, 分别精密吸取 3 μL 进行气相色谱分析, 以莪术醇与内标色谱峰峰面积比值对供试液的浓度进行线性回归。测定结果在 0.1~0.5 mg/mL 范围内, 莪术醇与内标色谱峰峰面积比值 (R) 与供试液的浓度 (C) 有良好的线性关系。线性回归曲线方程为: $R = 8.105C + 0.011$, $r = 0.9996$

3.3 挥发油提取: 取以上 4 种药材适量, 粉碎至粉末状, 称取 5.0 g, 置于 1000 mL 圆底烧瓶中, 加水 400 mL, 按药典附录挥发油测定乙法加乙酸乙酯 2 mL 蒸馏, 提取 2 h 后, 停止加热, 冷却后分取乙酸乙酯层, 再加入乙酸乙酯 2 mL, 重复蒸馏两次, 合并乙酸乙酯层置于 10 mL 容量瓶中, 加内标储备液 0.30 mL 定容到 10 mL, 摇匀。

3.4 含量测定方法: 按《中国药典》2000 版附录毛细管气相色谱法测定莪术醇含量。条件见“仪器与色谱条件”项下。

对照品溶液: 精密移取对照品储备液 2.0 mL, 置于 10 mL 容量瓶中, 精密加入内标 0.3 mL, 用乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀。

样品溶液: 精密称取供试品适量, 按“挥发油提取”项下规定操作。

样品分析: 分别吸取对照品溶液和样品溶液 3 μL 进行 GC 分析, 测定正十三烷和莪术醇的峰面

积, 重复数次。按峰面积, 以内标法计算即得。

3.5 精密密度实验: 精密称取温郁金粉末 5.0 g 4 份, 按含量测定项下操作, 加水 400 mL, 按挥发油测定法 (药典附录 XD 乙法) 加乙酸乙酯 2 mL 蒸馏提取 2 h, 停止加热, 冷却后分取乙酸乙酯层, 再加入乙酸乙酯 2 mL, 重复蒸馏两次, 合并乙酸乙酯层置于 10 mL 容量瓶中, 加内标储备液 0.30 mL 定容到 10 mL 摇匀。取 3 μL 进行气相色谱分析。结果测得温郁金药材样品中莪术醇含量为 0.408 mg/g, RSD 为 1.42%。

3.6 回收率实验: 精密称取已测定莪术醇含量的温郁金粉末 5.0 g 3 份, 加水 400 mL, 再精确加入莪术醇对照品储备液 0.50 mL, 按照含量测定项下步骤进行操作。气相色谱分析结果回收率为 101.4%, RSD = 0.40% (n = 3)。

4 结果与讨论

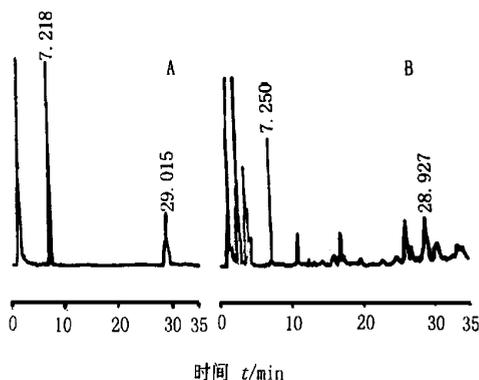
按上述“莪术醇含量测定方法”项下分别测定了 4 种药材中的莪术醇含量。结果如表 1。

表 1 4 种中药材挥发油中莪术醇含量

药材	温郁金	桂莪术	蓬莪术	姜黄
莪术醇含量 (mg/g)	0.408	-	1.774	-
文献报道值 (%) [*]	7.66	4.15	无	2.13

注: - 表示未检测到或含量甚微 * 数值为峰面积归化结果

4 种不同药材中莪术醇的含量差异显著。蓬莪术中含量最高, 而桂莪术和姜黄中几乎不含有莪术醇。可以预见尽管他们都有破瘀、行气、消积和止痛的功效, 但他们的抗癌活性将有显著差异。典型药材挥发油的气相色谱图见图 1-B。



A 莪术醇 t_R 29.0 min
内标 t_R 7.2 min
理论板数 27745
校正因子 0.994

B 温郁金
理论板数 26701
校正因子 1.00

图 1 温郁金气相色谱图

挥发油提取过程中发现, 粉末状药材挥发油得率高于粗颗粒状药材。

另外挥发油的提取过程中, 姜黄属的药材会产

生大量泡沫,严重影响挥发油的提取速率和得率。经过试验,发现颗粒状药材更易产生泡沫,而粉末状药材产生的泡沫会比较少,另外,在提取时增加蒸馏水的量,也可减少泡沫的产生。

经比较,4 h 挥发油的提取较完全。在提取 2 h 后,应将收集管中乙酸乙酯层吸出置于容量瓶中,再加入适量继续提取,最后将 3 次提取的挥发油合并,防止乙酸乙酯层过饱和。

用高效毛细管柱气相色谱程序升温法分离姜黄属植物根茎挥发油结果较为理想。实验选用的内标为正十三烷,因为在此气相色谱条件下,正十三烷在 7 min 左右出峰,不受样品峰的干扰。

中药材蓬莪术、桂莪术、郁金与姜黄均来源于姜科姜黄属多种植物的根茎和块根。入药部位郁金多

为块根,莪术主要用主根茎而姜黄主要用侧根茎^[1]和块根。这样就造成 1 种药材有数种植物来源,由于种间化学成分不同,品质相差较大。为了保证中药质量和合理用药,建议临床用药时根据药材中有效成分的含量确定。

参考文献:

[1] 许洪霞,郑淑沈,左士贤,等. 温莪术抗肿瘤有效成分的研究 [J]. 中草药通讯, 1979, 10: 433-437.

[2] 中国医学科学院药物研究所编辑. 中草药现代研究 [M]. 北京: 中国医科大学中国协和医科大学联合出版社, 1992.

[3] 方洪钜,余竟光,陈毓亨,等. 我国姜黄属植物的研究 II [J]. 药学报, 1982, 17(6): 441-446.

[4] 陈毓亨,方洪钜,余竟光,等. 我国姜科药用植物的研究 [J]. 中药材, 1986, 4: 20-24.

[5] 梁文法. 莪术挥发油研究 II. 薄层扫描法测定温莪术挥发油中莪术醇和莪二酮的含量 [J]. 药物分析杂志, 1985, 5(3): 136-138.

正交试验法优选从豆制品下脚料中提取大豆皂苷的工艺

陈燕军,张毅贞,卢汝梅,戴航,李健*,迟嘉松*

(广西中医学院,广西 南宁 530001)

摘要: 目的 优选从豆制品下脚料中提取大豆皂苷的最佳提取工艺条件。方法 通过正交试验,以紫外分光光度法测定总皂苷含量为指标,对提取工艺进行考察。结果 影响回流提取的主要因素为乙醇浓度;影响渗漉提取的因素依次为乙醇浓度、溶媒量和渗漉速度。结论 最佳提取工艺条件为 8 倍量 60% 乙醇,热回流 1 次 2.5 h

关键词: 豆制品下脚料;大豆皂苷;提取工艺;正交设计;紫外分光光度法

中图分类号: TQ 461 文献标识码: B 文章编号: 0253- 2670(2001)07- 0602- 03

Optimization of processes for recovery of soyasaponins from bean product waste by orthogonal design

CHEN Yan-jun, ZHANG Yi-zhen, LU Ru-mei, DAI Hang, LI Jian, CHI Jia-song

(Guangxi University of TCM, Nanning Guangxi 530001, China)

Abstract Object To optimize the process for the recovery of soyasaponins from bean product waste. **Methods** Conditions for the recovery were studied by orthogonal design guided by the yield of soyasaponins as determined by UV absorbance. **Results** The most influential factor in the recovery by refluxing was the concentration of alcohol; while in the recovery by percolation the influential factors were in the order of concentration of ethyl alcohol, amount of alcohol used and the rate of percolation. **Conclusion** The optimal recovery process was found to be a single reflux with eight times of 60% alcohol for 2.5 h.

Key words bean product waste; soyasaponins; extraction process; orthogonal design; ultraviolet spectrophotometry

黄大豆为豆科植物大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 的种皮黄色的种子,富含蛋白质、脂肪及碳水

化合物,尚含胡萝卜素、维生素及烟酸等,并含异黄酮类、皂苷类。在脱脂的大豆粉中,皂苷含量约

* 收稿日期: 2000-09-14
基金项目: 广西壮族自治区卫生厅 1999 年青年基金课题
作者简介: 陈燕军 (1970-)女,湖南长沙人,现为 中国中医研究院中药研究所 2000 级博士,主要研究方向: 中药新制剂的开发与研制。
* 广西中医学院药理学系 2000 届本科毕业生