

# 不同炮制因素对温郁金中姜黄素 和吉马酮含量的影响

石典花, 孙立立\*, 张军, 苏本正  
(山东省中医药研究院, 济南 250014)

**[摘要]** **目的:**考察不同炮制因素对温郁金中姜黄素和吉马酮含量的影响。**方法:**采用 HPLC 法测定温郁金及不同炮制品中姜黄素和吉马酮的含量。姜黄素的色谱条件 Lichrospher ODS C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水(5% 冰醋酸)(45:55), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 262 nm, 柱温室温。吉马酮的色谱条件 Lichrospher ODS C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水(75:25), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 210 nm, 柱温为室温。**结果:**不同炮制因素对温郁金饮片中姜黄素和吉马酮含量影响不一, 其中姜黄素含量为生拌醋品 > 生品 > 清炒拌醋品 = 醋炙品 > 清炒品; 吉马酮含量为生拌醋品 > 生品 = 清炒拌醋品 > 清炒品 > 醋炙品。**结论:**加醋可促使姜黄素和吉马酮溶出, 加热可使其降低。

**[关键词]** 温郁金; 姜黄素; 吉马酮; 高效液相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)11-0112-04

**[doi]** 10.11653/syfyj2013110112

## Effect of Different Processing Factors on Content of Curcumin and Germacrone in *Curcuma wenyujin*

SHI Dian-hua, SUN Li-li\*, ZHANG Jun, SU Ben-zheng  
(Shandong Academy of Chinese Medicine, Ji'nan 250014, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate the effect of different processing factors on content of curcumin and germacrone in *Curcuma wenyujin*. **Method:** The content of curcumin and germacrone in *C. wenyujin* and different processed products were determined by HPLC. The chromatographic conditions of curcumin: the column was Lichrospher ODS C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); the mobile phase was acetonitrile and water (5% glacial acetic acid) (45:55); the flow rate was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; the detection wavelength was 262 nm. The column temperature was room temperature. The chromatographic conditions of germacrone: the mobile phase was acetonitrile and water (75:25); the detection wavelength was 210 nm; the column, flow rate and column temperature were the same to the chromatographic conditions of curcumin. **Result:** Different processing methods had different influence on the content of curcumin and germacrone in *C. wenyujin*, the content of curcumin in descending order was *C. wenyujin* mixed with vinegar > *C. wenyujin* > *C. wenyujin* mixed with vinegar after baking = *C. wenyujin* stir-baked with vinegar > *C. wenyujin* stir-baked; the content of curcumin in descending order was *C. wenyujin* mixed with vinegar > *C. wenyujin* = *C. wenyujin* mixed with vinegar after baking > *C. wenyujin* stir-baked > *C. wenyujin* stir-baked with vinegar. **Conclusions:** Adding vinegar can promote curcumin and germacrone dissolve out, but heating can reduce their content.

**[Key words]** *Curcuma wenyujin*; curcumin; germacrone; HPLC

**[收稿日期]** 20120817(008)

**[基金项目]** 《山东省中药炮制规范》2012 年版标准研究

**[第一作者]** 石典花, 助理研究员, 从事中药炮制研究, Tel: 0531-82949829, E-mail: shidianhua@yahoo.com.cn

**[通讯作者]** \* 孙立立, 研究员, 从事中药炮制研究, Tel: 0531-82949829, E-mail: xingerx@163.com

郁金为姜科植物温郁金、姜黄、广西莪术或蓬莪术的干燥块根,具有活血止痛、行气解郁、清心凉血、利胆退黄的功效,临床常用于胸肋刺痛,热病神昏、癫痫发狂,血热吐衄,黄疸尿赤<sup>[1]</sup>。现代研究表明,郁金在保肝利胆、抗肿瘤及降血脂等方面作用突出。郁金主要化学成分为姜黄素类、挥发油、多糖及其他无机盐<sup>[2]</sup>。姜黄素为郁金中主要活性成分之一,为降血脂、抗氧化、抗炎的主要有效成分<sup>[3]</sup>,是郁金质量的主要评价指标之一。吉马酮具有抗肿瘤的生理活性<sup>[4,6]</sup>,也是郁金药材主要评价指标之一<sup>[7,9]</sup>。郁金自古至今有多种不同的炮制方法,沿用至今以醋炙法为主,但目前对郁金炮制的相关研究报道较少。为考察单纯加醋、单纯加热以及加醋和加热的顺序不对温郁金中姜黄素和吉马酮含量的影响,课题组制备了醋炙温郁金、清炒温郁金、清炒拌醋温郁金以及生拌醋温郁金,并采用高效液相法测定生品及不同炮制品中姜黄素和吉马酮的含量,以期明确影响温郁金中姜黄素和吉马酮含量的炮制因素,为进一步探讨郁金的炮制原理提供数据支持。

## 1 材料

Waters 2695 高效液相色谱仪, Waters 2996 DAD 检测器, B3200S-T 型超声机(上海必能信超声有限公司), 瑞士 METTLER XS205 型 DU10<sup>-5</sup> 电子天平, MILLI-Q 型超纯水纯化系统。

温郁金饮片由安徽沪谯中药饮片厂提供,由山东省中医药研究院中药资源研究室林慧彬研究员鉴定为温郁金 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling 的饮片,醋温郁金饮片为实验室按照优选的最佳醋炙工艺自制;清炒温郁金、清炒拌醋温郁金、生拌醋温郁金均为最佳工艺条件下缺少相应炮制因素制得;姜黄素对照品(批号 0823-9802,供含量测定用),吉马酮对照品(批号 111665-200902,供含量测定用)购自中国药品生物制品检定所;乙腈(色谱纯,天津四友),水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 姜黄素的含量测定**<sup>[10]</sup> 取温郁金粉末 2.0 g,及相当于生品 2.0 g 的醋炙温郁金、清炒温郁金、清炒拌醋温郁金及生拌醋温郁金饮片粉末,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,密塞,称定质量,超声提取 30 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,离心,精密量取上清液 25 mL,低温回收,残渣加适量甲醇溶解,并定容于 5 mL 量瓶中,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。以文献所用色谱条件进行测定,计算各样品中

姜黄素的含量,测定结果见表 1。

表 1 不同炮制方法温郁金饮片中姜黄素的含量 %

样品	姜黄素
温郁金	0.046
醋炙温郁金	0.039
清炒温郁金	0.036
清炒拌醋温郁金	0.039
生拌醋温郁金	0.050

## 2.2 吉马酮的含量测定

**2.2.1 色谱条件** Lichrospher ODS C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈-水(75:25),流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 210 nm,柱温室温。理论板数按吉马酮峰计算不低于 4 000。

**2.2.2 检测波长的选择** 通过 DAD 检测器检测,吉马酮对照品与温郁金供试品溶液在 210 nm 均有最大吸收,故选定检测波长为 210 nm。

**2.2.3 对照品溶液的制备** 精密称取吉马酮对照品 6.20 mg,置 50 mL 量瓶中,加甲醇溶解并定容至刻度,作为吉马酮对照品溶液储备液,精密量取对照品储备液 1 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得 0.012 4 g·L<sup>-1</sup> 吉马酮对照品溶液。

**2.2.4 供试品溶液提取条件的选择** 精密称取温郁金饮片粉末 1.0 g,分别置具塞锥形瓶中,分别精密加入甲醇、乙醇 25 mL,称定质量,不同提取方法见表 2,提取后称重,分别以相应的提取溶剂补足减失的质量,滤过,弃去初滤液,取续滤液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,作为供试品溶液 1~6。在上述色谱条件下,精密吸取供试品溶液 1~6 各 10 μL,分别注入液相色谱仪,测定,结果各提取方法吉马酮均能达到基线分离。测定结果见表 2。

表 2 不同提取方法测定

No.	提取溶剂	提取方法	吉马酮/%
1	甲醇	浸渍 10 h	0.026
2	乙醇	浸渍 10 h	0.024
3	甲醇	超声 30 min	0.025
4	乙醇	超声 30 min	0.021
5	甲醇	浸渍 10 h 后超声 30 min	0.026
6	乙醇	浸渍 10 h 后超声 30 min	0.025

结果表明,相同提取方法以甲醇为提取溶剂的样品测得吉马酮的含量均高于以乙醇为提取溶剂的样品,但甲醇浸渍、超声及先浸渍后超声的提取方法对吉马酮的含量基本无影响,为简便,选用直接用甲醇超声提取 30 min 作为本品的提取方法。

**2.2.5 供试品溶液的制备** 取温郁金饮片粉末 1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇

25 mL, 密塞, 称定质量, 超声提取 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 作为温郁金饮片供试品溶液。

**2.2.6 系统适应性试验考察** 在上述色谱条件下, 精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定。结果表明, 供试品溶液中吉马酮色谱峰与相邻峰的分离度为 2.46, 5.85, 达到基线分离, 且保留时间适中。对照品的保留时间和峰形与供试品均一致。因此该分析方法可行。对照品和供试品 HPLC 图谱见图 1, 2。

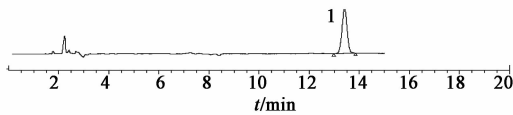


图 1 吉马酮对照品 HPLC 图谱

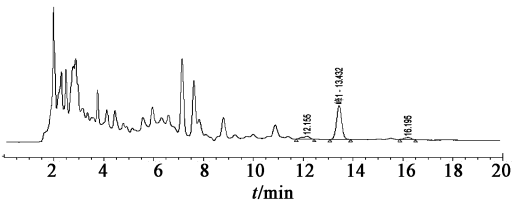


图 2 温郁金 HPLC 图谱

**2.2.7 线性关系考察** 精密吸取吉马酮对照品溶液储备液 4, 8, 10, 12, 16, 20 μL, 注入液相色谱仪测定, 以吉马酮对照品进样量(μg)为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为  $Y = 2\ 931\ 373.11X - 16\ 509.14$  ( $r = 0.999\ 9$ )。结果表明, 在上述色谱条件下, 吉马酮进样量在 0.049 6 ~ 0.248 μg 与峰面积值呈良好的线性关系。

**2.2.8 精密度试验** 在上述色谱条件下, 精密吸取对照品溶液(0.012 4 g·L<sup>-1</sup>)和供试品溶液各 10 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定, 对照品溶液和供试品溶液各测定 5 次, 结果吉马酮对照品峰面积的 RSD 0.92%, 温郁金供试品吉马酮峰面积的 RSD 0.81%, 表明精密度良好。

**2.2.9 稳定性试验** 在上述色谱条件下, 精密吸取对照品溶液和温郁金供试品溶液各 10 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定, 然后每隔 6 h 测定 1 次, 考察 12 h, 再于 24, 48 h 各考察 1 次。结果吉马酮对照品峰面积的 RSD 0.96% ( $n = 5$ ), 温郁金供试品中吉马酮峰面积的 RSD 1.16% ( $n = 5$ ), 表明对照品和温郁金供试品溶液至少在 48 h 内测定结果稳定。

**2.2.10 重复性试验** 取温郁金饮片粉末约 1.0 g, 精密称定, 共 5 份, 照供试品溶液制备方法制备供试

品溶液, 在上述色谱条件进行含量测定, 测得温郁金中吉马酮的平均含量为 0.025%, RSD 2.83%, 说明本方法重复性良好。

**2.2.11 回收率试验** 采用加样回收法试验。取已知吉马酮含量的温郁金(吉马酮的含量为 0.025%)粉末约 0.5 g, 精密称定, 共称取 6 份, 分别置具塞锥形瓶中, 各分别加入一定量的吉马酮对照品, 按供试品制备方法制成供试品溶液, 并按含量测定方法进行测定, 结果吉马酮平均回收率为 98.73% ( $n = 5$ ), RSD 2.41%。说明该测定方法测定结果准确。

**2.2.12 含量测定** 取温郁金 1.0 g, 及相当于生品 1.0 g 的醋炙温郁金、清炒温郁金、清炒拌醋温郁金及生拌醋温郁金饮片粉末, 精密称定, 照供试品溶液制备项下分别操作, 制成供试品溶液。在上述色谱条件下, 精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定, 并计算各样品中吉马酮的含量, 测定结果见表 3。

表 3 不同炮制方法温郁金饮片中吉马酮的含量测定 %

样品名称	吉马酮
温郁金	0.025
醋炙温郁金	0.021
清炒温郁金	0.023
清炒拌醋温郁金	0.025
生拌醋温郁金	0.027

### 3 讨论

不同炮制方法对温郁金饮片中姜黄素含量影响不一, 其中生拌醋品 > 生品 > 清炒拌醋品 = 醋炙品 > 清炒品, 此结果说明单纯加热可使温郁金中姜黄素含量降低, 单纯加醋可使其含量增加, 先加热再加醋与先加醋再加热对温郁金中姜黄素含量的影响无明显差异, 且均高于清炒温郁金中姜黄素含量, 由此研究结果推测, 加热可能破坏姜黄素的结构使其含量降低, 而醋可增加其溶出, 从而使得其含量增加。不同炮制方法对温郁金饮片中吉马酮含量影响不一, 其中生拌醋品 > 生品 = 清炒拌醋品 > 清炒品 > 醋炙品, 单纯加醋可使吉马酮含量增加, 说明在酸性条件下有助于吉马酮的溶出; 而单纯加热和先加醋再加热均可使吉马酮含量降低, 其中又以醋炙温郁金吉马酮含量最低, 清炒温郁金含量稍高, 但低于生温郁金, 清炒拌醋品与生品相当, 推测应是醋的加入有助于吉马酮的溶出, 而加热可使其挥发, 从而使其含量降低, 清炒品的含量高于醋炙品, 也说明了为何清炒拌醋品与生品的吉马酮含量相当。上述研究结果表明, 醋炙可使温郁金中姜黄素和吉马酮含量降

# HPLC 同时测定黄芪药材中 毛蕊异黄酮葡萄糖苷和黄芪甲苷

宋成英\*, 封加福

(乐山职业技术学院药学系, 四川 乐山 614000)

**[摘要]** 目的:建立同时测定黄芪药材中毛蕊异黄酮葡萄糖苷和黄芪甲苷的方法。方法:采用 HPLC 仪,色谱柱 Waters symmetry C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-水(30:70), 体积流量 1 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 35 °C, 检测波长 260 nm(毛蕊异黄酮葡萄糖苷), 210 nm(黄芪甲苷)。结果:毛蕊异黄酮葡萄糖苷, 黄芪甲苷线性范围分别为 0.391 ~ 9.78, 0.974 ~ 24.3 μg, 平均加样回收率分别为 99.18% (RSD 2.43%), 99.41% (RSD 2.59%)。结论:该方法简单快捷, 可用于黄芪药材中毛蕊异黄酮葡萄糖苷和黄芪甲苷的同时测定, 为含黄芪制剂质量标准的建立提供了参考。

**[关键词]** 高效液相色谱; 黄芪; 毛蕊异黄酮葡萄糖苷; 黄芪甲苷

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)11-0115-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013110115

## Simultaneous Determination of Calycosin-7-O-β-D-glucoside and Astragaloside IV in Astragali Radix by HPLC

SONG Cheng-ying\*, FENG Jia-fu

(Pharmacy Department of Leshan Vocational & Technical College, Leshan 614000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a method for simultaneously determining calycosin-7-O-β-D-glucoside and astragaloside IV in Astragali Radix by HPLC. **Method:** HPLC was performed on Waters symmetry C<sub>18</sub> column

**[收稿日期]** 20121231(686)

**[通讯作者]** \* 宋成英, 副教授, 从事中药分析工作, Tel: 18990626206, E-mail: songchengying168@sina.com

低, 因此以姜黄素和吉马酮为主要有效成分进行提取时建议直接用温郁金生品, 或在酸性条件下进行提取以提高收率。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 193.
- [2] 刘玉红, 刘倩玲, 李晓亮, 等. RP-HPLC 测定不同基源郁金药材中牻牛儿酮的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(10): 133.
- [3] 徐国钧, 徐珞珊. 常用中药材品种整理和质量研究. 第 1 册[M]. 福州: 福建科学技术出版社, 1994: 350, 360.
- [4] 李敏. 中药材规范化生产与管理(GAP)方法及技术[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2005: 709.
- [5] 许洪霞, 郑淑忱, 左士贤, 等. 温莪术抗肿瘤有效成分

的研究——莪术醇和莪术二酮的分离和鉴定[J]. 中草药通讯, 1979, 10(10): 11.

- [6] 王琰, 王慕邹. 莪术的质量研究[J]. 药学报, 2001, 36(11): 849.
- [7] 李敏, 张娜, 林琪宇. HPLC 测定郁金类药材中的吉马酮和莪术二酮[J]. 华西药学杂志, 2008, 23(1): 105.
- [8] 王建, 刘雯, 张炜, 等. 广西不同产地莪术中吉马酮的含量比较[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(5): 1091.
- [9] 韦相忠, 岳丽, 秦松梅. HPLC 测定广西莪术不同炮制品超微细粉中牻牛儿酮的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(12): 45.
- [10] 石典花, 苏本正, 孙立立, 等. 正交试验法优选郁金醋炙工艺的研究[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(9): 5.

[责任编辑 顾雪竹]