

用柱层析分离方法进行精制。取 60mm × 800mm 玻璃柱, 加硅胶 (薄层层析用, 青岛海洋化工厂生产) 800g, 样品上各盖一片滤纸, 每次加展开剂 10ml 左右, 连续加入至有展开剂流出, 继续淋洗, 每 100ml 点薄层板一次跟踪, 至 B 斑消失。合并含有 B 的淋洗液, 蒸干, 加少量乙醇溶解, 加 5g 硅胶 (薄层层析用, 青岛海洋化工厂生产) 炒干。准备上第二柱层析分离。

细柱层析: 取 30mm × 600mm 层析柱, 加硅胶 (薄层层析用, 青岛海洋化工厂生产) 至柱 2/5, 加入样品, 上下各加入一片滤纸。用滴管向柱中央滴加展开剂, 润湿后再沿柱壁均匀加入展开剂, 至有展开剂流出, 控制流速 1ml/min, 每 30ml 收集一次洗脱液, 进行液相色谱测定, 合并紫丁香甙测定结果为 99% 以上的洗脱液, 结晶后烘干, 即制得紫丁香甙标准品 (纯度 ≥ 99%, 如图 1 所示)。

2.2 表征

2.2.1 熔点的测定

取少量样品, 置于载玻片上, 采用 Mettler FP61 熔点测定仪进行熔点测定, 10 次测定结果范围为: 174.0 ~ 174.5, 与文献值 (174.5) 相符。

2.2.2 红外吸收光谱图解析

经对制得的紫丁香甙标准品的特征吸收峰进行解析 (见表 1), 初步证明分子中存在 -OH、-C-O-C、-CH=CH-、Ar-O-CH₃、-CH₂OH、>CHOH 结构。

2.2.3 质谱 (MS) 定性

经质谱 (MS) 定性确证实验表明, 本品结构图

与文献报导一致。

2.2.4 紫外光谱定性

用乙醇溶解样品, 在紫外分光光度计上于 190 ~ 400 nm 波长范围内进行紫外波长扫描测定。在波长 266.5 nm 处有最大吸收峰, 且成线性, 与文献报导的吸收波长相吻合 (详见图 2)。

2.2.5 核磁共振 (NMR) 定性

进行核磁共振氢谱测定, 根据化学位移确定峰的结构归属, 确证了本品的结构, 核磁共振谱图的基本解析见表 2。

3 结论

对经柱层析、重结晶分离精制所得的紫丁香甙标准品, 采用熔点法、红外光谱法、紫外光谱法、质谱法、核磁共振法等方法进行了表征, 确认该标准品为紫丁香甙纯品。以液相色谱法 (面积归一化法) 进行定量分析, 纯度达 99% 以上。

参考文献

- 1 南京药学院. 中草药学, 1976, 720 ~ 722.
- 2 阴健, 郭力弓主编. 中药现代研究与临床应用第一版. 北京: 学苑出版社, 1993.
- 3 孙文基, 沙振方. 药物分析杂志, 1986, 6(5): 295 ~ 296.
- 4 王剑波等. 第四军医大学学报, 1996, 17(4): 308 ~ 309.
- 5 张保献等. 中国中药杂志, 1994, 19(10): 606 ~ 607.
- 6 乌安珍等. 药物分析杂志, 1993, 13(6): 404 ~ 405.
- 7 杨水新等. 药物分析杂志, 2001, 21(1): 16 ~ 17.

鲜龙眼肉挥发性化学成分的 GC/MS 分析

杨晓红 侯瑞瑞 赵海霞 武汉化工学院制药系 武汉 430073

张平 武汉化工学院分析测试中心 武汉 430073

T6255 A

摘要 利用 GC/MS 技术对鲜龙眼肉的挥发性化学成分进行了分析, 分离出 38 个组分, 鉴定出苯并噻唑、苯并异噻唑、新戊酸 6-苧烯酯等 27 种化合物。

关键词 龙眼肉 GC/MS 挥发性化学成分

Abstract The volatile chemical constituents from fresh Arillus Longan were analyzed by GC/MS. 38 components were isolated. 27 compounds were identified including benzothiazole, benzisothiazole, limonene-6-ol privalate etc.

Key words Arillus Longan GC/MS Volatile component

龙眼肉 (*Arillus Longan*) 为于患子科植物龙眼 (*Dimocarpus Longan* Lour.) 的假种皮。广泛栽培于我国东南部和西南部, 在全国各地均有出售。龙眼肉富含营养, 经常食用有补心益脾, 养血安神, 强魄健体之功效, 自古以来视为珍品^[1]。

龙眼肉中含有葡萄糖、酒石酸、栲精、栲素、丹宁等成分, 近年又从中得到五环三萜类物质龙眼三萜-A、维生素 B₁、B₂、D、C 及 2-氨基-4-甲基-己炔-5-酸、2-氨基-4-羟甲基-己炔-5-酸和 2-氨基-4-羟基-庚炔-6-酸等^[2]。为了进一步研究其化学成分, 从而对其药用价值提供科学依据, 本文利用气相色谱/质谱/计算机联用技术对鲜龙眼肉的挥发性化学成分进行了分析, 分离出 38 个组分, 鉴定出其中 27 种化合物。鲜龙眼肉中挥发性化学成分的研究未见文献报道。

1 材料和方法

1.1 样品来源及挥发性成分的提取

鲜龙眼肉购自武汉市食品超市。将市售新鲜龙眼, 剥壳, 去核后, 常压水蒸气蒸馏约 5h, 蒸出挥发性成分, 馏出液用适量二氯甲烷萃取 3 次, 合并二氯甲烷萃取液, 以高温活化过的无水硫酸钠干燥脱水, 回收二氯甲烷得约 3ml 浓缩液, 密封置于冰箱中待测定。

1.2 挥发性成分的 GC-MS 分析

所用仪器为美国 Finningan Trace GC-MS 联用仪。

气相色谱条件: 5% 二苯基-95% 二甲基硅氧烷毛细管色谱柱 (15m × 0.25mm × 0.25μm), 程序升温: 初温 40℃, 保持 1min, 后以 10℃/min 升到 90℃, 再以 5℃/min 升至 260℃, 最后以 10℃/min 升至 300℃, 保持 5min, 载气为氮气, 流速为 1.5ml/min, 气化室温

表 1 鲜龙眼肉中挥发性化学成分及各成分的相对百分含量(%)

编号	保留时间(min)	化学式	分子量	化合物名称	相对含量(%)
1	4.58	C ₇ H ₅ NS	135	Benzothiazole (苯并噻唑)	5.01
2	4.63	C ₇ H ₅ NS	135	1,2-Benzisothiazole (1,2-苯并异噻唑)	6.08
3	5.09	C ₁₃ H ₂₈	184	n-Tridecane (正十三烷)	0.90
4	5.23	C ₁₁ H ₁₀	142	Naphthalene, 2-methyl- (2-甲基萘)	1.36
5	5.73	C ₁₅ H ₂₄ O ₂	236	Limonen-6-ol, pivalate (新戊酸 6-苧烯酯)	2.55
6	5.79	C ₁₅ H ₂₄	204	1,2,4-Methenoazulene, decahydro-1,5,5,8a-tetramethyl-, [1S-(1α,2α,3αβ,4α,8αβ,9R*)]-(Longicyclene)	0.94
7	5.93	C ₁₄ H ₃₀	198	n-Tetradecane (正十四烷)	11.33
8	6.08	C ₁₅ H ₂₄	204	1,4-Methenoazulene, decahydro-4,8,8-trimethyl-9-methylen-, [1S-(1α,3αβ,4α,8αβ)]-[1S-(1α,3αβ,4α,8αβ)]-4,8,8-三甲基-9-亚甲基-1,4-亚甲撑-十氢萸	6.47
9	6.34	C ₁₄ H ₂₈	196	Cyclohexane, octyl- (正辛基环己烷)	1.12
10	6.51	C ₂₀ H ₄₂	282	Hexadecane, 2,6,10,14-tetramethyl- (2,6,10,14-四甲基-十六烷)	1.15
11	6.55	C ₁₄ H ₂₀ O ₂	220	P-Benzofulnone, 2,6-di-ter-butyl- (2,6-二叔丁基对苯醌)	2.30
12	6.74	C ₁₅ H ₃₂	212	n-Pentadecane (正十五烷)	18.10
13	7.11	C ₁₅ H ₂₄ O	220	Phenol, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methyl- (4-甲基-2,6-二叔丁基苯酚)	1.20
14	7.18	C ₁₅ H ₃₀	210	Nonane, 1-cyclohexyl- (1-环己基壬烷)	2.51
15	7.25	C ₁₅ H ₃₂	212	Tetradecane, 3-methyl- (3-甲基正十四烷)	5.57
16	7.53	C ₁₆ H ₃₄	226	n-Hexadecane (正十六烷)	8.78
17	7.90	C ₁₈ H ₃₈	254	Pentadecane, 2,6,10-trimethyl- (2,6,10-三甲基正十五烷)	2.17
18	7.98	C ₁₆ H ₃₂	224	Cyclohexane, edcyl- (癸基环己烷)	0.11
19	8.17	C ₁₄ H ₁₆	184	Naphthalene, 1-methyl-7-(1-methylethyl)- (1-甲基-7-异丙基萘)	0.30
20	8.33	C ₁₉ H ₄₀	268	Pentadecane, 2,6,10,14-tetramethyl- (2,6,10,14-四甲基十五烷)	1.31
21	8.47	C ₁₄ H ₁₂	180	9H-Fluorene, 9-methyl- (9-甲基-9H-芴)	0.13
22	8.60	C ₁₇ H ₃₆ O	256	1-Hexadecanol, 2-methyl- (2-甲基-1-十六醇)	2.30
23	8.65	C ₁₄ H ₁₆	184	Naphthalene, 1,2,3,4-tetramethyl- (1,2,3,4-四甲基萘)	2.32
24	8.85	C ₁₆ H ₁₄ O ₄	198	2,4,6-Trimethoxybenzyl alcohol (2,4,6-三甲氧基苄醇)	2.34
25	9.01	C ₁₅ H ₁₆	196	1,1'-Biphenyl, 4-(1-methylethyl)- (4-异丙基-1,1'-联苯)	1.30
26	9.58	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278	Dibutyl phthalate (邻苯二甲酸二丁酯)	0.35
27	13.63	C ₂₄ H ₃₄ O ₄	390	Bis(2-ethylhexyl) phthalate (邻苯二甲酸二(2-乙基)酯)	0.15

度为 300℃。

质谱条件: 电离方式 EI, 离子源温度 200℃, 接口温度 200℃, 扫描范围 20~400amu。

各色谱峰对应的质谱图经联用仪的计算机谱库检索并与标准谱图对照进行定性, 各组分的相对含量采用面积归一化法确定。

2 结果与讨论

对鲜龙眼肉的挥发性化学成分及各组分的相对含量分析结果见表 1。

结果表明, 鲜龙眼肉中挥发性物质主要成分是烷烃(11个, 占 53.05%) 芳烃(5个, 占 5.41%), 萜类(3个, 占 9.96%), 杂环类(2个, 占 11.09%), 醇类(2个, 占

4.64%), 酚及醌类(2个, 占 3.50%) 酯类(2个, 占 0.50%)。已鉴定的成分含量占总检出量的 91.3%。

3 结 论

本文首次报道鲜龙眼肉中的挥发性化学成分, 分离出 38 个组分, 鉴定出其中 27 种化合物。鲜龙眼肉中含苯并噻唑、异苯并噻唑、新戊酸 6 苎烯酯等挥发性物质。

参考文献

- 1 王桢. 食物疗法精粹. 山西: 山西科学教育出版社, 1987, 400-402.
- 2 郑虎占, 董泽宏, 余靖. 中药现代研究与应用. 北京: 学苑出版社, 1997, 1394-1404.

微波加热法测定调味料中的水分

马勇 锦州师范学院食品科学系 121013
邵红 沈阳化工学院

T3264 A

摘 要 采用微波加热法测定调味料中的水分, 通过正交设计实验确定了测定条件: 微波加热时间 4~5min, 样品质量 3~4g, 微波输出功率 720W。对同一样品平行测定 7 次, $S=0.37$, $CV=0.036$, 与蒸馏法比较, 无明显差异。

关键词 微波加热 调味料 水分

Abstract The moisture of flavourings was assayed by microwave heating method. Assay conditions were determined through the experiment of orthogonal design: microwave heating time was 4~5min, sample mass 3~4g and microwave power 720w. For the same sample was assayed in seven parallel tests with the result $s=0.37$ and $CV=0.036$. Compared with distillation method, there was no obvious difference.

Key words Microwave heating Flavour material Moisture

在菜肴烹饪和食品加工中使用的各种调味料如花椒、大料、桂皮等, 其储存期、货架期、质量与其水分含量具有密切关系。由于这些辛香调料含有较多的挥发性芳香成分, 因此, 不易使用干燥箱法, 而常采用蒸馏法测定其水分含量^[1]。但是, 在蒸馏法中所用的试剂如苯、甲苯等具有很大的毒性, 对操作者的健康不利, 操作时间也较长。为此, 有必要探寻一种无毒无害、方便易行的测定调味料中水分的方法。本文采用当前新兴的微波加热方法^[2], 对调料进行短时处理, 测定其中的水分含量。通过微波加热法与蒸馏法进行比较, 表明微波加热法具有较高的精密性和准确性, 而且操作简便、节省时间和能量(在几分钟内去除水分), 并可同时分析多个样品。

微波是波长为 1mm~1m、频率为 300~300000MHz 的电磁波, 其方向和大小以每秒数亿次的惊人速度进行周期变化。当物料处于微波场中时, 物料中的极性分子(如水分子)的极性取向就会随外磁场的变化

而变化, 如 915MHz 的微波可使水分子每秒转向 18.3 亿次, 致使物料中分子急剧摩擦、碰撞产生热量, 从而使水分蒸发^[3]。

1 材料与方法

1.1 实验仪器与材料

微波炉(Galanz WD900B 顺德), 水分测定仪, 分析天平, 粉碎机, 干燥器, 称量皿, 桂皮, 大料, 花椒(市售)。

1.2 实验方法

1.2.1 用粉碎机将样品粉碎至 60 目。

1.2.2 将洁净扁形称量皿置于 95~105℃ 干燥箱内干燥至恒重(前后两次重量差不超过 0.2mg)。

1.2.3 准确称取 3~4g 粉碎的调味料, 放入称量皿内, 使样品厚度约为 5mm。

1.2.4 将装有调味料的称量皿置于微波炉内, 调节微波炉输出功率为 720W, 加热 4.5min。然后, 取出称