

文章编号:1674-2869(2011)07-0031-03

# 气相色谱法分析蒙药白头翁多糖的单糖组分

徐秀廷<sup>1</sup>, 赵玉英<sup>2\*</sup>, 顾德昌<sup>1</sup>

(1. 内蒙古民族大学化学化工学院, 内蒙古 通辽 028043;

2. 内蒙古民族大学分析测试中心, 内蒙古 通辽 028043)

**摘 要:**将白头翁多糖经水解和乙酰化处理,采用气相色谱法分析多糖中单糖组分,得到白头翁多糖的单糖组分,白头翁多糖的单糖组分及摩尔比为  $M_{鼠李糖}:M_{阿拉伯糖}:M_{木糖}:M_{甘露糖}:M_{半乳糖}:M_{葡萄糖} = 10.22:2.34:0.45:$

$1.28:2.41:1.82$ . 气相色谱条件:色谱柱为 Thermo TR-5ms,程序升温  $100\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}} 150\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}} 260\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、进样量为  $1\text{ }\mu\text{L}$ ,此检测方法用标准样品的积分面积和内标法分别进行了定量,内标物肌醇的标准曲线回归方程为  $Y=0.446X+0.0575(r=0.9990)$ ,回收率为  $103.04\%$ ,RSD 为  $0.39\%$ .

**关键词:**白头翁;气相色谱;多糖

**中图分类号:**O657.7<sup>+1</sup>

**文献标识码:**A

**doi:**10.3969/j.issn.1674-2869.2011.07.009

## 0 引 言

白头翁 *Pulsatilla chinensis*(Bunge) 是中蒙医常用药材,具有清热解毒、凉血止痢、燥湿杀虫的功效,临床上用于治疗细菌性痢疾、阿米巴痢疾、妇科炎症等,白头翁以及药物植物化学成分的研究较多<sup>[1-4]</sup>,多糖是醛糖和酮糖通过糖苷缩合而成的天然多聚体,广泛存在于高等植物、海藻和微生物中.多糖具有提高免疫力、降血糖、抗凝血、抗辐射、抗肿瘤、抗衰老等多种生物功能,且对机体毒副作用小,是生命有机体必不可少的成分,因此对其研究有着重要的现实意义.白头翁多糖含量的研究已有报道<sup>[5]</sup>,但其组分的研究未见报道.本实验用乙酰化法将多糖水解并进行衍生化,采用气相色谱法分析多糖中各种单糖的种类和组成,为将白头翁开发成为多糖资源和丰富我国多糖资源的植物来源提供实验依据.

## 1 实验器材

### 1.1 仪器

TRACE GC 气相色谱仪(Thermo),Thermo TR-5ms 色谱柱,氮气、氢气纯度均为  $99.999\%$ ,全自动空气源(北京中惠普分析技术研究所),旋转蒸发仪(上海申生科技有限公司).

### 1.2 试剂

葡萄糖、肌醇、D-半乳糖、甘露糖、鼠李糖、D-阿拉伯糖和 D-木糖均为进口分装,硼氢化钠、甲基咪唑、氨水、无水乙醇等均为分析纯.

### 1.3 材料

蒙药白头翁多糖由内蒙古民族大学应用化学研究所提供.

## 2 白头翁多糖的组分分析

### 2.1 各种单糖对照品的制备

精密称取木糖、半乳糖、葡萄糖、甘露糖、阿拉伯糖、鼠李糖约各  $2\text{ mg}$  配成  $1\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  的混合糖液,再配制肌醇  $1\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  溶液,量取混合糖液  $0.2\text{ mL}$ ,依次加入质量分数为  $28\%$  浓氨水  $0.05\text{ mL}$ 、 $0.05\text{ mL}$  肌醇,依次加入少量乙醇、氨水、四氢硼钠混合,在  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  水浴加热  $1\text{ h}$ ,再依次加入冰醋酸  $10\text{ 滴}$ 、1-甲基咪唑  $0.5\text{ mL}$  和乙酸酐  $5.0\text{ mL}$ ,冰浴  $10\text{ min}$ ,取油层,用氮气吹干,用乙酸乙酯溶解,直接进行气相色谱分析.

### 2.2 气相色谱条件选择

**2.2.1 气相色谱柱的老化** 在  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  下老化气相色谱柱,并清洁进样口和检测器,确保检测准确度.

**2.2.2 确定进样口和检测器温度** 选择进样口和检测器温度均为  $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,程序升温设为  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$

$\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}} 150\text{ }^{\circ}\text{C} \xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}} 260\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持  $5\text{ min}$ ,进

收稿日期:2011-03-01

基金项目:内蒙古自然科学基金(2010MS0213)

作者简介:徐秀廷(1954-),男,汉族,副教授.研究方向:新型材料.

\* 通信联系人:赵玉英(1961-),女,蒙古族,河北乐亭人,教授.研究方向:金属有机化学.

样量为 1 μL,不分流,得到的谱图只出现两个明显单峰,说明几种物质不能分开。

2.2.3 程序升温的选择 对氢气流量和载气流量进行重新调整,改变程序升温为 100 ℃  
10 ℃/min→150 ℃  
5 ℃/min→260 ℃,得到的结果,见图 1。

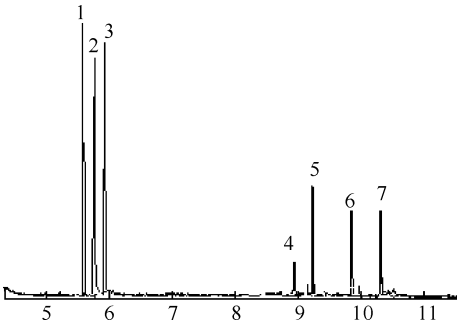


图 1 单糖混合样气相色谱谱图

Fig. 1 GC of the mixture sample of monosaccharide

注:1. 鼠李糖;2. 阿拉伯糖;3. 木糖;4. 肌醇;5. 甘露糖;  
6. 半乳糖;7. 葡萄糖。

由图 1 可见,混合物中的各种单糖组分已经得到分离,该色谱条件可以完成多糖的组分分析。

2.2.4 标准曲线的绘制 以不同进样量进行测量,根据其积分面积与进样量的浓度得到标准曲线的回归方程见表 1。

表 1 各种单糖标准曲线的回归方程及相关系数  
Table 1 The regression equation and related coefficient of standard curve of several different monosaccharide

物质	线性方程	相关系数
肌醇	$Y=0.446X+0.0575$	$R=0.9960$
葡萄糖	$Y=1.452X+0.1272$	$R=0.9983$
半乳糖	$Y=1.452X+0.1272$	$R=0.9983$
鼠李糖	$Y=1.312X+0.3842$	$R=0.9974$
木糖	$Y=2.424X+0.3366$	$R=0.9962$
甘露糖	$Y=3.158X+0.2137$	$R=0.9962$
阿拉伯糖	$Y=2.132X+0.4418$	$R=0.9990$

2.2.5 准确度实验 取单糖乙酰化混合样,进样五次,得到各种单糖的积分面积的 RSD 值分别为: $RSD_{鼠李糖}=0.1901\%$ 、 $RSD_{阿拉伯糖}=0.1842\%$ 、 $RSD_{木糖}=0.1951\%$ 、 $RSD_{肌醇}=0.1908\%$ 、 $RSD_{甘露糖}=0.2675\%$ 、 $RSD_{半乳糖}=0.2425\%$ 、 $RSD_{葡萄糖}=0.1727\%$ ,由此可见准确度良好。

2.3 蒙药白头翁多糖组分的分析

精密称取白头翁多糖约 20 mg 置于试管中,分别加入 2 mol · L<sup>-1</sup> 硫酸 1.0 mL 水解 2 h,多糖水解后其组分主要为单糖。分别在其中加入一定量的肌醇作为内标物,用“2.1”中所述方法对其进行乙酰化处理,并进行气相色谱分析,得到白头翁多糖的单糖气相色谱分析结果,见图 2,将图 3 与图 2 进行对比,得出所对应的物质即白头翁多糖

的单糖组分,根据标准单糖的积分面积和内标物质的积分面积算出各种单糖的摩尔比。

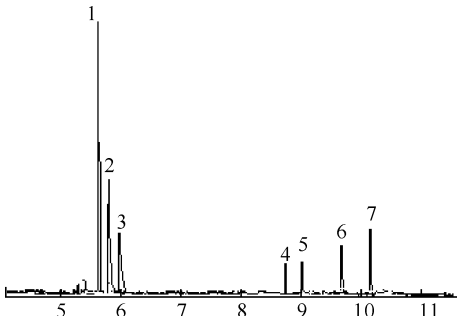


图 2 白头翁多糖的单糖气相色谱谱图

Fig. 2 GC of monosaccharide in *Pulsatilla chinensis* polysaccharide

注:1. 鼠李糖;2. 阿拉伯糖;3. 木糖;4. 肌醇;5. 甘露糖;  
6. 半乳糖;7. 葡萄糖。

2.4 回收率实验

精密吸取 100 μL 混合单糖乙酰酯加入乙酰化的白头翁多糖,进行气相色谱分析,计算回收率及 RSD,结果见表 2。

表 2 各种单糖的回收率及 RSD 值  
Table 2 The recovery and RSD of monosaccharide in *Pulsatilla chinensis* polysaccharide

单糖	加入单糖理论测得面积	白头翁供试品中各单糖测得平均面积	测得面积/理论测得面积	回收率/%	RSD/%
鼠李糖	404.13	632.40	1055.19	101.18	0.72
阿拉伯糖	594.88	187.80	796.53	101.77	0.42
木糖	609.75	32.00	666.89	103.91	0.19
肌醇	160.38	92.80	263.08	103.04	1.10
甘露糖	722.75	74.40	838.36	105.17	0.48
半乳糖	583.75	214.60	815.67	102.17	0.58
葡萄糖	329.13	229	560.25	100.38	0.16

3 结果与讨论

a. 白头翁多糖的单糖组分及摩尔比为  $M_{鼠李糖}:M_{阿拉伯糖}:M_{木糖}:M_{甘露糖}:M_{半乳糖}:M_{葡萄糖}=10.22:2.34:0.45:1.28:2.41:1.82$ 。

b. 本实验的关键在于单糖的乙酰化和气相色谱程序升温条件的选择,该方法的准确度、重现性、回收率均较好,可以推广使用。

c. 本方法得到的数据将白头翁作为多糖资源的开发与利用提供可靠的实验依据,

参考文献:

[1] 张晓琦,石宝俊,李药兰,等.白头翁地上部分的化学成分研究[J].中草药,2005,39(5):651-653.  
[2] 陈凡,刘永红,刘永琼,等,番石榴果芳香浸膏的提取及成分分析[J].武汉工程大学学报,2010,32(12):13-17.

[3] 周霁,向建敏. 高效液相色谱法测定多溴联苯醚含量的研究[J]. 武汉工程大学学报,2008,30(3):18-21.

[4] 周峰,杨建设,杨艺虹,等. 紫外分光光度法测定瑞巴匹特颗粒剂含量[J]. 武汉工程大学学报,2007,29(1):10-12.

[5] 方艳夕,晏明炉,秦梅颂,等. 不同炮制方法对白头翁多糖含量的影响[J]. 中兽医医药杂志,2010(3):14-16.

Component analysis of monosaccharide in polysaccharides for Mongolian Medicine Pulsatilla chinensis by gas chromatography

XU Xiu-ting<sup>1</sup>, ZHAO Yu-ying<sup>2</sup>, GU De-chang<sup>1</sup>

(1. College of Chemical Technology, Inner Mongolia Universit for Nationalities, Tongliao 028043, China;  
2. Center of Analysis and Test, Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028043, China)

**Abstract:** The GC analysis was used to study the monosaccharide composition of polysaccharide in *Pulsatilla chinensis* polysaccharide after hydrolyzing and acetylation. The monosaccharide components and the molar ratio is  $M_{\text{rhamnose}}:M_{\text{arabinose}}:M_{\text{xylose}}:M_{\text{inositol}}:M_{\text{mannose}}:M_{\text{glucose}}=10.22:2.34:0.45:1.28:2.41:1.82$ . Gas chromatography conditions are as follow: column for the Thermo TR-5ms, temperature—programmed to 100 °C and then 260 °C, the injection amount of 1 μL. We used the peak area of standard samples and internal standard curve method to analyze these monosaccharides, respectively. The linear regression equation was  $Y=0.446X+0.0575(r=0.9990)$ , recovery was 103.04%, and RSD was 0.39%.

**Key words:** Mongolian Medicine *Pulsatilla chinensis*; gas phase chromatography; polysaccharide

本文编辑:张瑞



(上接第 30 页)

Using micro – liquid diffusion experiments to explore variation of vanadate

YANG Xing, YANG Zuo – zhi, WANG Xiao – zhong

(Department of Chemistry, National Normal University, Chengde 067000, China)

**Abstract:** Liquid diffusion experiments in micro – drip pan, so that solution droplets of reactants easy to observe the membrane, thereby enhancing the perspective and resolution. Material in the membrane between the natural diffusion process, with the regularity of the amount of material changes in the natural process of change towards material to form an intermediate product from the reactant to the resultant phenomenon of successive contrast. Vanadate in this way to explore the changes, than the traditional method is simple, less medication, the phenomenon clearly reflects the concept of green chemistry; in the experimental research process in favor of direct observation can also be observed with a microscope; if taken into the picture or video, can be used as research data. While improving the accuracy of identification of vanadium is vanadium and vanadium salt production and application of scientific basis.

**Key words:** drip pan; natural diffusion film; micro experimental; variation of vanadate

本文编辑:张瑞