

HPLC 测定植物染纺织品中姜黄素及其同系物

莫月香, 罗峻

(广州纤维产品检测研究院, 广东 广州 511440)

摘要:建立了 HPLC 同时测定植物染纺织品中姜黄素、去甲氧基姜黄素和双去甲氧基姜黄素含量的方法。采用 Agilent C18 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-9.6% 乙酸(48:52); 柱温: 30 °C; 流速: 1.0 ml/min; 紫外检测波长: 425 nm。结果表明 3 种姜黄素线性良好, 线性相关系数 r 在 0.996 9~0.999 9 之间, 检出限均为 0.5 μg/ml, 相对标准偏差 RSD 值小于 5.21%。采用该方法对植物染纺织品样品进行了检测, 操作简便、快捷, 可用于植物染纺织品中姜黄素及其同系物的测定。

关键词: HPLC; 植物染纺织品; 姜黄素及其同系物

中图分类号: TS197

文献标识码: A

文章编号: 1673-0356(2021)01-0036-02

随着绿色环保、自然健康理念越来越深入人心, 无毒无害、自然优雅、抗菌保养等优良品质, 且兼具趣味性和艺术性等特点越来越受到纺织品印染领域的重视。姜黄染料不仅对柞蚕丝织物具有良好的上染性, 而且染色织物还具有良好的色泽、染色深度和优良的紫外线防护性能及抗菌性能。姜黄主要活性成分为姜黄素类化合物, 具有利胆、抗炎^[1]、抗病毒^[2]、降血脂^[3]、抗氧化^[4]、抗肿瘤^[5]和保护神经系统^[6]等多方面的药理作用, 因此, 对植物染植物中姜黄素类化合物的研究具有重要的价值。采用了高效液相色谱法对植物染纺织品中姜黄素、去甲氧基姜黄素和双去甲氧基姜黄素进行含量测定和质量控制, 探索能够鉴别姜黄素类植物染料染色织物的有效方法。

1 材料与方法

1.1 仪器

液相色谱仪(美国 Agilent 公司); SM-5200DT 型超声波清洗器(南京舜玛仪器设备有限公司); 电子天平(精确至 0.000 1 g, 梅特勒-托利多仪器有限公司); Milli-Q 超纯水仪。

1.2 试剂

乙腈(色谱纯, BCR International Trading Co., Ltd); 甲醇(色谱纯, 上海安谱试验科技股份有限公司); 乙酸、丙酮、乙酸乙酯、二氯甲烷(分析纯, 广州化学试剂厂); 姜黄素、去甲基姜黄素、双去甲基姜黄素购自上海麦克林生化科技有限公司, 纯度均为分析纯。

1.3 标准溶液配制

分别称取姜黄素、去甲基姜黄素、双去甲基姜黄素标准品各 10 mg(精确至 0.000 1 g), 用甲醇定容至 100 ml, 得到浓度为 100 mg/L 的标准储备液。将标准储备液混合后逐级稀释, 配制成合适浓度的混合标准工作溶液。

1.4 样品前处理

将样品剪成约 5 mm×5 mm 碎片, 混匀后称取 1.00 g, 置于 50 ml 锥形瓶中, 加入 20 ml 甲醇, 超声提取 30 min 后, 用 0.22 μm 微孔滤膜过滤, HPLC 分析。

1.5 色谱条件

色谱柱: Agilent C18 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-9.6% 乙酸(48:52); 柱温: 30 °C; 流速: 1.0 ml/min; 紫外检测波长: 425 nm; 进样量: 10 μl。选用此条件的分离度大于 1.5。

2 结果与分析

2.1 提取溶剂

考察了甲醇、丙酮、乙酸乙酯、二氯甲烷等溶剂对姜黄素及其同系物提取效率的影响, 结果见表 1。结果显示目标物经甲醇提取后均有较高的提取效率。

表 1 不同溶剂对姜黄素及其同系物提取效率的比较

名称	姜黄素	去甲基姜黄素	双去甲基姜黄素
加标浓度/mg·L ⁻¹	10.06	10.45	9.92
甲醇/%	104.77	104.59	93.32
丙酮/%	104.22	94.50	73.90
乙酸乙酯/%	93.84	79.17	54.86
二氯甲烷/%	106.06	59.17	82.21

2.2 提取时间

考察了不同提取时间对姜黄素及其同系物提取效

收稿日期: 2020-10-13; 修回日期: 2020-10-18

基金项目: 原国家质量监督检验检疫总局科技计划项目(2017QK116)

作者简介: 莫月香(1986-), 女, 高级工程师, 主要研究方向为纺织品检测新方法, E-mail: myx.08@163.com。

率的影响,结果见表2。由表2可知提取时间以30 min为宜。

2.3 线性关系

按1.5章节的色谱条件,取已制备好的双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素和姜黄素的混合标准工作溶液注入色谱仪,记录峰面积。以浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标,绘制双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素和姜黄素的标准曲线图,以3倍色谱峰信噪比($S/N=3$)对应浓度为方法检出限,结果见表

3。

表2 不同提取时间对姜黄素及其同系物提取效率的比较

物质	姜黄素	去甲基姜黄素	双去甲基姜黄素
加标浓度/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	10.06	10.45	9.92
15 min/%	70.16	76.70	74.92
30 min/%	89.79	97.34	90.13
45 min/%	78.90	98.17	101.56
60 min/%	77.51	77.34	81.14

表3 方法的线性与检出限

物质	姜黄素	去甲基姜黄素	双去甲基姜黄素
线性方程	$Y = 61\ 249X + 7\ 042$	$Y = 170\ 690X + 138\ 471$	$Y = 144.93X - 1\ 012.2$
校准系数/ R^2	0.999 9	0.996 9	0.996 9
线性范围/ $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$	0.5~100	0.5~100	0.5~100
检出限/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	0.5	0.5	0.5

2.4 加标回收率和精密度

以空白棉贴衬为空白样品,分别考察样品中含有0.5 mg/kg和2.5 mg/kg含量时,姜黄素及其同系物的加标回收率。每个添加水平测试7次,结果见表4。

表4 加标回收率和精密度

物质	添加水平/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	平均值/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	回收率/%	RSD% ($N=7$)
姜黄素	0.52	0.47	89.72	2.41
去甲基姜黄素	0.51	0.44	86.88	3.54
双去甲基姜黄素	0.52	0.49	93.47	1.31
姜黄素	2.51	2.23	89.02	5.21
去甲基姜黄素	2.49	2.35	94.20	4.70
双去甲基姜黄素	2.58	2.12	82.36	2.64

2.5 实际样品测试

按上述试验方法,对植物染纺织样品中的姜黄素及其同系物进行测定,结果见表5。

表5 实际样品测定结果 单位: mg/kg

	姜黄素	去甲氧基姜黄素	双去甲氧基姜黄素
样品1	15.90	13.33	23.76
样品2	91.31	588.00	208.88
样品3	395.69	433.78	86.09
样品4	11.77	5.05	25.45
样品5	87.36	373.74	195.95
样品6	5.32	57.82	21.99
样品7	267.56	742.42	386.82
样品8	173.56	150.77	205.34
样品9	104.02	86.40	287.51
样品10	25.72	371.34	53.93

3 结语

建立了测定植物染纺织品中姜黄素及其同系物含

量的高效液相色谱法。该方法简便、可靠,可满足植物染纺织品中姜黄素及其同系物的检测,同时可以为植物染纺织品质量控制提供依据。

参考文献:

- [1] 鲍彩彩,原铂尧,孙梦娇,等.姜黄素对小鼠实验性自身免疫性脑脊髓炎的自噬调节及抗炎作用[J].解放军医学杂志,2019,(7):593-599.
- [2] MANOHARAN Y, HARIDAS V, VASANTHAKUMAR K C, *et al.* Curcumin: A wonder drug as a preventive measure for COVID19 management[J]. Indian Journal of Clinical Biochemistry, 2020, 35(3): 373-375.
- [3] 杨泰,王慧,田科雄,等.姜黄素的生理功能及其在畜禽生产中的应用[J].动物营养学报,2017,(10):3460-3466.
- [4] 李浩铭,黄永杰,王永丽,等.姜黄素及其代谢修饰产物对PC12细胞氧化损伤的保护作用[J].食品科学,2020,(15):208-215.
- [5] 白宏,刘利兵,别蓓蓓,等.姜黄素抗肿瘤机制及其应用的研究进展[J].西北药学杂志,2020,(1):149-153.
- [6] SADEGH M S, IZADI Z, AZADI A, *et al.* Neuroprotective potential of curcumin-loaded nanostructured lipid carrier in an animal model of Alzheimer's disease: behavioral and biochemical evidence[J]. Journal of Alzheimer's Disease, 2019, 69(3): 671-686.

(下转第40页)

3 结语

通过直接退捻法、1 次退捻加捻法和 2 次退捻加捻法 3 种方法对短纤维纱线捻度的测量,直接退捻法初始长度小,操作难度系数大,测量误差较大;1 次退捻加捻法对于短纤维纱线测量捻度来说方法简单,结果较为准确,是短纤维纱线测量捻度通常采用的方法;2 次退捻加捻法相对 1 次退捻加捻法多测量 1 次试样,用时较长,但预加张力影响相对较小,测量数据相对更准确。在实际生产检测过程中可根据实际需要比较这 3 种测量方法的利弊,综合选择合适的方法来测量短

纤维纱线的捻度。

参考文献:

[1] 姚 穆.纺织材料学[M].北京:中国纺织出版社,1990.
 [2] 纺织品 纱线捻度的测定 第 1 部分:直接计数法:GB/T 2543.1—2015[S].
 [3] 纺织品 纱线捻度的测定 第 2 部分:退捻加捻法:GB/T 2543.2—2001[S].
 [4] 甘志红,王 飞.几种纱线捻度测试方法的比较[J].山东纺织经济,2010,(3):57—58,65.

Study on Testing Method of Twist of Short Fiber Single Yarn

SHU Gui-fang, TIAN Hui, WANG Dan, ZHU Yin
 (Sichuan Fiber Inspection Bureau, Chengdu 610015, China)

Abstract: There were three methods to test the twist of short fiber single yarn: direct untwisting method, one-time untwisting and twisting method and two-time untwisting and twisting method. Under the same standard atmospheric environment, using the same instrument and the same yarn, the twist of short fiber yarn was tested by direct untwisting method, one-time untwisting and twisting method and two-time untwisting and twisting method. The differences among the three methods were compared through the analysis of the test process and data results.

Key words: yarn; twist; test method

(上接第 37 页)

Determination on Curcumin and Its Homologues in Plant Dyed Textile by HPLC

MO Yue-xiang, LUO Jun
 (Guangzhou Fiber Product Testing and Research Institute, Guangzhou 511440, China)

Abstract: A method for simultaneous determination of curcumin, demethoxycurcumin and didemoxycurcumin in plant dyed textiles by HPLC was established. Agilent C18 column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used. Mobile phase was acetonitrile-9.6% acetic acid (48 : 52), column temperature was 30 °C, flow rate was 1.0 ml/min, UV detection wavelength was 425 nm. The results showed that the linearity of the three curcumins was good, the linear correlation coefficient *r* was 0.996 9~0.999 9, the detection limits were 0.5 μg / ml, and the relative standard deviation (RSD) was less than 5.21%. The method was simple and rapid, and could be used for the determination of curcumin and its homologues in plant dyed textiles.

Key words: HPLC; plant dyed textile; curcumin and its homologues

节能减排,大有可为,功在当代,利在千秋