

## 麝香中脂溶性成分的提取与麝香质量鉴别

吴芬宏<sup>1</sup>, 高媛<sup>1</sup>, 岳碧松<sup>1</sup>, 伍丕娥<sup>2</sup>, 李静<sup>1,\*</sup>

(1. 生物资源与生态环境教育部重点实验室, 珍稀濒危动物繁殖与保护遗传四川省重点实验室, 四川大学生命科学院, 成都 610064; 2. 四川省药品检验所)

**摘要:** 采用薄层层析和气相色谱技术, 比较了超声、冷浸和热回流 3 种提取方法及乙醇、乙醚、正己烷 3 种溶剂对麝香提取液中脂溶性成分及麝香酮含量的影响。结果显示用不同提取方法和溶剂提取的麝香脂溶性成分经薄层层析后均呈现 6 或 7 个斑点。而经气相色谱分析, 其结果却有较大的差别, 麝香乙醚提取液的色谱峰较乙醇和正己烷更丰富, 超声提取的效果较冷浸和热回流好, 色谱峰达到 20 个。麝香酮的定量分析显示冷浸法提取的麝香酮含量高于超声和热回流提取。通过薄层层析和气相色谱分析, 对 10 个麝香样品的质量进行了鉴别。

**关键词:** 麝香; 脂溶性成分; 提取; 质量鉴别**中图分类号:** R282.74 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-7083 (2006) 01-0137-05

## Extraction of Musk Liposoluble Constituents and Identification of Musk

WU Fen-hong<sup>1</sup>, GAO Yuan<sup>1</sup>, YUE Bi-song<sup>1</sup>, WU Pi-e<sup>2</sup>, LI Jing<sup>1,\*</sup>

(1. Key Laboratory of Bio-resource and Eco-environment, Ministry of Education, Key Laboratory for Reproduction and Conservation Genetics of Endangered Wildlife of Sichuan Province, College of Life Sciences, Sichuan University, Chengdu 610064; 2. Sichuan Provincial Institute for Drug Control)

**Abstract:** The effect of different extraction methods and different organic solvents on the extracts of liposoluble constituents of musk was compared by thin-layer chromatography (TLC) and gas chromatography (GC). The content of muscone was also detected in this paper. The results indicated that influence of different extraction methods and different solvents on musk extracts was not obvious by TLC, while it was clearer by GC. The GC atlas of ether extracts had more peaks than ethanol extract and n-hexane extract. And the effect of ultrasonic extraction was better than infusion extraction and refluxing extraction, the peak number of ultrasonic extracts reached to 20. Quantitative analysis of muscone indicated that the content of muscone of infusion extract was higher than ultrasonic extract and refluxing extract. 10 musk samples were identified by TLC and GC. The results of identification showed that the 10 musk samples were divided into two groups.

**Key words:** musk; liposoluble constituent; extraction; identification

麝香 (Musk) 是麝科动物林麝 (*Moschus berzouskii* Flerov.)、马麝 (*M. sifanicus* Przewalski.) 和原麝 (*M. moschiferus* Linnaeus.) 成熟雄体脐下腺囊分泌物的干燥品, 为我国特有的名贵动物药材。由于麝香的资源稀少, 价格昂贵, 其

掺伪问题十分严重, 常规的性状鉴别及麝香酮的定量分析已不能满足对麝香的质量控制的要求。洪筱坤等<sup>[1]</sup>和张皓冰等<sup>[2]</sup>提出以麝香中大环化合物及甾族化合物等脂溶性成分作为辨别麝香真伪的依据。但不同提取方法和溶剂对麝香中脂溶性成分提

收稿日期: 2005-12-05 基金项目: 四川省应用基础研究 (04JY029-089-1)

\*通讯作者 ljtf@126.com

- 1996, 23: 8~9.
- [5] Lee KS. White-eared Night Heron (*Gorsachius magnificus*) on sale in a Nanning market [J]. OBC Bulletin, 1998, 28: 13.
- [6] 周放, 陆舟, 余丽江, 等. 上思县海南鹅活动区的水鸟研究 [J]. 广西农业生物科学, 2003, 22 (4): 249~252.
- [7] 杨晓君, 文贤继, 杨岚. 笼养白腹锦鸡繁殖季节的时间分配 [J]. 动物学研究, 1995, 16 (2): 178~184.

- [8] 杨晓君, 杨岚. 笼养绿孔雀行为活动时间分配的初步观察 [J]. 动物学报, 1996, 42 (增刊): 106~111.
- [9] 杨晓君, 杨岚, 王淑珍, 等. 笼养大紫胸鹦鹉的活动时间分配 [J]. 动物学报, 1996, 44 (3): 277~285.
- [10] 田蕴, 高玮, 相桂权, 等. 人工饲养条件下花尾榛鸡的行为 [J]. 动物学报, 1996, 42 (增刊): 31~38.

取的影响较大, 目前尚未见到相关报道。本文采用不同提取方法和溶剂提取麝香中脂溶性成分, 通过薄层层析、气相色谱技术比较了它们对提取麝香中脂溶性成分提取的影响, 并对一批麝香的质量进行了鉴别, 旨在为麝香质量检测与控制提供理论依据。

## 1 材料

### 1.1 麝香样品

1<sup>#</sup>, 林麝麝香, 由四川养麝研究所提供; 2~7<sup>#</sup>, 由四川省药品检验所提供; 8~10<sup>#</sup>, 林麝麝香, 购自四川省阿坝州川西林业局。

### 1.2 仪器和药品

Tu-1901 可见-紫外分光光度计 (北京通用仪器厂); SB 2200 型超声破碎仪 (上海必能信超声有限公司); Agilent-6890 型气相色谱仪 (美国安捷伦公司); 硅胶 G (青岛海洋化工有限公司); 麝香酮标准品 (四川省药品检验所); 其他试剂均为国产分析纯。

## 2 方法

### 2.1 不同溶剂和提取方法制备麝香提取液

以乙醇、乙醚、正己烷为提取溶剂, 分别采用超声、冷浸、热回流 3 种方法提取麝香。每处理取麝香样品 100.0 mg, 加入溶剂 15 mL, 于超声破碎仪上处理 10 min、或室温下放置 2 h、或加热回流提取 2 h, 重复 4 次, 合并各上清液, 分别定容至 5 mL。

### 2.2 薄层层析分析 1~10<sup>#</sup> 麝香提取液

取各麝香提取液 5  $\mu$ L, 分别点样于 12  $\times$  20 cm 的预制硅胶板上, 以苯:乙酸乙酯 (2:1) 为展开剂, 5% 香荚醛稀硫酸为显色剂, 加热显色。取麝香酮标准品溶液同时点样, 记录各样品的层析斑点的颜色和 Rf 值。

### 2.3 气相色谱分析麝香提取液

色谱柱 Hp-1 (25 m  $\times$  0.32 mm  $\times$  0.17  $\mu$ m), 手动进样, 进样量 1  $\mu$ L, 进样口温度 300  $^{\circ}$ C, 柱温的起始温度 160  $^{\circ}$ C, 维持 2 min 后以 5  $^{\circ}$ C/min 升温到 300  $^{\circ}$ C, 恒温 10 min, FID 检测温度 250  $^{\circ}$ C, 载气为高纯氮气, 载气流量 1 mL/min, 归一化法算面积。记录各麝香提取液气相色谱图的峰数、峰面积、保留时间, 并按下式计算分离度:

$$R_{2,1} = 2 \times \left( \frac{t_{R2} - t_{R1}}{w_2 + w_1} \right)$$

$t_{R1}$ ,  $t_{R2}$ : 峰 1、2 的保留时间;  $w_1$ ,  $w_2$ : 峰 1、2 的峰宽。

麝香样品气相色谱图谱的信息提取按洪筱坤等<sup>[3]</sup>建立的气相色谱-相对保留值指纹谱技术 (GC-FPS) 方法, 以麝香酮的峰为参照峰, 计算样品中各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积。借助统计软件 Spss 11.5, 选用余弦夹角向量为相似性测度, 以色谱峰数、相对保留时间和相对峰面积为考察对象, 对 1~10<sup>#</sup> 麝香样品进行聚类分析。

### 2.4 麝香样品中麝香酮含量的气相色谱分析

**麝香酮标准溶液的配制** 精密称取麝香酮标准样品, 以乙醚溶剂配制 1:040 mg/mL 的麝香酮标准溶液。

**线性关系考察** 麝香酮标准溶液梯度稀释后, 按 2.3 气相色谱条件分别进样, 记录麝香酮的峰面积。以麝香酮浓度为 X 轴, 峰面积为 Y 轴进行回归, 得  $Y = 723.6X + 52.418$ ,  $R^2 = 0.9957$ , 结果表明在 0.033~1.04 mg/mL 范围内麝香酮浓度与其峰面积呈良好的线性关系。

**精密度实验** 取麝香酮标准溶液, 按 2.3 气相色谱条件重复进样 5 次, 分别记录麝香酮的峰面积, 经统计其  $RSD = 2.325\%$ , 表明本实验的精密度较好。

**重现性实验** 取一份麝香提取液, 按 2.3 气相色谱条件重复进样 5 次, 记录与麝香酮标准品出峰时间对应峰的峰面积, 经统计其  $RSD = 2.149\%$ , 说明重现性较好。

**各麝香提取液中麝香酮含量分析** 取各麝香样品及不同处理的麝香提取液, 按 2.3 气相色谱条件进样, 记录与标准品出峰时间对应峰的峰面积, 以外标法计算各提取液中麝香酮的含量。

## 3 结果

### 3.1 提取方法和溶剂对麝香提取液的影响

不同提取方法和溶剂制备的麝香提取液经薄层层析后, 其斑点及 Rf 值见表 1。由表可见, 各提取方法和溶剂处理的麝香提取液的成分基本相同, 均呈现从黄色到紫色的 6 或 7 个斑点, 其中乙醚提取液呈现出 7 个斑点, 而乙醇和正己烷提取液未发现 Rf 值为 0.528 的斑点。与麝香酮标准品 (Rf 为 0.711) 相比较, 各麝香提取液在相同的位置上都出现了黄色斑点。

不同溶剂和提取方法处理的麝香提取液经气相

色谱分析, 其色谱图的峰数和最小分离度见表 2。由表可知, 各麝香提取液的相邻两个色谱峰的最小分离度基本上大于 1.5, 表明各色谱峰分离良好<sup>[4]</sup>; 乙醚提取液的色谱峰最多, 达 19~20 个(图 1), 正己烷提取液的色谱峰数仅次于乙醚提取液; 而乙醇提取液的色谱峰最少。3 种提取方法

中, 超声提取液色谱峰最多, 其色谱峰的面积之和为冷浸和热回流提取液的 1.86 和 1.25 倍。

以外标法计算超声、冷浸和热回流提取的麝香乙醚提取液中麝香酮的含量分别为 1.528%、2.037%、1.324%, 以冷浸提取液中麝香酮的含量最高。

表 1 不同溶剂和提取方法处理的麝香提取液层析斑点及其 Rf 值

	1	2	3	4	5	6	7
颜色	紫	黄	黄	紫	紫	紫	紫
Rf 值	0.967	0.711	0.528	0.438	0.350	0.244	0.152
乙醇超声	+	+	-	+	+	+	+
乙醇浸提	+	+	-	+	+	+	+
乙醇热回流	+	+	-	+	+	+	+
乙醚超声	+	+	+	+	+	+	+
乙醚浸提	+	+	+	+	+	+	+
乙醚热回流	+	+	+	+	+	+	+
正己烷超声	+	+	-	+	+	+	+
正己烷浸提	+	+	-	+	+	+	+
正己烷热回流	+	+	-	+	+	+	+

表 2 不同提取方法和溶剂处理的麝香提取液的气相色谱的峰数和最小分离度

	乙醇			乙醚			正己烷		
	超声	冷浸	热回流	超声	冷浸	热回流	超声	冷浸	热回流
峰数	13	4	4	20	19	19	18	16	16
最小分离度	1.37	21.18	24.64	3.91	2.64	3.91	1.49	7.18	6.29

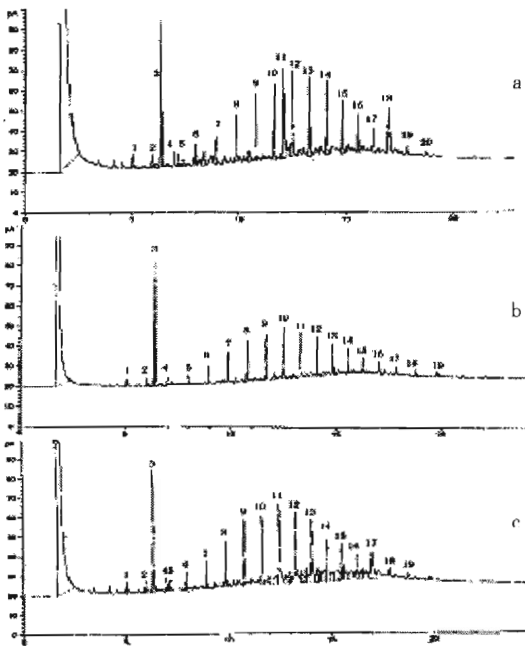


图 1 不同方法提取的麝香乙醚提取液的气相色谱图  
a: 超声提取, b: 冷浸提取, c: 热回流提取

### 3.2 麝香样品的鉴别

1~10<sup>#</sup> 麝香样品以乙醚为溶剂, 经超声提取

后, 薄层层析的结果见表 3。由表可知, 1、2、8、9、10<sup>#</sup> 麝香样品均呈 7 个斑点, 5、6、7<sup>#</sup> 样品均呈现 6 个斑点, 而 3<sup>#</sup> 样品的斑点最少, 仅有 4 个。与麝香酮标准品对照发现, 10 个样品均在与标准品相同 Rf 值处呈现颜色相同的斑点。

1~10<sup>#</sup> 样品经气相色谱图谱分析, 其峰数和最小分离度见表 4。8~10<sup>#</sup> 样品的色谱峰数最多, 达 21 个, 4~5<sup>#</sup> 样品的色谱峰数最少, 仅有 5 个; 除 9、10<sup>#</sup> 样品中两个相邻色谱峰的分度小于 1.5 外, 其余的均大于 1.5, 表明各样品的色谱峰的分度较好。

采用软件 Spss 11.5 对 1~10<sup>#</sup> 样品进行聚类分析的结果如图 2。10 个样品可分为两类, 1、2、8、9、10<sup>#</sup> 样品聚为一类, 3、4、5、6、7<sup>#</sup> 样品聚为一类, 其中前一类样品间相似度均在 0.88 以上, 后一类样品间的相似度均在 0.96 以上, 而这两大类样品间的相似度仅为 0.78。

以外标法计算 1~10<sup>#</sup> 麝香样品中麝香酮的含量, 结果见表 5。10 个样品中仅 6、7<sup>#</sup> 麝香样品的麝香酮含量高于《药典》<sup>[5]</sup> 规定的 2.0%。

表 3 1~10<sup>#</sup>麝香样品提取液经薄层层析后斑点的颜色和 Rf 值

	1	2*	3	4	5	6	7	8
颜色	紫	黄	黄	紫	紫	紫	紫	紫
Rf 值	0.967	0.711	0.528	0.489	0.438	0.350	0.244	0.152
1 <sup>#</sup>	+	+	+	-	+	+	+	+
2 <sup>#</sup>	+	+	+	-	+	+	+	+
3 <sup>#</sup>	+	+	+	-	+	-	-	-
4 <sup>#</sup>	+	+	+	-	+	-	+	-
5 <sup>#</sup>	+	+	+	+	+	-	+	-
6 <sup>#</sup>	+	+	+	+	+	-	+	-
7 <sup>#</sup>	+	+	+	+	+	-	+	-
8 <sup>#</sup>	+	+	+	-	+	+	+	+
9 <sup>#</sup>	+	+	+	-	+	+	+	+
10 <sup>#</sup>	+	+	+	-	+	+	+	+

\* 为与麝香酮标准品对应的斑点。

表 4 1~10<sup>#</sup>麝香样品的气相色谱图谱的峰数和最小分离度

样品	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>	5 <sup>#</sup>	6 <sup>#</sup>	7 <sup>#</sup>	8 <sup>#</sup>	9 <sup>#</sup>	10 <sup>#</sup>
峰数	20	18	9	5	5	11	7	21	21	21
最小分离度	1.6	5.1	7.2	26.2	27.3	9.8	2.1	4.1	1.2	1.2

表 5 1~10<sup>#</sup>麝香样品的麝香酮含量

样品	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>	5 <sup>#</sup>	6 <sup>#</sup>	7 <sup>#</sup>	8 <sup>#</sup>	9 <sup>#</sup>	10 <sup>#</sup>
含量(%)	1.528	1.349	0.928	0.669	1.015	3.195	3.087	1.968	1.054	1.133

### 4 讨论

研究表明麝香中具有生理、药理活性的成分主

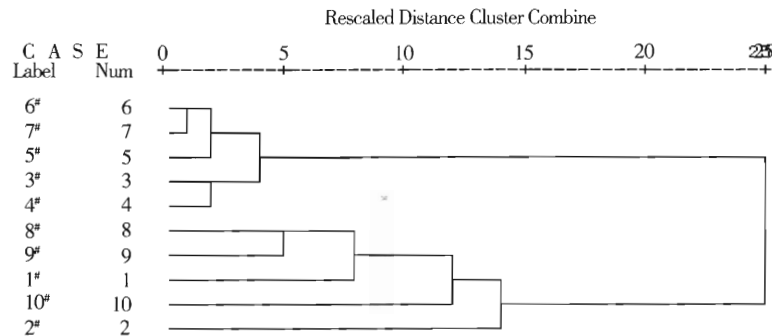


图 2 1~10<sup>#</sup>麝香样品的聚类分析图

要是大环化合物及甾族化合物<sup>[6,7]</sup>，提取麝香中这些脂溶性成分可采用不同的提取方法和有机溶剂<sup>[8-10]</sup>。本文以林麝麝香为研究对象，采用薄层层析、气相色谱技术，首次比较了超声、冷浸、热回流 3 种提取方法及乙醇、乙醚、正己烷 3 种溶剂对麝香成分提取及麝香酮含量的影响。结果显示薄层层析不能区别不同提取方法和溶剂对麝香提取液的影响，各麝香提取液在层析板上均呈现 6~7 个斑点，且均含有麝香酮的斑点。而采用气相色谱分析发现不同的提取方法和溶剂对麝香的成分有明显的影响，超声处理提取效果较冷浸和热回流好，提取液的色谱峰最多，而提取溶剂中，乙醚的提取效果优于乙醇和正己烷。与之类似，俞波等采用高效薄层层析技术比较不同溶剂提取麝香的结果，也认为乙醚是提取麝香脂溶性成分较全面的溶剂<sup>[9]</sup>。

麝香酮含量是衡量麝香质量的重要指标，《药典》规定天然麝香中麝香酮的含量不得低于 2.0%<sup>[5]</sup>。目前通常采用超声提取法对麝香中的麝香酮进行定量分析，而本研究发现用不同方法提取的麝香酮含量差异较大，其中冷浸法提取的麝香酮

含量最高，可达到 2.037%，为超声和热回流提取液的 1.33 和 1.54 倍，表明冷浸法麝香酮较超声、热回流提取更彻底，可作为麝香中麝香酮定量分析的首选方法。

我们利用薄层层析、气相色谱技术对 10 个麝香样品的成分及麝香酮的含量进行了比较，结果发现 1、2、8、9、10<sup>#</sup>麝香样品在薄层层析板上均呈现 7 个斑点，与苗明三等<sup>[8]</sup>报道的正品麝香经层析后也呈现 7 个斑点一致。且该 5 个麝香样品经气相色谱分析，其色谱峰较丰富，峰数皆在 18 个以上，可认为是正品麝香，聚类分析发现该组样品间的相似度均在 0.88 以上，可聚为一类。而 3、4、5、6、7<sup>#</sup>麝香样品经薄层层析后，仅呈现 4~6 个斑点，且气相色谱分析发现其色谱峰远远少于其他 5 个样品，聚类分析也表明该 5 个麝香样品聚为一类，与其他样品的相似度较低，推测它们可能为劣质或伪品麝香。而麝香酮含量分析表明 10 个样品中除 6、7<sup>#</sup>样品外，其余样品的麝香酮含量皆低于 2.0%，这一方面可能是由于麝香酮有所挥发所致，也可能是由于我们采取的超声提取方法未能彻底提

# 四川泸州市齿龈内阿米巴感染情况的调查与分析

王敏<sup>1</sup>, 付光新<sup>2</sup>, 王光西<sup>1</sup>, 张跃辉<sup>1</sup>, 杨兴友<sup>1</sup>

(泸州医学院 1. 寄生虫学教研室; 2. 附属医院口腔科, 四川泸州 646000)

**摘要:** 目的: 探讨齿龈内阿米巴感染与口腔疾患的关系。方法: 从齿垢物取标本作新鲜涂片法检查。结果: 在 386 人中齿龈内阿米巴的感染率为 38.34%, 口腔疾患患者的感染率为 42.07%, 健康人群的感染率为 17.24%, 两组有非常显著性差异。结论: 齿龈内阿米巴感染与年龄相关, 其感染率随年龄的增长而增高; 齿龈内阿米巴感染与口腔疾患关系密切。

**关键词:** 齿龈内阿米巴; 感染; 流行因素

**中图分类号:** R531.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-7083 (2006) 01-0141-02

为了解泸州市人群齿龈内阿米巴感染与口腔疾患的关系, 我们于 2004 年 3 月~2005 年 1 月对 386 例口腔科门诊病人和体检者进行了调查, 现将结果报道如下。

## 1 对象和方法

调查对象为附属医院口腔科门诊病人和体检者共 386 人, 其中男性 181 人, 女性 205 人, 年龄 6~65 岁。

检查方法是用消毒的牙科探针或牙签取患者口腔病灶垢物或齿龈上垢物, 放入滴有温热生理盐水的载玻片上均匀涂片, 加上盖片, 在低倍镜下观察, 对可疑者再用高倍镜观察鉴定, 每人检查一次, 记录结果。

所有数据均经 SPSS 10.0 软件作统计学处理。

## 2 检查结果

386 名受检者查出齿龈内阿米巴感染 148 人, 阳性率为 38.34%, 男女感染率分别为 37.02% (67/181) 和 39.51% (81/205), 差异不显著 ( $P > 0.05$ ); 30 岁以下组感染率明显低于其他年龄组, 而 30 岁以上各组感染率随年龄的增长而逐渐增高, 30 岁以下组同 30 岁以上各组比较有显著性差异 ( $P < 0.05$ ) (表 1); 齿龈内阿米巴感染者往

表 1 年龄与齿龈内阿米巴感染的关系

年龄 (岁)	检查人数 (n)	齿龈内阿米巴感染人数 (n)	感染率 (%)
<10	38	9	23.68
10~	24	5	20.83
20~	29	7	24.14
30~	112	45	40.19
40~	108	46	42.59
50~	59	27	45.76
60~	16	9	56.25
合计	386	148	38.34

注: 30 岁以下组同 30 岁以上各组比较,  $X^2 = 6.692, 8.422, 8.465, P < 0.05$ 。

收稿日期: 2005-09-26 作者简介: 王敏 Email: wangmzy@yahoo.com.cn

取麝香中麝香酮的缘故。尽管 6、7# 麝香样品的麝香酮含量超过 2.0%, 但由于其薄层层析的斑点数和气相色谱的色谱峰数都较其他样品少, 推测可能是掺入了人工麝香酮的劣质麝香。因此, 在麝香的质量鉴别中, 不能仅以一种检测手段或单一成分的含量作为判断的依据, 应根据不同的检测目的选择适当的分析方法, 并以多成分、多指标作为参考指标。

## 5 参考文献

- [1] 洪筱坤, 王智华, 朱孝芸. 麝香质控标准初探[J]. 中国中药杂志, 1991, 16 (4): 230~232.
- [2] 张皓冰, 陶奕, 洪筱坤, 王智华. 气相色谱/质谱 (GC/MS) 联用测定麝香中甾体成分的研究[J]. 中成药, 2005, 27 (1):

- 79~83.
- [3] 洪筱坤, 王智华, 郭济贤, 李颖. 柴胡属 19 种植物挥发油的气相色谱-相对保留值的指纹分析[J]. 药学学报, 1988, 23 (11): 839~845.
- [4] 汪正范编. 色谱定性定量[M]. 化学工业出版社, 2000: 177.
- [5] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典 2005 年版一部[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 266~267.
- [6] 尹士敏, 王士贤. 麝香的药理作用及临床研究近况[J]. 天津药学, 2002, 14 (3): 42~44.
- [7] 巩海涛, 王雁群, 贺广彬. 麝香药理及代用品的研究近况[J]. 山东医学工业, 2002, 21 (1): 26~27.
- [8] 苗明三, 李振国主编. 现代实用中药质量控制技术[M]. 北京: 人民出版社, 2000: 1144~1154.
- [9] 俞波, 郭希圣, 涂国士. 麝香雄甾烷类化合物的高效薄层定量方法的研究[J]. 药物分析杂志, 1988, 8 (6): 337~340.
- [10] 张皓冰, 何显, 贾国惠, 洪筱坤, 王智华, 叶愈青. 气相色谱/质谱 (GC/MS) 联用技术对麝香的多成分含量分析[J]. 中成药, 2002, 24 (11): 868~871.