

嘉南藥理科技大學專題研究計畫成果報告

計畫名稱：百合之成分分析與功能性評估

子計畫：百合萃取物之成分分析

計畫類別：個別型計畫 整合型計畫

計畫編號：CNHN9507

執行期間：95年1月1日至96年12月31日

計畫主持人：孫芳明

計畫參與人員：賀智瑢

執行單位：嘉南藥理科技大學保健營養系

中華民國96年2月15日

嘉南藥理科技大學專題研究計畫成果報告

百合萃取物之成份分析

計畫編號：CNHN9507

執行期限：95年1月1日至96年12月31日

主持人：孫芳明 嘉南藥理科技大學保健營養系

摘要

本實驗樣品由護來麗寶醫藥科學股份有限公司所提供之粉末，其含有百合莖醇萃取物（*Lilium lancifolium* Thunb.）為原料進行一般成份分析、純化及結構鑑定其可能的活性成份物質。本次實驗採用經濟部中央標準局公告之檢驗方法來進行此樣品之一般成分分析，以及使用 HPLC、GC-MASS 來鑑定其微量物質。本實驗宗旨藉由所採用之鑑定方法可證實此樣品具有百合之有效成分—百合甘 A、B（Lilioside A、B），但根據實驗數據顯示出樣品所含成分過於微量，無法在此定性定量。

前言

百合為多年生草本植物，百合性寒味微苦，自古以來與人蔘的滋補功用並立，被中醫界用於寧心安神、清心除煩、補中益氣、潤膚防衰、潤肺止咳之佐藥（楊玲玲等，2000），如本草正義介紹的「百花膏」、「百合固金湯」及「百合地黃湯」等複方，都以百合為主要原料（黃坤森等，1995）。

一般中醫所使用的百合指的是百合的鱗莖，根據文獻的報導百合的鱗

莖富含蛋白質、多醣體、有機酸、類黃酮及酚類物質（楊玲玲等，2000），而花藥則含有多纖維維生素、脂肪、有機酸和蛋白質等（Francis et al., 2004）；所以目前對於百合的功能性評估多以其所含的特殊成份進行如抗氧化、抗菌性、腫瘤細胞抑制及免疫力提升等研究（Wang et al. 2002; Juliana et al. 2003），然而不同品種的，百合其所含的活性成份種類和含量可能有所差異（Miyuki Kaneda et al., 1974），本研究的目的即是以百合莖醇萃取物（*Lilium lancifolium* Thunb.）為材料，針對其有效成份來定性定量。

材料與方法

一、一般成份分析

1. 有效醣含量：依據 3,5-dinitrosalicylic acid test (DNSA test) 醣類定量試驗。
2. 粗脂肪含量測定：依據 [中國國家標準 CNS5036 食品中粗脂肪之檢驗方法] 進行。
3. 粗蛋白質含量測定：依據 [中國國

家標準 CNS5035 食品中粗蛋白質之檢驗方法] 進行。

4. 粗纖維含量測定：依據 [中國國家標準 CNS5037 食品中粗蛋白質之檢驗方法] 進行

5. 粗灰份含量測定：依據 [中國國家標準 CNS5034 食品中粗灰分之檢驗方法] 進行。【在食品分析，食品經燃燒灰化 (550~600°C) 後的殘灰稱為灰分。食品成分表中所稱灰分，與營養學上所稱礦物質 (無機質; minerals) 定義上稍微有差異，因為食品在燃燒灰化時，除了原來存在的無機鹽以外，有機物的燃燒氧化所產生的碳酸鹽以及有機物燃燒不完全所殘存的碳也存在，所以嚴格來講，應該稱為粗灰分 (crude ash)。】

二、活性成份的分析及純化：

1. 有機酸、酚類、多醣體及類黃酮的定性及純化有機酸、酚類、多醣體及類黃酮的定性將使用 Hitachi HPLC 系統 (L7100 multisolvent delivery system) 及 L7455 偵測器 (photodiode array detector).，並以 C₁₈-ODS 分析級管柱 (0.46 mm OD x 250 mm, Vercopak Co., Taiwan) 為固定相，不同比例的磷酸緩衝液及甲醇為移動相來進行，偵測器的波長將設定在 260 nm。有機酸、酚類、多醣體及類黃酮的純化將使用相同的 HPLC 系統配上 C₁₈ 分析級的管柱來進行。

2. 有機酸、酚類、多醣體及類黃酮的

結構確認：

有機酸、酚類、多醣體及類黃酮的結構確認將使用 HP 5980 GC 及 HP 5971 質譜儀，GC 管柱為 50m X 0.53mm DB5 megabore column (J&W Scientific, Folsom, CA).，質譜儀及 injector 的溫度將設定在 280°C，移動相為氦氣流速每分鐘 1 ml，GC 的溫度以每分鐘 10°C 由 50°C 上升至 300°C。

結果

一、有效醣含量

有效醣含量佔 0.041±0.001% 葡萄糖濃度 (包含由多醣類及寡糖類水解產生之葡萄糖)。

二、粗脂肪

粗脂肪 (%) =

$$(W_n - W_0) \div W_s \times 100\%$$

W_s：樣品重

W₀：圓底瓶淨重

W_n：萃取脂肪後烘乾達恆重之圓底瓶重

粗脂肪佔 0.138±0.106%。

三、粗蛋白

粗蛋白含量 (%) =

$$\frac{(b-a) \times 10^{-3} \times N \times 14 \times F \times D}{W_s} \times 100\%$$

b：空白滴定耗去 0.1N NaOH 溶液 mL 數

a：樣品吸收酸耗去 0.1N NaOH 溶液 mL 數

N：NaOH 溶液真正當量濃度 (0.1N 力價)

F：含氮係數

D. F. : 稀釋倍數

Ws : 樣品重 (g)

粗蛋白佔 3.430±0.456%

四、粗纖維

粗纖維 (%)

$$= \frac{W_1 - W_2}{S} \times 100$$

W₁ : 過濾器 + 粗纖維的重量 (g)

W₂ : 過濾器 + 灰份的重量 (g)

S : 試樣重量 (g)

粗纖維佔 44.426±0.041%。

五、粗灰分

灰分 (%)

$$= \frac{W_1 - W_0}{S} \times 100$$

W₁ : 試樣灰化後的坩鍋恆重 (g)

W₀ : 坩鍋恆重 (g)

S : 試樣稱取量 (g)

粗灰分佔 4.749±0.011%。

討論

本次之樣品為護來麗寶醫藥科學股份有限公司所提供之粉末，根據檢測結果有效醣含量佔 0.041±0.001%、粗脂肪佔 0.138±0.106%、粗蛋白佔 3.430±0.456%、粗纖維 44.426 ± 0.041%、粗灰分佔 4.749±0.011%，其他未定性、定量的物質包含水份、鹽類、色素等；另外有一些微量成分，也無法精確的檢測出。根據該公司所提供之樣品準備流程，此樣品應為百合鱗莖之酒精萃取物，但是根據我們

實驗之測試結果，該粉末無法完全溶於不同濃度之酒精或水，在甲醇以及丙酮溶液中，也無法完全溶解；且有效醣含量與粗纖維含量超過 44% 以上，因此推估此粉末有額外添加澱粉或粗纖維之物質，或是該產品並非酒精萃取物，而是百合鱗莖粉碎後直接乾燥後的粉末。很遺憾的是百合之有效成分-百合甘 A、B(Lilioside A、B)，以及一些醇類、酚類並無法在此定性定量，其原因可能為該樣品在製備過程中，添加了澱粉或是纖維素，或是該樣品並非酒精萃取物，導致百合之有效成分濃度過低，使用 GC-mass、LC-mass-mass，均無法定性定量，如有新鮮之百合鱗莖之酒精萃取物做為對照組比較，其有效成分應可對照出來。至於酸類經由酒精濃縮 3 倍後以 GC-mass 檢測，也只能勉強定性出 1,2-benzenedicarboxylic acid 及 decanoic acid。

此百合粉末的一般成分分析總和約 52%，經過 LC-mass-mass 及 GC-MASS 檢測而無法定性、定量的有效成分也應該在 10⁻⁶ 公克以下，但粗灰分的含量卻高達 4%，顯示出其他未經定性定量的成分有非常大的可能是水份鹽類或色素等物質。

參考文獻

3,5-dinitrosalicylic acid test
(DNSA test) 醣類定量試驗

經濟部中央標準局 (1984) 食品中粗脂肪之檢驗法，CNS 5036 N6117

- 經濟部中央標準局 (1986) 食品中粗蛋白質之檢驗法, CNS 5035 N6116
- 經濟部中央標準局 (1984) 食品中粗纖維之檢驗法, CNS 5037 N6118
- 經濟部中央標準局 (1984) 食品中粗灰份之檢驗法, CNS 5034 N6115
- 楊玲玲、陳文輝、許圳塗、顏焜熒. 食用百合之開發, 產業科技發展學術合作論文集, 2000, 95-100
- 黃坤森、傅瓊慧、黃成禹、溫國慶. 市售中藥濃縮製劑總灰分、酸不溶性灰分、水抽提物及稀醇抽提物等品質調查, 藥物食品檢驗局調查研究年報, 1995, 304-316
- Juliana K. R., Z. Wang, T. S. Sonda, Physicochemical and Functional Properties of Lily Flour. Food and Fermentation Industries. 2003, 29, 45-48
- Wang H., and T. B. Ng. Isolation of Liliin, a Novel Arginine and Glutamate rich protein with potent antifungal and Mitogenic Activities from Lily Bulbs. Life Sciences. 2002. 70. 1078-84
- Francis J. A., W. Rumbelha., M. G. Nair. Constituents in Easter Lily Flowers with Medical Activity. Life Sciences. 2004. 76. 671-68
- Diego Colombo, Franca Marinone Albini, Antonio Scala, Ida M. Taino and Lucio Toma.¹H NMR acetyl methyl resonances of peracetylated lilioid B: a tool for the stereochemical identification of its partially acetylated derivative. Tetrahedron:Asymmetry. 1994. 1993-1998
- Diego Colombo, Fiamma Rondietti, Antonio Scala, Ida M. Taino, Franca Marinone Albini and Lucio Toma. Regio- and diastereoselective lipase-catalyzed preparation of acetylated 2-O-glucosylglycerols. Tetrahedron:Asymmetry. 1994. 1377-1384
- Miyuki Kaneda. Lilioid A from *Lilium longiflorum*: Synthesis and absolute configuration. Phytochemistry. 1990. 3559-3564
- Miyuki Kaneda, Kyoko Kobayashi, Kayo Nishida and Shigeko Katsuta. Lilioids D and E, two glycerol glucosides from *Lilium japonicum*. Phytochemistry. 1984. 795-798
- Miyuki Kaneda, Kiyoyasu Mizutani and Keiko Tanaka. Lilioid C, a glycerol glucoside from *Lilium lancifolium*. Phytochemistry. 1982. 891-893
- Miyuki Kaneda, Kiyoyasu Mizutani, Yoshiko Takahashi, Goichi Kurono and Yoshihiro Nishikawa. Lilioid A and B, two new glycerol glucosides isolated from *Lilium longiflorum* Thunb. Tetrahedron Letters. 1974. 3937-3940
- Karl E. Espelie, Frank A. Loewus, Ronald J. Pugmire, Warner R. Woolfenden, Bruce G. Baldi and Peter H. Given. Structural analysis of *Lilium longiflorum* sporopollenin by ¹³C NMR spectroscopy. Phytochemistry. 1989. 751-753
- Yukihiro Shoyama, Koji Hatano, Itsuo Nishioka and Takashi Yamagishi. Phenolic glycosides from *Lilium*

longiflorum . Phytochemistry.
1987.2965-2968

Choi Sang Tai, Shunpei Uemoto,
Yukihiro Shoyama and Itsuo Nishioka.
Biologically active phenolics from
Lilium longiflorum . Phytochemistry.
1981. 2565-2568

