

蜂王浆的10-羟基癸烯-2-酸的色谱分析

天津商学院食品系(300400) 邵晓芬*

天津大学分析中心 张韵慧

摘要 以调节溶液的pH,改变溶质的溶解度,经过滤和萃取,去掉碱性、部分中性以及蛋白质和糖类水溶性组分,用气相色谱法和高效液相色谱法分析蜂王浆的10-羟基癸烯-2-酸。

关键词 10-羟基癸烯-2-酸(10-HDA) 气相色谱法 高效液相色谱法

蜂王浆的成分很复杂,含有很多生物活性物质。临床实践证明,蜂王浆对疲劳、心血管病、神经痛以及各种慢性病有明显功效,特别对促进发育和细胞再生,增强肌体生理活力,促进食欲,改善脑力活动,提高抗病能力,防止衰老有直接作用。

10-羟基-2-癸烯酸[(E)-10-hydrox-2-decylenic acid],认为是蜂王浆的有效成分,具有抗辐射,抗癌和抑菌作用,是评价蜂王浆及其单复方制剂质量的重要标准。

我国是生产蜂王浆的大国,每年出口大量的蜂王浆及其制品。因此,应建立一个简便有效的方法以控制蜂王浆质量。本文采用GC法与HPLC法分析蜂王浆的10-HDA,重现性良好,平均回收率达93.97%和95.43%。

1 材料和方法

1.1 仪器:日本岛津GC-9A气相色谱仪,FID检测器,CR-2A微处理机,美国Waters 244高效液相色谱仪,UV-440检测器,730微处理机。

1.2 试剂:双-三甲基硅烷基乙酰胺(BSA,日本和光纯药工业株式会社),内标:正癸酸(DA,上海试剂一厂),10-羟基癸烯-2-酸(10-HDA,北京药品检验所),其他均为分析纯试剂。

1.3 样品制备及衍生:称取1g样品,加入1mol/L NaOH 2ml溶解并过滤,滤液置于250ml分液漏斗中,用40ml蒸馏水分3次洗涤烧杯及漏斗,并加入分液漏斗中,加内标0.5ml,用1mol/L HCl调节pH值至2,用150ml CH₂Cl₂分4次提取,提取液于室温浓缩至1ml。

取上述浓缩液200 μ l,加100 μ l BSA,密封,于室温下反应10h。吸取1 μ l作GC分析。

吸取上述浓缩液,作HPLC分析。

GC:1.5m $\times$ 4mm玻璃柱,固定液:2%OV-17,担体:chromosorb W AW-DMCS(80~100目)。检测器温度300 $^{\circ}$ C,柱箱温度程序:起始120 $^{\circ}$ C,维持1min,以10 $^{\circ}$ C/min的速率升至280 $^{\circ}$ C,维持5min。氮气流速45ml/min,FID的RANGE 10²。

HPLC:色谱柱 μ -Bondapak C₁₈,250mm $\times$ 4.6mm ID,流动相CH₃OH,流速1ml/min,UV254nm $\times$ 0.1AUFS。

2 结果与讨论

2.1 色谱图:见图。

2.2 标准曲线及最低检出浓度:准确称取一定量的10-HDA,分别配成10~50 μ g/ml标准溶液,经上述方法处理后,作GC和HPLC分析,最低检出浓度分别为1 μ g/ml和55 μ g/ml。

2.3 精密度:用GC和HPLC法对同一蜂王浆重复5次测定10-HDA含量,结果分别为2.136 $\pm$ 0.12 μ g/mg和22.54 $\pm$ 0.23 μ g/mg,变异系数分别为1.8%和2.3%。

2.4 回收率:样品中添加一定量10-HDA,按上述方法处理,分别用GC和HPLC法分析,结果,GC回收率为93.97%(n=3),HPLC回收率为95.43%(n=3)。(下转第208页)

*Address, Shao Xiaofen, Department of Food, Tianjin Commercial College, Tianjin

③采取正确的采挖方法。目前大部分地区的药农和牧民采挖肉苁蓉都是连寄主的根一起挖出。我们在调查中发现,采挖时,如果在肉苁蓉的茎下部掰断,留下基部,第2年就会长出许多不定芽,再过2~3年,又能长成一窝新的肉苁蓉,这样可以大大提高肉苁蓉的产量。有的地区的药农已发现这个规律,并已在实际中应用。作者认为各地医药部门应该采取措施,推广这种采挖方法。

④引种栽培,解决药源短缺问题与治理沙漠相结合。随着野生肉苁蓉的大规模采挖和寄主植物的大量减少,目前野生肉苁蓉资源日趋减少,有些传统产区都已灭绝。药源短缺问题渐趋严重。作者认为当务之急应进行大面积的引种栽培。

肉苁蓉为寄生植物,其寄主为固沙植物梭梭、怪柳、盐爪爪、珍珠柴、白刺等植物。因此栽培肉苁蓉之前,首先必须栽培这些固沙植物,这样既能治理沙漠,又能生产药材,解决药源短缺问题,实属一举两得。

目前荒漠肉苁蓉和管花肉苁蓉的引种栽培工作已在进行。荒漠肉苁蓉的栽培正在大面积推广,可望在3~5年内形成商品。现在既要栽培品与野生品进行化学成分、药理作用的比较研究,以确定栽培品能否作野生品应用;同时也要对各种肉苁蓉的化学成分和药理作用进行比较试验,以利选择优良品种进行繁殖。

致谢:药源调查中承内蒙古自治区阿盟医药管理局肉苁蓉试验场戈建新场长、锡盟药检所许庆余药师、苏尼特右旗卫生局、卫生防疫站、医药公司,宁夏自治区药检所杨晓春药师、盐池县医药公司,兰州医学院周印锁教授,新疆自治区民族药物研究所李佳政研究员、和田地区医药公司王良才经理的热情帮助。

(1993-04-18收稿)

(上接第192页)

2.5 样品制取与分析方法:样品提取过程中易产生乳化现象,为了减少乳化,取量不宜过大,振摇时应尽可能轻缓,避免乳化现象发生。

提取液浓缩后不应含水,才可进行硅烷化处理,硅烷化反应后应及时分析,以防分解。

GC法以正癸酸作内标,其溶解度和其他理化性质与10-HDA较为相近,并在10-HDA之前出峰,这与采用分子量较大的内标相比,可缩短分析时间。

与GC法相比,HPLC法样品前处理简单,提取后可直接分析。2种方法均可达到良好的灵敏度和重现性。

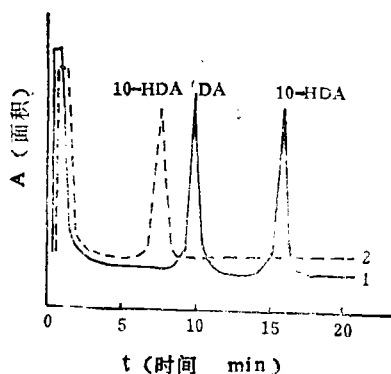


图 10-HDA色谱图
1-GC 2-HPLC

参 考 文 献

- 1 Grad B, et al. Canad J Biochem, 1961, 39: 461
- 2 中秋静男, 他. 药学杂志, 1982, 102(6): 594

- 3 米山智, 他. 日本食品工业会志, 1976, 23, 490

(1993-11-26收稿)