

花鹿茸及马鹿茸不同部位精脘的含量测定

吉林省中医中药研究院中药研究所(长春 130021)

董方言* 弥宏 陈颖

谷伟玲 胡苗

精脘属多胺类化合物,广泛分布于生物体内,在生物活跃组织中浓度较高,它对 DNA、RNA 和蛋白质的代谢有重要影响^[1]。笔者采用 732 强酸型阳离子交换树脂纯化鹿茸多胺,利用高效液相色谱法对花鹿茸及马鹿茸不同部位中精脘的含量进行了测定。

1 仪器与试剂

LC-6A 型高效液相色谱仪,SPD-6AV 型紫外检测器,C-R6A 型数据处理机,732 强酸型阳离子交换树脂(天津南开大学化工厂),精脘标准品(瑞士进口分装),1,6-己二胺(北京化工厂),花鹿茸、马鹿茸(购自吉林省双阳鹿乡),其它试剂均为分析纯。

2 色谱条件

色谱柱: C₁₈ 柱,流动相: 甲醇-水(6:4);流速 1.2 mL/min;柱温 25℃,紫外检测波长 230 nm,灵敏度 0.08AUFS。

3 方法及结果

3.1 标准曲线的制备

3.1.1 内标溶液的配制:以 0.1 mol/L 盐酸配制 1,6-己二胺,0.5 μmol/L 的溶液。

3.1.2 精脘标准溶液的配制:以 0.1 mol/L 盐酸配制 0.24 mol/L 的溶液。

3.1.3 标准品溶液的苯甲酰化:分别吸取精脘标准品溶液 0.5,1.5,2.5,3.5,4.5 mL 的 1,6-己二胺内标溶液,以 0.1 mol/L 盐酸定容至刻度。吸取各标准溶液 1 mL,苯甲酰氯 5 μL,充分振摇,放置 20 min,再分别加入饱和氯化钠溶液和乙醚各 2 mL,充分振摇,离心,吸取乙醚层,氮气吹干,以甲醇 600 μL 溶解。用以上各浓度的标准品溶液,每次进样 7~20 μL,按上述色谱条件测定峰面积,以标准品峰面积与内标峰面积的比值为纵坐标,标准品浓度为横坐标,结果表明,精脘在 24~216 μg 范围内呈良好的线性

关系,标准曲线回归方程为 $Y=0.0749+20.304X$, $r=0.9992$ 。

3.2 样品的测定:分别称取花鹿茸、马鹿茸不同部位的粉末一定量于烧杯中,加 5% 三氯醋酸 30 mL 在 40℃~50℃ 水浴上加热提取,重复两次,过滤,合并滤液,将滤液水浴蒸干,残渣加 0.1 mol/L 盐酸 20 mL 溶解,以 0.6~0.7 mL/min 速度通过已处理的 732 强酸型阳离子交换树脂,先以 1 mol/L 盐酸 50 mL 洗脱杂质,再用 6 mol/L 盐酸 50 mL 洗脱多胺,洗脱液于水浴上浓缩至干,以 0.1 mol/L 盐酸少许溶解,置 5 mL 量瓶中,加入内标溶液 0.5 mL,加 0.1 mol/L 盐酸至刻度,摇匀。分别吸取各样品溶液 1 mL 苯甲酰化,按上述高效液相色谱法测定。结果见表 1。

表 1 不同部位精脘含量测定结果

样品	部位	精脘含量(μmol/g)
花鹿茸	上	0.353
	中	0.004
	下	0.001
马鹿茸	上	0.403
	中	0.196
	下	0.073

3.3 加样回收试验:试验结果表明,精脘加样回收率为 98.52%,RSD 为 3.24%(n=5)。

4 小结与讨论

4.1 本试验中采用苯甲酰衍生物法^[2],可使精脘等多胺类形成高消光物质以便检测。

4.2 马鹿茸和花鹿茸各部位在精脘含量上有显著差异,以此可以作为区分它们的指标之一。

参考文献

- 1 Wang B X, et al. Chem Pharm Bull, 1998, 36: 2593
 - 2 Redmone J W, et al. J Chromatogr, 1979, 170: 479
- (1998-05-08 收稿)

* 董方言 男,硕士学位,现为吉林省中医中药研究院中药研究所副所长、副研究员、吉林省微量元素科学研究会理事。自 1982 年毕业以来对中药传统剂型、新剂型、速效剂型进行过系统研究。近几年完成的课题有 7 项通过省级以上鉴定,获国家中医药管理局科技进步一等奖 1 项,二等奖 1 项,吉林省科技进步三等奖 2 项,厅、局级奖 2 项。参加研制的新药 3 项获卫生部生产批号,2 项获临床批号,发表学术论文 20 余篇。作为副主编参加了 2 部著作的编写工作。