

反相高效液相色谱法测定蜂王浆中的 10-羟基-2-癸烯酸

杨彬, 郝莉花, 陈欣欣

(河南省产品质量监督检验院, 河南 郑州 450004)

摘要: 采用反相高效液相色谱法测定蜂王浆中的 10-羟基-2-癸烯酸。采用 ZORBAX Eclipse XDB-C18 柱, 以甲醇: 磷酸 1% 溶液 (50:50, v/v) 为流动相, 流速为 1.0 mL/min, 检测波长 210 nm。该法简便、快速、重现性好、回收率高。

关键词: 高效液相色谱法; 10-羟基-2-癸烯酸; 蜂王浆

中图分类号: S896.3; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)07-0092-02

Determination of 10-Hydroxy-2-Decenoic Acid in Royal Jelly by Reverse High Performance Liquid Chromatography

YANG Bin, HAO Li-hua, CHEN Xin-xin

(Henan Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Zhengzhou 450004, China)

Abstract: Reverse high performance liquid chromatography was used for the determination of 10-hydroxy-2-decenoic acid in royal jelly. Chromatographic separation was performed using ZORBAX Eclipse XDB-C18 column with methanol and 1% phosphoric acid (50:50, v/v) as mobile phase at a flow rate of 1.0 mL/min. The UV detection wavelength was fixed at 210 nm. This method was proved to be simple, rapid and has good reproduction quality and high recovery rate.

Key words: high performance liquid chromatography, 10-hydroxy-2-decenoic acid, royal jelly

10-羟基-2-癸烯酸(10-HDA)是蜂王浆中的特有成分, 具有抗疲劳、抗衰老、抗辐射、耐缺氧、调节免疫、改善记忆、抑制和杀伤癌细胞等功效, 一直以来被作为衡量蜂王浆质量及辨别其真伪的重要指标。我国国家标准规定蜂王浆优等品中10-HDA含量应大于1.6%, 合格品应大于1.4%^[1]。而在出口方面, 10-HDA含量高低也常被作为判别蜂王浆优劣和定价的关键。文献报道, 10-HDA含量测定方法有紫外分光光度法^[2]、气相色谱法^[3]及高效液相色谱法^[4]。本文用高效液相色谱法测定了蜂王浆中10-羟基-2-癸烯酸的含量, 测定方法简单、快速, 结果准确、稳定。

1 材料与方法

1.1 仪器

Agilent 1100 高效液相色谱仪, 配有紫外检测器, 超声波清洗器。

1.2 试剂

甲醇(色谱纯); 超纯水; 1%磷酸溶液; 10-HAD

收稿日期: 2007-04-02

作者简介: 杨彬(1979-), 男, 助理工程师

标准溶液(1 mg/mL): 准确称取 25 mg 10-HDA, 加无水乙醇溶解, 移入 25 mL 容量瓶中, 用无水乙醇定容至刻度, 摇匀。

1.3 色谱条件

色谱柱: ZORBAX Eclipse XDB-C18(150 mm×4.6 mm i.d., 5 μm); 柱温: 25 °C; 紫外检测器波长: 210 nm; 流动相: 甲醇: 1%磷酸溶液(50:50, V/V); 流速: 1.0 mL/min; 进样体积: 5 μL。

1.4 标准工作溶液

精确移取0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 10-羟基-2-癸烯酸标准储备液至10 mL容量瓶中, 用无水乙醇定容。

1.5 样品前处理

称取0.5 g左右样品放入小烧杯中, 加10 mL无水乙醇转移至50 mL容量瓶, 加无水乙醇定容, 超声波处理15 min, 经0.45 μm滤膜过滤上机。

2 结果

本实验用保留时间定性, 峰面积外标标准曲线法定量(见图1)。

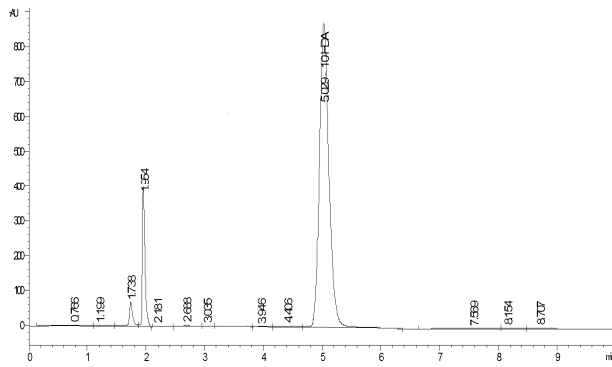


图 1 10-HDA 标准溶液的色谱图

2.1 线性范围

将 1.4 中配置的不同浓度的标准工作溶液，按上述操作条件分离检测，以浓度为横坐标，色谱峰面积为纵坐标作图，得到 10-HDA 标准曲线的回归方程及相关系数（见表 1）。

表 1 10-HAD 的标准曲线、线性范围

样品	线性范围 (mg/L)	回归方程	相关系数
10-HDA	50~500	Y=101.19625X+0.91621	0.9998

2.2 回收率试验

取 3 种样品分别添加一定量的 10-HDA 标样，按上述方法做回收试验，结果表明采用本方法测定回收率良好（见表 2）。

表 2 回收率试验结果

样品	本底值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标测定值 (mg/L)	回收率/%
1	55.3	30.0	85.9	102.0
2	132.2	30.0	159.5	91.0
3	68.5	30.0	101.2	109.0

2.3 精密性试验

相同样品在同一操作条件下，进样 7 次，计算 10-HDA 的相对标准偏差（RSD）为 1.08%。

3 结论

采用甲醇-1%磷酸溶液为流动相，以反相高效液相色谱法测定 10-HDA 的含量，操作方便、快速准确、重现性好。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准.GB/T 9697-2002 蜂王浆[S]
 [2] 张莉萍.蜂王浆中10-羟基-2-癸烯酸的含量测定[J].中国中药杂志,1990,15(6):30
 [3] 林国斌,陈小萍,倪蕾,等.气相色谱法测定蜂王浆及制品中的10-羟基-2-癸烯酸[J].实用预防医学,2005,12(1):172
 [4] 陈康丽.人参蜂乳中 10-羟基-2-癸烯酸的快速测定法[J].中成药,1990,12(6):42

(上接第77页)

[7] Tsushida T, Murai T. Conversion of Glutamic Acid to γ -Aminobutyric Acid in Tea Leaves under Anaerobic Conditions [J]. Agric. Biol. Chem.,1987,51(11):2865-2871
 [8] 蒋振晖,顾振新.高等植物体内 γ -氨基丁酸合成、代谢及其生理作用[J]. 植物生理学通讯,2003,39(6):249-254
 [9] 廖明星.茶叶中 γ -氨基丁酸(GABA)富集技术研究[D].南京:南京农业大学食品科技学院,2004,6
 [10] 杨昌军,宛晓春,黄继铨. GABA 茶的研究现状[J].茶业通报.2004,26(1):13-15
 [11] Kurkdjian A , Guern J. Intracellular pH: measurement and importance in cell activity[J]. Annu Rev Plant Physiol Plant Mol Biol.,1989 ,40:271-303
 [12] 林智,林钟鸣,尹军峰,等.厌氧处理对茶叶中 γ -氨基丁酸含

量及其品质的影响[J].食品科学,2004,25(2):35-39
 [13] 泽井祐典,许斐健一,小高保喜,等.嫌气处理した茶叶の茎における γ -アミノ酪酸含量[J]. 日本食品科学工学会誌,1999,46(4):274-277
 [14] 竹内敦子,泽井祐典,深津修一. 茶藁中酸量嫌气处理の温度と时间の影響[J].茶研报,1994,80:13-16
 [15] 泽井祐典,许斐健一,小高保喜,等.嫌气-好气交互处理による茶叶の γ -アミノ酪酸の増加[J].日本食品科学工学会誌,1999,46(7):462-466
 [16] 本刊记者. 降压茶— γ -氨基丁酸茶的研究进展和开发前景[J].中国茶叶,2004,4:4-5
 [17] 白木与志也.マイクロ波を照射し GABA 含量を高めた茶のかいはつ [J]. 茶叶研究报告,1998,87(增刊):126-127