

蜂王浆制品中 10-羟基-2-癸烯酸的测定

杭州第二中药厂 陈启荣

提要 王浆及其制品含多种有机酸,其中以10-羟基-2-癸烯酸含量最多,且有一定的生理作用,作者用二阶导数分光法测定,获得较满意的结果。

含有蜂王浆的滋补制剂,目前在国内外市场上品种繁多,蜂王浆化学成分较多,作者从蜂王浆中分得10-羟基-2-癸烯酸,并以二阶导数分光法测定它在王浆和王浆制品中的含量,结果尚好。

实验部分

一、10-羟基-2-癸烯酸的分离与鉴定

蜂王浆醚溶部分用碳酸钠溶液分离,经中和至酸性再用乙醚提取,提取液蒸去乙醚后的残留物,用50%乙醇多次重结晶,得无定形白色粉末,熔点51—52°C,紫外光谱 λ_{max} 210nm(95%乙醇);IR(cm^{-1}):2900(游离OH)1710(-COOH)、1649(共轭双键)、978(双键、反式)。质谱;离子源EI, m/l分别为44.55(100)67、81、98、108、124、138、158、186(M^+)。核磁氢谱: δ 1.35(10H, S)、 δ 2.19~2.23(2Hm, C_4 质子)、 δ 3.55~3.69(2Ht, C_{10} 质子)、 δ 5.72、5.89(1Hd J=16C. P.S、反式双取代)、 δ 6.89~7.22(1Hd-d J=16C.P.S、反式双取代),上述数据分别与报道10-羟基-2-癸烯酸相符^[1-4]。元素分析;

C H

计算值(%) 64.51 9.67

实测值(%) 64.41 9.53

二、10-羟基-2-癸烯酸的测定

据报道曾用气相色谱^[5,6]和毛细管等速电泳(Tube isotachopheresis^[7])测定,但十分繁复。作者重复了中陈静男的高效液相色谱法^[8],重现性较差,于是采用二阶导数分光法测定。仪器: Perkin-Elmer 599型紫外可见光仪。

10-羟基-2-癸烯酸及样品二阶导数分光如图1。

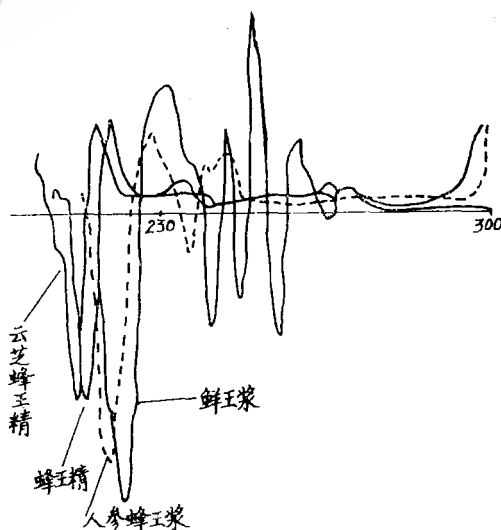


图1

标准曲线的制作

制备10-羟基-2-癸烯酸10mg/ml 甲醇溶液, 精密吸取0.04、0.06、0.08、0.10、0.12、0.15、0.16、0.20、0.25ml置10ml量瓶中加入25%乙醇水溶液稀释至刻度, 各该测绘二阶导数分光图, 量取振幅218—230nm之间相邻二极值的垂直距离(mm), 以此为纵座标和浓度作图(图2), 浓度在0—200 $\mu\text{g/ml}$ 线性良好, 求得回归方程 $y = 0.371x - 4.57$ 相关系数 $r = 0.9931$

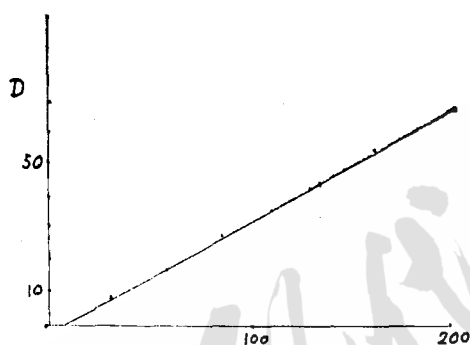


图2 D=相邻极值垂直距离(mm)

样品溶液的制备

取各种含有王浆的口服液5ml用乙醚充分提取, 提取液挥去乙醚用25%乙醇水溶液溶解并稀释至100ml, 测绘二阶导数分光图(如图1), 量测218—230nm之间相邻二极值的垂直距离(mm), 以此查图2求得浓度再计算样品中含量。

样品实测结果(表1)

讨论

1. 直接紫外分光定量测定, 因受王浆中含有其它有机酸干扰, 结果偏高, 采用二阶导数分光, 其它有机酸在特定波长范围内信号消失, 而只保留10-羟基-2-癸烯酸信号。

表1 蜂王浆制品分析

制品名称(产地)	10-羟基-2-癸烯酸含量(%)
人参蜂王浆(北京)	0.07
北京蜂王精(北京)	0.23
北京灵芝蜂王精(北京)	0.23
上海人参蜂王浆(上海)	0.33
人参蜂皇浆(黑龙江)	0.11
" (哈尔滨)	0.08
" (吉林)	0.11
双宝素(吉林)	0.11
东北双参蜂皇浆(黑龙江)	0.08
归芪蜂王浆(吉林)	0.28
双宝素(江苏)	0.12
人参蜂乳(江苏)	0.12
双宝素(杭州)	0.30
" (浙江)	0.11
" (四川)	0.09
三参皇浆(杭州)	0.21
蜂王浆鲜品(杭州)	1.60

2. 某些蜂王浆制品因受其它成分干扰波峰略有偏移, 笔者观察40批产品, 一般偏移不超过5nm, 但以相邻二极值垂直距离作定量测定依据仍旧适用。

致谢:

本文红外光谱浙江省药品检验所代测, 核磁共振, 质谱及元素分析由浙江大学中心实验室代测, 一并示表谢意。

参考文献

- [1] Barket S. A. et al; Nature 183 996 (1959)
- [2] Barker S. A. et al; ibid. 184 634 (1959)
- [3] The Merck Index 8035 9th. ed
- [4] 藤井正博; 日本化学杂志, 81(11)154(1960)
- [5] Neim Weaver et al; Biophys Acta 84(3) 305(1964) C. A. 61 3457 (1964)
- [6] 石黑昌孝; 关税中央分析所报18 77(1978)C. A. 51 73213 (1979)
- [7] 后藤一; 药学杂志(日) 101(2) 185(1981)
- [8] 中陈静男, 他; 同上, 102(6) 549(1982)