

3.1 华山松籽油的营养价值

华山松籽油含有常见的多种脂肪酸,特别是含有大量的不饱和脂肪酸,尤以人体所必需的亚油酸含量最高,高达63%。亚油酸为人体所必需两种脂肪酸之一,人体不能自身合成而又不可缺少。它对人体有着多种生理功能,尤其是降低胆固醇与防止动脉粥样硬化作用。胆固醇只有与亚油酸结合才能在人体内运转,这样胆固醇就不易在动脉管壁上积集沉淀物,从而起到预防动脉粥样硬化、高胆固醇血症和高血脂症的作用;另外,亚油酸还是合成前列腺素的前体,前列腺素(prostaglandins)存在于许多器官,有着多种多样的生理功能,如使血管扩张和收缩、神经刺激的传导、作用肾脏影响水的排泄,奶中的前列腺素可以防止婴儿消化道损伤等^[11]。目前,多不饱和脂肪酸(PUFA)的开发已成为功能食品研究热点之一。我国华山松籽资源丰富,而且其中亚油酸含量相当可观,所以它是人体获取亚油酸的良好食物来源。目前松籽仁多以鲜食为主,对华山松籽油的开发研究尚处于初级阶段。本试验表明,华山松籽含油率高,且主要成分为亚油酸。因此,开发华山松籽油意义重大。

3.2 华山松籽油及其抗氧化

华山松籽油含有大量的不饱和脂肪酸(90%),因此

易遭受氧化而损失。所以在提取松籽油的过程中,应注意避免长时间高温处理。可以在松籽油提取过程及成品油保存过程中添加抗氧化剂,抗氧化保存还可采取充氮包装、微胶囊等技术。

参考文献:

- [1] 赵景联.华山松籽仁的营养成分分析及产品开发[J].西部粮油科技,1998,23(5):33.
- [2] 于俊林,等.松仁的化学成分及功效[J].人参研究,2001,13(1):25.
- [3] 李哲敏.松子仁的营养保健功能[J].农牧产品开发,2001,(7):23.
- [4] 植物油脂检验—比重测定法.GB5526-85.
- [5] 植物油脂检验—折光指数测定法.GB5527-85.
- [6] 植物油脂检验—酸价测定法.GB5530-85.
- [7] 植物油脂检验—皂化价测定法.GB5534-85.
- [8] 植物油脂检验—碘价测定法.GB5532-88.
- [9] GB/T5009.37—1996.
- [10] 韩菊,等.气相色谱法测定野生植物种子中的脂肪酸[J].河北轻化工学院学报,1995,16(1):20.
- [11] 陈炳卿.营养与食品卫生学(第四版)[M].人民卫生出版社,2000.21.

大豆异黄酮双向纸层析分析方法的研究

彭义交, 刘宗林

(北京市食品研究所, 北京 100076)

摘 要: 大豆异黄酮是由大豆素、染料木素及其相应的衍生物组成。它们的化学性质极为相似,常见的分析方法多采用高压液相色谱法(HPLC),但由于液相色谱仪价格昂贵、操作复杂,故很难普及。我们采用双相纸层析方法其设备简单、操作方便,分离结果与液-质色谱法(LC-MS)基本吻合。

关键词: 大豆异黄酮; 大豆素; 染料木素; 纸层析

Study on Two-dimensional Paper-chromatography of Soybean Isoflavone

PENG Yi-jiao, LIU Zong-lin

(Beijing Food Research Institute, Beijing 100076, China)

Abstract: Soybean isoflavone is made up of Daidzein, Genistein and its' remification, they have the similar chemistry characters, the analytical method is HPLC, but the instrument is expensive, it can't be popularized. We adopt the two-dimensional paper-chromatography, it is a kind of the convenient and very simple method. The result is same as the method LC-MS.

收稿日期: 2003-08-15

作者简介: 彭义交(1977-), 男, 工程师, 研究方向为理化检验、食品安全。

Key words: soybean isoflavone, daidzein, genistein, paper-chromatography

中图分类号: O65

文献标识码: B

文章编号: 1002-6630(2004)04-0141-04

大豆是我们生活中的重要食物资源,它不仅含有丰富的蛋白质和脂肪,还含有多种生物活性物质,如磷脂、异黄酮、低聚糖等。本文将讨论的是经有机溶剂低温浸提油脂后豆粕中异黄酮的成分分析。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

层析缸 长×宽×高=30cm×20cm×30cm; LC-MS 色谱仪 5989X-1; 滤纸 国产新华滤纸3号。

1.2 试剂

甲醇、正丁醇、冰醋酸、氨水等均为分析纯;大豆素、染料木素、大豆素-7-葡萄糖均为光谱纯;豆粕化生植物蛋白有限公司,河南。

1.3 标准溶液的配制

大豆素、染料木素、大豆素-7-葡萄糖等均配制为0.1%。

展开剂:

第一展开剂 正丁醇:冰醋酸:水=4:1:1(TBA)。

第二展开剂 15% 醋酸(HOAC)。

2 实验步骤

2.1 样品处理

称取均匀豆粕粉10g,采取索氏提取法用甲醇提取2h,过滤,浓缩定容至10ml。

2.2 点样

取上述样液1.00ml,将其点析滤纸右下角距层析纸两边距离各10cm处,反复点样,吹干,使其在360nm条件下呈直径为2~4cm的斑点。

取标准液按1:1:1混合,取混合后的标准液1.00ml,反复点样,吹干,操作步骤同上。

2.3 展开

将分别点好样品和标准液的层析纸同时放入盛有第一展开剂的层析缸中,采用上行法,使样品斑点与展开剂液面相距5cm左右。盖好层析缸,并查验是否漏气。

当展开剂的前沿上行至距纸边约10cm左右时,取出层析纸晾干。将风干的层析纸旋转90°放入盛第二展开剂的层析缸中,方法同上。

2.4 显色

将上述双向层析纸风干后,在氨气中熏2h,然后在紫外下照射,其斑点颜色与黄酮体类型的关系见表1。

2.5 双向纸层析谱图分析

根据图谱中的斑点,计算出双向层析的比移值。详见表2。

将样品纸层析谱图与标准品谱图的比移值比较,再根据谱图斑点的颜色可判断,豆粕中的黄酮基本是由大豆素、染料木素、双氢黄酮醇及其相应的衍生物组成。将上述样液进行LC-MS 色谱分析进一步验证双向纸层析的结果。

表1 颜色与黄酮体类型的关系

黄酮体斑点颜色		黄酮体类型
紫外	紫外/氨蒸气熏	
	黄,黄-绿或棕色	(1)一般为5和4'-OH的黄酮或具有5-OH和4'-OH的3-OH取代 [*] 黄酮醇 (2)一些5-OH双氢黄酮和B环无羟基的4'-OH查尔酮
深紫红色	几乎没有颜色变化	(1)具有5-OH的黄酮或黄酮醇,但4'-OH或4'-OH被取代 (2)具有5-OH的异黄酮,双氢黄酮醇和某些双氢黄酮
	淡蓝色 红或橙色	(3)具有2'-或6'-OH,但在2位或4位上无游离羟基查尔酮 某些5-OH双氢黄酮 具有游离2-OH及/或4-OH的查尔酮
淡蓝色荧光	黄-绿色荧光或蓝-绿色荧光	(1)无游离5-OH的黄酮和双氢黄酮 (2)无游离5-OH而且3-OH被取代的黄酮醇
	几乎没有颜色变化 淡蓝色的亮荧光	无游离5-OH的异黄酮 无游离5-OH的异黄酮
不可见 暗黄,黄色或橙色荧光	淡蓝色的荧光 几乎没有颜色变化	无游离5-OH的异黄酮 具有游离3-OH的黄酮醇以及具有游离3,5'-OH的黄酮醇
	橙或红色	具有游离4'-OH的奥弄和一些具有2或4-OH的查尔酮
黄,黄-绿,蓝-绿或绿色荧光	几乎没有颜色变化	(1)无游离的4'-OH的奥弄,无游离5-OH的双氢黄酮 (2)具有游离3,5'-OH的黄酮醇和游离3-OH的黄酮醇
浅黄色	淡黄-紫红色	无游离5-OH的双氢黄酮醇

注: * 这里“取代”是指OH中的氢被取代而成醚或成苷。

表2 双向纸层析的比移值

斑点	R _f (TBA)	R _f (HOAC)	判断	结构
1	0.67	0.00	3',4'-二羟基黄酮(木犀草素)	
2	0.71	0.06	4',7-二羟基黄酮	
3	0.62	0.16	染料木素	
4	0.62	0.28	4',7-二羟基双氢黄酮-7-葡萄糖苷	
5	0.65	0.41	大豆素	
6	0.65	0.55	大豆素-7-葡萄糖苷	
7	0.76	0.52	(+)-4',7-二羟基双氢黄酮醇	
8	0.59	0.72	毛蕊异黄酮-7-葡苷	
9	0.68	0.73	Ψ-甾萜苷	
10	0.74	0.72	勒康特甾萜苷	
11	0.08	0.81	双氢黄酮醇	
12	0.18	0.83	双氢黄酮醇-3-葡苷	

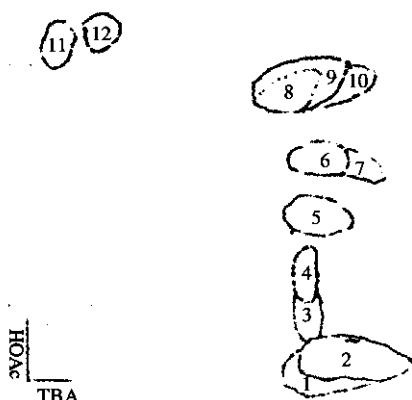


图1 双向纸层析谱图

3 LC-MS 色谱仪分析

3.1 LC-MS 色谱仪(5989X-1)

测定条件

色谱柱 日本岛津公司shim-pack clc.ODS柱(150×60mm, ID:5μm), 流动相为 MeOH:HAc:H₂O(30:3.5:66.5)。

流速 0~5.8min时, 1.0ml/min; 5.8~47min时, 1.5ml/min

柱温为50℃, 检测波长为254nm Zorbax2.1 0.4ml/min。

对吸收峰面积在 1% 以上的组分进行液相色谱-质谱分析其苷元与纸层析色谱的结果基本吻合, 不同的地方在于取代基位置的变化。

4 讨论

双相纸层析色谱法是一种设备简单、操作方便的方法, 对豆粕中异黄酮成分分析, 其结果基本与液-质色谱法(LC-MS)吻合。对从事异内酮提取工艺研究的科技人员来说, 要了解每一个流程中异黄酮的变化, 在没有高压液相色谱仪的条件下, 双相纸层析色谱且较为理想的分析方法。

参考文献:

- [1] 闫祥华, 顾景范, 孙存普. 大豆氨基黄酮的抗癌作用机制研究进展[J]. 生理科学进展, 1997, 28(4): 362-364.
- [2] 赵云峰, 吴永宁, 等. 植物雌激素的研究进展[J]. 食品科学, 1999, 21(7): 6-8.
- [3] 孙军明, 丁安林, 等. 大豆异黄酮研究概况[J]. 大豆科学, 14(2): 160-165.
- [4] 上海区物研究所. 黄酮化合物鉴定手册[M]. 科学出版社, 1981. 691-712.
- [5] 江和源, 吕飞杰, 等. 高效液相色谱法测定大豆异黄酮[J]. 食品科学, 2000, 22(4): 56-58.

酸奶中乳酸含量测定的毛细管 区带电泳方法研究

陈炯炯, 何 进, 喻子牛

(华中农业大学生命科学技术学院, 湖北 武汉 430070)

摘 要: 建立了测定酸奶中乳酸含量的间接紫外检测毛细管区带电泳方法。在未涂渍的石英毛细管(内径 75μm, 有效长度 50cm)中, 以 10.0mmol/L 的 2,6-吡啶二羧酸-0.5mmol/L 十六烷基三甲基溴化铵(pH3.5)为运行电解质, 检测波长 214nm, 在 -15kV 分离电压下酸奶中乳酸 6min 内能得到分析。方法重现性好, 迁移时间和峰面积的相对标准偏差分别在 1.0% 和 2.0% 以内。在相应的浓度范围内, 峰面积与样品浓度之间呈现良好的线性关系。该法简单、快速、灵敏度高, 为测定酸奶中乳酸含量提供了一种高效、快速、简便的方法。

关键词: 毛细管区带电泳; 间接紫外检测; 酸奶; 乳酸

收稿日期: 2003-06-03

作者简介: 陈炯炯(1982-), 女, 2003 届本科, 在读研究生, 研究方向为农业生物技术。