

# 灵芝孢子油的稳定性考察

曾荣华\*, 李菁, 刘翠红, 宋晓燕

(广州白云山汉方现代药业有限公司 中药提取分离过程现代化国家工程研究中心, 广州 510240)

**[摘要]** **目的:**考察灵芝孢子油加速试验后的质量变化。**方法:**以酸值、过氧化值、总三萜及甘油三油酸酯含量为评价指标,考察灵芝孢子油加速 0,1,2,3,6 个月后的质量变化。采用 HPLC 测定甘油三油酸酯含量,Kromasil-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 200 mm,5 μm),流动相乙腈-异丙醇(53:47),流速 0.5 mL·min<sup>-1</sup>,蒸发光散射检测器检测,柱温 30 ℃。**结果:**与 0 月相比,灵芝孢子油加速 6 个月后,酸值呈上升趋势,上升幅度 32.11% ~ 39.27%;过氧化值呈下降趋势,下降幅度 41.17% ~ 46.67%;总三萜含量呈下降趋势,下降幅度 6.72% ~ 8.13%;甘油三油酸酯含量呈下降趋势,下降幅度 3.78% ~ 4.54%;酸值与过氧化值均符合食用植物油的卫生标准。**结论:**灵芝孢子油加速 6 个月质量较稳定。

**[关键词]** 灵芝孢子油;稳定性;加速试验;甘油三油酸酯;总三萜

**[中图分类号]** R283.6;R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)18-0023-03

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfx.2014180023

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140722.1449.007.html>

**[网络出版时间]** 2014-07-22 14:49

## Stability of Ganoderma Spores Oil

ZENG Rong-hua\*, LI Jing, LIU Cui-hong, SONG Xiao-yan

(National Engineering Research Center for Modernization of Extraction and Separation Process of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou Hanfang Pharmaceutical Co. Ltd, Guangzhou 510240, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate stability of Ganoderma spores oil experienced by six months accelerated test. **Method:** Taking acid value, peroxide value, contents of total triterpenoids and glycerol trioleate as indexes, quality changes of spores oil after 0, 1, 2, 3, 6 months accelerated test were investigated. The content of glycerol trioleate was determined by HPLC, which was performed on a Kromasil C<sub>18</sub> analytical column with mobile phase of acetonitrile-isopropanol (53:47) at flow rate of 0.5 mL·min<sup>-1</sup>, column temperature was 30 ℃, detector was evaporative light-scattering. **Result:** Compared with zero month, after 6 months accelerated test of Ganoderma spores oil, acid value showed a rising trend with rising 32.11%-39.27%; peroxide value showed a decreasing trend with decreasing 41.17%-46.67%; the content of total triterpenoids showed a decreasing trend with the range of 6.72%-8.13%; the content of glycerol trioleate showed a decreasing trend with dropping by 3.78%-4.54%; acid and peroxide values were accorded with gienic standard for edible vegetable oil during 6 months accelerated test. **Conclusion:** Quality of Ganoderma spores oil remains stable after 6 months accelerated test.

**[Key words]** Ganoderma spores oil; stability; accelerated test; glycerol trioleate; total triterpenoids

灵芝收载于《中国药典》2010 年版一部,为多孔菌科真菌赤芝 *Ganoderma lucidum* (Leys. ex Fr.)

Karst. 或紫芝 *G. sinense* Zhao, Xu et Zhang 的干燥子实体。孢子油是从灵芝的孢子粉中萃取的脂类成

**[收稿日期]** 20140328(005)

**[基金项目]** 国家“重大新药创制”科技重大专项(2011ZX09401-404);广州市科技计划项目(201300000084)

**[通讯作者]** \* 曾荣华, 硕士, 工程师, 从事中药及保健食品研究, Tel:13725247800, E-mail:xiaohua305@163.com

分,具有抵制肿瘤、调节血脂和免疫系统、改善心脑血管和呼吸功能等作用。灵芝孢子油的药理作用、成分分析及制备工艺等已有文献报道<sup>[1-3]</sup>,但关于其稳定性的研究尚未见报道。本实验拟通过加速稳定性试验考察灵芝孢子油产品在保存期内的质量变化,评价指标除了选择常用的酸值、过氧化值、总三萜含量外,增加了甘油三油酸酯含量为指标,为灵芝孢子油制剂的制备与质量控制提供参考。

### 1 材料

2695 型高效液相色谱仪(美国 Waters 公司),SEDEX 75 型蒸发光散射检测器(法国 Sedere 公司),KBF720 型恒温恒湿箱(德国 WTB-Binder 公司),UV-2550 型紫外分光光度计(日本岛津)。

甘油三油酸酯对照品(美国 Sigma-aldrich 公司,批号 119K1373),熊果酸对照品(中国食品药品检定研究院,批号 110742-201220),灵芝孢子油(广州白云山汉方现代药业有限公司,批号 130501,130502,130503),乙腈、异丙醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 加速稳定性试验设计** 选择酸值、过氧化值、总三萜及甘油三油酸酯含量为评价指标。灵芝孢子油为脂质成分,甘油三酯类成分含量较高,甘油三油酸酯为其中一种,故本实验除了选择酸值、过氧化值、总三萜含量等常测指标外,增加甘油三油酸酯含量为评价指标。酸值、过氧化值依据《食用植物油卫生标准的分析方法》测定<sup>[4]</sup>,总三萜及甘油三油酸酯含量依据文献<sup>[5]</sup>测定。

**2.2 加速稳定性试验** 参考 2010 年版《中国药典》二部附录中方法<sup>[6]</sup>,考察灵芝孢子油在 0,1,2,3,6 个月内的加速稳定性,酸值、过氧化值、总三萜及甘油三油酸酯含量的变化趋势见图 1~4,HPLC 色谱图见图 5。

**2.2.1 加速试验对酸值的影响** 由图 1 可知,3 批灵芝孢子油酸值随加速时间的延长而增加,批号 130501,130502,130503 加速 6 个月后酸值(3.99,3.83,3.52)依次较 0 月增加 32.11%,39.27%,38.04%。灵芝孢子油主要成分为甘油三酯类,甘油三酯类成分随着加速时间延长,会缓慢降解为甘油及脂肪酸,使得脂肪酸含量随加速时间的延长而增加,故酸值测定值增大。《食用植物油卫生标准》<sup>[7]</sup>中规定植物原油的酸价 $\leq 4$ ,灵芝孢子油经加速 6 个月后,其酸价符合食用植物油的卫生标准。

**2.2.2 加速试验对过氧化值的影响** 由图 2 可知,

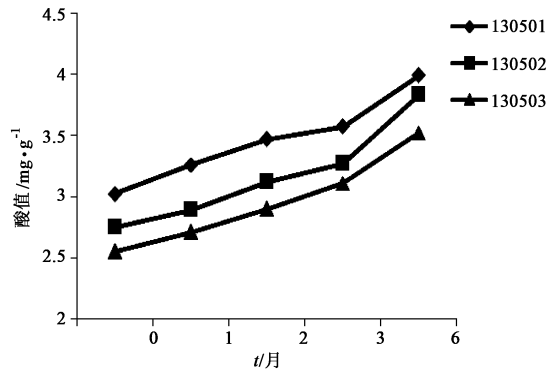


图 1 加速试验对灵芝孢子油中酸值的影响

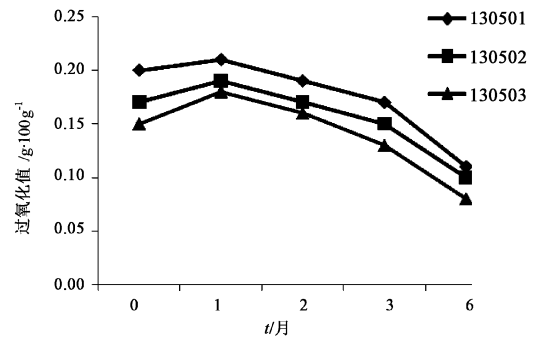


图 2 加速试验对灵芝孢子油中过氧化值的影响

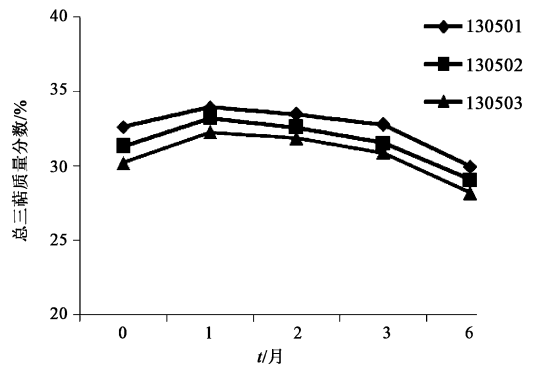


图 3 加速试验对灵芝孢子油中总三萜含量的影响

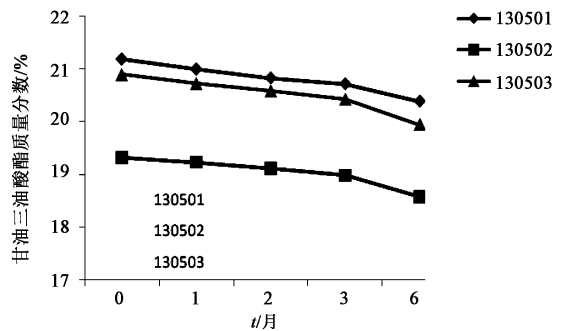
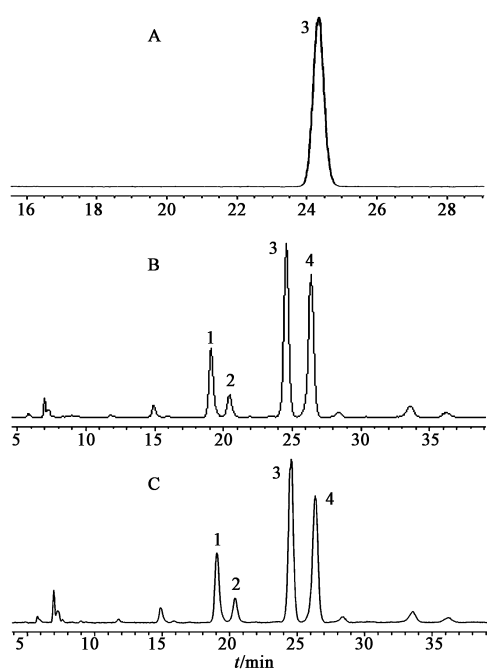


图 4 加速试验对灵芝孢子油中甘油三油酸酯含量的影响

灵芝孢子油的过氧化值随加速时间延长而降低,批号 130501,130502,130503 加速 6 个月后过氧化值(0.11,0.10,0.08)分别较 0 月降低 45.00%,



A. 对照品; B. 0月; C. 6月; 1. 1,2-二油酸-3-亚油酸甘油三酯;  
2. 1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油三酯;  
3. 甘油三油酸酯; 4. 1,2-二油酸-3-棕榈酸甘油三酯

图5 灵芝孢子油(批号130501)中甘油三油酸酯HPLC

41.17%, 46.67%。但加速1月的过氧化值高于0月的过氧化值是因为灵芝孢子油密闭放置时,当温度升高,其中某些成分充分利用氧气进行氧化,使得过氧化值增加;随加速时间的延长,过氧化值呈现降低的趋势,是因为在加速1月后,温度不变,随时间的延长,氧化已耗尽,灵芝孢子油中过氧化物发生降解或反应,使得过氧化物减少,导致过氧化值测定值降低。《食用植物油卫生标准》<sup>[7]</sup>中规定植物原油的过氧化值 $\leq 0.25$ ,说明灵芝孢子油经加速6个月后,过氧化值符合食用植物油的卫生标准。

**2.2.3 加速试验对总三萜含量的影响** 由图3可知,灵芝孢子油中总三萜含量随加速时间延长而降低,这与灵芝孢子油过氧化值的变化趋势类似,批号130501,130502,130503加速6个月后,总三萜质量分数分别为29.96%,29.07%,28.16%,依次较0月降低了8.13%,7.15%,6.72%。灵芝孢子油加速1月后总三萜含量高于0月是因为温度突然升高,孢子油中参与总三萜显色的成分有所增加,导致总三萜含量升高;随加速时间延长,温度不变,灵芝孢子油中总三萜类成分发生缓慢降解,致使其含量随加速时间延长而降低。

**2.2.4 加速试验对甘油三油酸酯含量的影响** 由图4可知,灵芝孢子油中甘油三油酸酯含量随加速

时间延长而降低,批号130501,130502,130503加速6个月后,甘油三油酸酯质量分数分别为20.38%,18.57%,19.94%,较0月依次降低了3.78%,3.88%,4.54%。由图5A可知,甘油三油酸酯出峰时间在24.590 min,而且峰面积在甘油三酯类成分中占比较大,故通过了解甘油三油酸酯的变化情况可推测灵芝孢子油中甘油三酯类成分发生了缓慢降解。

**2.2.5 甘油三油酸酯HPLC** 由图5可知,3批灵芝孢子油在0月与加速6个月相比,甘油三酯类成分HPLC的色谱峰个数与峰形无明显差异。在选择色谱条件下,加速试验未使灵芝孢子油中某一种甘油三酯类成分含量发生大的变化,未出现新成分亦未减少某一种甘油三酯类成分,说明灵芝孢子油中甘油三酯类成分较稳定。

### 3 讨论

大多数灵芝孢子油产品的保质期为2年,但灵芝孢子油贮存时间 $> 2$ 年后其质量变化水平有可能仍符合产品标准。随着对灵芝孢子油成分研究的深入,可制定多项成分检测指标开展加速与长期稳定性试验,以重新评价该类产品的保质期。灵芝孢子油功效显著,价格昂贵,市售产品主要为软胶囊制剂,贮存状态为密封。灵芝孢子油在密封加速6个月时,其酸值、过氧化值变化幅度较大,如果适当添加少量维生素E等抗氧化剂,可能会使这2个指标在加速期内无变化或变化幅度减小,以达到提高产品质量或延长产品货架期的目标。

### [参考文献]

- [1] 刘贤钦,窦环,宋玉仙,等. 灵芝孢子油对人肺腺癌细胞LTP- $\alpha$ -2的抑制作用[J]. 中国药理学通报,2011,27(1):146.
- [2] 陈体强,吴锦忠,徐洁,等. 灵芝孢子油脂肪酸组分的分析[J]. 菌物研究,2005,3(2):35.
- [3] 毛方华,陈体强,王宏雨. 超临界CO<sub>2</sub>萃取灵芝孢子油工艺条件的响应面优化[J]. 中国粮油学报,2012,27(6):71.
- [4] 中华人民共和国卫生部,国家标准化管理委员会. 食用植物油卫生标准的分析方法[S]. 2003:GB5009.37-2003.
- [5] 李菁,曾荣华,陈文俊,等. 灵芝孢子油的总三萜测定研究及HPLC鉴别[J]. 中药材,2011,34(10):1621.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 二部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录199.
- [7] 中华人民共和国卫生部,国家标准化管理委员会. 食用植物油卫生标准[S]. 2005:GB2716-2005.

[责任编辑 刘德文]