

荧光光度法测定芦荟胶囊中芦荟甙的含量

孙丽华 江月仙 王巧懿

(浙江省医学科学院, 浙江 杭州 310013)

摘要:为建立方便可靠的芦荟甙测定方法,以监督芦荟类保健食品的质量,利用在硼砂介质中芦荟甙能与硼砂发生化学反应,使体系荧光强度大幅度提高的特点,采用荧光光度法对芦荟胶囊中芦荟甙含量进行了测定。方法的平均加标回收率为 98.0%,相对标准偏差为 2.7%。该法经济、准确、快速,能够用于芦荟类保健食品中芦荟甙的测定。

关键词:芦荟;荧光光度测定法;营养保健品

Determination of barbaloin in aloe capsule by fluorescence spectrometry

SUN Li-hua, JIANG Yue-xian, WANG Qiao-yi

(Zhejiang Academy of Medical Sciences, Zhejiang Hangzhou 310013, China)

Abstract: A method for the determination of barbaloin in aloe capsule by fluorescence spectrometry is described for testing health food. The recovery was 98%. The RSD was 2.7%. The proposed method is accurate, precise, rapid and suitable for the analysis of barbaloin in aloe-based health foods.

Key word: Aloe; Fluorophotometry; Dietary Supplements

芦荟及其提取物常被用作保健食品的原料。芦荟甙作为芦荟的主要有效成分之一,其含量可作为此类保健食品的一项质量指标。据有关资料报道,以往对芦荟甙含量的测定多采用紫外-薄层层析法(TLC-UV)^[2]、高效液相色谱法(HPLC)^[3]、分光光度法^[1]等。但是TLC-UV法操作繁琐费时,HPLC法需要较昂贵仪器,分光光度法测定的是总蒽醌的含量,而不是芦荟甙的含量^[4],因此亟待建立一种简便可靠的检测芦荟甙的方法,从而监督芦荟类保健食品质量,完善保健食品检验方法。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 960型荧光分光光度计(上海精密科学仪器有限公司);KQ-250DB型数控超声波振荡器(昆山市超声仪器有限公司);TCL-16型高速台式离心机(上海医用分析仪器厂);芦荟甙对照品(中国药品生物制品检定所);芦荟胶囊I(由衢州××生物科技有限公司提供);芦荟胶囊II(由宁波×××生物科技有限公司、深圳市×××生物科技有限公司提供)。硼砂缓冲溶液[C₁₂H₁₀B₄O₇·10H₂O=0.01 mol/L]:准确称取硼砂3.8 g于1 000 ml容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度。甲醇(分析纯)。

1.2 测定原理 硼砂是一种弱酸强碱盐,溶于水后发生水解而显碱性。硼酸是缺电子化合物,是典型的路易斯酸,它能与芦荟甙的酚羟基形成稳定的配合物,在紫外光照射下,该配合物能够发出很强的荧光,且其荧光强度与芦荟甙的含量成正比,测定其荧光值,便可定量计算样品中芦荟甙含量。

1.3 校正曲线的制备 准确称取芦荟甙对照品1.0 mg于100 ml容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度。此标准溶液含芦荟甙为10.0 μg/ml,现用现配。

吸取此芦荟甙标准液0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 ml,分置于10 ml具塞试管中,加硼砂缓冲溶液4.0 ml,用甲醇定容至刻度,摇匀,于70℃水浴中保温10 min,冷却后用试剂空白作参比,以266 nm紫外线激发,在发射波长530 nm处测定其荧光强度值,用最小二乘法作芦荟甙浓度-荧光强度值的线性回归。

1.4 样品的测定 取10粒胶囊内容物,混匀后精密称取50.0 mg试样于50 ml容量瓶中,加适量甲醇,超声萃取30 min,再用甲醇稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液5.0 ml于10 ml具塞试管中,加硼砂缓冲溶液4.0 ml,再加甲醇至刻度,以下按校正曲线制备方法测定其荧光强度值,由校正曲线求得样液中芦荟甙含量。

作者简介:孙丽华 女 助理研究员

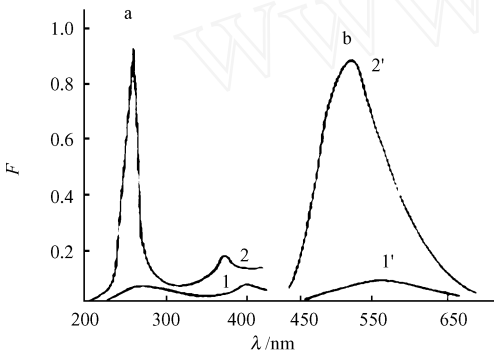
1.5 计算公式

$$X = \frac{C \times V}{M \times V_1 \times 1\,000} \times 100$$

式中: X—试样中芦荟甙含量,mg/100 g; C—从校正曲线上求得的试样测定溶液中芦荟甙含量,μg/ml; V—试样溶液制备总体积,ml; V₁—测定用试样溶液体积,ml; M—试样质量,g。

2 结果与分析

2.1 芦荟甙及芦荟甙-硼砂体系的荧光光谱 取芦荟甙对照品溶液及芦荟甙-硼砂溶液分别绘制激发光谱和荧光光谱图(图1)。由图1可见芦荟甙激发峰有2个,分别为266 nm和386 nm,荧光峰为550 nm。当在芦荟甙溶液中加入硼砂溶液后,其荧光光谱发生了明显的偏移,由550 nm移到530 nm,荧光值相应增大了10倍左右,吸收峰也向长波方向发生了移动,吸收强度明显增大。



1,1 芦荟甙; 2,2 芦荟甙-硼砂
图1 激发光谱(a)和荧光光谱(b)

2.2 加热温度和时间对荧光强度的影响 芦荟甙-硼砂溶液体系在室温下其荧光强度值很小,于30、40、50、60、70、80、90 °C水浴加热后,发现其荧光强度值均有所增大,而在70 °C水浴加热时荧光强度值最大;保温5~20 min 荧光强度值基本保持不变,因此,本实验选择70 °C水浴保温10 min后测定。

2.3 校正曲线及线性范围 溶液中芦荟甙浓度在0.85~68.6 μg/ml 范围时,与荧光强度呈线性相关,用最小二乘法作芦荟甙溶液浓度与其荧光强度

值的线性回归方程为 $y = 1.303\,0x + 1.235\,8$ 相关系数 $r = 0.999\,5$ 。

2.4 精密度试验 为了考察方法的精密度,对同一批号试样进行了12次测定,其相对标准偏差为2.7%,说明本方法具有较高的精密度,可以用于产品的有效成分测定。

2.5 样品实际测定和回收率试验 在3个批号试样中添加2个浓度水平的芦荟甙对照品,测其回收率,结果见表1,由表1可以看出本方法对芦荟甙的平均回收率为98.0%,说明本方法完全能够用于芦荟胶囊样品的实际测定。

表1 试样实际测定值及回收率

试样名称	试样批号	样品测定值 (mg/100 g)	加标量 (mg/100 g)	样品加标后测 定值(mg/100 g)	回收率 (%)
芦荟胶囊 I	20021108	89.5	10.0	97.6	98.1
	20021110	90.7	10.0	96.2	95.5
	20021118	88.7	10.0	96.0	97.3
芦荟胶囊 II	20030113	5817.1	500.0	6320.3	100.1
	20030215	5645.4	500.0	6017.6	97.9
	20030317	5723.8	500.0	6152.8	98.9
平均回收率 (%)		98.0			

3 结论

本测定方法操作简单、经济、稳定,能够快速准确地测定芦荟类保健食品中芦荟甙的含量。

参考文献

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社,2000年(一部),285-286.

[2] 阴健. 中药现代研究与临床应用[M]. 北京: 学院出版社,1994,350.

[3] 王宝琴. 中成药质量标准物质研究[M]. 北京: 中国医药科技出版社,1994,526.

[4] 包国荣. 芦荟甙的含量测定方法比较研究[J]. 药物分析杂志,1997,17(5):323.

[收稿日期:2004-11-18]

中图分类号:R15;O657.3; Q949.718.23 文献标识码:B 文章编号:1004-8456(2005)04-0318-02