

分光光度法测定保健食品中的蒽醌甙

黄 培 涂晓明 北京市卫生防疫站 (100013)

一些添加中草药的食品中含有大量的蒽醌甙类物质,对人体具有一定的保健作用。为测定保健食品中这类物质的含量,本文应用氯仿提取保健食品中的蒽醌甙,利用蒽醌甙类物质在碱性溶液中生成红色物质进行分光光度法测定,同时进行了条件实验,取得了较好的结果。

1 材料与方法

1.1 试剂与仪器

氯仿;

10% 盐酸溶液(V/V);

混合碱液 取氢氧化钠溶液(100g/L)与氢氧化铵溶液(40g/L)等量混合。

标准溶液 取 1,8-二羟基蒽醌,用乙醇重结晶,于 105℃干燥 2h 后,精密称取 10.0mg,置于 100mL 容量瓶中,用混合碱液溶解并稀释到刻度,摇匀。此溶液每 mL 含 1,8-二羟基蒽醌 100 μ g。

724 型分光光度计。

1.2 方法

1.2.1 校正曲线的制备 精密吸取标准溶液 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00mL 分别置于 25mL 比色管中,用混合碱液定容至刻度,摇匀,放置 30min 后于 535nm 比色测定吸光值,制备校正曲线。

1.2.2 样品处理

液体样品 取样品 1.0mL,置于 50mL 比色管中,加 10mL 盐酸溶液,于 90℃水浴中加热 30min 用冷水冷却至室温后,将溶液转移至 150mL 分液漏斗中,用氯仿 20、10mL 萃取二次,合并氯仿液,用水洗涤,弃去水层。

固体样品 称取 10g 粉碎后的样品,加少量水湿润后,加 1.0mL 冰醋酸,用氯仿 30、20、20mL 超声波提取 3 次,过滤后,合并滤液于分液漏斗中,用水洗涤,弃去水层。

1.2.3 样品测定 将以上氯仿提取液用 20mL 混合碱液提取,将碱液层放入 50mL 比色管中,用混合碱液补足至 25mL 刻度,于 90℃水浴中加热 5min,放置 30min 后,于 535nm 比色测定吸光值。

2 结果与分析

2.1 最大吸收波长 对标准溶液和样品溶液进行扫描,在 535nm 处有最大吸收。

2.2 校正曲线 蒽醌甙含量在 0~8.0 μ g/mL 范围呈线性关系,校正曲线相关系数为 0.9997。

2.3 方法的准确度 应用上述方法对含有蒽醌甙的保健食品进行加标回收实验,回收率(见下表)为 87.2%~114.4%。

2.4 方法的精密度 对大黄酒样品进行 6 次重复测定,其均值为 52.9 μ g/mL,SD 3.74 μ g/mL,RSD 7.1%。

2.5 本方法最低检测量为 0.56 μ g,样品取样量为 1.0mL(g)时,最低检测浓度为 13.9 μ g/mL(g)。

2.6 水解酸的选择 对液体样品用不同的酸进行水解,结果表明,用硫酸水解时。硫酸可使有机物中的多糖等物质发生炭化,造成一定的干扰,用盐酸水解则可克服这一缺点。

表 分光光度法测蒽醌甙的准确度

样品本底值 μ g/mL	加标量 μ g	测得值 μ g	回收率 %
47.4	50.0	94.8	94.8
55.8	50.0	103.9	96.2
48.8	50.0	92.4	87.2
55.1	50.0	112.3	114.4
55.1	50.0	107.0	103.8
55.1	50.0	107.0	103.8

2.7 盐酸浓度的影响 分别用 5%、10%、20% 盐酸溶液对样品进行水解,测定结果无显著性差异,故选用 10% 盐酸溶液水解。

2.8 提取溶剂的选择 分别用乙醚和氯仿为提取剂,用乙醚为提取剂时,提取出的杂质多,干扰大,用氯仿为提取剂则较理想。

2.9 测定时间 被测组分的颜色可在 0.5~2h 内稳定,提取与比色操作应在无阳光直接照射下进行,且应在 2h 内完成。