3 讨论

3.1 结果 2.2 表明,按文献报导的方法进行试样中过氧化值测定结果均为未检出,此方法是将卵磷脂试样直接测定,当试样中加入碘化钾和水后出现很多的白色沉淀,再加淀粉指示剂,溶液不呈蓝色,使实验无法进行,这是因为卵磷脂保健食品中有大量还原性物质存在,干扰过氧化值的测定。

3.2 油脂氧化分解产生过氧化物,过氧化值是反映油脂新鲜度的灵敏指标。油脂在贮存、运输期间,受阳光、温度、时间的影响,过氧化值的含量也随之而变化。从结果 2.1 可以看出卵磷脂保健食品中脂肪含量很高,达 70%~80%。所以卵磷脂保健食品的过氧化值是指其中脂肪中的总过氧化值。结果 2.2 表明卵磷脂保健食品中过氧化值检出范围在 0.24~14.2 meq/g,33 份试样中有 27 份试样的过氧化值 < 10 meq/kg。过氧化值的离散程度很大,原因可能是由于不同卵磷脂保健食品中油脂含有饱和脂肪酸与不饱和脂肪酸的量不同而造成的。

4 参考文献

- 1 Food Chemical Codex. 第 3 版, 1981
- 2 张洪祥, 编译. 食品添加剂公定书—注解·解说—第 6 版. 北京, 1997, 9
- 3 中华人民共和国卫生部. 食用植物油卫生标准的分析方法, GB/T 5009.37—1996, 1996—06—19
- 4 中华人民共和国卫生部. 食品中脂肪的测定方法, GB 5009.6—85, 1985—05—16

高效液相色谱法测定芦荟食品中芦荟甙含量

黄宏南 金乐君 福建省卫生防疫站 (350001)

在中国,芦荟有若干个别名,如象胆、油葱、象鼻草、龙角、番蜡、龙舌草等,芦荟叶中有一种十分重要的成分芦荟甙又名坝巴苷(barbalion),使芦荟具有润肠、通便的作用。目前芦荟食品快速上市,成为一种新型的保健食品。我国目前尚未建立相应的测定方法,本文探讨了高效液相色谱法测定芦荟甙的含量,试样处理简单,操作简易, *RSD* 为 0.4%;线性范围 0.01~0.1 mg/mL; *r* 为 0.9992;准确度添加回收率 89.3%~104.3%。

1 材料与方法

1.1 原理 用甲醇+水(55+45)作为溶剂,提取试样中的芦荟甙,高效液相色谱仪紫外检测器 293 nm 条件下检测。

1.2 试剂

流动相 甲醇(分析纯)+水=55+45 混匀。

标准溶液的制备 精确称取芦荟甙标准品(中国药品生物制品检定所,化学对照品)10 mg,加水溶解移入 100 mL 容量瓶中定容至刻度。

1.3 试样处理 首先将粒状试样粉碎成粉末状,准确称取上述经处理后的试样 1.00 g 于 50 mL 容量瓶中,加水 30 mL 溶解,经超声振提 5 min,加水补足至刻度,提取液略澄清后经离心分离(3 000 r/min, 5 min),取上清液 10 mL 通过 BOND ELUTE C₁₈ 试样净化富集柱,用 20 mL 水将这个柱洗净后,用(甲醇+水=55+45)混合液 10 mL 溶解,提供给高效液相色谱仪分析。

1.4 标准系列 分别吸取芦荟甙标准液 5 mL, 10 mL, 25 mL 置于 50 mL 容量瓶用水定容,即得到 0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL 的标准系列。

1.5 测定条件 仪器:日本岛津公司生产岛津 LC-4A;柱:shim-pack CLC-ODS, 150 mm×6 mm;柱温:室温(15℃~25℃);流动相:甲醇+水=55+45;流速:1 mL/min;检测器:UV293 nm;进样量:10 μL;以 *R_t* 定性,

峰面积法定量。

1.6 计算 芦荟甙含量计算公式

$$X = \frac{\rho \times V}{m}$$

式中: X —芦荟甙含量, mg/g; ρ —试样溶液芦荟甙的质量浓度, mg/mL; V —试样溶液定容总体积, mL; m —100 mL 试样溶液中含试样质量, g。

2 结果与讨论

2.1 校正曲线与线性方程 芦荟甙溶液质量浓度在 0.01~ 0.1 mg/mL 范围内, 校正曲线线性关系良好, 相关系数为 0.9992, 该线性方程为 $y = 1.11x + 1.24$ (y 为峰面积, x 为质量浓度)。

2.2 准确度 依本法取试样 9 份, 每 3 份一组, 分别加入 0.44 mg、0.22 mg、0.11 mg 标准品, 依法进行试样处理, 做加标回收率, 测定结果见表 1。

表 1 HPLC 法测定芦荟甙的准确度试验 mg

本底	添加量	测定量	回收率 %
0.325	0.44	0.749	96.3
0.325	0.44	0.767	100.3
0.325	0.44	0.780	103.4
0.434	0.22	0.630	89.3
0.434	0.22	0.640	92.3
0.434	0.22	0.620	101.5
0.488	0.11	0.603	104.3
0.488	0.11	0.603	104.3
0.488	0.11	0.593	95.5

表 2 HPLC 法测定 6 份芦荟食品试样的结果

批号	芦荟甙含量	
	mg/粒	mg/g
971130	0.52	2.72
971208	0.55	2.87
971211	0.53	2.77
971216	0.53	2.81
971223	0.52	2.74
971229	0.51	2.69

添加量为 0.44 mg 的 3 份试样, 其回收率范围为 96.3% ~ 103.4%, 平均回收率为 100%, 标准差为 0.036; $n = 3$, 添加量为 0.22 mg 的 3 份试样其回收率范围为 89.3% ~ 101.5%; 平均回收率为 94.4%; 标准差为 0.045; $n = 3$, 添加量为 0.11 mg 的 3 份试样其回收率范围为 95.5% ~ 104.3%, 平均回收率为 101.4%, 标准差为 0.05。

2.3 精密度 同一试样依法测定 6 次, 测得值(峰面积)分别为 238709、25562、259788、243387、248235、246876, 平均值为 248759, $RSD = 0.5\%$ 。

2.4 实测试样 采不同曲号市售木立芦荟叶粉末粒状品, 产地福建长乐, 依法测定, 结果见表 2。

试样中的其他杂质对芦荟甙的测定无影响。

3 参考文献

- 1 郑鹏然, 周树南, 主编. 食品卫生全书. 北京: 红旗出版社, 1996, 7
- 2 沈小婉, 主编. 色谱法在食品分析中的应用. 北京: 北京大学出版社, 1992, 8