

用高效液相色谱法测定柑桔皮精油中β-胡萝卜素含量

王小逸 姜孟军 张淑芬 翟福东 戴乾圆

(北京工业大学分析测试中心 北京 100022)

1 前言

柑桔皮占柑桔全果的20%左右,是制取β-胡萝卜素的很好原料。近十年来,β-胡萝卜素以其优良的着色能力及防癌、抗癌、抗衰老等药用保健特性^[1]得到人们的关注。目前,β-胡萝卜素作为食品添加剂和营养增强剂,已被联合国粮农组织和世界卫生组织食品添加剂联合委员会推荐,并已在世界上52个国家和地区获准使用。本文吸取了国内外科技工作者测定果蔬及植物中的β-胡萝卜素的一些经验^[2-5],建立了冷榨及蒸馏柑桔精油中β-胡萝卜素的高效液相色谱(HPLC)测试方法,其特点在于前处理及色谱条件的选择上,使之准确、快速、可靠。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

LC-6A 高压液相色谱仪(日本岛津),β-胡萝卜素标准品(进口分装,北京医药公司,纯度>97.6%),冷榨柑桔精油(浙江黄岩香料厂),预柱硅胶(100~200目,青岛海洋化工厂),其它试剂均为分析纯。

2.2 色谱条件

色谱柱:岛津 CLC-ODS, 250mm × 4.6mm i. d., 流动相:甲醇:氯仿(90:10);柱温 35℃;流速:1mL/min; 检测器:SPD 6AV 紫外可见检测器,λ = 450nm。

2.3 样品预处理

冷榨油成分复杂,对 HPLC 测定有一定的干扰。为此,我们将样品通过一支 100mm × 10mm i. d. 内装 2g 硅胶的预柱,然后定容待测。通过预柱前后的色谱图见图 1 和图 2。

3 结果与讨论

3.1 标准曲线的制作

将β-胡萝卜素的标样按不同浓度配成系列标准溶液。在与样品测定相同的操作条件下,对不同浓度分别等体积进样。β-胡萝卜素的含量在2~12μg/mL时,根据其浓度与色谱峰面积的关系,用最小二乘法得到回归方程为 $Y = -3325.11 + 22981.49X$, 相关系数 $r = 0.9999$, 标准曲线见图 3。

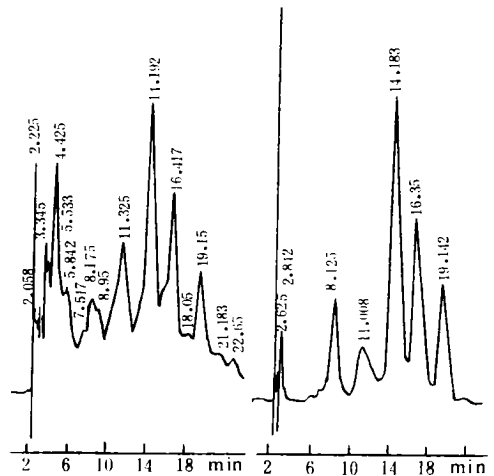


图1(左) 过预柱前的色谱图

图2(右) 过预柱后的色谱图

β-胡萝卜素的保留时间为8.175min(图1)

和8.125min(图2)。

3.2 柑桔皮冷榨精油中β-胡萝卜素的测定

取1.0mL精油加到前述硅胶预柱中,用氯仿洗脱,最后定容于5mL的棕色容量瓶中,进行HPLC测定。为了减少仪器的系统误差,测样时,采用一点外标法进行校正,测出冷榨油中β-胡萝卜素的含量为 $7.7 \pm 0.2 \text{ mg}/100 \text{ mL}$ 。

3.3 β-胡萝卜素标准品回收率试验

分别取浓度为8μg/mL的β-胡萝卜素标准液4份,每份1mL,加到前述硅胶预柱中。分别用氯仿洗脱,最终定容于5mL棕色容量瓶中。另取1份相同浓度的β-胡萝卜素标准液,进行HPLC测定。结果见表1,其平均回收率为96.4%。

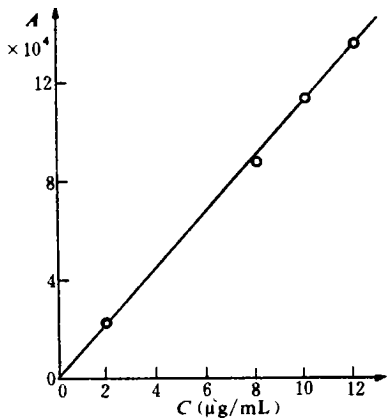


图3 β-胡萝卜素的标准曲线(峰面积-浓度)

3.4 流动相的选择

在实验中,进行过几种流动相的选择,如甲醇,甲醇-醋酸乙酯,甲醇-氯仿(85:15),甲醇-氯仿(95:5),甲醇-氯仿(90:10)等。前几个体系存在着洗

脱能力弱、分析时间长或干扰大等缺点。最终选定甲醇-氯仿(90:10)体系。该体系不但在分析时干扰小,重现性好,并能快速、准确地得到结果。

表1 β-胡萝卜素标准品回收率试验

序号	加入的β-胡萝卜素理论值(µg/mL)	层析后β-胡萝卜素测定值(µg/mL)	回收率(%)	平均回收率(%)
1	8.00	7.90	98.8	96.4
2	8.00	7.55	94.4	
3	8.00	7.79	97.4	
4	8.00	7.58	94.8	

关键词 高效液相色谱, β-胡萝卜素, 柑桔油

参 考 文 献

- 1 Mathews-Roth M M. Pure Appl Chem, 1985;57:717
- 2 Crandall P G. J Food Sci. 1983; 48:924
- 3 Bureau J. J Food Sci, 1986; 51(1):128
- 4 Philip T. J Food Sci, 1988; 53(6):1703
- 5 项秀珠等. 食品科学, 1993; (5):63

Determination of β-Carotene in Citrus Oil by Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Wang Xiaoyi, Jiang Mengjun, Zhang Shufen, Zhai Fudong and Dai Qianhuan
(The Analysis and Test Center, Beijing Polytechnic University, Beijing, 100022)

A new simple and rapid quantitative method was established for the determination of β-carotene in citrus peel oil by means of reversed-phase HPLC with ODS column and methanol/chloroform(90:10)eluate. The recovery for standards was 96.4%. The content of β-carotene in citrus oil from Huangyan was 7.7mg/100mL.

Key words high performance liquid chromatography, β-carotene, citrus oil

(上接第144页)

3.6 与国标比较

国标中的直接进样法易污染柱子,蒸馏后直接进样法又操作繁琐;而顶空气相色谱法取顶空气分析,色谱峰仅为甲醇、乙醇峰,因此分析时间短,比国标所述方法简单。

关键词 顶空气相色谱, 甲醇, 香水

参 考 文 献

- 1 GB 7917.4-87. 化妆品卫生化学标准检验方法
- 2 成金玉, 金 冰. 化工环保, 1992;12(1):51
- 3 韩长锦. 环境科学, 1990;11(4):58
- 4 符展明. 环境与健康, 1991;6(8):271
- 5 叶 芬, 罗春荣, 张祥民等. 色谱, 1994;12(2):138

Determination of Methanol in Perfume by Headspace Gas Chromatography (GC)

Zhang Qiang
(Center of Analysis, Yantai University, Yantai, 264005)

In this paper, headspace GC was used to determine methanol in perfume. Separation was performed on a GDX-201 column, 2m×3mm i.d. at 150°C. The characteristics of this method are sensitive, accurate and with less interference. This new method can be used for determination of methanol in cosmetics.

Key words headspace gas chromatography, methanol, perfume