

高效液相色谱快速测定苹果醋饮料中维生素C的含量

车长远

(鲁东大学 食品工程学院 山东 烟台 264025)

摘要:采用高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)检测苹果醋饮料中维生素C的含量,研究其更准确的定性定量方法。Ultimate AQ-C18色谱柱,采用0.02mol/L乙酸铵缓冲溶液-甲醇(7+3)的体系做流动相,流速为1.00mL/min,检测分析波长为251nm。线性回归方程为:Y=40681X+172169,相关系数R²=0.999,分析周期4min。精密测定结果的相对标准偏差和变异数均小于1%。方法的加标回收率范围为98%~104%。该方法样品处理简单、速度快、灵敏度高,能快速测定苹果醋等饮料中维生素C含量。

关键词:苹果醋;维生素C;高效液相色谱;快速测定

中图分类号:TS201.2

文献标识码:A

文章编号:0254-5071(2010)12-0157-02

Rapid determination of vitamin C in apple vinegar drinks by HPLC

CHE Changyuan

(College of Food Engineering, Ludong University, Yantai 264025, China)

Abstract: A more accurate method for qualitative and quantitative determination of VC in apple vinegar drinks by high-performance liquid chromatography with diode array detector (HPLC-DAD) was studied. The Ultimate AQ-C18 column was used. The mobile phase was 0.02mol/L ammonium acetate-methanol(70:30, v/v) solution at a flow rate of 1.00ml/min. The detection wavelength was 251nm. The linear regression equation and its correlation coefficient were Y=40681X+172169 and 0.999, respectively. The analysis period was 4min. Both relative standard deviation and variance of precision were less than 1%. The recovery rates of the method ranged from 98% to 104%. This method was simple in sample treatment, fast and sensitive. Moreover, it could determine VC content in apple vinegar drinks rapidly.

Key words: apple vinegar; vitamin C; HPLC; rapid determination

维生素C又称抗坏血酸(ascorbic acid),是一种维持人体正常生理代谢但人体自身又不能合成的一类重要化合物,人体若严重缺乏会引起坏血病。维生素C具有抗癌作用,同时具有预防感冒、增强机体免疫力等功能。但人体自身不能合成维生素C,必须由食物中摄取^[1-2]。由于维生素C的医用价值很高,又是一种理想的食物添加剂,而且市场上有很多食品都标注含有维生素C,所以对其的测定研究也得到了广泛的重视。维生素C常规的测定方法一般有化学法、荧光法等,这些方法存在所需试剂较多、操作繁

琐等缺点。近年来发展了用高效液相色谱法测定维生素C的含量,具有高效、快速、稳定、可靠等特点^[3-6]。苹果醋是一个口感呈酸性,在体内代谢后呈碱性的饮料,经常食用有利于各种营养素的保存和促进钙的吸收。本研究采用高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD),分析了苹果醋中维生素C含量的测定条件,旨在建立一种简单、快捷的方法,为水苹果醋等饮料中VC含量控制提供依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

收稿日期:2010-06-01

作者简介:车长远(1982-)男,硕士研究生,主要从事农产品贮藏加工研究工作。

液比>超声波时间。最佳提取工艺条件为提取溶剂1%HCl水溶液,超声波功率400W,超声波温度45℃,超声波时间20min,料液比为1:10(g:mL),乌洋芋皮红色素收率为3.94%,与一般溶剂浸提法相比,红色素收率提高34.93%。

超声波色素提取液经HPD-400树脂吸附除杂、70%vol乙醇洗脱、减压蒸馏后,可得到纯度较高的天然红色素,色价达25.23,是未纯化色素的1.77倍。HPD-400树脂对乌洋芋红色素有很好的吸附作用。

“转心乌”洋芋皮中含有丰富的天然红色素,超声波提取工艺简单,具有省时、节能、高效分离提取的优点,再经树脂除杂精制可得到纯度较高的天然红色素。

参考文献:

[1] 杨琼芬,白建明,杨万林,等.云南省彩色马铃薯产业的发展趋势和方

向[J].中国马铃薯,2006,20(4):254-255.

[2] 李佩华,蔡光泽,王安虎,等.高山乌洋芋特色种质资源生产性能研究及运用[J].种子,2009,28(8):65-67.

[3] 卢其能,杨清.马铃薯花色苷研究进展[J].北方园艺,2007(9):54-57.

[4] EICHHORN S, WINTERHALTER P. Anthocyanins from pigmented potato (*Solanum tuberosum* L.) varieties[J]. *Food Research International*, 2005,38:943-948.

[5] 高彦祥,李媛媛.天然色素抗氧化性研究进展[J].食品科学,2005,26(增刊):139-144.

[6] 王金华,秦礼康,范柳萍.乌洋芋色素提取工艺优化[J].食品科学,2008,29(6):164-169.

[7] 李崇瑛,王安,杨涛,等.食用天然色素的纯化与研究进展[J].中国调味品,2007(9):19-21.

[8] 焦淑清,徐晶莹.微波萃取红花羊蹄甲花红色素的研究[J].食品研究与开发,2009,30(4):190-192.

1.1.1 仪器

高效液相色谱仪(Waters 2695e),配置二极管阵列检测器(2998PDA);Lambda35紫外可见分光光度计;美国PerkinElmer公司;Milli-Q超纯水处理器(美国Millipore公司)。

1.1.2 试剂

维生素C(抗坏血酸,分析纯),国药集团化学试剂有限公司;甲醇(色谱纯),美国Tedia公司;乙二胺四乙酸二钠(EDTA)、乙酸铵为分析纯,所有试验用水均为超纯水。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液的配制

准确称取0.1000g标准抗坏血酸用超纯水定容于100mL容量瓶中(棕色瓶),配成1mg/mL的标准溶液,并加入少量EDTA作保护剂,防止VC被氧化。VC标准溶液每次使用前配制。

分别准确移取不同体积的VC标准溶液1.0000mg/mL,配制成0.050mg/mL、0.100mg/mL、0.150mg/mL、0.200mg/mL、0.300mg/mL的维生素C标准系列溶液。

1.2.2 样品处理

样品处理较为简单,吸取适量体积的样品原液或以0.01mol/L盐酸溶液处进行稀释,然后用0.45μm针头过滤器过滤待测。

1.2.3 色谱条件

色谱柱:Ultimate AQ-C₁₈柱(250mm×4.6mm,10μm),Welch Materials Inc;柱温:30℃;流速:1.0mL/min;进样体积:10μL;二极管阵列检测器。

1.2.4 测定

按上述色谱条件,取标准溶液和样品处理液各取10μL进样,在最佳的色谱条件下进行HPLC分析。根据标准溶液峰的保留时间为依据定性,以其峰面积按外标法定量求出样液中维生素C的含量。用标准溶液进行标准曲线、线性范围、相关系数和检出限的测定。

2 结果与讨论

2.1 紫外检测器波长的选择

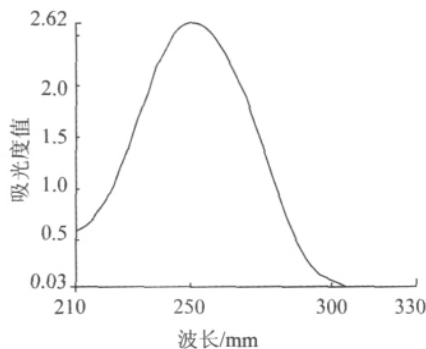


图1 标准VC光谱图
Figure 1. UV absorption spectra of VC standards

通过紫外可见分光光度计(PerkinElmer公司)波长扫

描,见图1。确定VC溶液在波长λ=251nm时,有最大吸收峰。所以选择251nm作为HPLC分析的检测波长。

2.2 流动相的选择

试验中先分别以水-甲醇、乙酸铵溶液-甲醇为流动相,结果发现以乙酸铵溶液-甲醇为流动相能明显改善峰形,且保留时间缩短,峰面积与浓度线性良好。又考察了不同的流动相对比对样品分离的影响。试验选择乙酸铵(0.02mol/L)-甲醇(7:3)的体系作为流动相,分析周期4min左右。标准溶液色谱图见图2。

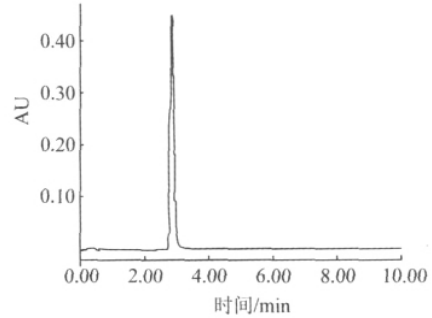


图2 VC标准溶液色谱图(0.100mg/ml)
Figure 2. HPLC chromatograms of standard VC solution (0.100mg/ml)

2.3 线性关系及精密度

在最佳分离条件下,分别以不同浓度的混标进样,以峰面积Y对质量浓度X(mg/mL)求得各成分的线性回归方程为:Y=40681X+172169,相关系数R²=0.999,线性关系良好,分析周期4min。标准工作曲线图见图3。取一标准溶液,在相同条件下,连续进行5次平行测定,考察方法的精密度,结果(表1)表明,测定结果的相对标准偏差为0.91%,变异数CV为0.91%,说明方法准确度高。

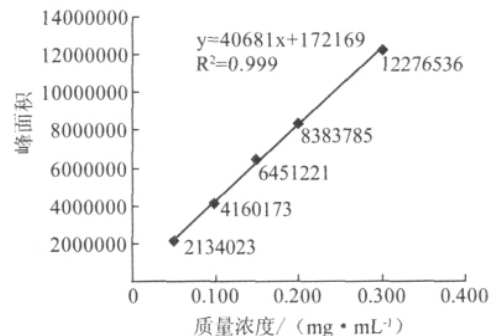


图3 VC标准工作曲线图
Figure 3. Standard working curve of VC

表1 方法精密度试验

Table 1. Precision test of the methods

试验号	理论值 / (mg·mL ⁻¹)	测量值 / (mg·mL ⁻¹)	平均值 / (mg·mL ⁻¹)	标准偏差 S	变异数 CV/%
1	0.100	0.1012	0.0999	0.00091	0.91
2	0.100	0.0989			
3	0.100	0.1008			
4	0.100	0.0996			
5	0.100	0.0988			
6	0.100	0.1003			

气相色谱法测定食品中甜蜜素定量方法的探讨

王贵双,高丽华,赵俊平,鲁 绯*

(北京市食品酿造研究所,北京 100050)

摘要:气相色谱法测定食品中甜蜜素的原理是环己基氨基磺酸钠和亚硝酸钠在酸性条件下生成环己醇,环己醇与亚硝酸钠发生酯化反应生成环己醇亚硝酸酯,在测定过程中发现,在终产物中环己醇亚硝酸酯和环己醇并存,且此反应是可逆反应,二者还存在动态平衡,因此定量过程中采用双峰定量,试验结果更准确。

关键词:环己基氨基磺酸钠;气相色谱;定量

中图分类号:TS202.3

文献标识码:A

文章编号:0254-5071(2010)12-0159-03

Quantitative determination of sodium cyclamate in food by gas chromatography

WANG Guishuang, GAO Lihua, ZHAO Junping, LU Fei*

(Beijing Institute of Food & Brewing, Beijing 100050, China)

Abstract: The principle of determining sodium cyclamate in food by gas chromatography is that sodium cyclamate will react with sodium nitrous acid, and form cyclohexanol under acidic condition; furthermore, the cyclohexanol will react with sodium nitrous acid, and form nitrous acid cyclohexyl ester. As observed in this study, the nitrous acid cyclohexyl ester and cyclohexanol could co-exist in final products. Moreover, the reaction is reversible and there was a content balance between nitrous acid cyclohexyl ester and cyclohexanol. Hence, if the GC peaks of nitrous acid cyclohexyl ester and cyclohexanol were both used for calculation, the content of sodium cyclamate in food would be more accurate in GC detection.

Key words: sodium cyclamate; gas chromatography; quantification

甜蜜素学名环己基氨基磺酸钠,是一种广泛使用的

人工合成、无营养甜味剂,其甜度是蔗糖的30~40倍。甜蜜

收稿日期:2010-02-18

作者简介:王贵双,女,工程师,主要从事食品、发酵技术及分析研究工作;鲁 绯*,研究员,通讯作者。

2.4 样品分析

在选定的色谱条件下,对市售的苹果醋处理,进行HPLC分析,通过保留时间与标准VC对比定性,通过峰面积定量,达到了良好的效果,分析结果见表2。

表2 市售饮料苹果醋VC含量检测结果
Table 2. VC content of commercial apple vinegar drinks

样品	VC含量/(mg·mL ⁻¹)			平均/ (mg·mL ⁻¹)	相对偏差
	1	2	3		
苹果醋380mL	0.0976	0.0978	0.0986	0.0980	0.00043
苹果醋饮料(清爽型)	0.0872	0.0873	0.0867	0.0871	0.00026
苹果醋饮料(低糖型)	0.0932	0.0926	0.0928	0.0929	0.00025
恒顺苹果醋(精制)	0.0956	0.0948	0.0953	0.0952	0.00033
苹果醋280mL	0.0886	0.0881	0.0892	0.0886	0.00045

表3 抗坏血酸标准品加标回收率试验结果

Table 3. Recovery test of VC standard

试验号	本底值/ (mg·mL ⁻¹)	VC加入量/ (mg·mL ⁻¹)	测量值/ (mg·mL ⁻¹)	回收率/%	平均值/%
1	0.098	0.100	0.201	103	101
2	0.098	0.100	0.196	98	
3	0.098	0.100	0.202	104	
4	0.087	0.100	0.189	102	
5	0.087	0.100	0.185	98	
6	0.087	0.100	0.188	101	

取一定量样品处理液2份,其中一份作本底,另一份添加一定量抗坏血酸标准液进行色谱分析,并计算抗坏血酸的回收率,结果(表3)可以看到,加标回收率为98%~104%,

平均回收率为101%。

3 结论

试验以HPLC-PDA定量检测饮料中VC,经多次试验结果证明:采用Ultimate AQ-反相C₁₈柱,0.02mol/L乙酸铵缓冲溶液-甲醇(7:3)的体系做流动相,流速为1.00mL/min,检测分析波长为251nm时,可以较好地分析苹果醋饮料中维生素C含量。

得到峰面积与浓度的线性回归方程为:Y=40681X+172169,相关系数R²=0.999,线性关系良好,分析周期4min。加标回收率为98%~104%,平均回收率为101%。

该方法样品处理简单、灵敏度高、速度快、测定费用低,对快速测定苹果醋等饮料中维生素C含量有实际指导意义。

参考文献:

- [1] 贾 君. 5种水果中维生素C含量的测定研究[J]. 冷饮与速冻食品工业, 2004, 10(2): 33-34.
- [2] 姜 波, 范圣第, 刘长建. 菠萝中维生素C的高效液相色谱分析[J]. 大连民族学院学报, 2003, 5(1): 52-53.
- [3] 冯德明, 周晓霞. 用高效液相色谱(HPLC)法测定饮料中维生素C的含量[J]. 饮料工业, 2003, 6(1): 43-46.
- [4] 高志杰, 李静涛, 饶小思. 高效液相色谱-二极管阵列检测器法检测饮料中VC的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(4): 446-447.
- [5] 王艳颖, 姜国斌, 胡文忠. 高效液相色谱法测定草莓中维生素C含量[J]. 大连大学学报, 2006, 27(2): 21-26.
- [6] 陈 蓓, 李 莉. 高效液相色谱测定饮料中总抗坏血酸[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(6): 1079-1081.