

高效液相色谱法测定鸡胚蛋食品中的维生素E

黄向东 李振宇

(山东省分析测试中心, 济南)

鸡胚蛋是在一定温度下经一定时间孵化的鸡蛋, 是一种流传于民间的高效药用食品, 其维生素E的含量较高。关于维生素E的测定国内外已有报道(1-3), 有的测定药物制剂中的维生素E(2), 有的测定血液中的维生素E(3), G.T.Vatassery(4)还对四种维E的异构体进行了分离。本文采用非水反相高效液相色谱法测定了鸡胚蛋罐头食品原料中的维生素E, 方法灵敏、简便、快速、重现性好。

实验部分

(一) 仪器和设备 高效液相色谱仪(岛津LC-3A), 检测器(SPD-2A), 微处理机(C-R1B), 超声波发生器(CSF-1A)。

(二) 标样和试剂 1. 标样: 维E醋酸酯(生化试剂, 上海化剂站试剂厂), 维生素K₁(生化试剂, 美国Merck公司)。2. 试剂: 所用试剂均为分析纯

(三) 样品处理: 准确称取1.60g样品于烧杯中, 分别加入50%KOH溶液10ml、乙醇20ml, 10%抗坏血酸溶液5ml, 于90℃水浴中皂化半小时, 皂化液加入KCl溶液混匀, 用乙醚萃取, 醚层经水洗、脱水后于水浴上蒸干, 残渣用乙醇溶解, 加入维K₁内标溶液, 置于50ml容量瓶中用乙醇稀释至刻度, 其中维K₁浓度为0.033mg/ml。

结果与讨论

(一) 样品溶液与内标物分离的典型色谱图见图1。

(二) 标准曲线: 按色谱条件分别进标准溶液, 每个样品进样5次, 用维E醋酸酯和维K₁峰面积比(A_E/A_{K1})对维E醋酸酯和维K₁浓度比(C_E/C_{K1})在直角坐标系作图, 见图2。用最小二乘法作回归分析, 回归方程 $y = -0.0124 + 0.330x$ $r = 0.9999$ 。



图1 V_E与V_{K1}分离色谱图

峰号: 1. V_E, 2. V_{K1}。
色谱条件 柱: Zorbax ODS 4.6×250mm, 流动相: 甲醇-异丙醇(75/25 V/V), 流量: 1.0ml/min, 检测波长: 280nm。

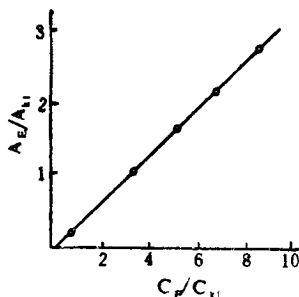


图2 维生素E的标准曲线

(三) 重现性: 对样品溶液和标准溶液每个进样5次, 变异系数小于1%, 结果见表1表2。

(四) 灵敏度: 在本实验条件下维E醋酸酯的最小检出限是90μg/L。

(五) 回收率: 在样品中加入已知量的标准维E醋酸酯, 按照样品处理全部过程进行操作、进样。回收率在95%~105%, 数据见表3。

(六) 柱效: 本实验中未使用预柱, 一根柱子进样近600次, 柱效无显著降低。

表1 标准溶液重现性试验

| 浓度mg/ml | C _E /C _{KI} | A _E /A _{KI} | C.V.%(n=5) |
|---------|---------------------------------|---------------------------------|------------|
| 0.276 | 8.36 | 2.73 | 0.38 |
| 0.220 | 6.67 | 2.20 | 0.53 |
| 0.165 | 5.00 | 1.65 | 0.76 |
| 0.110 | 3.33 | 1.10 | 0.96 |
| 0.055 | 1.67 | 0.53 | 0.96 |
| 0.023 | 0.85 | 0.26 | 0.83 |

表2 样品维E含量测定

| 样品 | A _E /A _{KI} | C.V.%(n=5) | 样液浓度mg/ml | V _E 含量mg/g |
|----|---------------------------------|------------|-----------|-----------------------|
| 鸡蛋 | 1.43 | 0.59 | 0.144 | 7.2 |

表3 回收率测定

| 加入量mg | 测得量mg | 回收率(%) | C.V.%(n=5) |
|-------|-------|--------|------------|
| 2.1 | 2.2 | 105 | 0.26 |
| 2.8 | 2.8 | 100 | 1.51 |
| 5.6 | 5.3 | 95 | 3.88 |

(七) 流动相的组成对保留时间的影响

1. 流动相中异丙醇含量的变化对维E保留时间的影响 由实验而知, 维E保留时间随流动相中异丙醇含量的增加而降低。

2. 流动相中醇的烷基碳原子数与保留时间的关系 实验中采用乙醇、异丙醇、异丁醇、异戊醇与

甲醇配比(20/80)组成流动相, 研究了保留时间的影响。实验证明, 由于维E分子结构中含有长的碳链, 随着醇的烷基碳原子数的增加, 溶剂与样品分子间缔合作用增强, 保留时间逐渐降低。

致谢: 山东大学化学系阎长泰教授给予指导谨致谢意。

参 考 文 献

- (1) R. R. Elton-Bott et al., Anal. Chim. Acta, 127, 213(1981).
- (2) D. T. Burns et al., J. Chromatogr. 200, 300 (1980).
- (3) 赵鹏等, 色谱, 5(1), 48(1987).
- (4) G. T. Vatassery et al., J. Chromatogr. 161, 299(1978).

(收稿日期: 1988年3月31日)

Determination of Vitamin E in Hen's Embryonic Egg by HPLC Huang Xiangdong and Li Zhenyu Shandong Province Centre of Analysis & Test, Jinan

This paper describes a rapid, sensitive and reproducible procedure for the determination of vitamin E in hen's embryonic egg by high performance liquid chromatography (HPLC). Operating conditions are as follows: column, 4.6×250mm Zorbax ODS; column temperature, 40°C, mobile phase, methanol-propanol (75/25); flow rate, 1.0ml/min; UV detector, 280nm the procedure is completed in 12 minutes. The range of for vitamin E is 95%—105%. The coefficient of variation is less than 1%. The minimum detectable concentration is 90µg/l. This method proved to be useful in food analysis.

血液中氯氮平的薄层色谱测定

王清海 张术旺 周良模

(中国科学院大连化学物理研究所)

一种新型治疗精神病的药物, 氯氮平(Clozapine)在临床上得到了广泛应用。它是一种作用强, 见效快的抗精神分裂症的幻觉, 妄想、紧张状态而付作用小的药物。服这种药不产生锥体外系的并发症(1)。适当地增加药量, 抗病作用明显增强; 服药过量则结果相反。因此, 随时检测患者血液中含药浓度, 以合理控制用药量, 在临床治疗中非常

重要。

本文采用薄层色谱法, 采血样可测出血液中的药物浓度。其方法简单快速, 准确、灵敏度高。实验中对血样预处理, 薄层展开及扫描条件进行了选择, 测定了标准浓度曲线, 并实际测定了患者血液中的氯氮平的浓度。