

果汁中叶黄素的测定

实验背景:

叶黄素是人类日常食用生果及蔬菜时可吸收到的营养素,但吸收利用率一般较低。如果缺乏叶黄素,可服用补充剂。如果有较差消化系统的老年人,可以使用舌下的喷剂来补充叶黄素。早在1996年叶黄素已被加入为膳食补充剂。另外,过量吸取叶黄素会对肝脏造成多余的负担,建议用量每日大约为12毫克。一般在绿叶的蔬菜中可以找得到。叶黄素本身是一种抗氧化物,并可以吸收蓝光等有害光线。本实验主要针对果汁中叶黄素的测定。

参考标准:《GB 5009.248-2016 食品安全国家标准 果汁中叶黄素的测定》

实验步骤:

萃取溶剂:称取1g BHT(二丁基羟基甲苯),以200mL 环己烷溶解,加入400mL 乙醚和400mL 正己烷,混匀。

(1) 样品提取:

称取10g 果汁试样于50mL 离心管中,加入10mL 萃取剂,避光旋涡震荡提取3min,4000r/min 离心3min,重复提取两次,合并三次萃取液,室温减压浓缩至近干,用3mL 萃取溶剂溶解待净化。

(2) 样品净化:

Welchrom® Alumina-N, 500mg/3mL

活化:5mL 萃取溶剂淋洗,保持柱体湿润,弃去,

上样:将上述萃取液,以1滴/s的速度通过Alumina-N柱至鸡心瓶中。

洗脱:用3mL 萃取液洗脱至鸡心瓶中,室温减压浓缩近干,用甲醇定容至10mL,过0.45 μm 滤膜待HPLC分析。

(3) 仪器条件:

3.1 HPLC 条件

色谱柱:Ultimate AQ-C18 4.6×150mm, 5μm

仪器型号:Waters2695+PDA2996

流动相:甲醇-乙腈=20:80

柱温:35°C

流速:1.0mL/min

检测波长:445nm

进样体积:10 μL

(4) 实验图谱及结果

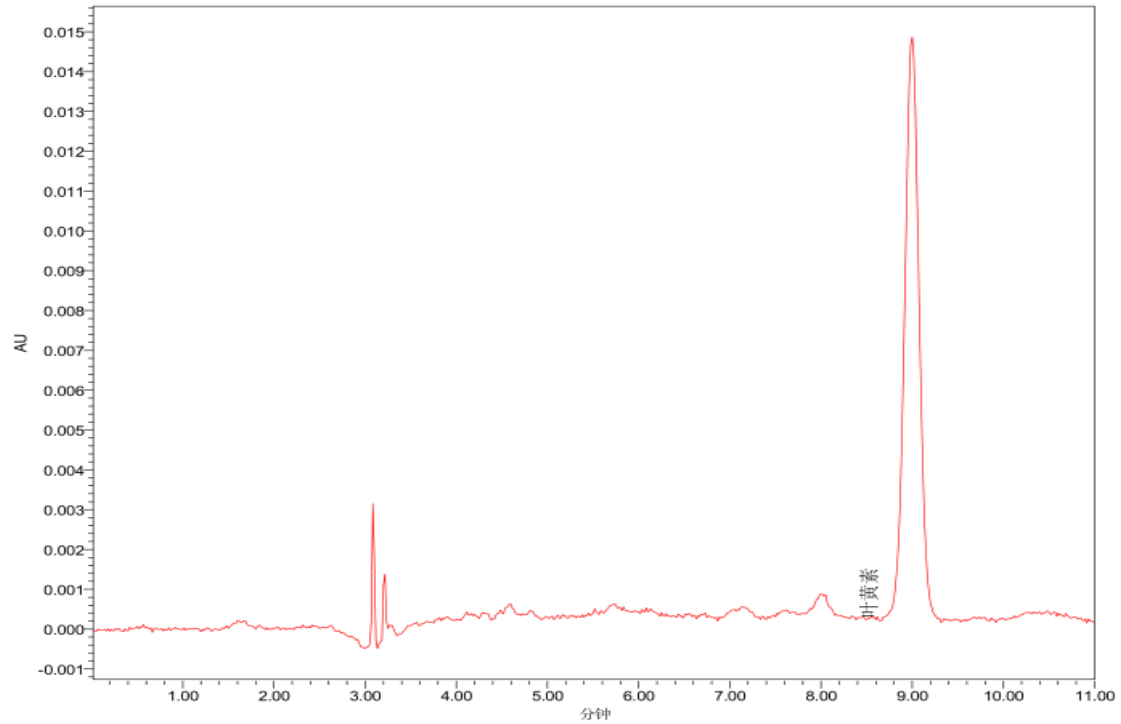


图 1 叶黄素样品加标 5mg/kg 液相色谱图
 Fig 1 liquid chromatogram of lutein samples at 5mg/kg

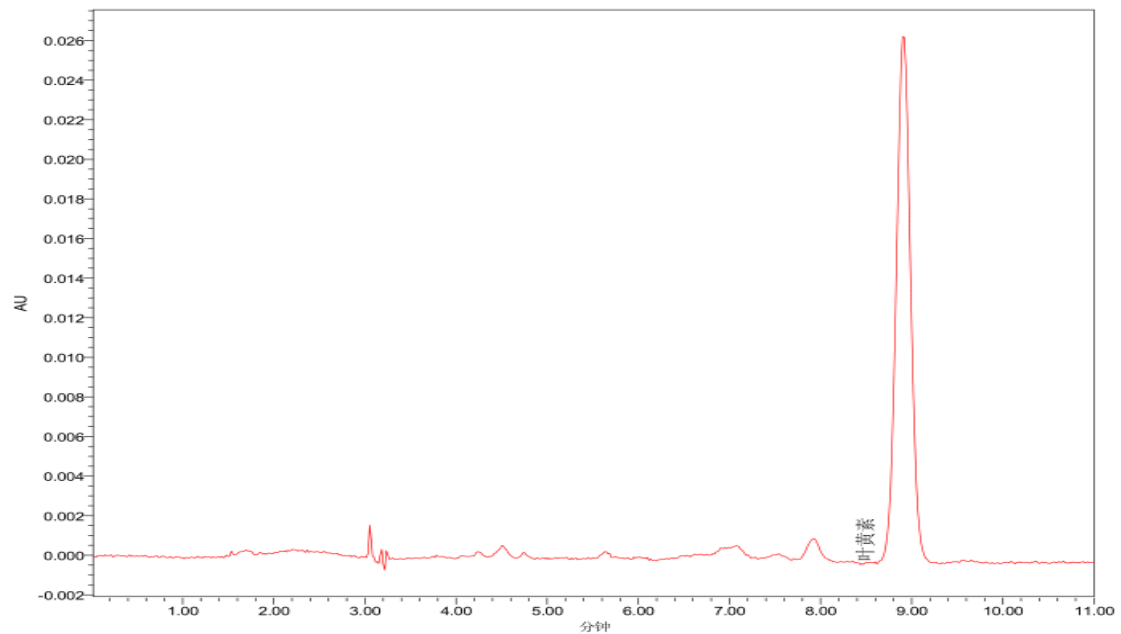


图 2 叶黄素样品加标 10mg/kg 液相色谱色谱图
 Fig 2 liquid chromatogram of lutein samples at 10mg/kg

由表 3 可知,采用 Alumina-N 柱结合液相色谱法检测叶黄素,加标量为 5mg/kg 和 10mg/kg 的样品进行了检测,回收率在 86.29%~97.27%,能够满足检测要求。由图 1 可看出经 Alumina-N 柱净化,采用月旭 Ultimate C18 色谱柱检测峰形良好,保留时间稳定。

表 1 叶黄素加标回收实验结果(n=10)
Tab.1 Results of recovery and precision of lutein

名称	加标量 (mg/kg)	加标回收率(%)	RSD(%)	RT(min)
叶黄素	5	90.22	3.77	8.908
	10	94.31	1.69	

(5) 实际样品检测:

为了保证果汁样品的代表性,从大润发、永辉、华联、家乐福、苏果、沃尔玛等超市以及菜场选择具有代表性的 10 个果汁样品进行检测,结果均为未检出。

(6) 结论

本实验建立了叶黄素检测的 HPLC 检测方法,对于加标量为 5 和 10mg/kg 的样品进行了检测,回收率在 86.29%~97.27%,固相萃取柱方法稳定并且色谱柱重现性良好,说明本方法能够用于检测食品中的叶黄素的含量。

(7) 订购指南

产品名称	包装规格	订货号
Welchrom® Alumina-N	500mg/3mL, 50pk	00518-20005
Ultimate AQ-C18	5.0um, 4.6×150mm	00207-31041