

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+PDA2998

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

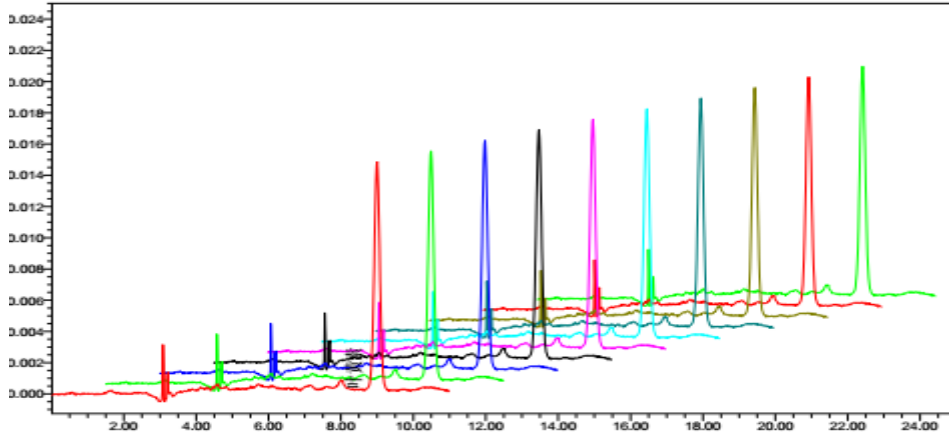


图 1 叶黄素样品加标 5mg/kg 液相色谱图

Fig 1 liquid chromatogram of lutein samples at 5mg/kg

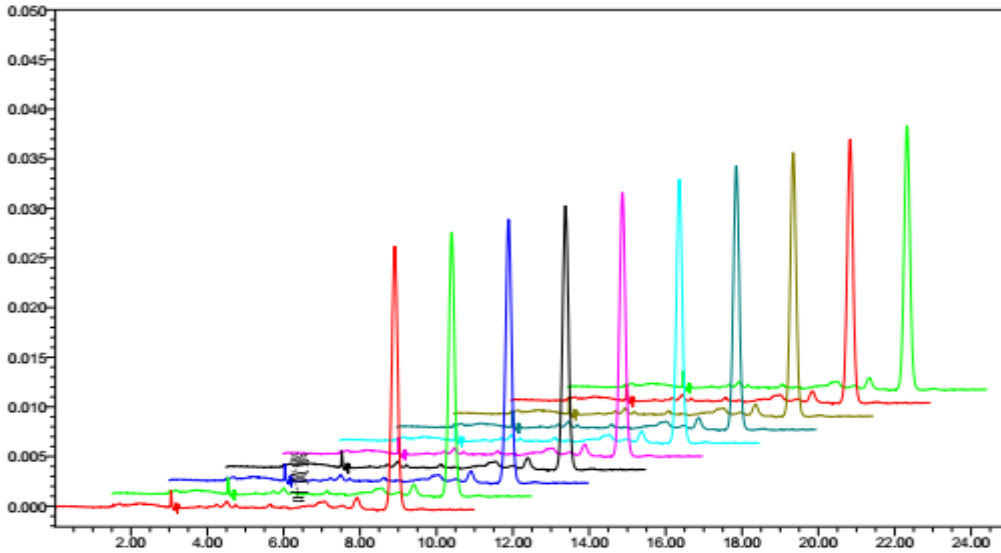


图 2 叶黄素样品加标 10mg/kg 液相色谱色谱图

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 3 叶黄素加标回收实验结果(n=10)

Tab.3 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