

薄层色谱-分光光度法测定葵花籽粕中的绿原酸

刘艳芳, 马歌丽

(郑州轻工业学院食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002)

摘要: 建立了测定葵花籽粕中绿原酸的薄层色谱-分光光度法的新方法。用薄层色谱分离杂质, 优化了分析条件, 讨论了影响测定的因素。方法的线性回归方程为 $A=0.0451c+0.897$, 在 0.20~1 $\mu\text{g/mL}$ 之间绿原酸的浓度与吸光度呈线性关系, 相关系数 $r=0.9995$ 。

关键词: 薄层色谱; 分光光度法; 葵花籽粕; 绿原酸

中图分类号: TS229; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)11-0080-02

Determination of Chlorogenic Acid in Sunflower Kernel by Thin Layer Chromatography-spectrophotometry

LIU Yan-fang, MA Ge-li

(School of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China)

Abstract: A new method for determination of chlorogenic acid in sunflower kernel by thin layer chromatography-spectrophotometry was established. The chlorogenic acid in the sample was separated by thin layer chromatography. Analytical conditions of the chlorogenic acid were optimized and the effects of some key factors on the determination were discussed. Within the range of chlorogenic acid concentration of 0.20~1 $\mu\text{g/mL}$, the linear regression equation was $A=0.0451c+0.897$, with the linear correlation coefficient of 0.9995.

Keywords: thin layer chromatography; spectrophotometry; sunflower kernel; chlorogenic acid

绿原酸又名咖啡鞣酸, 属酚类化合物。绿原酸具有抗菌、抗病毒、升高白细胞、止血、保肝利胆、促进胃肠蠕动、抗肿瘤、降压、清除自由基、兴奋中枢神经系统等多种生物活性^[1-2]。广泛存在于向日葵、杜仲、金银花、咖啡、可可树等植物中。葵花籽油加工的副产物葵花籽粕是一种适宜提取绿原酸的原料。

绿原酸含量的测定方法有分光光度法、薄层扫描法和高效液相色谱法等^[3-5], 但采用薄层扫描法和高效液相色谱法测定, 需要精密仪器, 一般工厂和实验室都不具备; 而分光光度法直接测定, 由于杂质的干扰, 测定结果不准确。为有效分析葵花籽粕中的绿原酸, 本文采用薄层色谱先对绿原酸进行分离, 然后采用分光光度法进行测定, 方法简便、有效消除了杂质干扰, 结果准确。

1 材料与方法

1.1 材料

葵花籽粕, 自制; 高效硅胶G薄层板(山东烟台化学工业研究所); 绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所, 纯度98.2%); 醋酸乙酯、丙酮、甲酸等

收稿日期: 2007-07-11

作者简介: 刘艳芳(1961-), 学士, 实验师, 从事植物化学研究

为分析纯。

751-GD紫外可见分光光度计(上海分析仪器总厂)。

1.2 试验方法

1.2.1 样品溶液的制备

准确称取1 g葵花仁粕, 加30 mL甲醇, 回流萃取10 h, 冷却后过滤, 滤液定容至100 mL容量瓶中, 制成样品溶液^[6]。

1.2.2 薄层色谱展开剂的选择

取绿原酸提取液各20 μL , 用毛细管进样器点样在薄层板上, 采用不同展开剂展开, 比较展开效果。

1.2.3 最大吸收波长的确定

将绿原酸标准溶液用紫外分光光度计于200~500 nm扫描。然后确定最大吸收波长。

1.2.4 标准曲线的绘制

精密称取约1 mg绿原酸, 定容于10 mL容量瓶中, 用甲醇配成质量浓度为0.1 mg/mL的溶液。然后分别移取20 μL 、40 μL 、60 μL 、80 μL 和100 μL , 在硅胶板上点样, 采用乙酸乙酯:甲酸:水:乙=1:1:1:0.2的上层液为展开剂展开, 在紫外灯下刮取斑点, 甲醇洗脱, 定容到10 mL。在最大吸收波长下分别测定不同浓度标准溶液的吸光度值, 以绿原酸标准品浓度($\mu\text{g/mL}$)为

横坐标, 以其吸光度值为纵坐标绘制标准曲线, 得回归方程为 $A=0.0451c+0.897$, 相关系数 $r=0.9995$ 。

1.2.5 样品中绿原酸的测定

移取20 μL 样品溶液, 在硅胶板上点样, 同时在硅胶板上点上绿原酸对照品溶液作为对试样, 采用乙酸乙脂:甲酸:水:乙醇=1:1:1:0.2(v/v/v/v)的上层液为展开剂展开, 在紫外灯下刮取绿原酸对应斑点, 甲醇洗脱, 定容到10 mL。在最大吸收波长下测定吸光度值, 计算样品中绿原酸的含量。

2 结果与讨论

2.1 最大吸收波长的确定

按照操作步骤, 将绿原酸溶液在分光光度计上测定吸光度, 绘制其吸收光谱, 结果如图1所示。由图1所见, 绿原酸溶液最大吸收波长位于330 nm处, 故选择330 nm为检测波长。

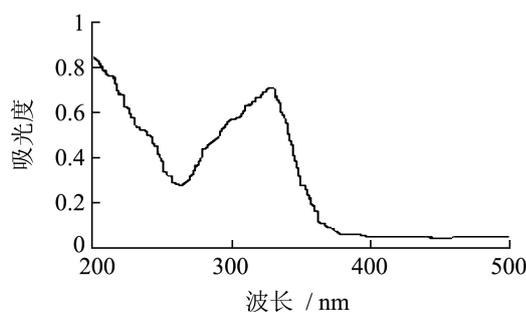


图1 绿原酸溶液吸收光谱扫描曲线

Fig.1 The scan chart of chlorogenic acid solution

2.2 薄层色谱展开剂的确定

分别采用多种展开剂对绿原酸提取液进行展开, 最后发现, 采用乙酸乙脂:甲酸:水:乙醇(5:5:4:1)的上层液为展开剂展开, 绿原酸与其它斑点的分离度较好, 因此, 确定采用乙酸乙脂:甲酸:水:乙醇(5:5:4:1)的上层液为展开剂。

2.3 稳定性

以供试品溶液点样, 展开, 测定, 并每隔1 h测定一次吸光度, 结果表明绿原酸吸光度值在5 h内基本稳

定, $RSD=1.28\%$ ($n=5$)。

2.4 精密性

在同一块薄板上, 分别点5个20 μL 的绿原酸对照液斑点展开, 进行测定, 计算其 RSD 为1.20% ($n=5$)。在5块薄板上, 分别点样20 μL , 展开、进行测定, 计算其 RSD 为2.10% ($n=5$)。

2.5 回收率

精密称取已知含量的同一批号样品1 g 5份, 分别精密加入绿原酸对照品3 mg, 上述方法进行重复测定5次, 测得绿原酸的平均回收率为97.8%, $RSD=2.02\%$ ($n=5$)。

2.6 样品测定

样品溶液按上述方法进行测定, 结果3批样品中绿原酸的含量分别为2.412%、2.384%和2.389% ($n=3$)。 RSD 为1.850% ($n=3$)。

3 结论

采用薄层色谱-分光光度法测定葵花籽粕中绿原酸, 其结果稳定, 呈现性好, 且仪器常备, 方法简便、可靠, 实际可行, 为进一步开发和利用葵花籽粕中绿原酸提供了定量依据。

参考文献

- [1] 刘军海, 裘爱泳. 绿原酸及其提取纯化和日用前景[J]. 粮食与油脂, 2003, (9): 44-46
- [2] 陈少洲, 吕飞杰, 台建祥. 葵粕中绿原酸的研究进展与应用前景[J]. 食品与发酵工业, 2002, 28(11): 51-55
- [3] 于华忠, 李国章, 曹庸, 等. 紫外可见分光光度法测定茶叶中的绿原酸含量[J]. 福建茶业, 2005, 1: 9
- [4] 郭健, 李敏, 王美菡, 等. 金银花类保健食品中绿原酸含量HPLC测定[J]. 中国公共卫生, 2006, 22(4): 438-439
- [5] 胡徽东, 马建元, 万胜春. 薄层扫描法测定爽咽茶中绿原酸的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2002, 22(2): 95-96
- [6] 朱玉, 张书胜, 张西林, 等. 薄层色谱法分析葵花仁粕中的绿原酸[J]. 色谱, 2001, 19(1): 82-83

欧洲推出可生物降解白色片材

Vitasheet Group 公司是欧洲最大的半成品热塑性塑料产品制造商, 推出了一种新型可生物降解且透明的白色片材, 名为 ViForm Bio 9100。实际上这种新产品是以一种改性的聚乳酸 (PLA) 材料为基础, 而该聚乳酸材料是由美国的 NatureWorks 公司所提供。据该公司介绍, 这种可生物降解的白色片材具有更好的冲击性能, 具有广泛的应用领域, 如豪华的纸板箱、园艺应用等。在欧洲市场上将很快出现这种产品的一个透明种类。

(信息来源: 中国食品科技网)