

43353)

高效液相色谱法测定栽培香荚兰豆中香兰素的含量

陈贵清 李秀荣 梁凤铭

(中国科学院西双版纳热带植物园, 云南勐腊 666303)

摘要 本文介绍用高效液相色谱法对植物香荚兰豆的香兰素的含量进行测定, 方法简便, 灵敏度高, 快速准确。

关键词 香兰素, 高效液相色谱分析, 香荚兰豆

香荚兰(*Vanilla planifolia* Andr.) 是热带兰科名贵香料植物, 广泛应用于食品, 化妆, 医药, 香烟等用途。

有关香荚兰豆的香兰素用高效液相色谱法分析尚未见报道, 此法对栽培香荚兰豆中香兰素的含量测定, 快速, 简便, 重现性好, 结果可靠。

实验方法与材料

(一) 仪器 高效液相色谱仪 waters 公司生产, 泵 510 型, 进样器 U6K 进样器, 柱 μ Bondapak C_{18} 径向加压柱 $\Phi 8\text{mm} \times 10\text{cm}$ $10\mu\text{m}$, M481 型可变波长紫外检测器, 056 记录器, 微量注射器。

(二) 仪器条件 流动相甲醇: 水 75: 25, 流速 1ml/min, 进样 $1\mu\text{l}$, 柱压 700PSI, 检测波长 232nm, 灵敏度 0.1AUFs, 纸速 5mm/min。

(三) 试剂 95%乙醇, 甲醇均为分析纯, 水为二次重蒸馏水, 香兰素标准样品(为上海试剂总厂供应, 上海试剂二厂生产)。

(四) 样品处理 样品在一九九四年一月底从植物园栽培地里采收, 经发酵处理干后, 在分析天平上精确称取磨碎过筛的香荚兰豆角粉 0.2g 用 95%乙醇在水浴锅上回流提取三次, 每次 4 小时, 过滤, 合并提取液, 减压浓缩至干称重, 用甲醇定容至 25ml。用 waters 公司生产的试样过滤器过滤, 除掉大于 0.5μ 的杂质。

(五) 样品分析 用微量注射器吸取预处理后的样品直接进样, 测得结果见表 1。

结果与讨论

(一) 色谱峰的定性 采用保留时间和样品中加标准样品定性的方法, 见图 2、3。

(二) 回收率和精密度 取 1ml 香荚兰豆提取加入香荚兰素 340ng, 660ng, 980ng, 测得结果见表 2(精密度结果见表 1)。

表 1 香荚兰豆中香兰素的含量

样品 号数	测得值 $\mu\text{g/g}$	平均值 $\mu\text{g/g}$	标准偏差 S	变异系数 CV
一 号 样	185.215 182.450	183.832	2.313%	0.013%
	187.979 182.450			
	182.450 182.450			
二 号 样	185.215 185.215	182.220	3.542%	0.019%
	182.450 182.450			
	182.450 175.539			

表 2 回收率的测定

加入香 兰素量 ng	回收量 ng		回收率 %		平均回收率 %	标准偏差 S	变异系数 CV
340ng	296.728	300.516	87.27	88.39	93.34	2.516	0.027
	315.100	305.481	92.68	89.85			
	340.198	345.135	100.35	101.51			
660ng	610.219	636.515	92.46	96.44	98.71	1.893	0.019
	644.060	644.673	97.58	97.68			
	677.907	695.717	102.71	105.41			
980ng	916.529	917.338	93.50	93.61	87.79	1.896	0.022
	851.707	836.801	86.91	85.39			
	826.748	813.230	84.36	82.98			

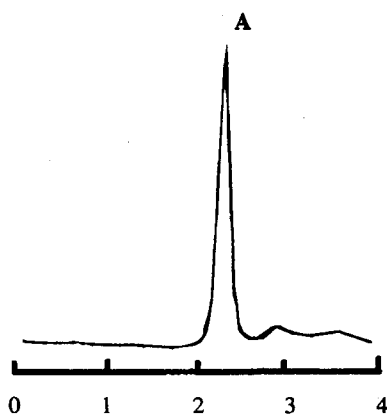


图 2 标准样品

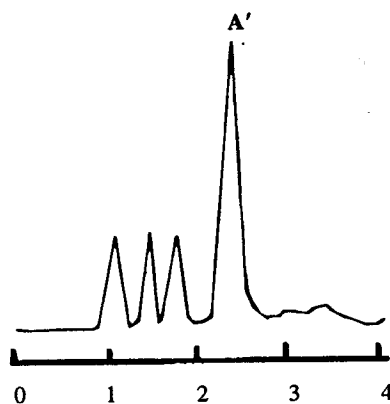


图 3 样品分析

(三)标准曲线 将制备好的标准样品按上述色谱条件进样 $10\mu\text{l}$ 得到香兰素的标准曲线,见图 1。由此可见,在整个浓度范围内,浓度与检测器的响应值成线性关系。

标准曲线的回归方程: $y=0.033x+0.144$, 相关系数 $V=0.996$

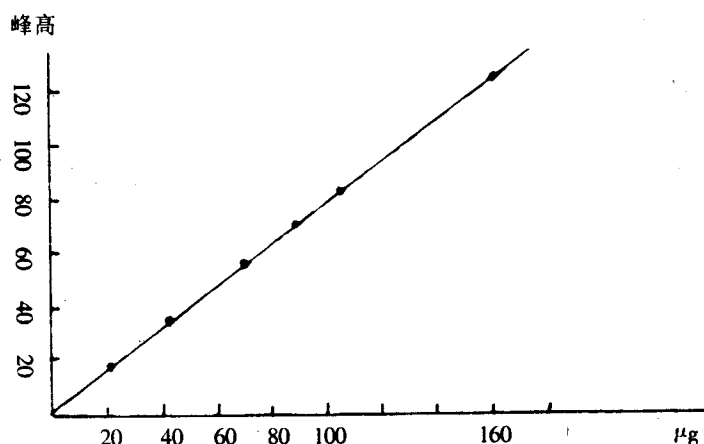


图 1 标准曲线图

图内浓度计量单位为 $\mu\text{g/ml}$

(四)高速液相色谱法比经典的重量法,薄板层析法,薄层扫描法和比色法的精确度高 无论是香兰素的混合物或是植物香荚兰豆角的提取物都能得到很好的分离而且准确可靠,方法简便,快速。

(五)香兰素的含量与香荚兰豆角的成熟度和加工处理的方法有很大的影响。

(六)检测限 在波长 232nm 下方法的检测限为 2PPM 。

参考文献

- [1] 江纪武,肖庆祥编著. 植物药有效成分手册,1986,3:1109
- [2] 陈建白,邓红英. 西双版纳香荚兰豆品质的初步研究. 云南热作科技,1984(3):29~31
- [3] 盐田晴康,系贺康二著. 叶荫云等译. 香荚兰豆的芳香成分. 亚热带植物通讯,1977,(1):37~47