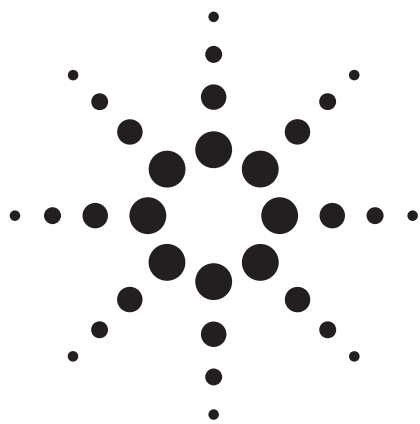




超临界液相色谱 (SFC) 快速分离保健品中的 VE 异构体

应用简报

食品 药品

作者

孟颖

摘要

本实验采用 Agilent 1260 Infinity SFC 系统, Zorbax Rx-sil 3.0×100 mm, $1.8 \mu\text{m}$ 色谱柱对维生素 E 的四种异构体在一分钟之内进行了快速分析。与传统的正相或反相方法相比, 此法平衡时间更短, 分离速度更快, 且更易达到完全分离。同时采用超临界色谱技术可以很大程度地节省溶剂, 无需废液处理, 是更绿色环保的方法。本文同时对方法的重现性做了考查, 结果完全满足定性定量要求。

前言

维生素 E (VitaminE) 是生育酚中不同异构体的总称, 自然界中存在着四种不同类型的生育酚, 即 α , β , γ 和 δ 生育酚。是食品工业中常用的抗氧化剂, 同时作为药物, 有良好的抗氧化性和免疫调节活性, 可以消除体内自由基, 促进血液循环, 在保护心血管, 抗肿瘤, 延缓衰老, 降低胆固醇等方面具有独特的生理功能。

目前维生素 E 的检测方法有分光光度法, 荧光测定法, 气相色谱法, 反相液相色谱法, 正相液相色谱法等。这些检测方法或者检测时间较长, 或者四种异构体难以达到基线完全分离, 同时平衡时间也较长。



Agilent Technologies

实验部分

仪器

Agilent Infinity 1260 SFC 系统, 其中包括 SFC 控制模块, 二元泵, 自动进样器、二极管阵列检测器、真空在线脱气机和安装有六柱切换阀的柱温箱。

试剂		
试剂	来源	备注
甲醇	DikmaPure	HPLC 级
CO2	北京市北温气体制造厂	99.999%
正己烷	DikmaPure	HPLC 级
试样标准品		
α-生育酚	β-生育酚	
γ-生育酚	δ-生育酚	

标样制备

取 α-生育酚, β-生育酚, γ-生育酚, δ-生育酚各适量, 用正己烷配制成四种组分浓度均为 0.1 mg/ml 的混标溶液。

样品制备

取维生素 E 软胶囊, 剪开后用 1.5 ml 正己烷溶解。

实验条件	
色谱柱	ZORBAX Rx-sil 3.0 × 100 mm 1.8 μm
流动相	A: CO ₂ B: 甲醇
梯度	0-1.5 min B 2%-5%
流速	2.5 ml/min
检测波长	294 nm
柱温	45 °C

结果与讨论

本方法检测了维生素 E 四种异构体的混合标准品和维生素 E 软胶囊样品, 可以达到一分钟内四种组分的基线分离, 且平衡时间仅需 1-2 分钟, 详见图 1. 软胶囊中可以检测到大量的 α-生育酚和少量的 β, γ-生育酚, 详见图 2.

方法还对 BPR 的压力进行了优化, 在 BPR 压力为 160 bar 时, 相比 120 bar 基线噪音更低。

同时, 还考查了方法的重现性, 实验结果表明: 保留时间和峰面积重现性均良好, 完全可以满足定性定量要求, 详见图 3.

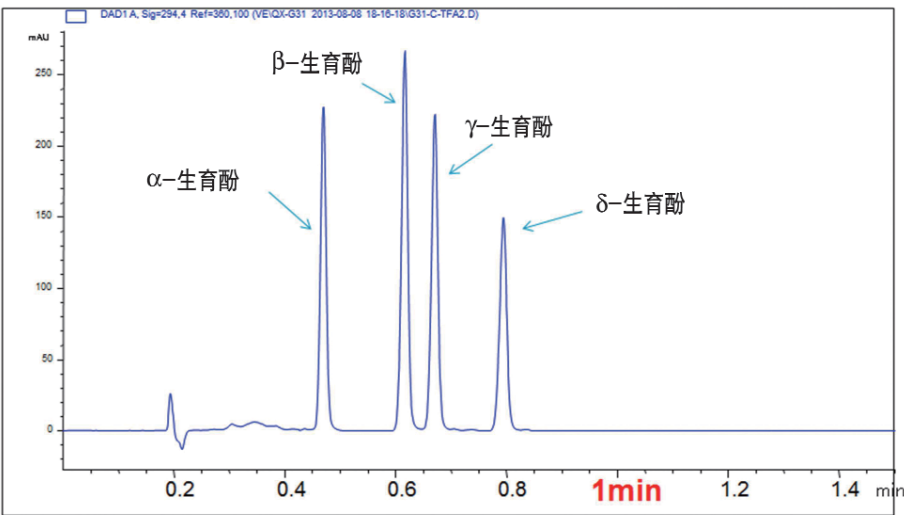


图 1. α, β, γ 和 δ 生育酚四种标准品的 SFC 分析色谱图

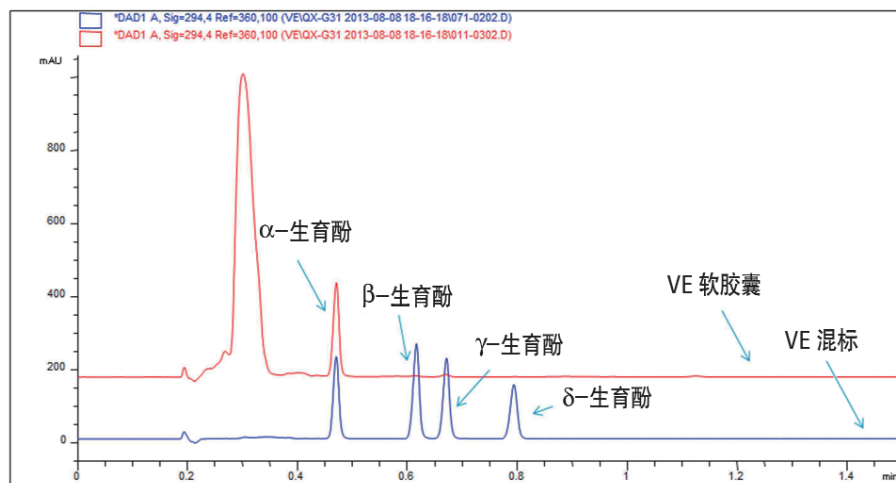


图 2. 维生素 E 软胶囊与混标的重叠色谱图

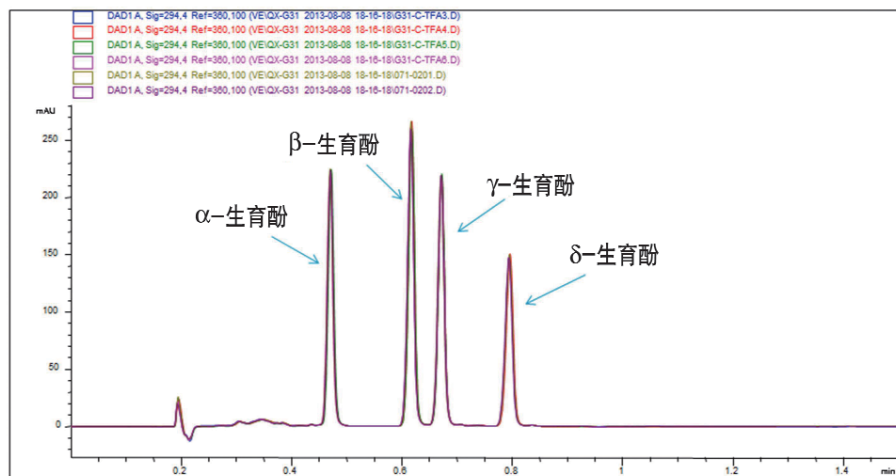


图 3. 标准品连续六针进样的重叠图，多次进样保留时间和峰面积重现性良好

常见色谱方法与 SFC 方法的溶剂与时间消耗对比

	超临界色谱法	反相液相色谱法	正相液相色谱法
流速	2.5 ml/min	1 ml/min	1 ml/min
分析时间	0.9 min	12 min	12 min
有机溶剂使用量	0.07 ml (甲醇)	12 ml (甲醇)	12 ml (正己烷)
废液处理	基本无需	需要	需要
溶剂毒性	很小	中等	较大

结论

采用超临界色谱法, 使用 Agilent 1260 Infinity Analytical SFC 系统, Zorbax Rx-sil 3.0×100 mm, $1.8 \mu\text{m}$ 色谱柱对维生素 E 的四种异构体进行分离, 方法快速, 样品前处理简单, 且运行成本大大降低, 可以作为常规液相色谱法分析维生素 E 异构体的一个很好替代方法。

更多信息

本文仅代表典型的结果。更多有关我们产品和服务, 请访问我们的网站: www.agilent.com/chem/cn。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2013
2013 年 8 月 26 日, 中国印刷
5991-3174CHCN



Agilent Technologies