

解决方案|液相色谱法测定乳制品中维生素 A 和 E 的含量

维生素 A 又名视黄醇,属于脂溶性维生素,维生素 A 对于婴幼儿的骨骼和视力的生长发育有很大的作用,同时其还可以维持正常的视觉功能防止夜盲症,促进机体正常生长发育,增强机体的造血功能和预防癌症等作用。维生素 E 又名生育酚,具有抗不育功能和抗氧化作用,在生命过程中起着重要的作用。维生素 A 与 E 是重要营养添加剂,建立维生素 A 和 E 的检测方法对监测其含量意义重大。

目前测定乳制品中维生素 A 和 E 的方法有紫外分光光度法、薄层层析法、荧光法、气相色谱法和高效液相色谱法等。本文根据 GB5009.82-2016《食品中维生素 A、D、E 的测定》,建立了快速测定乳制品中维生素 A 和 E 的含量的方法,供相关人员参考。

原理

试样中的维生素 A 及维生素 E 经皂化(含淀粉酶先用淀粉酶酶解)、提取、净化、浓缩后,反相液相色谱柱分离,紫外检测器或荧光检测器检测,外标法定量。

仪器与试剂

无水乙醇(不含醛类物质);

L-抗坏血酸;

氢氧化钾:

石油醚;



无水硫酸钠;

甲醇;

维生素 A 标准品:

维生素E标准品。

实验条件

色谱柱: C₁₈柱, 250 mm×4.6 mm, 5 μm;

流动相: 甲醇;

流速: 1.0 mL/min;

柱温: 35 ℃;

检测波长: 维生素 A: 325nm 维生素 E: 294nm;

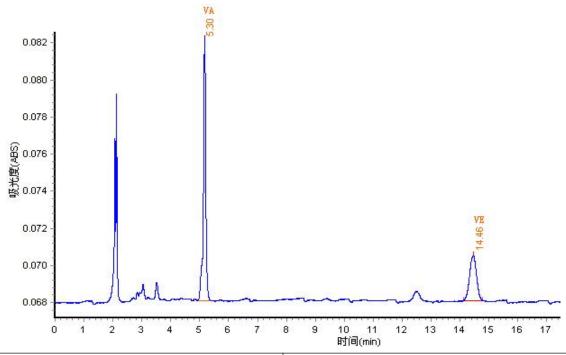
进样量: 20 μL。

样品前处理

称取试样约 10 g(精确到 0.1 mg)于 250 mL 三角瓶中,用 50 mL 温水水使其溶解。然后加入约 100 mL 抗坏血酸的乙醇溶液,充分混匀加 25 mL 氢氧化钾水,于 55°C下搅拌皂化约 45 min,石油醚萃取,无水硫酸钠干燥,滤液在 40°C±2°C充氮条件下蒸至近干(绝不允许蒸干)。用石油醚定容至 10 ml。准确移取 2.0 mL ,置于 40°C±2°C的氮吹仪中,吹干。加 5.0 mL 甲醇,振荡溶解残渣,离心静置至室温后待测。



实验结果



组分名称	保留时间(min)
维生素 A	5.3
维生素 E	14.46

图 1 奶粉样品中维生素 A、E 谱图

实验总结

液相色谱法是测定脂溶性维生素 A、E 的常用方法。本文根据 GB5009.82-2016 《食品中维生素 A、D、E 的测定》,建立了快速测定乳制品中维生素 A和E的含量的方法,经试验验证,该方法结果准确、可靠,可供相关人员参考。在本实验过程中,旋转蒸发时的氮气保护和皂化反应是测定中的关键的影响因素,需要注意皂化的温度和时间,以保证皂化反应的的完全进行。