

超高效液相色谱-串联质谱法测定 动物肌肉组织中的14种激素

陈君慧¹, 路勇², 冯楠², 姜洁², 谢文东², 江英¹, 赵俊平², 鲁绯^{3,*}

(1.石河子大学食品学院, 新疆石河子 832000;

2.北京市食品安全监控中心, 北京 100041;

3.北京市食品及酿酒产品质量监督检验一站, 北京 100075)

摘要:建立了超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)同时测定动物肌肉组织中的14种激素残留量的分析方法。试样经乙酸乙酯提取, 固相萃取法净化后, 以甲醇和乙酸铵甲酸缓冲溶液为流动相, 进行梯度洗脱, HSS T3液相色谱柱分离, 采用多反应监测(MRM)模式, 外标法定量, 正负离子同时扫描检测。结果表明, 14种激素的方法检出限为0.3~1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$; 在0.5~50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 线性范围内, 线性关系良好, 相关系数均大于0.99; 添加2、5、10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 3个不同浓度水平的平均回收率在72.48%~114.52%之间, 相对标准偏差(RSD)在3.93%~11.17%之间。该方法具有灵敏度高, 结果准确, 选择性好等特点, 可以满足动物肌肉组织中多种激素残留的同时测定。

关键词:超高效液相色谱-串联质谱, 激素, 残留分析

Determination of fourteen hormones in animal muscle tissues using ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

CHEN Jun-hui¹, LU Yong², FENG Nan², JIANG Jie², XIE Wen-dong², JIANG Ying¹, ZHAO Jun-ping², LU Fei^{3,*}

(1.College of Food Science, Shihezi University, Shihezi 832000, China;

2.Beijing Municipal Center for Food Safety Monitoring, Beijing 100041, China;

3.Beijing Food and Wine Product Quality Supervision and Inspection Station, Beijing 100075, China)

Abstract: A credible method was developed for the simultaneous determination of fourteen hormones residues in animal muscle tissues based on ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). Samples were extracted with ethyl acetate, followed by clean up based on solid phase extraction(SPE). After HSS T3 gradient elution separation using methanol and formic solution as mobile phase. Eluents were qualitatively and quantitatively determined under multiple reaction monitoring (MRM) scan type with Ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry with switching ESI+/ESI-. The result showed that the limits of detection (LOD) of 14 hormones were 0.3~1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Recoveries at 0.5~50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ levels and the relative standard deviations (RSD) were 72.48%~114.52% and 3.93%~11.17%, respectively. This method was sensitive, accurate and specific, and was appropriate for the identification and quantification of hormones in animal muscle tissues.

Key words: Ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS); hormones; residues determination

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2013)08-0074-06

类固醇激素和糖皮质激素都属于甾类同化激素。由于其能够促进畜禽生长, 提高饲料转化率, 有利于蛋白质的沉积, 在畜牧业养殖中经常使用。然而, 长期摄入同化激素, 可导致机体代谢紊乱, 发育异常或肿瘤等疾病。上世纪80年代以来, 许多国家或组织通过立法限制或禁止在食用性动物饲养中使用同化激素^[1]。用于测定食品中激素残留的方法有高

效液相色谱法(HPLC)^[2-3]、气相-质谱联用法(GC-MS)^[4-6]和液相-质谱联用法(LC-MS/MS)^[5-12]。目前, 各国对激素类药物残留的分析精确度和检测要求越来越高, 由于HPLC方法的灵敏度较低, 选择性和特异性差, 已经不适合用于痕量残留分析的要求。GC-MS方法由于需要通过衍生, 可达到残留分析的要求, 但衍生过程繁琐, 耗时耗力。目前, LC-MS/MS已成为检测激素多残留的首选方法, 串联质谱的方法可有效提高方法灵敏度、选择性和特异性, 能够痕量物质分析的准确性。但目前, 激素多残留检测的文献大多是性激素类, 而由于类固醇类激素和糖皮质激素选用

收稿日期: 2012-11-23 * 通讯联系人

作者简介: 陈君慧(1989-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品质量与安全。

基金项目: 北京市科委课题(Z1111000774211019)。

离子模式不同,对于其同时检测的文献较少,且仪器分析时间较长,影响了分析效率。本研究建立了动物肌肉组织中睾酮、群勃龙及宝丹酮等7种合成类固醇类激素和地塞米松、曲安奈德及曲安西龙等7种糖皮质激素药物残留的超高效液相色谱-串联质谱测定方法,可以满足动物肌肉组织中不同离子模式的激素多残留6min快速、同时分析的检测要求。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

甲醇 HPLC级, Fisher公司; 甲酸、乙酸铵 HPLC级, CNW technologies公司; 甲醇、乙酸乙酯、乙腈、无水硫酸钠 均为分析纯; 实验用水 均为超纯水; 群勃龙(10161-33-8, 98.2%)、宝丹酮(846-48-0, 98.5%)、黄体酮(57-83-0, 99.0%)、睾酮(58-22-0, 99.5%)、甲睾酮(58-18-4, 98.0%)、19-去甲睾酮(434-22-0, 99.5%)、美雄酮(72-63-09, 98.0%)、可的松(53-06-5, 98.5%)、地塞米松(50-02-2, 97%)、甲基泼尼松(83-43-2, 99.0%)、泼尼松龙(52-21-1, 99.2%)、泼尼松(53-03-2, 99.0%)、曲安西龙(124-94-7, 98.0%)、曲安奈德(76-25-5, 98.4%) 德国Dr Ehrenstorfer公司; 标准品储备液 分别准确称取0.01g激素类药物标准品于10mL容量瓶中,用甲醇溶解定容,分别配制成1000 μ g/mL的溶液作为储备液,-20 $^{\circ}$ C以下保存3个月;混合标准工作液 准确量取激素类药物标准贮备液适量,用甲醇溶液稀释成适宜质量浓度的混合标准工作液,现配现用。

XEVO TQS超高效液相色谱-串联质谱仪 美国Waters公司; 分析天平 北京赛多利斯有限公司; PL602-L电子天平 上海梅特勒-托利多仪器公司; CQ25-12D超声波清洗器 宁波新芝生物技术股份有限公司; EYEL4旋转蒸发仪 上海爱明仪器有限公司; 3-18K冷冻离心机 美国Sigma公司; OA-SYSTEM N-EVAPTM112氮吹仪 美国; 超纯水制备仪 美国Milipore公司; Oasis HLB固相萃取柱(6mL, 150mg)、Oasis MCX固相萃取柱(6mL, 150mg)、固相萃取柱装置 美国Waters公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品的提取 准确称取(2 \pm 0.05)g动物肌肉组织于50mL聚四氟乙烯离心管中,加20mL乙酸乙酯,漩涡混合振荡2min,超声提取20min,10000r/min离心10min,移取乙酸乙酯层。于残渣中加入10mL乙酸乙酯,重复上述操作,合并两次提取液,35 $^{\circ}$ C旋转蒸至近干,加5mL 30%甲醇水溶解残渣,待净化。

1.2.2 样品的净化 移取提取液,上样于已活化的Oasis HLB固相萃取柱(预先用5mL甲醇与5mL水活化),待滤液全部流出小柱后,弃去滤液。再用5mL水、5mL甲醇-水(1:1, v/v)以2~3mL/min流速淋洗萃取柱,抽干,弃去流出液。用5mL甲醇-乙腈洗脱液(1:1, v/v)洗脱,收集置于刻度试管中,洗脱液于50 $^{\circ}$ C氮气吹干。用1mL乙腈-水(1:1, v/v)溶液溶解残渣并定容,0.22 μ m聚四氟乙烯过滤器过滤,供液相色谱-串联质谱仪测定。

1.2.3 液相色谱条件 色谱柱: Waters ACQUITY

HSS T3 (1.8 μ m, 2.1mm \times 50mm); 流动相: 甲醇(A)和5mmol乙酸铵0.1%甲酸水溶液(B); 柱温: 40 $^{\circ}$ C; 进样量: 10 μ L, 梯度洗脱条件见表1。

表1 色谱分离梯度洗脱条件
Table 1 UPLC gradient elution conditions

时间 (min)	流速 (mL/min)	流动相A (%)	流动相B (%)	液相曲线
	0.400	40	60	
1.0	0.400	60	40	6
4.5	0.400	80	20	6
5.0	0.400	60	40	6
6.0	0.400	40	60	1

1.2.4 质谱条件 电喷雾离子源,毛细管电压: 3.2kV (ESI⁺)、2.5kV (ESI⁻); 锥孔电压: 50V, 离子源温度: 150 $^{\circ}$ C, 脱溶剂温度: 350 $^{\circ}$ C, 去溶剂气流量: 900L/Hr, 碰撞腔真空度: 700kPa, 监测模式: 多反应监测(MRM)。14种激素质谱条件参数见表2。

2 结果与分析

2.1 质谱条件的优化

实验选用串联质谱多反应监测模式(MRM)采集信号,采用正负离子切换的方式,以100 μ g/kg的激素混合标准溶液自动调谐,在ESI⁺模式下,7种类固醇类激素可以形成[M+H]⁺分子离子峰,在ESI⁻模式下,7种糖皮质激素可以形成[M+HCOO]⁻分子离子峰,然后进行相应的子离子扫描,确定特征子离子,14种激素的质谱优化参数见表2。

2.2 液相色谱条件的选择

2.2.1 色谱柱的选择 本研究中同为甾体激素药物的7种类固醇激素与7种糖皮质激素的结构主要是由碳、氢及氧组成的中性化合物,极性较小。目前,甾体激素类药物常用的液相色谱柱为C₁₈色谱柱。实验考查了不同型号色谱柱(BEH C₁₈与HSS T3)及不同长短色谱柱对色谱分离效果的影响,实验表明,50mm的色谱柱可满足14种激素检测分离的要求;因HSS T3耐受的pH范围较宽,且耐受纯水相等特点,与BEH C₁₈相比,可改善目标化合物的色谱峰形,达到标准物质在色谱柱有较强保留的效果,因此,通过以上因素的考查,选定ACQUITY HSS T3为最佳色谱柱。

2.2.2 流动相的选择 考虑糖皮质激素在电离过程中,在ESI⁻电离模式下需要产生[M+HCOO]⁻分子离子峰,即选择[M+HCOO]⁻作为碰撞诱导解离的母离子,才可获得较高丰度的[M+HCOO]⁻分子离子峰,因此,在流动相中加入了适量的甲酸以提供其加和离子+HCOO的需求。实验比较了有机溶剂乙腈或甲醇(A相)与甲酸水溶液或乙酸铵甲酸缓冲液(B相)分离激素的效果,通过比较发现,在甲醇-乙酸铵甲酸缓冲液流动体系,采用梯度洗脱程序,14种激素药物在6min内分离效果较好,响应较高,且峰形对称,不拖尾、不前延,14种激素药物10 μ g/kg混合标准溶液MRM离子流色谱图见图1,图2为空白鸡肉基质中添加浓度为5 μ g/kg时的各通道提取的相应标准品的定量离子流色谱图。

表2 14种激素质谱分析条件参数
Table 2 MS parameters for the analysis of 14 hormones

实验号	化合物	离子源	保留时间(min)	监测离子对(m/z)	锥孔电压(V)	碰撞能量(eV)
1	醇勃龙	ESI ⁺	2.15	271.1/107.1	54	36
				271.1/199.1*		24
2	宝丹酮	ESI ⁺	2.27	287.1/121.1*	16	24
				287.1/135.2		16
3	19-去甲睾酮	ESI ⁺	2.39	275.1/109.1*	24	26
				275.1/239.2		20
4	美雄酮	ESI ⁺	2.55	301.1/121.1*	36	26
				301.1/149.1		16
5	睾酮	ESI ⁺	2.70	289.1/109.1*	34	24
				289.1/253.2		16
6	甲睾酮	ESI ⁺	3.05	303.1/97.0*	44	28
				303.1/109.1		28
7	黄体酮	ESI ⁺	3.71	315.1/109.2*	12	20
				315.1/123.1		30
8	泼尼松	ESI ⁻	1.49	403.1/299.2	26	18
				403.1/327.2*		10
9	泼尼松龙	ESI ⁻	1.66	405.1/187.2	14	28
				405.1/329.2*		16
10	可的松	ESI ⁻	1.67	405.1/280.2	16	30
				405.1/329.2*		18
11	地塞米松	ESI ⁻	1.98	437.1/307.2	26	30
				437.1/361.2*		18
12	曲安西龙	ESI ⁻	1.99	438.1/308.1	22	34
				438.1/362.2*		14
13	甲基泼尼松	ESI ⁻	2.04	419.1/309.2	12	32
				419.1/343.2*		18
14	曲安奈德	ESI ⁻	2.07	479.1/337.2*	34	24
				479.1/375.2		16

注:*为定量离子对。

2.3 样品前处理条件的优化

2.3.1 提取溶剂的选择 实验中14种甾体同化激素较易溶解于极性溶剂中,因此,考察了甲醇、乙腈及乙酸乙酯3种不同提取溶剂对回收率的影响。结果表明,甲醇的提取效果较差,14种甾体同化激素的平均回收率在45.5%左右,且提取杂质较多,不易净化;而乙腈与乙酸乙酯相比,两者提取效果相当,平均回收率在70.8%以上,因乙酸乙酯较易浓缩,故选取乙酸乙酯作为提取溶液,可以满足动物肌肉组织中14种激素的提取要求。

2.3.2 固相萃取柱的选择 因甾体同化激素的残留量较低,而动物肌肉组织中的干扰物较多,因此,本研究采用固相萃取柱净化。实验考查了通用型较强的HLB柱与强阳离子MCX柱的净化效果,结果表明,HLB柱的效果较好,14种激素的平均回收率在80%以上;MCX柱对7种类固醇类激素的净化效果相对较好,平均回收率在75%左右,而对7种糖皮质激素的净化效果较差,只有15%左右。因此,选取HLB柱作为净化固相萃取柱。

2.3.3 固相萃取洗脱溶液的选择 实验考查了甲醇、乙腈、甲醇-乙腈(1/1, v/v)对激素药物的洗脱能力,结果显示,甲醇洗脱时,其平均回收率在51.8%~81.9%之间,乙腈洗脱时,其平均回收率在60.8%~

82.8%之间,甲醇-乙腈(1/1, v/v)洗脱时,平均回收率在78.9%~90.5%之间。因此,可看出,甲醇-乙腈(1/1, v/v)的洗脱能力最强,乙腈的洗脱能力略高于甲醇,故选取甲醇-乙腈(1/1, v/v)作为洗脱溶剂。

2.3.4 样品溶解液的选择 实验考查了甲醇-5mmol乙酸铵0.1%甲酸水溶液(1/9, v/v)与乙腈-水(1/1, v/v)溶解溶液,甲醇-5mmol乙酸铵0.1%甲酸水溶液(1/9, v/v)溶解时,黄体酮与地塞米松的平均回收率低于40%,其余12种激素药物的平均回收率在80%左右。而乙腈-水溶解时,可达到14种激素药物全部溶解,且平均回收率在85%以上,因此,选用乙腈-水(1/1, v/v)作为样品溶解液。

2.4 方法学考察

2.4.1 标准曲线及检出限 空白鸡肉试样按照前处理方法进行样品前处理,并加入不同浓度的14种激素标样混合溶液(0.5、1、2、5、8、10、20、50 μ g/kg),处理后进样,以待测物色谱图的峰面积为纵坐标,相应待测物质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,其回归方程和线性相关系数见表3。结果表明,本方法在0.5~50 μ g/kg范围呈良好线性关系,线性相关系数 r 均大于0.99,以3倍信噪比计算其方法检出限(LOD)在0.3~1.0 μ g/kg之间。

2.4.2 方法回收率与精密度 在空白鸡肉试样中添

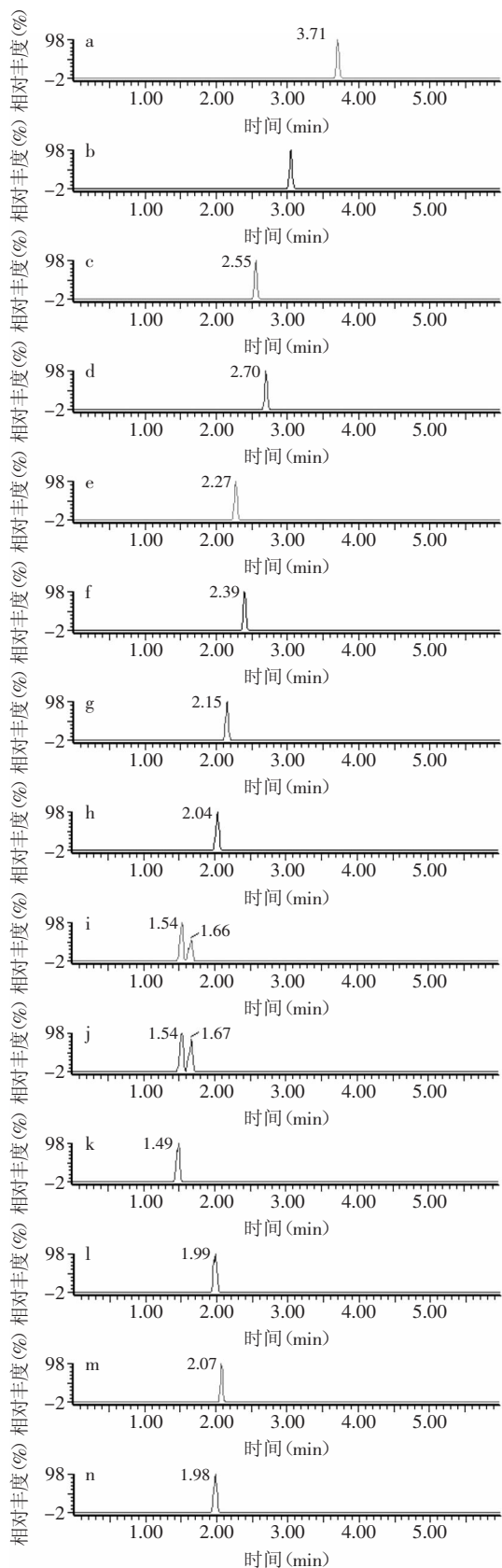


图1 14种激素的MRM离子流图(10 μ g/kg)

Fig.1 Multiple reaction monitoring chromatograms of 14 hormones (10 μ g/kg)

注:a: 黄体酮; b: 甲睾酮; c: 美雄酮; d: 睾酮; e: 宝丹酮; f: 19-去甲睾酮; g: 醇勃龙; h: 甲基泼尼松; i: 泼尼松龙; j: 可的松; k: 泼尼松; l: 曲安西龙; m: 曲安奈德; n: 地塞米松; 图2同。

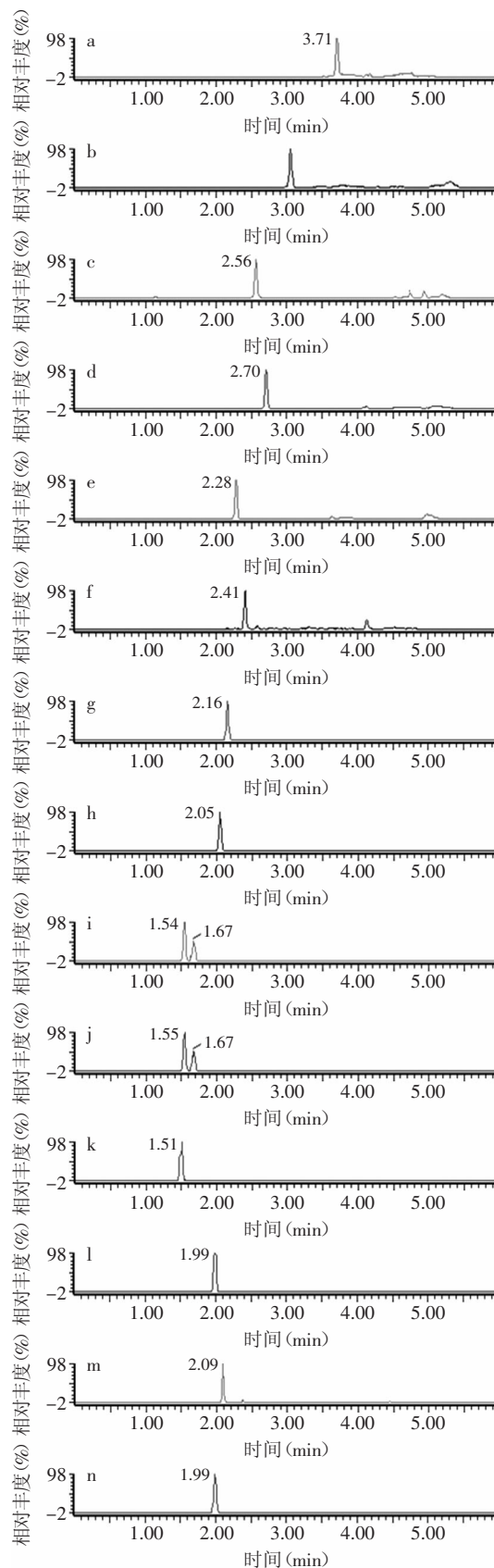


图2 空白基质中添加5.0 μ g/kg激素药物的MRM离子流图

Fig.2 MRM chromatograms of a blank animal fortified with 14 hormones at 5.0 μ g/kg for each

加低、中、高(2、5、10 μ g/kg)3个不同浓度水平的14种激素药物混合标准溶液,进行前处理,测定目标化合

表3 14种激素的线性方程、线性范围、相关系数和检出限
Table 3 Regression equations, limits of determination and limits of quantification of 14 hormones

化合物名称	线性回归方程	线性相关系数 (r)	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
醇勃龙	$Y=24283X+601486$	0.9978	0.3
宝丹酮	$Y=80408.9X+5152.3$	0.9988	0.3
19-去甲睾酮	$Y=31718.2X+8074.2$	0.9988	0.3
美雄酮	$Y=58372.5X+19425.4$	0.9976	0.5
睾酮	$Y=80269.5X+15837$	0.9984	0.5
甲睾酮	$Y=58069.8X+169.823$	0.9971	0.5
黄体酮	$Y=36511.1X+13315.2$	0.9985	0.5
泼尼松	$Y=371.918X\pm 116.607$	0.9971	0.8
泼尼松龙	$Y=1847.7X+63.0709$	0.9989	1.0
可的松	$Y=1753.2X\pm 212.748$	0.9992	1.0
地塞米松	$Y=5284.08X+345.324$	0.9991	0.5
曲安西龙	$Y=510.411X+2.66429$	0.9968	0.3
甲基泼尼松	$Y=1978.66X+394.991$	0.9988	0.5
曲安奈德	$Y=104.504X\pm 28.1636$	0.9965	1.0

物,进行回收率实验,并考察实验方法的精密度,结果见表4。每个浓度水平进行6次平行实验,14种激素药物的平均回收率为72.48%~114.52%,相对标准偏差为3.93%~11.17%。

3 结论

本文建立了超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)法同时检测动物肌肉组织中的类固醇类激素和糖皮质激素残留的分析方法。试样前处理方法灵敏度高,精密度好,特异性强,检测速度快,回收率高且稳定;同时,利用电喷雾正负离子同时扫描检测的技术,可以满足动物肌肉组织中不同离子模式的激素多残留分析同时检测要求。

参考文献

- [1] Li JunSuo, QiuYueMing, Wang Chao. Analysis of Veterinary Residue[M]. Shanghai:Shanghai Science and Technology Press, 2002:578-634.
- [2] 江洁,林洪,付晓婷,等.水产品中多种激素残留测定的高效液相色谱法[J].海洋水产研究,2007,28(6):67-71.
- [3] 单敏,郑方晔,李锋武. RP-HPLC法测定复方倍他米松注射液有关物质[J].药物分析杂志,2008,28(4):624-626.
- [4] 林维宣,董伟峰,陈溪,等.气相色谱-质谱法同时检测动物组织中多种激素类兽药的残留量[J].色谱,2009,27(3):294-298.
- [5] 湛嘉,俞雪钧,李佐卿,等.黄鳝肌肉中的20种性激素同时测定的气质联用检测方法[J].食品科学,2008,29(6):298-303.
- [6] DELAHAUT P, JACQUEMIN P, COLEMONTS Y, *et al.* Quantitative determination of several synthetic corticosteroids by gas chromatography-mass spectrometry after purification by immunoaffinity chromatography[J]. Journal of Chromatography B, 1997, 696: 203-215.
- [7] 陈慧华,应永飞,吴平谷,等.液相色谱-串联质谱同时测定动物组织中22种同化激素[J].分析化学研究报告,2009,37(2):181-186.

表4 不同添加水平回收率和精密度实验结果(n=6)
Table 4 Results of recovery and precision tests(n=6)

化合物	加标浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
醇勃龙	2.0	86.9	7.35
	5.0	112.95	8.45
	10.0	89.27	5.20
宝丹酮	2.0	91.02	7.52
	5.0	110.37	3.93
	10.0	90.15	6.00
19-去甲睾酮	2.0	95.97	8.60
	5.0	109.93	4.29
	10.0	87.45	5.13
美雄酮	2.0	79.03	5.38
	5.0	85.62	7.31
	10.0	92.43	4.78
睾酮	2.0	93.72	9.20
	5.0	102.48	6.96
	10.0	88.8	4.89
甲睾酮	2.0	90.6	10.29
	5.0	99.02	8.31
	10.0	78.47	10.03
黄体酮	2.0	86.56	9.04
	5.0	100.35	10.20
	10.0	96.28	8.36
泼尼松	2.0	72.48	6.45
	5.0	89.81	7.04
	10.0	96.88	6.89
泼尼松龙	2.0	76.88	11.17
	5.0	92.37	10.31
	10.0	98.36	8.14
可的松	2.0	79.25	10.04
	5.0	99.83	9.11
	10.0	101.47	9.52
地塞米松	2.0	83.96	8.25
	5.0	114.52	6.19
	10.0	95.87	6.01
曲安西龙	2.0	89.38	8.22
	5.0	114.36	7.31
	10.0	104.37	10.74
甲基泼尼松	2.0	90.8	7.19
	5.0	106.58	9.93
	10.0	96.65	8.09
曲安奈德	2.0	81.4	10.91
	5.0	88	9.94
	10.0	96.6	8.56

- [8] CUI Xiaoliang, SHAO Bing, ZHAO Rong, *et al.* Simultaneous determination of twelve glucocorticoid residues in milk by ultra performance liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2006, 24(3): 213-218.
- [9] 贺利民,黄显会,方炳虎,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定动物肌肉组织和鸡蛋中残留的11种甾体激素类药物[J].色谱,2008,26(6):714-719.
- [10] 侯亚莉,徐飞,李海燕,等.液相色谱-电喷雾串联四级杆质谱法同时测定牛肉中地塞米松、倍他米松和倍氯米松残留[J].中国农学通报,2008,24(1):127-131.
- [11] YAMASHITA K, TAKAHASHI M, TSUKAMOTO S, *et al.* Use of novel picolinoyl derivatization for simultaneous

高聚物萃取分光光度法测定 茶多酚含量的研究

杜建中, 姚媛, 文超燕

(湛江师范学院化学科学与技术学院, 广东湛江 524048)

摘要:利用水溶性高聚物的水溶液在无机盐存在下可分成两相的特点, 将茶多酚转至高聚物相, 加入三羟甲基氨基甲烷, 调节溶液pH8, 以酒石酸亚铁为显色剂, 用分光光度法测定茶饮料中的茶多酚含量。结果显示, 茶多酚在0.004~0.4mmol·L⁻¹浓度范围内具有良好的线性关系。其相关系数 $R^2=0.9999$, 加标回收率为92.4%~103.5%, 该方法检测快速、准确、无毒, 而且易于操作。

关键词:茶多酚, 聚乙二醇-4000, 萃取, 分光光度法

Study on polymer extraction and spectrophotometer determine of tea-polyphenols

DU Jian-zhong, YAO Yuan, WEN Chao-yan

(School of Chemistry Science and Technology, Zhanjiang Normal College, Zhanjiang 524048, China)

Abstract: Make use of the trait of aqueous polymer could separated two phases with solution in the presence of inorganic salt, tea-polyphenol was transferred polymer phase. In an Tris buffer medium of pH8, the content of tea-polyphenol was determined with Spectrophotometer. Good linear relationships was obtained in the range of 0.004~0.4mmol·L⁻¹ of tea-polyphenol per milliliter of solution ($R^2=0.9999$), and recoveries were found in the range of 92.4%~103.5%. The method was quick, accurate and handled easily.

Key words: tea polyphenols; polyethylene glycol-4000; extraction; spectrophotometry

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2013)08-0079-04

茶多酚属于多酚类物质, 是茶叶中含有2-苯基苯并吡喃的衍生物的多酚类物质的总称, 因其分子结构中含有较多的还原性酚羟基而具有很强的清除体内自由基的功能, 是一种纯天然的抗氧化剂, 具有优越的抗氧化能力, 并具有抗癌、抗衰老、抗辐射、清除人体自由基、降血糖、降血压、降血脂及杀菌等一系列药理功能, 在油脂、食品、医药、日化、化妆品、保健品及饮料等领域具有广泛的应用前景^[1-3]。我国卫生部已批准了茶多酚天然抗氧化剂为我国的食品添加剂之一。茶饮料因风味独特, 兼有营养、保健功效, 是清凉解渴、深受消费者欢迎的多功能饮料。因此, 茶多酚含量的高低是评价茶饮料质量的一个主要指标。茶多酚含量的测定方法主要有氧化还原滴定法^[4]、可见分光光度法^[5-7]、差示分光光度法^[8]、三波长分光光度法^[9]、重氮化-偶合分光光度法^[10]紫外分光

光度法^[11]、流动注射法^[12-14]、离子电极法^[15]、电化学法^[16]、原子吸收法^[17]、高效液相色谱法^[18]等。根据茶饮料的组成特点, 本实验采用高聚物水溶液对茶饮料中的茶多酚进行了定量萃取, 并利用分光光度法对茶多酚含量进行了定量测定, 取得了较满意的结果。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

没食子酸丙酯 国药集团化学试剂有限公司; 三羟甲基氨基甲烷 珠海市华成达化工有限公司; 酒石酸钾钠 天津市大茂化学试剂厂; 硫酸亚铁 天津市致远化学试剂有限公司; 聚乙二醇-4000 国药集团化学试剂有限公司; 硫酸铵 天津市大茂化学试剂厂; 所有实验用水 均为去离子水; 试剂 均为分析纯; 劲凉冰红茶、柠檬茶、绿茶、冰醇茉莉、冰红茶 市售。

UV-2550紫外可见分光光度计 日本岛津制作所; 精密pH计 广州广一科学仪器有限公司; 分析天平 上海济成分析仪器有限公司; DT100电子天平 常熟市双杰测试仪器厂。

1.2 实验方法

收稿日期: 2012-09-11

作者简介: 杜建中(1956-), 男, 教授, 主要从事分析化学教学及微量组分分析方面的研究。

quantification of six corticosteroids by liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2007, 1173(1/2): 120-128.

[12] 许泓, 林安清, 古琬, 等. 动物组织中8种同化性激素及代谢物残留量的检测方法研究[J]. 分析测试学报, 2008, 27(12): 1278-1282.