

# 反向高效色谱法测定维生素 E 中 $\alpha$ -V<sub>E</sub> 含量

曹红翠

(青海大学化工学院盐湖系 西宁市宁张路 97 号 810016)

**摘 要** 采用反相高效液相色谱法测定维生素 E 中  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 的含量。C<sub>18</sub>柱为色谱柱。甲醇/水(100/0)为流动相,流速为 1.0 mL/min。检测波长为 292 nm。线性范围 50—100  $\mu$ g/mL,  $r=0.9993$ , 维生素 E 中  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 的含量为 84.82 mg/L。本法操作简便,样品分离效果好,回收率高,结果准确可靠。

**关键词** 反相高效液相色谱法, 维生素 E,  $\alpha$ -V<sub>E</sub>。

中图分类号: O 657.7<sup>+</sup>2

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2009)02-0351-03

## 1 前言

维生素 E 为苯并二氢吡喃醇衍生物,因其在苯环上有一个酚羟基,故此化合物又称生育酚。V<sub>E</sub> 主要有  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$  和  $\delta$  异构体,其中以  $\alpha$  异构体的生理作用最强,而抗氧化能力则以  $\delta$  异构体为最强。 $\alpha$ -V<sub>E</sub> 在其多种异构体中极性是最弱的一个<sup>[1]</sup>。一般反相键合相色谱法适用于分离极性较弱的样品。在 C<sub>18</sub>柱上有较强的保留。 $\alpha$ -V<sub>E</sub> 在 220 nm 处有两个明显的紫外吸收峰,本文采用反相高效液相色谱法在 292 nm 处作为定量分析的检测波长,测定维生素 E 中  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 的含量<sup>[2]</sup>。以排除其他物质的干扰,确保定量准确。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器

Agilent Hp 1100 型高效液相色谱仪;紫外检测器;流动相脱气装置(均为美国安捷伦科技公司)。

### 2.2 试剂

无水乙醇(分析纯);甲醇(色谱纯); $\alpha$ -V<sub>E</sub> 标样;维生素 E(市售)。

### 2.3 实验方法

#### 2.3.1 色谱条件

固定相: Agilent ZORBAX SB-C18 柱; Agilent ZORBAX XDB-C18 保护柱。

流动相: 甲醇/水(100/0);紫外检测波长: 292 nm;流速: 1.0 mL/min;柱温: 30 °C;进样量: 30  $\mu$ L。

#### 2.3.2 对照品溶液的配制

准确称量  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 标样 1.0 g,用无水乙醇配制成浓度为 1000 mg/L 的对照品溶液,于 4 °C 下避光

联系人,手机: (0)13709745117; E-mail: caohongcui\_1975@sohu.com

作者简介: 曹红翠(1975—),女,南京市人,在读硕士研究生,实验师,研究方向为物理化学。

收稿日期: 2008-08-28; 接受日期: 2008-12-16

保存。

供试品溶液的配制: 准确称量维生素 E 1.0g, 用无水乙醇配制并定容至 250mL 的容量瓶中。

### 2.3.3 阴性对照溶液的制备及干扰试验

阴性对照溶液的配制<sup>[3]</sup>: 准确称量维生素 E 样品 1.0g (不含  $\alpha$ -V<sub>E</sub>), 用无水乙醇配制, 并定容至 250mL 容量瓶中。取对照品溶液, 阴性溶液, 供试品溶液各 30 $\mu$ L 分别进样。结果表明, 在该色谱条件下  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 分离效果良好, 辅料无干扰。

### 2.3.4 校准曲线的制备

准确量取  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 对照品溶液适量, 分别取此标液 100、200、400、600、800、1000 $\mu$ L 置于 10mL 的容量瓶中, 用乙醇定容, 摇匀, 分别进样 20 $\mu$ L, 按上述色谱条件进行测定, 记录  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 的峰面积, 以  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 的峰面积对相应的浓度作图。结果表明:  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 线性范围为 50—1000 $\mu$ g/mL, 线性回归方程:  $y = 0.7931x + 3.9167$ , 相关系数  $r = 0.9993$ , 线性良好。

### 2.3.5 $\alpha$ -V<sub>E</sub> 含量的测定

#### 2.3.5.1 对照品溶液的液相色谱测定

流速为 1.0mL/min, 柱温 30 $^{\circ}$ C, 紫外检测波长 292nm, 甲醇/水(100/0), 进样量为 30 $\mu$ L, 3 次测定  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 标准样品的液相色谱如图 1, 测定结果见表 1。

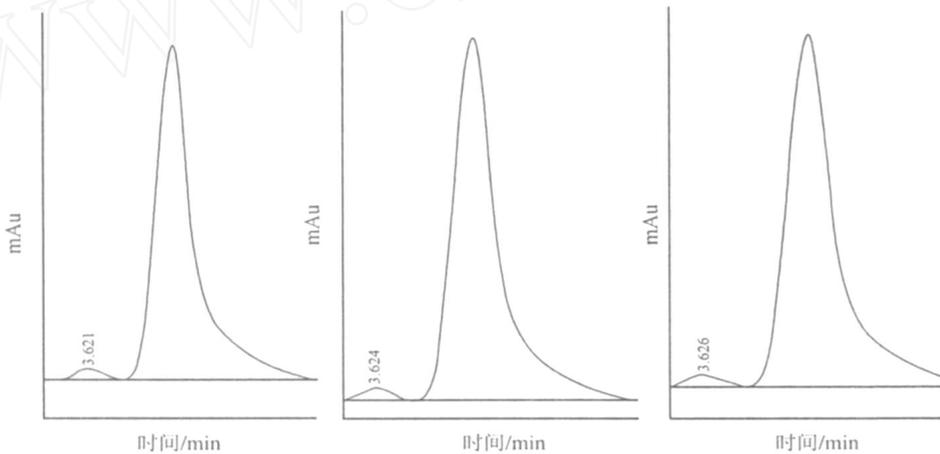


图 1 3 次  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 标准样品的液相色谱图

表 1 3 次  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 标准样品的液相色谱数据

No	保留时间 (min)	面积 (mAu · s)	峰高 (mAu)	峰宽 (min)	对称性
1	4.067	4729.1	294.6	0.2333	0.487
2	4.063	5103.4	320.6	0.2317	0.494
3	4.068	4788.3	299.6	0.2324	0.493

由表 1 可得 1000mg/L 的  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 标准样品的保留样品时间  $t_R = 4.066$  min, 峰面积 4873.6,

#### 2.3.5.2 供试品溶液的液相色谱测定

测定条件如 2.3.5.1 所述, 3 次测定结果如下, 见表 2。

表 2 3 次  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 供试样品的液相色谱数据

No	保留时间 (min)	面积 (mAu · s)	峰高 (mAu)	峰宽 (min)	对称性
1	4.070	410.5	30.4	0.1996	0.639
2	4.063	420.8	31.1	0.2020	0.633
3	4.073	408.8	29.8	0.2022	0.624

计算得  $\alpha$ -V<sub>E</sub> 的含量为 84.82 mg/L。

### 2.3.5.3 精密度试验

准确吸取对照品溶液 30  $\mu$ L, 重复进样 3 次, 测定峰面积, 结果 RSD 为 4.1284%。

### 2.3.5.4 重复性试验

准确吸取供试品溶液 30  $\mu$ L, 重复进样 3 次, 按峰面积计算含量, 结果 RSD 为 1.5708%。

## 3 结果与讨论

由于维生素 E 在水中不溶, 故本法采用以无水乙醇作为溶剂, 易于溶解<sup>[4]</sup>。 $\alpha$ -V<sub>E</sub> 在其多种异构体中极性是最弱的一种, 采用反相键合相色谱适用于分离此类极性较弱的样品。此法以甲醇洗脱, 紫外检测器检测, 外标法定量, 样品处理简单。样品达到基线分离且回收率高。

## 参考文献

- [1] 吴虹, 吴健. 反相高效液相色谱法测定沙棘油中维生素 E 的含量[J]. 安徽中医学院学报, 2002, 21(1): 47.
- [2] 陈培榕主编. 现代仪器分析试验与技术[M]. 北京: 清华大学出版社, 2005: 205.
- [3] 李旭梅, 涂厉标, 王真. 反相高效液相色谱法测定维生素 E 乳膏中维生素 E 的含量[J]. 医学导报, 2006, 25(5): 463.
- [4] 崔亚娟, 徐响, 高房祥等. 高效液相色谱法检测沙棘籽种 V<sub>E</sub> 含量[J]. 食品科技, 2007, 62(7): 208.

## Determination of $\alpha$ -VE in Vitamin E by Reversed Phase High Performance Liquid Chromatography (RP-HPLC)

CAO Hong-Cui

(Department of Salt Lake, Chemical Engineering College of Qinghai University, Xining 810016, P. R. China)

**Abstract**  $\alpha$ -VE in vitamin E was determined by reversed phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC). The RP-HPLC system consisted of C<sub>18</sub> column, mobile phase of methanol-water (100:0) with 1.0 mL/min of flow rate and at the detection wavelength of 292 nm. The linear range was in the range of 50—1000  $\mu$ g/mL ( $r=0.9993$ ). The content of  $\alpha$ -VE in vitamin E is 84.82 mg/L. The method with good separation is convenient, rapid, accurate and reliable.

**Key words** RP-HPLC, Vitamin E,  $\alpha$ -V<sub>E</sub>

## 关于赠送作者样刊和发放稿酬的通知

各有关作者:

从 2007 年第 1 期起, 本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊), 均按篇赠送 2 本样刊, 用普通印刷品邮寄给作者联系人, 遗失不再补赠。若遗失或作者另有需要, 请在发表之日起 2 个月之内汇款购买(第 1 期 70 元/本; 其余 40 元/本, 免收挂号邮寄费), 逾期不再办理。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定, 若作者急需, 请预交特快专递费(30 元/件)。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人, 请各位联系人接到邮局通知后, 务必及时到邮局领取。若 2 个月未领, 被邮局退回, 本刊不再补发。

特此通知

《光谱实验室》编辑部

汇款购买地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林, 邮编: 100095