

硫酸钡吸光比浊法测定大蒜中大蒜素含量

马茜

(太原理工大学化学化工学院 太原市 030024)

摘 要 用浓硝酸将大蒜中有机硫化物定量氧化成硫酸根, 在聚乙烯醇介质中与钡离子反应生成稳定的硫酸钡悬浊液, 吸光比浊法测定其硫酸根含量, 从而换算出大蒜素含量。建立了吸光比浊法测定大蒜中大蒜素含量的新方法, 该法不需大蒜素标准样品, 简单、快速、实用, 结果与定硫法(重量法)基本一致。

关键词 比浊法, 大蒜, 大蒜素, 聚乙烯醇

中图分类号: O 657. 32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)03-0345-03

1 前言

大蒜是百合科葱属植物的地下鳞茎, 在我国和世界各地作为民间用药已有数千年历史。大蒜有抗菌、消炎、杀虫、降脂、抗动脉粥样硬化、抗肿瘤和提高机体免疫力的作用。大蒜的医疗保健作用与大蒜中的主要含硫化合物大蒜素密切相关。因此大蒜素含量已成为评价大蒜及其制品质量的重要指标。但大蒜素稳定性差, 测定较为困难。目前测定大蒜中大蒜素含量多采用定硫法^[1](重量法)和高效液相色谱法^[2], 前者操作繁琐费时, 后者则必须有大蒜素标准样品, 硫酸钡吸光比浊法测定大蒜中大蒜素未见报道。该法不需大蒜素标样, 操作简单、快捷、实用。结果与重量法基本一致。

2 实验部分

2.1 测定原理

新鲜大蒜中含硫化合物都以蒜氨酸(大蒜素的前体物质)形式存在, 当鳞茎组织受损时, 分解成大蒜素^[3]。用浓硝酸将大蒜中蒜氨酸的亚砷基和蒜素的硫代亚砷基定量氧化成硫酸根, 在聚乙烯醇介质中与氯化钡反应生成稳定的硫酸钡悬浊液, 吸光比浊法测定其硫酸根含量, 从而换算出大蒜素含量。

2.2 仪器与试剂

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司); SO_4^{2-} 标准溶液: 0.1 g/L, 以硫酸钾配制; 10% 氯化钡溶液; 2% 聚乙烯醇溶液; 20% 六次甲基四胺-HCl 缓冲溶液; 浓硝酸; 试剂均为分析纯; 实验用水为蒸馏水。

2.3 实验方法

用移液管准确移取一定量($< 0.4\text{mg}$) SO_4^{2-} 标准溶液于 25mL 比色管中, 依次加入六次甲基四胺-HCl 缓冲溶液 1mL、2% 聚乙烯醇溶液 2mL、10% BaCl_2 溶液 4mL, 加蒸馏水至刻度, 每次加入溶

联系人, 电话: (0351) 6550008; E-mail: maqian6853@163.com

作者简介: 马茜(1948—), 女, 河北省昌黎县人, 副教授, 从事药物及天然药物研究。

收稿日期: 2007-01-17; 接受日期: 2007-02-05

液后必须充分摇匀, 放置 10min 后以试剂空白为参比, 用 1cm 比色皿于 420nm 波长处测定吸光度。

3 结果与讨论

3.1 测量波长的选择

吸光比浊法在 400—750nm 波长下均可测定, 但随波长增大吸光度下降, 420nm 处吸光度较大, 故本实验选用 420nm 处测试。

3.2 BaCl₂ 用量选择

要使 SO₄²⁻ 完全反应 Ba²⁺ 需过量, 但 Ba²⁺ 浓度过大则会产生盐效应, 而使沉淀溶解度增大。因此, 沉淀剂 BaCl₂ 用量需控制在适量范围内。加入不同量的 10% 的 BaCl₂ 溶液进行试验, 结果表明 BaCl₂ 溶液加入量为 3—5mL 时, 吸光度较大且恒定。本实验选用 4mL。

3.3 酸度影响

酸度对 BaSO₄ 悬浊液的稳定性有一定影响, 当溶液中酸度较低或较高时将会影响胶粒双电层的构成, 影响吸光度的稳定性, 故需在合适的酸度范围内进行沉淀反应^[4]。按实验方法操作, 仅改变溶液的 pH 值, 结果表明在 pH = 4—9 范围内吸光度恒定。本实验选用 pH = 5—6, 即采用加入 20% 六次甲基四胺-HCl 缓冲溶液 1mL。

3.4 聚乙烯醇用量选择及浊度的稳定性

比浊法关键是保持浊度的颗粒大小和稳定。在聚乙烯醇存在下, 体系稳定性明显增加。主要原因是聚乙烯醇对生成的沉淀有很好的分散作用, 能形成稳定的胶体溶液。试验表明聚乙烯醇溶液用量在 1—4mL 范围内吸光度稳定。本实验选用 2mL。

按试验方法操作, 放置 10min 后测吸光度, 以后每隔 10min 测定一次, 结果表明在聚乙烯醇存在下体系可稳定 60min。

3.5 校准曲线, 回归方程及线性范围

用移液管准确移取 0.5、1.0、1.5...4.5mL SO₄²⁻ 标准液于 25mL 比色管中, 分别依次加入 20% 六次甲基四胺-HCl 缓冲溶液 1mL、2% 聚乙烯醇 2mL、10% BaCl₂ 液 4mL, 加蒸馏水至刻度线, 摇匀, 放置 10min 后以试剂空白作参比, 用 1cm 比色皿于 420nm 波长处测定吸光度, 并绘制校准曲线。结果表明 SO₄²⁻ 含量在 0.05—0.4mg/25mL 范围内具有良好的线性关系, 将结果进行统计处理求得回归方程为 $y = 0.0089 + 0.444x$, $r = 0.9981$ 。

4 样品分析

4.1 氧化剂用量选择

采用浓硝酸作为氧化剂, 加入不同量的浓硝酸进行试验, 结果表明, 氧化剂用量过少或过多均导致测定结果偏低。本试验当取 2g 大蒜糊时, 浓硝酸加入量在 1.5—2.5mL 之间测定结果较高且稳定, 故选用 2mL。

4.2 样品测定方法

将新鲜大蒜剥皮并捣成糊状物, 准确称取 2g (精确至 0.0001g), 加浓硝酸 2mL, 用玻璃棒搅拌至黄色, 放置 20min, 过滤并洗入 100mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。取试液 5mL 于 25mL 比色管中, 用 10% NaOH 液调节 pH = 5—6, 加入 20% 六次甲基四胺-HCl 缓冲溶液 1mL, 加入聚乙烯醇溶液 2mL、10% BaCl₂ 溶液 4mL, 加蒸馏水至刻度, 每次加入试液后必须充分摇匀。放置 10min, 在 420nm 处用 1cm 比色皿, 以试剂空白作参比测其吸光度, 代入线性回归方程求得 SO₄²⁻ 含量, 按下

式计算大蒜中大蒜素含量:

$$\text{大蒜素含量}(\%) = \frac{C \times \frac{32.06}{96.06} \times \frac{162.26}{32.06 \times 2}}{\frac{G}{V_1} \times V_2 \times 1000} \times 100$$

式中: V_1 ——试液总体积 mL; V_2 ——移取试液体积 mL; G ——称样量 g; C ——根据回归方程求得的 SO_4^{2-} 含量 mg; 32.06: 硫分子量; 96.06: SO_4^{2-} 分子量; 162.26: 大蒜素分子量。

4.3 样品分析结果

按样品测定方法测定不同大蒜样品中的大蒜素含量,同时做加标回收实验并与定硫法(重量法)测定结果进行比较,结果见表 1。

表 1 样品分析结果

| 样品 | 本法 (%) | | | | 大蒜素含量(%) | | | | | | | |
|----|-----------|-------|-------|-------|------------|------------|--------------|-------------|--------------|------------|------------|--|
| | | | | | 平均值 (%) | RSD (%) | 样品含量 (mg) | 加标量 (mg) | 测得总量 (mg) | 回收率 (%) | 定硫法 (%) | |
| 1 | 0.271 | 0.263 | 0.266 | 0.257 | 0.264 | 2.22 | 0.1875 | 0.1500 | 0.3354 | 98.6 | 0.271 | |
| 2 | 0.241 | 0.228 | 0.234 | 0.245 | 0.237 | 3.18 | 0.1681 | 0.1500 | 0.3201 | 101.3 | 0.239 | |

参考文献

- [1] 马往校, 段敏, 孙新涛, 李岚. 定硫法测定大蒜中大蒜素含量及影响因素[J]. 天然产物研究与开发, 2002, 14(6): 22—23
- [2] 李叙勇, 史玉宝, 明江波. 高效液相色谱法测定大蒜及其制品中的大蒜素[J]. 分析测试学报, 1997, 16(6): 50—51.
- [3] 陈彬, 王艳辉, 马润宇. 提取大蒜有效成分—有机硫化物[J]. 北京化工大学学报, 2004, 31(2): 25—28
- [4] 丁根娣, 吴杰, 许志遂. 硫酸钡吸光比浊法测定机理的探讨[J]. 理化检验(化学分册), 2001, 37(3): 111—112

Detem ination of the Garlic in Content in Garlics by Barium Sulfate Turbidity

MA Q ian

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China)

Abstract An analytic method was developed for the detem ination of garlic in garlic. The sample was oxidized with concentrated nitric acid, converting sulfur into sulfate, precipitated with barium chloride using polyvinyl alcohol as the stabilizer. The turbidity of barium sulfate was detem ined with a spectroscope, and then garlic content was calculated. This method is simple, fast, accurate, and without the need of standard sample.

Key words Turbidity, Garlic, Garlicin, Polyvinyl Alcohol

本刊可上网查阅

由于本刊在 2001—2009 年被《中国核心期刊(遴选)数据库》收录,全文上网,因此,读者、作者均可直接上网查阅。网址:

<http://www.periodicals.net.cn>
<http://www.wanfangdata.com.cn>
<http://gpsys.periodicals.net.cn>
<http://gpss.chinajournal.net.cn>