

# 高效液相色谱测定葡萄酒中的白藜芦醇

LC-119

**摘要：**本文建立了岛津高效液相色谱仪测定葡萄酒中白藜芦醇的方法。样品经稀释，固相萃取净化后，进入高效液相色谱分析。本方法在 0.01~10  $\mu\text{g/mL}$  的范围内，线性关系良好，相关系数  $r$  为 0.9999。对浓度为 0.2  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液进行重复性实验，连续 6 次进样保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.17% 和 0.67%。方法检测限为 1.4  $\text{ng/mL}$ 。

**关键词：**白藜芦醇 葡萄酒 高效液相色谱仪

白藜芦醇 (Resveratrol, CAS No: 501-36-0) 简称 Res, 是一种植物抗毒素, 是在植物受到病原性进攻和环境恶化时产生的, 已知葡萄、桑椹等食品中白藜芦醇的含量较高。从大量的临床实验研究结果表明, 白藜芦醇具有可防治心血管疾病; 对抗最初的细胞和亚细胞损伤, 抑制肿瘤的发生; 以及保肝, 利肝; 抗过敏; 调节血脂等对人体有益的生物化学作用。

由于白藜芦醇重要的药理学作用, 因而对其含量进行准确测定有十分重要的实际意义。本文建立了一种高效、简单、快速的检测葡萄酒中白藜芦醇的方法, 为科学的评价食品中白藜芦醇的含量提供有效的参考。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津 Prominence 高效液相色谱仪 LC-20A。具体配置为 LC-20AT $\times$ 2 输液泵, DGU-20A3 在线脱气机, SIL-20A 自动进样器, CTO-20A 柱温箱, SPD-20A 紫外检测器, CBM-20Alite 系统控制器, LCsolution 色谱工作站。

## 结果与讨论

### 2.1 标准样品的色谱图

白藜芦醇标样的色谱图如图 1 所示。

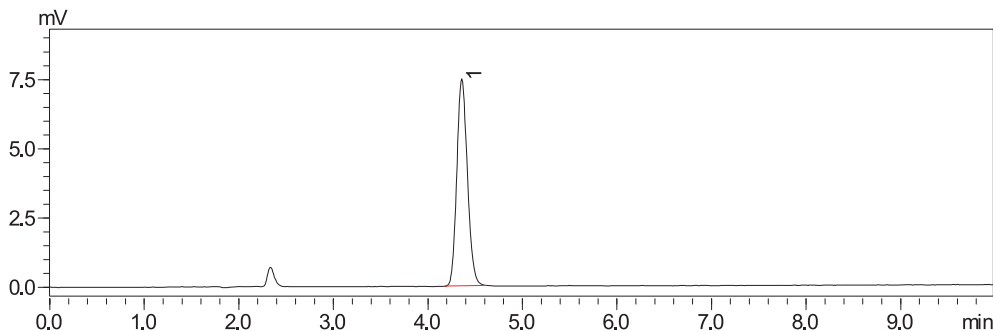


图1 1  $\mu\text{g/mL}$  白藜芦醇的色谱图

### 1.2 分析条件

#### 液相条件

色谱柱: InertSustain C18 4.6 mm I.D.  $\times$  150 mm  
L, 5  $\mu\text{m}$

流动相: A 相 -0.1% 乙酸水溶液 (v/v) B 相 - 乙腈

流速: 1.0 mL/min

柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$

洗脱方式: 等度洗脱, A/B=65/35(v/v)

进样量: 10  $\mu\text{L}$

检测波长: 306 nm

LCsolution 色谱工作站。

### 1.3 样品前处理

准确移取 1 mL 红酒, 加入 1 mL 1% 乙酸水溶液 (v/v) 混匀, 做为 SPE 的上样液。C18 固相萃取小柱 (500 mg, 3 mL) 预先用 3 mL 甲醇和 3 mL 1% 乙酸水溶液 (v/v) 活化后上样, 2 mL 甲醇 /1% 乙酸水溶液 =5/95 (v/v) 清洗后, 1 mL 甲醇解析。解析液用 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤后至样品瓶中, 待上机测试。

## 2.2 线性范围

将浓度为 0.01, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1 和 10  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液按 1.2 中的分析条件进行测定, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制工作曲线。结果表明, 在此范围内, 线性关系良好, 线性曲线为  $Y = (58.4)X + (-131.9)$ , 相关系数  $r=0.9999$ 。

## 2.3 精密度实验

取 0.2  $\mu\text{g/mL}$  混合标准工作液连续测定 6 次, 考察仪器的精密度, 保留时间和峰面积的重复性结果如表 1 所示。结果显示: 保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.17% 和 0.67%, 仪器精密度良好。

表1 白藜芦醇保留时间、峰面积重现性

	保留时间 (min)	峰面积
N=1	4.340	11,537
N=2	4.335	11,367
N=3	4.336	11,488
N=4	4.341	11,422
N=5	4.346	11,552
N=6	4.355	11,391
Ave.	4.342	11,460
RSD%	0.17	0.67

## 2.4 灵敏度实验

利用工作站软件计算其检测限 ( $S/N=3$ ) 及定量限 ( $S/N=10$ ), 分别为 1.4  $\text{ng/mL}$  和 4.1  $\text{ng/mL}$ 。

## 2.5 回收率考察

考察该方法的回收率, 在葡萄酒中加入标准溶液, 加标浓度分别为 0.2 和 1.0  $\mu\text{g/mL}$ , 按 1.3 前处理方法进行处理。经计算, 加标回收率分别为 74.0% 和 85.7%。

## 2.6 实际样品检测结果

考察某种市售葡萄酒中白藜芦醇的含量, 色谱图如图 2 所示, 经计算, 葡萄酒中白藜芦醇的含量为 1.43  $\mu\text{g/mL}$ 。

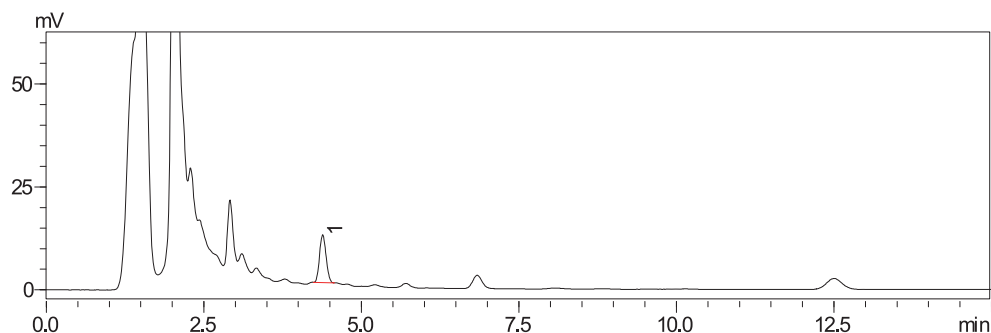


图2 市售葡萄酒色谱图

## 结论

本文建立了岛津高效液相色谱仪测定葡萄酒中白藜芦醇的方法。该方法在 0.01~10  $\mu\text{g/mL}$  范围内线性良好, 相关系数在 0.9999 以上, 标准样品连续 6 次测定, 峰面积的相对标准偏差小于 0.7%, 精密度良好, 方法检测限为 1.4  $\text{ng/mL}$ 。本方法操作简单, 可有效地检测葡萄酒中白藜芦醇的含量。