

紫外分光光度计法测花椒油中酰胺类物质含量

付陈梅 阚建全 刘雄 杨勇

(西南农业大学食品学院,重庆 400716)

摘 要 :花椒油中酰胺类物质的含量是影响花椒油质量的重要因素。研究了应用分光光度计法测定花椒酰胺类物质的最适条件。结果表明 :应用甲醇萃取花椒油中的酰胺类物质 ,在萃取时间为 4h ,萃取温度为 40℃ ,萃取液 3h 内测定时 ,具有良好的回收率和重复性。

关键词 :花椒 酰胺 紫外分光光度计 含量

Determination of Amides in Chinese Prickly Ash Oil
by UV-spectrometer

Fu Chenmei Kan Jianquan Liu Xiong Yang Yong

(Food College of Southwest Agricultural University ,Chongqing 400716)

Abstract : The amides content of Chinese prickly ash oil was very important to the quality of the oil. The best condition to determine the amides with UV-spectrometer was studied. When methanol was used to extract the amides of the oil , extractive time was four hours , temperature is 40℃ , and extraction was measured within 3 hours , the rate of recovery and repeatability were good.

Key words : Chinese prickly ash ,Amides ,UV-spectrometer ,Content

花椒是指芸香科植物花椒(*Zanthoxylum bungeanum* Maxim.)和青椒(*Zanthoxylum schinifolium* Sieb. et Zucc.)的果皮 ,是人们常用的食品香料 ,被誉为“八大味”之一 ,我国对花椒的应用已有二千多年的历史^[1]。花椒油是指应用超临界 CO₂ 萃取、有机溶剂萃取等方法制得的花椒油树脂与食用油适量混合或直接用食用油浸泡花椒所制成的具有麻香味的调味油^[2]。花椒油中麻味的强弱直接影响其质量 ,根据国内外大量研究结果表明 ,花椒麻味强弱是由花椒酰胺类物质含量所决定的^[3,4]。

花椒酰胺是一类结构相似的链状不饱和脂肪酸酰胺 ,其中以山椒素为代表 ,有些具有强烈的刺激性 ,为花椒麻味物质的主要成分^[5,6]。在花椒中发现的酰胺类的物质有 :羟基 - α - 山椒素、羟基 - β - 山椒素、羟基 - γ - 山椒素、γ - 山椒素、2' - 羟基 - N - 异丁基 - 2,4,8,10,12 - 十四烷五烯酰

胺、2' - 羟基 - N - 异丁基 - 2,4,8,11 - 十四烷四烯酰胺、2' - 羟基 - N - 异丁基 - 2,6,8,10 - 二十二碳四烯酰胺、2' - 羟基 - N - 异丁基 - 2,6,8,10 - 十二烷四烯酰胺、N - 对羟基苯基甲基 - 2,7 - 二甲基 - 2,6 辛二烯酰胺等^[4,8]。

花椒酰胺常温下易溶于氯仿、甲醇、乙醇、无水乙醚等有机溶剂 ,可溶于水、石油醚 ,低温下不溶于石油醚等。该物质的紫外图谱显示 ,其在 206nm、254nm 处有明显吸收峰^[4,8]。应用花椒酰胺的这些性质 ,本文研究了应用紫外分光光度计法测定花椒油中酰胺类物质含量的最适条件。

1 试验材料与方法

1.1 试验材料

花椒油 重庆江津四面山花椒基地生产

1.2 主要仪器设备

型离心机

电子天平

紫外光栅分光光度计

数显恒温水浴锅

1.3 试验方法

1.3.1 标准曲线的绘制

将 pre-HPLC 制备得到的花椒酰胺类物质作为标准品,用甲醇将其配制成一系列浓度的花椒酰胺的溶液(μg/ml),在 254nm 下测其吸光度。以吸光度为纵坐标,对应标准样品的含量为横坐标,作标准曲线,如图 1 所示。

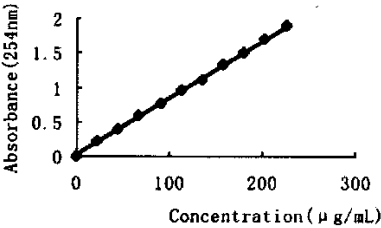


图 1 花椒麻味成分含量标准曲线图

计算得该曲线的回归方程为：

$y = 0.0084139x \quad (R^2 = 0.9998)$

1.3.2 花椒油的处理

精确称取 0.100g 花椒油入 25mL 容量瓶中,加入甲醇至刻度,盖紧,摇匀,在适宜温度下浸提一定时间,其间不断摇动,再离心取上清液在 254nm 处测定其吸光度。

1.3.3 回收率的测定

回收率的测定方法是取 3 个样品各分成两份,一份(A 样)加入已知量的酰胺类物质,一份不加(B 样),分别测定酰胺类物质的含量,二者之差除以实际加入量,再乘 100 即得回收率。

1.3.4 重复性的测定

称取一定量的花椒油样品,分别进行预处理后进行测定,重复测定 4 次,分别计算其标准差和变异系数,讨论其方法的重复性。

2 结果与分析

2.1 萃取时间的影响

花椒油中的麻味成分能溶于氯仿、乙醚、甲醇等有机溶剂,但由于油脂也能与氯仿、乙醚等互溶,故采用甲醇为萃取液,能较好地萃取出花椒油中的

麻味成分。用甲醇分别萃取 2、4、6、8 小时,测定结果如图 2 所示。结果表明 4 和 6 小时平均测定值之间的差异不显著,故样品的萃取时间为 4 小时。

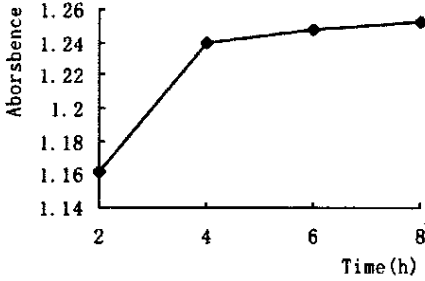


图 2 萃取时间对吸光度的影响

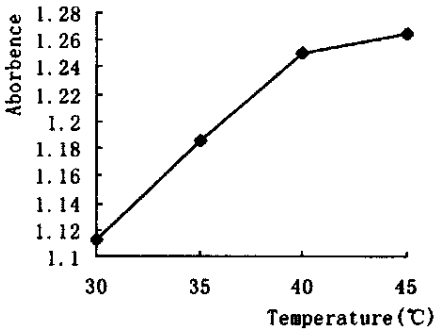


图 3 萃取温度对吸光度的影响

2 萃取温度的影响

在花椒油的萃取过程中,为了最大程度的萃取出花椒油中的麻味物质,同时避免花椒麻味物质在高温下的变化,比较了在 30、35、40、45℃ 下花椒油萃取物的吸光度。其结果如图 3 所示。在 40℃ 时,花椒油萃取液的吸光度为 1.251,温度增加至 45℃ 时,吸光度为 1.264,增加不显著,故萃取温度采用 40℃。

2.3 萃取液放置时间的影响

花椒油萃取液在放置一段时间后,由于酰胺类物质的不稳定性,可能会使吸光度值产生变化,故对萃取液能稳定放置的时间进行了研究,其结果如表 1 所示。可以看出,萃取液在 3 小时内进行检测,其吸光度值不会发生明显的变化,但放置时间在 12 小时以上时,其吸光度值会发生明显变化,故对萃取液应尽快检测,避免酰胺类物质发生变化,影响检测结果。

表 1 萃取液放置不同时间的测定结果

光密度 样号	时间				
		01	02	03	04
1		0.385	0.478	0.730	0.812
2		0.384	0.478	0.729	0.812
3		0.384	0.476	0.728	0.810
12		0.371	0.460	0.711	0.799

2.4 回收率测验 质的平均回收率为 $100 \pm 2\%$,这说明这一测定方法回收率测定的试验结果如表 2 所示 ,酰胺类物 可用以酰胺类物质的测定。

表 2 酰胺类物质回收率测定结果

样号	A 样光密度	B 样光密度	加入量(μg)	回收量(μg)	回收率(%)
1	1.029	0.269	90	90.33	100.36
2	0.985	0.226	90	90.21	100.23
3	0.946	0.181	90	90.92	101.02

2.5 重复性试验 为 $0.00082 - 0.00216$,变异系数在 $0.00066 - 0.00170$ 之间 ,说明这一方法有较好的重复性。重复性试验的测定结果如表 3 所示 ,其标准差

表 3 重复性试验测定结果

试样号		重复测定值				平均值	标准差	变异系数
1	1.27	1.268	1.269	1.273	1.27	0.00216	0.00170	
2	1.162	1.163	1.163	1.16	1.16	0.00141	0.00122	
3	1.229	1.229	1.228	1.23	1.23	0.00082	0.00066	
4	1.149	1.148	1.148	1.15	1.15	0.00096	0.00083	
5	1.223	1.223	1.224	1.221	1.22	0.00126	0.00103	

3 结论

(1)应用紫外分光光度计法检测花椒油中酰胺类物质 ,其预处理方式是应用甲醇在 40°C 条件下浸提 4h ,浸提液在 3h 内进行检测。

(2)应用紫外分光光度法检测花椒油中的酰胺类物质 ,其回收率为 $100 \pm 2\%$,标准差为 $0.00082 - 0.00216$,变异系数在 $0.00066 - 0.00170$ 之间。该测定方法简单、快速 ,重复性好 ,适宜一般实验室使用。

参考文献

1. 肖培根 .新编中药材志第二卷 .化学工业出版社 .北京 ,

2002 :253 ~ 259
2. 路纯明 ,张小麟 ,赵英杰等 .中国粮油学报 ,1996(4) :12 ~ 15
3. 何军 ,郭红祥 ,陈毓荃等 .西北农业大学学报 ,1999(5) :66 ~ 70
4. Chen ,J S Lin ,WY Tsai ,et al. Phytochemistry ,1999 ,52(2) : 357 ~ 360
5. 路纯明 ,卢奎 ,严以谨等 .中国粮油学报 ,1995(2) :15 ~ 21
6. Xiong Quanbo , Shi Dawen , Yamamoto H , et al , Phytochemistry ,1997 46(6) :1123 ~ 1126
7. 郭景安 ,赵景婵 ,谢志海 .色谱 ,2001(6) :567 ~ 568
8. 刘迎春 ,曾健青 ,刘莉玫等 .中药材 ,2001(8) :572 ~ 573
本研究获国家高技术研究发展计划(863 项目) ,项目编号 : 2001AA248021 支持