

紫外分光法测定无花果中苯甲醛

刘杰 卫放芳

(无锡轻工大学食品学院, 无锡 214036)

摘要 建立了1种简便快速的测无花果中苯甲醛的方法。采用乙醇回流提取, 水蒸汽蒸馏挥发分离, 在紫外230 nm和249 nm处双波长测定。测得无花果中苯甲醛含量为59.6 $\mu\text{g/g}$, 5次测定变异系数为2.48%, 回收率在85.6%~92.5%之间。

关键词 紫外分光光度法; 无花果; 苯甲醛

中图分类号 TS201.2

0 前言

无花果, 早在公元前3000年就已在地中海沿岸种植, 唐代传入中国。它喜湿润、怕寒冷, 我国南方几省有种植。它不仅是很好的观赏花木, 能净化空气, 而且具有较高的经济价值, 其果实色艳、味甜、香浓, 与葡萄、桑椹并列为三大古老果品, 被世人钟爱。无花果肉营养丰富, 其含糖量在20%以上, 故有“蜜果”之称; 它含有17种氨基酸, 人体必需氨基酸含量较高, 尤以抗疲劳的天门冬氨酸最高; 另外, 还含丰富的维生素、微量元素和生物活性物质。无花果不仅可鲜食, 还可加工成果脯、果酱、果汁等食品, 更加可贵之处, 是它可以药用。根据《本草纲目》和《中医大辞典》介绍, 无花果有如下药用功效: 去火清湿热, 治疗肺热、咽喉肿痛和痈疽疮疥; 润肠通便治疗痢疾、痔疮便秘; 降血压、降血脂, 对高血压、冠心病、动脉硬化等老年性疾病有改善作用; 抗肿瘤, 抑制癌细胞生成。因此, 无花果被誉为“21世纪人类健康的保护神”。

无花果中的重要抗癌成分是天然苯甲醛。它能阻止癌细胞蛋白质的合成, 而对正常细胞无伤害。苯甲醛溶于醇、醚, 具有苦杏仁的特殊气味, 沸点179.9 $^{\circ}\text{C}$, 可与水蒸汽一起挥发, 在贮存过程中易氧化为苯甲酸, 在动物体内代谢为苯甲酸和它的结合物马尿酸。人们在开发利用无花果的保健功能时, 努力希望加工工艺能保持其有效成分。传统测定苯甲醛的方法是气相色谱法和单波长紫外吸收法, 各有缺陷。因此有必要确立简单易行, 准确有效的苯甲醛测定方法。

1 实验材料和方法

1.1 实验材料

无花果样品, 由南京农业大学提供; 苯甲醛(A.R.); 苯甲酸(A.R.); 无水乙醇(A.

R.); 751G 紫外分光光度计; 玻璃水浴蒸馏回流加热装置。

1.2 实验方法

1.2.1 样品处理 将无花果样品粉碎至50目, 称取20 g 均样, 以100 ml 无水乙醇于84 °C 水浴回流提取3 h, 定容过滤, 即得无花果乙醇提取液。

1.2.2 蒸馏 吸取25.0 ml 无花果乙醇提取液, 放入蒸馏瓶中, 再加200 ml 蒸馏水, 蒸馏, 收集蒸馏液200 ml。

1.2.3 绘制标准曲线 在苯甲醛最大吸收波长249 nm 处, 以10% 乙醇液作参比, 测定苯甲醛标准系列的吸光度, 绘制标准曲线。

1.2.4 样品测定 在波长249 nm 和230 nm 处, 以10% 乙醇液作参比, 测定样品蒸馏液在两个波长处的吸光度, 以扣除苯甲酸的影响, 测得蒸馏液中苯甲醛含量 C_x ($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

1.2.5 计算 样品中苯甲醛含量 = $C_x \times (\frac{100}{20} \times \frac{200}{25})$ (单位: $\mu\text{g}/\text{g}$)

2 实验结果与分析

2.1 回流提取时间的确定

无花果中苯甲醛提取率 R 的高低, 与回流时间有很大关系。

分别取20 g 无花果样品, 加100 ml 无水乙醇于84 °C 水浴回流加热一定时间, 提取液蒸馏后在249 nm 处测定吸光度。回流时间与吸光度的关系见表1。

表1 回流时间与吸光度 A 的关系

	回流时间/h				
	1	2	3	4	5
A	0.156	0.178	0.191	0.190	0.188

可见, 回流时间至3 h 后, 吸光度不再增大, 故选择3 h 较好。

2.2 苯甲醛和苯甲酸吸收曲线

用1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的苯甲醛和1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的苯甲酸标准溶液, 以10% 乙醇为参比, 在不同波长下测定吸光度, 可得吸收曲线, 见表2。

表2 波长与吸光度 A 的关系

	波长/nm								
	224	230	234	240	244	248	249	250	260
A (苯甲醛)	0.068	0.079	0.089	0.101	0.110	0.114	0.115	0.113	0.078
A (苯甲酸)	0.685	0.670	0.540	0.285	0.145	0.097	0.093	0.085	0.057

可见苯甲醛最大吸收波长为249 nm, 此时苯甲酸也有吸收, 相互干扰。又可得摩尔吸光系数 ϵ 。

苯甲醛 230 nm 处: $\epsilon = 8.384 \times 10^3 \text{ L}/\text{cm} \cdot \text{mol}$

249 nm 处: $\epsilon = 1.220 \times 10^4 \text{ L}/\text{cm} \cdot \text{mol}$

苯甲酸 230 nm 处: $\epsilon = 8.179 \times 10^4 \text{ L}/\text{cm} \cdot \text{mol}$

249 nm 处: $\epsilon = 1.135 \times 10^4 \text{ L}/\text{cm} \cdot \text{mol}$

2.3 苯甲醛标准曲线

用10% 乙醇配制苯甲醛标准质量浓度系列: 0, 0.5, 1, 2, 4, 6, 8 $\mu\text{g}/\text{ml}$; 以10% 乙醇液为参比, 于249 nm 处, 分别测定吸光度, 结果见表3。

表3 苯甲醛质量浓度 C 与吸光度 A 的关系

	$C / \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$						
	0	0.5	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
A	0	0.056	0.115	0.238	0.451	0.670	0.885

根据回归计算: $A = 0.111 \times C + 0.005$

回归系数 $r = 0.999$

说明苯甲醛质量浓度在 $0 \sim 8 \mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内,紫外吸收测定线性良好。

2.4 样品测定结果

分别取5份样品,经过提取、蒸馏后分别在249 nm 和230 nm 处测定吸光度,结果见表4。

表4 样品测定结果

	1	2	3	4	5	平均值	变异系数
$A(249 \text{ nm})$	0.186	0.193	0.196	0.185	0.192	0.190	2.49%
$A(230 \text{ nm})$	0.257	0.250	0.246	0.258	0.254	0.253	2.17%

2.5 计算

根据双波长测定结果,列249 nm 和230 nm 联立方程:

$$A_{249 \text{ nm}} = \epsilon_2 \times C_{\text{苯甲醛}} \times l + \epsilon_1 \times C_{\text{苯甲酸}} \times l$$

$$A_{230 \text{ nm}} = \epsilon_1 \times C_{\text{苯甲醛}} \times l + \epsilon_2 \times C_{\text{苯甲酸}} \times l$$

其中: $C_{\text{苯甲醛}}$ 为苯甲醛的浓度, $C_{\text{苯甲酸}}$ 为苯甲酸的浓度, l 为石英比色皿厚度,统一为 1 cm。

求毕可得蒸馏液中苯甲醛的质量浓度为 $1.49 \mu\text{g}/\text{mL}$, 苯甲酸的质量浓度为 $0.20 \mu\text{g}/\text{mL}$; 无花果中苯甲醛的质量浓度为 $1.49 \times \frac{100}{20} \times \frac{200}{25} = 59.6 \mu\text{g}/\text{g}$ 。

2.6 回收率

为判断蒸馏和测定方法的可靠性,做回收试验。

2.6.1 蒸馏回收率试验 吸取5份 $10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准苯甲醛乙醇溶液各25.0 mL 放入蒸馏瓶中,再加200 mL 蒸馏水蒸馏,收集蒸馏液200 mL,在紫外波长249 nm 处,以10%乙醇液作参比,测定。结果见表5。

表5 蒸馏回收率测定结果

	次 数					平均值
	1	2	3	4	5	
A_{249}	0.132	0.137	0.135	0.140	0.136	0.136
回收率	91.5	95.1	93.7	97.3	94.4	94.4

从回收率可见,蒸馏体系符合分析要求。

2.6.2 样品回收率试验 吸取25.0 mL 样品提取液,加入 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的苯甲醛标准液3.20 mL,加水200 mL,然后进行蒸馏,紫外测定,计算(结果见表6)。

$$\text{回收率} = \frac{\text{测得总量} - \text{原样品中测得量}}{\text{加入标准物质的量}}$$

表6 回收率测定

次数	A	测得总量/ μg	加入量/ μg	回收率(%)
第1次	0.349	578	320	85.6
第2次	0.360	594	320	92.5
第3次	0.355	584	320	89.4

本测定方法的回收率在85.1%~92.5%之间,表明方法可行。

3 结 论

1) 作者参考了杏仁中苯甲醛的紫外测定方法,在此基础上作了较大改进。采用双波长测定法,克服了苯甲酸对测定结果的干扰。本方法简便快速,从测定结果的变异系数和回收率看,符合分析要求。与气相色谱、液相色谱法比,适用性更强,更能适合工厂实验室检测。鉴于样品中挥发性有机酸也可能蒸馏而影响分析结果,故采用双波长测定,大大降低了测定误差。

2) 到目前为止,尚无有关无花果中苯甲醛含量的资料。因此,作者只能尽可能提高提取率。理论上,采用回流提取的提取效率较高,作者根据实验数据得出结论,回流提取要比浸泡提取效率高得多,而且缩短了实验时间。另外,样品的颗粒度也与提取率有关,实验发现,颗粒细,提取时间可缩短,提取率较高,但过滤困难,因此选用50目颗粒度。无水乙醇的用量大,提取率较高,但提取液中苯甲醛浓度低,使后面测定时吸光度较小,影响分析结果。

苯甲醛遇光、空气易氧化为苯甲酸,因此整个实验过程中应尽量采用棕色玻璃器皿,实验操作尽可能当天完成。苯甲醛标准溶液应当天使用当天配制。

参 考 文 献

- 1 叶国盛. 无花果栽培与加工技术. 中国土特产, 1966, (4): 8
- 2 李世平. 无花果的价值和栽培概况. 中国土特产, 1992, (6): 22
- 3 尹卫平. 无花果制剂的开发应用研究. 中草药, 1997, (8): 512
- 4 潘永贵. 无花果的开发利用. 农牧产品开发, 1997, (6): 6~8
- 5 黄君孔, 鲍治宇编. 紫外吸收光谱法及应用. 北京: 中国科学技术出版社, 1992. 307~308
- 6 大连轻工业学院等合编. 食品分析. 北京: 中国轻工业出版社, 1994. 122~124

UV. Determination of benzaldehyde in *Ficus carica*

Liu Jie Wei Fangfang

(School of Food Science & Technology, Wuxi University of Light Industry, Wuxi, 214036)

Abstract This paper reports a method of determination of benzaldehyde, which includes the procedures of alcohol refluxing, distilling with water, determining in 230nm and 249nm. The result in *Ficus carica* is $59.6\mu\text{g/g}$. The precision and recovery of this method are of 2.48% and 85.6~92.5% respectively.

Key words ultraviolet spectrophotometry; *ficus carica*; benzaldehyde