Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

使用ACQUITY UPLC H-Class PDA系统建立大蒜保健品中大蒜素（DATS）含量测定方法

沃特世解决方案

ACQUITY UPLC® H-Class系统

ACQUITY UPLC BEH C_{18}色谱柱

MassLynx® 软件

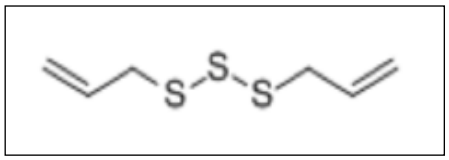
关键词

大蒜保健品，大蒜素，DATS，定量检测

简介

大蒜的鳞茎（大蒜头）提取物富含二烯丙基三硫醚（DATS）、二烯丙基二硫醚（DADS）、二烯丙基硫代亚磺酸酯等有机硫醚类化合物。此前国内不仅尚无健全的大蒜素含量统一检测标准，甚至对大蒜素的定义也比较混乱。据报道，有的领域将二烯丙基硫代亚磺酸酯称为大蒜素，也有的将硫醚类化合物或DATS、DADS称为大蒜素，还有将含硫化合物统称为大蒜素。

2013年12月2号国家食药监总局发布《保键品中大蒜素含量测定征求意见稿》，明确规定DATS作为测定保健品大蒜素指标。文献报道的DATS测定方法有分光光度法、液相色谱法、气相色谱法和气相色谱质谱法等。



DATS结构图

《征求意见稿》采用气相色谱-氢火焰（FID）检测器检测。该方法检出限43 mg/L，进样时间20分钟，最佳线性范围320 mg/L～3000 mg/L。

实验条件

流动相：	乙腈/水=60/40
分离模式：	等度洗脱
色谱柱：	ACQUITY UPLC BEH C_{18}
	100 × 2.1，1.6 μm
流速：	0.5 mL/min
柱温：	40 ℃
检测波长：	224 nm
进样量：	1.0 μL

样品处理

称取大蒜精油样品0.5 g，加入无水乙醇提取，离心并取乙醇层定容至适量体积（视DATS含量而定，调节浓度到线性范围），过0.45 μm滤膜上机测试。

结果与讨论

使用Waters® ACQUITY UPLC H-Class系统，结合ACQUITY UPLC BEH C_{18}（100 × 2.1，1.7 μm）色谱柱分析DATS，分析时间仅3分钟，定量限0.1 mg/L（见图1）；0.1~100 mg/L线性范围内相关系数R^2大于0.999（见图2）；该方法远优于GC-FID方法。连续进样考察方法稳定性且重现性良好（见表1）。

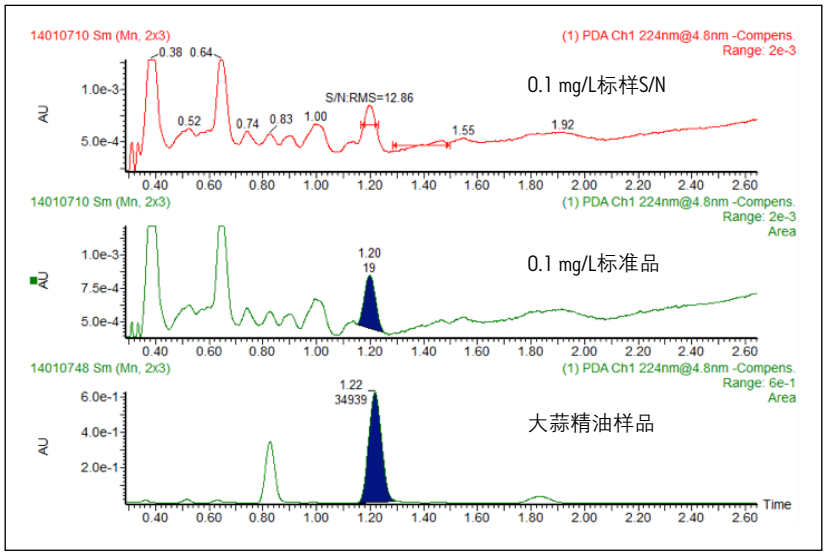


图1. DATS标准品谱图。

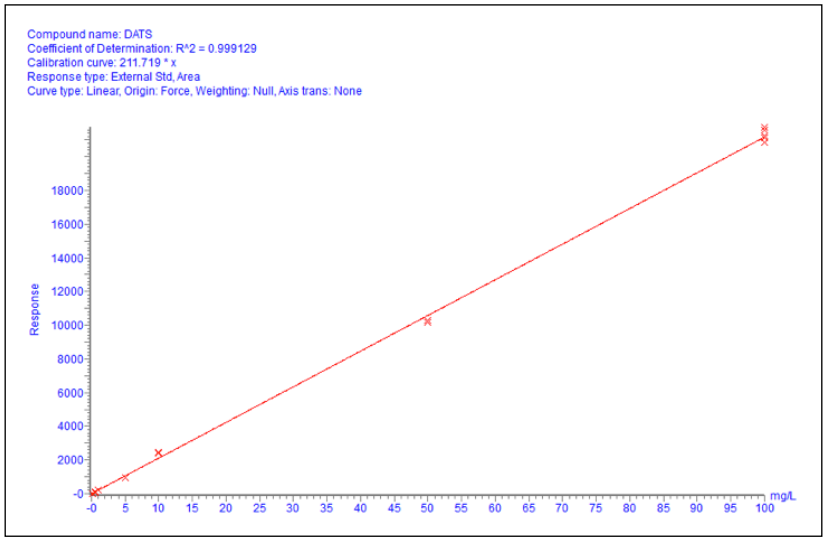


图2. 标准曲线。

表1. 线性、灵敏度及精密度

标准曲线范围（mg/L）	相关系数（R^2）	LOQ（0.1 mg/L）S/N	进样重复性（RSD%，n=5）							
			曲线（mg/L）							样品
			0.1	0.5	1	5	10	50	100	
0.1～100	0.9991	12.86	2.1	3.4	1.1	0.6	0.2	0.4	1.7	2.7

结论

- 使用本方法得到的定量限为0.1 mg/L，灵敏度较气相方法提高了两个数量级。样品提取不需要浓缩，甚至可以稀释提取液以降低噪声干扰。
- 与气相色谱-氢火焰（FID）检测方法相比，样品运行时间从20分钟缩短至3分钟，工作效率提高了将近6倍，大大提高了分析通量。
- 溶剂用量减少，实验成本降低。
- 方法前处理简单，不需要转换溶剂以适应气相色谱。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Waters、ACQUITY UPLC、MassLynx和The Science of What's Possible是沃特世公司的注册商标。其他所有商标均归各自拥有者所有。

©2014 年沃特世公司。印制于中国
2014年1月

沃特斯中国有限公司
沃特世科技（上海）有限公司

北京：010 - 5209 3866
上海：021 - 6156 2666
广州：020 - 2829 6555
成都：028 - 6554 5999
香港：852 - 2964 1800

免费售后服务热线：800 (400) 820 2676
www.waters.com