

高效液相色谱法测定食品中抗氧化剂 BHA, BHT, PG*

李桂凤 郝征红 董淑敏

(山东省农业科学院中心实验室 济南 250100)

提 要 用反相高效液相色谱法同时测定了食品中抗氧化剂丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)和焦性没食子酸丙酯(PG)。样品用正己烷提取,氮气吹干,水-乙醇(1:4, V/V)溶解残留物,经0.5 μ m 滤膜过滤,直接进样。方法简便、快速、回收率高、重现性好。

关键词 高效液相色谱法, 抗氧化剂, 食品

分类号 O658/TS2

1 前言

人们为了让食品保鲜,经常要在食品中添加一定量的抗氧化剂。但抗氧化剂过量,会损害人体健康。合格食品的抗氧化剂的添加量,必须符合国家卫生标准^[1,2]。对食品中抗氧化剂的测定一直沿用薄层法、比色法、气相色谱法^[3]。报道的 HPLC 法只是用于油样的测定,且前处理要用乙腈反复萃取,不仅操作繁杂,而且乙腈的毒性太大,价格昂贵。本文建立了一个同时、快速、准确地分析食品中抗氧化剂丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)和焦性没食子酸丙酯(PG)的高效液相色谱法。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

Waters-201型高效液相色谱仪, M-490型紫外检测器, 680型溶剂梯度仪, 740型数据处理机, U6K进样器。

正己烷为分析纯,乙醇为优级纯,甲醇为色谱纯,水为高纯水。BHA, BHT, PG 均为德国 E. Merck 产品,纯度为99.98%。

2.2 色谱条件

色谱柱为 Radial-PAK C₁₈, 流动相为甲醇-水(92:8, V/V), 用 H₃PO₄调 pH 为 3.0, 流速为 0.8 mL/min, 柱温为室温, 检测波长为 280nm, 检测灵敏度为 0.05A_uf_s, 进样量为 10 μ L。

2.3 标准曲线制作

准确称取 BHT, BHA, PG 标准品,用乙醇-水(4:1, V/V)溶解,配成约 1g/L 的标准品储备液。实验前用乙醇-水(4:1, V/V)稀释配制 0.1g/L 及 0.006g/L 的标准液,储备液在冰箱中保存。准确吸取

0.006g/L 的标准液 4, 8, 12, 16, 20 μ L 进样,记录色谱图。以峰面积对进样量作图,得 PG, BHA, BHT 3条通过原点的直线,相关系数分别为 0.999 6, 0.999 8, 0.999 9。最低检测浓度为 0.5mg/L。

2.4 样品分析

样品经粉碎混合均匀后,准确称取 4.000~5.000g 于 100mL 的具塞三角瓶中,加 20mL 正己烷,放在振荡器上振荡 20min,过滤。取 2mL 上清液用氮气吹干,准确取 2mL 乙醇-水(4:1, V/V)溶解残留物,用 0.5 μ m 的滤膜过滤上机。分析结果见表 1。

表1 样品的测定结果(n=6)

Table 1 The determination results (n=6)

组分 Component	平均值(n=6) Average (mg/kg)	SD (mg/kg)	CV (%)
PG	0.81	0.05	0.61
BHA	1.21	0.01	0.08
BHT	1.18	0.17	1.44

3 结果与讨论

3.1 提取剂的选择

我们对正己烷、石油醚、三氯甲烷3种不同的提取剂进行了选择,实验证明正己烷最佳,连续测定18份样品,回收率均在98%以上。

3.2 最佳波长的选择

经紫外扫描,采用280nm 作为它们的吸收波长,获得了理想的色谱图,PG, BHA, BHT 的保留时间分别为 3.598min, 4.455min, 6.431min。

3.3 流动相的选择与色谱分离效果

用 H₃PO₄调整不同 pH 值的6种流动相,分别对甲醇中含有不同比例的高纯水进行选择,结果表明,

* 本文收稿日期:1996-10-16, 修回日期:1997-01-08

甲醇-水的比例为92:8(V/V, pH 3.0)时色谱分离效果最好,且分析时间短,分离度好(见图1)。用甲醇作流动相远比乙腈经济,且毒性也小。

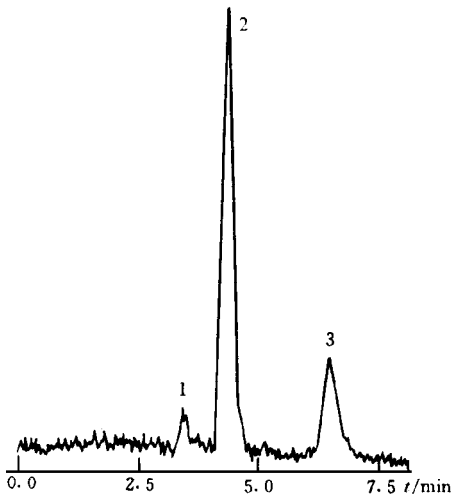


图1 饼干的色谱图

Fig. 1 HPLC chromatogram of cracker sample

1. PG, 2. BHA, 3. BHT.

3.4 回收率

在样品中加入已知量的 PG, BHA 及 BHT, 按照样品处理步骤操作进样。回收率均在92%~98%的范围之间,平均回收率为94.20%,见表2。

表2 回收率(n=6)

Table 2 The recovery rate (n=6)

组分 Component	加入量 Added (mg/L)	测定值 Found (mg/L)	回收率 Recovery (%)
PG	1.00	0.95	95.00
	0.80	0.74	92.50
BHA	1.00	0.96	96.00
	0.50	0.48	96.00
BHT	1.00	0.98	98.00
	0.50	0.46	92.00

4 结论

(1) 建立了同时、快速、精确测定抗氧化剂 BHA, BHT, PG 的高效液相色谱法。此法简便、准确、回收率高、重现性好。

(2) 此方法除了适用于食品的测定外,还适用于饲料的测定。

参 考 文 献

- 1 食品中 BHA、BHT 的测定方法。中华人民共和国标准。GB5009.3-85
- 2 出口食品中 BHA 和 BHT 含量的气相色谱测定方法。中华人民共和国专业标准 ZBX04023-87
- 3 中国林业科学研究分析中心编。现代实用仪器分析方法。北京:中国林业出版社,1994.104~105

Determination of Antioxidants BHT, BHA and PG in Food with High Performance Liquid Chromatography

Li Guifeng, Hao Zhenghong and Dong Shum in

(The Central Lab, Shandong Academy of Agr. Sci., Jinan, 250100)

Abstract An accurate and rapid method for simultaneous determination of antioxidants butylated hydroxyanisole (BHA), butylated hydroxytoluene (BHT) and propyl gallate (PG) in food by reversed-phase high performance liquid chromatography was established. The sample was extracted with hexane. Being filtrated and dried by N_2 , the residues in evaporator was dissolved in a certain amount of water- C_2H_5OH (1:4, V/V) and filtered with 0.5 μm of filter membrane for HPLC analysis. The chromatographic conditions were Radial-PAK C_{18} column, methanol-water (92:8, V/V) mobile phase adjusted to pH = 3 with phosphoric acid and UV-280nm detector. By using external standard method the analytical results showed that the coefficients of variation of PG, BHA and BHT were 0.61, 0.08 and 1.44 respectively, linear correlation coefficients were more than 0.999 and recoveries were 92%~98% ($n=6$). The lowest detection limit was 0.5 mg/L.

Key words high performance liquid chromatography, antioxidants, food