

2.2 液相色谱法由于以保留时间为定性依据,因此当其它组分的保留时间与 TBHQ 相同时会存在干扰。根据在恒定条件下同一种物质的吸光系数保持不变,而不同物质的吸光系数不同的特性,^[3]通过在恒定的色谱条件下对两个指定波长的吸光度值进行对比,其比值可作为是否含有 TBHQ 的确证依据。

根据表 3 将 TBHQ 的确证范围定为平均比值正负 10% 之内(即 4.479~5.475 之间)。如果未知组分的比值在确证范围之外,可认为该组分不是 TBHQ;对于保留时间相符且比值在确证范围内的试样,可确认含有 TBHQ。还可通过改变色谱条件,如柱、柱温、流速及流动相的配比等条件,根据标准峰与试样峰的保留时间是否相符来作鉴别,^[3]必要时再用 TLC 法鉴别。

2.3 相对于国外报道的测定油脂中 TBHQ 含量的

几种方法而言,^[2]本方法具有以下几个优点:(1)试样前处理工作量小,人工操作时间明显少于其它方法。(2)测定速度快。进样后 3.5min 即可完成测定。(3)分离能力强。常见的抗氧化剂如 BHA、BHT 在不同保留时间出峰,不影响测定,对于保留时间相同的干扰组分还可用确证试验进行鉴别,增加了检测工作的可信度。

3 参考文献

- 1 刘程. 食品添加剂实用大全. 北京:北京工业大学出版社, 1994, 46~49
- 2 G J Dickes, 汤逢等译. 食品分析的气相色谱法. 北京:轻工业出版社, 1987, 407~430
- 3 马卿云. 高效液相色谱法讲义. 广州:中山大学测试中心, 1995

HPLC 法测定柞木中的五氯酚钠

王 虹 李跃红 天津市卫生防病中心 (300011)

随着现代化生活水平的提高,有人提出用柞木制成精美的工艺品作为盛酒的容器,既可提高包装档次,又可使酒有一种柞木的特殊醇香。这种产品国内市场已有售,在国际市场上也颇受欢迎。

五氯酚钠(PCP-Na)常用于木料防腐,而国家规定食品包装材料中不得含有有毒有害物质,因此建立柞木中 PCP-Na 的监测手段是非常必要的。

空气及尿中 PCP-Na 的测定方法已有报道,柞木中的测定方法目前未见报导。

用 HPLC 法测定 PCP-Na,操作简便,柞木中的干扰物经萃取、反萃取处理,色谱柱分离后不干扰 PCP-Na 的测定。试样平均回收率 99.7%,回收率标准差 5.14,最低检出浓度为 5.72mg/kg。

1 材料与方

1.1 仪器

美国 Beckman 344M 型高效液相色谱仪;
165 型紫外检测器;
427 型积分仪;
液体快速混合器 江西医疗器械厂产品。

1.2 试剂

五氯酚钠标准溶液 精确称取分析纯重结晶的五氯酚钠 0.2500g 于 250mL 容量瓶中,用超纯水溶解后稀释至刻度,浓度为 1.00mg/mL。

五氯酚钠标准使用液 取上液 0.25mL 于 25mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,浓度为 10.0 μ g/mL。

0.1% (NH₄)₂HPO₄:用纯水配制。

碱性水溶液 50mL 纯水中加入 25% NaOH 2 滴,pH 值为 11。

1.3 方法

将木料制成 ϕ 3mm,长 2cm 的小木条,用粉碎机粉碎后过 40 目筛。取过筛后试样 1.00g 于 50mL 具塞比色管中,加入 10.0mL CH₂Cl₂ 浸泡过夜。浸泡后的试样放在混匀器上萃取 10 分钟,静置片刻,待木渣稍下沉后以 0.5 μ m FH 滤膜过滤。

取 5.00mL 过滤液于另一比色管中,加入 5mL 碱性水溶液反萃取 10 分钟,静止分层后,水相进 HPLC 分析。

1.4 操作条件 ODS C₁₈柱,4.6mm $\times$ 25cm;流动相:甲醇与 0.1% (NH₄)₂HPO₄ 比例为 50+50;检测器波长 254nm;20 μ L 定量进样环。

2 结果与讨论

2.1 实测结果

将用五氯酚钠进行防腐处理的木料锯成外、中、内三层,按上述试样前处理及仪器操作条件进行试样测定,木料中五氯酚钠含量为:外层 120mg/kg;中层 14.1mg/kg;内层<5.72μg/kg。因此可以看出,对木制食品包装进行五氯酚钠的监测迫在眉睫。

2.2 流动相条件的选择

对甲醇与 0.1%、0.3%(NH₄)₂HPO₄ 及甲醇与水作流动相进行了分离情况的比较。

甲醇与 0.1%(NH₄)₂HPO₄ 比例 60+40 时,出现两个以上的峰,经紫外光谱扫描初步认为是同一成分;比例为 50+50 时,仅有一组分峰,峰形很好;比例为 40+60 时峰形变宽。

甲醇与 0.3%(NH₄)₂HPO₄ 比例为 60+40 时分离较好,但柱后流出液 pH 值>8,为避免损伤色谱柱该条件未做更多探讨。

甲醇与水比例为 60+40,调节水 pH 值为 6 时,可分离出两个以上的峰,水 pH 值为 7 时效果比前者理想。

这些可能与 PCP—Na 在流动相中的存在状态有关。

2.3 试样前处理方法的研究

甲醇浸提 与 PCP—Na 同时浸出的干扰物太多,色谱分离困难。

二氯甲烷提取,碱性水溶液反萃取 二氯甲烷将 PCP—Na 及部分有机干扰物共同提取出来。再以碱性水溶液将 PCP—Na 反萃取至水层,而大部分干扰物仍留在有机相中。水相中的 PCP—Na 与残存干扰物在流动相为甲醇+0.1%(NH₄)₂HPO₄=50+50 的

条件下,可在色谱柱上完全分离。

2.4 校正曲线及最低检测浓度

在上述色谱条件下,测定 0.57~28.6μg/mL 的 PCP—Na 标准溶液,峰面积与浓度做回归方程, $y = 2.5x \times 10^{-5} + 0.626$, 相关系数 $r = 0.9996$, 最低检测浓度 572ng/mL。

2.5 方法的准确度

将未经 PCP—Na 处理的柞木粉碎后,加入 PCP—Na 标准溶液,使其浓度为 41.6,104,286μg/g,混匀自然干燥。按前述试样处理及测定步骤分 3 次测定其浓度,平均回收率为 99.8%,回收率标准差 5.14,变异系数 5.15%。

2.6 精密度

对浓度为 41.6μg/g 的柞木做了 6 次重复测定,结果见表。

表 精密度测定结果

测定值			平均值	标准偏差	相对标准差
x			$\bar{x}$	S	$RSD(\%)$
43.3	41.4	40.6	41.6	1.04	2.5
42.4	41.0	40.9			

注意事项 碱性流动相对色谱柱不利,工作结束后,必须先用水冲洗色谱柱,至柱后流出液 pH 值呈中性再以甲醇冲洗。

3 参考文献

1 中国预防医学科学院卫生研究所. 车间空气监测检验方法. 北京:人民卫生出版社,1980:329

《食品卫生培训教材》征订通知

《食品卫生培训教材》是培训各类食品生产,销售及管理人员的实用教材,该书由中国医药科技出版社出版,结合食品卫生法,全面介绍了食品生产管理、消毒、饮食、食品加工、冷饮冷食、副食品卫生的知识,本书最后一章还对企业检验室的条件和要求作了叙述,每节后附有问答题供考核时使用。全书共九章 20 万字,定价:8.50 元,按 70%收费每本收费 5.95 元(含运费)。

联系单位:北京市昌平县卫生防疫站

联系电话:(010)69745043 寻呼机:(010)6836800—呼 23851

联系人:贾树队 邮编:102200

来电来函后可先寄样书。