

卵磷脂保健食品中过氧化值测定方法的探讨

宋凤英 卫生部食品卫生监督检验所 (100021)

卵磷脂是从油料的种子和动植物原料中提炼得到的制品,该产品的过氧化值、酸价是衡量其卫生质量好坏的主要指标,目前国内尚未制定卫生标准和检测方法。《食品化学法典》(Food Chemicals Codex,以下简称FCC)^[1]和《食品添加剂公定书——注解·解说一》^[2]制定了卫生标准及其酸价、过氧化值的测定方法。《FCC》及《食品添加剂公定书——注解·解说一》采用的检测方法为碘量法,但在我们检测保健食品时发现当在试样加入碘化钾与淀粉指示剂后溶液不呈兰色。分析可能是由于保健食品不是纯品,干扰物质很多,影响测定。我们在原方法的基础上,增加了试样的前处理,即用酸水解法提取卵磷脂中的脂肪,油脂中的过氧化物与碘化钾作用生成游离碘,以硫代硫酸钠标准溶液滴定,计算含量。

1 材料与方 法

1.1 试样来源 所有试样均为保健食品申报单位送检试样,来自美国,共计33份,试样剂型均为软胶囊。

1.2 检验项目及方法 食品中脂肪含量的测定 GB 5009.6—85 第二法酸水解法,^[3]卵磷脂中过氧化值的测定方法,见文献^[2]。

1.3 试剂 乙醚、乙醇、盐酸、饱和碘化钾溶液、三氯甲烷+冰乙酸溶液(2+1)、淀粉指示剂1%、硫代硫酸钠标准溶液0.002 mol/L。以上试剂均为分析纯。

1.4 试样处理 称取3~5 g 卵磷脂置于50 mL大试管中,加入8 mL水,用玻璃棒混匀,再加入10 mL盐酸,混匀。放入80℃~100℃水浴中,每隔5~10 min以玻璃棒搅拌一次,至试样完全消化为止约1 h。

取出试管,立即加入10 mL乙醇混合,冷却后,加入15 mL乙醚,加塞振摇1 min,加入15 mL石油醚,加塞振摇1 min,静置10~20 min,将上清液吸入125 mL锥形瓶中,于大试管中再加入15 mL乙醚,及15 mL石油醚,同上提取,将上清液一同吸入125 mL锥形瓶中,置水浴上蒸干,放冷后,直接测定过氧化值。

1.5 过氧化值的测定 于锥形瓶的脂肪中加入35 mL三氯甲烷+冰乙酸(2+1),使试样完全溶解,加1.0 mL饱和碘化钾溶液,轻轻振摇0.5 min,在暗处放置5 min取出加入75 mL水摇匀,加入1.0 mL淀粉指示剂,以0.002 mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定至蓝色消失为终点,取相同量的三氯甲烷+冰乙酸溶液,碘化钾溶液,淀粉指示剂及水,按同一方法,做试剂空白试验。

1.6 计算

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 0.1269}{m} \times 100 \quad X_2 = X \times 78.8$$

式中: X: 试样的过氧化值, g/100g; X₂: 试样的过氧化值, meq/kg; V₁: 试样消耗硫代硫酸钠标准溶液滴定的体积, mL;

V₂: 试剂空白消耗硫代硫酸钠标准溶液滴定体积, mL; C: 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m: 试样质量; 0.1269: 与1.00 mL硫代硫酸钠标准滴定溶液相当碘的质量, g; 78.8: 换算因子。

2 结果

2.1 测定33份卵磷脂中脂肪,检出范围在70%~80%。

2.2 采用原方法和改进后的方法,对33件卵磷脂中的过氧化值进行了检测分析,其结果为,用原方法33件试样的过氧化值均未检出。改进后的方法,33份试样检出范围为0.24~14.2 meq/kg。

3 讨论

3.1 结果 2.2 表明,按文献报导的方法进行试样中过氧化值测定结果均为未检出,此方法是将卵磷脂试样直接测定,当试样中加入碘化钾和水后出现很多的白色沉淀,再加淀粉指示剂,溶液不呈蓝色,使实验无法进行,这是因为卵磷脂保健食品中有大量还原性物质存在,干扰过氧化值的测定。

3.2 油脂氧化分解产生过氧化物,过氧化值是反映油脂新鲜度的灵敏指标。油脂在贮存、运输期间,受阳光、温度、时间的影响,过氧化值的含量也随之而变化。从结果 2.1 可以看出卵磷脂保健食品中脂肪含量很高,达 70%~80%。所以卵磷脂保健食品的过氧化值是指其中脂肪中的总过氧化值。结果 2.2 表明卵磷脂保健食品中过氧化值检出范围在 0.24~14.2 meq/g,33 份试样中有 27 份试样的过氧化值<10 meq/kg。过氧化值的离散程度很大,原因可能是由于不同卵磷脂保健食品中油脂含有饱和脂肪酸与不饱和脂肪酸的量不同而造成的。

4 参考文献

- 1 Food Chemical Codex. 第 3 版,1981
- 2 张洪祥,编译.食品添加剂公定书—注解·解说一.第 6 版.北京,1997,9
- 3 中华人民共和国卫生部.食用植物油卫生标准的分析方法,GB/T 5009.37—1996,1996—06—19
- 4 中华人民共和国卫生部.食品中脂肪的测定方法,GB 5009.6—85,1985—05—16

高效液相色谱法测定芦荟食品中芦荟甙含量

黄宏南 金乐君 福建省卫生防疫站 (350001)

在中国,芦荟有若干个别名,如象胆、油葱、象鼻草、龙角、番蜡、龙舌草等,芦荟叶中有一种十分重要的成分芦荟甙又名坝巴苷(barbalion),使芦荟具有润肠、通便的作用。目前芦荟食品快速上市,成为一种新型的保健食品。我国目前尚未建立相应的测定方法,本文探讨了高效液相色谱法测定芦荟甙的含量,试样处理简单,操作简易,*RSD* 为 0.4%;线性范围 0.01~0.1 mg/mL;*r* 为 0.9992;准确度添加回收率 89.3%~104.3%。

1 材料与方法

1.1 原理 用甲醇+水(55+45)作为溶剂,提取试样中的芦荟甙,高效液相色谱仪紫外检测器 293 nm 条件下检测。

1.2 试剂

流动相 甲醇(分析纯)+水=55+45 混匀。

标准溶液的制备 精确称取芦荟甙标准品(中国药品生物制品检定所,化学对照品)10 mg,加水溶解移入 100 mL 容量瓶中定容至刻度。

1.3 试样处理 首先将粒状试样粉碎成粉末状,准确称取上述经处理后的试样 1.00 g 于 50 mL 容量瓶中,加水 30 mL 溶解,经超声振提 5 min,加水补足至刻度,提取液略澄清后经离心分离(3 000 r/min, 5 min),取上清液 10 mL 通过 BOND ELUTE C₁₈ 试样净化富集柱,用 20 mL 水将这个柱洗净后,用(甲醇+水=55+45)混合液 10 mL 溶解,提供给高效液相色谱仪分析。

1.4 标准系列 分别吸取芦荟甙标准液 5 mL, 10 mL, 25 mL 置于 50 mL 容量瓶用水定容,即得到 0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL 的标准系列。

1.5 测定条件 仪器:日本岛津公司生产岛津 LC-4A;柱:shim-pack CLC-ODS, 150 mm×6 mm;柱温:室温(15℃~25℃);流动相:甲醇+水=55+45;流速:1 mL/min;检测器:UV293 nm;进样量:10 μL;以 Rt 定性,