

参 考 文 献

- (1) В. С. Добров и др., Нефтепереработка и Нефтехимия, Киев., (21),57(1981).
- (2) В. А. Закупра и др., Химия и Технология Топлив и Масел, (5),56(1970).
- (3) В. А. Закупра и др., Нефтепереработка и Нефтехимия, Москва, (7),40(1970).
- (4) В. С. Добров и др., Нефтепереработка и Нефтехимия, Киев., (16),57(1978).
- (5) Kenneth Ogan et al., Anal. Chem., 53 (2),160(1981).
- (6) Sajid Husain et al., J. Chromatogr., 131 (1),57,(1977).
- (7) J. F. Schabron et al., Anal. Chem., 50(13), 1911(1978).

(收稿日期: 1987年3月7日)

Determination of the Compositions of α -Olefine-

Based Alkylphenols by HPLC Qi Youlan, The Research Institute of Petroleum Processing, Lanzhou Petroleum Refinery

A high performance liquid chromatographic (HPLC) method was developed for the rapid quantitative group analysis of α -olefine-based alkylphenols. Satisfactory separations of 2,6-di-alkylphenol (containing alkylphenol ether), 2,4-dialkylphenol, o-alkylphenol, p-alkylphenol and free phenol were achieved by using Pellicular micro beads-ETH column with acetic acid modified hexane as mobile phase. The chromatogram of the eluant was detected by UV absorption at 280nm. We examined the effects of the composition of the mobile phase as well as the use of recycled solvent on the results of separation. The eluting sequences of alkylphenols on normal-phase LC column and reversed-phase LC column were also investigated.

食品中合成色素高效液相色谱测定法

李明元 胡玉英 邵变霞

(天津食品卫生检验所)

我国准许使用柠檬黄等七种合成色素。标准检验方法⁽¹⁾为:将样品溶液用聚酰胺吸附,解析液浓缩后,用纸色谱或薄层色谱法分离,分光光度法测定。方法手续繁杂,操作时间长。采用高效液相色谱法进行分离测定,操作简单,节省时间,取得满意结果。

实 验 部 分

(一) 试剂

1. 甲醇:分析纯。经滤膜(FH0.5 μ m)过滤。

2. 0.02mol/L乙酸铵溶液:1.54g 乙酸铵加蒸馏水 1000ml,溶解之后经滤膜(HA0.45 μ m)过滤。

3. 色素标准溶液:柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红、亮兰、赤藓红以60%计,靛兰以40%计,配成1mg/ml水溶液,用时稀释成0.1mg/ml,经滤膜(HA0.45 μ m)过滤。

其他试剂除聚酰胺(200目)为无锡电化教具厂生产外均为分析纯。

(二) 仪器

高效液相色谱仪,带紫外可变波长检测器,沃特斯公司。

(三) 操作方法

1. 样品预处理:酒类取20~40g,水浴上蒸除乙醇。汽水取20~40g,微温除去二氧化碳,即为样品溶液。巧克力豆类取样5~10g,用蒸馏水反复漂洗色素,合并漂洗液为样品溶液。

2. 色素提取:(1)聚酰胺吸附法:见文献⁽¹⁾。定容4ml,经滤膜(HA0.45 μ m)过滤,滤液为高效液相色谱用检液。

(2)液-液分配法⁽²⁾:制备好的样品溶液放分液漏斗中,加2ml乙酸,加5%三正辛胺正丁醇溶液10~20ml,振摇提取。分取有机相,再重复此操作,合并有机相,用饱和硫酸钠溶液洗涤二次,每次10ml,静置,分取有机相放蒸发皿中,水浴蒸发浓缩至10ml,转移至分液漏斗中,用10ml正丁醇洗蒸发皿,并入分液漏斗中,加60ml正己

烷,混匀,加2%氨水提取2~3次,每次5ml,合并氨水层(含水溶性酸性合成色素),用己烷洗涤二次,氨水层加乙酸成弱酸性,水浴浓缩,加水溶解,定容4ml,用滤膜(HA 0.45 μ m)过滤,滤液为高效液相色谱用检液。

3. 高效液相色谱条件

柱: RADIAL PAK μ -BONDA PAK C₁₈ 10 μ m 8 \times 100mm 反相柱;

流动相: 甲醇/0.02mol/L 乙酸铵;

梯度: 甲醇 20%~35%/5min, 35~98%/7min, 98%继续6min;

流速: 1ml/min;

检测器: UV254nm;

灵敏度: 0.2AUFs;

根据R_t定性,外标法定量。

结果与讨论

(一) 色素提取方法: 聚酰胺法⁽¹⁾,不适用于赤藓红的测定。用甲醇、甲酸洗除天然色素时,赤藓红被洗脱33%~43%,造成严重损失。液液分配法适用于包括赤藓红在内的七种合成色素,赤藓红的回收率99.4%。结果见表1。

表1 色素提取方法比较

提取方法	赤藓红含量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	损失率(%)
聚酰胺法 ⁽¹⁾	0.40	0.268	67.0	33.0
	0.40	0.228	57.0	43.0
	2.50	1.425	57.0	43.0
液液分配法 ⁽²⁾	0.40	0.398	99.5	0.5

聚酰胺法⁽¹⁾操作简单,不含赤藓红的样品可采用。否则应采用液液分配法。

(二) 流动相的选择: 以甲醇为亲和剂,分别以0.02mol/L 乙酸铵溶液和离子对(PIC-A)为稀释剂,经多次反复试验,用梯度洗脱,上述二种流动相均能将七种合成色素分离。本试验采用甲醇和0.02mol/L 乙酸铵溶液,分析时间短,又不使用进口离子对(PIC-A)试剂。结果见图1。

(三) 测定波长的选择: 用七种色素溶

液(均为0.1mg/ml),分别测定波长254nm和500nm的峰面积。结果见表2。

测定波长254nm较灵敏,但某些样品(如配制酒)杂质吸收峰较多。波长500nm时,除二种兰色素外,对其他五种色素的测定值影响很小,且杂质吸收峰少。可根据不同样品选择测定波长。

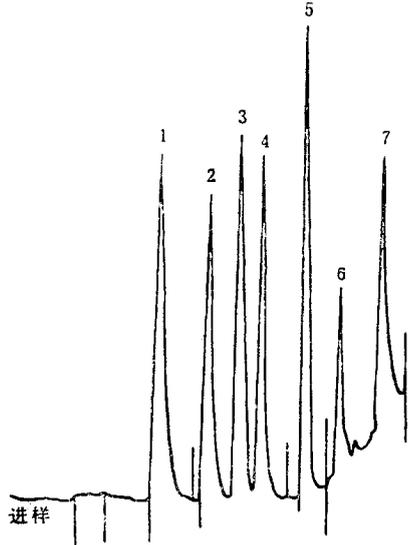


图1 七种色素分离图

- 1. 柠檬黄; 2. 苋菜红; 3. 靛兰; 4. 胭脂红;
- 5. 日落黄; 6. 亮兰; 7. 赤藓红。

表2 测定波长对测定值的影响

色素名称	峰面积		峰面积比(500nm/254nm)
	254nm	500nm	
日落黄	2.29 \times 10 ⁷	2.58 \times 10 ⁷	1.13
赤藓红	5.90 \times 10 ⁷	5.82 \times 10 ⁷	0.99
柠檬黄	3.30 \times 10 ⁷	3.19 \times 10 ⁷	0.97
胭脂红	5.53 \times 10 ⁷	5.29 \times 10 ⁷	0.96
苋菜红	3.29 \times 10 ⁷	2.84 \times 10 ⁷	0.86
亮兰	3.10 \times 10 ⁷	1.13 \times 10 ⁷	0.36
靛兰	3.66 \times 10 ⁷	1.26 \times 10 ⁷	0.34

(四) 被测溶液的pH值对R_t的影响: 取0.1mg/ml 柠檬黄标准溶液六份,分别用稀乙酸或稀氨水调pH2~8,以色素蒸馏水溶液对照,分别注入高效液相色谱仪中,观察其影响。结果pH2~8范围内对R_t无明显影响。pH<2或>8对色谱柱有侵蚀作用。被测溶液应调至中性,可得到重现性良好的R_t值,并可延长色谱柱使用寿命。

(五) 方法准确度: 在汽水、樱桃酒、巧克力豆中添加柠檬黄等色素 0.02~0.1g/kg, 依本法测定, 回收率为 90%~116.6%, 平均回收率101.4%。

(六) 方法精密度: 分别取巧克力豆, 汽水, 樱桃酒、薄荷酒和橙油各 5 份, 测得相对标准差0.83%—9.6%, 平均3.6%。

(七) 方法对比: 取巧克力豆等五种样品, 各种样品用标准检验方法(1)和高效液相色谱法分别测定。经统计处理, 结果无显著差别, $t < t_{0.05}$ 。

参 考 文 献

(1) 中华人民共和国卫生部, 食品卫生检验方法理化部分, 中国标准出版社, 北京, P.127.1986.

(2) 伊藤誉志男等, 分析化学(日), 32(1), 47 (1983).

(收稿日期: 1987年3月5日)

Determination of Synthetic Colours in Food by High Performance Liquid Chromatography *Li Mingyan, Hu Yuying and Shao Bianxia, Tianjin Food Hygiene Inspection Service*

The separation and the determination of seven synthetic colours in food were realized by HPLC on a RADIAL PAK μ BONDA PAK C₁₈ 10 μ m 8mm \times 10cm reversed-phase column using methyl alcohol and 0.02mol/L ammonium acetate as mobile phase in gradient elution and UV detector at 254nm. The procedures of extracting synthetic colours, the selection of the mobile phase and the wavelength used for the determination were investigated. The recoveries were 90%~116.6% and the CV was 3.6%. The results from this method were in agreement with those from the standard method.

⁷⁵Se-蛋氨酸的薄层色谱和纸色谱行为

党淑琴 李庆恕

(中国原子能研究院同位素所, 北京)

L型 ⁷⁵Se-蛋氨酸或 DL 型 ⁷⁵Se-蛋氨酸的无菌溶液, 用于肝、胰和甲状旁腺的扫描, 进行其病变包括肿瘤的诊断, 还可以用来测定动物或人体中蛋白质的转化。 ⁷⁵Se-蛋氨酸中的主要放化杂质是亚硒酸、碲和亚碲(1, 2, 3)。本工作利用国产滤纸型硅胶薄层片(G)和WhatmanNO.1 色层纸(上行、下行以及小型)对 ⁷⁵Se-蛋氨酸、亚硒酸、亚碲和碲的薄层色谱和纸色谱行为进行了观察, 以期寻找快速、理想的分离方法。

实 验 部 分

(一) 仪器

EA-120A型放射色谱扫描仪, γ 探头。

(二) 材料

滤纸型硅胶薄层片(G), 15 \times 4cm, 浙江黄岩分析材料厂。

Whatman No.1 色层纸, 12 \times 1cm,

25 \times 4cm, 医用X光胶片, 天津感光胶片厂。

(三) 展开容器

玻璃方缸, 20 \times 20 \times 10cm, 薄层展开用园柱型玻璃展开缸, $\phi = 12$ cm, $h = 30$ cm, 纸色谱上行用。

玻璃方缸, 30 \times 25 \times 20cm, 下行展开架(不锈钢, 自制)。

小型纸色谱展开管, $\phi = 1.5$ cm, $h = 13$ cm。

(四) 试剂

均为A.R.级, 溶液用去离子水(10^{-6} Q⁻¹)配制。

1. DL-蛋氨酸溶液(~ 0.01 mol/L), 亚硒酸钠溶液(0.008mol/L)

2. DL-⁷⁵Se-蛋氨酸溶液($\sim 1\mu$ ci/1 μ l), ⁷⁵Se-亚硒酸钠溶液($\sim 1\mu$ ci/1 μ l), 由本所同位素车间提供。