

HPLC方法分析食品中酚类抗氧化剂

食品中的某些成分如果暴露在空气中，则生成各种氧化物，造成品质劣化。因此，各种抗氧化剂用作食品添加剂。本文介绍用于油脂制食品中的酚类抗氧化剂的HPLC分析法。

在日本，作为食品添加剂使用的酚类氧化防止剂有BHT（二丁基羟基甲苯），BHA

（丁基羟基茴香醚），NDGA（去甲二氢化愈创木酸），PG（没食子酸丙酯）等4种，被容许用于黄油、海鲜冷冻品、海鲜干制品等食品中。

本文介绍在上述4种成分及其他国家使用的5种酚类抗氧化剂的共9种成分的样品分析例。

■ 使用梯度洗脱法的9种成分同时分析

图1（左）表示对酚类抗氧化剂9成分使用梯度洗脱法进行同时分析（UV检测）的例子。将各成分25mg/L（甲醇溶液）的样品10 μ L进样。图1（右）为同一条件的荧光检测结果。TBHQ, NDGA, OG, PG, DG, BHA这6种成分与UV检测相比，灵敏度和选择性增高。另外，对于TBHQ, NDGA, BHA的3种成分，通过将荧光波长变更为短波长，可进一步提高灵敏度。

表 1 分析条件

色谱柱	Shim-pack FC-ODS(4.6mmI.D. \times 75mmL.)
流动相	A : 5%醋酸水溶液 B : 甲醇/乙腈=1/1(v/v) B(40%) \rightarrow B(80%)/15min线性梯度
流速	1.0mL/min
柱温	40 $^{\circ}$ C
检测器	SPD-10Avp at 280nm RF-10AXL Ex at 275nm, Em at 365nm

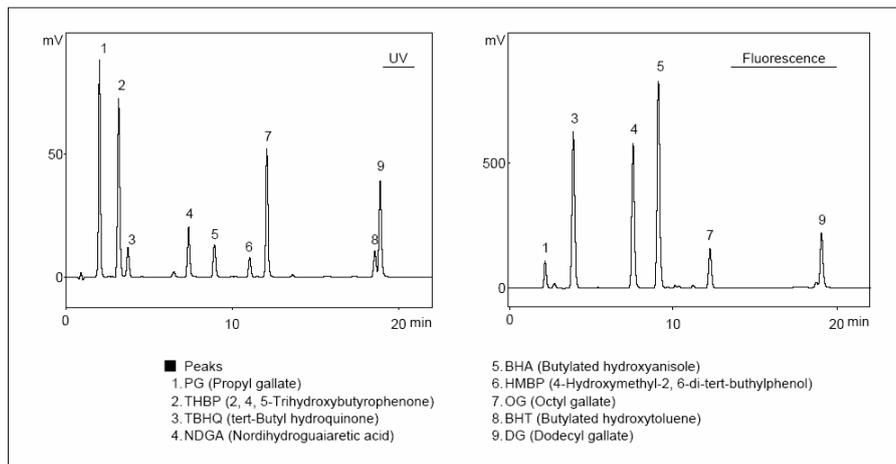


图1 标准品9成分的梯度洗脱法色谱图（各25mg/L，10 μ L进样）
（左）SPD-10Avp at 280nm，（右）RF-10AXL Ex at 275nm, Em at 365nm

■ 黄油的分析

图3表示将黄油按照图2所示的方法进行前处理后分析的例子。分析条件同表1（UV 280nm检测）。下图为黄油样品的分

析结果，上图为在前处理阶段向黄油中添加浓度为20mg/L的9种酚类抗氧化剂标准品时的分析结果。

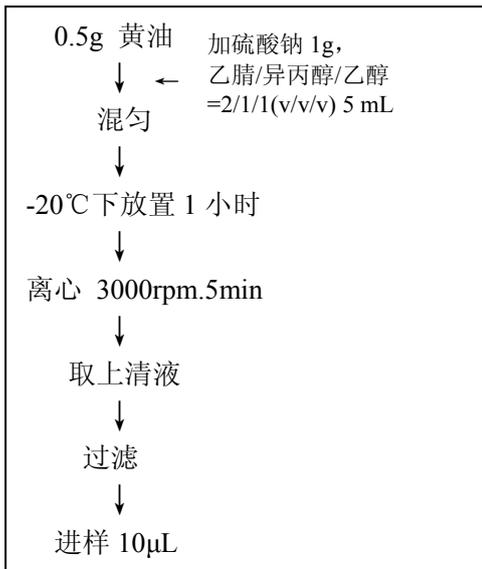


图2 黄油样品的前处理

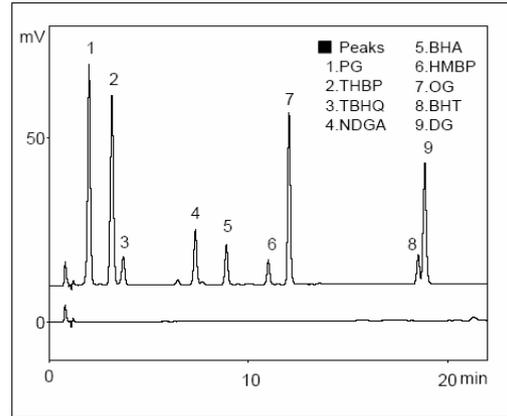


图3 黄油的分析

(上) 样品 :添加20mg/L

(下) 样品

■ 使用等度洗脱法的5种成分分析

图4表示使用等度洗脱法进行的成分的分析例。

左为使用UV检测器、右为使用荧光检测器测定的色谱图。分析条件表示在表2，各成分25mg/L（甲醇溶液）的样品10μL进样。通过增加有机溶剂浓度，也可分析HMBP，OG，BHT，DG。适于特定成分的常规分析。

表 2 分析条件

色谱柱	Shim-pack FC-ODS(4.6mmI.D. ×75mmL.)
流动相	5%醋酸水溶液/甲醇/乙腈=6/2/2(v/v/v)
流速	1.0mL/min
柱温	40°C
检测器	SPD-10Avp, 280nm RF-10AXL Ex, 275nm, Em, 365nm

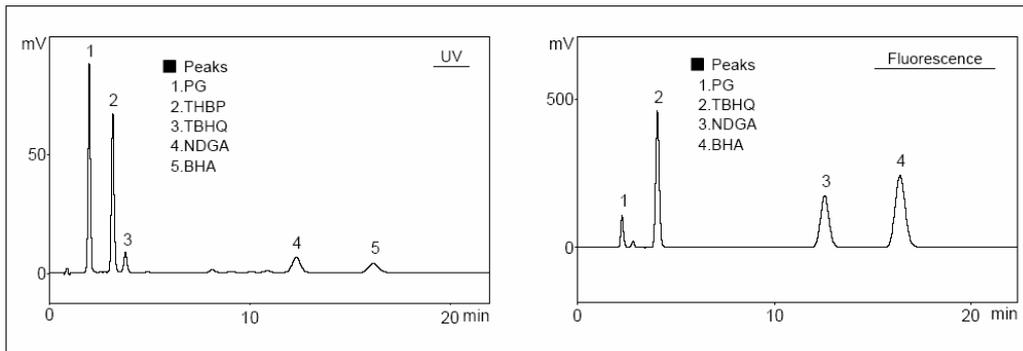


图4 标准品5种成分的等度洗脱法色谱图

(左) SPD-10Avp, 280nm, (右) RF-10AXL Ex, 275nm, Em, 365nm

注：数据出自日本CSC