

高效液相色谱法测定饲料中的没食子酸丙酯^①

龚雪云^② 张磊 李华岑^a

(河南理工大学物理化学学院 河南省焦作市世纪大道 2001 号 454000)

^a(河南省兽药监察所 郑州市经三路 91 号 450008)

摘 要 建立了饲料中抗氧化剂没食子酸丙酯的高效液相测定方法, 优化了实验条件: 流动相采用甲醇-0.2% 乙酸(60:40), 检测波长为 275.2nm, 柱温为 30℃。结果表明, 在 0.5—100μg/mL 范围内, 没食子酸丙酯浓度与峰面积呈良好的线性关系, 相对标准偏差(RSD)为 0.11%, 回收率在 90.1%—101.3% 之间。方法简便、准确、重复性好。

关键词 没食子酸丙酯; 饲料; 高效液相色谱法

中图分类号: R 155.5; O 657.7+2

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)04-1969-03

1 引言

没食子酸丙酯(Propyl gallate), 简称 PG, 是一种食品和饲料抗氧化剂, 白色至淡褐色的结晶性粉末或乳白色针状结晶, 无臭, 稍有苦味, 水溶液无味。易溶于醇和醚, 微溶于水。2008 年农业部公布的《饲料添加剂品种目录(2008)》(公告第 1126 号)中没食子酸丙酯列入抗氧化剂类, 适用范围为养殖动物。常用的 PG 检测方法有分光光度法^[1]、薄层色谱法^[2]及比色法^[2]等。本文参考进口化妆品中没食子酸丙酯测定方法^[3], 建立了高效液相色谱法测定饲料中没食子酸丙酯的方法, 用于饲料样品的测定, 结果满意。

2 实验部分

2.1 试剂与仪器

2.1.1 试剂

没食子酸丙酯(南京龙源天然多酚合成厂, 含量大于 99.5%); 甲醇(色谱纯); 其他试剂为分析纯。实验用水为高纯水。

2.1.2 主要仪器

Agilent 1200L 高效液相色谱仪(带紫外检测器, 美国 Agilent 公司); Venusil XBP C₁₈柱(美国 Agilent 公司, 4.6mm×150mm, 5.0μm); lamda 35 型紫外光谱仪(美国 PE 公司); THZ-82 型振荡器(常州国华电器有限公司); SIGMA 3-30K 型高速台式冷冻离心机。

① 河南省科技攻关项目(0496430006)

② 联系人, 电话: (0391) 3987877; E-mail: gxy@hpu.edu.cn

作者简介: 龚雪云(1978—), 女(回族), 河南省南阳市人, 助理研究员, 硕士, 主要从事微量元素及食品药品质量控制研究工作。

收稿日期: 2010-12-28; 接受日期: 2011-02-25

2.2 实验方法

2.2.1 色谱条件

Venusil XBP 色谱柱 C₁₈柱; 流动相为甲醇-0.2% 乙酸(60 : 40); 流速为 1.0mL/min; 进样体积为 10μL; 检测波长为 275.2nm; 柱温 30℃。

2.2.2 检测波长的确定

取没食子酸丙酯约 100mg, 置于一小烧杯内, 加流动相适量使溶解, 转移至 100mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 准确量取 1mL 溶液, 置 100mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀; 扫描吸收光谱, 结果见图 1。由图 1 可知, 没食子酸丙酯的吸收曲线在 218.8nm 和 275.2nm 有最大吸收值, 由于 218.8nm 处波长较短、干扰因素较多, 本实验选择 275.2nm 作为检测波长, 以提高其选择性。

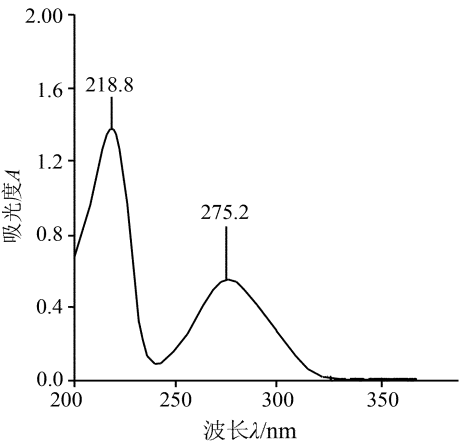


图 1 吸收光谱

2.2.3 标准储备液的配制

准确称取没食子酸丙酯 100.0mg, 置于一小烧杯内, 加流动相适量使溶解, 转移至 100mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。此标准储备液浓度为 1mg/mL。根据需要用流动相稀释成适宜浓度的标准工作溶液。

2.2.4 试样溶液的制备

准确称取试样 1.0g, 置于一小烧杯内, 加流动相适量使溶解, 转移至 50mL 容量瓶中, 加流动相 25mL, 置振荡器上振荡 20min, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 取部分溶液放入 50mL 离心管中以 10000r/min 离心 10min, 取上层清液作为待测溶液。

3 结果与讨论

3.1 校准曲线绘制

取 2.2.3 节中的标准储备液, 分别加流动相稀释成 0.5、1、5、10、50、100μg/mL 的溶液, 按 2.2.1 节中色谱条件进行测定, 以峰面积的积分值对没食子酸丙酯浓度进行回归。结果表明, 没食子酸丙酯线性范围为 0.5—100μg/mL, 线性回归方程为 $A = 27.717C - 4.3135$, 相关系数为 0.9999。线性关系图见图 2。

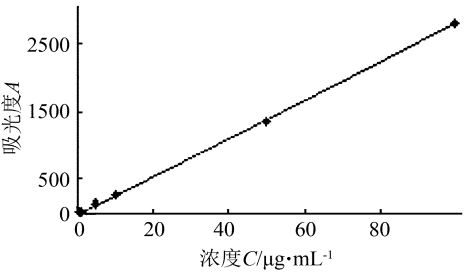


图 2 线性关系图

3.2 精密度测定

取 10μg/mL 的标准溶液, 按选定的实验条件连续测试 6 次, 结果表明, 相对标准偏差(RSD) 为 0.11%。

3.3 加标回收率测定

准确称取不含没食子酸丙酯的饲料样品 1.0g, 置于一小烧杯内, 加流动相适量使溶解, 转移至 50mL 容量瓶中, 分别加 100、1000μg/mL 的标准溶液 5mL, 按照 2.2.4 方法制备样品溶液。按

2. 2. 1中选定的色谱条件测定, 记录峰面积并计算回收率, 结果见表 1。添加量为 500 μg 和 5000 μg (供试品溶液浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 时, 回收率范围在 90. 1% —101. 3% 之间。

表 1 加标回收率 (n= 3)

添加量(μg)	回收量(μg)	回收率(%)
500	487	97. 4
	484	96. 8
	475	95. 0
	4507	90. 1
5000	5066	101. 3
	4912	98. 2

3. 4 样品测定

用本法对河南省饲料生产企业配合饲料和浓缩饲料各 10 份进行了没食子酸丙酯含量的测定, 在流动相为甲醇-0. 2% 乙酸(60 : 40) 时, 3 份配合饲料和 6 份浓缩饲料未检出没食子酸丙酯; 其余样品在没食子酸丙酯色谱峰附近有色谱峰, 调整流动相为甲醇-0. 2% 乙酸(50 : 50) , 在试样溶液中加入适量标准品溶液进行试验, 没食子酸丙酯和样品中的干扰物质均较好分离。说明供试饲料样品中均不含没食子酸丙酯, 但是由于部分供试饲料中存在干扰物质, 在进行实际样品测定时, 需要适当调整流动相比比例以使没食子酸丙酯和干扰物质分离。

4 结论

本文建立了高效液相色谱法测定饲料中没食子酸丙酯含量的方法, 为更好控制饲料产品质量提供了一定参考。

参考文献

[1] 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准. 进出口化妆品中没食子酸丙酯的测定-液相色谱法[S] . SN/ T 1785-2006. 北京: 中国标准出版社, 2006. 1—6.

[2] 殷日昌, 寇相波, 刘国全. 食用油中 PG 的测定[J] . 中国油脂, 2000, 25(2) : 58—59.

[3] 中国食品添加剂生产应用工业协会. 食品添加剂分析检验手册[M] . 北京: 中国轻工业出版社, 1999. 47—48.

Determination of Propyl Gallate in Animal Feed
by High Performance Liquid Chromatography

GONG Xue-Yun ZHANG Lei LI Hua-Cen^a

(College of Physical Chemistry, Henan Polytechnic University, Jiaozuo, Henan 454000, P. R. China)
(^aHenan Provincial Supervisory Institute of Veterinary Drug, Zhengzhou 450008, P. R. China)

Abstract A method for determination of propyl gallate in animal feed by high performance liquid chromatography was described. The test condition was optimized. The mobile phase was methyl alcohol-0. 2% acetic acid(60 : 40) . The detection wavelength was 275. 2nm. The column temperature was 30℃. The concentration and peak area presented a good linear relationship in the range of 0. 5—100 $\mu\text{g}/\text{mL}$. The relative standard deviation (RSD) was 0. 11%, and the recovery was between 90. 1% and 101. 3%. The method is simple, accurate with good repeatability.

Key words Propyl Gallate Animal Feed, High Performance Liquid Chromatography

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c