

GC-2010 分析维生素E及其在食品工业中质量控制的应用

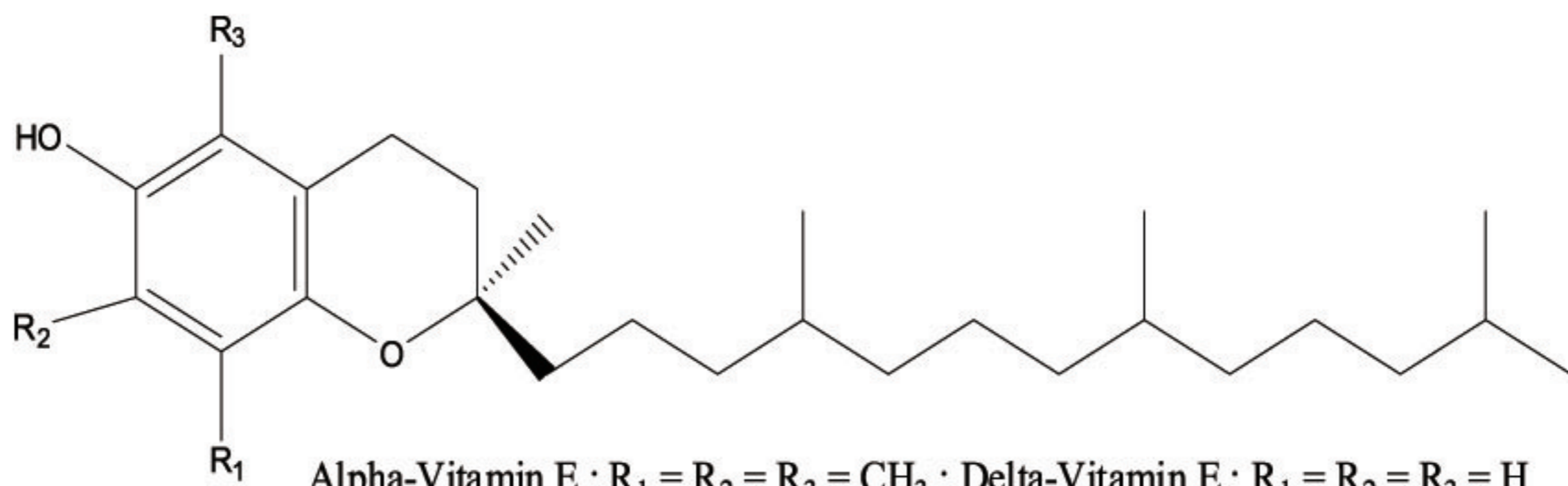
No.GC-018

摘要：食品工业中维生素E常被用作抗氧化剂而添加，快速准确的对维生素E进行分析和定量是目前对产品进行质量控制（QC）的重要途径。本文中按照中国国标规定的方法，使用内标法对某样品中的维生素E进行分析和定量，验证了岛津GC-2010在应对食品工业中QC的适应性，其所得数据RSD%都小于0.5%，表现出优良的稳定性和重现性。

关键词：维生素E， α -， β -， γ -， δ - Vitamin E, Tocopherol, Quality Control质量控制，食品工业。

维生素E（Vitamin E）是人体必需维生素之一，在食品工业中，维生素E不仅作为主要成分，而且也常被作为抗氧化剂而添加。维生素E因其主要生理活性表现在生殖相关方面，故维生素E又被称作“生育酚（Tocopherol）”，其又可被分离成 α （Alpha）-维生素E， β （Beta）-维生素E， γ （Gamma）-维生素E和 δ （Delta）-维生素E。

在我国食品工业中，对于维生素E的QC方法依据国家标准：《国标GB19191-2003 食品添加剂 天然维生素E（Food additive - Natural Vitamin E）》，采用内标法执行。本文中使用岛津GC-2010通过分析和测定某食品工业中 α -维生素E的相对含量和总维生素E含量评估仪器在QC中的应用。



Alpha-Vitamin E : $R_1 = R_2 = R_3 = \text{CH}_3$; Delta-Vitamin E : $R_1 = R_2 = R_3 = \text{H}$

Beta-Vitamin E : $R_1 = R_3 = \text{CH}_3$, $R_2 = \text{H}$

Gamma-Vitamin E : $R_1 = R_2 = \text{CH}_3$, $R_3 = \text{H}$

实验部分

1、分析方法

仪器：Shimadzu GC-2010

色谱柱：Rtx-1, 30m×0.25mm×0.25 μ m

进样方式：分流进样

分流比：50: 1

进样量：1 μ L

柱温：265℃

进样口温度：300℃

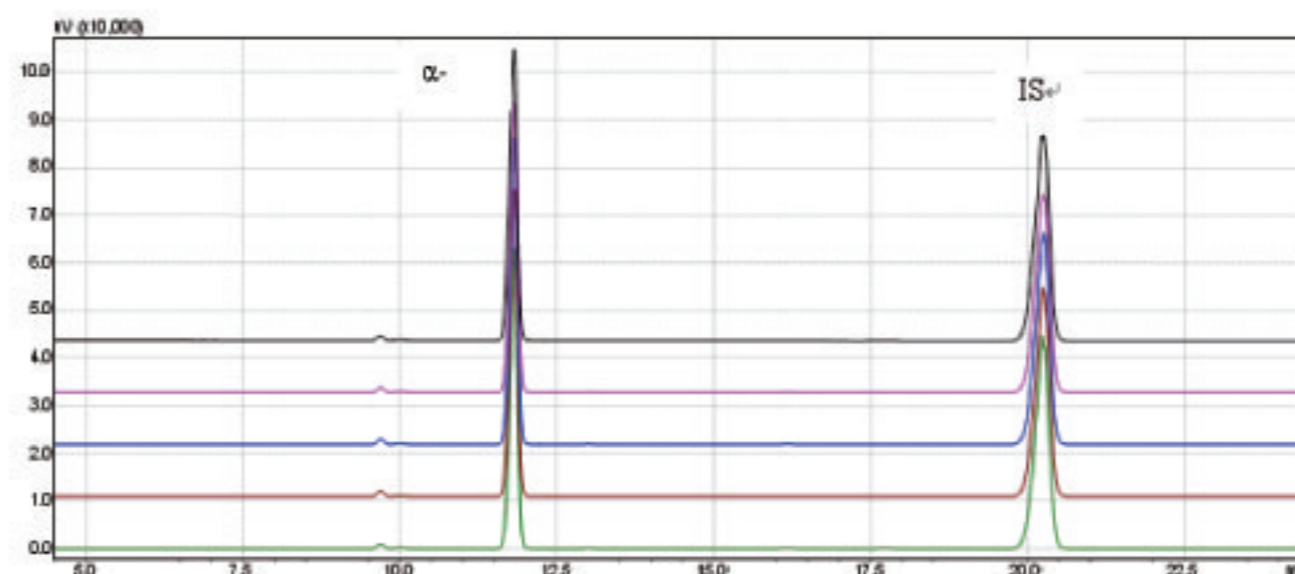
柱流量：1.38 mL/min

FID 检测器温度：320℃

实验结果

1、IRF (f) 内标校正因子的求取:

精密称取102.40mg内标物十六酸十六醇脂，用正己烷定容至50.00mL，取上述溶液将99.1%的 α -维生素E15.20mg定容至10.00mL，取1 μ L进样，平行测定5次后叠加谱图如图:



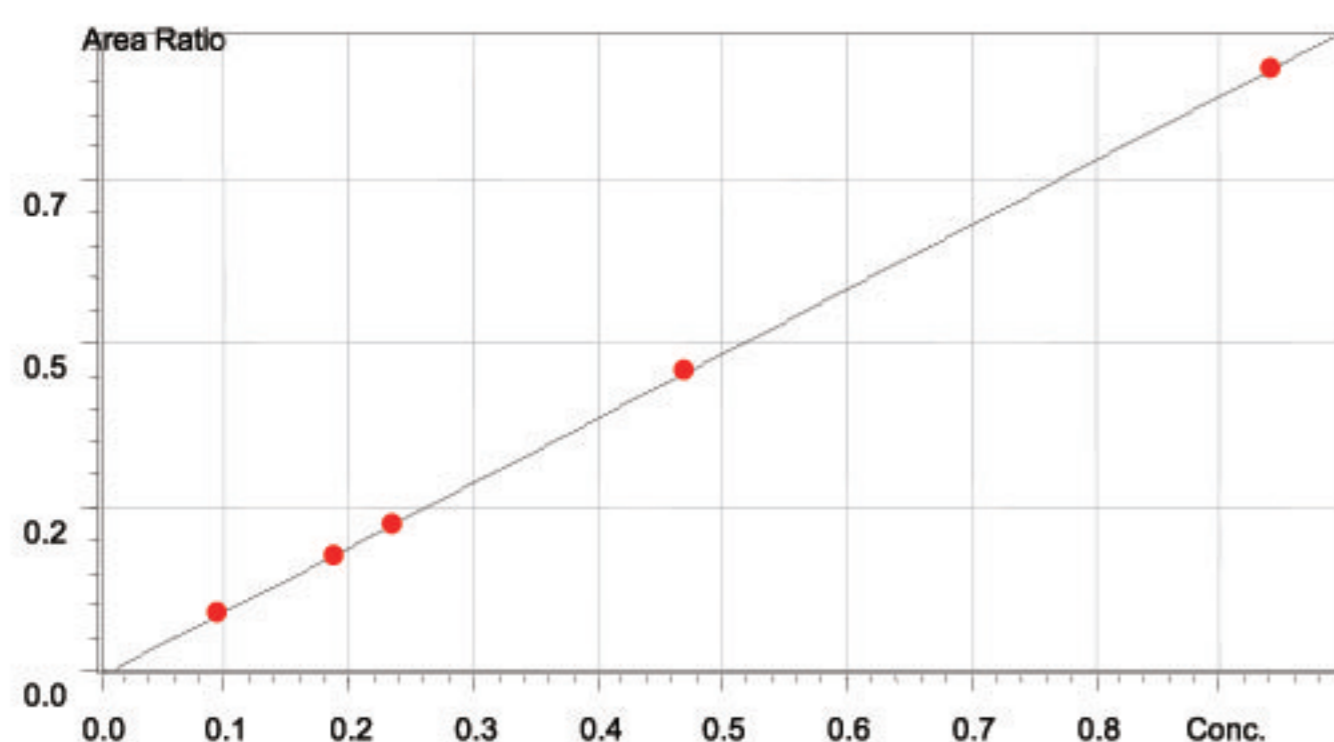
经过5次平行测定 α -维生素E和内标物的峰面积值及校正因子f的计算:

样品名	α -维生素 E 峰面积 A_{ref}	α -维生素 E 浓度 $[C]_{ref}$ mg/mL	IS 峰面积 A_{IS}	内标浓度 $[C]_{IS}$ mg/mL	校正因子 f
REFis-1	549088.40	1.52	704663.70	2.048	0.9525
REFis-2	541052.20	1.52	698398.10	2.048	0.9580
REFis-3	551550.80	1.52	712994.00	2.048	0.9594
REFis-4	548543.10	1.52	707570.30	2.048	0.9574
REFis-5	548682.40	1.52	708900.70	2.048	0.9589
平均值	547783.38	1.52	706505.36	2.048	0.9572
标准偏差 SD	3538.10		4859.91		0.0025
相对标准偏差 RSD%	0.65		0.69		0.2599

$$\text{校正因子: } f = \frac{A_{IS} \cdot C_{ref}}{A_{ref} \cdot C_{IS}} = 0.9572$$

2、标准曲线和最低检出限:

配置浓度为754 μ g/mL, 377 μ g/mL, 188.5 μ g/mL, 150.8 μ g/mL和75.4 μ g/mL α -维生素E标准溶液，加入等量内标，经测定后绘制标准曲线如下:



$$Y = aX + b;$$

$$a = 0.9831064; b = -6.656129e-003$$

$$R^2 = 0.9999308; R = 0.9999654$$

经GCsolution对数据处理后，测得最低检出限浓度为：2.8364 μ g/mL。

3、样品中 α -维生素E相对含量及总维生素E (α -维生素E, β/γ -维生素E和 δ -维生素E) 的含量计算:

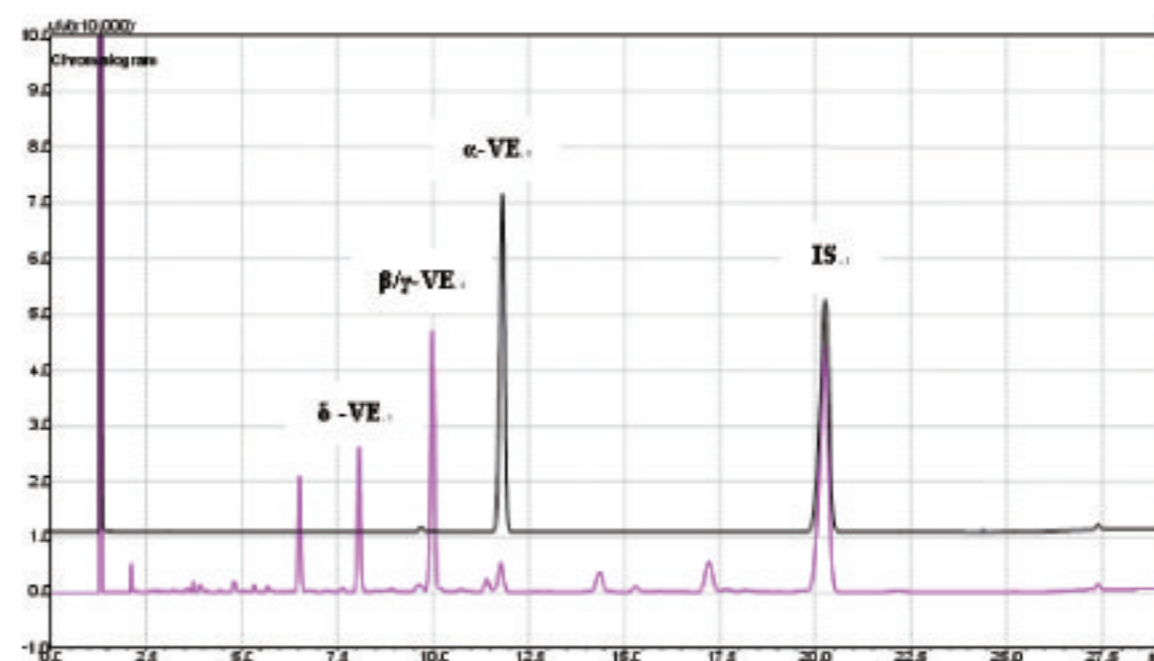
精密称取样品34.60mg用上述内标溶液定容至10.00mL，取1 μ L进样，得到谱图与内标谱图叠加后如图:

α -维生素E相对含量:

$$X_a\% = \frac{A_a}{A_T} \times 100\%$$

A_a : α -维生素E峰面积

A_T : 总维生素E峰面积



总维生素E含量:

$$X_T\% = \frac{A_T \cdot C_{IS}}{A_{IS} \cdot C_i} \cdot f \cdot X_{ref} \cdot 100\%$$

X_T : 总维生素E含量

A_T : 总维生素E峰面积

A_{IS} : 内标物峰面积

C_{IS} : 内标物浓度, 此处为2.048 mg/mL

C_i : 待测样品浓度, 此处样品为3.46 mg/mL

X_{ref} : 对照品纯度, 此处为99.1%

f : 校正因子, 此处为0.9572

样品名	峰面积 A_i	校正因子 f	总维生素 E 峰面积 A_T	α -维生素 E 相对 含量 $X_a\%$	α -维生素 E 浓 度 $[C](\text{mg}/\text{ml})$	样品浓 度 $[C](\text{mg}/\text{mL})$	总维生素 E 含量 $X_T\%$
S1	δ -维生素 E	149522	535271	8.9231	0.1319	3.47	42.2381
	β/γ -维生素 E	337986					
	α -维生素 E	47763					
	IS	709490					
S2	δ -维生素 E	149839	535249	8.9026	0.1313	3.47	42.1260
	β/γ -维生素 E	337759					
	α -维生素 E	47651					
	IS	711348					
S3	δ -维生素 E	150076	536688	8.8554	0.1320	3.47	42.5649
	β/γ -维生素 E	339086					
	α -维生素 E	47526					
	IS	705906					
S4	δ -维生素 E	149413	535267	8.9213	0.1316	3.47	42.1375
	β/γ -维生素 E	338101					
	α -维生素 E	47753					
	IS	711179					
S5	δ -维生素 E	150076	536360	8.8862	0.1312	3.47	42.1598
	β/γ -维生素 E	338622					
	α -维生素 E	47662					
	IS	712253					
平均值			535767	8.8977	0.1316		42.2453
标准偏差 SD			626.7743	0.0251	0.0003		0.1645
相对标准偏差 RSD%			0.1170	0.2821	0.2495		0.3895

结论

通过实验和数据处理, 样品中 α -维生素E相对含量为8.8977%, 总维生素E含量为42.2453%, 数据相对误差RSD%都小于0.5%, 证明分析仪器的稳定性强, 重现性好, 适宜维生素E的QC分析工作。与此同时, 在QC工作中, 只要对校正因子 f 的变化进行检测, 即可判断系统是否稳定。校正因子 f 的波动较大, 必然是由于仪器重现性不良造成的。