

食用植物油中掺杂蓖麻油、桐油的薄层色谱检出法

姬纯源 刘丹

(陕西省粮油料研所)

摘 要

本文介绍了薄层色谱法的原理、装置和测定方法,在检测食用植物油掺杂时具有定性、定量的优点。

蓖麻油是一种不干性油,主要成分为蓖麻酸的甘油酯。冷榨油精制后可做泻药,但热榨或浸出油则含有毒质。当人误食掺有蓖麻油的食用油时,轻则引起腹泻,重则引起中毒。而桐油是一种干性油,主要成分是桐油酸的甘油酯。因含有毒质(桐油酸),不能食用。

对于掺杂蓖麻油的检出,国内外常用的检出方法有浊度法、氢氧化钾熔融法和薄层色谱法^[1]等几种。对于掺杂桐油的检出,以往一直沿用三氯化锑—三氯甲烷界面法、凝固试验、亚硝酸钠法和亚硫酸法等直观方法,但由直观看并不很可靠,且无法定量。

本法为薄层色谱法,与现行各种检出方法不同,具有简捷、灵敏、可靠、重复性好等特点。可以定性,亦可目测定量。最低检出量蓖麻油定为5微克(最低1微克目测可辨),桐油定为5微克(最低2微克目测可辨)。分别可从食用油中检出0.05%以下含量的掺杂蓖麻油和0.5%以下含量的掺杂桐油。

一 原理

把经不同预处理的被检物点加到薄层板上,用不同的溶剂系统展开而与杂质点分离,然后置入碘室,由于受碘蒸气的吸附作用^[2],掺杂油点显色。根据色点的比移值,即可定性,并对照标准点色斑目测定量。

二 装置与试剂

(一) 装置

器具:15毫升具塞刻度试管,1毫升和10毫升移液管,10毫升和100毫升容量瓶、玻璃喷雾器,10微升微量注射器,孔径18毫米铝制华氏试管架,1%托盘扭力天平,130×100×200毫米带盖标本缸(做层析缸用),薄层涂布器具,150×100毫米玻璃板,大号干燥器,滴管、量筒等。

碘室:电砂浴一台,内铺40毫米厚细砂,埋放—200×100×200毫米标本缸(带磨砂盖),缸内放一小皿盛少许碘粒,盖严缸盖。电砂浴加热温度不超过100℃。因碘有毒性和腐蚀性,所

以碘室最好安放在通风橱内,也可安放在靠窗通风的地方。

(二) 试剂

1、无水乙醇、正己烷、乙醚、环己烷、丙酮、可溶性淀粉,均为分析纯试剂,碘(化学纯),硅胶G(青岛海洋化工厂,10—40 μ)。

2、薄层展开剂:正己烷—乙醚(1+1, V/V)(蓖麻油掺杂检出用);正己烷—丙酮(10+1, V/V)(桐油掺杂检出用)。均临用时配制。

3、溶液配制:2%可溶性淀粉溶液(用50%乙醇溶液配制),装入玻璃喷雾器内,使用时摇匀。

(三) 标准样品的配制

1、1%(W/V)蓖麻油标准样品:在100毫升容量瓶中准确称取1克纯净蓖麻油,加入无水乙醇溶解并加至刻度,摇匀。

2、0.1%(W/V)蓖麻油标准样品:用10毫升移液管取1%蓖麻油标准样液10毫升移入100毫升容量瓶中,加入无水乙醇至刻度,摇匀。

3、食用植物油标准样品:称取受掺杂的纯净食用油(菜油、棉子油、大豆油、花生油等)1克于15毫升试管中,用1毫升刻度吸管加入1毫升无水乙醇,盖紧摇振数十下后静置,待分层后用吸管吸取上层无水乙醇清液放入另一洁净试管内备用。

4、1%(W/V)桐油标准样品:在100毫升容量瓶中准确称取1克纯净桐油,加环己烷溶解并加至刻度。

5、0.1%(W/V)桐油标准样品:用10毫升移液管,取1%桐油标准样品10毫升移入100毫升容量瓶中,加入环己烷至刻度,摇匀。

6、食用植物油标准样品:在10毫升容量瓶或15毫升具塞刻度试管中,准确称取受掺杂的该种纯净食用油(如菜油、棉子油、大豆油、花生油等)1克,先加入少量环己烷溶解,再加入环己烷至10毫升刻度,盖紧摇匀。

以上标准样品,平时储藏于冰箱内。

(四) 薄层板的制备

称取硅胶G4.5克,加入三倍的水,研匀,可推成厚度适中的薄层板(150×100毫米)两块。在空气中稍干后,置于烘箱105—110℃烘1小时活化,取出储藏于干燥器中备用。

三、测定方法

(一) 蓖麻油掺杂的测定方法

在15毫升具塞刻度试管中,准确称取可疑掺杂食用油样1克,用1毫升移液管加入1毫升无水乙醇,盖紧摇动数十下,静置。然后用吸管吸取上层无水乙醇清液装入一洁净试管,备用。

分别用微量注射器吸取已制备好的被测油样的无水乙醇样品溶液5微升和10微升。蓖麻油标准样品和食用植物油标准样品,点加于同一块薄层板上。点加形式如图1所示,应控制

样液点直径不超过5毫米。各样品点加后,薄层板竖直放入层析缸中,用正己烷—乙醚(1+1, V/V)展开12厘米,取出挥干。同时,将电砂浴加热至80—100℃,待碘升华充满碘室后,把薄层板迅速放入,盖上盖子,待一、二分钟显色后取出,让碘稍挥发,即可观察薄层板(见图1)。各种油点根据含量不同显深褐色至淡黄褐色。与蓖麻油标准样品点 R_f 值(有上下两个点,主要参照下点, R_f 分别约为0.50和0.30)相同的未知点可以定性为食用植物油中掺有蓖麻油。点加1%蓖麻油标准样品和食用植物油标准样品主要供定性参照用。

(二) 桐油掺杂的测定方法

在15毫升具塞刻度试管中,准确称取可疑掺杂食用油样品1克,先加入少量环己烷溶解并摇匀,再加至10毫升刻度(接近刻度时用滴管细心滴入),盖紧,摇匀。

点加样品用微量注射器。各种样品溶液点加形式如图2所示,应控制样品直径不超过5毫米。样品点加后,薄层板竖直放入层析缸中,用正己烷—丙酮(10+1, V/V)展12厘米,取出挥干。然后将薄层板迅速放入前述碘室中,盖好盖子,待一、二分钟显色后取出,让碘稍挥发,即可观察薄层板(见图2)。各种油点根据含量不同而显深褐色至淡黄褐色。与桐油标准点 R_f 值($R_f \approx 0.50$)相同的未知点可定性为食用植物油中掺有桐油。点加1%桐油标准样品和食用植物油标准样品,主要供定性参照用。

(三) 定量测定

根据掺杂食用油样品点的色斑大小、颜色深浅,与蓖麻油或桐油标准样品点进行比较,即可大致定量。为准确起见,可以调整掺杂食用油样品点加微升数,直到与标准样品点色斑相近。例如,点加5微升掺杂用油样品的点与点加5微升0.1%蓖麻油或桐油标准样品的点色斑相当,则食用油中约掺有蓖麻油1克/公斤或桐油10克/公斤;若点加10微升掺杂食用油样品的点与点加5微升0.1%蓖麻油标准样品的点相当,则食用油中约掺有蓖麻油0.5克/公斤或桐油5克/公斤。总之,通过增减掺杂食用油样品的注射量或者稀释掺杂食用油样品溶液的方法,可以大致定量检出食用植物油中蓖麻油或桐油的掺杂量。

掺杂食用植物油样品中的蓖麻油或桐油含量,按下式计算:

• 30 •

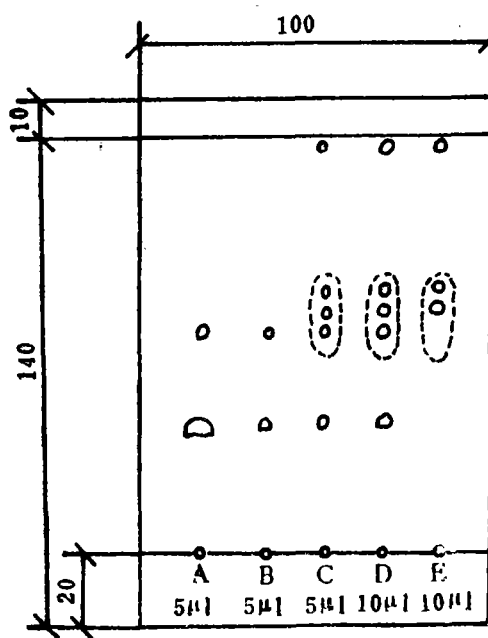


图1 蓖麻油掺杂检出展开薄层色谱图

- A. 1%蓖麻油标准样品
- B. 0.1%蓖麻油标准样品
- C. 掺杂食用油(以菜油为例)样品
- D. 掺杂食用油(以菜油为例)样品
- E. 食用植物油(以菜油为例)标准样品

$$\text{蓖麻油或桐油掺杂量 (g/kg)} = \text{最低检出量} \times \frac{D}{V} \times \frac{1000}{W}$$

- D —— 掺杂食用植物油样品 总 稀 释 倍
数, 对蓖麻油, 当 1 毫升无水乙
醇提取液不加稀释时等于 1; 对
桐油, 不再稀释处理时等于 10;
- V —— 与蓖麻油或桐油标准样品最低检
出量相当的掺杂食用植物油样品
的点加毫升数;
- W —— 掺杂食用植物油样品 重 量 (1
克);

本实验室蓖麻油最低检出量定为 5×10^{-6} 克, 即 0.1% 蓖麻油标准样品 (0.001 克/毫升) 点加 5 微升的量; 桐油最低检出量定为 5×10^{-6} 克, 即 0.1% 桐油标准样品 (0.001 克/毫升) 点加 5 微升的量。

因此在 D 不改变的情况下, 上式可分别化作:

$$\text{蓖麻油掺杂量 (g/kg)} = \frac{0.005}{V}$$

$$\text{桐油掺杂量 (g/kg)} = \frac{0.05}{V}$$

四 结 果 与 讨 论

本方法的特点是: 分析步骤简捷、灵敏、可靠、重复性好, 且可以目测定量, 较好地解决了食用植物油中蓖麻油、桐油掺杂的检出问题。所使用的溶剂展开系统, 在检出蓖麻油时, 可以明显区别出桐油 ($R_f \approx 1$)、矿物油 ($R_f \approx 1$); 在检出桐油时, 可以明显区别出蓖麻油 ($R_f \approx 0$)、矿物油 ($R_f \approx 1$)。薄层色谱各显色点不能持久, 颜色渐渐消退, 但此板可以长期保留, 只要再放入碘室即可重新显色。如果在显色后喷以 2 % 淀粉溶液, 各点变为蓝黑色, 可经久不退。

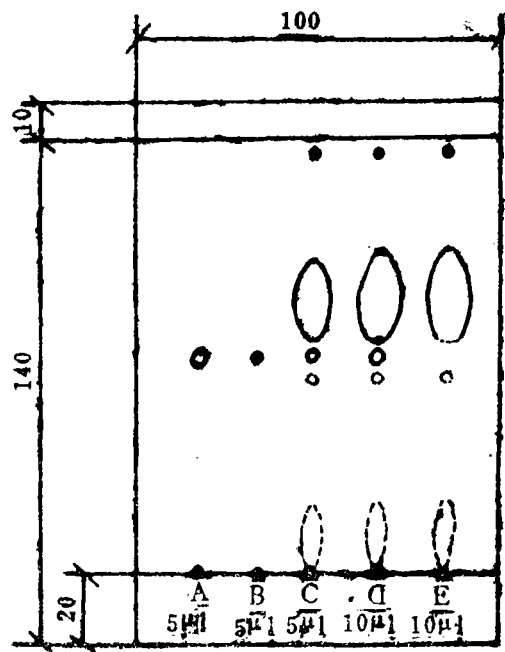


图 2 桐油掺杂检出展开薄层色谱图

- A. 1 % 桐油标准样品
B. 0.1 % 桐油标准样品
C. 掺杂食用油 (以菜油为例) 样品
D. 掺杂食用油 (以菜油为例) 样品
E. 食用植物油 (以菜油为例) 标准样品

参 考 文 献

- [1] Pratima Sen Gupta S. Sil and B. R. Roy: Detection of castor oil in other oils by thin layer chromatography. J. Inst. Chemists (India), 50, 139-140 (1978)

- [2] [法]E·莱雷德、M·莱德雷著,陶义训等译:《色层法》,中国工业出版社,1964、8
新一版,150—151页。

Detection of Castor Oil and Tung Oil
Adulterants in Edible Vegetable Oils by
Thin—Layer Chromatography

Ji Chunyuan Liu Dan

(Grain and Oil Science Research Institute of Shinxì Province)

ABSTRACT

The paper gives an account of the principle, apparatus and detecting method of thin—layer chromatography, which has qualitative and quantitative advantages in detecting the adulterants in edible vegetable oils

(收稿日期:1986—09—05)

中国商业高教学会

学生思想教育和管理工作研讨会在我院召开

中国商业高等教育学会学生思想教育和管理工作研讨会于1986年10月21日至25日在我院举行。参加这次会议的有北京商学院、武汉粮食工业学院、安徽财贸学院等二十八所商业高校主管学生工作的党委副书记或副院(校)长、宣传部长或学生工作部部长,以及商业部教育司、中国商业高教学会秘书处的代表,共五十二人。会议共收到论文58篇。会议的中心议题是,认真学习《中共中央关于社会主义精神文明建设指导方针的决议》和中共中央十四号文件,研究和探讨商业高校学生思想政治工作和管理工作的有关问题。

商业部教育司副司长、中国商业高教学会会长鄢维安出席会议并讲了话,河南省委宣传部、省教委、省商委的领导同志也应邀到会并表示祝贺。

与会代表,畅所欲言,各抒己见,达到了沟通情况、交流经验、探讨问题、明确方向的目的。

其维兵