

常规加热和微波加热对两种植物油 维生素 E 含量的影响

冯山山^{1,2}, 王多娇¹, 孙昕祈¹, 秦金平², 徐春祥^{1*}

(1. 江苏省产品质量监督检验研究院, 南京 210007; 2. 南京工业大学化学与化工学院, 南京 210009)

摘要: **目的** 研究常规加热和微波加热两种加热方式对植物油中维生素 E 的 8 种异构体的影响。**方法** 大豆油、棕榈油进行常规加热和微波加热后, 用异辛烷进行超声提取, 最后用正相高压液相色谱法测定。**结果** 两种加热方式都会使植物油中维生素 E 的含量降低, 其中微波加热对维生素 E 的影响更大。**结论** 加热时间过长会影响植物油的品质, 同时也能通过对植物油中维生素 E 的检测推论该植物油是否经过加热处理。

关键词: 植物油; 维生素 E; 常规加热; 微波加热; 高压液相色谱法

Effects of conventional heating and microwave on the content of vitamin E in two vegetable oils

FENG Shan-Shan^{1,2}, WANG Duo-Jiao¹, SUN Xin-Qi¹, QIN Jin-Ping², XU Chun-Xiang^{1*}

(1. *Product Quality Supervision and Inspection Institute of Jiangsu Province, Nanjing 210007, China;*
2. *College of Chemistry and Chemical Engineering, Nanjing University of Technology, Nanjing 21009, China*)

ABSTRACT: Objective Through determining the composition and content of vitamin E in two representative vegetable oils (soybean oil, palm oil), which were untreated or treated by conventional heating and microwave heating on eight kinds of vitamin E isomers in seed fat. **Methods** After conventional heating and microwave heating, the soybean oil and palm oil were extracted with n-hexane by ultrasonicator, and then analysed by normal-phase high pressure liquid chromatography-fluorescence detector (NP-HPLC-FLD). **Results** Both of the two heating methods could decrease the content of vitamin E, while microwave heating caused a greater impact. **Conclusion** The quality of vegetable oils will be affected if it is heated for a long time, meanwhile, we can infer whether the vegetable oil was heated or not through the detection of vitamin E in vegetable oil.

KEY WORDS: vegetable oils; vitamin E; conventional heating; microwave heating; high pressure liquid chromatography

1 引言

维生素 E, 又称生育酚, 是指具有 α -生育酚生物

活性的一类物质。自然界中的维生素 E 有 α 、 β 、 γ 、 δ 体生育酚和 α 、 β 、 γ 、 δ 体生育三烯酚八种。维生素 E 是一种脂溶性的维生素, 易溶于脂肪和乙醇等

基金项目: 国家质检总局科技计划项目(2009QK146)

Fund: Supported by the National Quality Supervision and Inspection Institute of China(2009QK146)

*通讯作者: 徐春祥, 研究员级高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: cxc70@163.com

*Corresponding author: XU Chun-Xiang, Senior Engineer, Product Quality Supervision and Inspection Institute of Jiangsu Province, No.5, Guanghua Street, Nanjing 210007, China. E-mail: cxc70@163.com

有机溶剂,不溶于水,在空气中会缓慢氧化,紫外线照射可使其分解^[1]。维生素E又是人体内具有广泛生理功能的天然抗氧化剂,可以保护其他易被氧化的物质,使其不被破坏,其抗氧化能力为 $\delta > \gamma > \beta > \alpha$,另外还具有延缓衰老、促进生育、增加肌肉细胞的营养以及维护中枢神经、骨骼肌和心血管的功能^[2]。因此,准确测定各种不同的植物油中维生素E的含量,对于评价植物油的营养价值和品质都有重要的意义。

在加热过程中,植物油组成成分会发生一些变化,这会影响到油脂的品质。常规加热是表面热传导加热,利用热传导的原理将热量从被加热的物体外部传入内部,逐步使物质中心温度升高^[3]。微波加热是体积加热,通过形成一个微波能量场,以高频率震荡极性分子,使分子之间相互产生剧烈的碰撞摩擦而产生热量,它们的加热原理有着本质的不同^[4]。之前有人做过微波处理葡萄种子对维生素E和油质量的影响研究,但是没人发表过有关做过常规加热和微波加热对植物油中维生素E含量的影响的对比实验的文章,本实验首次通过研究植物油在这两种加热条件下维生素E的变化,来阐明加热对植物油品质的影响。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

2.1.1 实验材料

大豆油(益海粮油工业有限公司);精制棕榈油(张家港统清食品有限公司);分析纯试剂:正己烷、异辛烷、乙酸乙酯(国药集团化学试剂有限公司); α 、 β 、 γ 、 δ 生育酚和 α 、 β 、 γ 、 δ 生育三烯酚标准品(美国ChromaDex公司)。

4种生育酚和4种生育三烯酚标准储备液(1 mg/mL):分别称取4种生育酚和4种生育三烯酚100 mg,溶于正己烷中,并定容到100 mL,然后放置在冰箱内保存,此标准液至少能在2个月内保持稳定。

4种生育酚和4种生育三烯酚标准使用液:分别吸取4种生育酚和4种生育三烯酚标准储备液1 mL,用正己烷定容至10 mL,现用现配。

2.1.2 实验仪器

AE163电子分析天平(瑞士METTLER公司);高压液相色谱-荧光检测器1260(美国安捷伦公司);超声波清洗机SB-5200DT(宁波新芝生物科技股份有限公司);

格兰仕微波炉(格兰仕集团);电子万用炉1000 W(天津泰斯特仪器有限公司)。

2.2 加热油样制备

常规加热(CH):取15 g大豆油和棕榈油各5份,分成5组,放在电磁炉上加热,功率为800 W,温度在 $175\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围,加热时间分别为5、10、20、40、60 min。

微波加热(MH):取15 g大豆油和棕榈油各3份,分成3组,放在微波炉上加热,功率为800 W,温度在 $175\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围,加热时间分别为5、10、20 min。

2.3 样品的预处理

准确称取1.0 g油样于25 mL比色管中,用异辛烷定容至10 mL,加盖摇匀,超声15 min,然后用注射器吸取少量,经过 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 的有机膜过滤至小瓶中,备用。

2.4 测定方法

本实验测定植物油中的维生素E的方法采用正相高压液相色谱法^[5],色谱条件:色谱柱:ZORBAX Rx-SIL($4.6\text{ mm} \times 250\text{ mm}$, $5\text{ }\mu\text{m}$);流动相:异辛烷:乙酸乙酯(98:2, v/v);流速:1.0 mL/min;进样量:10 μL ;柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;荧光检测器:激发波长295 nm,发射波长330 nm;样品平衡时间10 min,每个样品分析时间20 min。按上述色谱条件,以色谱峰的保留时间定性,外标峰面积定量。

3 结果与讨论

3.1 检测器的选择

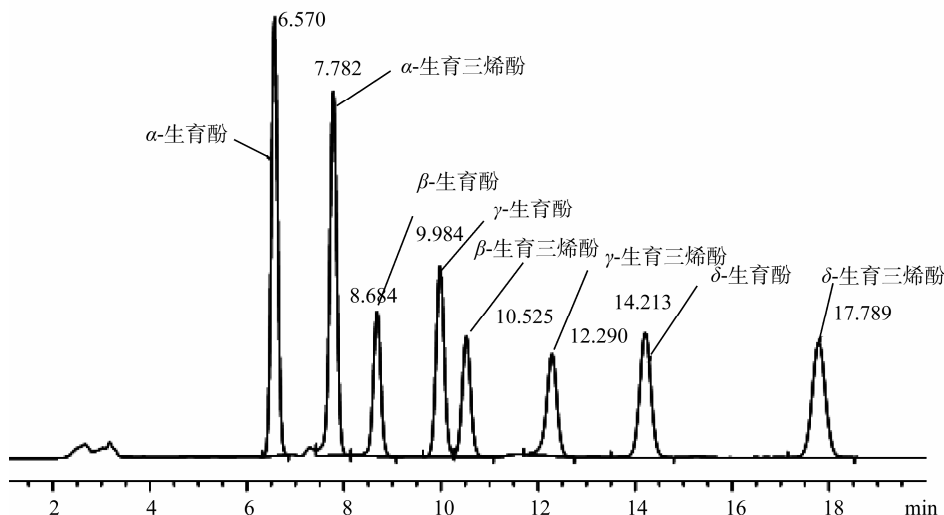
维生素E异构体在紫外和荧光波长范围内都有吸收,但荧光检测器只对带有荧光基团的物质有响应,因此可有效地去除那些不带有荧光基团的杂质对样品测定的干扰,大大提高了维生素E的检测灵敏度^[6]。

3.2 色谱条件的建立

通过多次实验比较,发现异辛烷:乙酸乙酯(98:2, v/v),流速1.0 mL/min时,4种生育酚和4种生育三烯酚能在20 min内全部出峰,色谱图见图1。

3.3 样品的测定

利用上述色谱条件对生育酚含量较高的大豆油和含生育三烯酚较高的棕榈油及其按上述两种条



1. α -生育酚; 2. α -生育三烯酚; 3. β -生育酚; 4. γ -生育酚; 5. β -生育三烯酚; 6. γ -生育三烯酚
7. δ -生育酚; 8. δ -生育三烯酚

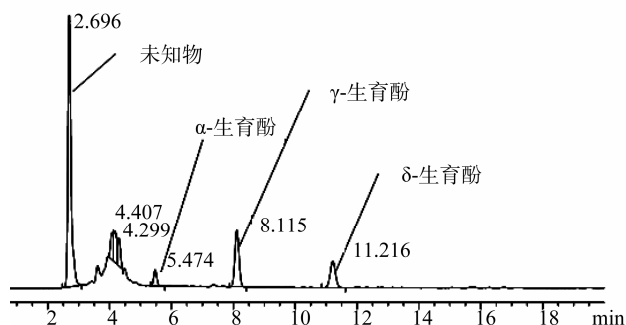
图 1 100 $\mu\text{g/mL}$ 生育酚标准使用液色谱图

Fig.1 Chromatogram of the 100 $\mu\text{g/mL}$ standard tocopherol solution

件加热后的样品进行测定, 典型色谱图谱见图 2、图 3。由于正相色谱流动相中水分对保留时间影响较大, 但通过加标试验, 可以确定大豆油中含有 α -生育酚、 γ -生育酚、 δ -生育酚。从图中可以看出, 加热后大豆油中的几种生育酚的含量降低, 而未知物的含量升高, 可能是生育酚加热后转化为未知物和其他小分子物质。未知物具体为何物质及是否对人体健康造成影响, 有待以后进一步的研究与探索。

3.4 加热时间对植物油样品的影响

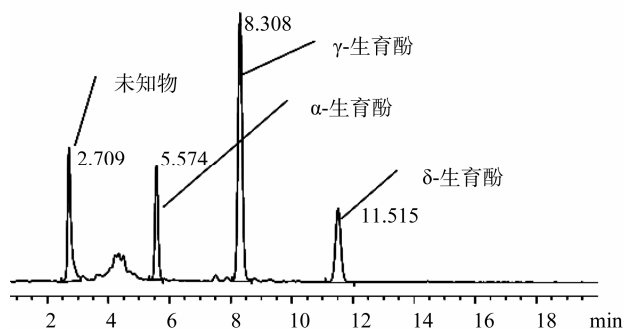
将大豆油和棕榈油按 2.2 节方法制备后进行测



1. 未知物 2. α -生育酚 3. γ -生育酚 4. δ -生育酚

图 3 100 $\mu\text{g/mL}$ 加热后大豆油的色谱图

Fig.3 Chromatogram of the 100 $\mu\text{g/mL}$ soybean oil after heating



1. 未知物 2. α -生育酚 3. γ -生育酚 4. δ -生育酚

图 2 100 $\mu\text{g/mL}$ 未经加热大豆油的色谱图

Fig.2 Chromatogram of the 100 $\mu\text{g/mL}$ soybean oil without heating

定, 以加热时间为横坐标, 以维生素 E 含量为纵坐标作图, 绘制成不同加热情况下维生素 E 的变化曲线, 见图 4-图 7。

从上图可以看出, 两种加热方式都会使大豆油中含有的 3 种维生素 E 和棕榈油中含有的 3 种维生素 E 降低, 并且微波加热使植物油中维生素 E 的损失要比常规加热大的多, 有的维生素 E 甚至在长时间加热后完全消失。这可能是因为微波加热处理除具有加热作用外还能诱发各种化学反应, 从而导致维生素 E 的组分在加热过程中发生变化, 影响了植物油的品质。

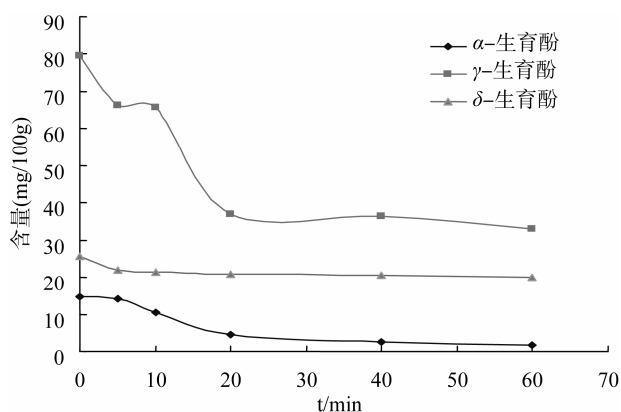


图4 常规加热大豆油中维生素E随加热时间的变化曲线
Fig.4 Content of vitamin E of soybean oil after conventional heating in different time

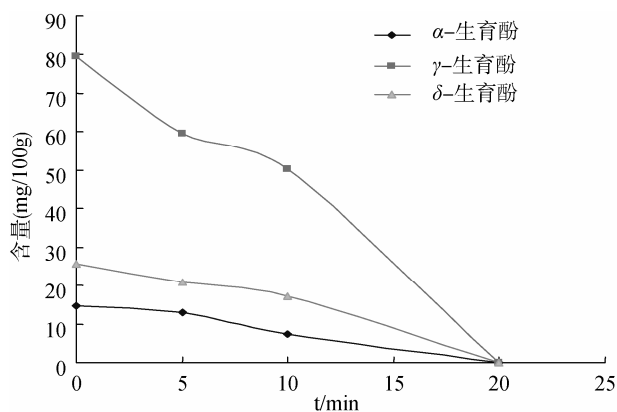


图5 微波加热大豆油中维生素E随加热时间的变化曲线
Fig.5 Content of vitamin E in soybean oil after microwave heating in different time

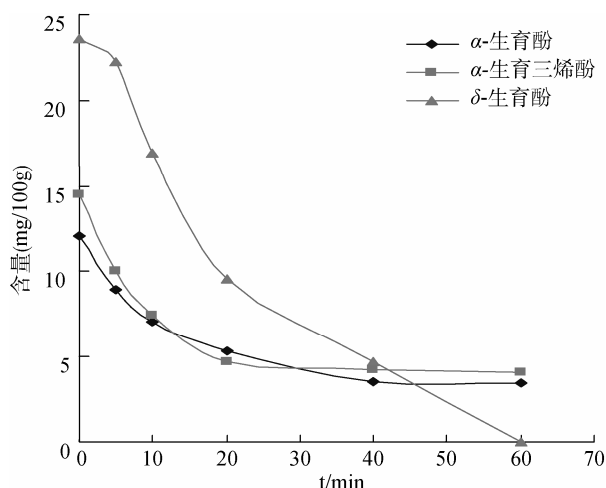


图6 常规加热棕榈油中维生素E随加热时间的变化曲线
Fig.6 Content of vitamin E of palm oil after conventional heating in different time

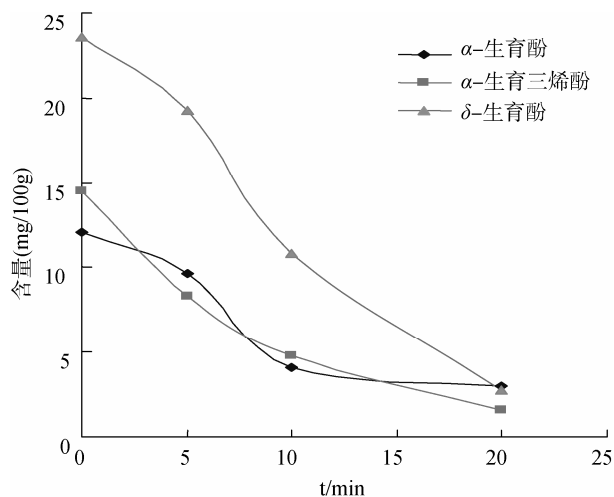


图7 微波加热棕榈油中维生素E随加热时间的变化曲线
Fig.7 Content of vitamin E in palm oil after microwave heating in different time

4 结论

本研究建立了一种检测植物油中八种维生素E的含量的正相高压液相色谱荧光检测法,检测过程快捷、方便。

通过对大豆油和棕榈油中维生素E在加热前后的变化来对加热油脂品质的影响进行探讨,实验证明,大豆油中只含有 α -生育酚、 γ -生育酚、 δ -生育酚三种维生素E,棕榈油中只含有 α -生育酚、 α -生育三烯酚、 δ -生育酚,不论是常规加热还是微波加热,都会降低植物油中的维生素E的含量,其中微波加热对植物油中的维生素E的影响比常规加热要大,这对今后研究废弃油脂的鉴别提供一种新的思路。

参考文献

- [1] 李东, 顾鹏, 蒋淑梅. 高效液相色谱法测定食品中维生素E的研究进展[J]. 陕西粮油科技, 1996, 21(3): 19-23.
Li D, Gu P, Jiang SM. High performance liquid chromatography determination of food in the research progress of vitamin E [J]. Shaanxi Grain Oil Sci Technol, 1996, 21 (3): 19-23.
- [2] 寇立娟, 李兰晓, 王明林, 等. 高效液相色谱-荧光检测法快速测定植物油中的 α -生育酚[J]. 中国油脂, 2007, 32(4): 76-78.
Kou LJ, Li LX, Wang ML, et al. High performance liquid chromatography (HPLC) with fluorescence assay rapid determination of vegetable oil alpha tocopherol [J]. China Oils Fats, 2007, 32(4): 76-78.
- [3] 冯有胜. 加热温度和时间对菜籽油质量影响的研究[J]. 中国油脂, 2003, (28): 17-19.
Feng YS. Heating temperature and time on the research on the

effects of rapeseed oil quality [J]. China Oils Fats, 2003, (28): 17-19.

- [4] 张桂英, 李琳, 蔡妙颜, 等. 不同微波时间下植物油品质的变化情况[J]. 食品科学, 2000, 21(8): 10-13.

Zhang GY, Li L, Cai MY. Different microwave time vegetable oil quality changes [J]. Food Sci, 2000, 21(8): 10-13.

- [5] 张征, 徐春祥, 刘佳娣, 等. 正相超高压液相色谱法测定植物油中的维生素 E[J]. 中国粮油学报, 2012, 27(10): 109-112.

Zhang Z, Xu CX, Liu JD. Normal phase high pressure liquid chromatography method for the determination of vitamin E in vegetable oils [J]. Chin J grain oil, 2012, 27(10): 109-112.

- [6] 乔海鸥, 王辛, 王敏娟. 正相高效液相色谱-荧光检测法同时测定植物油中的四种维生素 E 异构体[J]. 中国卫生检验杂志, 2012, 6(22): 1271-1274.

Qiao HO, Wang X, Wang MJ. Normal-phase high performance liquid chromatography-fluorescence detection method for simul-

taneous determination of four vitamin E isomers in vegetable oil [J]. Chin health inspect impur, 2012, 6(22): 1271-1274.

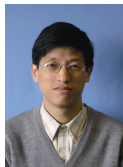
(责任编辑: 赵静)

作者简介



冯山山, 硕士研究生, 主要研究方向为食品安全色谱检测。

E-mail: fengshanshan2012@sina.com



徐春祥, 研究员级高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: xcx70@163.com