

## 腌腊肉制品中丙二醛测定方法的探讨

张荣华 赵士权 林明珠 王秀兰 李 光

(南京市卫生防疫站,江苏 南京 210003)

丙二醛(Malondialdehyde,MDA),是油脂氧化变质生成的过氧化脂质,在热、光、重金属等过氧化物分解因子存在下,进一步分解产生的一种醛类物质。随着油脂氧化变质程度的发展,丙二醛含量较酸价及过氧化值有明显的增高。丙二醛具有灵敏的特性,稳定性好,是客观评价油脂酸败程度的敏感指标之一。目前丙二醛测定方法有高效液相色谱法、<sup>[1]</sup> 荧光法、<sup>[2]</sup> 比色法、<sup>[3]</sup> 前两法由于仪器昂贵而难以普及,比色法在试样处理上较繁琐,耗时长。本文对比色法进行了摸索和改进,使得测定简便快速,结果准确可靠,便于推广应用。现报告如下。

### 1 材料与方法

1.1 原理 油脂酸败产生的丙二醛,在酸性环境中,一份丙二醛与二份硫代巴比妥酸(TBA)经加热形成红色络合物,在 531 nm 波长处有吸收高峰,与标准系列比较可定量。

1.2 试剂 TBA 水溶液 准确称取 TBA 0.288 g (瑞士产品)溶于水中至 1 000 mL,如 TBA 不易溶解,可加热到全溶。

三氯醋酸混合物 准确称取三氯醋酸(A.R 级) 75 g 及 0.1 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠,A.R 级)用水溶解,稀释到 100 mL。

丙二醛储备液 精确称取 1,1,3,3-四乙氧基丙烷(E. Mescck 97%) 0.315 g,溶解后稀释到 1 000 mL (每毫升相当于丙二醛含量为 100 mg)。

丙二醛标准使用液 精确称取上述储备液 10 mL 稀释到 100 mL (每毫升相当于丙二醛含量为 10 mg),置冰箱备用。

1.3 仪器 Du-640 紫外可见分光光度计。

1.4 方法 校正曲线的绘制 分别吸取 0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mL (相当于丙二醛 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μg) 标准使用液于 25 mL 纳氏比色管,加入 5 mL TBA 溶液,混匀,加塞,置于 90 °C 水浴中保温 40 min,取出,冷却 1 h,在 531 nm 波长处,用 1

cm 比色皿,以空白溶液作参比测其吸光度,绘制校正曲线。

将试样切碎,置于具塞三角烧瓶内,用石油醚浸泡过夜,倒出挥干石油醚,油脂备用。

准确称取 10 mg 油脂置于 100 mL 有盖三角瓶内,加入 50 mL 三氯醋酸混合液,振摇 30 min,用双层滤纸过滤,滤液备用。

试样测定 取上述滤液 5 mL 置于 25 mL 纳氏比色管内,以下同校正曲线制作方法操作,从校正曲线上查出丙二醛含量。

计算:

$$C = \frac{A}{10 \times 5/50 \times 1000} \times 100$$

式中: C —— 试样中丙二醛的含量,mg/100 g;

A —— 试样中丙二醛的相应含量,μg。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 实验条件选择

2.1.1 吸收光谱的选择 取 10 mL 含 3 μg 丙二醛的标准溶液,按方法显色后于波长 400 ~ 600 nm 区扫描。丙二醛与 TBA 形成的红色络合物在 531 nm 有最大吸收(见图 1),与有关文献<sup>[4]</sup>报道一致。本法选择 531 nm 作为丙二醛测定波长。

2.1.2 溶液最佳 pH 的选择 分别将溶液的 pH 调

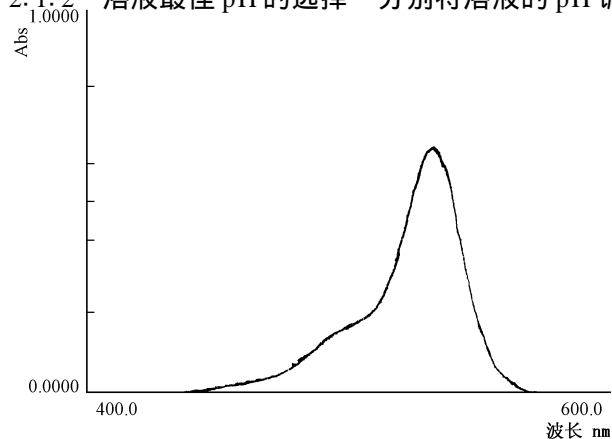


图 1 丙二醛与 TBA 的红色络合物的吸收光谱

节为 1、2、3、4、5,然后显色,结果显示溶液 pH 为 2 的吸光度最高,本法选择 pH 2 溶液。

2.1.3 90 水浴中保温时间的选择 溶液加 TBA 后,置 90 水浴中分别保温 10、20、30、40、50、60 min,结果显示,10 min 吸光值最低,随保温时间的增

加,吸光值逐渐增大。40 ~ 60 min 达到最大显色强度且一致,本法选用 90 水浴中保温时间 40 min。

2.2 精密度试验 对两份试样分别在不同时间各进行 7 次重复测定,结果相对标准偏差为 3.56、3.28,见表 1。

表 1 精密度试验

试样	测定值 mg/100 g							$\bar{x}$	s	RSD %
	1	2	3	4	5	6	7			
1	0.077	0.075	0.073	0.073	0.071	0.073	0.069	0.073	0.0026	3.56
2	0.196	0.205	0.200	0.196	0.205	0.211	0.192	0.201	0.0066	3.28

2.3 准确度试验

2.3.1 回收率试验 取 2.2 中 1 号样分别加入一定量的丙二醛标准液,按分析步骤分别测定 6 次,结果见表 2。

2.3.2 对照试验 对 10 份不同试样分别用本法和比色法<sup>[3]</sup>测定,结果见表 3。

表 2 回收率试验 %

试样含量 mg/100 g	加入丙二醛量 $\mu$ g	回收范围	平均回收率	RSD
0.073	0.2	86.37 ~ 99.02	93.78	4.84
0.073	1.0	89.23 ~ 106.2	95.94	5.22
0.073	5.0	93.57 ~ 108.0	99.20	3.68

表 3 本法与比色法<sup>[3]</sup>实验结果对照 mg/100g

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
本 法	0.088	0.097	0.124	0.161	0.196	0.205	0.235	0.247	0.260	0.308
比色法	0.091	0.109	0.118	0.106	0.178	0.205	0.210	0.230	0.282	0.310

经统计配对  $t$  检验(双侧),  $t = 0.206$ ,  $t_{0.05(9)} = 2.262$ ,  $t < t_{0.05(9)}$ , 所以  $P > 0.05$ , 说明两种方法无显著性差异。

参考文献:

[1] Knight JA, Smith SE, King VE, et al. Reference intervals for plasma lipoperoxides: age, sex, and specimen-related variations[J]. Clin Chem, 1987, 33: 2289.

[2] 李建武,等. 硫代巴比妥酸荧光法测定血清及组织脂质过氧化物[J]. 第二军医大学学报, 1987, 8(5): 371 — 373.

[3] GB 10146—88. 猪油卫生标准[S].

[4] 许龙福. 猪油中丙二醛萃取比色检测法的改进[J]. 肉品卫生, 1993, (7): 5—7.

中图分类号: R15; O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1004 - 8456(2001)04 - 0016 - 02

食品添加剂溴酸钾对 DNA 的氧化损伤

柯跃斌<sup>1</sup> 张 桥<sup>2</sup>

(1. 深圳市卫生防疫站, 广东 深圳 518020; 2. 广州中山医科大学, 广东 广州 510089)

溴酸钾是一种氧化性强的食品添加剂, 利用高效液相色谱电化学检测法分析 DNA 内 8-羟基-2-脱氧鸟苷(oh<sup>8</sup>dG)的含量可定量研究 DNA 的氧化性损伤,<sup>[1,2]</sup>发现大鼠经口给予溴酸钾(KBrO<sub>3</sub>)能在其靶器官肾脏产生 oh<sup>8</sup>dG。

1 材料和方法

1.1 仪器设备 HPLC/EC 系统为美国 BIO-RAD 公司产品, 色谱柱用大连化物所 Spherisorb C<sub>18</sub> 5 $\mu$ m 型(4.6 mm  $\times$  250 mm)。

1.2 试剂 oh<sup>8</sup>dG 标准品由美国 Oklahoma 医学研究所提供。

1.3 动物处理 雄性 Sprague Dawley 大鼠, 体重 100 ~ 120 g, 其中 DNA 氧化试验分 5 组, 每组 6 只,