

食品中 4 种抗氧化剂的测定 GB5009.32-2016

1、适用范围

适用于食品中抗氧化剂的测定。（本实验样品为菜籽油样）

参考标准《GB 5009.32-2016 食品安全国家标准 食品中 9 种抗氧化剂的测定》

2、溶液的配制

1) 标准贮备液：分别精密称取叔丁基对羟基茴香醚、2,6-二叔丁基对甲基苯酚、2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚、叔丁基对苯二酚标准品 1mg，于 10mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 0.1mg/mL 的标准贮备液，于 4°C 保存。

2) 混合标准工作液：分别准确移取 4 种标准贮备液 1mL，用乙腈稀释至 10mL，配置成 10 μ g/mL 的混合标准工作液，于 4°C 保存。

3) 环己烷-乙酸乙酯（1-1）：量取等体积的环己烷和乙酸乙酯，充分混匀后使用。

3、提取步骤

称取 1g 样品于 10ml 容量瓶中，用环己烷-乙酸乙酯溶液（1-1）溶解并定容至 10ml，超声 10min，待净化。

4、净化步骤

4.1、凝胶渗透色谱净化步骤：



GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	14-25min



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 14-25min 流分，将其旋转蒸发至干，再用乙腈定容至 2mL 复溶溶解，待检测

5、注意事项



- 1) 加标水平：1g 样品中加入 0.04mL 10 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 2mL，因此加标水平为 0.4mg/kg，最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 该净化方法针对纯油样。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m*0.25mm*0.25 μ m
进样口温度	230 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 70 $^{\circ}$ C，保持 1min；以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 200 $^{\circ}$ C，保持 4min，再以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 280 $^{\circ}$ C，保持 4min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ L

6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	250 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子监测



溶剂延迟	10min
------	-------

7、色谱图或者加标回收率结果

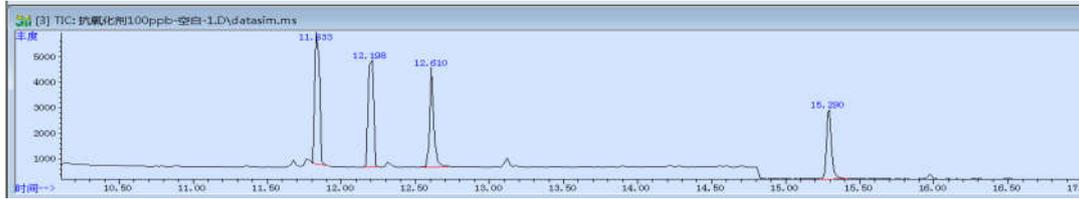


图 1.4 种抗氧化剂混标 0.1µg/mL 图谱

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
叔丁基对羟基茴香醚 (BHA)	11.835	M	0.038	103233	11.803	11.929
2, 6-二叔丁基对甲基苯酚(BHT)	12.2	M	0.037	101019	12.131	12.259
叔丁基对苯二酚 (TBHQ)	12.611	M	0.033	61698	12.555	12.722
2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚 (Ionox-100)	15.289	M	0.038	70502	15.232	15.45

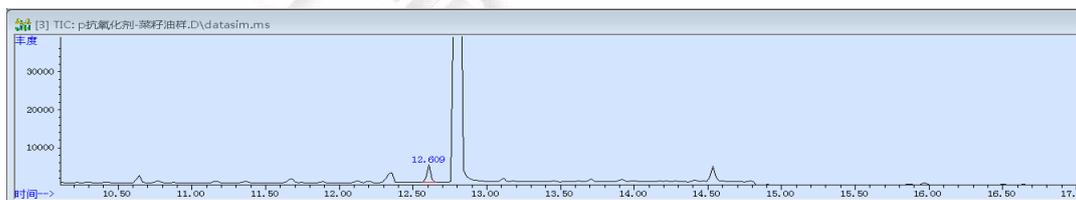


图 2.油样样品空白图谱

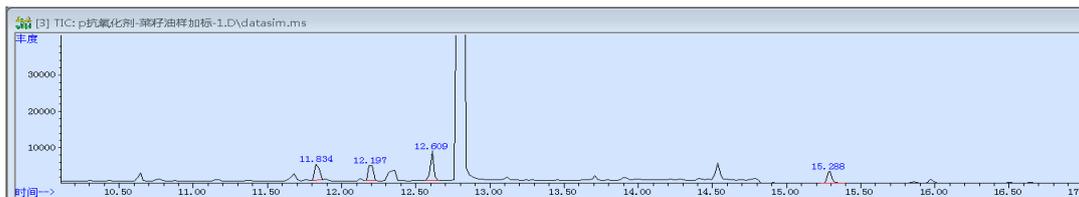


图 3.油样样品加标 0.4mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=4)
叔丁基对羟基茴香醚 (BHA)	0.4mg/kg	92%	3.14%
2,6-二叔丁基对甲基苯酚(BHT)		99%	5.45%
叔丁基对苯二酚 (TBHQ)		82%	5.42%
2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚 (Ionox-100)		97%	3.16%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00823-00002	GPC 柱	Welch Bio-Beads S-X3, 200-400mesh, 400mm*25mm
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫,9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100 套
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃 100 个
03904-22001	气相毛细管柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25μm
	叔丁基对羟基茴香醚 (BHA)	CAS 号: 25013-16-5
	2,6-二叔丁基对甲基苯酚(BHT)	CAS 号: 128-37-0
	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚 (Ionox-100)	CAS 号: 88-26-6
	叔丁基对苯二酚 (TBHQ)	CAS 号: 1978-33-0

