

食品中 3 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℃保存。
- 2) 混合标准工作液：分别准确移取 3 种标准贮备液 1mL，用乙腈稀释至 10mL，配置成 10μg/mL 的混合标准工作液，于 4℃保存。
- 3) 乙腈-甲醇（2-1）：将 100mL 乙腈与 50mL 甲醇，混匀备用。

3、提取步骤

称取 1g 样品于 50mL 离心管中，加入 10mL 乙腈，涡旋，超声 10min，离心 5min（6000r/min），移取上清液于另一离心管中；再用 10mL 乙腈提取一次，合并两次上清液，待净化。

4、净化步骤

SPE 柱：Welchrom® C18E, 2000mg/12mL



活化：5mL 甲醇，5mL 乙腈，弃去

上样：待净化液全部上样，收集于鸡心瓶中；

洗脱：10mL 乙腈-甲醇（2-1）洗脱，合并流出液，最后压干小柱。

复溶：40℃旋蒸至干，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 0.02mL 10 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 2mL，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 0.1 μ g/mL。
- 2) 若样品含有水，可在小柱上装无水硫酸钠用于除水。
- 3) 本身需要做 4 种物质的检测，但由于叔丁基对苯二酚回收率不好，后取消该物质的积分。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 μ m
进样口温度	230℃
升温程序	初始温度为 70℃，保持 1min；以 10℃/min 升温至 200℃，保持 4min，再以 10℃/min 升温至 280℃，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℃
离子源温度	250℃
四极杆温度	150℃
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 1.3 种抗氧化剂混标 0.1 μ g/mL 图谱

物质	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
叔丁基对羟基茴香醚（BHA）	11.83	0.031	105632	11.783	11.937
2-6，二叔丁基对甲基苯酚(BHT)	12.203	0.034	99684	12.149	12.267
2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚 （Ionox-100）	15.293	0.046	83006	15.218	15.538



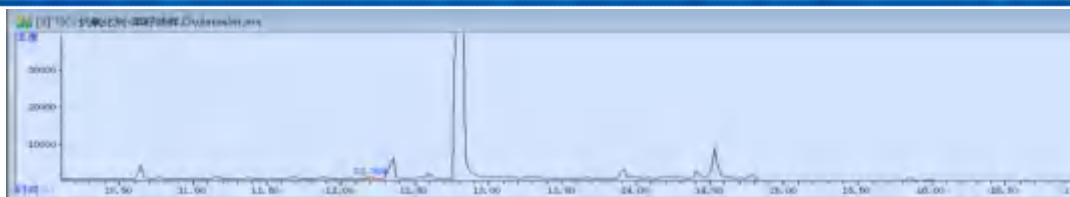


图 2.油样样品空白图谱

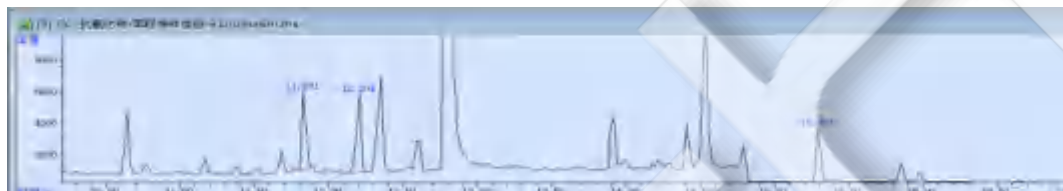


图 3.油样样品加标 0.2mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=3)
叔丁基对羟基茴香醚 (BHA)	0.2mg/kg	91%	1.05%
2-6, 二叔丁基对甲基苯酚(BHT)		85%	4.79%
2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚 (IonoX-100)		91%	2.27%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11008	SPE 固相萃取小柱	Welchrom® C18E,2g/12mL,20pk
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
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 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25μm
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/



		包
	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-羟基苯基苯酚 (Ionox-100)	CAS 号: 88-26-6

