

## 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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<br>（Ionox-100） | 15.293 | 0.046 | 83006  | 15.218 | 15.538 |



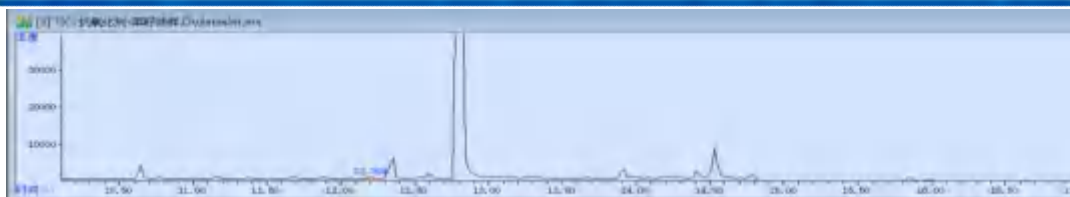


图 2.油样样品空白图谱

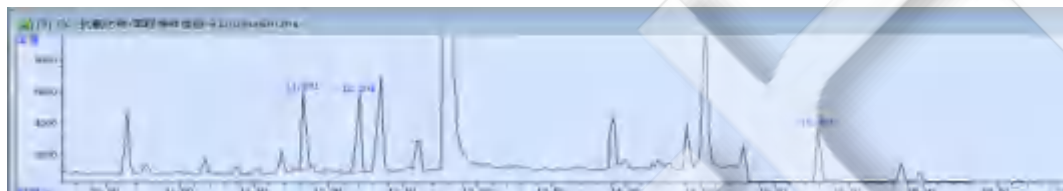


图 3.油样样品加标 0.2mg/kg 图谱

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<br>(Ionox-100) | CAS 号: 88-26-6    |

