

植物油中 9 种抗氧化剂的测定 SPE 法（GB 5009.32-2016 有改动）

1 适用范围

适用于食品中 PG、THBP、TBHQ、NDGA、BHA、IonoX-100、OG、DG、BHT 九种抗氧化剂的测定。

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、原理

油样用乙腈提取,固相萃取柱净化。

3、标准溶液的配制

分别称取没食子酸丙酯（PG），叔丁基对苯二酚（TBHQ），去甲二氢愈木创酸（NDGA），叔丁基对羧基茴香醚（BHA），2,6-二叔丁基-4-羧甲基苯酚（IonoX-100），没食子酸辛酯（OG），2,6-二叔丁基对甲基苯酚（BHT），没食子酸十二酯（DG）10mg 定容到 10mL，得 1000 μ g/mL 的单标

称取 2,4,5-三羧基苯丁酮（THBP）1mg，定容到 10mL，得单标 100 μ g/mL。

4、提取步骤

精密称取 1g 样品于 50mL 离心管中,加入 10mL 乙腈，涡旋 2min ,超声 10min, 3000r / min 离心 5min ,收集上清液于离心管中,再重复使用 10mL 乙腈溶液提取 1 次,合并 2 次上清液，待净化。

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-808-6760

邮编: 321000 E-mail:guodeyong@welchmat.com

5、SPE 净化步骤

SPE 柱： Welchrom® PS/DVB 规格: 500mg/6mL

活化： 5mL 甲醇， 5mL 乙腈平衡， 弃去

上样： 待净化液全部上样， 收集

洗脱： 10mL 甲醇： 乙腈（1:2）洗脱， 收集

浓缩： 合并收集液于旋蒸瓶中， 40° C 下旋干， 并用乙腈复溶， 定容到 2mL，
过 0.22 μ m 滤膜， 上机

注意事项：

加标过程： 在 1g 油样中精确加入 0.2mL 100 μ g/mL 9 种抗氧化剂混标， 样品加
标量为 20mg/kg， 上机浓度为 10 μ g/mL

6、液相色谱条件

色谱柱： 月旭 Ultimate® XB-C18, 5 μ m , 4.6 \times 250mm

流动相： A: 0.5% 甲酸水溶液； B: 甲醇

流速： 1mL/min

进样量： 5 μ L

柱温： 35°C

检测波长： 280nm

7、液相色谱图或者加标回收率结果

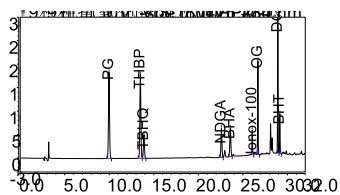


图 1、9 种抗氧化剂混标 10 μ g/mL 图谱

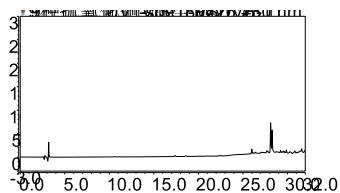


图 2、植物油原样图谱

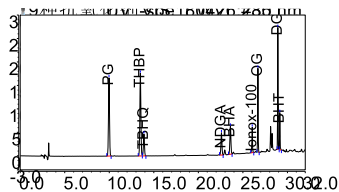


图 3、植物油样加标 20mg/kg 图谱

表 1.样加标回收率表

	物质名称	加标水平 (mg/kg)	平均回收率%	RSD (n=4) %
1	PG	20	91%	2.87%
2	THBP	20	98%	2.08%
3	TBHQ	20	89%	3.81%
4	NDGA	20	84%	3.35%
5	BHA	20	97%	3.79%
6	Ionox-100	20	101%	4.03%
7	OG	20	91%	4.29%
8	DG	20	87%	2.47%
9	BHT	20	89%	2.76%

8、结论：

使用月旭 Welchrom® PS/DVB 对植物油中 9 种抗氧化剂进行净化，回收率范围 80-101%，结果满足要求。

采用 Ultimate® XB-C18 色谱柱检测能够使 9 种抗氧化剂得到良好的分离，且各种物质峰形良好，保留时间稳定。

9、相关产品信息

货号	名称	规格
00526-20006	Welchrom® PS/DVB	500mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 尖底离心管	50ml 螺口尖底离心管, 50 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00802-02201	针头式过滤器	NY 13mm*0.22µm 100pk
00824-11101	一次性注射器	200pk/盒 带针头 橡胶头 1ml
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
00201-31043	Ultimate® XB-C18	4.6x250mm,5µm
00826-G088P100	没食子酸丙酯 PG	CAS No.:121-79-9, 100mg
T308293-1mg	2, 4, 5-三羟基苯丁酮 THBP	CAS No.:1421-63-2, 1mg
00826- T728P01G	叔丁基对苯二酚 TBHQ	CAS No.:1948-33-0, 1000mg
N673000-500mg	去甲二氢愈创木酸 NDGA	CAS No.:500-38-9, 500mg
00826-B221P100	叔丁基对羟基茴香醚 BHA	CAS No.:25013-16-5, 100mg
3110012-200mg	2, 6-二叔丁基-4-羟甲基苯 酚 Ionox-100	CAS No.:88-26-6, 200mg
00827-20854-20	没食子酸辛酯 OG	CAS No.:1034-01-1, 20mg
C12253500	2, 6-二叔丁基对苯酚 BHT	CAS No.:128-37-0, 0.25g
200019-100mg	没食子酸月桂酯 DG	CAS No.:1166-52-5, 100mg

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-808-6760

邮编: 321000 E-mail:guodeyong@welchmat.com