

植物油中 9 种抗氧化剂的测定方案（凝胶渗透色谱法）

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

油脂样品经有机溶剂溶解后，使用凝胶渗透色谱（GPC）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。

流动相配制：1L 环己烷和 1L 乙酸乙酯混匀

4、提取步骤

精确称取 1g 油样于 10ml 容量瓶中，以流动相定容至刻度，待净化

加标过程：精确称取 1g 油样于 10ml 容量瓶中，精确加入 0.2mL 100 $\mu\text{g/mL}$ 9 种抗氧化剂混标，以流动相定容至刻度，得加标量为 20mg/kg，上机浓度为 5 $\mu\text{g/mL}$

5、GPC 净化步骤

凝胶色谱条件如下：表 1

凝胶色谱柱：	月旭 Bio-beads S-X3 25*400mm (00823-00002)
流动相	乙酸乙酯/环己烷= 50/50
流速：	5.0 ml/min
进样量：	5.0ml
收集流出液：	14-25min

6、注意事项

- (1) 以上所有试剂需通过棕色容量小瓶保存，否则遇光会分解。GPC 进样注意别把气泡打进去。9 种抗氧化剂易分解，实验过程样品应及时处理，不宜存放过久
- (2) 玉米油和 9 种抗氧化剂在 GPC 的出峰分离度>85%
- (3) 凝胶柱的方向不要接反，柱中不能进水

7、液相色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 5 μm , 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 μL

柱温：35℃

检测波长：280nm

8、GPC 图谱

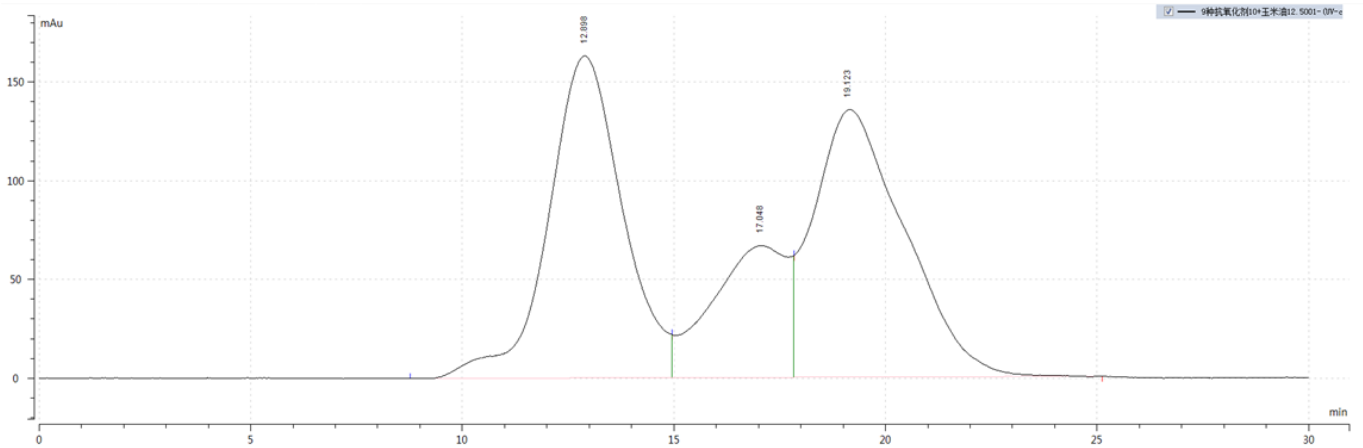


图 1、玉米油和 9 种抗氧化剂混标 GPC 图谱

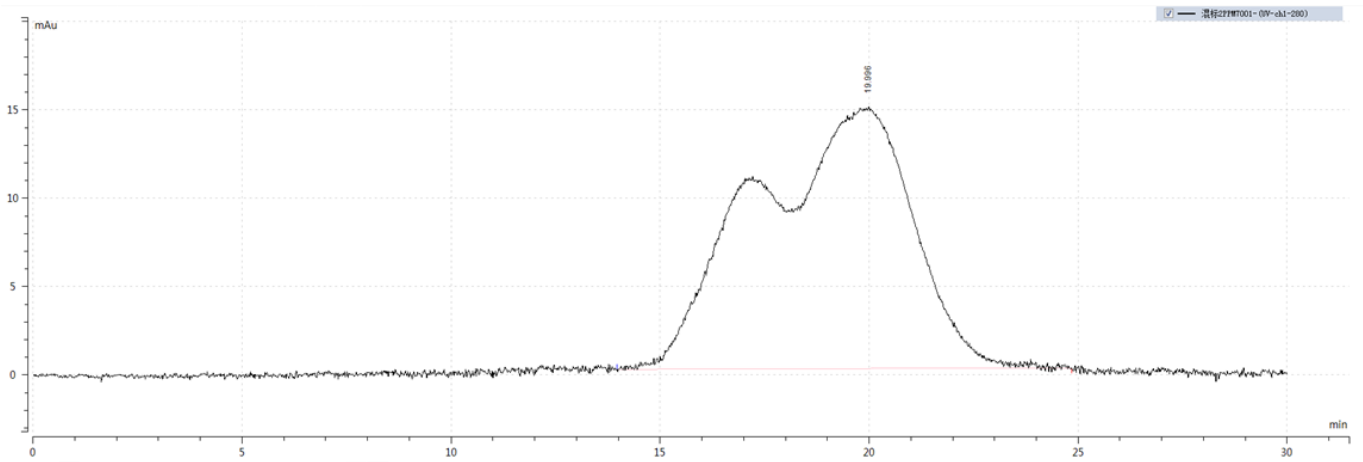


图 2、9 种抗氧化剂混标 2µg/mL GPC 图谱

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:400-810-6969

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

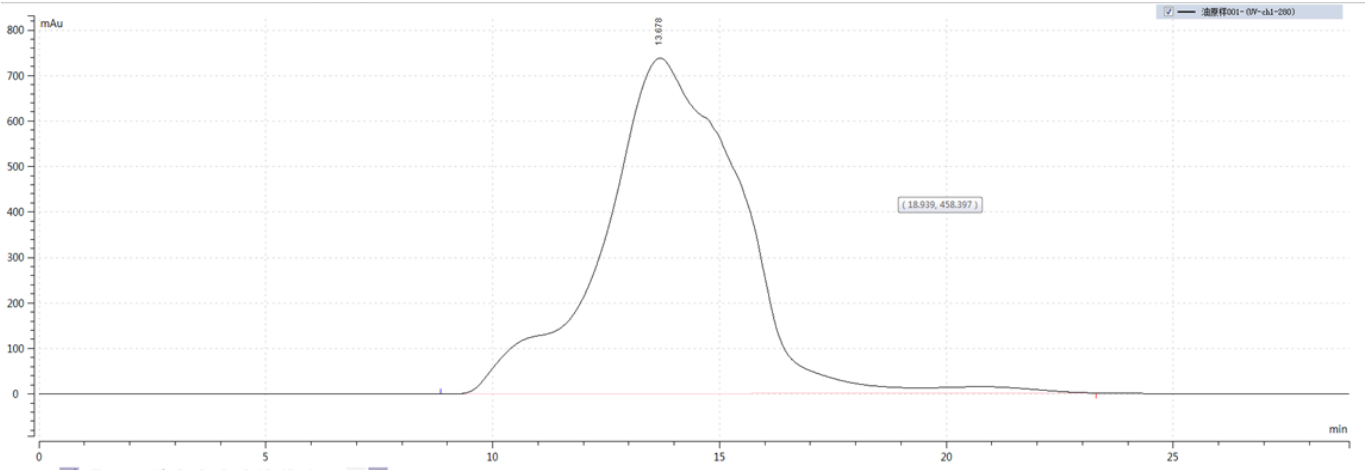


图 3、植物油原样 GPC 图谱

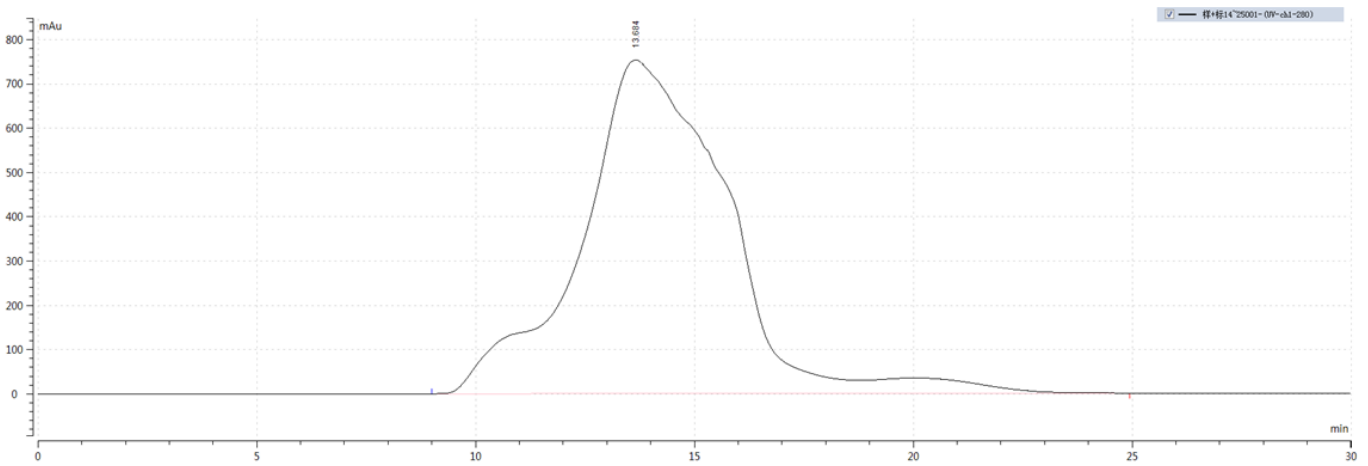
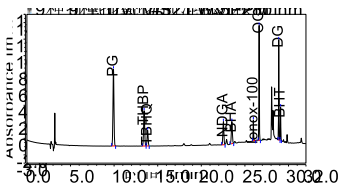


图 4、植物油样加标 20mg/kg 过 GPC 图谱

9、液相色谱图或者加标回收率结果



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:400-810-6969

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

图 5、9 种抗氧化剂混标 5 μ g/mL 图谱

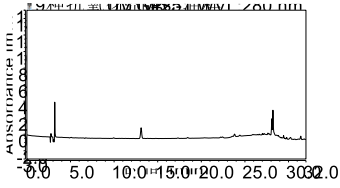


图 6、植物油过 GPC 后图谱

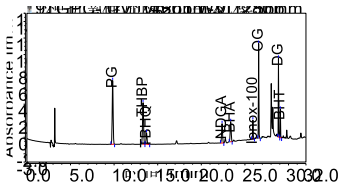


图 7、植物油加标 20mg/kg 过 GPC 后图谱

表 2：加标回收率

物质名称	样+标	回收率%
PG	20mg/kg	80%
THBP	20mg/kg	101%
TBHQ	20mg/kg	81%
NDGA	20mg/kg	83%
BHA	20mg/kg	90%
Ionox-100	20mg/kg	95%
OG	20mg/kg	83%
DG	20mg/kg	80%
BHT	20mg/kg	83%

10、结论

使用月旭 Bio-beads S-X3 25*400mm 对植物油中 9 种抗氧化剂进行净化提取，回收率范围 80-101%，结果满足要求。