

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，用乙腈溶解并定容到 10mL，得 1000 μ g/mL 的单标

称取 2,4,5-三羧基苯丁酮（THBP）1mg，用乙腈溶解并定容到 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

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

加标过程：精确称取取 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

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

进样量: 5 μ L

柱温: 35 $^{\circ}$ C

检测波长: 280nm

洗脱梯度:

时间 min	A: 0.5%甲酸水溶液	B: 甲醇
0	60	40
20	30	70
25	0	100
35	0	100

8、GPC 图谱

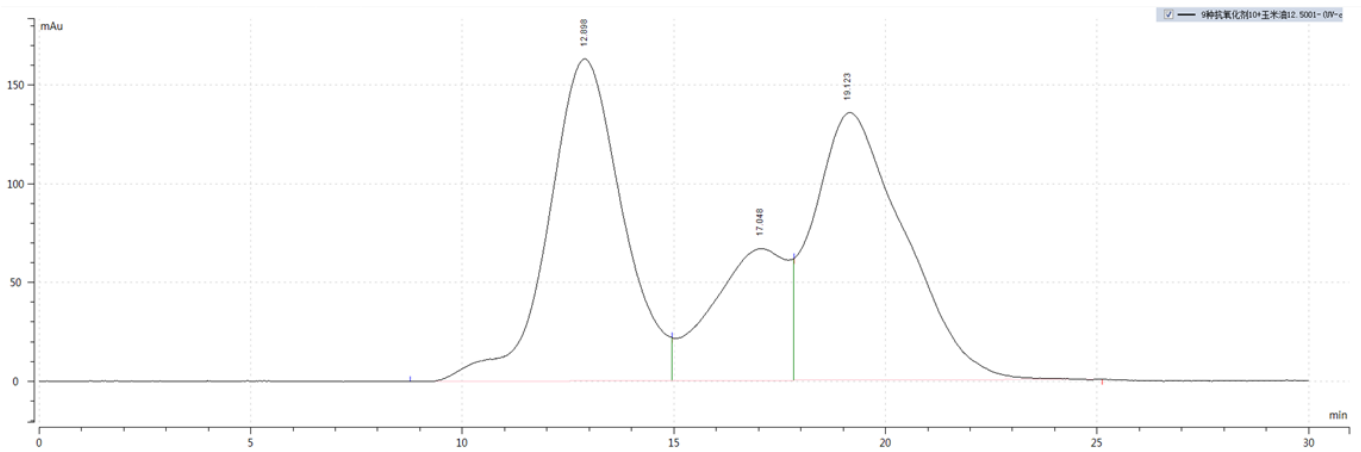


图 1、玉米油和 9 种抗氧化剂混标 GPC 图谱

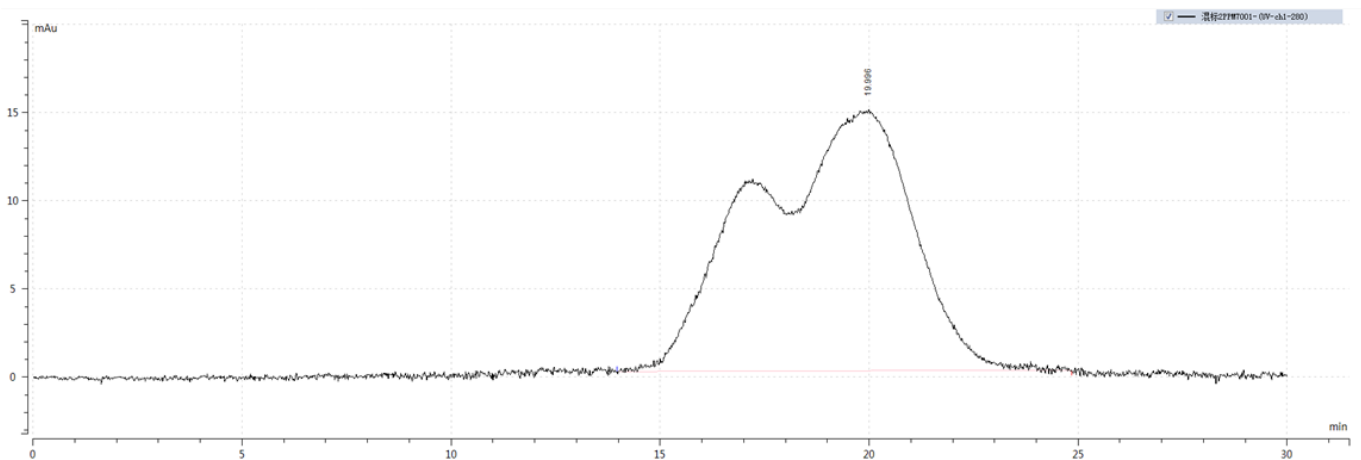


图 2、9 种抗氧化剂混标 2 μ g/mL GPC 图谱

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

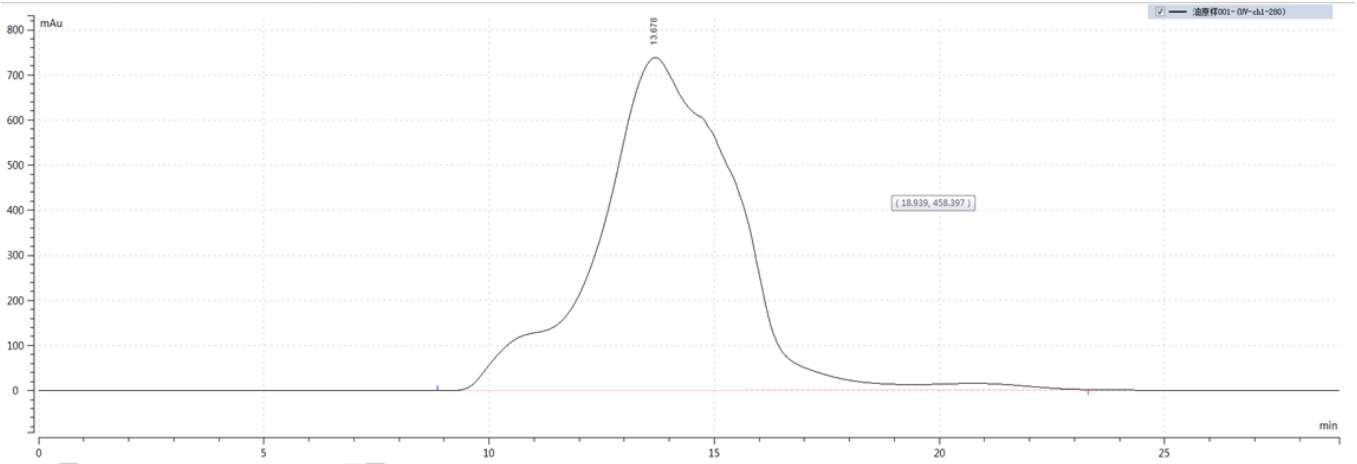


图 3、植物油原样 GPC 图谱

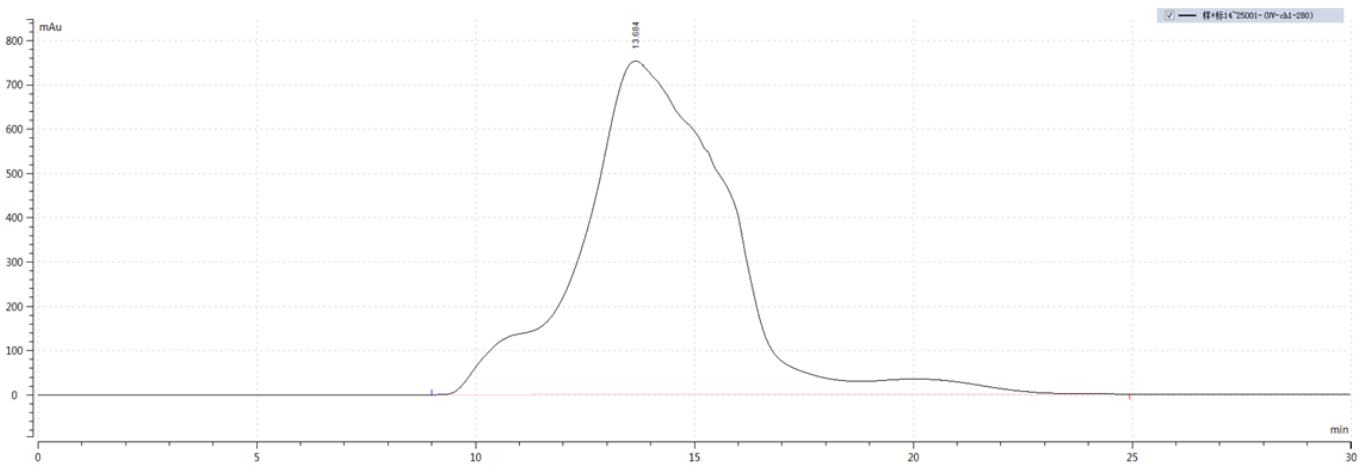


图 4、植物油样加标 20mg/kg 过 GPC 图谱

9、液相色谱图或者加标回收率结果

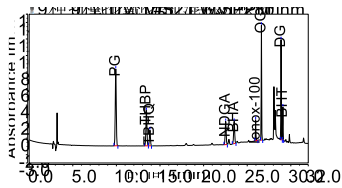


图 5、9 种抗氧化剂混标 5 μ g/mL 图谱

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

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。

由图 5-7 可看出经月旭 Bio-beads S-X3 25*400mm 凝胶柱净化，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。