

食品中 8 种抗氧化剂的测定 GB 5009.32-2016

1、适用范围

适用于食品中 8 种抗氧化剂的测定（该实验选用基质为金龙鱼调和油、熟肉）

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) 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 用乙腈定容到 10mL，得 1000 μ g/mL 的单标

2) 流动相 B: 0.5%甲酸水: 5mL 甲酸用水定容至 1L。

3) 洗脱剂: 甲醇: 乙腈=1:2

3、提取步骤

金龙鱼调和油、熟肉样（搅碎）

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。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom[®] C18 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

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:Lingyuyu@weLchmat.com

洗脱：10mL 甲醇：乙腈（1:2）洗脱，压干收集

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 0.22μm 有机滤头，上机

5、注意事项

1) 加标水平：在 1g 样中精确加入 0.2mL 100μg/mL 8 种抗氧化剂混标，样品加标量为 20mg/kg，上机浓度为 10μg/mL

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm

流动相：A-甲醇，B-0.5%甲酸水（梯度）

流速：1.0mL/min

柱温：35°C

进样量：5μL

检测波长：280nm

时间	%A	%B
0.000	40.0	60.0
20.000	70.0	30.0
25.000	100.0	0.0
35.000	100.0	0.0
35.100	40.0	60.0
45.000	40.0	60.0

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:Lingyuyu@weLchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

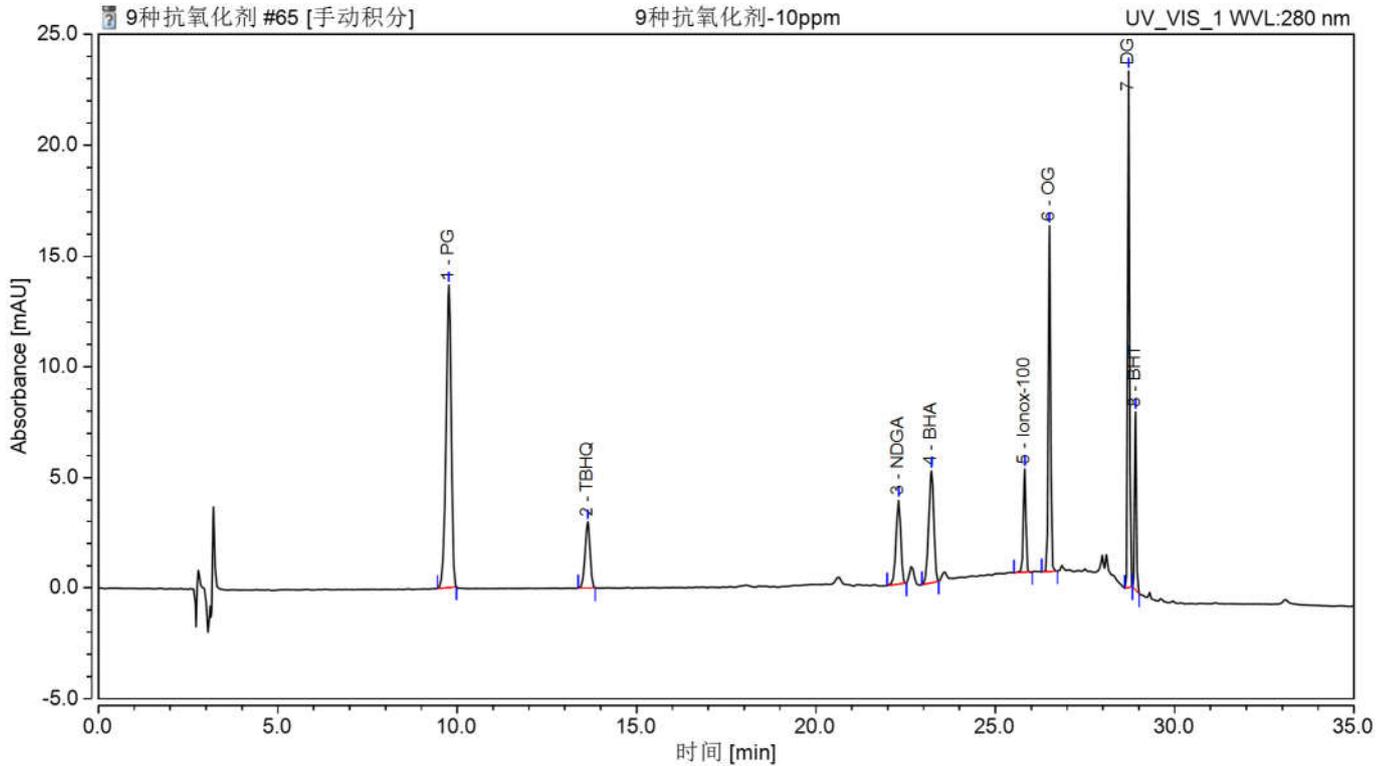


图 1、8 种抗氧化剂混标 10 μ g/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
PG	9.768	2.249	13.660	30.69	0.77	15.21	23058
TBHQ	13.638	0.475	2.980	6.49	0.86	35.13	46498
NDGA	22.303	0.584	3.819	7.97	0.84	3.63	136298
BHA	23.218	0.836	5.083	11.41	0.85	13.56	124086
Ionox-100	25.820	0.366	4.692	4.99	0.85	6.07	728447
OG	26.512	1.085	15.651	14.80	0.91	22.80	970621
DG	28.717	1.283	23.325	17.50	0.96	2.19	1772738
BHT	28.908	0.451	8.062	6.15	0.95	n.a.	1690965

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:Lingyuyu@weLchmat.com

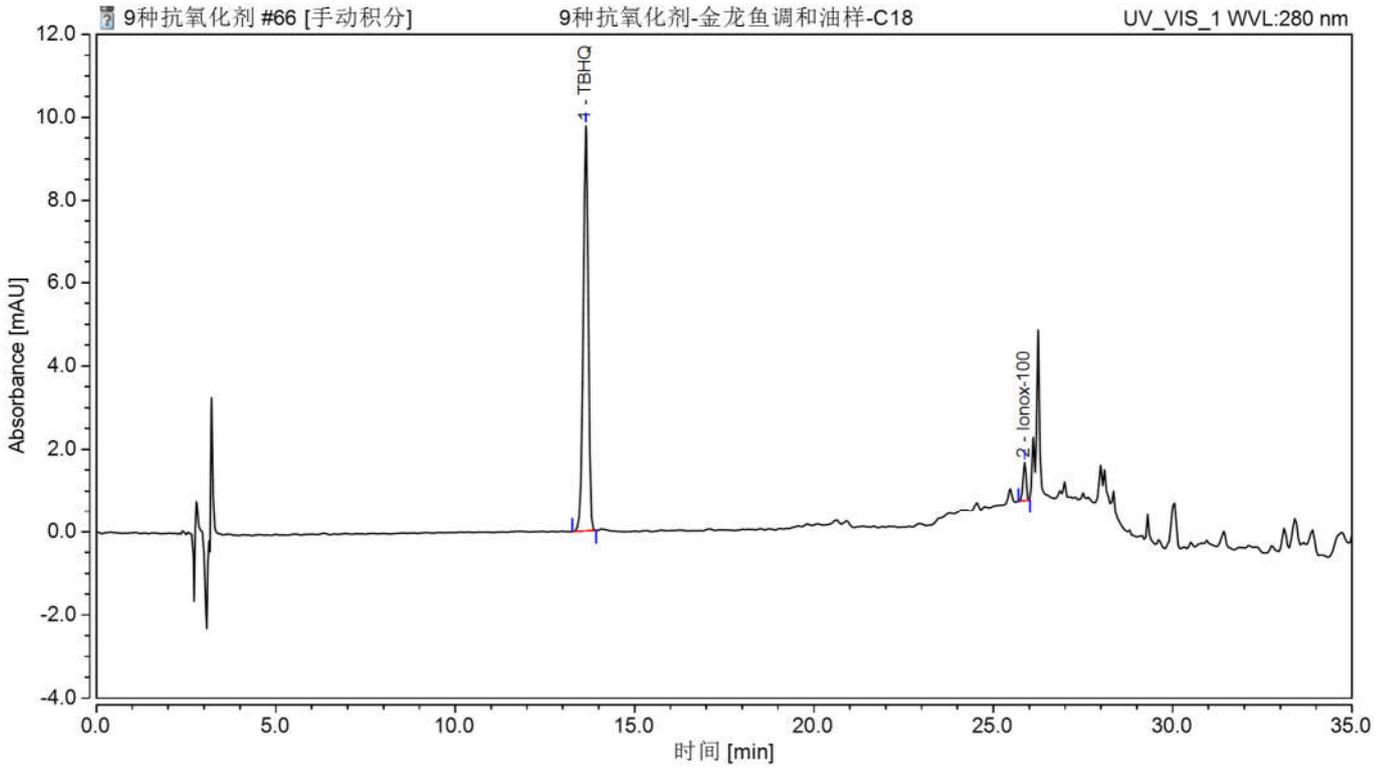


图 2、油样空白过柱图谱

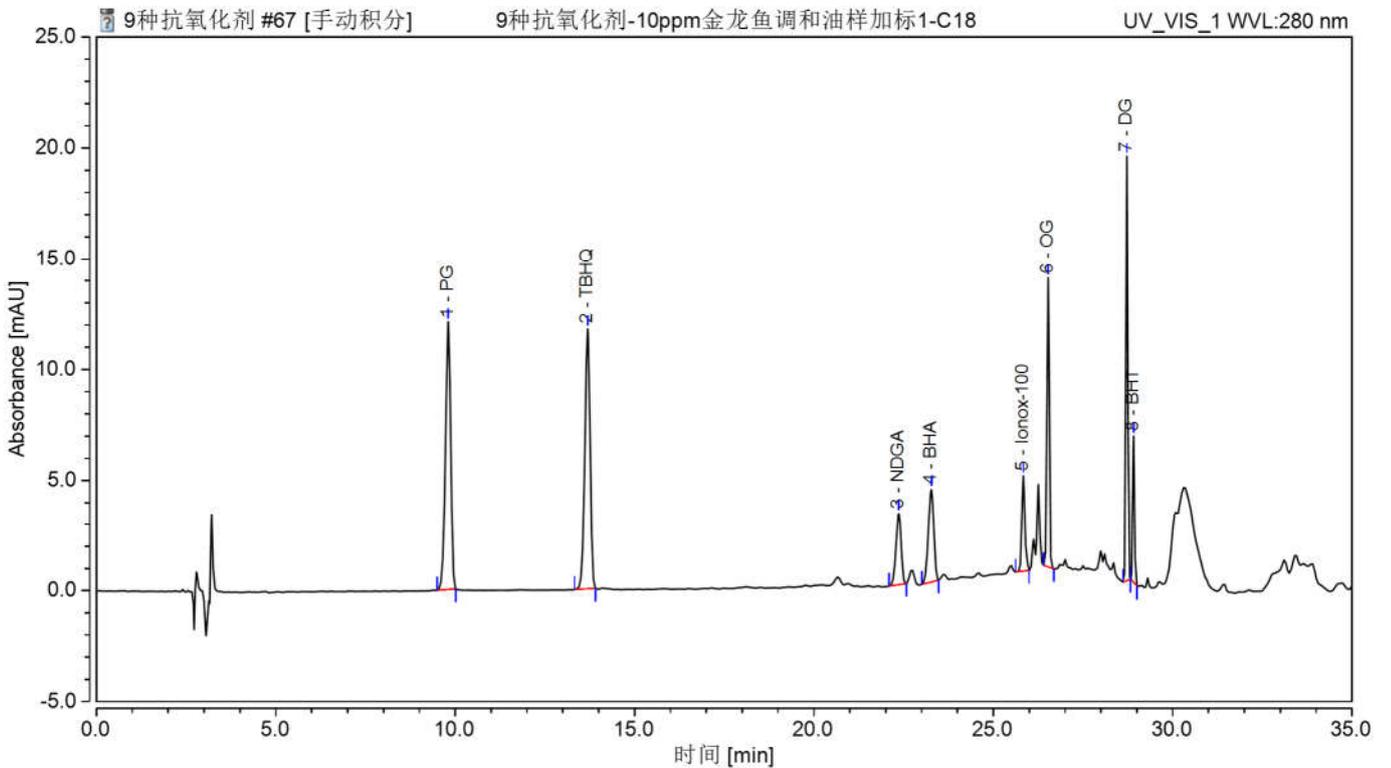


图 3、油样加标 20mg/kg 图谱

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:Lingyuyu@weLchmat.com

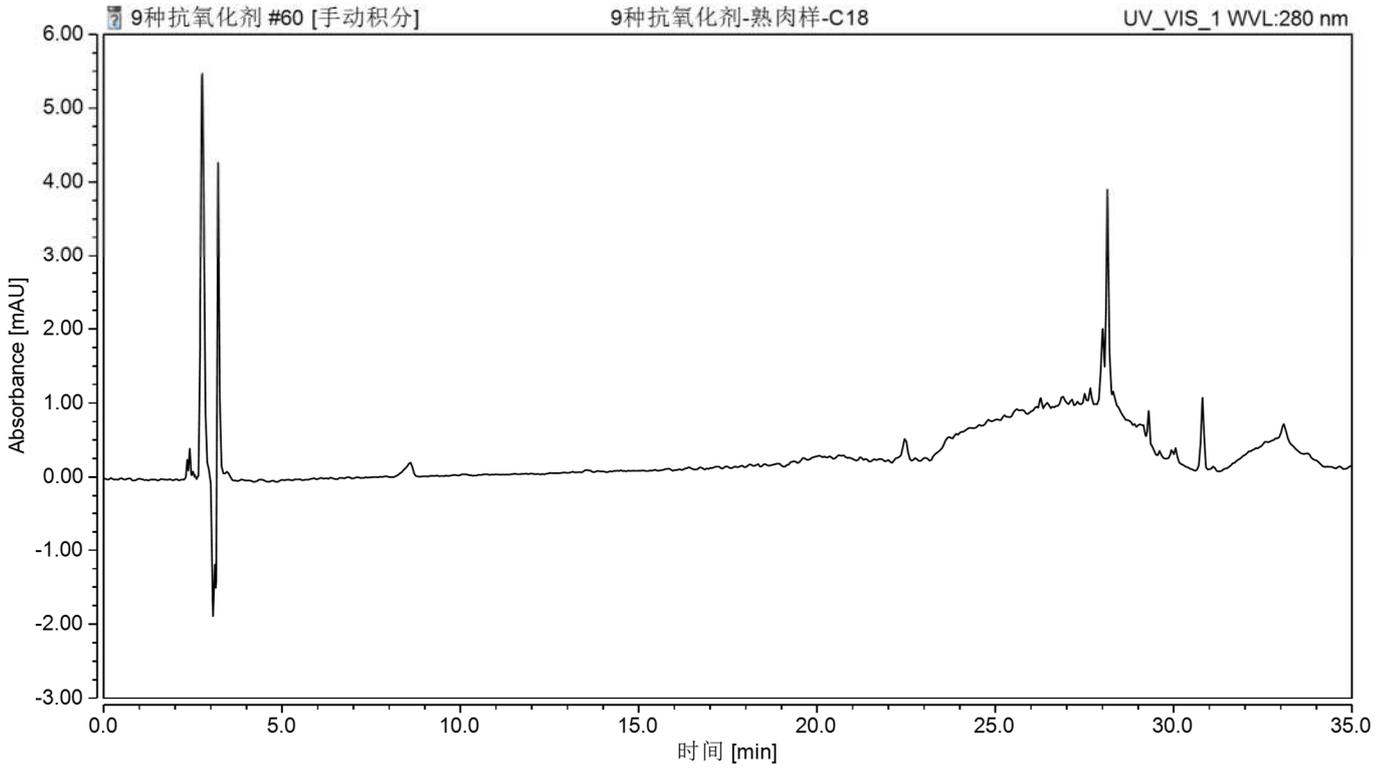


图 4、 熟肉样空白过柱图谱

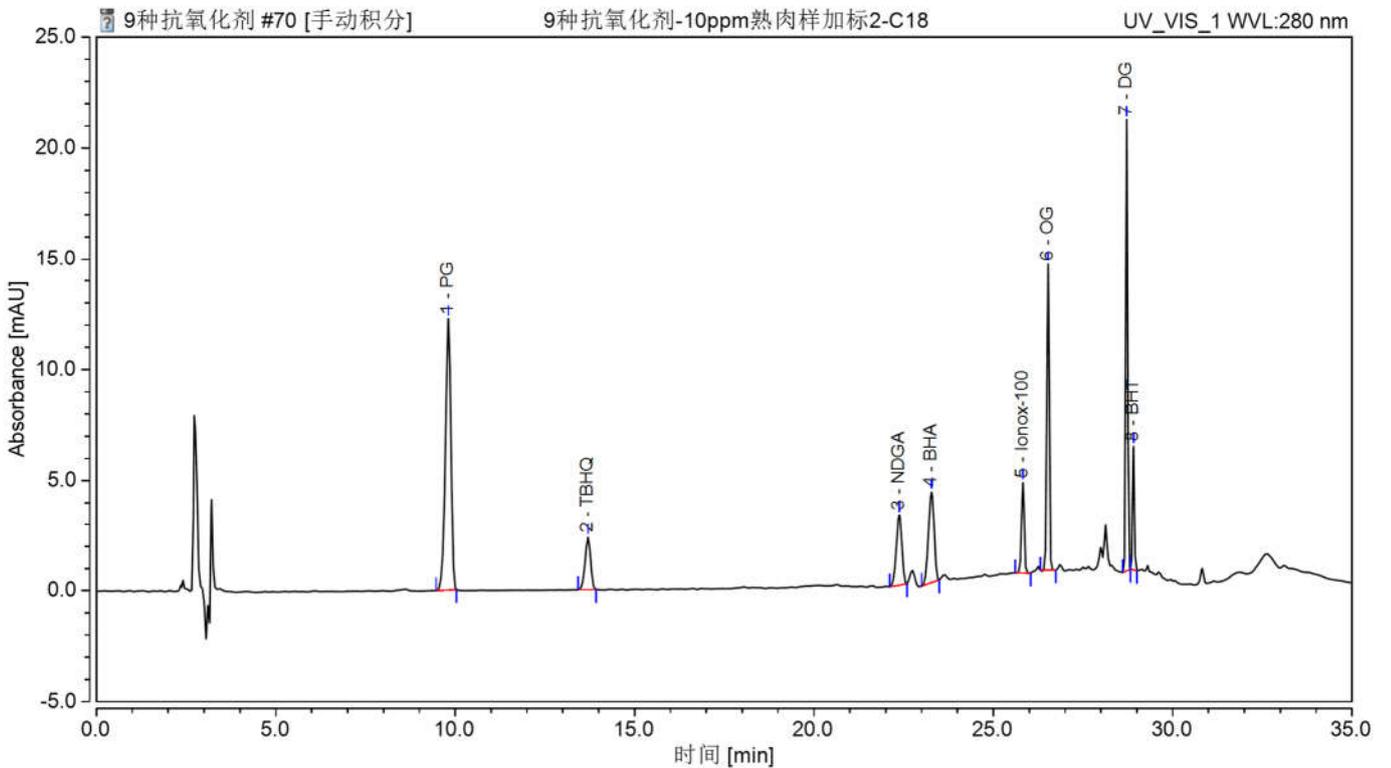


图 5、 熟肉样加标 20mg/kg 图谱

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:Lingyuyu@weLchmat.com

表 1.加标回收率表

基质	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
金龙鱼调和油	PG	20	91	1.72
	TBHQ		83	8.93
	NDGA		92	1.31
	BHA		90	1.22
	Ionox-100		90	0.86
	OG		89	1.61
	DG		87	2.21
	BHT		87	2.34
熟肉	PG	20	99	2.15
	TBHQ		91	2.21
	NDGA		105	2.66
	BHA		97	0.09
	Ionox-100		98	2.23
	OG		100	0.48
	DG		94	2.49
	BHT		78	3.35

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00504-11006	SPE 小柱	Welchrom®C18,500mg/6ml, 30pk
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
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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18,4.6×250mm,5µm

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:Lingyuyu@weLchmat.com

00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
-------------	--------	-------------------------

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:Lingyuyu@weLchmat.com