

GC 法测定食用油脂及其制品中多种抗氧化剂含量

GC-070

摘要：本文利用岛津 GC-2014C 气相色谱仪，建立了快速测定食用油脂及其制品中 BHA、BHT 及 TBHQ 三种抗氧化剂含量的方法。该方法在 0.01~0.5 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数 r 均在 0.9998 以上。以 0.01 mg/mL 三种抗氧化剂混标平行进样 6 次，峰面积的 RSD 小于为 1.58%，完全满足日常食品中对三种抗氧化剂测定的技术要求。

关键词：气相色谱仪 BHA BHT TBHQ 食用油脂 油脂制品

叔丁基羟基茴香醚 (BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚 (BHT) 和叔丁基对苯二酚 (TBHQ) 是目前最常用的抗氧化剂，能阻止或延迟食品中油脂氧化变质。食用油脂和含有油脂的食品在不适当的保存条件下或者超过一定的保质期就会发生酸败现象，通常会加入 BHA、BHT 或者 TBHQ 等抗氧化剂和防腐剂，然而美国 FDA 公布危害健康的 10 类添加剂中明确表明：BHA 有潜在致癌性，BHT 的危险小，不过动物实验也发现它能致癌。BHA、BHT 及 TBHQ 在我国允许使用，国家标准 GB2760-2006 规定三类抗氧化剂单独使用的最大限量为

0.2 g/kg。

目前，BHA、BHT 和 TBHQ 常用的分析方法主要有薄层色谱、紫外分光光度法、气相色谱法和液相色谱法。其中 GB/T 5009.30-2003《食品中 BHA、BHT 的测定方法》前处理复杂、繁琐，所以建立一个简单、快速、准确的检测食品中 BHA、BHT 及 TBHQ 的方法具有实际意义。本文建立了岛津 GC-2014C 快速测定食用油脂及其制品中 BHA、BHT 及 TBHQ 的方法，以利于岛津 GC 在食品行业的发展。

实验部分

1.1 仪器配置

GC-2014C 气相色谱仪

1.2 实验条件

GC 条件：

进样口温度：300°C

进样量：1 μ L

载气：氮气

进样方式：分流进样

分流比：10:1

1.3 样品制备

1.3.1 油脂样品

准确称取有代表性样品 2 g 于 10 mL 具塞离心管中，加入 4 mL 甲醇漩涡混合 3 min，静止或离心分层，吸取上层清液于 10 mL 容量瓶中，分别加入 3 mL、2 mL 甲醇重复提取，合并上清液，并用甲醇定容至 10 mL 供 GC 分析。

1.3.2 油脂加工样品

准确称取有代表性样品 10 g，置于 100 mL 具塞三角瓶中，40 mL 适量甲醇浸泡样品，超声提取 30 min，用快速滤纸过滤到 150 mL 烧瓶中，分别用 30 mL、20 mL 甲醇洗涤残渣两次，合并滤液于烧瓶，滤液经 60°C 水浴中旋蒸至 5 mL，用甲醇定容至 10 mL 后供 GC 分析。

载气流量：1.7 mL/min

色谱柱：Rtx-5, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m

柱温：100°C (1 min) _10°C/min _220°C (5 min)

_30°C/min _280°C (5 min)

检测器：FID

检测器温度：250°C

氢气：40 mL/min

空气：400 mL/min

尾吹气：30 mL/min

结果讨论

2.1 标准谱图

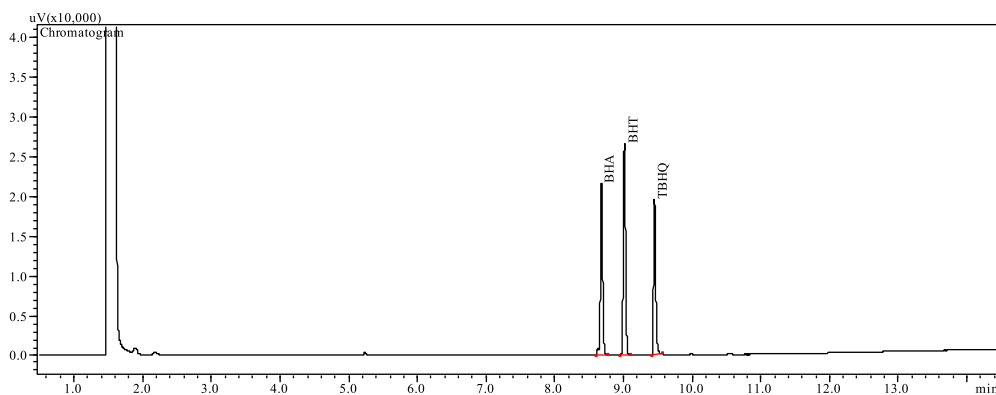


图1 3种抗氧化剂标准溶液谱图(0.05mg/mL)

表1 组分保留时间、中英文名称、CAS号

No.	名称	英文名称	CAS号	保留时间 (min)
1	叔丁基羟基茴香醚	BHA	25013-16-5	8.681
2	2,6-二叔丁基对甲酚	BHT	128-37-0	9.012
3	叔丁基对苯二酚	TBHQ	1948-33-0	9.457

2.2 标准曲线

用甲醇配置浓度为 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2 和 0.5 mg/mL 的 BHA、BHT、TBHQ 的混合标样，以峰面积为横坐标，浓度为纵坐标，制作标准曲线，见图 2。以 0.01 mg/mL 标准溶液响应值，按照 3 倍的峰峰比计算仪器检出限，结果如表 2 所示。

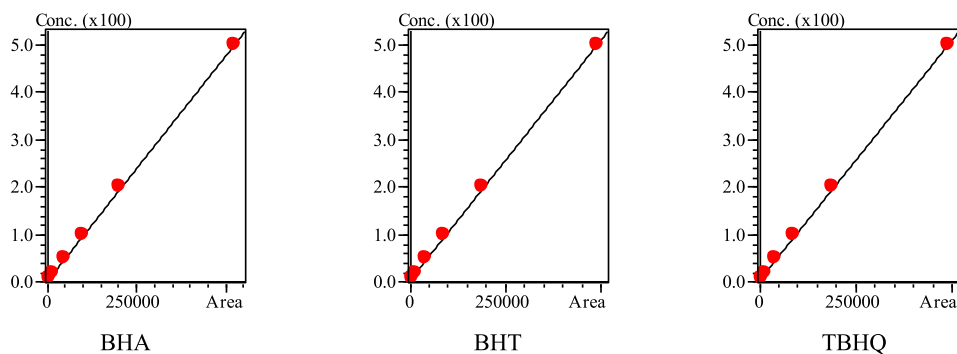


图2 3种抗氧化剂标准曲线

表2 3种抗氧化剂相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 (mg/kg)
1	BHA	0.9999	0.8
2	BHT	0.9998	0.6
3	TBHQ	0.9998	1.2

2.3 重复性

用浓度为 0.01 mg/mL 的 BHA、BHT 和 TBHQ 混标进行重复性测试, 重复进样 6 次, 重复性良好, 结果如表 3 所示。

表 3 3 种抗氧化剂峰面积重复性结果 (n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	BHA	8470	8407	8414	8672	8464	8636	8510	1.35
2	BHT	12013	12016	12056	12048	12359	12338	12138	1.35
3	TBHQ	7163	7078	7021	7037	6946	6840	7014	1.58

2.4 回收率测试

采用标样加入法测定样品回收率, 平行进行 3 次, 3 次平均回收率及 RSD 值结果见表 4。

表 4 样品加标回收结果 (n=3)

样品	化合物	加标量 (mg/g)	平均测定值 (mg/g)	平均回收率 (%)	RSD (%)
植物油	BHA		0.106	106	3.12
	BHT	0.1	0.083	83	1.22
	TBHQ		0.112	112	1.26
薯片	BHA		0.106	106	1.09
	BHT	0.1	0.095	95	1.52
	TBHQ		0.113	113	0.53

结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2014C 快速分析食用油脂及其制品中的 BHA、BHT 及 TBHQ 含量, 在 0.01~0.5 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性良好, 0.01 mg/mL 3 种抗氧化剂混合溶液平行进样 6 次, 峰面积比值的 RSD 在 1.58 % 以下, 该方法可用于食品中多种抗氧化剂的定量测定。