

GCMS测定油炸食品中的特丁基对苯二酚

No.GCMS-052

摘要： 本文建立了一种使用气相色谱-质谱联用仪测定油炸食品中的特丁基对苯二酚（TBHQ）的方法。样品经乙酸乙酯提取后，经正己烷-乙腈液液萃取除去脂肪，乙腈浓缩定容后上机检测，方法检出限为0.001mg/kg。

关键词： 特丁基对二苯酚 气相色谱-质谱联用仪

特丁基对苯二酚（TBHQ）是常用的脂溶性酚类抗氧化剂，它的抗氧化效果是其它抗氧化剂的5~7倍，此外，TBHQ还具有耐高温、油溶性、抗菌等特点，在食用油脂、油炸食品等中运用广泛。我国于1992年批准TBHQ使用，国家食品添加剂使用卫生标准（GB2760-2007）规定的最大使用限量为200mg/kg，允许在食用油脂、油炸食品、饼干、干果罐头等9种食品中使用。由于TBHQ本身具有一定毒性，许多国家已经开始关注食品中TBHQ的使用量，并降低了食品中TBHQ的限量标准，如日本的限量标准为不超过1mg/kg。

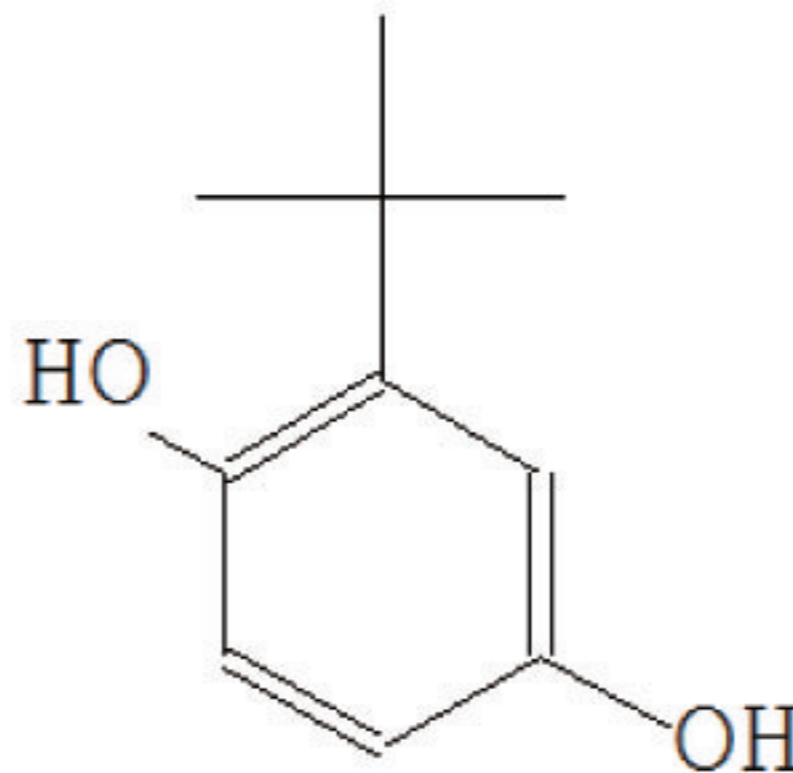


图1 特丁基对苯二酚的结构式

实验部分

1、样品前处理

样品提取： 称样5g于50mL离心管内，加入30mL乙酸乙酯，超声提取15分钟，放入离心机3000r/min离心5分钟，将清液倒入梨形瓶内，再加入30mL乙酸乙酯，重复提取一次，离心取清液，合并清液，40℃水浴旋转蒸发，浓缩近干。

样品净化： 30mL乙腈溶解残渣，倒入分液漏斗，加入20mL正己烷（乙腈饱和），振荡10分钟后，静置分层，弃去正己烷层，再倒入20mL正己烷重复提取一次，收集乙腈层，40℃水浴浓缩近干，1mL乙腈定容，上机。

2、仪器条件：

仪器：GCMS-QP2010 Plus（配EI源）

进样口：220℃

柱温：60℃（1min）20℃/min 240℃（5min）

进样方式：不分流

载气：氦气

色谱柱：Rxi-1ms 30m × 0.25mm × 0.25um

载气流速：40 cm/s

离子源：200℃

接口温度：240℃

扫描方式：SIM（m/z 123, 151, 166）

Scan（m/z 50-300）

结果与讨论

1、标准曲线

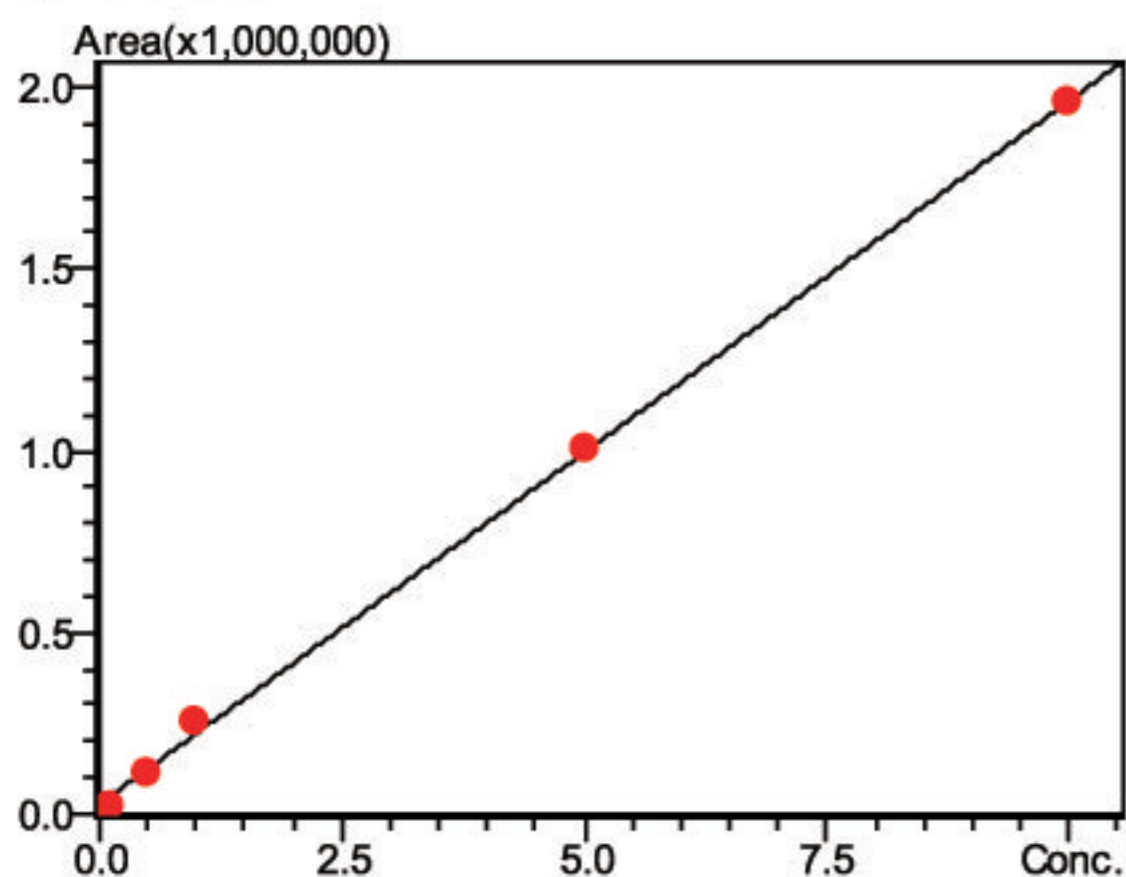


图2 特丁基对苯二酚标准曲线

曲线范围:

0.1 $\mu\text{g/mL}$, 0.5 $\mu\text{g/mL}$, 1 $\mu\text{g/mL}$, 5 $\mu\text{g/mL}$,
10 $\mu\text{g/mL}$ 。

线性方程及相关系数:

$$Y = 193528.2X + 28353.36$$

$$R^2 = 0.9993718$$

$$R = 0.9996858$$

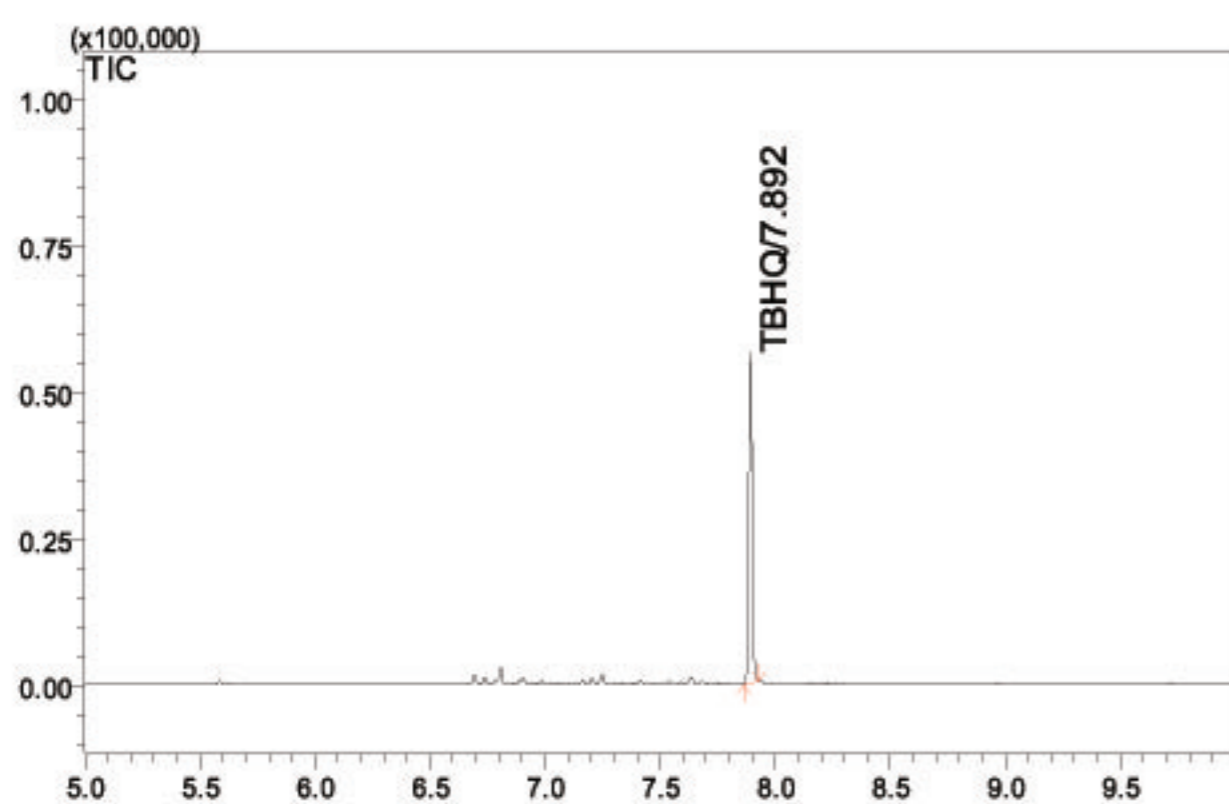


图3 5 $\mu\text{g/mL}$ 特丁基对苯二酚标准品TIC图 (scan)

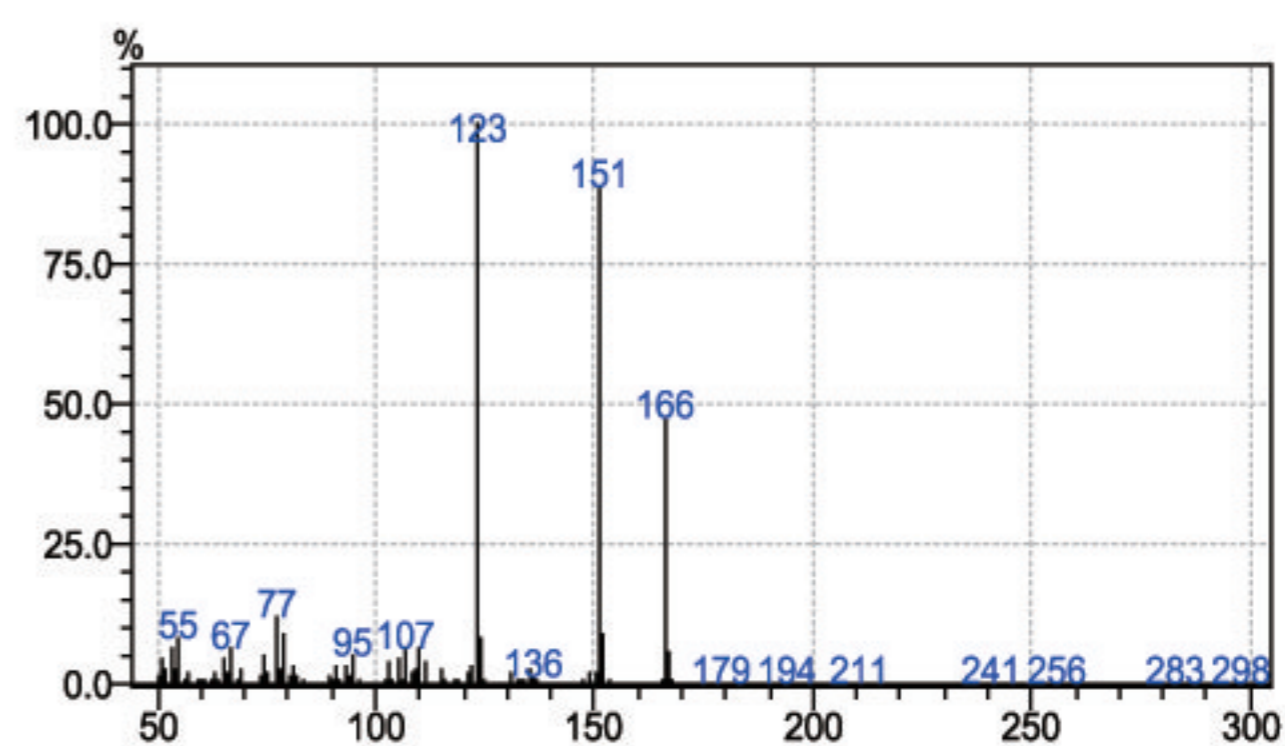


图4 特丁基对苯二酚标准品质谱图 (scan)

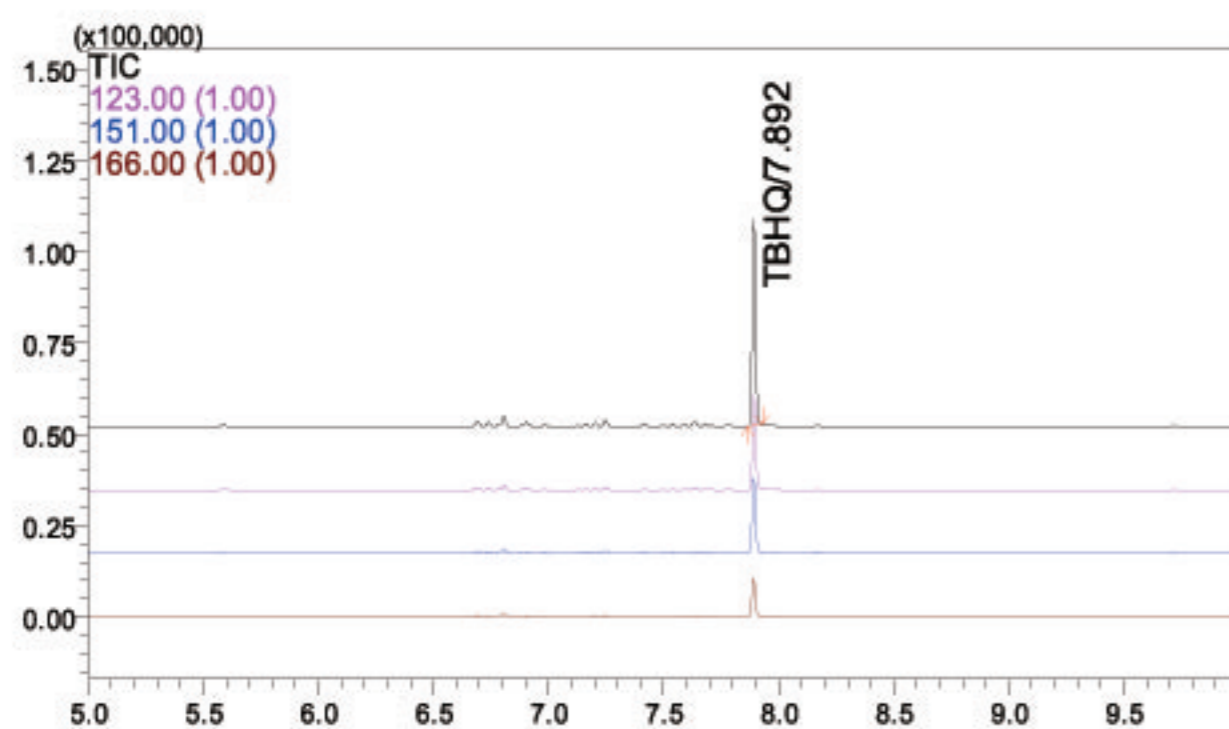


图5 特丁基对苯二酚0.1 $\mu\text{g/mL}$ TIC图 (sim)

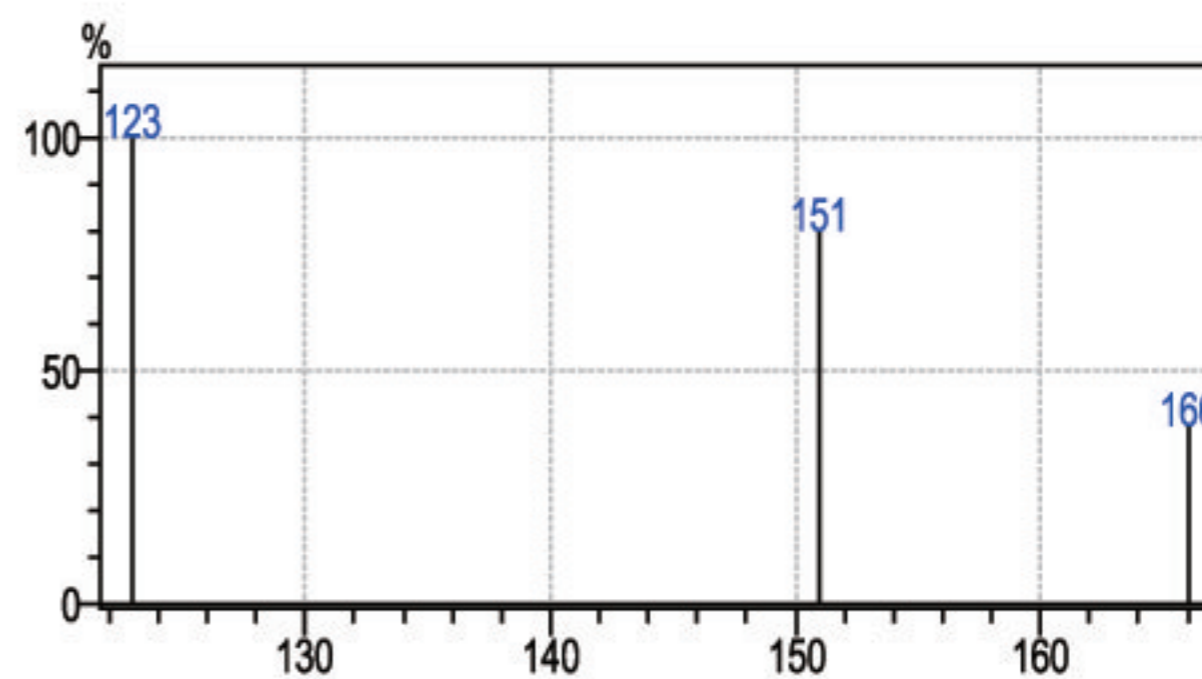


图6 特丁基对苯二酚质谱图 (sim)

表1 特丁基对苯二酚特征离子比

检测离子 (m/z)	离子比%
123	100
151	80
166	38

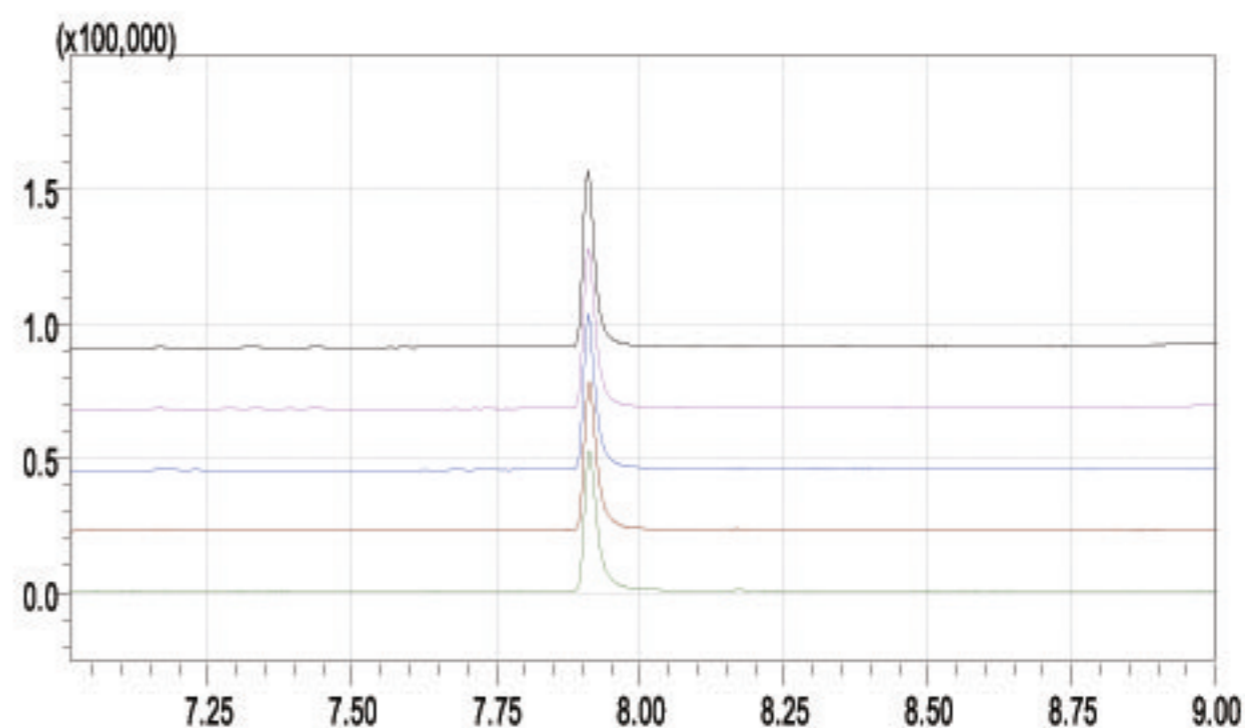


图7 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 特丁基对苯二酚重现性

1、标准曲线

表2 特丁基对苯二酚重现性 (n=5)

	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	RSD%
面积	41621	40963	39177	39820	39483	2.580019
保留时间	7.910	7.911	7.911	7.912	7.912	0.012762

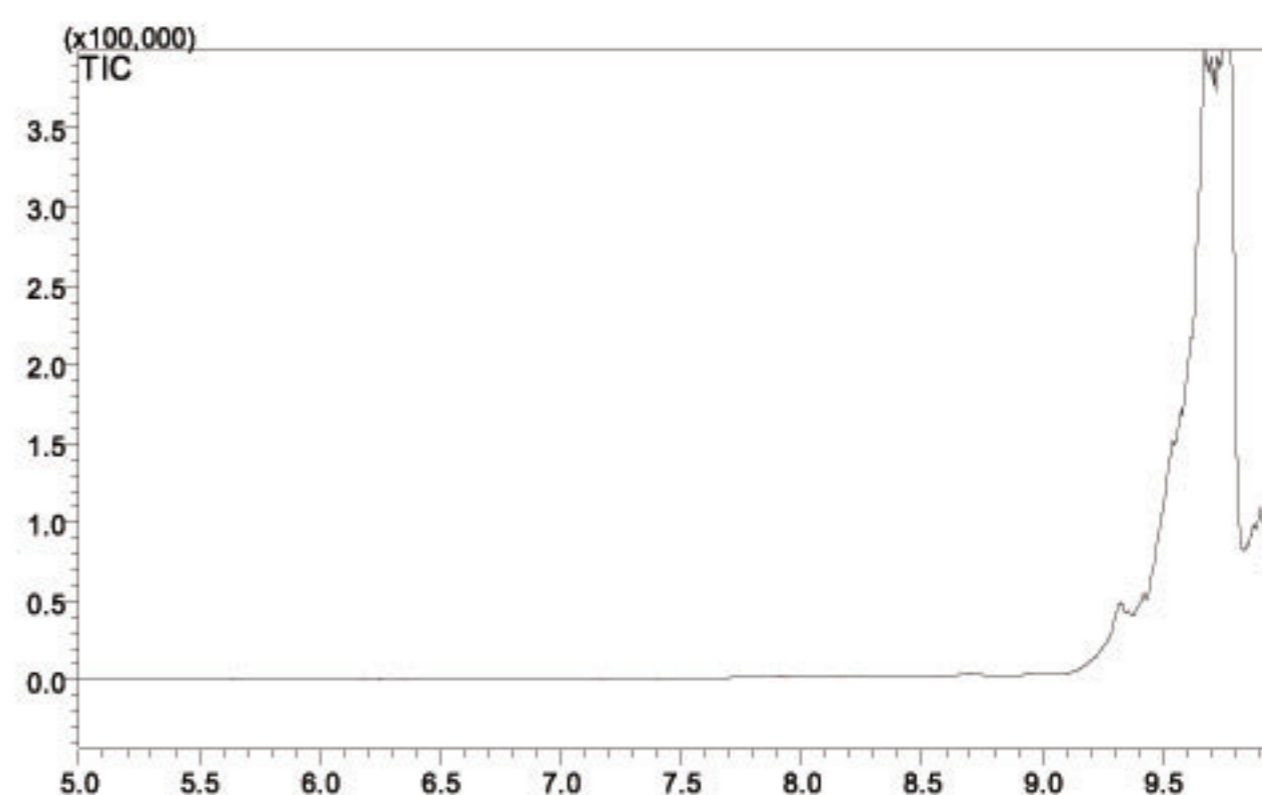


图8 空白样品TIC图

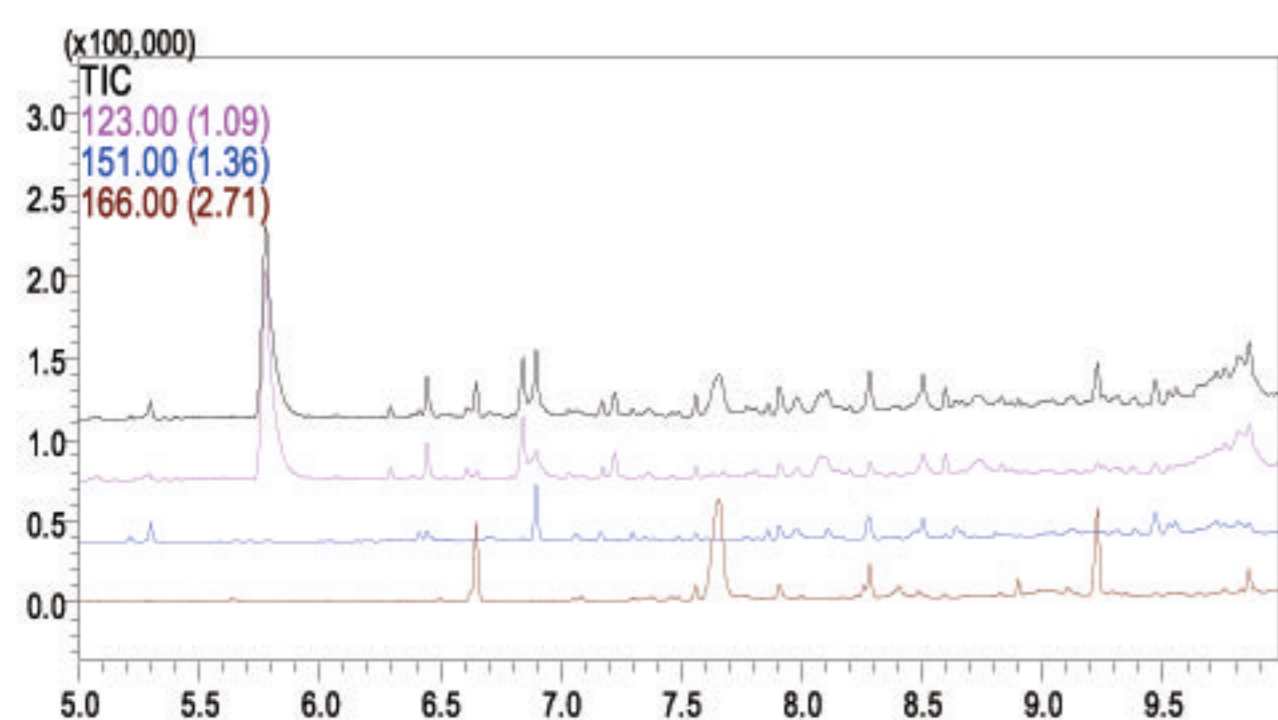


图9 炸薯条样品TIC图

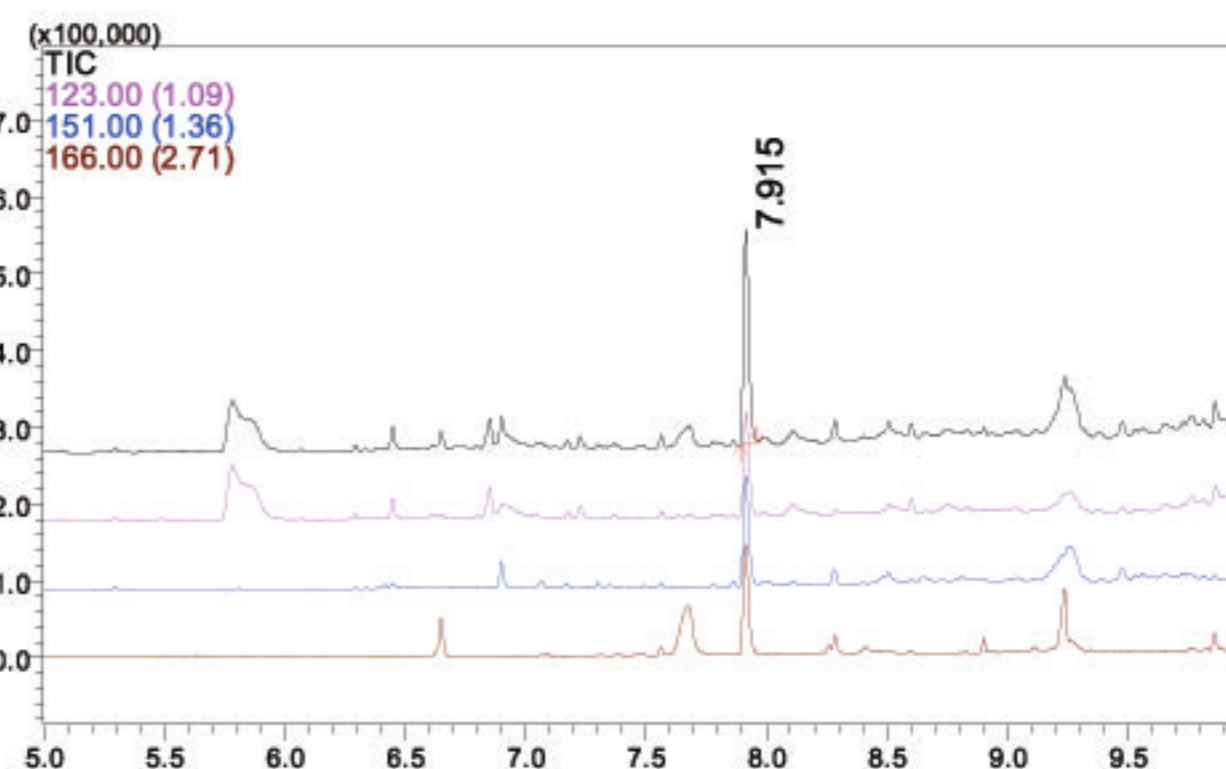


图10 炸薯条样品添加TIC图

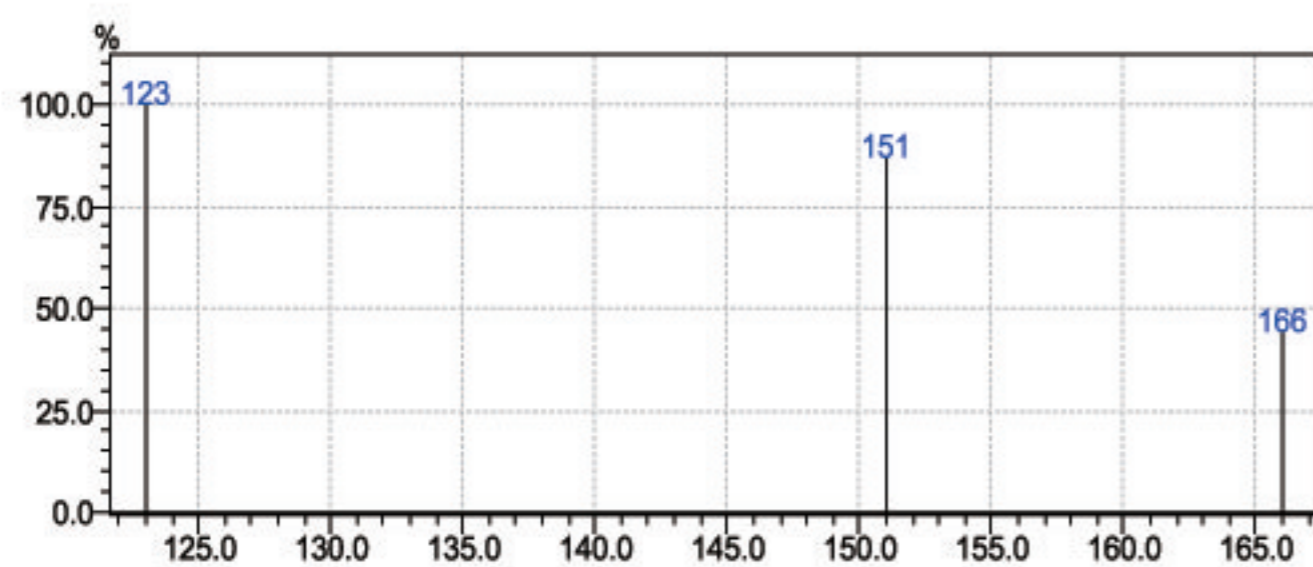


图11 炸薯条样品添加质谱图

标准添加量为 $1 \mu\text{g/mL}$ ，定量浓度为 $0.86 \mu\text{g/mL}$ ，回收率为86%。

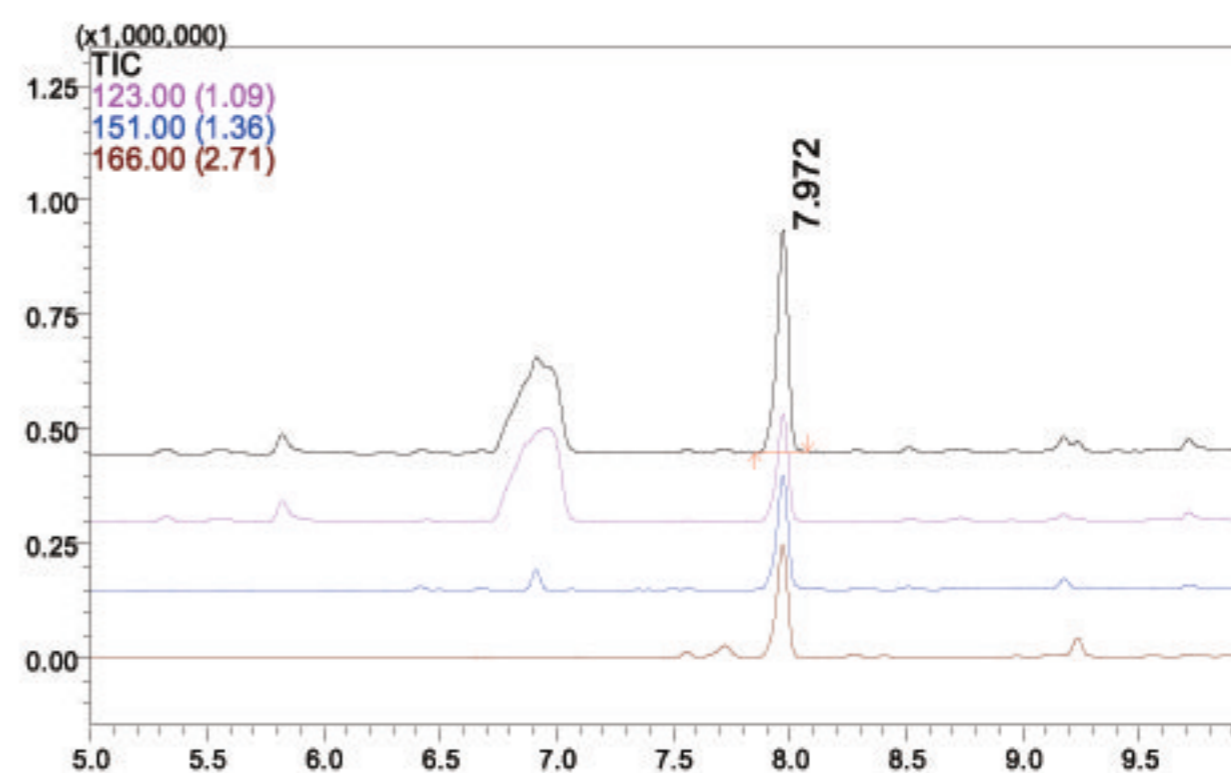


图12 炸鸡样品TIC图

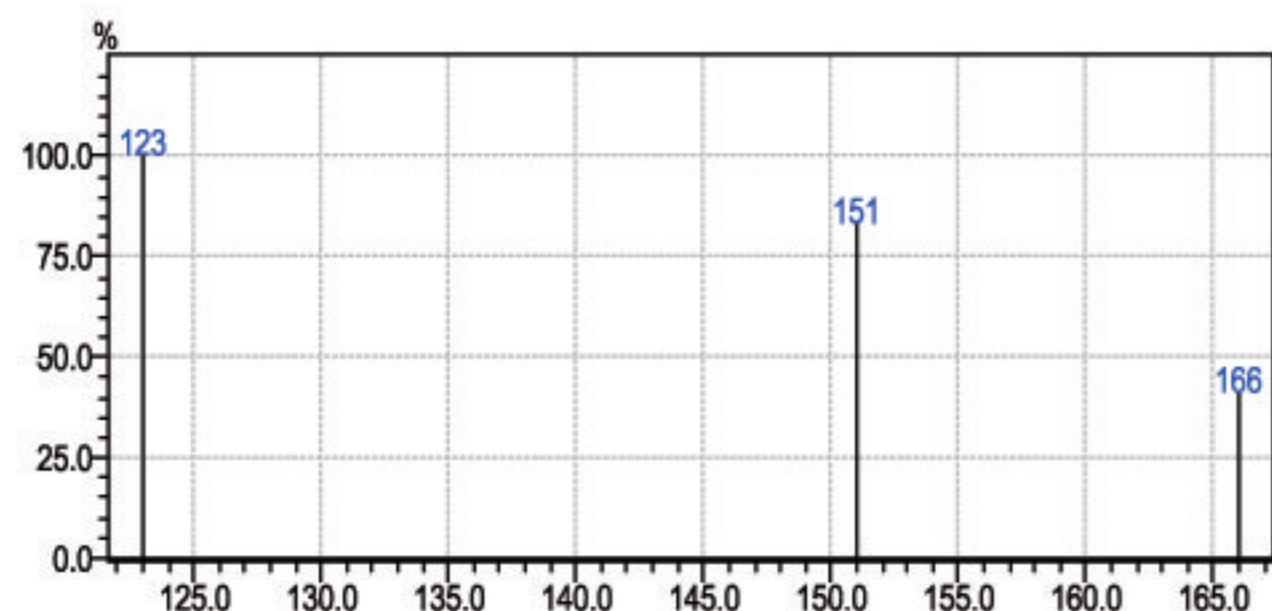


图13 炸鸡样品质谱图

炸鸡样品结果为 0.71mg/kg 。

■ 结论

本方法操作简便，适用于各类食品中特丁基对苯二酚的测定。使用GCMS检测，可以有效排除样品基质对目标化合物的干扰，定性、定量更为准确。本方法检测灵敏度高，回收率为86%，方法检出限为 0.001mg/kg 。