

# HPLC 测定植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚的含量

LC-409

**摘要：** 本文利用岛津 Prominence Plus 高效液相色谱仪，建立了植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚含量的检测方法。在 2.0~500.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，线性关系良好，相关系数  $r$  为 0.9995。对 5.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准溶液进行 6 次重复性测试，峰面积和保留时间的相对标准偏差分别为 0.47% 和 0.40%。在加标回收试验中，回收率在 94.04%~106.08% 之间，RSD 在 0.95%~2.04% 之间。该方法适用于植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚含量的测定。

**关键词：** 高效液相色谱仪 植物油 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚

## 技术特点：

- ❖ 植物油脂主要是非极性成分，采用更高比例甲醇作为流动相有利于避免非极性化合物残留对样品检测的影响
- ❖ 适用于各种植物油脂中 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚的测定

油菜、花生、大豆等是我国重要的油料作物，富含天然生物活性多酚，如芥子酸、芥子碱、白藜芦醇等。据报道，2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚（又称菜籽多酚或 Canolol）是由芥子酸在高温高压下脱羧产生，具有很强的抗氧化、抗诱变和抗肿瘤等生理活性，拥有非常重要的医药和营养价值，其含量检测主要使用高效液相色谱法进行测定。植物油的传统精炼工艺，易造成 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚的损失。通过高效液相色谱法可以对生产过程中 2,6-

二甲氧基-4-乙 烯基苯酚含量变化进行监控，从而有助于研发适宜的加工技术，改善植物油的营养品质和氧化稳定性。

本文参照 NY/T 4305-2023 《植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚的测定 高效液相色谱法》，利用岛津高效液相色谱仪 Prominence Plus LC-20A，建立植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙 烯基苯酚的测定方法，供相关人员参考。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本文使用岛津 Prominence Plus LC-20AT 高效液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20Alite	脱气机：	DGU-20A5R
输液泵：	LC-20AT	柱温箱：	CTO-20A
自动进样器：	SIL-20AXR	检测器：	SPD-20A
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.117		

### 1.2 分析条件

液相色谱条件如下：

色谱柱：	ShimNexCS C18 (250 mm x 4.6 mm I.D., 5 $\mu\text{m}$ , 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 380-01230-01)		
流动相：	A-1% 乙酸水; B- 甲醇		
进样体积：	10 $\mu\text{L}$	柱温：	35 $^{\circ}\text{C}$
流速：	1.0 mL/min	检测波长：	270 nm
洗脱方式：	B 相初始浓度为 65%，洗脱程序见表 1。		

表1 梯度洗脱程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
10	泵	B Conc.	100
20	泵	B Conc.	100
22	泵	B Conc.	65
32	控制器	Stop	65

### 1.3 样品前处理

参考 NY/T 4305-2023 《植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的测定 高效液相色谱法》处理方式，流程见图 1。

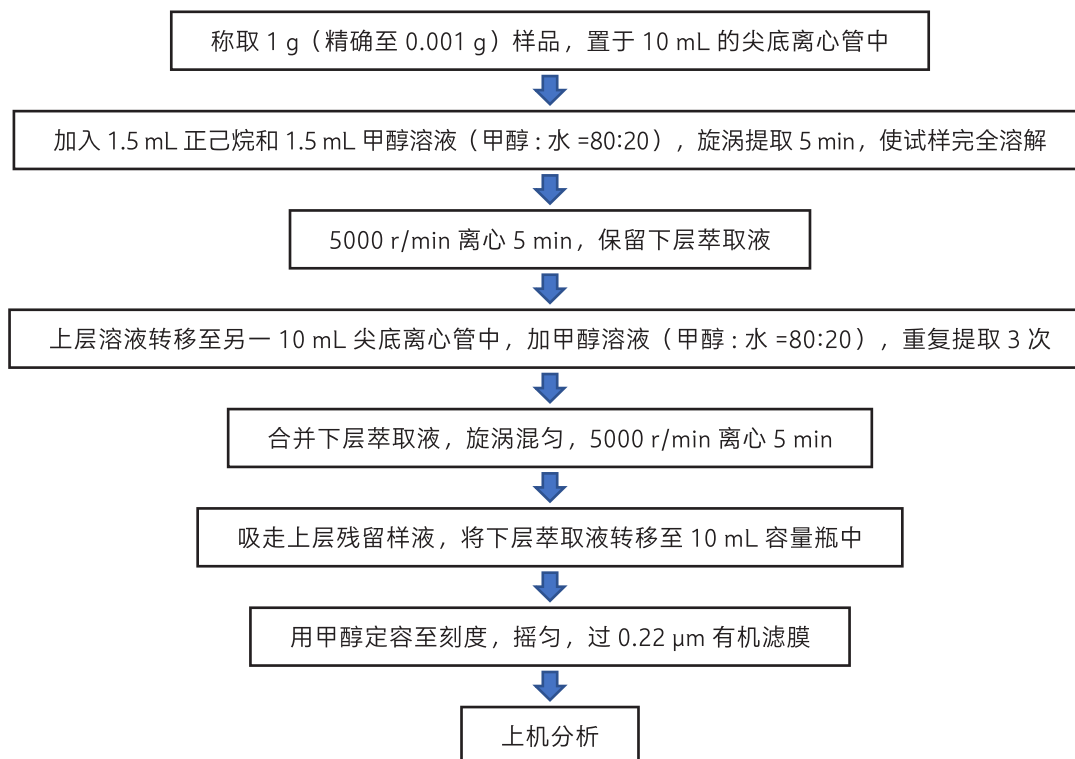


图1 样品前处理流程

### 1.4 标准溶液配制

**标准储备液:** 称取 10.0 mg (精确至 0.1 mg) 的 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准物质 (纯度 ≥98%) 于 10 mL 棕色容量瓶中, 用适量甲醇溶解并定容至刻度, 混匀, 得到 1.0 mg/mL 的标准储备液。-20℃避光保存。

**标准工作溶液:** 取 8 个 1.5 mL 样品瓶, 用微量移液器依次加入 2.0 μL、5.0 μL、10.0 μL、20.0 μL、50.0 μL、100.0 μL、200.0 μL、500.0 μL 标准储备液, 分别用甲醇补加至 1.0mL, 拧上盖子, 充分混匀, 得浓度为 2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100.0 μg/mL、200.0 μg/mL、500.0 μg/mL 的标准工作溶液。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品色谱图

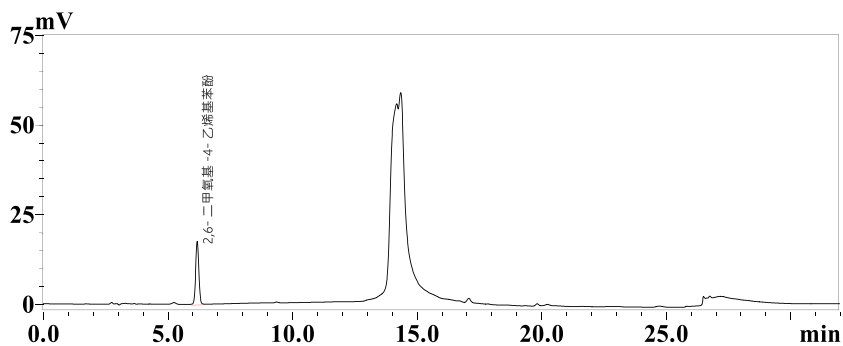


图 2 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准溶液色谱图 (5.0 µg/mL)

表 2 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚信息表

化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚	2,6-dimethoxy-4-vinylphenol	28343-22-8	6.198

### 2.2 校准曲线

取 1.4 配制得到的 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准工作溶液分别进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，以外标法绘制校准曲线。结果显示，在 2.0~500.0 µg/mL 范围内，线性相关系数  $r$  为 0.9995，线性关系良好，见图 3。测试 5.0 µg/mL 标准工作溶液，得检出限 ( $S/N=3$ ) 为 0.01 µg/mL，定量限 ( $S/N=10$ ) 为 0.04 µg/mL。

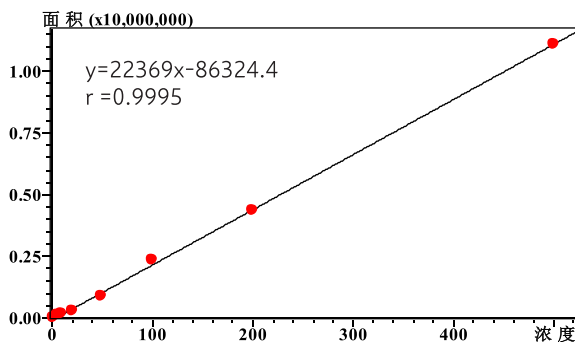


图 3 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准曲线

### 2.3 重复性实验

对 5.0 mg/L 的标准工作溶液，进行连续 6 次平行测定，考察重复性，其峰面积 RSD 为 0.47%、保留时间 RSD 为 0.40%。

### 2.4 样品测定和加标回收率考察

随机抽取市售玉米胚芽油、花生油和菜籽油各 1 瓶，按照 1.3 样品前处理制备得到样品溶液，测定其 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的含量，同时对该菜籽油样品分别进行 50 mg/kg、500 mg/kg 和 2000 mg/kg 浓度加标，色谱图如图 4 所示，测定结果见表 3。结果显示：玉米胚芽油、花生油和菜籽油样品中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚含量分别为 39.15 mg/kg、39.28 mg/kg 和 164.59 mg/kg，其中菜籽油加标回收率在 94.04%~106.08% 之间。

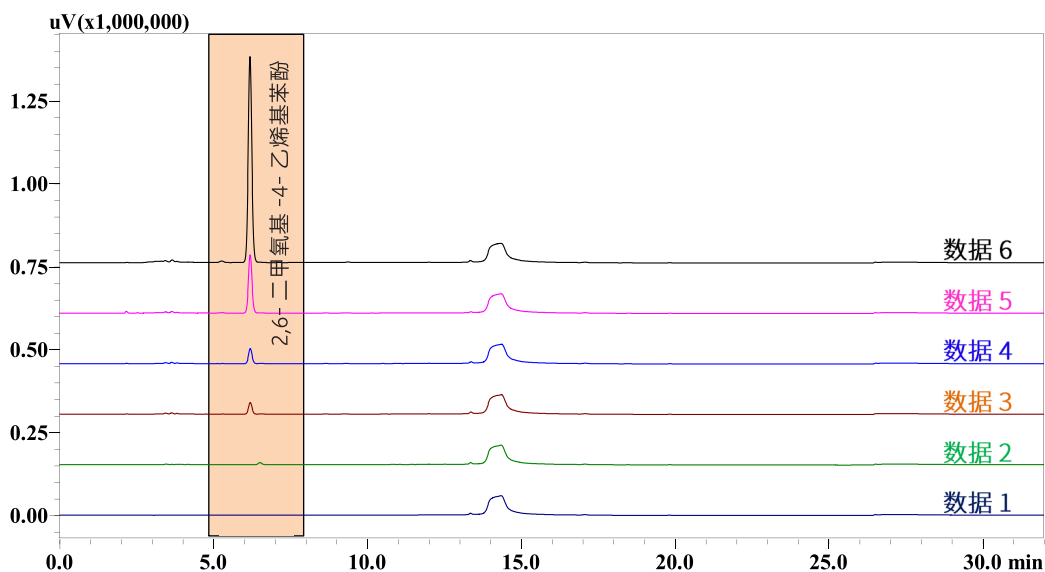


图 4 玉米胚芽油、花生油和菜籽油样品及菜籽油加标样品色谱图  
(数据 1: 玉米胚芽油样品; 数据 2: 花生油样品; 数据 3: 菜籽油样品; 数据 4: 菜籽油加标 50 mg/kg 样品;  
数据 5: 菜籽油加标 500 mg/kg 样品; 数据 6: 菜籽油加标 2000 mg/kg 样品)

表 3 样品测试结果与菜籽油加标实验结果 (n=3)

样品名称	试样重量 (g)	实测浓度 (µg/mL)	试样含量 (mg/kg)	加标 50 mg/kg		加标 500 mg/kg		加标 2000 mg/kg	
				平均回收率 (%)	RSD%	平均回收率 (%)	RSD%	平均回收率 (%)	RSD%
菜籽油	1.007	16.574	164.59	94.04	1.27	102.15	0.95	106.08	2.04
玉米胚芽油	1.025	4.013	39.15	—	—	—	—	—	—
花生油	1.016	3.991	39.28	—	—	—	—	—	—

## ■ 结论

本文采用 Prominence Plus LC-20AT 高效液相色谱仪建立了植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的测定方法。该方法目标峰与杂质峰分离良好, 干扰小。重复性测试和回收率试验结果表明, 该方法回收率高, 重现性好, 可用于植物油中的 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚含量的测定, 为相关生产企业和检测机构提供参考。

岛津应用云

