

GB 5009.32-2006 食品安全国家标准

食品中 9 中抗氧化剂的测定 第三法 气相色谱-质谱法

简介

抗氧化剂是指能防止或延缓食品成分氧化变质的一类食品添加剂，广泛添加于食用油和含油食品中，用于延长储存期。抗氧化剂主要分为天然抗氧化剂和化学合成类抗氧化剂。目前仅有维生素 E、茶多酚和去甲二氢愈创木酸等少数几种天然抗氧化剂被我国卫生部门批准使用。而合成抗氧化剂由于价格低廉，被使用广泛，常用的有丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)、特丁基对苯二酚(TBHQ)、没食子酸丙酯等，这些化合物与游离自由基能生成稳定低能量共振杂化物，阻断油脂自动氧化链式反应机制，具有很强的抗氧化性能。目前我国国标《GB2760-2011 食品安全国家标准食品添加剂使用标准》中对 BHA、BHT 和 TBHQ 限量使用，其含量均不得高于 0.2g/kg(以油脂中含量计算)。过多使用将对人体肝、脾、肺等均有不利影响，长期服用，有可能导致肝癌等癌症的产生。

本方法使用 **FULI-CHROMATEC Crystal 9000 GC/MS** 测定食品中抗氧化剂。参考参考《GB5009.32-2016 食品中抗氧化剂的检测》第三法气相色谱-质谱法标准处理样品，从抗氧化剂的线性，重现性，灵敏度，表明该仪器配置具有优异的检测性能，完全可以满足方法要求。



图 1 FULI-CHROMATEC Crystal 9000GC/MS 外观图

仪器条件

仪器：FULI-CHROMATEC Crystal 9000 GC/MS（浙江福立分析仪器股份有限公司）
色谱柱：DB-5MS，长 30m，内径 0.25mm，膜厚 0.25 μ m，固定相 5%苯基-甲基聚硅氧烷。

气相色谱条件

进样口：230 $^{\circ}$ C
进样方式：不分流进样，1 分钟后开阀
柱箱温度：70 $^{\circ}$ C \rightarrow 10 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 200 $^{\circ}$ C \rightarrow 10 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 280 $^{\circ}$ C
柱流量：1.0ml/min
进样量：1.0 μ l

质谱条件

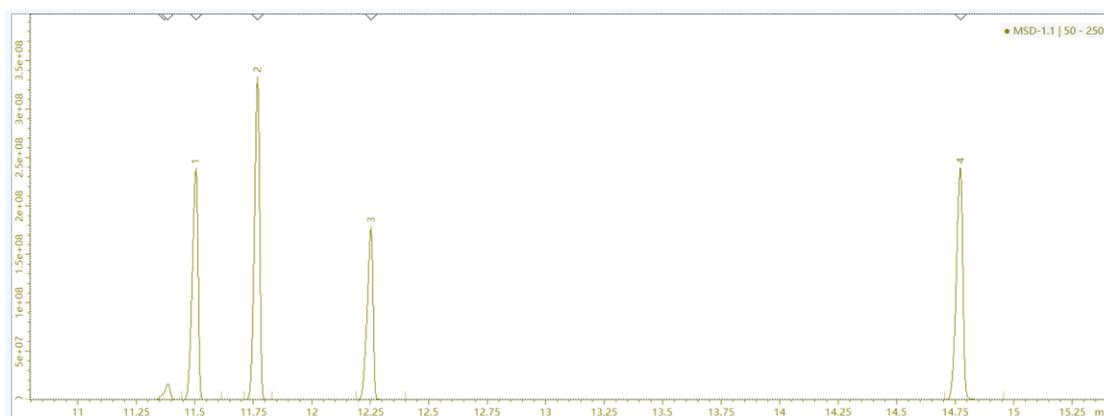
扫描方式：全扫描或选择离子扫描（SCAN/SIM）
扫描范围：50~250amu
离子源温度：230 $^{\circ}$ C
传输线温度：280 $^{\circ}$ C
离子能量：70eV

校准曲线的绘制

取 8 个 1ml 样品瓶，配置浓度为 1ppm、2ppm、5ppm、10ppm、20ppm、50ppm、100ppm、200ppm，外标法定量。

结果

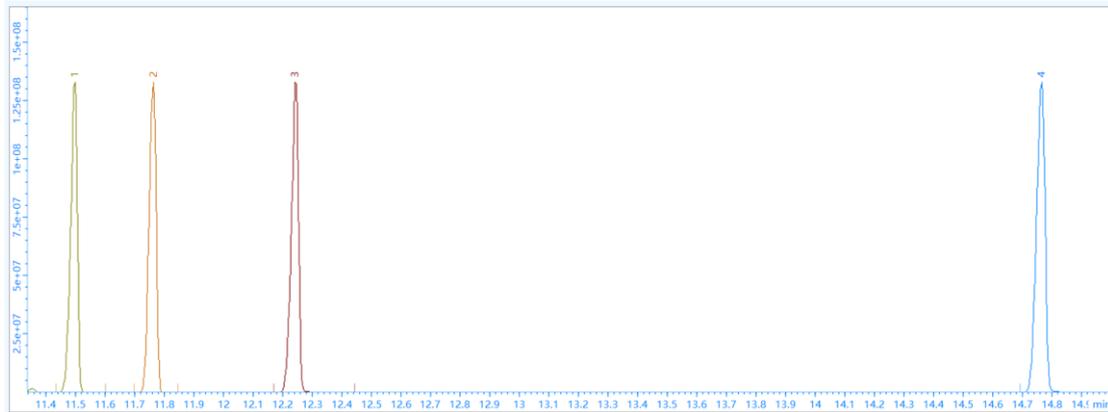
- 1、根据仪器的运行条件，得到 50ppm 4 种抗氧化剂在 SCAN 模式下的总离子流图，如图 2 所示。



1-BHA; 2-BHT; 3-TBHQ; 4-Ionox-100

图 2 50ppm 4 种抗氧化剂标准物质在 SCAN 模式下的总离子流图

- 2、根据仪器的运行条件，得到 50ppm 4 种抗氧化剂的 SIM 图，如图 3 所示。



1-BHA; 2-BHT; 3-TBHQ; 4-Ionox-100

图 3 50ppm 4 种抗氧化剂标准物质的 SIM 图

3、根据仪器的运行条件，5ppm 硝基苯标准溶液重复测定 7 次的谱图叠加，如图 4 所示。

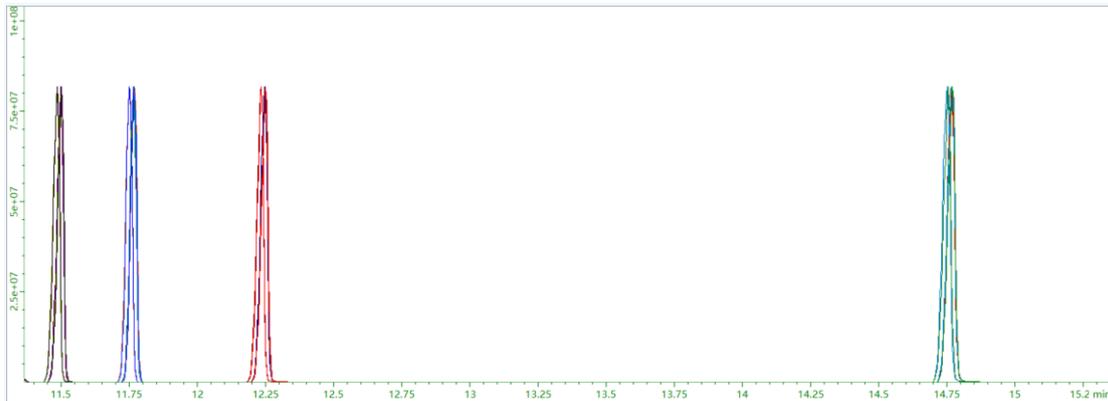


图 4 5ppm 硝基苯重复测定 6 次的谱图叠加

表 1 1 μ g/mL 标液检出限数据

目标化合物	检出限/mg/kg
BHA	0.12
BHT	0.12
TBHQ	0.10
Ionox-100	0.14

表 2 5 μ g/mL 标液重复测定数据

组分名	保留时间 RSD/%	峰面积 RSD/%	峰高 RSD/%
BHA	0.062	3.846	3.022
BHT	0.077	2.570	2.401
TBHQ	0.059	2.969	4.036
Ionox-100	0.051	2.514	3.061

4、使用校准溶液依次进样，得到各组分的出峰顺序，标准曲线和线性回归系数如下表 3 所示。

表 3 各组分出峰顺序, 标准曲线和线性回归系数

目标化合物	保留时间 (min)	线性方程	标准曲线线性相关系数 (R ²)
BHA	11.486	$Y = 2.609e-07 \cdot X$	0.999
BHT	11.749	$Y = 2.841e-07 \cdot X$	0.994
TBHQ	12.235	$Y = 2.868e-07 \cdot X$	0.999
Ionox-100	14.750	$Y = 3.452e-07 \cdot X$	0.998

小结

FULL-CHROMATEC Crystal 9000GC/MS 测定食品中 4 种抗氧化剂, 方法稳定可靠, 目标物线性范围良好, 灵敏度较高, 有很好的重现性, 能够对样品进行准确定量。