

ICS 67.050
B20

团体标准

T/ NAIA XXX—2025

食用油中三种抗氧化剂的测定 气相色谱法

Determination of Three Antioxidants in Edible Oils by
Gas Chromatography Method

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》规定编写。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监督管理总局重点实验室（枸杞及葡萄酒质量安全））、宁夏职业技术学院、宁夏回族自治区畜牧工作站、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：张瑶、郭阳、蒋秋斐、王泽岚、张赫宇、张卢燕、艾琦、王琛、刘迎、顾亚荣、吴明、吕毅、马桂娟、张小飞。

本文件于 2025 年 XX 月 XX 日首次发布。

食用油中三种抗氧化剂含量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了食用油中三种抗氧化剂含量的测定（叔丁基对苯二酚（TBHQ）、叔丁基对羟基茴香醚（BHA）、2,6-二叔丁基对甲基苯酚（BHT））的气相色谱法。

本文件适用食用油中三种抗氧化剂含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品中的抗氧化剂用有机溶剂提取，用气相色谱氢火焰离子化检测器检测，采用保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为色谱纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 环己烷：色谱纯。

5.1.2 乙酸乙酯：色谱纯。

5.1.3 乙腈：色谱纯。

5.1.4 乙酸乙酯和环己烷混合溶液（1+1）：量取 50mL 乙酸乙酯和 50mL 环己烷混匀。

5.2 标准品

三种抗氧化剂标准品名称、化学分子式、CAS 号和纯度见附表 A。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液（1.0mg/mL）：分别准确称取三种抗氧化剂标准物质适量，用乙酸乙酯和环己烷混合溶液（（5.1.4）溶解并定容至50.0mL容量瓶中，于4℃冰箱避光保存，保存期限为3个月。

5.3.2 混合标准工作溶液：吸取标准储备液0.1mL、0.5mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL于一组10mL 容量瓶中，用乙酸乙酯和环己烷混合溶液定容，此标准系列的浓度为10.0μg/mL、

50.0 μ g/mL、100.0 μ g/mL、200.0 μ g/mL、300.0 μ g/mL、400.0 μ g/mL、500.0 μ g/mL,现用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪(GC):配氢火焰离子化检测器(FID)。

6.2 天平: 感量 0.00001g 和 0.01g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 高速冷冻离心机: 最大转速 9000r/min。

6.5 旋转蒸发器

7 分析步骤

7.1 试样制备

液体样品混合均匀,取有代表性试样,密封保存。

7.2 试液的提取与净化

7.2.1 试液的提取

称取 1.0g (精确至 0.1g) 样品于 50 mL 具塞离心管中,加入 3 mL 乙腈饱和的正己烷溶解样品,涡旋混合 1min,加入 4mL 正己烷饱和的乙腈溶液涡旋提取 2min,静置 10min 分层,收集乙腈层于另一试管中,再重复使用 3mL 正己烷饱和的乙腈溶液提取 2 次,合并 3 次提取液氮吹至近干,用 2.0mL 乙酸乙酯:环己烷(1:1, V/V)定容,供气相色谱测定。BHA、BHT、TBHQ 混合基质工作曲线的空白基质加标样品按上述相同步骤处理,供气相色谱测定。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱: 5%苯基-甲基聚硅氧烷毛细管柱, 0.25mm \times 30m, 或性能相当。
- b) 进样口温度: 220 $^{\circ}$ C。
- c) 进样量: 1 μ L, 不分流进样。
- d) 载气流速: 1 mL/min。
- e) 检测器温度: 250 $^{\circ}$ C。
- f) 程序升温: 初始柱温 80 $^{\circ}$ C, 保持 1 min, 以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 250 $^{\circ}$ C, 保持 5min。

7.4 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入气相色谱仪中,测定相应的抗氧化剂,以标准工作液的浓度为横坐标,以响应值(峰面积)为纵坐标,绘制标准曲线,BHA、BHT、TBHQ 三种抗氧化剂的标准溶液气相色谱图见附录。

7.4 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱仪中,测得峰面积,以保留时间定性。根据标准曲线得到待测液中各目标化合物的浓度。

8 分析结果的表述

试样中 BHA、BHT、TBHQ 含量按式 (1) 进行计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \quad (1)$$

式中:

X ——试样中各种化合物含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

c ——由标准曲线计算出的试样溶液浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

V ——试样溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试样质量, 单位为克 (g)。

计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 其他

当称样量为 5.0g 时, 叔丁基对苯二酚 (TBHQ)、叔丁基对羟基茴香醚 (BHA)、2,6-二叔丁基对甲基苯酚 (BHT)定量限均为 5mg/kg。

附录 A
(资料性附录)

表 A.1 三种抗氧化剂标准品名称、化学分子式和 CAS 号

| 序号 | 名称 | 化学分子式 | CAS 号 | 纯度 |
|----|-------------------------|-------------------|-----------|------|
| 1 | 叔丁基对苯二酚 (TBHQ) | $C_{10}H_{14}O_2$ | 1948-33-0 | >99% |
| 2 | 叔丁基对羟基茴香醚 (BHA) | $C_{11}H_{16}O_2$ | 246-563-8 | >99% |
| 3 | 2,6-二叔丁基对甲基苯 酚 (BHT) | $C_{15}H_{24}O$ | 128-37-0 | >98% |

附录 B
(资料性附录)

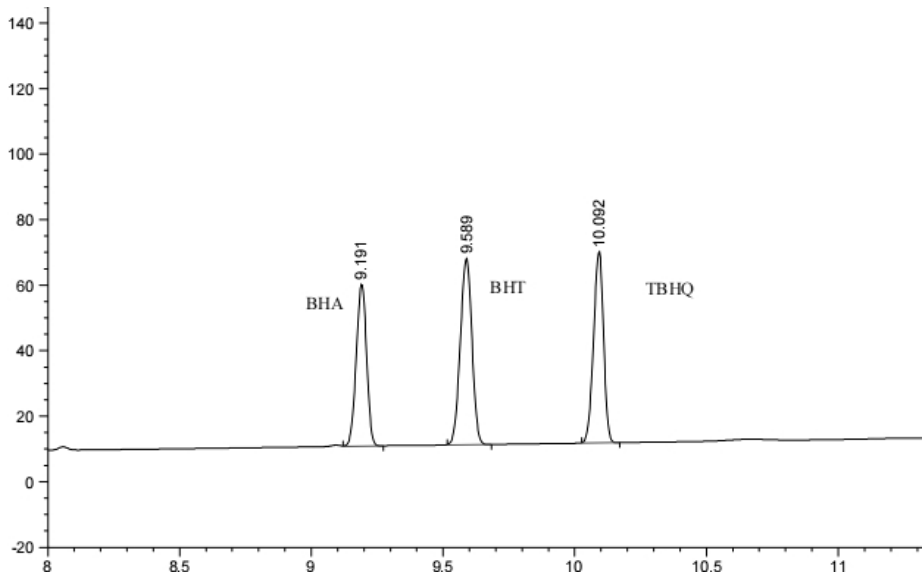


图 B.1 三种抗氧化剂标准溶液气相色谱图