



## 辣条中 8 种抗氧化剂的分析方法

### 应用及技术服务部

**摘要：**本实验采用固相萃取结合高效液相色谱的方法，建立了辣条中 8 种抗氧化剂（PG、TBHQ、NDGA、BHA、Ionox-100、OG、BHT、DG）的检测方法。样品经乙腈提取，Cleanert S C18-N 固相萃取柱净化，Venusil XBP C18（L）色谱柱（4.6 × 250 mm，5 μm，150 Å）分离，0.5% 甲酸水溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱，外标法进行定量。结果表明，8 种抗氧化剂添加量为 PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg 时，回收率在 85%~105 % 之间，能够满足检测要求。

**关键词：**抗氧化剂；Venusil XBP C18（L）色谱柱；Cleanert S C18-N

### 前言

食品抗氧化剂是能阻止或延缓食品氧化变质、提高食品稳定性和延长贮存期的食品添加剂。氧化反应不仅会使食品中的油脂变质，而且还会使食品退色、变色和破坏维生素等，从而降低食品的感官质量和营养价值，甚至产生有害物质，引起食物中毒。

由于合成抗氧化剂化学性质稳定，价格比较优惠且有较好的效果，在预防脂质氧化的方法中，往往被优先考虑，一般使用的合成抗氧化剂有 BHA、BHT、TBHQ 等。

然而由于这些抗氧化剂不是食品成分之一，而且在食品工业中存在很多违规操作，抗氧化剂的添加往往超出规定的标准，越来越多的研究表明：人工合成的抗氧化剂有一定的毒副作用，有害人们的身心健康，因此对食品中合成抗氧化剂的测定显得尤为重要。

本实验建立了高效液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂的方法。



## 实验部分

### 仪器、试剂与材料

#### 主要仪器设备

高效液相色谱仪（紫外检测器）；  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

#### 试剂材料

乙腈、甲醇为色谱纯；实验用水为超纯水，8种抗氧化剂标准品及化学式，CAS号见表1；

表1.食品中8种抗氧化剂中文与英文名称、CAS号

序号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
2	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
3	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
4	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
6	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
8	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

一次性无菌注射器；Nylon 针式过滤器 (0.22  $\mu\text{m}$ ，直径 13 mm) ；

Cleanert S C18-N 固相萃取柱：2000 mg/12 mL

### 样品制备

#### 样品提取

称 1 g 样品至 50 mL 离心管中，加 5 mL 乙腈饱和的正己烷溶液，震荡 2 min，超声 10 min，加入 5mL 饱和氯化钠溶液，用 5mL 正己烷饱和的乙腈溶液涡旋 2min，3000 r/min 离心 5 min，收集乙腈层至鸡心瓶中，再重复用 5mL 正己烷饱和的已经溶液提取 2 次，合并乙腈层。

#### 样品净化

先将小柱用 5 mL 甲醇，5 mL 乙腈活化平衡，然后将待净化液上 SPE 柱，收集流出液，再用 10 mL 乙腈：甲醇=2：1（V/V）进行淋洗，并收集洗脱液，



40℃蒸干，用 1 mL 乙腈溶解残留物，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测。

## 实验条件

### 液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)，5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm

流动相：A: 0.5% 甲酸水溶液；B: 甲醇；流速：1 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

检测波长：280 nm

流动相梯度见表2：

表2. 流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	40	60
15	30	70
25	0	100
30	0	100
31	40	60
35	40	60



## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知，采用固相萃取结合液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂，辣条基质加标回收率 85% ~ 105%，能够满足检测标准要求。

表 3.辣条中 8 种抗氧化剂加标回收实验结果

物质名称	保留时间/min	添加水平	回收率	CV
		/mg/kg	/%	/%
PG	4.434	129	95.3	4.6
TBHQ	6.021	121	90.7	4.8
NDGA	11.233	119	99.4	4.8
BHA	12.934	240	99.9	5.1
Ionox-100	17.732	181	104.6	4.2
OG	20.762	117	96.1	5.2
BHT	26.486	155	86.9	8.4
DG	26.741	147	88.0	6.4

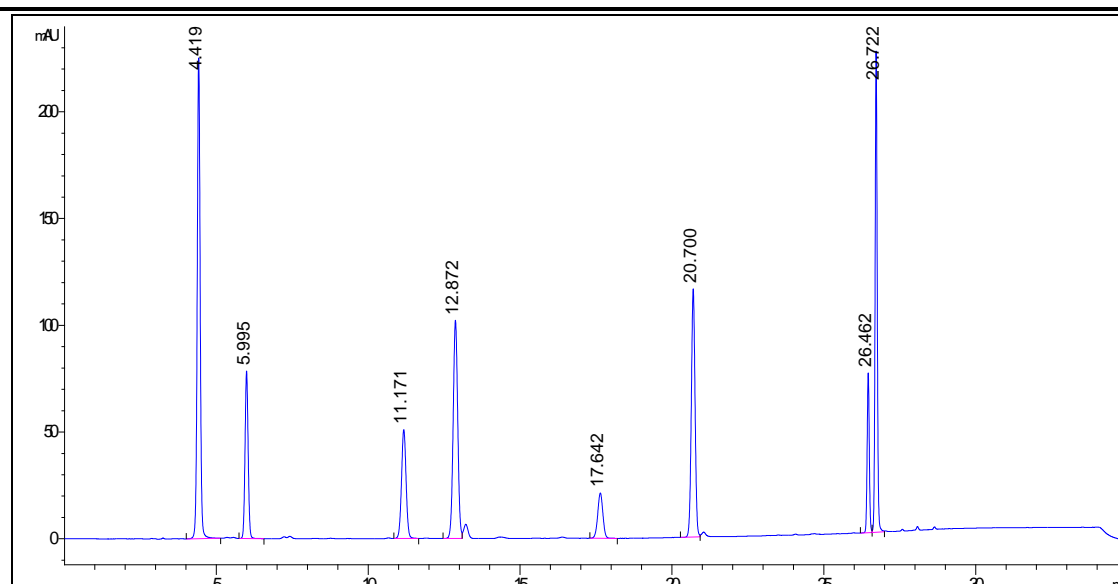


图1. 8种抗氧化剂标准溶液液相色谱图

(标准浓度: PG: 129  $\mu\text{g/mL}$ 、TBHQ: 121  $\mu\text{g/mL}$ 、NDGA: 119  $\mu\text{g/mL}$ 、BHA: 240  $\mu\text{g/mL}$ 、  
Ionox-100: 181  $\mu\text{g/mL}$ 、OG: 117  $\mu\text{g/mL}$ 、BHT: 155  $\mu\text{g/mL}$ 、DG: 147  $\mu\text{g/mL}$ )

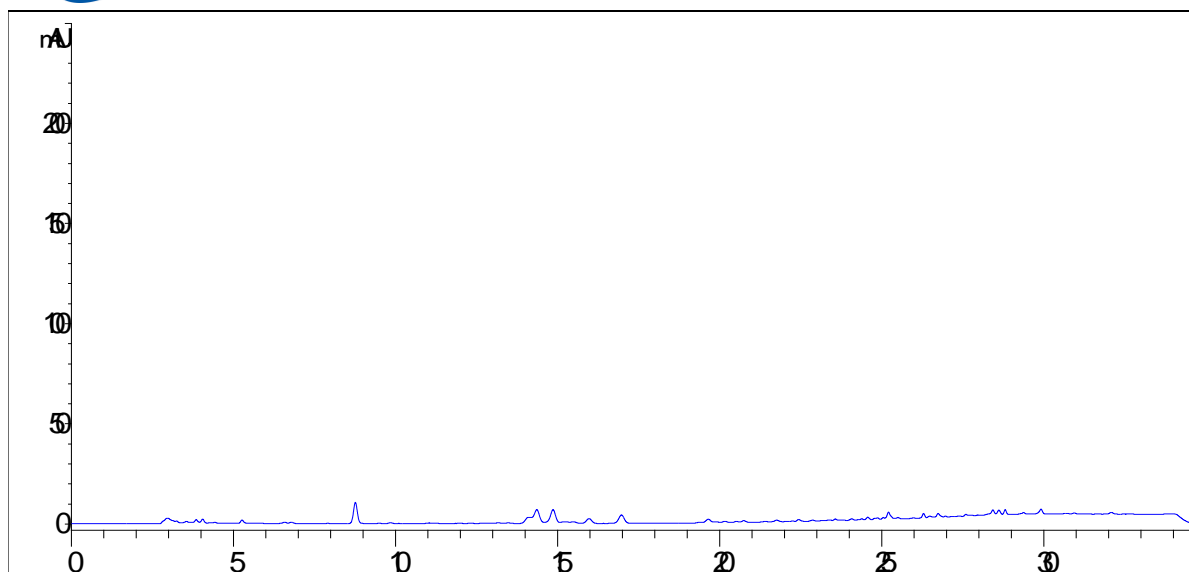


图2. 辣条基质空白液相色谱图

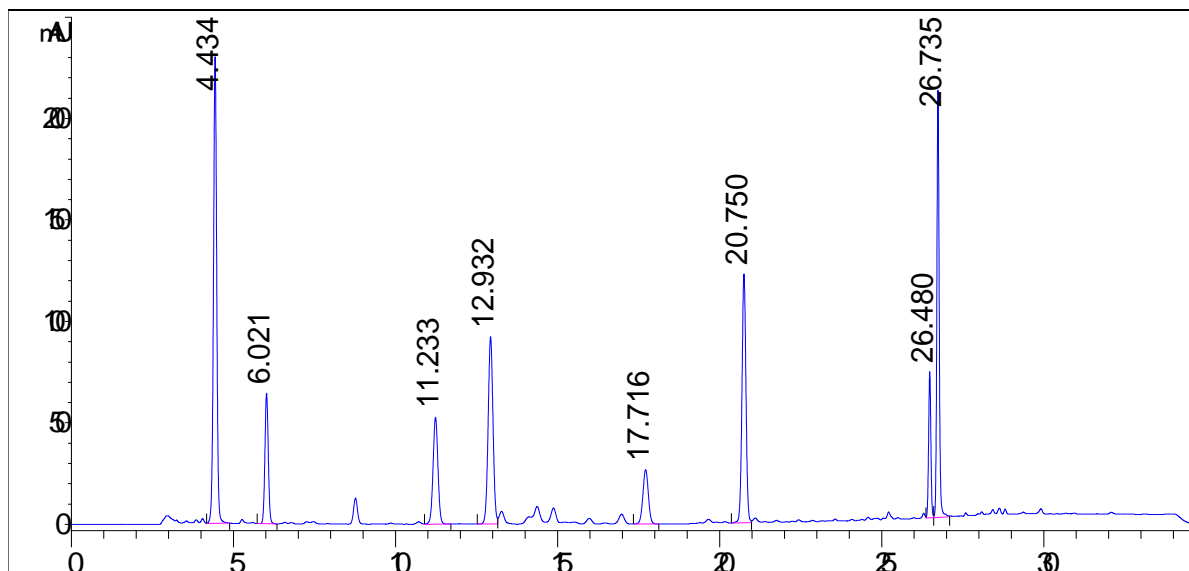


图3. 辣条基质加标液相色谱图

(加标浓度: PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、  
Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg)

## 结论

本实验建立了辣条中 8 种抗氧化剂的检测方法, 并结合高效液相色谱对辣条中 8 种抗氧化剂含量进行测定。对于加标量为 PG : 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg 的辣条样品, 8 种抗氧化剂回收率在 85% ~ 105% 之



间，符合实验要求。

### 附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
Venusil XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支	VX952505-L
Cleanert S C18-N	2000 mg/12 mL	20 支/包	S18200012N
Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台	SPE-40
15 位氮吹仪	15 位	1 台	NV15-M
保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支	SH-100
直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ ; 4.6 $\times$ 10 mm	4 支/包	VX950105-LS
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖，红色 橡胶/米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819
Nylon 针式过滤器	单膜，13 mm，0.22 $\mu\text{m}$	200/pk	AS021320
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML

关注微信，回复“315 专题”获取手机版

