

## 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1602—2008

### 植物油中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6- 二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚 (TBHQ)的测定 高效液相色谱法

Determination of butylated hydroxyanisole, butylated hydroxytoluene  
and tertiary butylhydroquinone content in vegetable oil  
High performance liquid chromatography

2008-05-16 发布

2008-07-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：农业部油料及制品质量监督检验测试中心、中国农业科学院油料作物研究所。

本标准主要起草人：张文、李培武、丁小霞、谢立华、胡乐华、汪雪芳、姜俊。

# 植物油中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚(TBHQ)的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定植物油中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚(TBHQ)含量的方法。

本标准适用于植物油中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚(TBHQ)含量的测定。

本方法检出限:TBHQ为1.0 mg/kg,BHA为1.0 mg/kg,BHT为0.5 mg/kg。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 15687 油脂试样制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法(GB/T 6682—1992,eqv ISO 3696—1987)

## 3 原理

样品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚(TBHQ)经甲醇提取纯化,反相 $C_{18}$ 柱分离后,用紫外检测器280 nm检测,外标法定量。

## 4 试剂

除非另有说明,均使用分析纯试剂和二级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙酸:色谱纯。

4.3 1 mg/mL混合标样储备液:取叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚(TBHQ)各100 mg用甲醇溶解并定量至100 mL。

4.4 流动相:流动相A为甲醇,流动相B为1%乙酸水溶液。

## 5 仪器和设备

5.1 分析天平,感量0.0001 g。

5.2 离心机,转速为3000 r/min。

5.3 旋涡混合器。

5.4 15 mL具塞离心管。

5.5 0.45  $\mu$ m有机相滤膜。

5.6 Nova-pak  $C_{18}$ 色谱柱(3.9 mm $\times$ 150 mm)。

5.7 高效液相色谱仪,带紫外检测器。

6 分析步骤

6.1 试样制备

按 GB/T 15687 制备样品。

6.2 试液的制备

准确称取植物油样约 5 g(精确至 0.001 g),置于 15 mL 具塞离心管中,加入 8 mL 甲醇(4.1),旋涡混合 3 min,放置 2 min,以 3 000 r/min 离心 5 min,取出上清液于 25 mL 容量瓶中,残余物每次用 8 mL 甲醇(4.1)提取 2 次,清液合并于 25 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1)定容,摇匀,经 0.45 μm 有机相滤膜过滤,滤液待液相色谱分析。

6.3 色谱分析

取 1 mg/mL 混合标样储备液(4.3),用甲醇(4.1)稀释至 10 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、150 μg/mL、200 μg/mL、250 μg/mL 标准使用液连同样品依次进样,进行液相色谱检测,建立工作曲线。

色谱条件:流速 0.8 mL/min,进样量 10 μL,柱温为室温,检测器波长 280 nm。流动相 A 为甲醇,流动相 B 为 1%乙酸水溶液,梯度见表 1。

表 1 洗脱梯度

时间, min	流动相 A, %	流动相 B, %	流量, mL/min
0	40	60	0.8
7.5	100	0	0.8
11.5	100	0	0.8
13.0	40	60	0.8
15.0	40	60	0.8

7 分析结果的表述

样品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)或特丁基对苯二酚(TBHQ)含量测定结果数值以毫克每千克表示(mg/kg),按公式(1)计算:

$$X_i = A_i \times \frac{V_1 \times D}{V_2} \times \frac{1000}{M} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$ ——样品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)或特丁基对苯二酚(TBHQ)含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_i$ ——将样品分析所得峰面积代入工作曲线,计算所得进样体积样品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)或特丁基对苯二酚(TBHQ)含量的数值,单位为微克(μg);

$V_1$ ——加入流动相体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——进样量的数值,单位为微升(μL);

$D$ ——样液的总稀释倍数;

$M$ ——样品质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留一位小数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

## 8.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的 15%,以大于这两个测定值的算术平均值的 15%的情况不超过 5%为前提。

附录 A  
(资料性附录)

叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)  
和特丁基对苯二酚(TBHQ)液相色谱图

叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚(TBHQ)的液相色谱分离图谱见图 A.1。

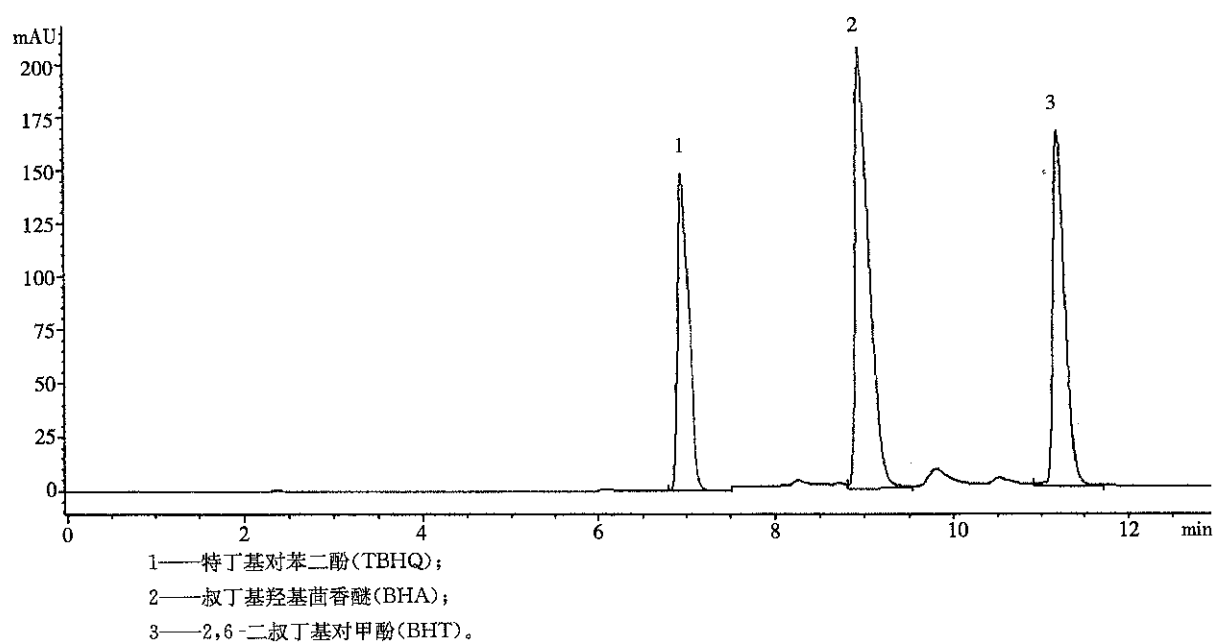


图 A.1 叔丁基羟基茴香醚(BHA)、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)和特丁基对苯二酚(TBHQ)液相色谱图