

# 食用植物油中4种合成抗氧化剂的 QuEChERS 预处理技术研究

朱蕊<sup>1,2</sup>, 薛斌<sup>1,2</sup>, 任兴发<sup>2,3</sup>

(1. 上海维乐希检测技术有限公司, 上海 201613; 2. 月旭科技(上海)股份有限公司, 上海 201613;

3. 上海理工大学 上海食品快速检测工程技术研究中心, 上海 200093)

**摘要:**为提高食用植物油中合成抗氧化剂相关检测工作的效率、便捷性和安全性,采用 QuEChERS 预处理技术,建立了同时从食用植物油中快速、高效提取,分离和净化没食子酸丙酯(PG)、叔丁基对苯二酚(TBHQ)、叔丁基对羟基茴香醚(BHA)和2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)4种合成抗氧化剂的样品预处理方法,以用于高效液相色谱的检测。样品先采用乙腈-乙酸乙酯溶液(体积比3:7)溶解并加入合成抗氧化剂专用提取吸附剂中静置,再加入萃取液(添加0.02 g/100 mL  $\alpha$ -硫辛酸作为保护剂)振荡提取1 min,离心后取上层混合提取液加入C18E净化吸附剂中振荡提取2 min 净化,离心分离后取上清液用高效液相色谱(配备二极管阵列检测器)对4种合成抗氧化剂含量进行测定,同时对色谱上样液中的油脂残留率进行测定。结果表明:4种合成抗氧化剂在1.0~100.0 mg/L 范围内线性关系良好,检出限均可达4.0 mg/kg。在10、30、200、300 mg/kg 4个不同加标水平的平均回收率为82.08%~102.99%,相对标准偏差(RSD)为0.80%~4.97%。抗氧化剂色谱上样液中的平均油脂残留率为0.0061 g/mL, RSD为4.81%。综上,建立的 QuEChERS 预处理技术具有操作简便快速、预处理效率高、结果准确性好、净化效果好等特点,适合食用植物油中4种合成抗氧化剂含量的检测与分析。

**关键词:** QuEChERS; 高效液相色谱; 合成抗氧化剂; 食用植物油

**中图分类号:** TS225.1; TQ646 **文献标识码:** A **文章编号:** 1003-7969(2024)12-0124-07

## QuEChERS pre-processing technology for detecting four synthetic antioxidants in edible vegetable oil

ZHU Rui<sup>1,2</sup>, XUE Bin<sup>1,2</sup>, REN Xingfa<sup>2,3</sup>

(1. Shanghai Weilexi Testing Technology Co., Ltd., Shanghai 201613, China; 2. Welch Materials(Shanghai),

Inc., Shanghai 201613, China; 3. Shanghai Engineering Research Center of Food Rapid Detection,

University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China)

**Abstract:** In order to improve the efficiency, convenience, and safety of the detection of synthetic antioxidants in edible vegetable oil, QuEChERS pre-processing technology was used to establish a sample pretreatment method for the rapid and efficient extraction, separation, and purification of four synthetic antioxidants from edible vegetable oil, namely propyl gallate (PG), *tert*-butyl hydroquinone (TBHQ), butyl hydroxyanisole (BHA), and butylated hydroxytoluene (BHT) for detection by high performance liquid chromatography. The sample was first dissolved in acetonitrile-ethyl acetate solution

收稿日期:2023-12-21;修回日期:2024-07-22

基金项目:上海市“科技创新行动计划”科学仪器和化学试剂项目(21142203200)

作者简介:朱蕊(1994),女,硕士,研究方向为食品检测及其样品预处理技术(E-mail)shmily340403@163.com。

通信作者:薛斌,高级工程师(E-mail)xuebin250@163.com。

(volume ratio 3:7) and added to a specialized extraction adsorbent for synthetic antioxidants. Then, the extraction solution(adding 0.02%  $\alpha$ -lipoic acid as a protective agent) was added for 1 min of oscillation extraction. After centrifugation, the upper layer of extraction solution was added to

the purification adsorbent of C18E for 2 min of oscillation. After centrifugation, the upper layer of clear liquid was taken and the content of four antioxidants was measured using a high performance liquid chromatography equipped with diode array detector. At the same time, the oil residue rate in the final extraction solution for chromatographic determination was measured. The results showed that the four antioxidants had a good linear relationship within the range of 1.0 – 100.0 mg/L, and the detection limits was 4.0 mg/kg. The spiked recovery rate at four different levels of 10, 30, 200 mg/kg and 300 mg/kg was 82.08% – 102.99%, and the relative standard deviation (RSD) was 0.80% – 4.97%. The average oil residue rate in the final extract solution of antioxidants was 0.0061 g/mL, with a RSD of 4.81%. In conclusion, this QuEChERS pre-processing technology established has the characteristics of simple and fast operation, high pretreatment efficiency, good accuracy of results, and good purification effect, and is suitable for the detection and analysis of four synthetic antioxidants in edible vegetable oils.

**Key words:** QuEChERS; high performance liquid chromatography; synthetic antioxidant; edible vegetable oil

为了延缓食用植物油氧化变质的速度,延长其储存期,通过添加脂溶性合成抗氧化剂是目前最有效的处理方法之一<sup>[1-2]</sup>。根据我国现行食品安全国家标准的规定<sup>[3]</sup>,目前共有4种合成酚类物质可作为合法的食品抗氧化剂,分别为没食子酸丙酯(PG)、叔丁基对苯二酚(TBHQ)、叔丁基对羟基茴香醚(BHA)和2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)。由于合成抗氧化剂的过量添加会造成一定的食品安全风险<sup>[4-5]</sup>,所以我国对这4种合成抗氧化剂在食品中的使用一直有严格的添加限量规定<sup>[3]</sup>。

目前食用植物油中合成抗氧化剂含量检测方法较多<sup>[6]</sup>,其中高效液相色谱(HPLC)法因适用范围广、重现性好等优点成为常用的抗氧化剂检测方法<sup>[7-8]</sup>。而样品预处理技术更是合成抗氧化剂HPLC检测的关键,通常使用的是GB 5009.32—2016中的液液萃取-固相萃取法和凝胶渗透色谱法(GPC)。但液液萃取-固相萃取法的预处理操作烦琐、费时费力,需要单个样品依次进行预处理;而GPC成本高昂,且有机溶剂消耗量大,耗时较长,安全环保性差。基于HPLC的检测技术,抗氧化剂检测的国内外研究也多集中在样品预处理方法的改进,如改进的液液萃取法<sup>[9-10]</sup>、固相萃取法<sup>[11-12]</sup>、优化的GPC净化技术<sup>[13]</sup>等。这些方法大多仍存在预处理过程复杂、有机溶剂用量大、回收率低及不能同时适用于多种抗氧化剂的分离提取等问题。

QuEChERS是一种操作简单、经济、准确的快速样品预处理技术,目前较广泛应用于食品中有害物质分析的样品预处理<sup>[14-15]</sup>。有研究表明,将QuEChERS技术应用于食用植物油中农药残留检测

的预处理可以达到较好的净化效果<sup>[16]</sup>,而将其应用在HPLC检测食用植物油中抗氧化剂含量的研究较少。本研究采用QuEChERS预处理技术,对食用植物油中的PG、TBHQ、BHA和BHT进行快速高效的提取、分离和净化,以用于HPLC检测,对QuEChERS预处理技术的油脂溶解液组成、萃取液中保护剂、提取时间、净化时间进行了研究和优化,以期降低样品预处理操作难度,提高检测速度和安全性,降低检测成本,同时为相关的食品安全监管机构、食品第三方检测机构实现采用HPLC便捷、高效、准确和低成本地测定食用植物油中合成抗氧化剂提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

#### 1.1.1 原料与试剂

金龙鱼精炼一级大豆油、金龙鱼压榨一级玉米油、福临门压榨一级花生油、多力食用植物调和油,均购于当地超市。

PG标准品(纯度>98%)、TBHQ标准品(纯度>98%)、BHA标准品(纯度>98.5%)、BHT标准品(纯度>99%),TCI公司;乙腈、乙酸均为色谱纯,Thermo Fisher公司;乙腈、乙酸乙酯、二甲基亚砜、二氯甲烷、乙酸、甲醇均为分析纯,邻苯二酚、对苯二酚、间苯二酚、芝麻酚、 $\alpha$ -硫辛酸均为优级纯,上海泰坦科技股份有限公司;合成抗氧化剂专用提取吸附剂、C18E吸附剂,月旭科技(上海)股份有限公司。

#### 1.1.2 仪器与设备

LC-20A型高效液相色谱仪[配备二极管阵列检测器(DAD)],岛津公司;SQP型电子天平、BSA224S型分析天平,Sartorius公司;多管旋涡混合

器(配备 50 mL 和 15 mL 离心管的适配海绵垫),月旭科技(上海)股份有限公司;TG16 型高速离心机(配备 50 mL 和 15 mL 的适配用转子),上海卢湘仪离心机仪器有限公司;DZF 型真空干燥箱,上海力辰邦西仪器科技有限公司;DHG 型电热鼓风干燥箱,上海一恒科学仪器有限公司;RE-3000 型旋转蒸发器,上海亚荣生化仪器厂。

## 1.2 试验方法

### 1.2.1 标准工作曲线的绘制

分别准确称取 0.200 g 的 PG、TBHQ、BHA 和 BHT 标准品,用乙酸乙酯溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中,配制成 2 000 mg/L 混合标准储备液。临用前取适量混合标准储备液用乙腈分别稀释至质量浓度为 1.0、5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 mg/L 的混合标准工作液。取一定量不同质量浓度混合标准工作液进高效液相色谱仪进行分析,以标准工作液质量浓度为横坐标,响应峰面积为纵坐标,绘制标准曲线并进行回归拟合,以约 3 倍信噪比( $S/N$ )计算检出限(LOD)。

### 1.2.2 HPLC 检测条件

Ultimate XB-C18 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相 A 为含 1% (体积分数)乙酸的 40% 乙腈水溶液,流动相 B 为含 1% (体积分数)乙酸的乙腈,梯度洗脱程序见表 1,流速 1.0 mL/min;检测波长 280 nm;柱温 35 °C;进样量 20 μL。

表 1 流动相梯度洗脱程序

Table 1 Mobile phase gradient elution procedure

时间/min	A 相/%	B 相/%
0.00	100	0
1.00	100	0
5.00	10	90
16.00	10	90
16.50	100	0
21.00	100	0

### 1.2.3 样品预处理

准确称取 2.00 g 油样于 10 mL 具塞刻度试管中,以油脂溶解液(一定比例的复配溶液)定容至 6 mL,混匀得油脂试样溶液。吸取 3 mL 油脂试样溶液,注入内置 10 g 合成抗氧化剂专用提取吸附剂的 50 mL 离心管中,静置 5~10 min。再加入 8 mL 萃取液[乙腈-甲醇-乙酸混合溶液(体积比 89:10:1,内含一定浓度的保护剂)],盖紧离心管盖后置于多管旋涡混合器上,以 2 500 r/min 的速度旋涡提取 1 min。在此提取过程中,不溶于萃取液的油脂被吸附在提取吸附剂的固相颗粒表面,抗氧化剂溶解在

萃取液中<sup>[17]</sup>。再以 4 000 r/min 的速度离心 4 min,上清液即为抗氧化剂混合提取液,其总体积经测量确定为 10 mL,吸取 3 mL 上清液注入内置 0.1 g C18E 吸附剂的 15 mL 离心管中,盖紧离心管盖后置于多管旋涡混合器上,2 500 r/min 旋涡净化 2 min,再以 6 000 r/min 离心 5 min,取上清液过滤后为色谱上样液,待上机检测。

### 1.2.4 样品中抗氧化剂含量的测定

按 1.2.2 检测条件采用 HPLC 对色谱上样液进行分析,将对应色谱峰面积代入按 1.2.1 得到的标准曲线方程中,计算上样液中各抗氧化剂含量。按公式(1)计算油脂试样中 PG、TBHQ、BHA、BHT 的含量。

$$X = \frac{cV}{m/2} \quad (1)$$

式中: $X$  为油脂试样中 PG、TBHQ、BHA、BHT 的含量,mg/kg; $c$  为根据标准曲线方程得到的色谱上样液中 PG、TBHQ、BHA、BHT 含量,μg/mL; $V$  为抗氧化剂混合提取液的总体积,10 mL; $m$  为油脂试样的总称样质量,g;1/2 为进行预处理的油脂试样的取样比例。

### 1.2.5 油脂加标方式和加标回收率的测定

准确称取 2.00 g 空白油样,根据不同加标水平,向油样中添加一定体积(添加体积控制在 50~200 μL 之间)抗氧化剂混合标准储备液,混匀后置于 50~55 °C 的真空干燥箱中 1 h 以蒸干试样中的乙酸乙酯得到加标油样。加标油样再按照 1.2.3 中的操作方法[油脂溶解液乙腈-乙酸乙酯(体积比 3:7),保护剂 0.02 g/100 mL α-硫辛酸]进行样品预处理,并按 1.2.2 中的色谱条件进行检测,最后按公式(1)计算加标油样中各合成抗氧化剂的含量( $c$ )。同时取上述质量浓度的抗氧化剂标准溶液体积的 1/2,并以乙腈定容至 10 mL(抗氧化剂混合提取液的总体积),配制成对照样品溶液,对照样品溶液直接按 1.2.2 中的色谱条件进行检测,最后按公式(1)计算对照样品中各个合成抗氧化剂的含量( $c_0$ )。按公式(2)计算加标回收率( $x$ )。

$$x = c/c_0 \times 100\% \quad (2)$$

### 1.2.6 色谱上样液中油脂残留率的测定

将圆底烧瓶放置在 80 °C 干燥箱中 30 min,冷却后准确称量空瓶质量( $m_1$ ,精确到 0.000 1 g)。准确吸取一定量( $V$ )色谱上样液加入圆底烧瓶,在旋转蒸发器中 50 °C 旋蒸至干,置于 50~55 °C 的真空干燥箱中 1 h,冷却后称质量( $m_2$ ,精确至 0.000 1 g),按公式(3)计算油脂残留率( $R$ )。

$$R = (m_2 - m_1)/V \quad (3)$$

## 2 结果与讨论

### 2.1 标准曲线的绘制和方法的检出限、定量限

将按 1.2.1 方法绘制的标准曲线回归方程及 LOD 见表 2。

由表 2 可看出,在 1.0 ~ 100.0 mg/L 的质量浓

度范围内,4 种合成抗氧化剂标准溶液的色谱峰面积与抗氧化剂质量浓度线性关系良好,PG、TBHQ、BHA 和 BHT 的 LOD 均为 4.0 mg/kg。结合公式 (1) 中抗氧化剂混合提取液总体积的稀释比为 10,本方法对 4 种合成抗氧化剂的定量限为 10 mg/kg。

表 2 方法的线性回归方程、线性范围及检出限

Table 2 Linear regression equation, linear range and detection limit of the method

抗氧化剂	线性回归方程	相关系数( $R^2$ )	线性范围/(mg/L)	LOD/(mg/kg)
PG	$y = 56\ 051.0x - 24\ 758.1$	0.999 9	1.0 ~ 100.0	4.0
TBHQ	$y = 22\ 480.7x - 1\ 026.91$	0.999 9	1.0 ~ 100.0	4.0
BHA	$y = 20\ 156.2x - 20\ 601.2$	0.999 9	1.0 ~ 100.0	4.0
BHT	$y = 9\ 329.88x + 290.44$	0.999 9	1.0 ~ 100.0	4.0

### 2.2 油脂溶解液组成的选择

相较于食用油脂,PG、TBHQ、BHA 和 BHT 的极性较强,易溶于极性有机溶剂乙腈。为了确定在乙腈中混合哪种溶剂,以便同时实现油脂与抗氧化剂的高效溶解,本试验进行了如下操作:向 2 g 油脂中先加入 1 mL 乙腈,再分别加入不同比例的乙酸乙酯、二甲基亚砆和二氯甲烷,观察混合溶剂(油脂溶解液)对油脂溶解性能的影响。试验结果证明,1

mL 乙腈分别加入至少 1.6 mL 乙酸乙酯或 1.2 mL 二氯甲烷混合可以溶解 2 g 油脂,而在乙腈中加入二甲基亚砆无法溶解油脂。

进一步,分别以乙腈-乙酸乙酯和乙腈-二氯甲烷为油脂溶解液,在 50 mg/kg 的加标水平下按照 1.2.5 方法进行加标回收试验,考察油脂溶解液组成和配比(体积比)对加标回收率的影响,结果见图 1。

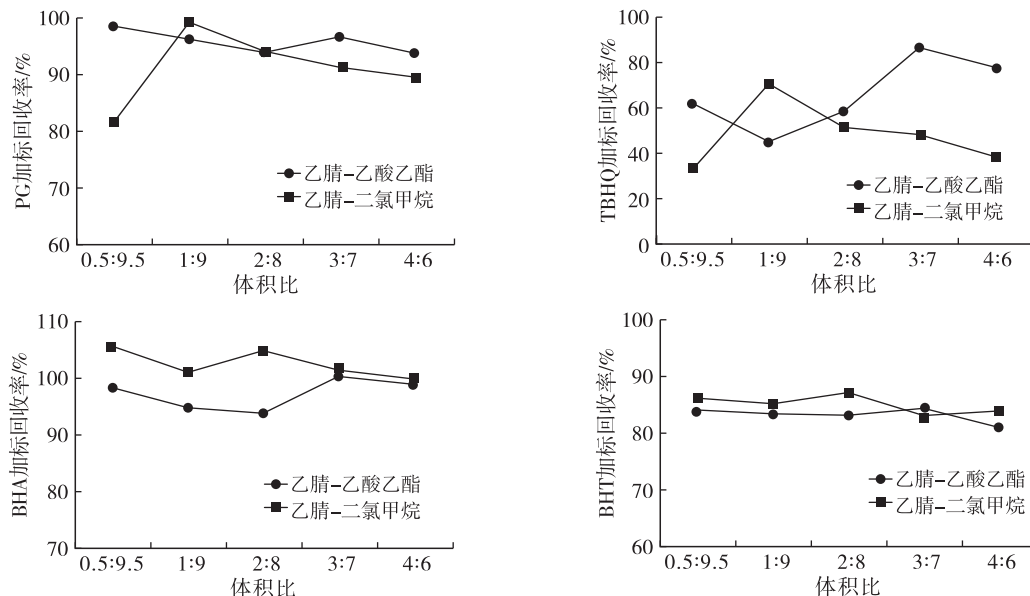


图 1 油脂溶解液组成和对比对加标回收率的影响( $n = 3$ )

Fig.1 Effect of composition and ratios of oil lysate on spiked recovery( $n = 3$ )

由图 1 可知,除了乙腈-二氯甲烷(体积比 0.5:9.5)溶液外,不同组成和配比的油脂溶解液对 PG、BHA 和 BHT 的加标回收率没有显著的影响。不同组成和配比的油脂溶解液对 TBHQ 加标回收率的影响最大,采用乙腈-乙酸乙酯为油脂溶解液时,在二者体积比为 3:7 时 TBHQ 的加标回收率最高,可达 86.64%。而采用乙腈-二氯甲烷为油脂溶解液时,二者体积比为 1:9 时,TBHQ 的加标回收率最

高,但仅为 70.66%。综上,选择体积比 3:7 的乙腈-乙酸乙酯溶液作为油脂溶解液。

### 2.3 萃取液中保护剂的选择和优化

试验发现 PG、TBHQ、BHA 和 BHT 4 种合成抗氧化剂在较低加标水平时(小于或等于 20 mg/kg),TBHQ 的加标回收率会明显降低,且不稳定(加标回收率为 60% ~ 80%),原因可能是在 QuEChERS 的操作过程中,由于有微量的空气被卷入了剧烈的振

荡混合萃取体系中,导致这4种合成抗氧化剂中化学性质最活泼的TBHQ有一定的氧化损失,因此考虑在萃取液中添加保护剂以提高低加标水平时TBHQ的加标回收率。本研究在萃取液中分别添加0.5 g/100 mL的邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚、芝麻酚和 $\alpha$ -硫辛酸作为保护剂,按1.2.5方法考察低加标水平(20 mg/kg)下4种合成抗氧化剂的加标回收率,结果见表3。

表3 不同保护剂对加标回收率的影响( $n=3$ )

Table 3 Effect of different protective agents on spiked recoveries ( $n=3$ )

保护剂	加标回收率/%			
	PG	TBHQ	BHA	BHT
无	100.30	72.86	98.55	82.32
邻苯二酚	100.12	70.86	92.12	78.95
间苯二酚	82.08	37.30	98.54	83.32
对苯二酚	96.74	78.25	95.31	83.38
芝麻酚	96.02	83.64	97.30	82.15
$\alpha$ -硫辛酸	98.06	93.07	99.25	84.69

由表3可知,萃取液中加入0.5 g/100 mL的邻苯二酚对低加标水平时4种合成抗氧化剂的加标回收率无显著影响,而加入0.5 g/100 mL的间苯二酚反而使PG和TBHQ的加标回收率明显下降。分别加入0.5 g/100 mL的对苯二酚、芝麻酚和 $\alpha$ -硫辛酸均使TBHQ的加标回收率有不同程度的升高,其中 $\alpha$ -硫辛酸的效果最好,其TBHQ的加标回收率可达93.07%,而PG、BHA和BHT的加标回收率则无明显变化。因此,选择 $\alpha$ -硫辛酸作为保护剂。进一步对 $\alpha$ -硫辛酸在萃取液中的添加量进行了试验优化,结果见图2。

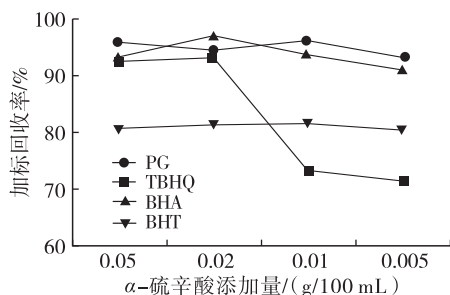


图2  $\alpha$ -硫辛酸添加量对加标回收率的影响( $n=3$ )

Fig. 2 Effect of  $\alpha$ -lipoic acid addition on spiked recoveries ( $n=3$ )

由图2可知,萃取液中 $\alpha$ -硫辛酸添加量减少至0.02 g/100 mL时,TBHQ的加标回收率仍能保持在较高水平,且PG、BHA和BHT加标回收率无明显变化。当 $\alpha$ -硫辛酸添加量进一步减少时,TBHQ的加标回收率则明显降低。综上所述,确定萃取液中添加0.02 g/100 mL  $\alpha$ -硫辛酸作为保护剂。

## 2.4 提取时间的选择

在上述结果基础上,取加标水平为50 mg/kg,按1.2.5的方法考察不同提取时间对4种合成抗氧化剂加标回收率的影响,结果见图3。

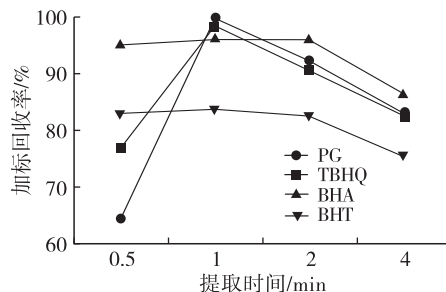


图3 提取时间对加标回收率的影响( $n=3$ )

Fig. 3 Effect of extraction time on spiked recoveries ( $n=3$ )

由图3可知,提取时间为0.5 min时,PG和TBHQ的提取效果较差,加标回收率分别为64.45%和76.92%。当提取时间延长至1 min时,4种合成抗氧化剂的加标回收率均达到最高,进一步延长提取时间,加标回收率逐渐下降。因此,选择提取时间为1 min。

## 2.5 净化时间的选择

在上述结果基础上,分别按1.2.5和1.2.6的方法考察不同净化时间对4种合成抗氧化剂加标回收率和油脂残留率的影响(4种合成抗氧化剂的加标水平为50 mg/kg),结果分别见图4、图5。

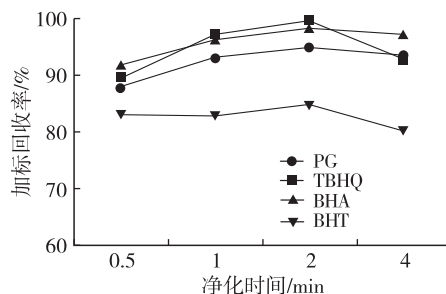


图4 净化时间对加标回收率的影响( $n=3$ )

Fig. 4 Effect of purification time on spiked recoveries ( $n=3$ )

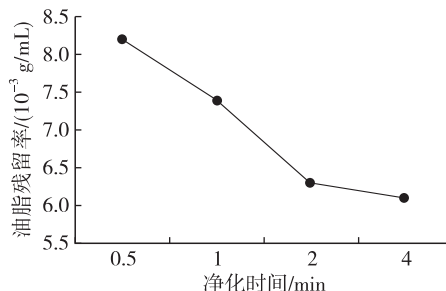


图5 净化时间对油脂残留率的影响( $n=3$ )

Fig. 5 Effect of purification time on oil residue rate ( $n=3$ )

由图4可知,4种合成抗氧化剂的加标回收率随净化时间的延长先升高后降低,净化时间为2 min

时 PG、TBHQ、BHA 和 BHT 的加标回收率最高。由图 5 可知,随着净化时间的延长,油脂残留率有一定程度的下降,当净化时间大于或等于 2 min 时,油脂残留率降低到相对较低的水平,综合考虑加标回收率、净化效果和操作效率,选择净化时间为 2 min,以保证高加标回收率的同时具有较低的油脂残留率。

### 2.6 方法加标回收率和精密度

根据前期优化后的各参数,按 1.2.5 的方法分别对 4 个加标水平的油脂样品进行加标回收率测定,各进行 6 次分析,计算平均加标回收率和相对标准偏差(RSD),结果见表 4。

表 4 4 个加标水平下的加标回收率和 RSD( $n=6$ )

抗氧化剂	加标水平/(mg/kg)	加标回收率/%	RSD/%
PG	10	97.80	0.80
	30	100.71	1.39
	200	97.66	1.30
	300	101.99	1.36
TBHQ	10	95.55	1.68
	30	92.12	1.13
	200	86.98	3.26
BHA	300	93.31	4.97
	10	102.99	1.75
	30	99.16	1.19
	200	95.85	1.28
BHT	300	99.87	1.30
	10	86.69	2.41
	30	83.37	1.91
	200	82.08	1.42
	300	83.13	1.24

由表 4 可知,油脂样品中 4 种合成抗氧化剂的加标回收率在 82.08% ~ 102.99% 之间,RSD 为 0.80% ~ 4.97%。可见,该方法具有加标回收率较好、准确度较高的特点。

### 2.7 色谱上样液中的油脂残留率

根据前期优化后的各参数,按 1.2.6 的操作方法对抗氧化剂色谱上样液中的油脂残留率进行测定,各进行 6 次测定,计算平均油脂残留率和 RSD,结果见表 5。

表 5 抗氧化剂色谱上样液中的油脂残留率和 RSD( $n=6$ )

油脂残留率/(g/mL)							RSD/%
1	2	3	4	5	6	平均	
0.006 2	0.006 5	0.005 8	0.005 7	0.006 2	0.006 1	0.006 1	4.81

由表 5 可知,抗氧化剂色谱上样液的平均油脂残留率为 0.006 1 g/mL,可见该方法具有油脂残留率较低、净化效果较好的特点。

## 3 结论

本研究通过建立一种快速高效的 QuEChERS 预处理技术,从食用植物油中同时提取、分离和净化 PG、TBHQ、BHA 和 BHT,以用于 HPLC 对这些合成抗氧化剂的检测。该技术操作简便、预处理效率高、有机溶剂用量少,可同时对多个样品进行预处理操作,且耗时较短。该方法预处理后的检测结果准确度高,4 个不同加标水平的平均回收率可达 82.08% ~ 102.99%,RSD 为 0.80% ~ 4.97%,并且预处理后的净化效果好,抗氧化剂色谱上样液中的平均油脂残留率为 0.006 1 g/mL,尽可能地降低了预处理过程中共提取的油脂成分和油脂中的杂质成分,降低油脂及杂质对色谱柱的污染以及对色谱检测的影响。本研究建立的 QuEChERS 预处理技术可以满足 HPLC 检测食用植物油中 4 种常用合成抗氧化剂含量的需求,尤其适合批量植物油样品中 PG、TBHQ、BHA 和 BHT 含量的快速测定。

### 参考文献:

- [1] 肖菁,吴卫国,彭思敏. 食用油抗氧化剂及其安全性研究进展[J]. 粮食与油脂, 2021, 34(9): 10-13, 17.
- [2] 王洁,邹惠玲,夏攀登,等. 植物油脂氧化及其氧化稳定性研究进展[J]. 保鲜与加工, 2019, 19(4): 207-210.
- [3] 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准: GB 2760—2014[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
- [4] 郭全喜. 食品加工中油脂氧化危害研究[J]. 中国食品, 2018(21): 152.
- [5] ESKANDANI M, HAMISHEHKAR H, EZZATI NAZHAD DOLATABADI J. Cytotoxicity and DNA damage properties of *tert*-butylhydroquinone (TBHQ) food additive[J]. Food Chem, 2014, 153: 315-320.
- [6] ANDRÉ C, CASTANHEIRA I, CRUZ J M, et al. Analytical strategies to evaluate antioxidants in food: A review[J]. Trends Food Sci Tech, 2010, 21(5): 229-246.
- [7] 汪强,殷宪超,阮艺静,等. 高效液相色谱法测定食用植物油中抗氧化剂的含量[J]. 理化检验: 化学分册, 2019, 55(10): 1215-1218.
- [8] 张璐,易敏之,吕红,等. 高效液相色谱法在食品安全检测中的应用[J]. 江西中医学院学报, 2011, 23(6): 60-62.

(下转第 137 页)

- [47] 楼珏,林春滢,吕水源,等. 休闲食品加工过程接触材料中邻苯二甲酸酯迁移规律[J]. 中国食品学报,2017,17(7):49-54.
- [48] HAHLADAKIS J N, VELIS C A, WEBER R, et al. An overview of chemical additives present in plastics: Migration, release, fate and environmental impact during their use, disposal and recycling[J]. J Hazard Mater, 2018, 344: 179-199.
- [49] XU Q, YIN X, WANG M, et al. Analysis of phthalate migration from plastic containers to packaged cooking oil and mineral water[J]. J Agric Food Chem, 2010, 58(21): 11311-11317.
- [50] 刘玉兰,张明明,朱远坤,等. 储存条件对塑料瓶装大豆油中塑化剂含量影响的研究[J]. 中国油脂,2015,40(6):43-48.
- [51] 林晓雨. 食品塑料包装袋中塑化剂分析与迁移研究[D]. 天津:天津科技大学,2017.
- [52] 陈予君,魏冰,唐佳芮,等. 高值食用油 PAEs 污染来源和脱除方法研究进展[J]. 粮食与食品工业,2023,30(3):10-13.
- [53] 邹翀,尤梦圆,刘金勇,等. 食用油中邻苯二甲酸酯类物质的来源分析及预防措施[J]. 中国粮油学报,2014,29(7):102-107,111.
- [54] 王志鹏,陈蕾. 邻苯二甲酸酯去除技术研究进展[J]. 应用化工,2020,49(2):426-429.
- [55] 刘琛,韩立娟,张维农,等. 活性炭负载醋酸纤维素对食用油中 DBP 的吸附性能及其机理[J]. 中国油脂,2020,45(6):62-68.
- [56] 张明明,刘玉兰,杨金强,等. 油脂中邻苯二甲酸酯类塑化剂的吸附脱除研究[J]. 粮油食品科技,2015,23(5):32-36.
- [57] WANG S Y, WANG M Q, YANG E Q, et al. Review on occurrence, sources of contamination, and mitigation strategies of phthalates in vegetable oils[J/OL]. Eur J Lipid Sci Tech, 2022, 124(5):86[2023-06-06]. <https://doi.org/10.1002/ejlt.202100086>.
- [58] 刘玉兰,张明明,杨金强. 水蒸汽蒸馏法对油脂中 DBP 和 DEHP 脱除效果的研究[J]. 现代食品科技,2017,33(5):176-182.
- [59] 陈莉. 食用植物油中邻苯二甲酸酯类塑化剂(PAEs)的脱除研究[D]. 郑州:河南工业大学,2019.
- [60] 王倩倩,傅忠君,孙红翠. 化工分子蒸馏设备及应用技术[J]. 现代化工,2011,31(S1):385-388.
- [61] CHEN L, LIU Y L, DENG J L. Removal of phthalic acid esters from sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) pulp oil by steam distillation and molecular distillation[J]. Food Chem, 2019, 294: 572-577.
- [62] 孟佳,刘建,史宣明,等. 核桃油的分子蒸馏法脱酸、脱塑工艺条件优化[J]. 中国油脂,2022,47(8):52-56.
- [63] 李长凤,冉春霞,谭思远,等. 分子蒸馏脱除核桃油中塑化剂工艺优化[J]. 中国油脂,2022,47(5):78-81,87.
- 
- (上接第129页)
- [9] LI J, BI Y, LIU W, et al. Simultaneous analysis of tertiary butylhydroquinone and 2-tert-butyl-1,4-benzoquinone in edible oils by normal-phase high-performance liquid chromatography[J]. J Agric Food Chem, 2015, 63(38): 8584-8591.
- [10] LI J, BI Y, SUN S, et al. Simultaneous analysis of tert-butylhydroquinone, tert-butylquinone, butylated hydroxytoluene, 2-tert-butyl-4-hydroxyanisole, 3-tert-butyl-4-hydroxyanisole,  $\alpha$ -tocopherol,  $\gamma$ -tocopherol, and  $\delta$ -tocopherol in edible oils by normal-phase high performance liquid chromatography[J]. Food Chem, 2017, 234: 205-211.
- [11] 金翊,熊巍林,包李林,等. 硅胶固相萃取-高效液相色谱法测定植物油中的特丁基对苯二酚含量[J]. 食品与发酵工业,2018,44(1):258-261.
- [12] HERNÁNDEZ - FERNANDEZ J, RODRÍGUEZ E. Determination of phenolic antioxidants additives in industrial wastewater from polypropylene production using solid phase extraction with high-performance liquid chromatography[J/OL]. J Chromatogr A, 2019, 1607: 460442[2023-12-21]. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2019.460442>.
- [13] 朱晓玲,刘杰,范志勇,等. 凝胶渗透色谱-高效液相色谱法同时测定食用油中 BaP、BHA、BHT、TBHQ、DBP、DEHP[J]. 食品科学,2013,34(24):258-262.
- [14] 粟有志,李芳,齐鑫,等. QuEChERS-高效液相色谱/串联质谱法同时测定蜂蜜中9种新烟碱类杀虫剂残留[J]. 分析科学学报,2015,31(2):203-207.
- [15] HE Z, WANG L, PENG Y, et al. Multiresidue analysis of over 200 pesticides in cereals using a QuEChERS and gas chromatography-tandem mass spectrometry-based method[J]. Food Chem, 2015, 169: 372-380.
- [16] 蒋康丽,扈斌,吴兴强,等. 自动 QuEChERS 结合气相色谱-串联质谱法测定花生油中172种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报,2021,12(17):6857-6864.
- [17] 薛斌,朱蕊,夏红霞,等. 一种从食用油脂中分离多种合成抗氧化剂的方法:CN202310678361.0[P]. 2023-09-28.