

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4305—2023

植物油中2,6-二甲氧基-4-乙烯基
苯酚的测定 高效液相色谱法

Determination of 2,6-dimethoxy-4-vinylphenol in vegetable oils—
High performance liquid chromatography

2023-02-17 发布

中华人民共和国农业农村部 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》的规定起草。

本文件由农业农村部乡村产业发展司提出。

本文件由农业农村部农产品加工标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国农业科学院油料作物研究所、天津市农业科学院、农业农村部农产品及加工品质量监督检验测试中心(天津)。

本文件主要起草人：黄凤洪、郑畅、李文林、刘昌盛、万楚筠、周琦、张强、魏芳、郑明明、刘征辉、陈秋生。



植物油中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的测定

高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了植物油、植物调和油中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于植物油、植物调和油中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的测定。

本文件方法的检出限为 1.10 mg/kg,定量限为 3.20 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 603 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 5524 动植物油脂 扦样

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

植物油中的 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚经甲醇和正己烷混合溶液提取后,用配置有二极管阵列检测器高效液相色谱仪测定,保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。所用水为 GB/T 6682 规定的一级水,使用前煮沸 10 min 后冷却。所用器皿用水洗净后在 100 °C 烘箱内烘 1 h~2 h。

4.1 甲醇(色谱纯)

4.2 正己烷

4.3 乙酸

4.4 1%乙酸水:准确吸取 1.0 mL 乙酸(4.3)加水至 100 mL。

4.5 甲醇+水(80+20):取 80 mL 甲醇(4.1)加 20 mL 水,混匀。

4.6 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚($C_{10}H_{12}O_3$,CAS 号:28343-22-8):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.7 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准溶液配制:

4.7.1 标准储备溶液:精密称取 10.0mg 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚(4.6)标准品,加甲醇(4.1)溶解,并定容于 10 mL 棕色容量瓶中,配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液,−20 °C 以下避光保存。

4.7.2 标准工作溶液:分别吸取一定量的 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准储备液(4.7.1),用甲醇溶液(4.5)稀释得到浓度分别为 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 、200.0 $\mu\text{g/mL}$ 和 500.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。现用现配。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器(PDA)或紫外检测器(UVD)。

5.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.3 离心机:转速不低于 5 000 r/min。

5.4 涡旋振荡器。

5.5 微孔滤膜:0.22 μm ,有机系。

6 取样和试样保存

6.1 取样

取样按照 GB/T 5524 的规定执行,实验室收到的样品应具有真实的代表性,且在运输和储藏过程中未受到损害或变质。

6.2 保存

试样于 4℃ 以下冰箱中避光保存。

7 测定步骤

7.1 试样的制备

称取约 1 g(精确至 0.001 g)试样于 10 mL 离心管中,加入 1.5 mL 正己烷(4.2)和 1.5 mL 甲醇溶液(4.5),涡旋提取 5 min,于 5 000 r/min 离心 5min 保留下层萃取液,将上层溶液转移至另一 10 mL 离心管中,上层溶液继续加甲醇溶液(4.5),重复提取 3 次,合并下层萃取液,混匀,于 5 000 r/min 离心 5 min,吸取上层残留样液,将下层萃取液转移至 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶液(4.5)定容至刻度,摇匀,过膜,在 4℃ 条件下储藏备用。

7.2 测定条件

7.2.1 液相色谱参考条件

色谱柱:C₁₈(内径 4.6 mm,粒径 5 μm,柱长 250 mm);

流动相:A 为甲醇(4.1),B 为 1% 乙酸水(4.4);

流速:1.0 mL/min;

柱温:30℃;

进样量:10 μL;

检测波长:270 nm;

流动相梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间,min	流动相 A,%	流动相 B,%
0	30	70
5	36	64
8	45	55
12	65	35
15	10	90
18	10	90
20	30	70
25	30	70

7.3 色谱测定

超出线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析,标准曲线溶液中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的响应值均应在仪器检测的适宜范围内。以含量响应值的峰面积为纵坐标、2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的含量为横坐标,绘制标准工作曲线。保留时间定性,外标法定量。

7.4 结果计算和表述

按公式(1)计算试样中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚的含量或采用色谱数据处理系统计算。

$$X = \frac{C \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

C —— 从标准工作曲线得到的样液对应的 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚浓度的数值,单位为微克每毫

升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液最终定容体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——样液所代表的试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留到小数点后 2 位。

8 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性)

2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准溶液色谱图见图 A. 1。

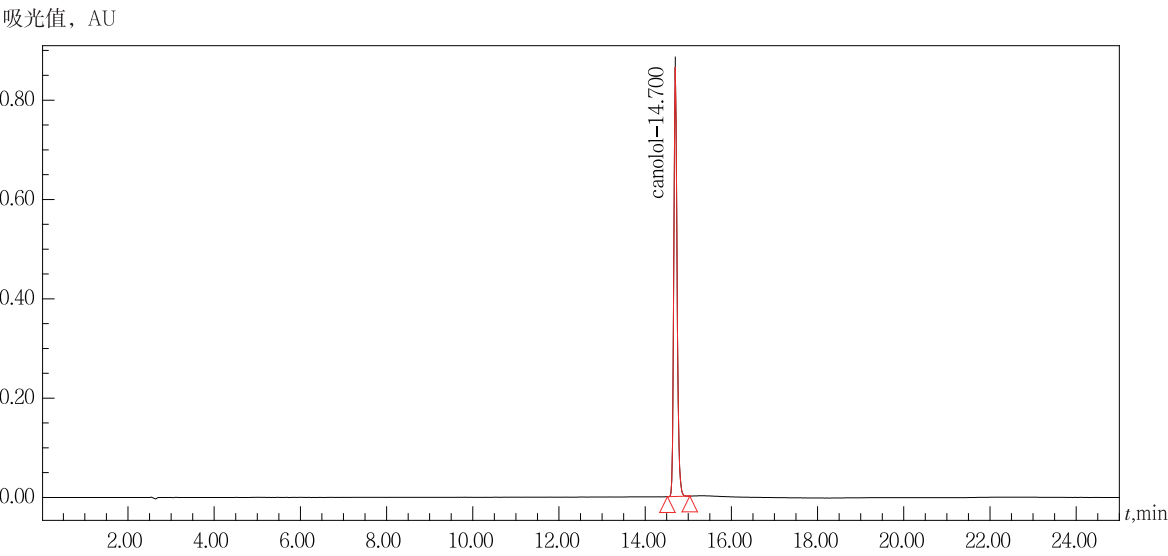


图 A. 1 2,6-二甲氧基-4-乙烯基苯酚标准溶液(100 μg/mL)色谱图