

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.30—2003  
代替 GB/T 5009.30—1996

GB/T 5009.30—2003

## 食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定

Determination of butylated hydroxyanisole  
and butylated hydroxytoluene in foods

中华人民共和国  
国家标准  
食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与  
2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定  
GB/T 5009.30—2003

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.bzcs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2004年8月第一版 2004年8月第一次印刷

\*

书号:155066·1-21434 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.30-2003

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部  
中国国家标准化管理委员会 发布

剂含量在本方法的定性检出限量以下(BHA、PG 点样量为 6.0 μL, BHT 点样量为 30.0 μL)。如果在 12.2.2.2 的硅胶 G 薄层板上, 试样中各抗氧化剂所显色斑的颜色浅于标准抗氧化剂色斑, 则试样中各抗氧化剂的含量没有超过使用卫生标准(BHA、PG 点样量为 1.5 μL, BHT 点样量为 3.6 μL)。如果试样点色斑颜色较标准点深, 可稀释后重新点样, 估计含量。

### 12.3 结果计算

12.3.1 试样中抗氧化剂(以脂肪计)的含量按式(3)进行计算。

$$X = \frac{m_1 \times D \times 1\,000}{m_2 \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X —— 试样中抗氧化剂 BHA、BHT、PG(以脂肪计)的含量, 单位为克每千克(g/kg);

$m_1$  —— 薄层板上测得试样点抗氧化剂的质量, 单位为微克(μg);

$V_1$  —— 供薄层层析用点样液定容后的体积, 单位为毫升(mL);

$V_2$  —— 滴加样液的体积, 单位为毫升(mL);

D —— 样液的稀释倍数;

$m_2$  —— 定容后的薄层层析用样液相当于试样的脂肪质量, 单位为克(g)。

12.3.2 所示试样中各抗氧化剂定性检出限度, 见表 2。

表 2 所示试样中各抗氧化剂定性检出限度

试 样	BHT	BHA	PG
	检出浓度/(mg/kg)		
油炸花生米	25	10	10
酥糖	10	10	10
饼干	10	10	10
巧克力	25	25	25
油脂	25	25	25

### 第三法 比色法

## 13 原理

试样通过水蒸气蒸馏, 使 BHT 分离, 用甲醇吸收, 遇邻联二茴香胺与亚硝酸钠溶液生成橙红色, 用三氯甲烷提取, 与标准比较定量。

## 14 试剂

14.1 无水氯化钙。

14.2 甲醇。

14.3 三氯甲烷。

14.4 甲醇(50%)。

14.5 亚硝酸钠溶液(3 g/L): 避光保存。

14.6 邻联二茴香胺溶液: 称取 125 mg 邻联二茴香胺于 50 mL 棕色容量瓶中, 加 25 mL 甲醇, 振摇使全部溶解, 加 50 mg 活性炭, 振摇 5 min 过滤, 取 20.0 mL 滤液, 置于另一 50 mL 棕色容量瓶中, 加盐酸(1+11)至刻度。临用时现配并避光保存。

14.7 BHT 标准溶液: 准确称取 0.050 0 g BHT, 用少量甲醇溶解, 移入 100 mL 棕色容量瓶中, 并稀释

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.30—1996《食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.30—1996 相比主要修改如下:

——修改了标准的中文名称, 标准中文名称改为《食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定》;

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分: 化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由江苏省卫生防疫站负责起草。

本标准第二法由卫生部食品卫生监督检验所、武汉市卫生防疫站、邯郸市卫生防疫站负责起草。

本标准第三法由上海市卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布, 1996 年第一次修订, 本次为第二次修订。

- 10.3 异辛烷。
- 10.4 丙酮。
- 10.5 冰乙酸。
- 10.6 正己烷。
- 10.7 二氧六环。
- 10.8 硅胶 G;薄层用。
- 10.9 聚酰胺粉 200 目。
- 10.10 可溶性淀粉。
- 10.11 BHT、BHA、PG 混合标准溶液的配制:分别准确称取 BHT、BHA、PG(纯度为 99.9%以上)各 10 mg,分别用丙酮溶解,转入三个 10 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度。每毫升含 1.0 mgBHT、BHA、PG,吸取 BHT (1.0 mg/mL)1.0 mL,BHA(1.0 mg/mL)、PG(1.0 mg/mL)各 0.3 mL 置同一 5 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度。此溶液每毫升含 0.20 mgBHT、0.060 mgBHA、0.060 mgPG。
- 10.12 显色剂:2,6-二氯醌-氯亚胺的乙醇溶液(2 g/L)。

## 11 仪器

- 11.1 减压蒸馏装置。
- 11.2 具刻度尾管的浓缩瓶。
- 11.3 层析槽:
- 24 cm×6 cm×4 cm;
  - 20 cm×13 cm×8 cm。
- 11.4 玻璃板:5 cm×20 cm、10 cm×20 cm。
- 11.5 微量注射器:10.0 μL。

## 12 分析步骤

### 12.1 提取

12.1.1 植物油(花生油、豆油、菜籽油、芝麻油):称取 5.00 g 油置 10 mL 具塞离心管中,加入 5.0 mL 甲醇,密塞振荡 5 min,放置 2 min,离心(3 000 r/min~3 500 r/min)5 min,吸取上层清液置 25 mL 容量瓶中,如此重复提取共五次,合并每次甲醇提取液,用甲醇稀释至刻度。吸取 5.0 mL 甲醇提取液置一浓缩瓶中,于 40℃水浴上减压浓缩至 0.5 mL,留作薄层色谱用。

12.1.2 猪油:称取 5.00 g 猪油置 50 mL 具磨口的锥形瓶中,加入 25.0 mL 甲醇,装上冷凝管于 75℃水浴上放置 5 min,待猪油完全溶化后将锥形瓶连同冷凝管一起自水浴中取出,振荡 30 s,再放入水浴 30 s;如此振荡三次后放入 75℃水浴,使甲醇层与油层分清后,将锥形瓶连同冷凝管一起置冰水浴中冷却,猪油凝固,甲醇提取液通过滤纸滤入 50 mL 容量瓶中,再自冷凝管顶端加入 25 mL 甲醇,重复振荡提取一次,合并二次甲醇提取液,将该容量瓶置暗处放置,待升至室温后,用甲醇稀释至刻度。吸取 10 mL 甲醇提取液置一浓缩瓶中,于 40℃水浴上减压浓缩至 0.5 mL,留作薄层色谱用。

12.1.3 食品(油炸花生米、酥糖、巧克力、饼干):按 5.2 测定脂肪的含量,并称取约 2.00 g 的脂肪,视提取出的油脂是植物油还是动物性脂肪而决定提取方法。可按 12.1.1 或 12.1.2 操作。

### 12.2 测定

#### 12.2.1 薄层板的制备

12.2.1.1 硅胶 G 薄层板:称取 4 g 硅胶 G 置玻璃乳钵中,加 10 mL 水。研磨至粘稠状,铺成 5 cm×20 cm 的薄层板三块,置空气中干燥后于 80℃烘 1 h,存放于干燥器中。

12.2.1.2 聚酰胺板:称取 2.40 g 聚酰胺粉,0.60 g 可溶性淀粉置于玻璃乳钵中,加约 15 mL 水,研磨至浆状,铺成 10 cm×20 cm 的薄层板三块,置空气中干燥后于 80℃烘 1 h,置干燥器中保存。

## 食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定

### 1 范围

本标准规定了糕点和植物油等食品中 BHA、BHT 的测定方法。  
本标准适用于糕点和植物油等食品中 BHA、BHT 的测定。

本方法检出限:气相色谱法检出量为 2.0 μg,油脂取样量为 0.50 g 时检出浓度为 4.0 mg/kg。比色法检出量为 10.0 μg,油脂取样量为 0.25 g 时检出浓度为 4.0 mg/kg。气相色谱法最佳线性范围:0.0 μg~100.0 μg。

### 第一法 气相色谱法

### 2 原理

试样中的叔丁基羟基茴香醚(BHA)和 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)用石油醚提取,通过层析柱使 BHA 与 BHT 净化,浓缩后,经气相色谱分离后用氢火焰离子化检测器检测,根据试样峰高与标准峰高比较定量。

### 3 试剂

- 石油醚:沸程 30℃~60℃。
- 二氯甲烷,分析纯。
- 二硫化碳,分析纯。
- 无水硫酸钠,分析纯。
- 硅胶 G:60 目~80 目于 120℃活化 4 h 放干燥器备用。
- 弗罗里砂土(Florisil):60 目~80 目于 120℃活化 4 h 放干燥器中备用。
- BHA、BHT 混合标准储备液:准确称取 BHA、BHT(纯度为 99.0%)各 0.1 g 混合后用二硫化碳溶解,定容至 100 mL 容量瓶中,此溶液分别为每毫升含 1.0 mgBHA、BHT,置冰箱保存。
- BHA、BHT 混合标准使用液:吸取标准储备液 4.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用二硫化碳定容至 100 mL 容量瓶中,此溶液分别为每毫升含 0.040 mgBHA、BHT,置冰箱中保存。

### 4 仪器

- 气相色谱仪:附 FID 检测器。
- 蒸发器:容积 200 mL。
- 振荡器。
- 层析柱:1 cm×30 cm 玻璃柱,带活塞。
- 气相色谱柱:柱长 1.5 m,内径 3 mm 的玻璃柱内装涂质量分数为 10%的 QF-1 Gas Chrom Q (80 目~100 目)。

### 5 试样处理

#### 5.1 试样的制备

称取 500 g 含油脂较多的试样,含油脂少的试样取 1 000 g,然后用对角线取四分之一或六分之一,或根据试样情况取有代表性试样,在玻璃乳钵中研碎,混合均匀后放置广口瓶内保存于冰箱中。