



# 中华人民共和国国家标准

GB 31604.58—2023

## 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 9种抗氧化剂迁移量的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会  
国家市场监督管理总局 发布

# 食品安全国家标准

## 食品接触材料及制品

### 9种抗氧化剂迁移量的测定

#### 1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中9种抗氧化剂迁移量的测定方法。

本标准适用于塑料、橡胶、涂料和涂层、黏合剂、油墨以及纸和纸板类食品接触材料及制品中抗氧化剂2246、抗氧化剂264、丁基羟基茴香醚(BHA)、2,4-二叔丁基苯酚、抗氧化剂425、抗氧化剂300、抗氧化剂1010、抗氧化剂1076、抗氧化剂168迁移量的测定。

#### 第一法 高效液相色谱法

#### 2 原理

食品接触材料及制品按照GB 31604.1和GB 5009.156进行迁移试验后,采用高效液相色谱法进行检测。其中水、4%(体积分数)乙酸、10%(体积分数)乙醇、20%(体积分数)乙醇、50%(体积分数)乙醇食品模拟物及化学替代溶剂95%(体积分数)乙醇浸泡液过滤后直接进样,化学替代溶剂异辛烷浸泡液氮吹后用甲醇溶解后进样。紫外检测器或二极管阵列检测器检测,峰面积外标法定量。

#### 3 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为色谱纯。水为GB/T 6682规定的一级水。试验中容器及转移器具应尽量避免使用塑料材质。

##### 3.1 试剂

3.1.1 含乙醇食品、酸性食品模拟物及化学替代溶剂:所用试剂需满足GB 5009.156的规定。

3.1.2 甲醇( $\text{CH}_4\text{O}$ )。

3.1.3 乙酸乙酯( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ )。

##### 3.2 试剂配制

含乙醇食品、酸性食品模拟物及化学替代溶剂:按GB 5009.156的要求配制。

##### 3.3 标准品

9种抗氧化剂标准品(见附录A中表A.1),纯度 $\geq 98\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

##### 3.4 标准溶液配制

3.4.1 9种抗氧化剂标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取9种抗氧化剂标准品各25 mg(精确至

0.1 mg),分别使用 1 mL 乙酸乙酯溶解后,转移至 9 个 25 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度后摇匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于 4 °C 冰箱中避光密闭保存,保存期为 6 个月。

3.4.2 9 种抗氧化剂标准中间溶液 A(溶剂为甲醇):分别准确移取 BHA 和抗氧化剂 300 标准储备溶液各 2.50 mL、其他 7 种抗氧化剂标准储备液各 5.00 mL 于同一个 50 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,得到 BHA 和抗氧化剂 300 质量浓度均为 50.0 mg/L,且其他 7 种抗氧化剂质量浓度均为 100 mg/L 的标准中间溶液 A。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于 4 °C 冰箱中避光密闭保存,保存期为 3 个月。

3.4.3 9 种抗氧化剂标准中间溶液 B(溶剂为乙酸乙酯):分别准确移取 BHA 和抗氧化剂 300 标准储备溶液各 2.50 mL,其他 7 种标准储备液各 5.00 mL 于同一个 50 mL 棕色容量瓶中,用乙酸乙酯定容至刻度,得到 BHA 和抗氧化剂 300 质量浓度均为 50 mg/L,且其他 7 种抗氧化剂质量浓度均为 100 mg/L 的标准中间溶液 B。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于 4 °C 冰箱中避光密闭保存,保存期为 3 个月。

#### 3.4.4 标准工作溶液的制备

##### 3.4.4.1 化学替代溶剂异辛烷标准工作溶液

分别准确移取 9 种抗氧化剂标准中间溶液 B 0.03 mL、0.1 mL、0.3 mL、1 mL、3 mL 于 5 个 10 mL 容量瓶中,用异辛烷定容,得到 BHA 和抗氧化剂 300 的质量浓度分别为 0.15 mg/L、0.50 mg/L、1.5 mg/L、5 mg/L、15 mg/L,且其他 7 种抗氧化剂质量浓度分别为 0.30 mg/L、1.0 mg/L、3.0 mg/L、10 mg/L、30 mg/L 的标准工作溶液。准确移取该标准工作溶液各 2.00 mL 至 5 支 10 mL 试管中,于 40 °C 下氮吹至近干,再分别准确加入 2.00 mL 甲醇溶解,涡旋振荡复溶后,经针式尼龙过滤器过滤后,待上机测定。

##### 3.4.4.2 其他食品模拟物和化学替代溶剂 95%(体积分数)乙醇的标准工作溶液

分别准确移取 9 种抗氧化剂标准中间溶液 A 0.03 mL、0.1 mL、0.3 mL、1 mL、3 mL 于 5 个 10 mL 容量瓶中,用 10%乙醇定容,得到 BHA 和抗氧化剂 300 的质量浓度分别为 0.15 mg/L、0.50 mg/L、1.5 mg/L、5 mg/L、15 mg/L,且其他 7 种抗氧化剂的质量浓度分别为 0.30 mg/L、1.0 mg/L、3.0 mg/L、10 mg/L、30 mg/L 的标准工作溶液。采用同样方式,分别用水、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%乙醇分别配制同样浓度系列的 9 种抗氧化剂标准工作溶液。各取 1 mL 标准工作溶液,经针式尼龙过滤器过滤后,待上机测定。

## 4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。

4.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。

4.3 氮吹浓缩仪。

4.4 玻璃微量注射器:10  $\mu$ L、100  $\mu$ L 和 1 000  $\mu$ L。

4.5 恒温设备。

4.6 涡旋振荡器。

4.7 针式尼龙过滤器:孔径 0.22  $\mu$ m。

## 5 分析步骤

### 5.1 试液的制备

#### 5.1.1 迁移试验

食品接触材料及制品按照 GB 31604.1 和 GB 5009.156 的要求进行迁移试验。迁移试验所得浸泡

液若不能立即测试,应置于 4℃ 冰箱中避光保存不超过 72 h。若进行下一步试验,应待浸泡液温度恢复至室温后再使用。

## 5.1.2 浸泡液的处理

### 5.1.2.1 化学替代溶剂异辛烷试样溶液

移取迁移试验后得到的 2.00 mL 异辛烷浸泡液至 10 mL 试管中,于 40 °C 下氮吹至近干,加入 2.00 mL 甲醇溶解,涡旋振荡复溶后,经针式尼龙过滤器过滤,待上机测定。

### 5.1.2.2 其他食品模拟物和化学替代溶剂 95%(体积分数)乙醇试样溶液

移取迁移试验后得到的其他食品模拟物浸泡液或 95%(体积分数)乙醇浸泡液约 1 mL,经针式尼龙过滤器过滤后,待上机测定。

### 5.1.2.3 空白试液的制备

取未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物和化学替代溶剂,按 5.1.1 及 5.1.2.1、5.1.2.2 步骤分别处理,制得空白试液,待上机测定。

## 5.2 仪器参考条件

液相色谱条件如下:

- a) 色谱柱: C<sub>18</sub> 柱,柱长 250 mm,柱内径 4.6 mm,固定相粒径 5 μm,或同等性能色谱柱;
- b) 流动相: A 为水, B 为甲醇,洗脱梯度见表 1;

表 1 洗脱梯度表

| 时间/min | A/% | B/% |
|--------|-----|-----|
| 0      | 98  | 2   |
| 2      | 98  | 2   |
| 26     | 0   | 100 |
| 35     | 0   | 100 |
| 35.1   | 98  | 2   |
| 40     | 98  | 2   |

- c) 流速: 1 mL/min;
- d) 柱温: 40 °C;
- e) 进样量: 50 μL。
- f) 检测波长: 287 nm。

## 5.3 标准曲线的制作

按照 5.2 所列仪器参考条件,将标准系列工作溶液分别注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积,以抗氧化剂浓度为横坐标,对应色谱峰峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,得到线性回归方程。

## 5.4 试样溶液的测定

### 5.4.1 定性测定

按照 5.2 所列仪器参考条件,分别测定食品模拟物试样溶液和标准工作溶液,如果食品模拟物试样

溶液与浓度相当的标准溶液色谱峰保留时间偏差在±2.5%范围内,则可判断样品中存在相应的待测物。9种抗氧化剂的高效液相色谱图参见附录B中图B.1。

5.4.2 定量测定

将试样溶液和空白试样溶液注入高效液相色谱仪中,得到峰面积,根据标准曲线计算得到待测液中9种抗氧化剂的浓度。

6 分析结果的表述

6.1 非密封制品类食品接触材料及制品中抗氧化剂特定迁移量的计算(以 mg/kg 表示)

对于除了盖子、密封圈、连接件等密封制品(以下简称密封制品)以外的食品接触材料及制品,抗氧化剂特定迁移量以 mg/kg 表示时,按式(1)进行计算。

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{m_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X_1$  —— 抗氧化剂的特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $c$  —— 试样溶液中抗氧化剂的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_0$  —— 空白试液中抗氧化剂的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  —— 试样浸泡液的体积,单位为升(L);
- $S$  —— 迁移试验中试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm<sup>2</sup>);
- $S_0$  —— 非密封制品实际使用中与食品接触的面积,单位为平方分米(dm<sup>2</sup>);
- $m_1$  —— 非密封制品实际接触固态食品的质量,或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量,单位为千克(kg);各种液态食品按密度为 1 kg/L 将其体积换算为相应的质量。

结果至少保留 2 位有效数字。

6.2 密封制品类食品接触材料及制品中抗氧化剂特定迁移量的计算

6.2.1 当预期用途已知时,对于密封制品类食品接触材料及制品,抗氧化剂特定迁移量以 mg/kg 表示时,按式(2)进行计算。

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $X_2$  —— 抗氧化剂的特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $c$  —— 试样溶液中抗氧化剂的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_0$  —— 空白试液中抗氧化剂的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  —— 试样浸泡液体积,单位为升(L);
- $S$  —— 迁移试验中试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm<sup>2</sup>);
- $S_0$  —— 密封制品实际使用中与食品接触的面积,单位为平方分米(dm<sup>2</sup>);
- $m_2$  —— 密封制品实际使用容器盛装固态食品的质量,或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量,单位为千克(kg);各种液态食品按密度为 1 kg/L 将其体积换算为相应的质量。

结果至少保留 2 位有效数字。

6.2.2 当预期用途未知时,对于密封制品类食品接触材料及制品,抗氧化剂特定迁移量以 mg/件表示时,按式(3)计算,此时需注明采用的迁移试验方法、迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积。

$$X_3 = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$X_3$ ——抗氧化剂的特定迁移量,单位为毫克每件(mg/件)；

$c$ ——试样溶液中抗氧化剂的含量,单位为毫克每升(mg/L)；

$c_0$ ——空白试液中抗氧化剂的含量,单位为毫克每升(mg/L)；

$V$ ——试样浸泡液的体积,单位为升(L)；

$n$ ——浸泡用密封制品的数量,单位为件。

结果至少保留 2 位有效数字。

## 7 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 15%。

## 8 其他

当迁移试验中 S/V 与样品实际使用情形下 S/V 相同时,本方法对各模拟物、化学替代溶剂中抗氧化剂迁移量的检出限和定量限见表 2。当迁移试验中 S/V 与样品实际使用情形下 S/V 不同时,本方法对食品模拟物、化学替代溶剂中抗氧化剂迁移量的检出限和定量限按第 6 章进行折算。

表 2 9 种抗氧化剂迁移量的检出限和定量限

| 抗氧化剂       | 检出限<br>mg/kg | 定量限<br>mg/kg |
|------------|--------------|--------------|
| 抗氧化剂 2246  | 0.1          | 0.3          |
| 抗氧化剂 264   | 0.1          | 0.3          |
| BHA        | 0.05         | 0.15         |
| 2,4-二叔丁基苯酚 | 0.1          | 0.3          |
| 抗氧化剂 425   | 0.1          | 0.3          |
| 抗氧化剂 300   | 0.05         | 0.15         |
| 抗氧化剂 1010  | 0.1          | 0.3          |
| 抗氧化剂 1076  | 0.1          | 0.3          |
| 抗氧化剂 168   | 0.1          | 0.3          |

## 第二法 液相色谱-串联质谱法

## 9 原理

食品接触材料及制品按照 GB 31604.1 和 GB 5009.156 进行迁移试验后,采用液相色谱-串联质谱法进行检测。其中水、4%(体积分数)乙酸、10%(体积分数)乙醇、20%(体积分数)乙醇、50%(体积分数)乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%(体积分数)乙醇浸泡液过滤后直接进样;化学替代溶剂异辛

烷浸泡液氮吹后用甲醇溶解后进样。选择反应监测方式检测,峰面积外标法定量。

## 10 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为色谱纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。试验中容器及转移器具应尽量避免使用塑料材质。

### 10.1 试剂

10.1.1 含乙醇食品、酸性食品及化学替代溶剂:所用试剂需满足 GB 5009.156 的规定。

10.1.2 甲醇( $\text{CH}_4\text{O}$ )。

10.1.3 氟化铵( $\text{NH}_4\text{F}$ )。

10.1.4 乙酸乙酯( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ )。

### 10.2 试剂配制

10.2.1 含乙醇食品、酸性食品及化学替代溶剂:按 GB 5009.156 的要求配制。

10.2.2 氟化铵溶液(1 mmol/L):称取 0.037 g 氟化铵于烧杯中,加水溶解后于容量瓶中定容至 1 L,抽滤后备用。

### 10.3 标准品

同 3.3。

### 10.4 标准溶液配制

10.4.1 9 种抗氧化剂标准储备溶液(1 000 mg/L):同 3.4.1。

10.4.2 9 种抗氧化剂标准中间溶液 C(溶剂为甲醇):分别准确移取抗氧化剂 264、2,4-二叔丁基苯酚和抗氧化剂 168 标准储备溶液各 1.5 mL、其他 6 种抗氧化剂标准储备液各 0.50 mL 于同一 50 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,得到抗氧化剂 264、2,4-二叔丁基苯酚和抗氧化剂 168 质量浓度均为 30 mg/L,且其他 6 种抗氧化剂质量浓度均为 10 mg/L 的标准中间液 C。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于 4 °C 冰箱中避光密闭保存,保存期为 3 个月。

10.4.3 9 种抗氧化剂标准中间溶液 D(溶剂为乙酸乙酯):分别准确移取抗氧化剂 264、2,4-二叔丁基苯酚和抗氧化剂 168 标准储备溶液各 1.5 mL、其他 6 种抗氧化剂标准储备液各 0.50 mL 于同一 50 mL 棕色容量瓶中,用乙酸乙酯定容至刻度,得到抗氧化剂 264、2,4-二叔丁基苯酚和抗氧化剂 168 质量浓度均为 30 mg/L,且其他 6 种抗氧化剂质量浓度均为 10 mg/L 的标准中间液,将溶液转移至棕色玻璃容器中,于 4 °C 冰箱中避光密闭保存,保存期为 3 个月。

#### 10.4.4 标准工作溶液的制备

##### 10.4.4.1 化学替代溶剂异辛烷标准工作溶液

分别准确吸取 9 种抗氧化剂标准中间溶液 D 0.1 mL、0.5 mL、1 mL、3 mL、5 mL 于 5 个 10 mL 容量瓶中,用异辛烷定容,得到抗氧化剂 264、2,4-二叔丁基苯酚和抗氧化剂 168 质量浓度分别为 0.30 mg/L、1.5 mg/L、3.0 mg/L、9 mg/L、15 mg/L,且其他 6 种抗氧化剂质量浓度分别为 0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、3.0 mg/L、5.0 mg/L 的标准工作溶液。分别移取 2.00 mL 上述标准工作溶液至 5 个 10 mL 试管中,于 40 °C 下氮吹至近干,加 2.00 mL 甲醇溶解,涡旋振荡复溶后,经针式尼龙过滤器过滤,待上机测定。

#### 10.4.4.2 其他食品模拟物和化学替代溶剂 95%(体积分数)乙醇的标准工作溶液

准确吸取 9 种抗氧化剂标准中间溶液 C 0.1 mL、0.5 mL、1 mL、3 mL、5 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 10%乙醇定容,得到抗氧化剂 264、2,4-二叔丁基苯酚和抗氧化剂 168 质量浓度分别为 0.30 mg/L、1.5 mg/L、3.0 mg/L、9 mg/L、15 mg/L,且其他 6 种抗氧化剂质量浓度分别为 0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、30 mg/L、5.0 mg/L 的标准工作溶液。采用同样方式,分别用水、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%乙醇分别配制同样浓度系列的 9 种抗氧化剂标准工作溶液。各取 1 mL 标准工作溶液,经针式尼龙过滤器过滤,待上机测定。

## 11 仪器和设备

11.1 液相色谱-串联质谱仪:带电喷雾离子源(ESI)。

11.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。

11.3 氮吹浓缩仪。

11.4 玻璃微量注射器:10  $\mu$ L、100  $\mu$ L 和 1 000  $\mu$ L。

11.5 恒温设备。

11.6 涡旋振荡器。

11.7 针式尼龙过滤器:孔径 0.22  $\mu$ m。

11.8 抽滤装置。

## 12 分析步骤

### 12.1 试液的制备

同 5.1。

### 12.2 仪器参考条件

#### 12.2.1 液相色谱条件如下:

- 色谱柱: $C_{18}$ 柱,柱长 50 mm,柱内径 2.1 mm,粒度 1.8  $\mu$ m,或同等性能色谱柱;
- 流动相:A 为 1 mmol/L 氟化铵溶液,B 为甲醇,洗脱梯度见表 3;

表 3 洗脱梯度表

| 时间/min | A/% | B/% |
|--------|-----|-----|
| 0      | 50  | 50  |
| 1.5    | 10  | 90  |
| 3      | 10  | 90  |
| 3.1    | 0   | 100 |
| 10     | 0   | 100 |
| 10.1   | 50  | 50  |
| 13     | 50  | 50  |

- 流速:0.5 mL/min;



- d) 柱温:40℃;
- e) 进样量:10  $\mu\text{L}$ 。

#### 12.2.2 质谱条件如下:

- a) 离子化模式:电喷雾电离源正离子模式和负离子模式(ESI);
- b) 质谱扫描方式:多反应监测(MRM);
- c) 其他质谱参考条件参见附录 C。

### 12.3 标准曲线的绘制

按照 12.2 所列仪器参考条件,将标准系列工作溶液分别注入液相色谱-串联质谱仪中,测定相应的色谱峰面积,以抗氧化剂浓度为横坐标,对应的定量离子峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,得到线性回归方程。

### 12.4 试液的测定

#### 12.4.1 定性测定

按照 12.2 所列仪器参考条件测定食品模拟物试样溶液和标准工作溶液,如果食品模拟物试样溶液与标准溶液的色谱峰保留时间偏差在 $\pm 2.5\%$ 范围内,且定性离子对的相对丰度与浓度相当的混合基质标准溶液的相对丰度一致、相对丰度偏差不超过表 4 的规定,则可判断样品中存在相应的待测物。9 种抗氧化剂的主要参考质谱参数参见附录 C,9 种抗氧化剂的液相色谱-质谱/质谱多反应监测(MRM)色谱图参见附录 D 中图 D.1。

表 4 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

| 相对离子丰度(K)/% | $K \geq 50$ | $20 < K < 50$ | $10 < K \leq 20$ | $K \leq 10$ |
|-------------|-------------|---------------|------------------|-------------|
| 允许的相对偏差/%   | $\pm 20$    | $\pm 25$      | $\pm 30$         | $\pm 50$    |

#### 12.4.2 定量测定

将试样溶液和空白试样溶液分别注入液相色谱-串联质谱仪中,得到待测目标物的峰面积,根据标准工作曲线计算得到试样溶液中 9 种抗氧化剂的浓度。

### 13 分析结果的表述

同第 6 章。

### 14 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 15%。

### 15 其他

当迁移试验中 S/V 与样品实际使用情形下 S/V 相同时,本方法对各模拟物、化学替代溶剂中抗氧化剂迁移量的检出限和定量限见表 5。当迁移试验中 S/V 与样品实际使用情形下 S/V 不同时,本方法对食品模拟物、化学替代溶剂中抗氧化剂迁移量的检出限和定量限按第 13 章进行折算。

表 5 9 种抗氧化剂迁移量的检出限和定量限

| 抗氧化剂       | 检出限<br>mg/kg | 定量限<br>mg/kg |
|------------|--------------|--------------|
| 抗氧化剂 2246  | 0.03         | 0.1          |
| 抗氧化剂 264   | 0.1          | 0.3          |
| BHA        | 0.03         | 0.1          |
| 2,4-二叔丁基苯酚 | 0.1          | 0.3          |
| 抗氧化剂 425   | 0.03         | 0.1          |
| 抗氧化剂 300   | 0.03         | 0.1          |
| 抗氧化剂 1010  | 0.03         | 0.1          |
| 抗氧化剂 1076  | 0.03         | 0.1          |
| 抗氧化剂 168   | 0.1          | 0.3          |

## 附录 A

## 9 种抗氧化剂的标准品相关信息

9 种抗氧化剂的化学名称、常用商品名、CAS 号和分子式见表 A.1。

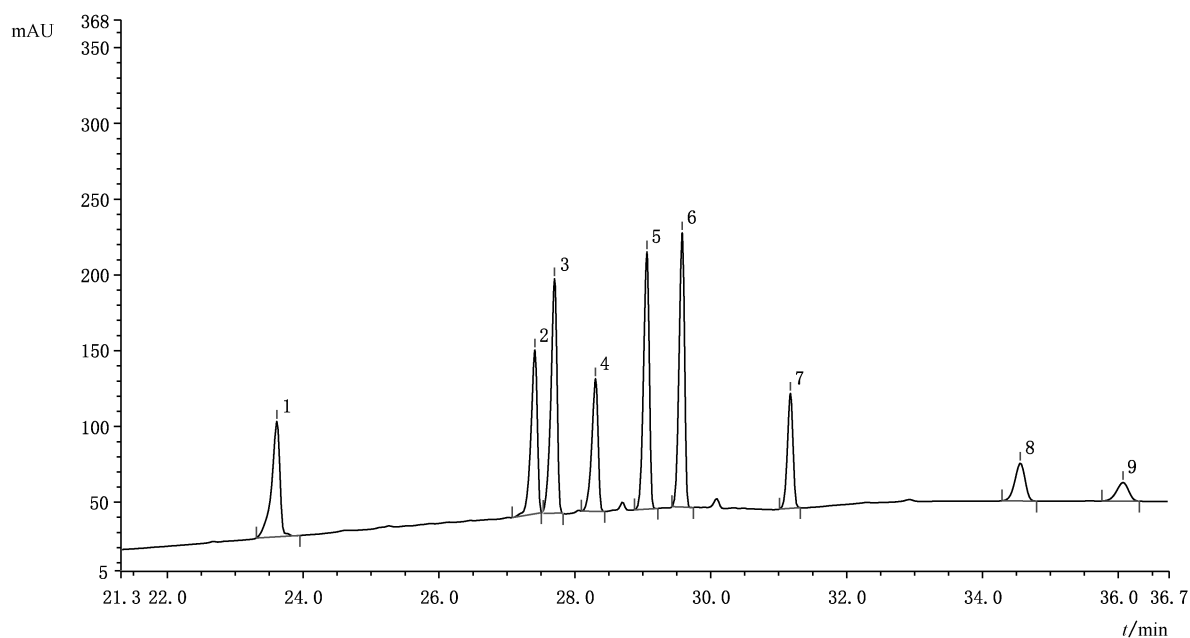
表 A.1 9 种抗氧化剂的化学名称、常用商品名、CAS 号和分子式

| 序号 | 化学名称                              | 常用商品名        | CAS 号      | 分子式  |
|----|-----------------------------------|--------------|------------|--|
| 1  | 2,2'-亚甲基双(6-叔丁基-4-甲基苯酚)           | 抗氧化剂 2246    | 119-47-1   | C <sub>23</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>   |
| 2  | 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚                   | 抗氧化剂 264     | 128-37-0   | C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O                |
| 3  | (1,1-二甲基乙基)-4-甲氧基苯酚               | 丁基羟基茴香醚(BHA) | 25013-16-5 | C <sub>11</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>   |
| 4  | 2,4-二叔丁基苯酚                        | 2,4-二叔丁基苯酚   | 96-76-4    | C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> O                |
| 5  | 2,2'-亚甲基双-(4-叔丁基-4-乙基苯酚)          | 抗氧化剂 425     | 88-24-4    | C <sub>25</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>   |
| 6  | 4,4'-硫代双(6-特丁基间甲酚)                | 抗氧化剂 300     | 96-69-5    | C <sub>22</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub> S |
| 7  | 四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]<br>季戊四醇酯 | 抗氧化剂 1010    | 6683-19-8  | C <sub>73</sub> H <sub>108</sub> O <sub>12</sub> |
| 8  | β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸十八酯          | 抗氧化剂 1076    | 2082-79-3  | C <sub>35</sub> H <sub>62</sub> O <sub>3</sub>   |
| 9  | 三(2,4-二叔丁基)亚磷酸苯酯                  | 抗氧化剂 168     | 31570-04-4 | C <sub>42</sub> H <sub>63</sub> O <sub>3</sub> P |

## 附录 B

### 9 种抗氧化剂的高效液相色谱图

第一法中 9 种抗氧化剂的高效液相色谱图见图 B.1。



标引序号说明：

- 1——BHA；
- 2——2,4-二叔丁基苯酚；
- 3——抗氧化剂 300；
- 4——抗氧化剂 264；
- 5——抗氧化剂 2246；
- 6——抗氧化剂 425；
- 7——抗氧化剂 1010；
- 8——抗氧化剂 1076；
- 9——抗氧化剂 168。

注：BHA 和抗氧化剂 300 浓度均为 5 mg/L,其余 7 种物质浓度均为 10 mg/L。

图 B.1 9 种抗氧化剂的高效液相色谱图

附 录 C  
质谱参考条件

第二法中质谱参考条件如下：

- a) 雾化气:55 psi(379 kPa);
- b) 气帘气:30 psi(207 kPa);
- c) 离子源温度:400 °C;
- d) 碰撞气:8 psi(55 kPa);
- e) 其他质谱参数见表 C.1。

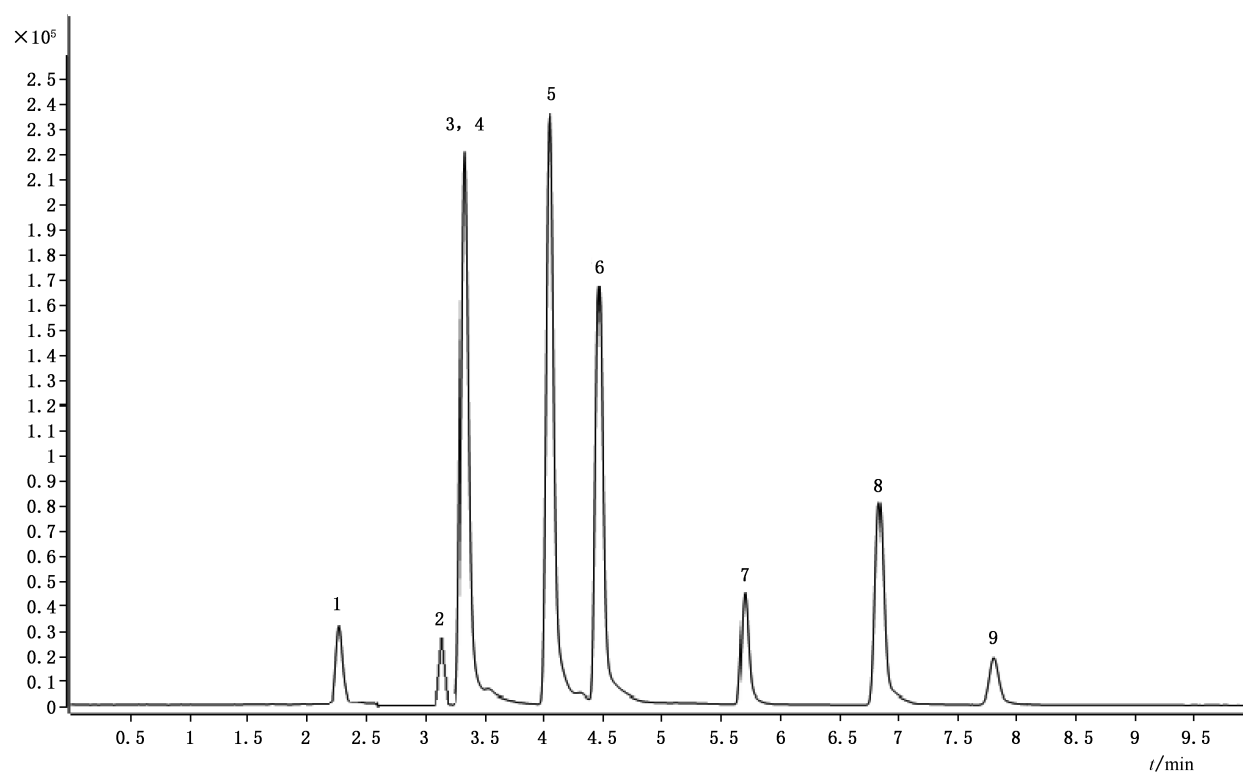
表 C.1 9 种抗氧化剂的主要参考质谱参数

| 序号      | 化合物(常用商品名) | 母离子( $m/z$ ) | 子离子( $m/z$ ) | 驻留时间<br>ms | 碎裂电压<br>V | 碰撞能量<br>eV |
|---------|------------|--------------|--------------|------------|-----------|------------|
| 1       | BHA        | 179.0        | 164.0*       | 10         | -50       | -22        |
|         |            |              | 149.1        |            |           | -35        |
| 2       | 2,4-二叔丁基苯酚 | 205.1        | 189.1*       | 10         | -150      | -37        |
|         |            |              | 173.1        |            |           | -60        |
| 3       | 抗氧化剂 300   | 357.0        | 194.1*       | 10         | -50       | -45        |
|         |            |              | 178.8        |            |           | -65        |
| 4       | 抗氧化剂 264   | 219.1        | 219.1*       | 10         | -50       | -15        |
| 5       | 抗氧化剂 2246  | 339.0        | 163.1*       | 10         | -50       | -39        |
|         |            |              | 147.2        |            |           | -16        |
| 6       | 抗氧化剂 425   | 367.2        | 177.1*       | 10         | -50       | -43        |
|         |            |              | 162.2        |            |           | -60        |
| 7       | 抗氧化剂 1010  | 1194.8       | 729.4*       | 10         | 40        | 56         |
|         |            |              | 563.1        |            |           | 72         |
| 8       | 抗氧化剂 1076  | 548.5        | 475.6*       | 10         | 40        | 18         |
|         |            |              | 419.3        |            |           | 24         |
| 9       | 抗氧化剂 168   | 647.5        | 290.9*       | 10         | 40        | 56         |
|         |            |              | 347.2        |            |           | 56         |
| * 定量离子。 |            |              |              |            |           |            |

## 附录 D

## 9 种抗氧化剂的液相色谱-串联质谱法总离子流(TIC)色谱图

第二法中 9 种抗氧化剂液相色谱-串联质谱总离子流(TIC)色谱图见图 D.1。



标引序号说明:

- 1——BHA;
- 2——2,4-二叔丁基苯酚;
- 3——抗氧化剂 300;
- 4——抗氧化剂 264;
- 5——抗氧化剂 2246;
- 6——抗氧化剂 425;
- 7——抗氧化剂 1010;
- 8——抗氧化剂 1076;
- 9——抗氧化剂 168。

注: 2,4-二叔丁基苯酚、抗氧化剂 264 和抗氧化剂 168 质量浓度均为 0.3 mg/L, 其余 6 种物质质量浓度均为 0.1 mg/L。

图 D.1 9 种抗氧化剂的总离子流色谱图

附录 E

9 种抗氧化剂液相色谱-串联质谱多反应监测(MRM)谱图

9 种抗氧化剂的液相色谱-串联质谱多反应监测(MRM)谱图见图 E.1~E.9。

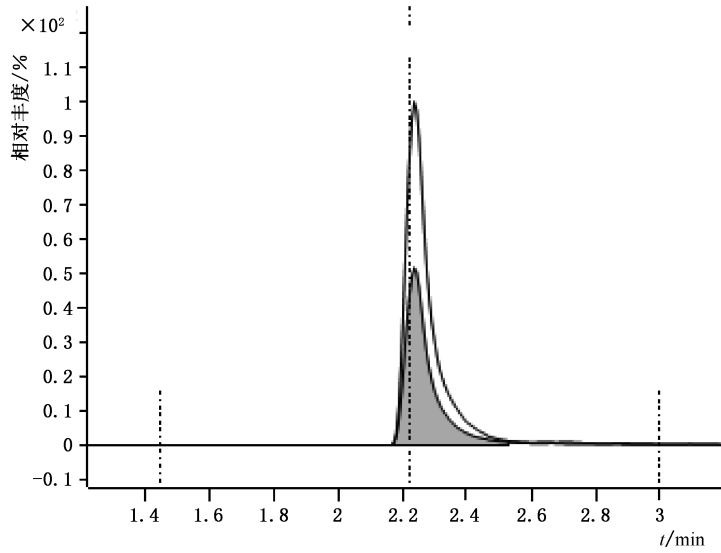


图 E.1 BHA 的 MRM 谱图

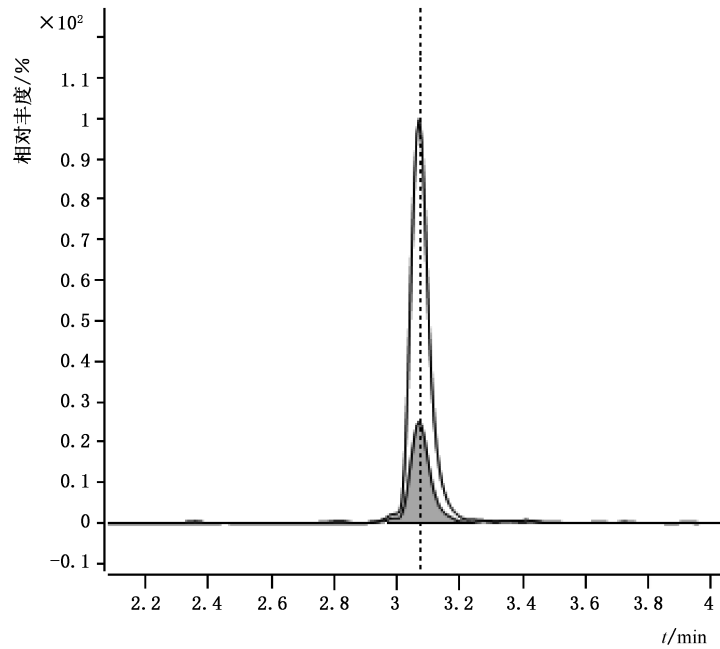


图 E.2 2,4-二叔丁基苯酚的 MRM 谱图

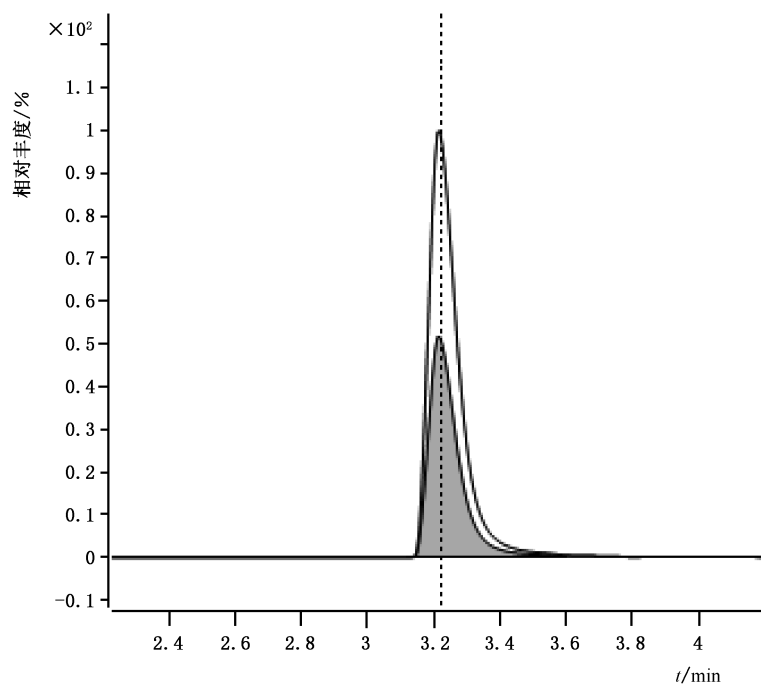


图 E.3 抗氧化剂 300 的 MRM 谱图

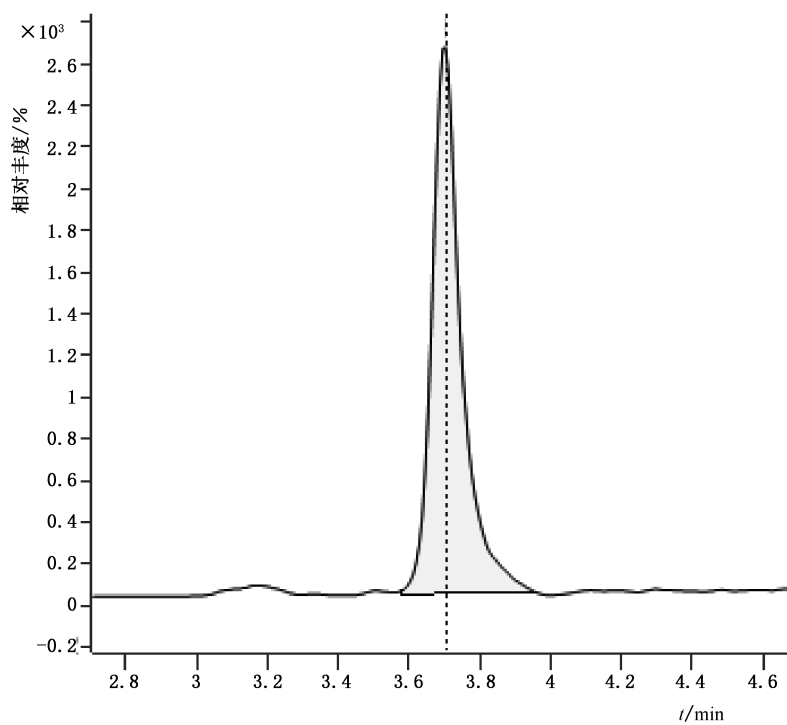


图 E.4 抗氧化剂 264 的 MRM 谱图



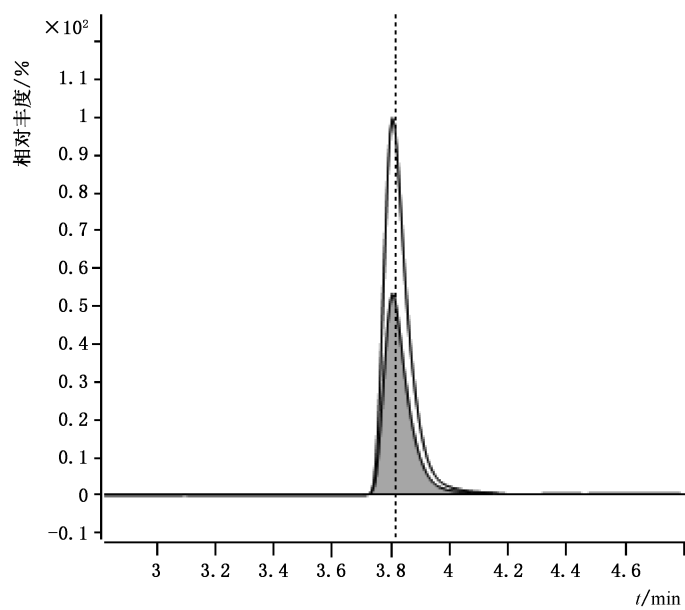


图 E.5 抗氧化剂 2246 的 MRM 谱图

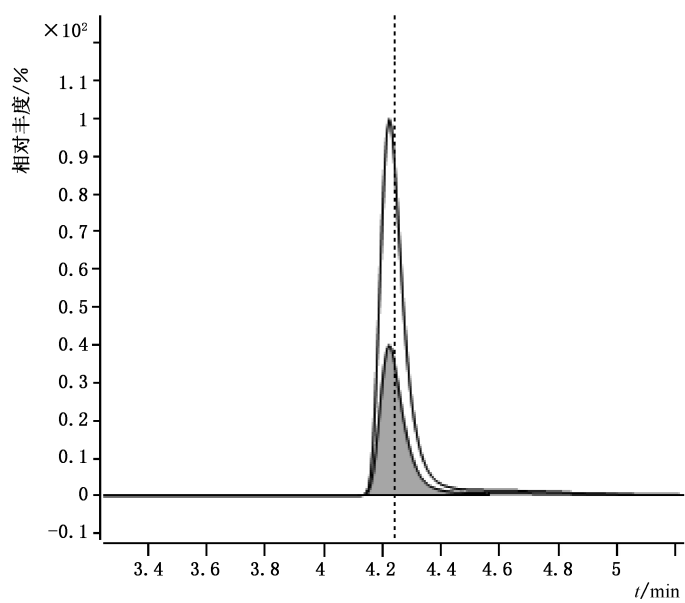


图 E.6 抗氧化剂 425 的 MRM 谱图

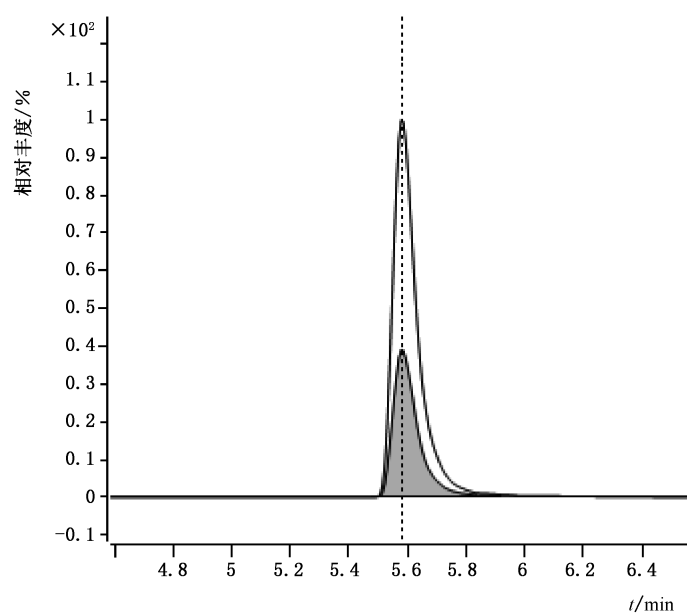


图 E.7 抗氧化剂 1010 的 MRM 谱图

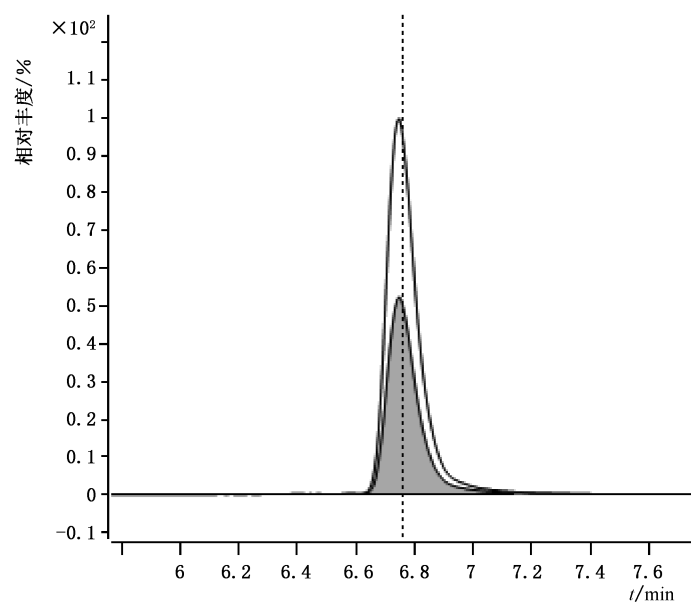


图 E.8 抗氧化剂 1076 的 MRM 谱图

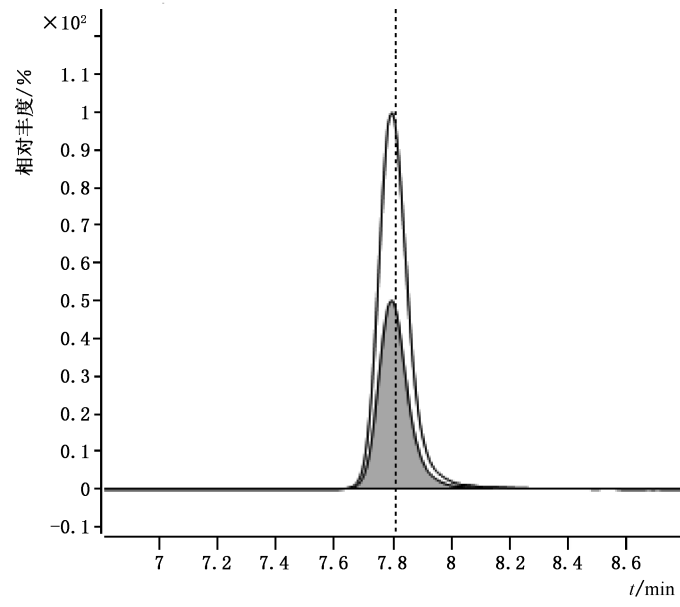


图 E.9 抗氧化剂 168 的 MRM 谱图