



中华人民共和国国家标准

GB 21926—2016

食品安全国家标准 含脂类辐照食品鉴定 2-十二烷基环丁酮的气相色谱- 质谱分析法

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB/T 21926—2008《辐照含脂食品中 2-十二烷基环丁酮测定 气相色谱/质谱法》。

本标准与 GB/T 21926—2008 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 含脂类辐照食品鉴定 2-十二烷基环丁酮的气相色谱-质谱分析法”;
- 改进了硅胶柱层析法。

食品安全国家标准

含脂类辐照食品鉴定

2-十二烷基环丁酮的气相色谱- 质谱分析法

1 范围

本标准规定了利用 2-十二烷基环丁酮鉴定含脂辐照食品的气相色谱-质谱分析法。
本标准适用于脂肪含量大于 1% 的辐照食品的鉴定。

2 原理

采用正己烷将样品中的脂肪和 2-十二烷基环丁酮一起萃取出来,经硅胶层析柱净化、浓缩后,用气相色谱-质谱仪测定 2-十二烷基环丁酮,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

3.1 试剂

3.1.1 正己烷(C_6H_{14})。

3.1.2 无水硫酸钠(Na_2SO_4):650 °C 灼烧 4 h,干燥器中冷却,保存备用。

3.1.3 乙醚($C_4H_{10}O$)。

3.1.4 氮气(N_2):纯度 $\geq 99.999\%$ 。

3.1.5 氦气(He):纯度 $\geq 99.999\%$ 。

3.2 材料

硅胶:250 μm ~500 μm ,柱层析用。使用前,将硅胶置于 100 °C 烘箱活化 12 h,干燥器中冷却。于具塞锥形瓶中加入 4%(质量比)水去活化,摇动锥形瓶至硅胶分散均匀。将去活化的硅胶于干燥器中平衡 12 h,一周内可用。

3.3 标准品

2-十二烷基环丁酮标准品($C_{16}H_{30}O$):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 2-十二烷基环丁酮标准储备溶液

准确称取适量 2-十二烷基环丁酮标准品(精确至 0.1 mg),用正己烷溶解,配制成浓度为 100 $\mu g/mL$ 的标准储备溶液,-20 °C 贮存,3 个月内有效。

3.4.2 2-十二烷基环丁酮标准工作溶液

用正己烷稀释标准储备溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$),分别配制成 0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的各级标准工作溶液, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 贮存,1 个月内有效,但出现谱峰异常时应考虑重新配制。

4 仪器和设备

- 4.1 气质联用仪:配备弱极性(如 DB-5)或适当性质和规格的毛细管柱,柱长:30 m,内径:0.25 mm,膜厚:0.25 μm 。
- 4.2 索氏提取器。
- 4.3 氮吹仪。
- 4.4 电动搅拌机。
- 4.5 恒温干燥箱。
- 4.6 恒温水浴锅。
- 4.7 旋转蒸发器。
- 4.8 电子天平:感量 0.1 mg。
- 4.9 玻璃层析柱:柱长:200 mm~300 mm,内径:20 mm。

5 分析步骤

5.1 试样制备

选取样品中带脂肪的部位,牛肉、猪肉等固体样品切成小块,鸡蛋等液态样品应干燥至半固体状。用电动搅拌机绞碎并混匀,置于密闭玻璃管中或金属箔内。

5.2 脂肪提取

称取 20 g 无水硫酸钠和 20 g 样品(可根据样品脂肪含量适当调整)放入纤维材质抽提套管中,混合后用脱脂棉塞住管口。向索氏提取器中加入 100 mL 正己烷,将抽提套管放入提取器中,再加入 40 mL 正己烷,以约 1 h 虹吸 4 次的速度,加热回流萃取 6 h。

收集全部脂肪提取液,旋转蒸发浓缩至 2 mL~3 mL($45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴,约 25 kPa)。将浓缩后的脂肪转移至具塞玻璃管中,氮吹浓缩至恒重。

5.3 硅胶柱层析

在玻璃层析柱中填充 30 g 去活化的硅胶,硅胶顶部盖上 1 cm 厚的无水硫酸钠,用 2 倍柱体积的正己烷预淋洗。称取 5.2 中制备的 1.0 g 脂肪,溶于 5 mL 正己烷,上柱。先用 150 mL 正己烷淋洗,流速控制在 2 mL/min,弃去淋洗液。再用 480 mL 含有 1% 乙醚的正己烷溶液洗脱,弃去先流出的 230 mL 洗脱液,收集剩下的洗脱液。于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴将洗脱液旋转蒸发浓缩至 2 mL~5 mL,浓缩液转移至 10 mL 试管中,用 2 mL~5 mL 正己烷洗涤旋转蒸发瓶两次,洗涤液合并至试管中。于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 氮气吹至近干。用正己烷定容至 0.5 mL,转入进样瓶待测。

5.4 仪器参考条件

- a) 色谱柱升温程序: $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,然后以 $15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 $160\text{ }^{\circ}\text{C}$;再以 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 至 $175\text{ }^{\circ}\text{C}$;再以 $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 至 $290\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持 10 min,检测器温度 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$;

- b) 进样口温度:250 °C;
- c) 接口温度:280 °C;
- d) 离子源:EI 源,70 eV;
- e) 测定方式:选择离子检测(SIM);监测离子(m/z):55、98、112,定量离子(m/z):98;
- f) 载气:氦气,流速 1.0 mL/min;
- g) 进样量:1.0 μ L;
- h) 进样方式:不分流进样。

6 分析结果的表述

对标准工作溶液与样液等体积参插进样测定,外标法定量。在上述色谱条件下,2-十二烷基环丁酮标准样品的选择离子色谱图见图 A.1。2-十二烷基环丁酮的保留时间约为 17.1 min,质谱图见图 A.2。

若样液中检出的 2-十二烷基环丁酮色谱峰的保留时间与 2-十二烷基环丁酮标准的色谱峰的保留时间一致(相对偏差 ≤ 2 s),其质谱图与 2-十二烷基环丁酮标准的质谱图基本一致,扣除背景后选择监测离子 m/z 55、98 和 112 均出现,且 m/z 55、112 与基峰 m/z 98 的相对丰度比与 2-十二烷基环丁酮标准的相对丰度比的偏差不超过 20%,则可确证样品中检出 2-十二烷基环丁酮,表明该样品接受过辐照处理。

附录 A

2-十二烷基环丁酮标准品的色谱图和质谱图

A.1 2-十二烷基环丁酮标准品选择离子色谱图

2-十二烷基环丁酮标准品选择离子色谱图见图 A.1。

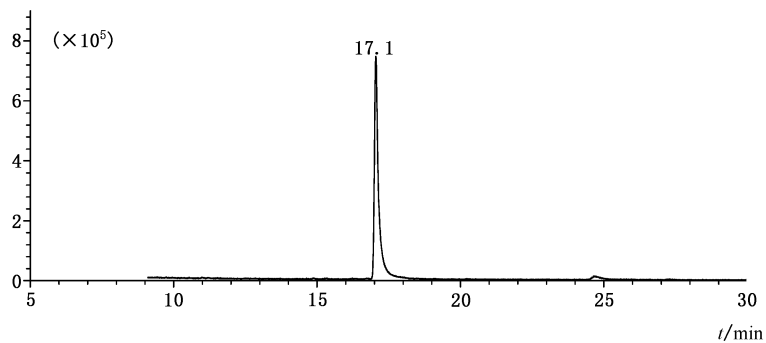


图 A.1 2-十二烷基环丁酮标准品选择离子色谱图

A.2 2-十二烷基环丁酮标准品全扫描质谱图

2-十二烷基环丁酮标准品全扫描质谱图见图 A.2。

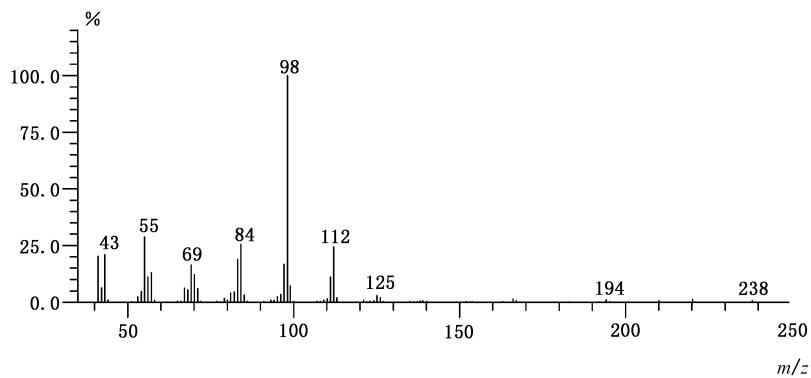


图 A.2 2-十二烷基环丁酮标准品全扫描质谱图