



中华人民共和国国家标准

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

Determination of 2-dodecylcyclobutanone in irradiated foods
containing fat—GC/MS method

2008-05-16 发布

2008-11-01 实施

数码防伪

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局、中国国家标准化管理委员会提出。

本标准由中国国家标准化管理委员会归口。

本标准起草单位：国家农副加工食品质量监督检验中心、安徽国家农业标准化与监测中心。

本标准主要起草人：程静、卢业举、赵成仕、舒勇、夏春、王彩霞、邵栋梁、臧爱香。

辐照含脂食品中 2-十二烷基环丁酮测定 气相色谱/质谱法

1 范围

本标准规定了辐照含脂食品中 2-十二烷基环丁酮的气相色谱/质谱(GC/MS)测定方法。

本标准适用于辐照含脂食品。

本标准检出限为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (以脂肪计)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.6 食品中脂肪的测定

3 原理

2-十二烷基环丁酮是含脂食品中棕榈酸甘油酯经辐照后,酰氧键发生断裂产生的,羰基在 2 号环位上,且与棕榈酸有相同数量的碳原子。

2-十二烷基环丁酮用正己烷随同脂肪一起索氏提取出来。提取物经过冷冻离心过滤、过柱净化等处理,气相色谱-质谱分析。

4 试剂

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏超纯水。

4.1 正己烷:重蒸馏。

4.2 乙醚。

4.3 2-十二烷基环丁酮标准样品:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.4 2-十二烷基环丁酮标准溶液:准确称取适量的 2-十二烷基环丁酮标准样品(精确至 0.1 mg),用正己烷定容,制备成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备溶液(储存条件:存放于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中)。根据实验需要再用正己烷稀释成适当浓度的标准使用溶液(现配现用)。

4.5 无水硫酸钠:650 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h,干燥器中放置保存。

4.6 弗罗里硅土吸附剂:60 目~100 目,层析用,650 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h。取适量弗罗里硅土,滴加其用量 10% 的水,边加边振荡均匀,干燥器中放置过夜后使用。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪。

5.2 索氏提取器。

5.3 冷冻离心机(5 000 r/min~10 000 r/min)。

5.4 层析柱(硅镁吸附剂):层析柱直径为 1.5 cm,先装脱脂棉少许,柱两头装 1 cm 高无水硫酸钠,中间装 3 g 硅镁吸附剂。

5.5 粉碎机(或均质机)。

5.6 精密天平(感量 0.1 mg)。

5.7 旋转蒸发器。

6 推荐仪器条件

6.1 色谱柱:DB-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或柱效相当的色谱柱。

6.2 推荐色谱柱温度(程序升温):80℃保持 1 min,然后以每分钟 15℃升温至 150℃,每分钟 8℃升温至 200℃,每分钟 20℃升温至 260℃保持 2 min。

6.3 进样口温度:260℃。

6.4 离子源温度:200℃。

6.5 接口温度:280℃。

6.6 离子源:EI 源,70 eV。

6.7 测定方式:选择离子监测方式(SIM)或选择离子储存方式(SIS)。选择监测离子(m/z):98、55、112,定量离子(m/z):98。

6.8 载气:氮气(99.999%),流速 1.0 mL/min。

6.9 进样方式:恒流,无分流进样。

6.10 进样量:1 μL。

7 分析步骤

7.1 制样

取样品,放入粉碎机(或均质机)中粉碎均匀。

7.2 脂肪测定

按照 GB/T 5009.6 进行脂肪含量测定。

7.3 提取

称取脂肪含量约 200 mg 样品置于提取器中,用正己烷在 80℃条件下索氏抽提约 5 h。

7.4 冷冻离心

将 7.3 提取液浓缩至 5 mL 左右,转入离心管中,冷冻离心(转速 5 000 r/min~10 000 r/min),时间 30 min,温度-5℃~-15℃。

7.5 过柱净化

先用 20 mL 的乙醚:正己烷(1:99)淋洗层析柱活化,取 7.4 离心后上清液上柱分离。用 50 mL 的乙醚:正己烷(1:99)淋洗层析柱,流速控制在 2 mL/min~3 mL/min。将洗出液浓缩定容至 2 mL,进样前将待测液过 0.45 μm 有机系过滤膜净化。

7.6 测定

7.6.1 定性分析

采用选择监测离子扫描方式(SIM)监测,样品峰与标样峰出峰时间一致,选定的定性离子(m/z):98、112、55 都出现,即可确定样品中含有 2-十二烷基环丁酮。

7.6.2 定量分析

配制浓度分别为 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 μg/mL 的 2-十二烷基环丁酮标准使用溶液,测定其峰面积,根据浓度和峰面积绘制标准曲线。同时测定 7.6 试样溶液,依据标准曲线进行定量分析。

2-十二烷基环丁酮的离子图和质谱图参见附录 A。

7.7 结果计算

2-十二烷基环丁酮含量的计算见式(1):

$$X = \frac{c \times V \times R \times 1\,000}{m \times w \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X ——脂肪中 2-十二烷基环丁酮的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c ——测定液中 2-十二烷基环丁酮的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——测定液体积，单位为毫升(mL)；

R ——稀释倍数；

m ——试样质量，单位为克(g)；

w ——试样脂肪含量，%。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)

2-十二烷基环丁酮的离子图和质谱图

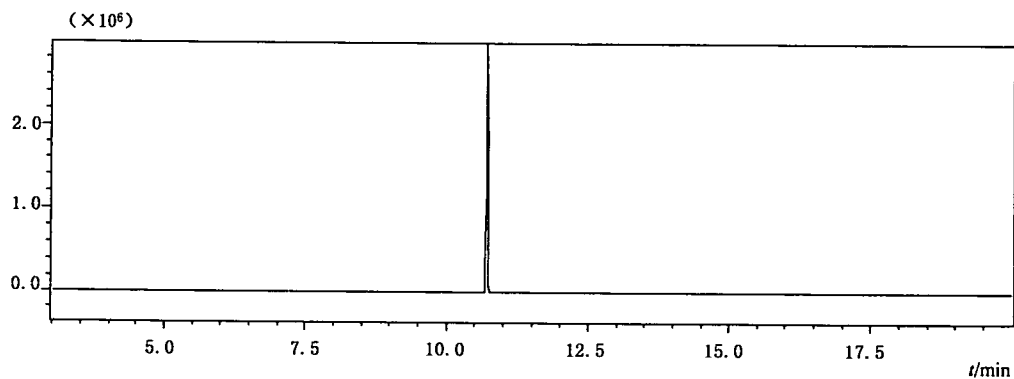


图 A.1 2-十二烷基环丁酮总离子流图

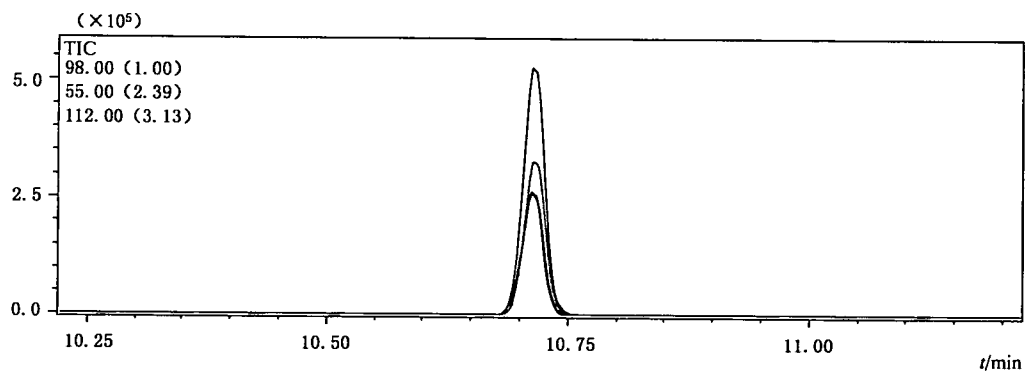


图 A.2 2-十二烷基环丁酮选择离子图

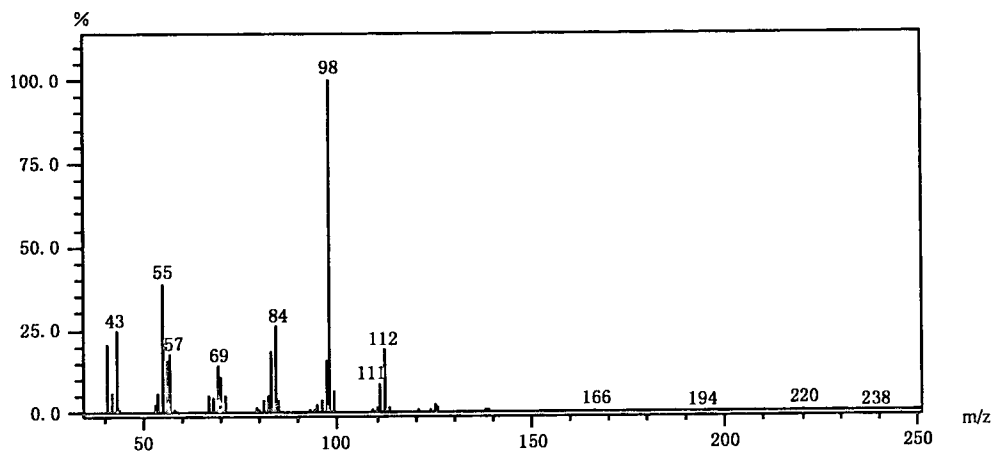


图 A.3 2-十二烷基环丁酮质谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
辐照含脂食品中 2-十二烷基环丁酮测定
气相色谱/质谱法
GB/T 21926—2008

*

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.spc.net.cn

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 8 千字
2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32369 定价 14.00 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 21926-2008

打印日期: 2009年4月15日