

# 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定 分析报告

## (第一法 气相色谱法)

### 一、参考标准

依据国家标准《GB5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》（第一法 气相色谱法）

### 二、方法介绍

样品经沉淀蛋白、脱脂酸化后，用乙酸乙酯提取，用配氢火焰离子化检测器的气相色谱仪分离测定，以色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

### 三、试剂和材料

#### 3.1 试剂

3.1.1 乙酸乙酯：色谱纯。

3.1.2 正己烷：色谱纯。

3.1.3 盐酸：分析纯

3.1.4 氢氧化钠：分析纯，

3.1.5 硫酸锌：分析纯。

3.1.6 盐酸溶液（1+1，V/V）：量取 50mL 盐酸加入到 50mL 水中，混匀。

3.1.7 氢氧化钠溶液（20g/L）：称取 2 g 氢氧化钠，溶于水并稀释至 100mL。

3.1.8 硫酸锌溶液（120g/L）：称取 12g 硫酸锌，溶于水并稀释至 100mL。

3.1.9 脱氢乙酸标准品：CAS 520-45-6，纯度 99.4%，有证书。

#### 3.2 仪器设备

3.2.1 GC9720Plus 气相色谱仪，氢火焰检测器（FID）

3.2.2 色谱柱：石英毛细管柱 RB-FFAP，柱长 30m，内径 0.32mm，膜厚 0.50 $\mu$ m

3.2.3 FL1092T 自动进样器

## 四、溶液配制

### 4.1 标准溶液配制

4.1.1 脱氢乙酸标准储备溶液 (1.0mg/mL)：准确称取 50.0mg 脱氢乙酸标准品于 50 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并定容至刻度，配制成浓度为 1.0mg/mL 的标准储备液，4℃保存。有效期为 3 个月。

4.1.2 脱氢乙酸标准工作液：分别吸取脱氢乙酸标准储备溶液 (1.0mg/mL) 10 $\mu$ L, 100 $\mu$ L, 500  $\mu$ L, 1000 $\mu$ L, 2000 $\mu$ L 于 10mL 容量瓶，用乙酸乙酯稀释至刻度，配成浓度为 1.00, 10.0, 50.0, 100, 200 $\mu$ g/mL 的脱氢乙酸标准系列溶液。4℃保存。有效期为 1 个月。

### 4.2 样品溶液制备

4.2.1 果蔬汁、果蔬浆样品、面包、糕点、焙烤食品馅料、复合调味料样品、黄油样品：

称取 2 g (精确到 0.001 g) 试样于至 50 mL 具塞塑料离心管中，加水约 15 mL, 2.5 mL 硫酸锌溶液 (3.1.8)，用氢氧化钠溶液 (3.1.7) 调 pH7.5, 转移至 25mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。置于离心管中、超声提取 15min。在 4000 r/min 转速下离心 10 min，取上清液 10 mL，加入 5 mL 正己烷，振摇 1min，在 4000 r/min 转速下离心 10 min，弃去正己烷层，下层水液加入 1mL 盐酸溶液 (3.1.6) 酸化后，准确加入 5.0mL 乙酸乙酯，振摇 2min，在 4000 r/min 转速下离心 10 min，取上清液供气相色谱测定。。

4.2.2 酱菜、发酵豆制品样品：

称取 2 g (精确到 0.001 g) 试样于至 50 mL 具塞塑料离心管中，加水约 15 mL, 2.5 mL 硫酸锌溶液 (3.1.8)，用氢氧化钠溶液 (3.1.7) 调 pH7.5, 转移至 25mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。置于离心管中、超声提取 15min。在 4000 r/min 转速下离心 10 min，取上清液 10 mL，加入 1mL 盐酸溶液 (3.1.6) 酸化后，准确加入 5.0mL 乙酸乙酯，振摇 2min，在 4000 r/min 转速下离心 10 min，取上清液供气相色谱测定。

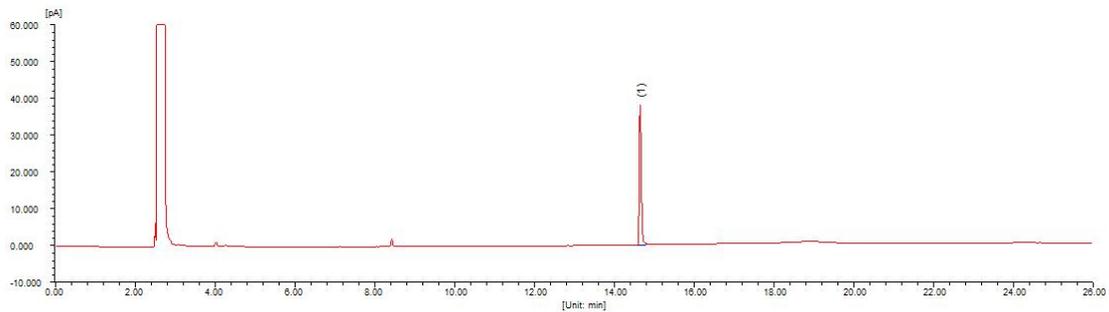
## 五、色谱条件

- (1) 进样口：240℃；
- (2) 柱温：初始 150℃，保持 2min，以 5℃/min 升到 220℃，保持 10min；

- (3) 检测器: 240°C;
- (4) 恒流: 1.0mL/min;
- (5) 分流比: 5: 1;
- (6) 进样量: 1.0μL。

## 六、分析结果

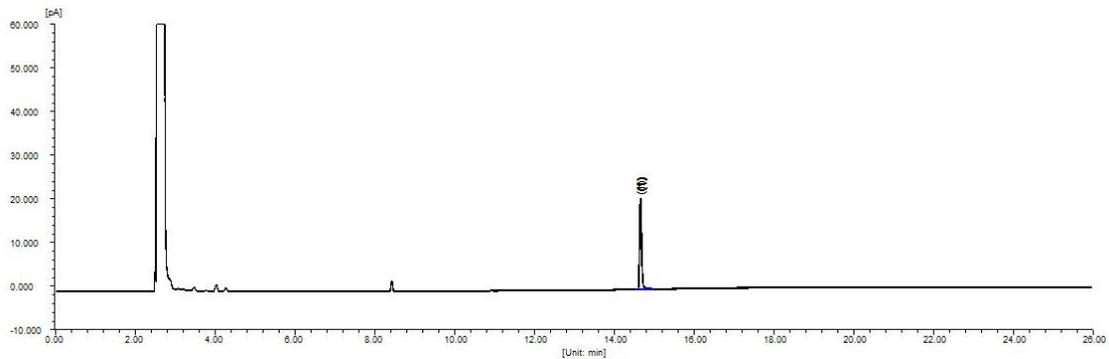
### 6.1 脱氢乙酸标准溶液典型谱图



1.脱氢乙酸

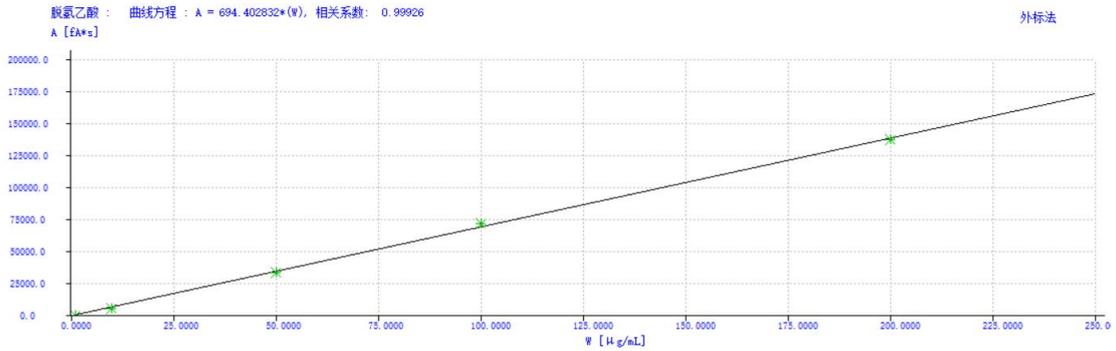
### 6.2 重复性实验

#### 6.2.1 脱氢乙酸标准溶液 100μg/mL 重复性谱图及结果



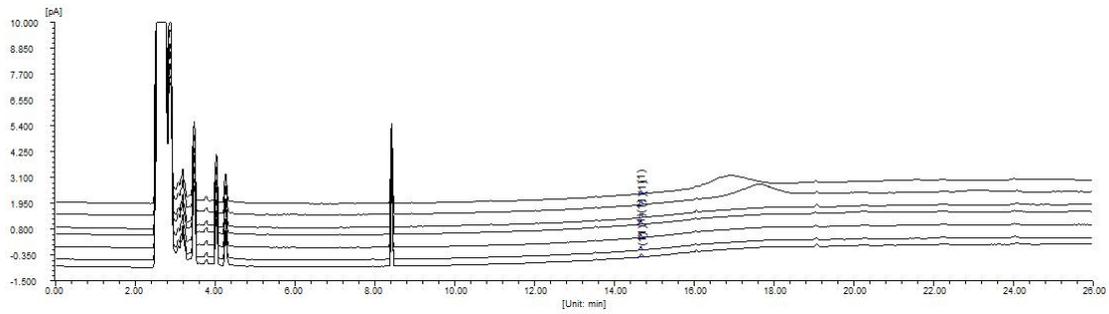
序号	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [μg/mL]	含量 RSD%	谱图数
1	脱氢乙酸	14.668	0.048	74939.3	1.5188	20737.7	2.1076	107.919	1.5188	6

### 6.3 脱氢乙酸标准曲线方程及相关系数



## 6.4 检出限

### 6.4.1 脱氢乙酸标准溶液 (1.0µg/mL) 七针重复性谱图



序号	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [µg/mL]	含量 RSD%	谱图数
1	脱氢乙酸	14.679	0.053	669.9	6.3041	170.2	2.8075	0.9648	6.3041	7

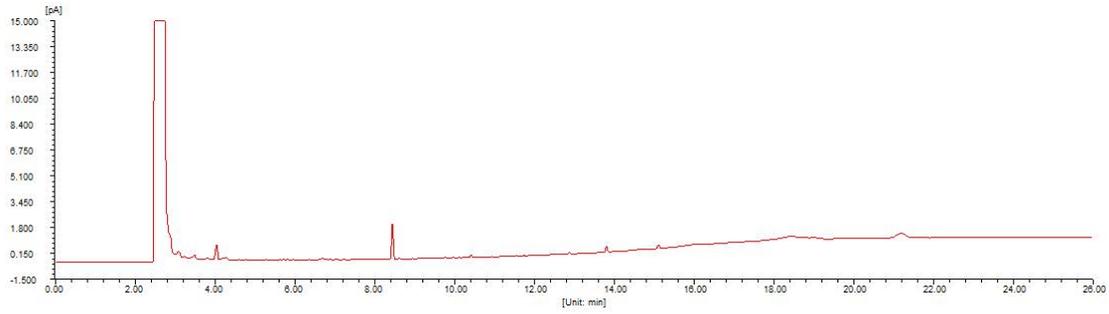
### 6.4.2 脱氢乙酸检出限结果

以取样 2.0 g 计, 本方法的检出限、定量限如下表所示:

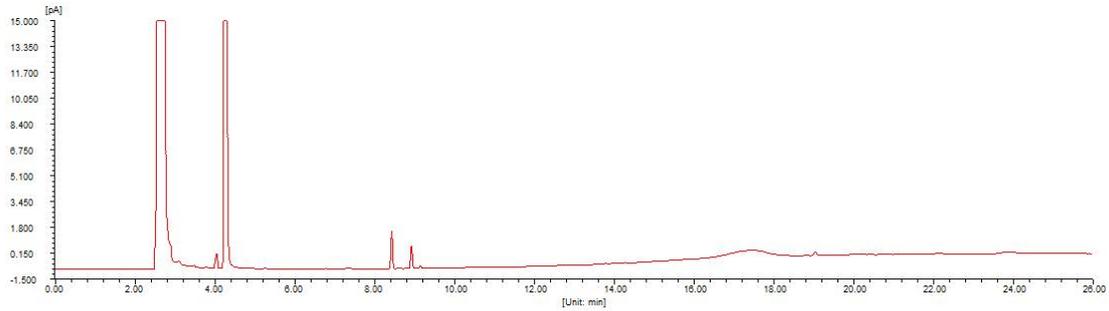
组分名	含量 [µg/mL]	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]						
脱氢乙酸	1.0474	0.9998	0.8789	0.9337	1.0229	0.9168	0.9538	1.0	3.0

## 6.5 样品中脱氢乙酸谱图及加标回收率结果

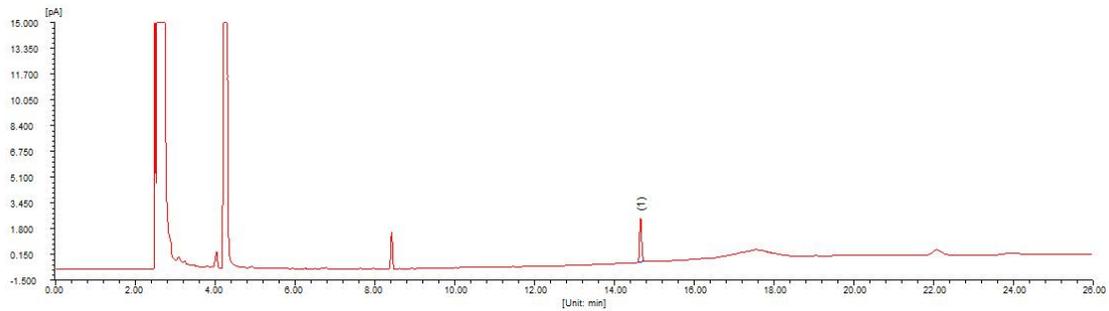
### 6.5.1 试样空白



### 6.5.2 果汁样品谱图及结果



### 6.5.3 果汁样品加标脱氢乙酸 (100 mg/kg)谱图及结果

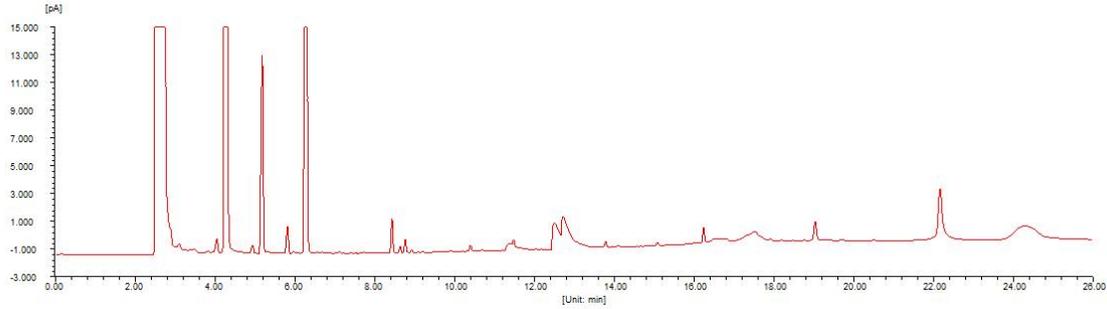


峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.670	0.055	2874.0	10516.6	100.0000	94.6555

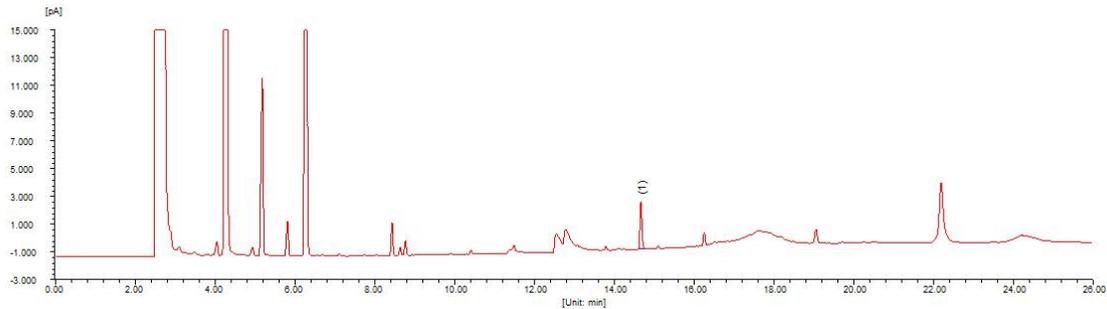
峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.656	0.054	2754.9	10120.5	100.0000	91.0902

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.670	0.055	2845.4	10524.0	100.0000	94.7220

#### 6.5.4 豆干样品谱图及结果



#### 6.5.5 豆干样品加标脱氢乙酸 (100 mg/kg)谱图及结果

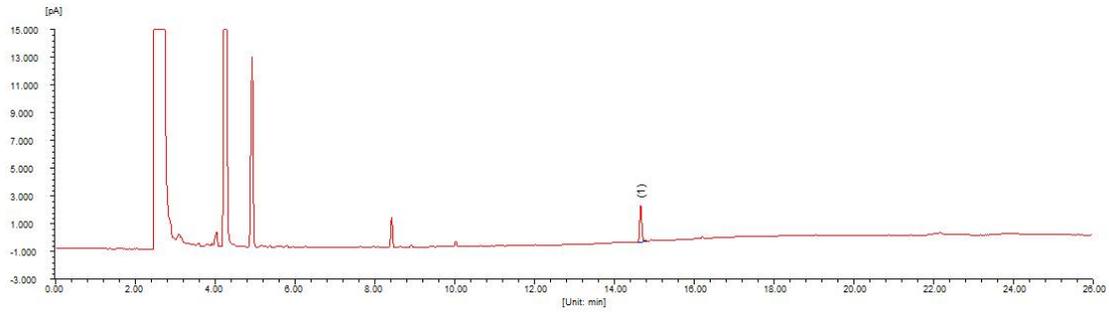


峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.676	0.053	3477.7	11808.1	100.0000	106.2795

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.661	0.052	3520.2	11941.8	100.0000	107.4827

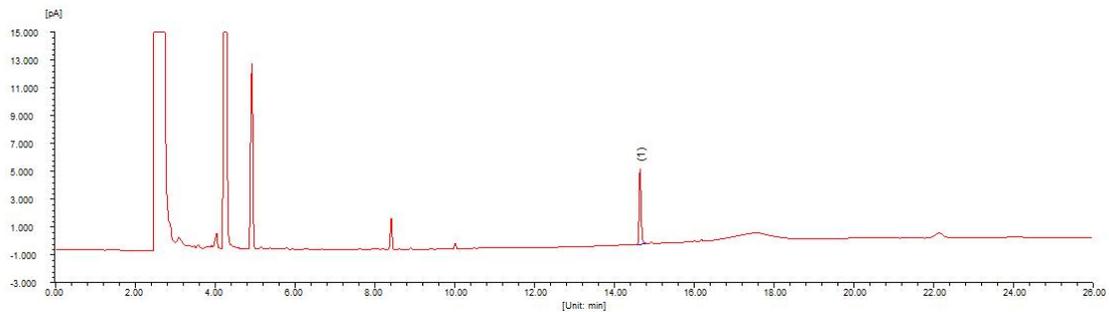
峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.679	0.052	3422.7	11705.5	100.0000	105.3558

### 6.5.6 面包样品谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.672	0.054	2643.2	9565.6	100.0000	86.0952

### 6.5.7 面包样品加标脱氢乙酸 (100 mg/kg)谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.672	0.053	5459.8	19326.1	100.0000	173.9449

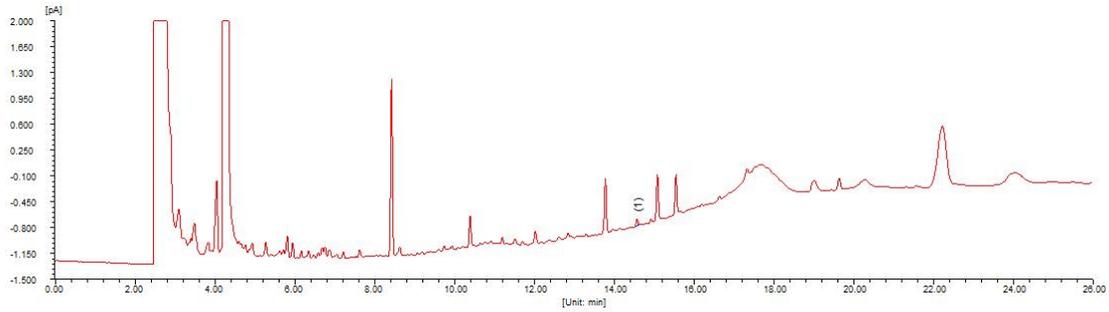
峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.669	0.053	5330.6	18726.9	100.0000	168.5518

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.657	0.052	5453.6	19029.9	100.0000	171.2796

### 6.5.8 黄油样品谱图及结果

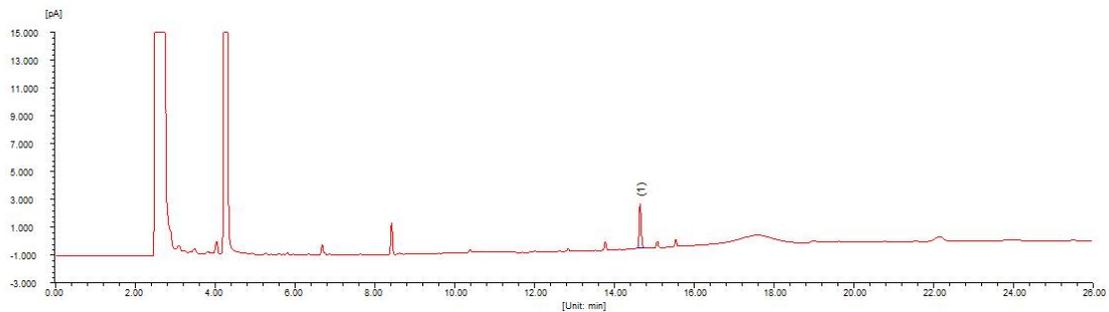
地址: 四川省成都市成华区成致路50号3栋2单元3楼  
 分析员: 刘海侠  
 电话: 15657600027

邮编: 610052  
 审核: 金迁  
 日期: 2022. 7. 31.



峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.582	0.050	98.0	315.6	100.0000	2.8401

### 6.5.9 黄油样品加标脱氢乙酸 (100 mg/kg)谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.678	0.053	3286.7	11455.6	100.0000	103.1068

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.675	0.054	3279.0	11539.3	100.0000	103.8596

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [mg/kg]
1	脱氢乙酸	14.660	0.054	3219.6	11334.8	100.0000	102.0194

样品名称	试样中脱氢乙酸含量 (mg/kg)	试样空白	试样中脱氢乙酸加标量 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	加标回收率 %	相对标准偏差%	平均回收率%
果汁	0	0	100	94.7	94.7	2.22	93.5
				91.1	91.1		
				94.7	94.7		
豆干	0	0	100	106	106	0.94	106
				107	107		
				105	105		
面包	86.1	0	100	174	87.9	2.95	85.2
				169	82.9		
				171	84.9		
黄油	2.84	0	100	103	100	0.90	100
				104	101		
				102	99.2		

## 七、方法验证结果

化合物	保留时间	峰面积	标准曲线	检出限	定量限	样品名称	样品中含量	加标回收率[%]
	RSD(%)	RSD(%)	相关系数	[mg/kg]	[mg/kg]		[mg/kg]	
脱氢乙酸	0.048	1.52	0.99926	1.0	3.0	果汁	0	93.5
						豆干	0	106
						面包	86.1	85.2
						黄油	2.84	100

脱氢乙酸作为一种食品防腐剂,被广泛用于黄油、腌制蔬菜、发酵豆制品、面包、糕点、复合调味料、熟肉制品等食品的防腐,使用范围和添加量都有严格的规定,如果违规使用食品防腐剂,会带来严重的食品安全隐患,因此快速、高效、经济地检测食品中的脱氢乙酸对食品安全风险监测工作有着重要的意义。脱氢乙酸属于非羧基酸类,在非极性或弱极性的色谱柱存在严重拖尾的现象,国家标准《GB5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙

推荐极性毛细管柱，本方法最终选择极性毛细管色谱柱 RB-FFAP，柱长 30m，内径 0.32mm，膜厚 0.50 $\mu$ m，得到了良好的峰形。参照国家标准《GB5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》（第一法 气相色谱法）的果蔬汁、果蔬浆样品制备，发现样品中的大量色素和果浆会被乙酸乙酯萃取，干扰脱氢乙酸的测定，不能得到满意的加标回收率。本方法通过改变果蔬汁、果蔬浆样品制备方法，优化柱温升温程序，使各类样品都获得了满意的回收率和良好的峰形。本方法脱氢乙酸标准曲线线性、加标回收率、检出限均能符合《GB5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》（第一法 液相色谱法）要求，完全能够在食品安全风险监测中快速、高效、经济地检测食品中的脱氢乙酸的含量。