

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.204—2005

食品中丙烯酰胺含量的测定方法 气相色谱-质谱(GC-MS)法

GC-MS method for determination of acrylamide in food

2005-09-03 发布

2005-12-01 实施

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。

本标准由安徽省产品质量监督检验所提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：安徽省产品质量监督检验所、国家农业标准化与监测中心(安徽)。

本标准主要起草人：程静、卢业举、蒋俊树、沈清、赵成仕、安虹、夏春。

食品中丙烯酰胺含量的测定方法

气相色谱-质谱(GC-MS)法

1 范围

本标准规定了食品中丙烯酰胺含量的气相色谱-质谱(GC-MS)联机测定方法。

本标准适用于食品中丙烯酰胺含量的测定。

本标准方法检出限为 7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 原理

丙烯酰胺(acrylamide)系极性小分子化合物。食品中丙烯酰胺经水、醇类等极性溶剂提取,离心过滤和过柱等净化处理,溴化衍生生成 2,3-二溴丙烯酰胺(2,3-DBPA),气相色谱-质谱联机分析,图谱参见附录 A。

主要特征定性离子碎片(m/z):152、150、108、106,其相对丰度比:150:152=1,108:106=1,108:152=0.6,106:150=0.6(各丰度比与标准品相比最大相差 $\leq 20\%$)。

定量离子(m/z):150。

定量方法:标准加入法。

3 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。

3.1 正己烷:重蒸馏。

3.2 乙酸乙酯:色谱纯。

3.3 丙烯酰胺标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

丙烯酰胺标准溶液:准确称取适量的丙烯酰胺标准样品(精确至 0.1 mg),用甲醇定容,制备成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备溶液(储存条件:存放于 -20°C 冰箱中)。根据实验需要再用水稀释成适合浓度的标准使用溶液(储存条件: $0^\circ\text{C}\sim 4^\circ\text{C}$ 避光放置,不得超过 3 d,建议现配现用)。

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

3.5 饱和溴水: $\geq 3\%$ 。

3.6 氢溴酸: $\geq 40\%$ 。

3.7 硫代硫酸钠溶液(0.2 mol/L)。

3.8 甲醇。

3.9 溴化钾。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪。

4.2 振荡器。

4.3 冷冻离心机(5 000 r/min \sim 10 000 r/min)。

4.4 固相提取装置(石墨化碳黑柱,规格为 Carbotrap B. SPE 柱,500 mg/3 mL)。

4.5 粉碎机(或均质机)。

4.6 精密天平(精度:0.1 mg)。