BJS

食 品 补 充 检 验 方 法

BJS 202604

代替 BJS 201708

食用植物油中乙基麦芽酚的测定

2026-06-25 发布

国家市场监督管理总局 发布

前　言

本方法代替 BJS 201708《食用植物油中乙基麦芽酚的测定》。

本方法与 BJS 201708 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——增加了花生油、玉米油、大豆油、橄榄油、葵花籽油、食用植物调和油、油茶籽油、亚麻籽油、核桃油等基质(见第 1 章)；

——将定量方式更改为内标法(见第 2 章，2017 年版的第 2 章)；

——更改了线性范围和仪器参考条件(见 3.4.6 和 5.3，2017 年版的 3.3.2 和 5.2)；

——更改了样品前处理方法(见 5.2，2017 年版的 5.1)；

——增加了结果表述(见第 9 章)。

食用植物油中乙基麦芽酚的测定

1 范围

本方法规定了食用植物油中乙基麦芽酚的液相色谱-串联质谱测定方法。

本方法适用于芝麻油、花生油、玉米油、大豆油、橄榄油、葵花籽油、菜籽油、食用植物调和油、油茶籽油、亚麻籽油、核桃油中乙基麦芽酚的测定。

2 原理

试样用甲醇提取，提取液经分散固相萃取净化，采用液相色谱-串联质谱仪测定，同位素内标法定量。

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《分析实验室用水规格和试验方法》规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

3.1.2 乙腈(CH_3CN)：色谱纯。

3.1.3 甲酸(HCOOH)：色谱纯。

3.1.4 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

3.2 试剂配制

3.2.1 0.1%甲酸乙腈溶液：量取 1 mL 甲酸(3.1.3)，用乙腈(3.1.2)稀释至 1 000 mL，混匀。

3.2.2 0.1%甲酸水溶液：量取 1 mL 甲酸(3.1.3)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.3 标准品

3.3.1 乙基麦芽酚标准品($C_7H_8O_3$，CAS 号：4940-11-8)：纯度≥99.0%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.3.2 乙基麦芽酚-D_5 标准品($C_7H_3D_5O_3$)：纯度≥99.0%，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 乙基麦芽酚标准储备液(1 mg/mL)：准确称取相当于 10mg(精确至 0.1mg)乙基麦芽酚标准品(3.3.1)，用甲醇(3.1.1)溶解后，转移至 10 mL 容量瓶中，用甲醇(3.1.1)定容至刻度，摇匀，配制成质量浓度为 1 mg/mL 的乙基麦芽酚标准储备液。贮存于 0 ℃～4 ℃冰箱中，有效期 6 个月。

3.4.2 乙基麦芽酚-D_5 内标标准储备液(1 mg/mL)：准确称取相当于 10 mg(精确至 0.1 mg)乙基麦芽酚-D_5 标准品(3.3.2)，用甲醇(3.1.1)溶解后，转移至 10 mL 容量瓶中，用甲醇(3.1.1)定容至刻度，摇匀，

配制成质量浓度为 1 mg/mL 乙基麦芽酚-D_5 的内标标准储备液。贮存于 0 ℃～4 ℃冰箱中，有效期 6 个月。

3.4.3 乙基麦芽酚标准中间液(10 μg/mL)：准确吸取乙基麦芽酚标准储备液(3.4.1)1.00 mL 于 100 mL容量瓶中，甲醇(3.1.1)定容至刻度，摇匀，配制成质量浓度为 10 μg/mL 的乙基麦芽酚标准中间液。贮存于 0 ℃～4 ℃冰箱中，有效期 3 个月。

3.4.4 乙基麦芽酚-D_5 内标标准工作液(10 μg/mL)：准确吸取乙基麦芽酚-D_5 内标标准储备液(3.4.2)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，甲醇(3.1.1)定容至刻度，摇匀，配制成质量浓度为 10 μg/mL 的乙基麦芽酚-D_5 内标标准工作液。贮存于 0 ℃～4 ℃冰箱中，有效期 3 个月。

3.4.5 乙基麦芽酚标准工作液(1 μg/mL)：准确吸取乙基麦芽酚标准中间液(3.4.3)1.00 mL 于10 mL 容量瓶中，甲醇(3.1.1)定容至刻度，摇匀，配制成质量浓度为 1 μg/mL 的乙基麦芽酚标准工作液。贮存于 0 ℃～4 ℃冰箱中，有效期 1 个月。

3.4.6 标准系列工作液：分别吸取 20 μL、50 μL、100 μL 乙基麦芽酚标准工作液(3.4.5)，20 μL、50 μL、100 μL 乙基麦芽酚标准中间液(3.4.3)及 20 μL 乙基麦芽酚-D_5 内标标准工作液(3.4.4)，用甲醇(3.1.1)稀释并定容至 10 mL。配制成质量浓度为 2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL 的标准系列工作液，标准系列工作液中乙基麦芽酚-D_5 内标溶液质量浓度均为20 ng/mL。临用现配。

3.5 材料

3.5.1 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(PSA)：粒径 40 μm～60 μm。

3.5.2 十八烷基硅烷键合硅胶(C_{18})：粒径 40 μm～60 μm。

3.5.3 QuEChERS 离心管：内含 100 mg C_{18}和 100 mg PSA。

3.5.4 陶瓷均质子：2 cm(长)×1 cm(外径)，或相当者。

3.5.5 微孔滤膜：孔径 0.22 μm，有机相，或相当者。

4 仪器和设备

4.1 液相色谱-串联质谱仪：配电喷雾离子源(ESI)。

4.2 电子天平：感量为 0.000 1 g 和 0.01 g。

4.3 涡旋混合器。

4.4 离心机：转速≥8 000 r/min。

4.5 微量移液器：量程为 20 μL～200 μL 和 100 μL～1 000 μL。

5 分析步骤

5.1 试样制备与保存

取适量代表性试样，充分混匀，按试样标示的保存条件保存。

5.2 试样前处理

称取 2 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 塑料离心管中，依次加入 20 μL 乙基麦芽酚-D_5 内标标准工作液(3.4.4)、2 mL 水、10 mL 甲醇(3.1.1)及一颗陶瓷均质子(3.5.4)，涡旋振荡 10 min。加入 6 g 无水硫酸钠(3.1.4)，立即涡旋振荡 1 min，8 000 r/min 离心 5 min。离心后的上清液为试样提取液，定量吸取 2mL 提取液至 QuEChERS 离心管中(内含 100 mg C_{18}和 100 mg PSA)(3.5.3)，涡旋混匀 1 min，

8 000 r/min 离心 5 min，吸取上清液用微孔滤膜(3.5.5)过滤，供液相色谱-串联质谱仪测定。

5.3 仪器参考条件

5.3.1 液相色谱参考条件如下。

a) 色谱柱：C_{18}色谱柱(2.1 mm×50 mm，1.8 μm)，或性能相当者。

b) 流动相：A 相为 0.1%甲酸水溶液(3.2.2)，B 相为 0.1%甲酸乙腈溶液(3.2.1)；梯度洗脱程序见表 1。

c) 流速：0.4 mL/min。

d) 柱温：40 ℃。

e) 进样体积：2 μL。

注：部分样品可能存在干扰峰，当存在干扰峰时，应调整液相色谱条件至目标峰与干扰峰基线分离。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.0	90	10
0.5	90	10
1.5	5	95
3.0	5	95
3.1	90	10
5.0	90	10

5.3.2 质谱参考条件如下：

a) 离子源：电喷雾离子源(ESI)；

b) 扫描方式：正离子扫描；

c) 检测方式：多反应监测(MRM)；

d) 气帘气(CUR)：241 kPa；

e) 雾化气(GS1)：345 kPa；

f) 辅助气(GS2)：345 kPa；

g) 离子喷雾电压(IS)：5 500 V；

h) 离子源温度(TEM)：550 ℃；

i) 定性离子对、定量离子对和碰撞能量的参考值见表 2。

注：上述仪器参考条件仅供参考，当采用不同仪器时，仪器参数可能存在差异，测定前应将仪器参数优化至最佳。

表 2 定性离子对、定量离子对和碰撞能量的参考值

化合物	定性离子对 m/z	定量离子对 m/z	去簇电压/V	碰撞能/eV
乙基麦芽酚	141.1/126.1	141.1/126.1	60	25
	141.1/71.1		60	40
乙基麦芽酚-D_5	146.1/128.1	146.1/128.1	80	25

5.4 标准曲线的制作

将标准系列工作液(3.4.6)分别注入液相色谱-串联质谱仪中，测定乙基麦芽酚及其同位素内标的峰

面积，以乙基麦芽酚峰面积与对应的同位素内标峰面积比值为纵坐标、乙基麦芽酚浓度为横坐标绘制标准曲线，内标法定量。标准溶液中特征离子质量色谱图见附录 A。

5.5 试样溶液的测定

5.5.1 定性测定

将标准系列工作液(3.4.6)和试样溶液(5.2)分别注入液相色谱-串联质谱仪中，记录标准系列工作液和试样溶液中乙基麦芽酚的保留时间，在相同条件下，试样溶液和标准系列工作液中乙基麦芽酚的色谱峰相对保留时间偏差在±2.5%之内，且试样溶液中乙基麦芽酚定性离子的相对丰度与浓度相当的标准系列工作液中对应的定性离子相对丰度的最大允许偏差不超过表 3 规定的范围，则可判定为试样中检出乙基麦芽酚。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	＞50	＞20～50	＞10～20	≤10
最大允许偏差/%	±20	±25	±30	±50

5.5.2 定量测定

将标准系列工作液(3.4.6)和试样溶液(5.2)分别注入液相色谱-串联质谱仪中，根据标准曲线得到试样溶液中乙基麦芽酚的浓度。

标准溶液及试样溶液中乙基麦芽酚的峰面积均应在仪器检测的定量测定线性范围之内。试样溶液中乙基麦芽酚浓度超出线性范围时，应在试样前处理时根据乙基麦芽酚浓度相应增加内标溶液的添加量，使试样溶液稀释后乙基麦芽酚的浓度在线性范围之内，且试样溶液与标准系列工作液中的内标浓度一致。

5.6 空白试验

除不称取试样外，均按上述测定条件和步骤进行。

6 结果计算

试样中乙基麦芽酚的含量按公式(1)计算：

$$X=\frac{\rho\times V\times 1\,000}{m\times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X ——试样中乙基麦芽酚的含量，单位为微克每千克(μg/kg)；

ρ ——由标准曲线计算得到试样溶液中乙基麦芽酚的质量浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

V ——提取液的体积，单位为毫升(mL)；

1 000 ——换算系数；

m ——试样的称样量，单位为克(g)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

7 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应超过算术平均值的 15%。

8 其他

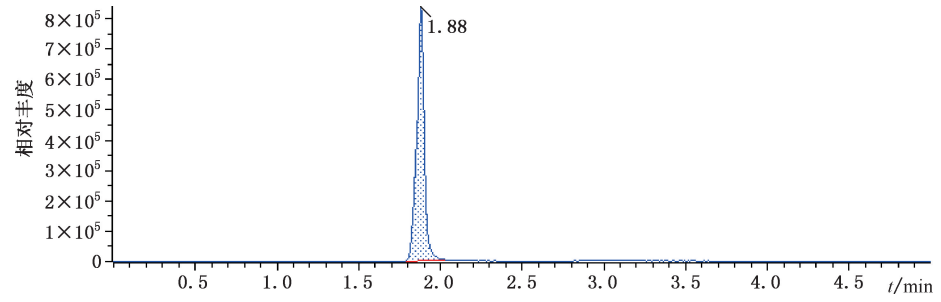
本方法的检出限为 10.0 μg/kg,定量限为 25.0 μg/kg。

9 结果表述

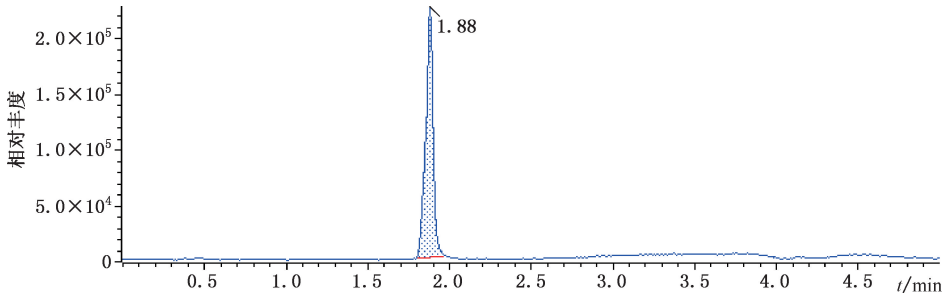
当乙基麦芽酚的检测结果大于定量限时,可认为存在添加乙基麦芽酚的可能,并应结合现场执法证据进行综合研判。

附　录　A
（资料性）
乙基麦芽酚、乙基麦芽酚-D_5 的特征离子质量色谱图

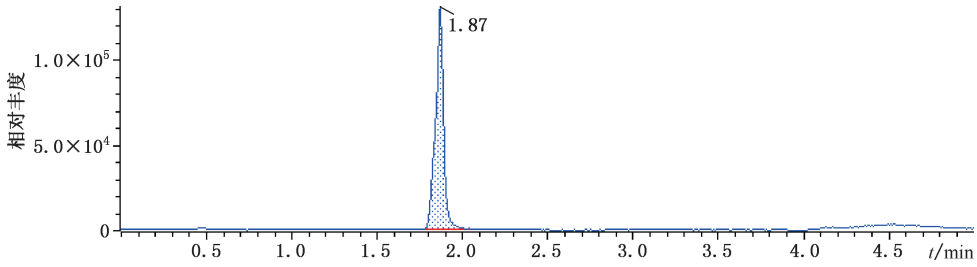
乙基麦芽酚、乙基麦芽酚-D_5 的特征离子质量色谱图见图 A.1。



a）　乙基麦芽酚定量离子对质量色谱图（*m*/*z* 141.1/126.1）



b）　乙基麦芽酚定性离子对质量色谱图（*m*/*z* 141.1/71.1）



c）　乙基麦芽酚-D_5 离子对质量色谱图（*m*/*z* 146.1/128.1）

图 A.1　标准溶液中乙基麦芽酚、乙基麦芽酚-D_5 的特征离子质量色谱图（20.0 ng/mL）

本方法起草单位：重庆市食品药品检验检测研究院（白亚敏、陈世奇、黄思瑜、苏敏、唐韵熙、张勉、赵博、秦德萍、侯美玲）。