

BJS

食品补充检验方法

BJS 202210

椰子汁饮料中 γ -壬内酯的测定

2022-09-10 发布

国家市场监督管理总局 发布

椰子汁饮料中 γ -壬内酯的测定

1 范围

本方法规定了椰子汁饮料中 γ -壬内酯的气相色谱测定方法。

本方法适用于椰子汁饮料中 γ -壬内酯含量的测定。

2 原理

试样中的 γ -壬内酯经固相萃取柱提取净化后,用气相色谱-氢火焰离子化检测器进行分离和测定,根据保留时间定性,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 规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 乙醇(C_2H_5OH)。

3.1.2 正己烷(C_6H_{14}):色谱纯。

3.2 标准品

γ -壬内酯标准品($C_9H_{16}O_2$,CAS 编号:104-61-0):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 γ -壬内酯标准储备液

准确称取 γ -壬内酯标准品(3.2)0.1 g(精确到 0.1 mg),用乙醇(3.1.1)溶解并定容至 100 mL 容量瓶中,摇匀,配制成质量浓度为 1 mg/mL 的标准储备液。4 °C 冷藏保存,有效期 6 个月。

3.3.2 γ -壬内酯标准系列工作溶液

准确吸取标准储备液(3.3.1)5 μ L、10 μ L、20 μ L、50 μ L、100 μ L、200 μ L、500 μ L 于一组 10 mL 容量瓶中,用正己烷(3.1.2)定容,配制成质量浓度为 0.5 μ g/mL、1.0 μ g/mL、2.0 μ g/mL、5.0 μ g/mL、10.0 μ g/mL、20.0 μ g/mL、50.0 μ g/mL 的标准系列工作溶液。临用现配。

3.4 材料

3.4.1 固相萃取柱:硅藻土小柱,规格 5 mL,或性能相当者。

3.4.2 微孔滤膜:0.45 μ m,有机相。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 分析天平:感量分别为 0.000 1 g 和 0.001 g。

4.3 固相萃取装置。

4.4 减压浓缩装置或氮吹仪。

5 分析步骤

5.1 试样前处理

准确称取混合均匀的试样 4 g(精确至 0.001 g)于试管中并全部转移至固相萃取柱中,静置 15 min,不间断加入 25 mL 正己烷(3.1.2)洗脱,收集洗脱液,于 38 °C 氮吹或减压浓缩至近干。用 2 mL 正己烷(3.1.2)溶解并定容,过 0.45 μm 有机滤膜后上机分析。

5.2 气相色谱参考条件

5.2.1 色谱柱:50%苯基 50%甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱,30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm,或性能相当者。

5.2.2 采用程序升温,柱初始温度 80 °C,保持 1 min,以 20 °C/min 速率升温至 180 °C,保持 1 min,以 10 °C/min 速率升温至 200 °C,保持 1 min,再以 30 °C/min 速率升温至 260 °C,保持 4 min。

5.2.3 进样口温度:250 °C。

5.2.4 检测器温度:270 °C。

5.2.5 进样方式:不分流进样,进样量:1 μL。

5.2.6 载气:高纯氮,纯度>99.999%。

5.2.7 载气流速:1.0 mL/min,恒流模式。

5.2.8 氢气流速:40 mL/min。

5.2.9 空气流速:300 mL/min。

5.3 标准曲线的制作

将标准系列工作溶液(3.3.2)分别注入气相色谱仪中,测定相应的峰面积,以标准系列工作液中 γ-壬内酯的浓度为横坐标,以峰面积的响应值为纵坐标,绘制标准曲线。γ-壬内酯的标准溶液气相色谱图参见附录 A 中图 A.1。

5.4 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱仪中,得到色谱峰的保留时间和峰面积,根据标准曲线得到待测液中 γ-壬内酯的浓度。待测样液中 γ-壬内酯的响应值应在标准工作曲线的线性范围内,超过线性范围则应稀释后再进样分析。

5.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述测定步骤和测定条件进行。

6 结果计算

试样中 γ-壬内酯的含量按公式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X ——试样中 γ -壬内酯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

ρ ——由标准曲线得到的试样溶液中 γ -壬内酯的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

ρ_0 ——由标准曲线得到的空白溶液中 γ -壬内酯的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL)；

m ——样品的质量,单位为克(g)；

1 000——换算系数。

计算结果需扣除空白值。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,计算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 10%。

8 其他

当取样量为 4 g 时,本方法的检出限为 0.3 mg/kg,定量限为 1.0 mg/kg。

附录 A

(资料性)

γ -壬内酯标准溶液气相色谱图

γ -壬内酯标准溶液气相色谱图见图 A.1。

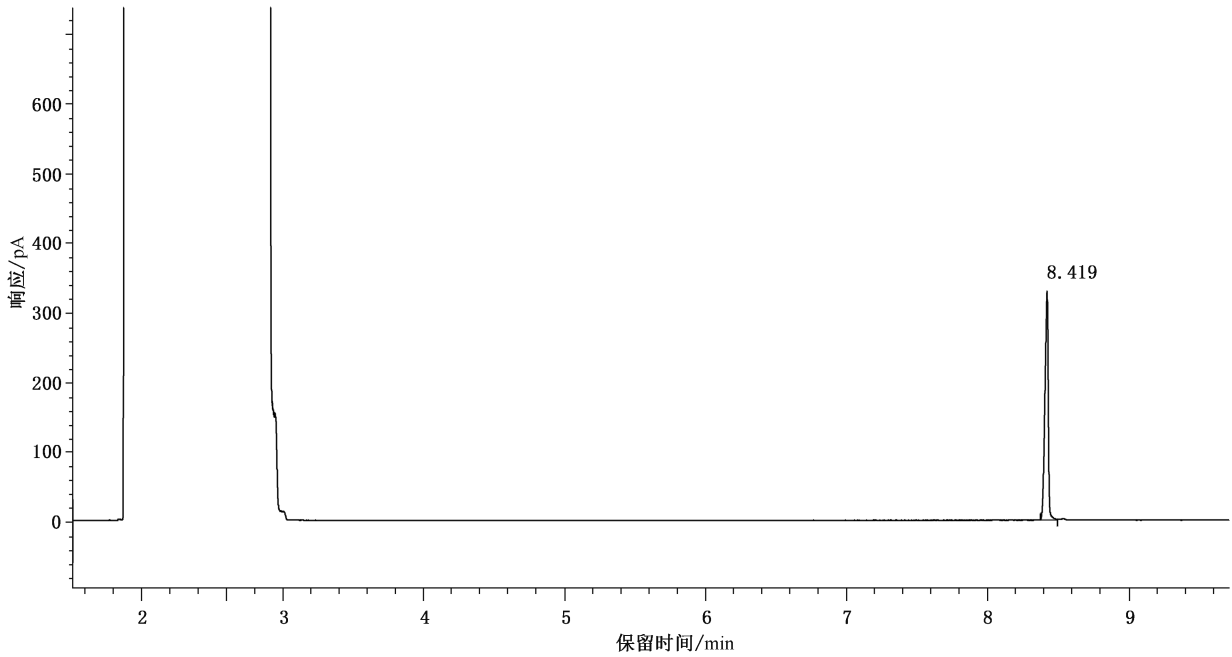


图 A.1 γ -壬内酯标准溶液气相色谱图

本方法负责起草单位:北京市食品检验研究院(北京市食品安全监控和风险评估中心)。

本方法参与验证单位:中国检验检疫科学研究院、河北省食品检验研究院、天津市食品安全检测技术研究院、广州质量监督检测研究院、中检科(北京)测试技术有限公司。

本方法主要起草人:耿健强、周相娟、毛婷、聂鯤、于晓瑾、钟丽君、赵玉琪、周瑞泽。