

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4350—2023

大米中2-乙酰基-1-吡咯啉的测定 气相色谱-串联质谱法

Determination of 2-acetyl-1-pyrroline in rice by gas chromatography-
tandem mass spectrometry

2023-04-11 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部农产品质量安全监管司提出。

本文件由农业农村部农产品营养标准专家委员会归口。

本文件起草单位：广东省农业科学院农业质量标准与监测技术研究所、广东农科监测科技有限公司、广州广电计量检测股份有限公司。

本文件主要起草人：王旭、耿安静、高毓文、刘帅、陈光、唐雪妹、蓝梦哲、黄穗华、杨秀丽。



大米中 2-乙酰基-1-吡咯啉的测定 气相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了大米中 2-乙酰基-1-吡咯啉的气相色谱—串联质谱测定方法。
本文件适用于大米中 2-乙酰基-1-吡咯啉的测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经粉碎、无水乙醇超声提取后,经气相色谱-串联质谱仪检测;以保留时间及特征离子的相对丰度定性,外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

无水乙醇(C_2H_6O ,CAS 号:64-17-5):色谱纯。

5.2 标准品

2-乙酰基-1-吡咯啉(缩写 2-AP)(C_6H_9NO ,CAS 号:85213-22-5);纯度 $\geq 95.0\%$ 。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 2-AP 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取 2-AP 标准品(5.2)10.0 mg(精确至 0.1 mg)于 10 mL 容量瓶中,立即用无水乙醇(5.1)定容至刻度,放置于 $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱,有效期 6 个月。

5.3.2 2-AP 标准工作溶液(10.0 mg/L):取 2-AP 标准储备溶液(5.3.1)0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用无水乙醇(5.1)定容,放置于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱,有效期 3 个月。

5.3.3 2-AP 基质标准曲线的配制:准确吸取 2-AP 标准工作溶液(5.3.2)0.05 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL、1.25 mL 于 10 mL 的容量瓶中,加空白基质溶液定容至刻度,配得浓度分别为 0.05 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、0.75 mg/L、1.00 mg/L、1.25 mg/L 的系列标准溶液,现用现配。标准工作溶液的浓度亦可根据实际情况自行调整。

5.4 材料

微孔滤膜(有机相):直径 13 mm、孔径 0.22 μm 。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱-串联质谱联用仪:配有电子轰击源(EI)。

6.2 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.01 g。

6.3 高速冷冻离心机。

6.4 超声波发生器。

6.5 涡旋振荡器。

6.6 粉碎机。

6.7 标准网筛:0.25 mm。

7 试样制备

取大米样品 250 g,粉碎过标准网筛(6.7)后于样品瓶中,宜用封口膜封口后,4℃条件下保存。

8 分析步骤

8.1 样品前处理

称取 1 g 试样(精确至 0.01 g)于 10 mL 离心管中,加入无水乙醇(5.1)1.5 mL,立即拧紧离心管螺帽,涡旋混匀,于 68℃水浴超声 2 h 后,10 000 r/min、4℃离心 10 min,取上清液,过微孔滤膜(5.4),上机测定。

8.2 测定

8.2.1 仪器参考条件

8.2.1.1 气相色谱参考条件

- a) 色谱柱:固定相为 5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm,或性能相当者;
- b) 色谱柱温度:初温 45℃保持 1 min,以 8℃/min 升温至 100℃,再以 50℃/min 升温至 250℃,保持 1 min;
- c) 载气:氦气,纯度≥99.999%,流速 1.2 mL/min;
- d) 进样口温度:250℃;
- e) 进样量:1 μL;
- f) 进样方式:不分流进样。

8.2.1.2 质谱参考条件

- a) 电子轰击源:70 eV;
- b) 离子源温度:250℃;
- c) 接口温度:250℃;
- d) 溶剂延迟:5.5 min;
- e) 采集方式:多反应监测(MRM);
- f) 检测方式:MRM,多反应监测条件见表 1。

表 1 2-AP 的参考质谱条件

化合物	保留时间,min	定量离子对, m/z	定性离子对, m/z	碰撞电压 CE,V
2-AP	6.094	111.0/83.1	111.0/83.1	6
			111.0/69.0	6

8.2.2 标准工作曲线绘制

将系列基质标准溶液(5.3.3)分别注入气相色谱-串联质谱仪中,以 2-AP 的定量离子的峰面积为纵坐标,以对应的系列基质标准溶液浓度为横坐标,绘制标准工作曲线。

8.2.3 定性分析

通过对比试样和标准溶液中目标物的保留时间及特征离子的相对丰度定性,所检测的特定 2-AP 色谱峰信噪比(S/N)大于 3,被测试样中特定 2-AP 的保留时间与标准溶液中目标化合物的保留时间比较,相对误差应在±2.5%之内。同时,被测试样中特定 2-AP 的相应特征离子丰度比与标准溶液中特定 2-AP 的色谱丰度比,允许的偏差见表 2。

表 2 定向测定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
允许的相对偏差,%	±20	±25	±30	±50

8.2.4 定量分析

采用外标法定量,将试样待测液注入气相色谱-质谱联用仪中,得到相应的 2-AP 的峰面积,根据标准曲线得到待测液中 2-AP 的浓度。试样待测液中的被测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内,若试样待测液的质量浓度超过曲线上限浓度,使用空白基质提取溶液稀释后测定。上述条件下,0.5 mg/L 2-AP 标准溶液(空白基质配)的多反应监测(MRM)色谱图和质谱图见附录 A。

8.3 空白试验

采用空白基质,按照 8.1~8.2 的规定的操作。

9 结果计算

试样中 2-AP 的含量以质量分数 ω 计,按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times 1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω ——试样中 2-AP 质量分数的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——基质标准工作溶液中被测物的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——通过标准工作曲线计算得空白基质的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试验溶液的提取体积的数值,单位为毫升(mL);

f ——试样稀释倍数;

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果用重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示。

10 精密度和灵敏度

10.1 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

10.2 灵敏度

方法检出限为 0.025 mg/kg,方法定量限为 0.075 mg/kg。

附录 A

(资料性)

大米中 2-AP 的多反应监测(MRM)色谱图和离子对图

大米中 2-AP 多反应监测(MRM)色谱图和离子对图分别见图 A.1 和图 A.2。

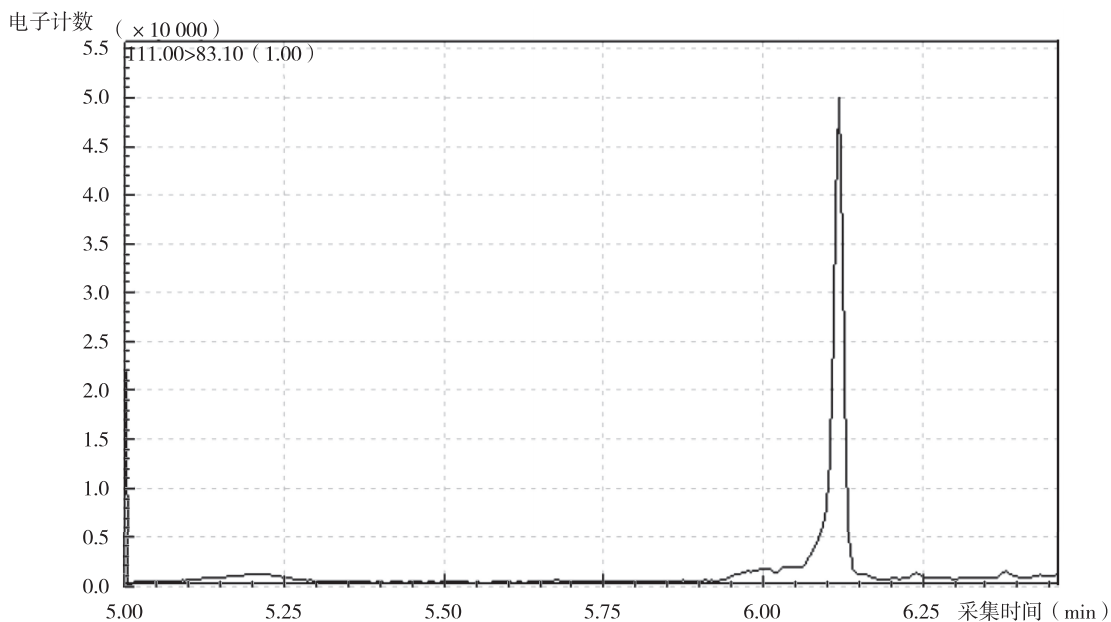


图 A.1 0.5 mg/L 2-AP 标准溶液(空白基质配)多反应监测(MRM)色谱图

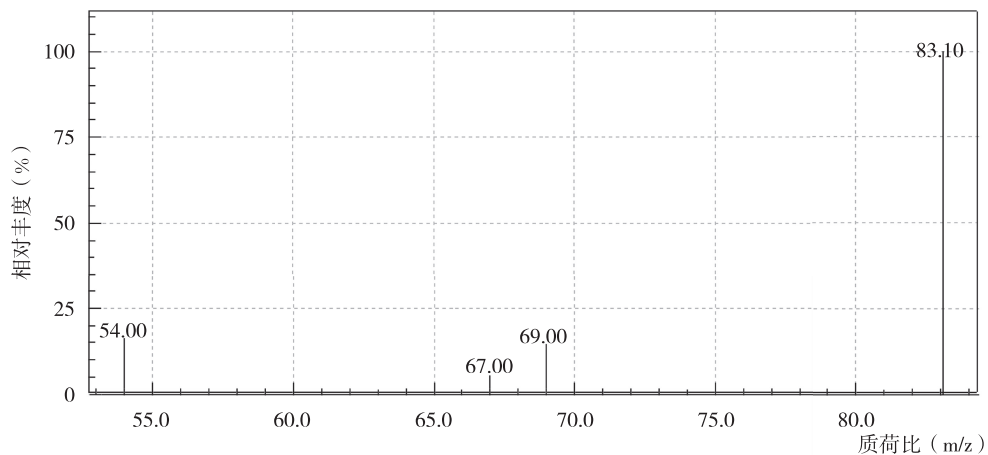


图 A.2 0.5 mg/L 2-AP 标准溶液(空白基质配)离子对图