

# BJS

## 食品补充检验方法

BJS 202106

### 食品中 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的测定

××××-××-××发布

国家市场监督管理总局

发布

# 食品中 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的测定

## 1 范围

本方法规定了食品中 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的气相色谱-质谱联用测定方法。

本方法适用于肉制品、膨化食品、调味酱(料)、火锅底料、风味发酵乳、婴幼儿配方乳粉、婴幼儿辅食肉泥等食品中 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的测定。

## 2 原理

试样粉碎后经正庚烷提取(含油脂试样正庚烷提取后经冷冻除脂),提取液过膜后采用气相色谱-质谱仪检测,采用选择离子监测扫描模式(SIM),以保留时间和定性离子碎片的丰度比定性,外标法定量。

## 3 试剂和材料

除另有规定,本方法所用试剂为色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

### 3.1 试剂

正庚烷( $C_7H_{16}$ )。

### 3.2 标准品

3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩,其中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量、结构式见附录 A。纯度不小于 99%,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

### 3.3 标准溶液配制

3.3.1 标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩标准品 25 mg(精确至 0.000 01 g),用正庚烷(3.1)溶解并定容至 25 mL,置于 0 °C~4 °C 冷藏保存,有效期为 6 个月。

3.3.2 标准中间液(1 mg/L):吸取 100  $\mu$ L 标准储备液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,用正庚烷稀释至刻度,摇匀,制成质量浓度为 1 mg/L 的标准中间液,0 °C~4 °C 冷藏保存,有效期为 6 个月。

3.3.3 标准系列工作溶液:吸取标准中间液(3.3.2)适量,用正庚烷配制成质量浓度为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL 和 200 ng/mL 的标准系列工作液,现用现配。或依仪器响应和实际情况配制适当浓度的标准系列工作溶液。

### 3.4 材料

微孔滤膜:0.22  $\mu$ m,有机相型。

## 4 仪器与设备

4.1 气相色谱-质谱仪,配有电子轰击离子源(EI)。

4.2 分析天平:感量分别为 0.000 01 g 和 0.001 g。

- 4.3 组织捣碎机。  
 4.4 涡漩混合器。  
 4.5 离心机:转速不低于 5 000 r/min。  
 4.6  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱。

## 5 试样制备

均匀性液态样品直接混匀;非均匀的液态样品充分搅拌均匀;半固体、固体样品用组织捣碎机粉碎并搅拌均匀。制备好的试样标明标记,按样品标示的保存条件保存备用。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样提取

称取 3 g (精确至 0.001 g)试样于 50 mL 离心管中,加入 15 mL 正庚烷,涡漩 1 min,振荡提取 5 min后,以 5 000 r/min 离心 5 min。对于不含油脂试样,取适量溶液过  $0.22\text{ }\mu\text{m}$  有机微孔滤膜供气相色谱-质谱仪测定。对于含油脂试样,将上清液转移至离心管中,置于 $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱冷冻 15 min(或 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱冷冻 70 min)后,取适量上清液过  $0.22\text{ }\mu\text{m}$  有机微孔滤膜供气相色谱-质谱仪测定。

### 6.2 仪器参考条件

#### 6.2.1 气相色谱条件

6.2.1.1 色谱柱:以聚乙二醇为固定相的石英毛细管柱, $30\text{ m}\times 0.25\text{ mm(i.d)}$ ,膜厚  $0.25\text{ }\mu\text{m}$ ,或同等性能的色谱柱。

6.2.1.2 色谱柱温度程序:起始温度  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持 1 min;以  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速度升至  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持 3 min;以  $25\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  温度升至  $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持 5 min。

6.2.1.3 进样口温度: $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.1.4 载气:高纯氦气(纯度 $\geq 99.999\%$ ),流速: $1.0\text{ mL}/\text{min}$ 。

6.2.1.5 进样量: $1\text{ }\mu\text{L}$ 。

6.2.1.6 进样方式:分流进样,分流比为 10 : 1。

#### 6.2.2 质谱条件

6.2.2.1 电离方式:电子轰击离子源(EI)。

6.2.2.2 电离能量: $70\text{ eV}$ 。

6.2.2.3 离子源温度: $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2.4 溶剂延迟: $5.00\text{ min}$ 。

6.2.2.5 监测方式:选择离子监测(SIM),定性离子及定量离子见表 1。

表 1 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的监测离子

名称	保留时间/min	定性离子 $m/z$	定量离子 $m/z$
3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩	8.52	139、154、111	139

本方法提供质谱条件为推荐质谱方法条件。可根据实际情况,选择响应信号强且无干扰的离子对进行检测,质谱参数亦可根据实际可达到最优灵敏度的条件进行设定。

### 6.3 试样测定

将标准系列工作溶液和试样溶液分别注入气相色谱-质谱仪中测定。根据保留时间和相对离子对丰度比定性,外标峰面积定量。相对离子丰度的允许偏差应符合表 2 要求。3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩标准溶液的色谱质谱图参见附录 B。

表 2 定性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/%	±10	±15	±20	±50

### 7 空白试验

除不加试样外,均按照上述测定步骤进行。

本方法中使用到的有机试剂和试验器皿,在使用前应进行空白试验。如本底值高于检出限,应对有机试剂进行重蒸,或更换试验器皿,直至本底值低于检出限。

### 8 结果计算

试样中 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的含量按式(1)计算:

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

式中:

$X$  ——试样中待测化合物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$\rho$  ——由标准曲线得到的试样溶液中待测化合物的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$V$  ——试样最终定容体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试样的取样量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

### 9 检测方法的灵敏度、精密度、专属性

#### 9.1 灵敏度

本方法测定检出限为 0.025 mg/kg,定量限为 0.050 mg/kg。

#### 9.2 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得超过算术平均值的 15%。

#### 9.3 专属性

空白试验应无干扰。

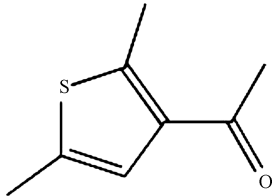
## 附录 A

(资料性)

## 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩相关信息

3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩名称、CAS号、分子式、相对分子质量、结构式见表 A.1。

表 A.1 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩名称、CAS号、分子式、相对分子质量、结构式

名称	CAS号	分子式	相对分子质量	结构式
3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩 3-Acetyl-2,5-dimethylthiophene	2530-10-1	$C_8H_{10}OS$	154.23	

## 附录 B

## 3-乙酰基-2,5-二甲基嘧吩标准色谱质谱图

3-乙酰基-2,5-二甲基嘧吩标准色谱质谱图见图 B.1 和图 B.2。

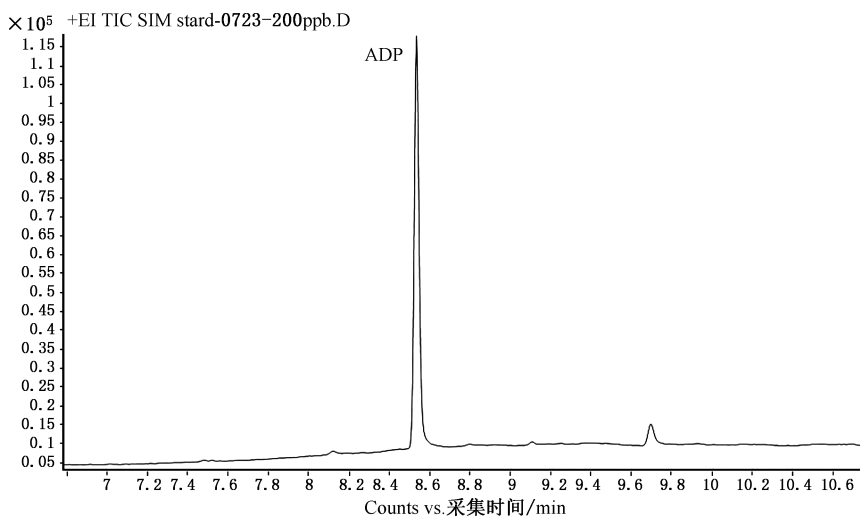


图 B.1 标准品总离子流图(200 ng/mL)

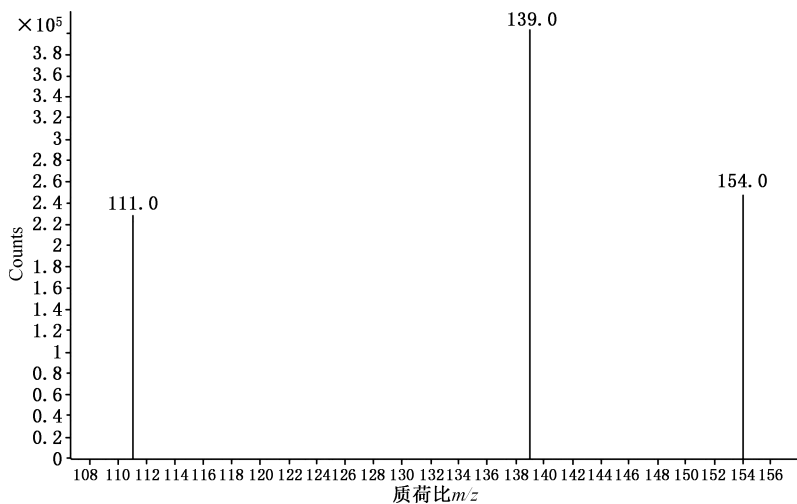


图 B.2 标准品质谱图

本方法负责起草单位:中国检验检疫科学研究院。

本方法验证单位:北京市食品安全监控和风险评估中心(北京市食品检验所)、湖北省食品质量监督检验研究院、山东省食品药品检验研究院、中国海关科学技术研究中心(原北京海关技术中心)、南昌海关技术中心。

本方法主要起草人:张峰、刘通、姚桂红、邢仕歌、聂雪梅、吴玉杰、凌云、杨敏莉。