



中华人民共和国国家标准

GB 5009.204—2014

GB 5009.204—2014

食品安全国家标准 食品中丙烯酰胺的测定

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
食品中丙烯酰胺的测定
GB 5009.204—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2015年3月第一版 2015年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51128 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB 5009.204-2014

2014-12-01 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

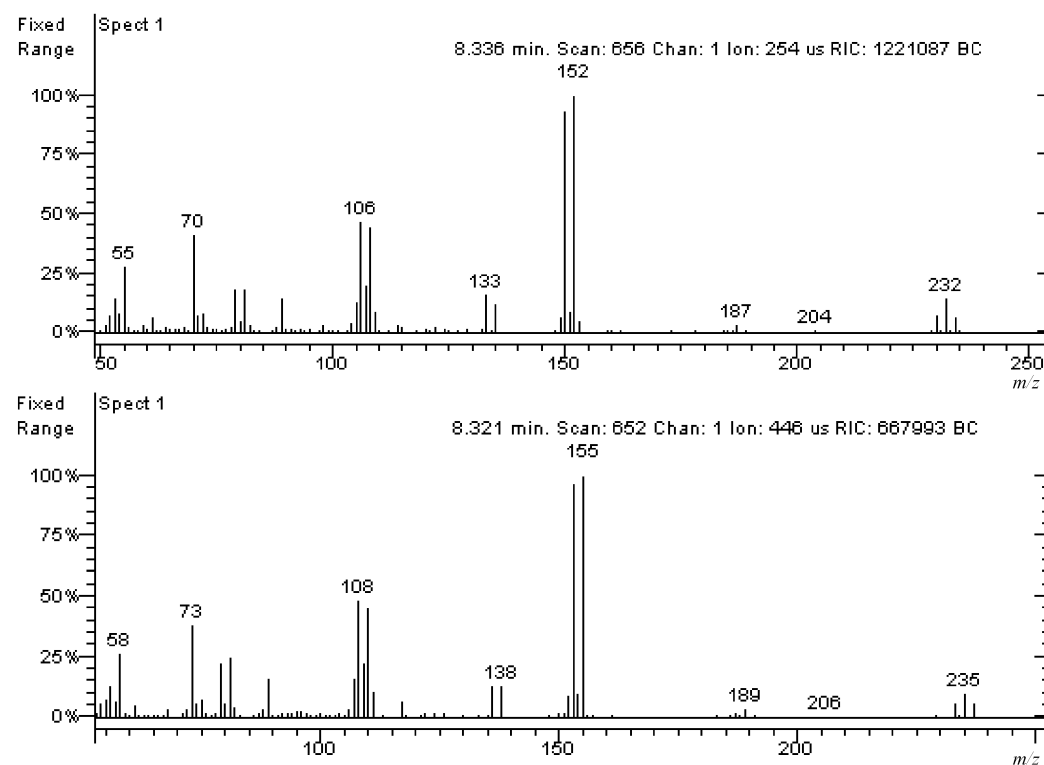
A.2 图 A.3、图 A.4 为 GC-MS 测定丙烯酰胺的质量色谱图和质谱图。

前 言

本标准代替 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》。

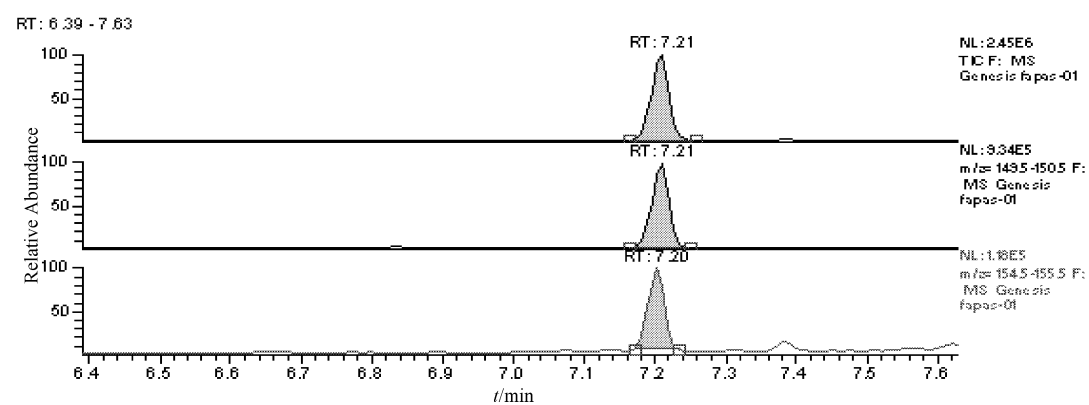
本标准与 GB/T 5009.204—2005 相比,主要变化如下:

- 增加第一法 稳定性同位素稀释的液相色谱-质谱/质谱法;
- 气相色谱-质谱法将外标法改为稳定性同位素稀释法。



说明:
 上图——丙烯酰胺;
 下图——¹³C₃-丙烯酰胺。

图 A.3 标准溶液的溴代衍生物 GC-MS 全扫描质谱图



说明:
 从上至下依次为总离子流图、丙烯酰胺衍生物 m/z 150 及 ¹³C₃ 丙烯酰胺衍生物 m/z 155 的质量色谱图。

图 A.4 薯片样品的 GC-MS 质量色谱图(四级杆)

据标准曲线得到待测液中丙烯酰胺进样浓度($\mu\text{g/L}$),平行测定次数不少于两次。

13.5 质谱分析

分别将试样和标准系列工作液注入气相色谱-质谱仪中,记录总离子流图和质谱图(见附录 A 中图 A.3、图 A.4)及丙烯酰胺和内标的峰面积,以保留时间及碎片离子的丰度定性,要求所检测的丙烯酰胺色谱峰信噪比(S/N)大于 3,被测试样中目标化合物的保留时间与标准溶液中目标化合物的保留时间一致,同时被测试样中目标化合物的相应监测离子丰度比与标准溶液中目标化合物的色谱峰丰度比一致,允许的偏差见表 1。

14 分析结果的表述

采用内标法,按公式(1)计算试样中丙烯酰胺含量。

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(或小数点后 1 位)。

15 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 20 %。

16 其他

方法定量限为 10 $\mu\text{g/kg}$ 。

食品安全国家标准 食品中丙烯酰胺的测定

1 范围

本标准规定了食品中丙烯酰胺的测定方法。

本标准适用于热加工(如煎、炙烤、焙烤等)食品中丙烯酰胺的测定。

第一法 稳定性同位素稀释的液相色谱-质谱/质谱法

2 原理

本标准应用稳定性同位素稀释技术,在试样中加入 $^{13}\text{C}_3$ 标记的丙烯酰胺内标溶液,以水为提取溶剂,经过固相萃取柱或基质固相分散萃取净化后,以液相色谱-质谱/质谱的多反应离子监测(MRM)或选择反应监测(SRM)进行检测,内标法定量。

3 试剂和材料

注: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 甲酸(HCOOH):色谱纯。
- 3.1.2 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 3.1.3 正己烷($n\text{-C}_6\text{H}_{14}$):分析纯,重蒸后使用。
- 3.1.4 乙酸乙酯($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$):分析纯,重蒸后使用。
- 3.1.5 无水硫酸钠(Na_2SO_4):400 $^\circ\text{C}$,烘烤 4 h。
- 3.1.6 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 。
- 3.1.7 硅藻土:ExtrelutTM 20 或相当产品。

3.2 标准品

- 3.2.1 丙烯酰胺($\text{CH}_2=\text{CHCONH}_2$)标准品(纯度 $>99\%$)。
- 3.2.2 $^{13}\text{C}_3$ -丙烯酰胺($^{13}\text{CH}_2=^{13}\text{CH}^{13}\text{CONH}_2$)标准品(纯度 $>98\%$)。

3.3 标准溶液的配制

3.3.1 丙烯酰胺标准溶液的配制

3.3.1.1 丙烯酰胺标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取丙烯酰胺标准品,用甲醇溶解并定容,使丙烯酰胺浓度为 1 000 mg/L ,置 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中保存。

3.3.1.2 丙烯酰胺中间溶液(100 mg/L):移取丙烯酰胺标准储备溶液 1 mL,加甲醇稀释至 10 mL,使丙烯酰胺浓度为 100 mg/L ,置 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中保存。