



中华人民共和国国家标准

GB 5009.243—2016

食品安全国家标准

高温烹调食品中杂环胺类物质的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

高温烹调食品中杂环胺类物质的测定

1 范围

本标准规定了高温烹调食品中 2-氨基-3,4-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉(MeIQ), 2-氨基-3,8-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉(MeIQ_x), 2-氨基-3,4,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉(4,8-DiMeIQ_x), 2-氨基-3,7,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉(7,8-DiMeIQ_x), 2-氨基-1-甲基-6-苯基-咪唑并[4,5-b]吡啶(PhIP)等杂环胺的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于烤鱼、烤肉及其制品中 MeIQ、MeIQ_x、4,8-DiMeIQ_x、7,8-DiMeIQ_x、PhIP 的测定。

2 原理

试样采用氢氧化钠/甲醇溶液提取,固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱检测,内标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,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 氢氧化钠。
- 3.1.2 乙酸铵:纯度 $\geq 98\%$ 。
- 3.1.3 甲醇:色谱纯。
- 3.1.4 乙醇:色谱纯。
- 3.1.5 正己烷:色谱纯。
- 3.1.6 二氯甲烷:色谱纯。
- 3.1.7 乙腈:色谱纯。
- 3.1.8 冰乙酸:色谱纯。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 40.0 g 氢氧化钠,用水溶解并定容至 1 L。
- 3.2.2 氢氧化钠溶液(4 g/L):量取 40 g/L 氢氧化钠溶液(3.2.1)50 mL,加入 450 mL 水,混合均匀。
- 3.2.3 40 g/L 氢氧化钠-甲醇混合溶液(70+30,体积分数):量取 40 g/L 氢氧化钠溶液(3.2.1)70 mL,加入 30 mL 甲醇,混合均匀。
- 3.2.4 4 g/L 氢氧化钠-甲醇混合溶液(45+55,体积分数):量取 4 g/L 氢氧化钠溶液(3.2.2)45 mL,加入 55 mL 甲醇,混合均匀。
- 3.2.5 乙醇-二氯甲烷混合溶液(10+90,体积分数):量取 10 mL 乙醇,加入 90 mL 二氯甲烷,混合均匀。
- 3.2.6 乙腈-水溶液(5+95,体积分数):量取 5 mL 乙腈,加 95 mL 水,混合均匀。

3.2.7 乙酸-乙酸铵缓冲液:称取 1.155 g 乙酸铵,用 450 mL 水溶解,用乙酸调 pH 至 5.0 ± 0.5 ,加水定容至 500 mL。

3.2.8 乙酸缓冲液-乙腈混合溶液(50+50,体积分数):量取乙酸-乙酸铵缓冲液(3.2.7)50 mL,加入 50 mL 乙腈,混合均匀。

3.3 标准品

3.3.1 杂环胺标准物质:MeIQ($C_{12}H_{12}N_4$,77094-11-2)、MeIQx($C_{11}H_{11}N_5$,77500-04-0)、4,8-DiMeIQx($C_{12}H_{13}N_5$,95896-78-9)、7,8-DiMeIQx($C_{12}H_{13}N_5$,92180-79-5)、PhIP($C_{13}H_{12}N_4$,105650-23-5),纯度均大于 99%。

3.3.2 内标标准物质 4,7,8-TriMeIQx($C_{13}H_{15}N_5$,132898-07-8),纯度大于 99%。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 杂环胺标准储备液:将 MeIQ、MeIQx、4,8-DiMeIQx、7,8-DiMeIQx、PhIP(3.3.1)分别用乙腈配制成浓度为 $10.0 \mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。

3.4.2 内标储备液:将 4,7,8-TriMeIQx(3.3.2)用乙腈配制成浓度为 $10.0 \mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。

3.4.3 混合标准工作液:吸取杂环胺标准储备液(3.4.1)及内标储备液(3.4.2),乙腈-水溶液(3.2.6)稀释,得到杂环胺浓度分别为 $0.5 \mu\text{g/L}$ 、 $1.0 \mu\text{g/L}$ 、 $5.0 \mu\text{g/L}$ 、 $20.0 \mu\text{g/L}$ 、 $50.0 \mu\text{g/L}$ 、 $100 \mu\text{g/L}$,内标浓度为 $20.0 \mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液。

3.4.4 内标工作液:吸取适量内标储备液(3.3.2),用乙腈配制成浓度为 $200 \mu\text{g/L}$ 的内标工作液。

3.5 材料

3.5.1 微孔滤膜: $0.2 \mu\text{m}$,有机系。

3.5.2 苯乙烯二乙烯基苯共聚物固相萃取柱(Lichrolut EN 或相当者,3 mL,200 mg)。

4 仪器与设备

4.1 液相色谱仪-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源。

4.2 电子天平:感量为 0.01 mg 、 1 mg 。

4.3 pH 计:感量为 0.01 。

4.4 高速离心机,转速不低于 $10\ 000 \text{ r/min}$ 。

4.5 氮气浓缩仪。

4.6 固相萃取装置。

4.7 均质器。

4.8 旋涡振荡器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

烤鱼、烤肉及其制品取可食部分,捣碎混匀,标识后 $-18 \text{ }^\circ\text{C}$ 冷冻保存。

5.2 试样处理

5.2.1 提取:称取试样 2 g (精确到 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加入 $200 \mu\text{L}$ 内标工作液(3.4.4),再加入