



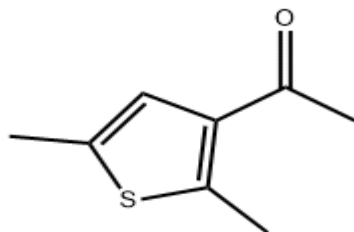
# 气质联用法测定食品中 3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩

BJS202106

## 前言

2021年1月国家市场监督管理总局发布关于《食品中3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的测定》等6项食品补充检验方法，明确规定了3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩在食品中的含量限制。

3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩（ADP）具有烧烤，坚果的气味，于2002年开始作为食品用香料使用，但于2013年欧洲食品安全管理局认为其在体内和体外试验均表现出致突变性，作为食品用香料使用存在安全问题，将其从食品用香料法规附录I食品中香料清单中删除。



## Abstract

本应用采用了SCION 456-GC-SQ气质联用系统建立了食品中3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩含量的测定方法，该方法操作简单，重复性良好，均小于1%，回收率在90%-110%之间，符合BJS202106《食品中3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩的测定》要求。

Author:

天美仪拓实验室设备（上海）有限公司  
色谱市场部

## 实验部分

使用配备了分流/不分流进样口的SCION 456-GC-SQ  
气质联用仪和Autosampler8400自动进样器。

### 样品准备

标准品：3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩标准品98.5%  
(CAS2530-10-1)

标准溶液配置

标准储备液配置 (1000ug/ml)：称取0.010g标准物质，用正庚烷定容至10ml;

标准中间液配置 (1ug/ml)：移取1000ug/ml标准储备液100ul，用正庚烷定容至100ml;

标准曲线配置：分别移取适量的1ug/ml的标准中间液，使其浓度分别为5ng/ml，10ng/ml，20ng/ml，50ng/ml，100ng/ml，200ng/ml。

样品制备

称取3g待测样品，加入15ml的正庚烷，涡旋1min，离心5min，过滤上机。

### 色谱条件

色谱柱： SCION-WAX (30m\*0.32mm\*0.25um)  
进样口： 220°C  
载气： He 1.5ml/min 恒流  
进样模式： 分流  
分流比： 5  
升温程序： 50°C保持1min;  
20°C/min升至200°C保持3min;  
25°C/min升至240°C保持5min。

### 质谱条件

离子源： 惰性EI源  
扫描模式： SIM  
扫描范围： 50-350aum  
溶剂延迟： 5min  
Manifold温度： 40°C  
离子源温度： 230°C  
传输线温度： 280°C

## SCION SQ与众不同的特点



实验结果

使用上述仪器条件对1.0ug/ml的3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩进行分析，如图1所示，其能得到很好的分离。并对该方法进行自动生成SIM采集事件，提高灵敏度。

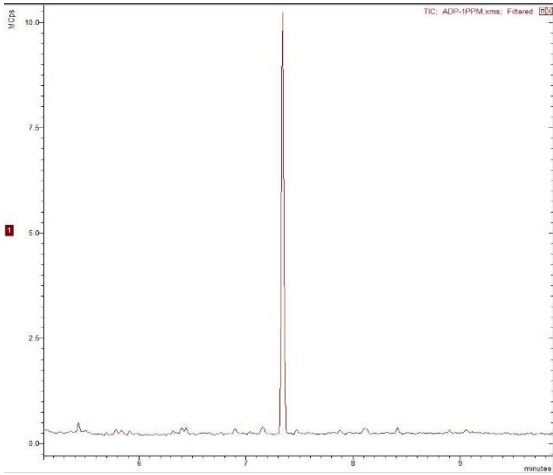


图1 标准溶液的总离子流图

实验最低检出限

在SIM采集下，对5ng/ml进行分析，其信噪比为27，满足条件，图谱见图2。

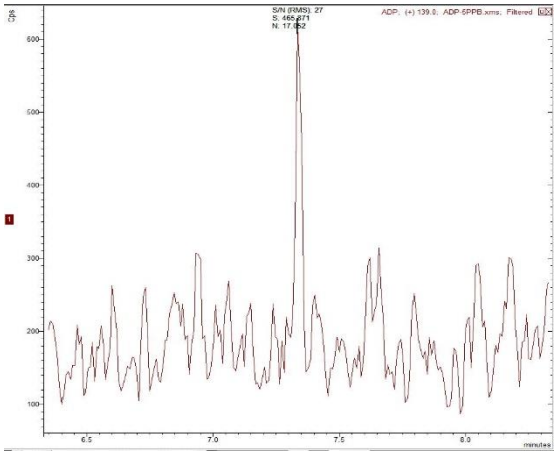


图2 SIM模式下的信噪比

校准曲线

使用SIM采集方法，采用外标法进行校准，依次从低浓度到高浓度进行测定。化合物的保留时间，定量离子，定性离子以及线性回归系数（R<sup>2</sup>）列于表1中，其线性回归系数（R<sup>2</sup>）为0.999，满足标准要求。

化合物	保留时间	定量及定性离子	R <sup>2</sup>
3-乙酰基-2,5-二甲基噻吩	7.338	139 111,154	0.999

表1 待测物的采集时间和线性回归系数

校准曲线见图3。

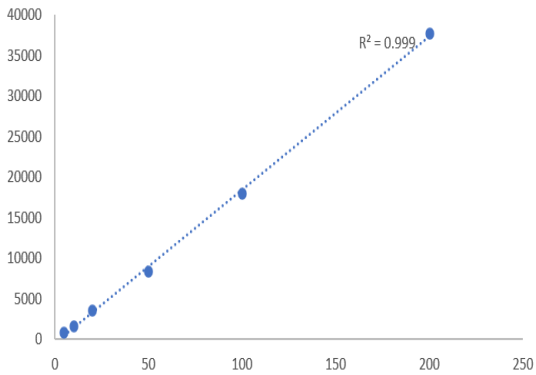


图3 待测物校准曲线

重复性测定

使用100ng/ml的标准工作液按照测试条件进行重复性实验，得到目标化合物的重叠色谱图如图4所示。由此可知，目标化合物重现性良好，其结果平均值为101.090ng/ml；RSD为0.763%。以上结果显示测试的准确度和精密度均为优良水平。

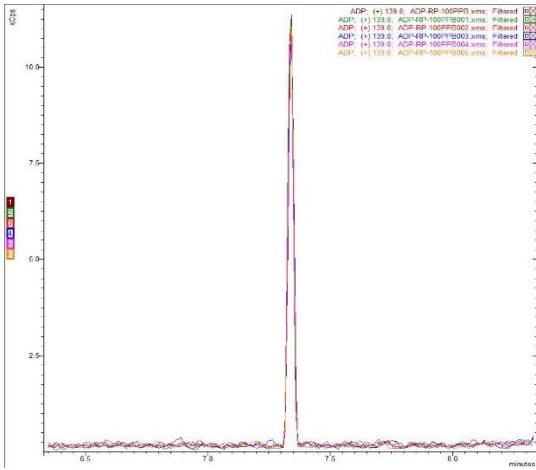


图4 待测物重复性实验结果

空白加标回收测试

称取3g去离子水于反应瓶中，加入75ul 20ug/ml的标准溶液于反应瓶中，加入15ml正庚烷于反应瓶中，涡旋1min，震荡5min；离心取上清液过滤上机测试。测试结果见表2。

样品名称	加标量	定容体积 (ml)	化合物/ 定量离子	保留时间 (min)	浓度 (ug/kg)	回收率 (%)	RSD
去离子水	75ul 20ug/ml的标准储备液	15ml	ADP 139	7.336	96.382	96.4	0.875%
				7.339	94.475	94.5	
				7.338	95.628	95.6	
				7.338	95.466	95.5	
				7.338	94.925	94.9	
				7.338	96.669	96.7	

表2 空白加标回收测试结果

由上表结果可以看出，空白加标回收测试，其回收率在94.5%-96.7%之间，RSD为0.875%，符合BJS202106标准的测试要求。可见测试条件优良，测试过程控制良好。谱图见图5。

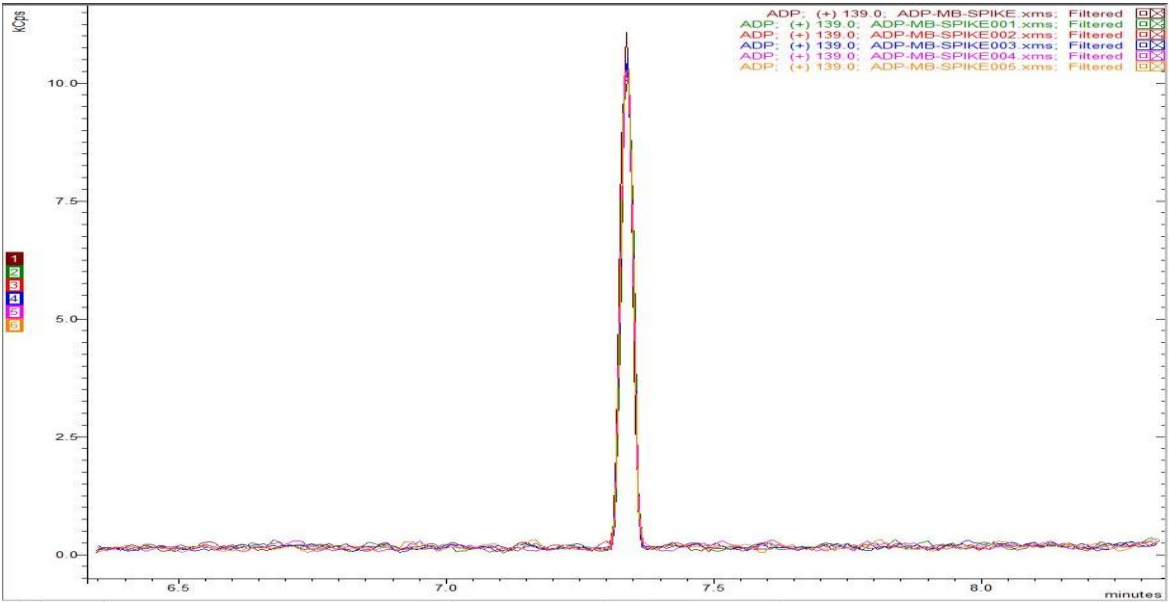


图5 空白加标回收谱图

加标回收测试

分别取3g液体样品1和液体样品2于反应瓶中，加入75ul 20ug/ml的标准溶液于反应瓶中，加入15ml正庚烷于反应瓶中，涡旋1min，震荡5min；离心取上清液过滤上机测试。测试结果见表3。

样品名称	加标量	定容体积 (ml)	化合物/ 定量离子	保留时间 (min)	浓度 (ug/kg)	回收率 (%)	RSD
样品1	75ul 20ug/ml的标准 储备液	15ml	ADP 139	7.337	108.224	108.2	0.594%
				7.338	107.497	107.5	
				7.338	107.718	107.7	
				7.337	108.366	108.4	
				7.338	108.977	109.0	
				7.338	109.088	109.1	
样品2	75ul 20ug/ml的标准 储备液	15ml	ADP 139	7.337	109.043	109.0	0.475%
				7.337	109.668	109.7	
				7.339	109.400	109.4	
				7.337	108.173	108.2	
				7.338	109.158	109.2	
				7.338	109.366	109.4	

表3 样品加标回收测试结果

由上表结果可以看出，标准储备液经过前处理后上机测试，回收率在107.5%-109.7%之间，RSD分别为0.594%和0.475%，符合BJS202106标准的测试要求。可见测试条件优良，测试过程控制良好。谱图见图6。

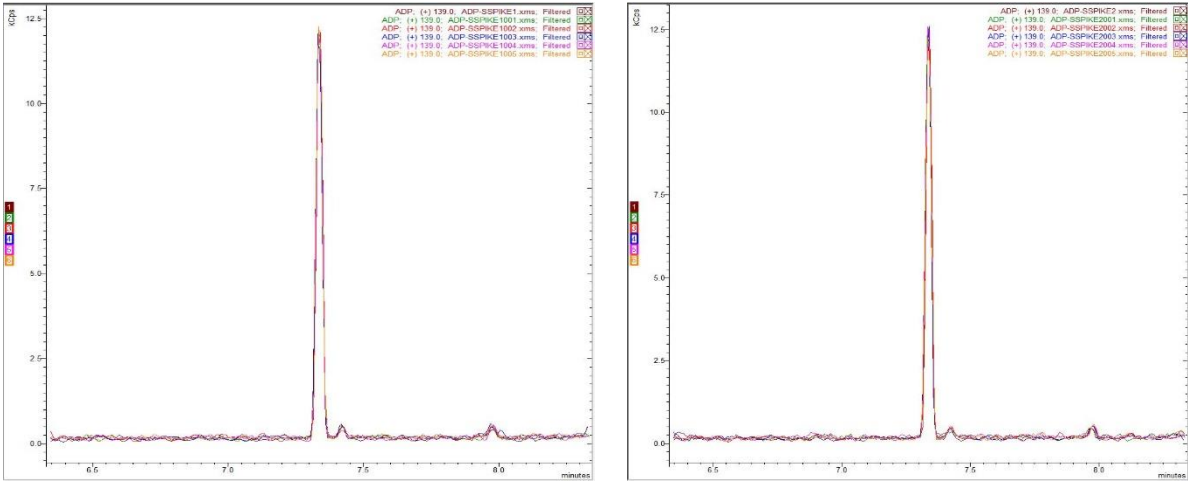


图6 样品加标回收谱图

结论

使用SCION 456-GC-SQ对食品中3-乙酰基-2,5-二甲基嘧吩的测试效果优良、准确，符合BJS202106的要求，可以用于待测样品的准确测试。

参考文献

[1] BJS202106食品中3-乙酰基-2,5-二甲基嘧吩的测定