



中华人民共和国国家标准

GB/T 43448—2023

蜂蜜中 17-三十五烯含量的测定 气相色谱质谱法

Determination of 17-pentatriacontene in honey—
Gas chromatography mass spectrometry method

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华全国供销合作总社提出。

本文件由全国蜂产品标准化技术委员会(SAC/TC 601)归口。

本文件起草单位：秦皇岛海关技术中心、浙江大学、江苏国测检测技术有限公司、睿科集团(厦门)股份有限公司、中科标准(宁德)科技有限公司、中国农业科学院蜜蜂研究所、中国蜂产品协会、西双版纳金棕生物科技有限公司、山东安谱检测科技有限公司、奥迈检测有限公司、青岛顺昌检测评价有限公司、浙江百万名匠蜂业有限公司。

本文件主要起草人：崔宗岩、胡福良、黄学者、张言政、孙国峰、刘晓茂、安俊芳、贾光群、赵文、祖铁红、张翠平、管志斌、张进杰、曹彦忠、李伟、林志杰、林影、王传刚、王爱香、杨才凤、严立达。



蜂蜜中 17-三十五烯含量的测定

气相色谱质谱法

1 范围

本文件描述了蜂蜜中 17-三十五烯含量测定的气相色谱质谱法。
本文件适用于蜂蜜中 17-三十五烯含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用水溶解，石油醚提取，浓缩后经弗罗里硅土固相萃取柱净化，气相色谱质谱法测定，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

- 5.1.1 异辛烷：色谱纯。
- 5.1.2 正己烷：色谱纯。
- 5.1.3 石油醚：分析纯或以上纯度，沸程 35℃～60℃。
- 5.1.4 水：GB/T 6682 规定的一级水。
- 5.1.5 17-三十五烯标准物质/标准样品：17-Pentatriacontene, $C_{35}H_{70}$ ，纯度 $\geq 98\%$ 。
- 5.1.6 标准储备液(1 mg/mL)：称取 17-三十五烯标准物质/标准样品(5.1.5)10 mg，置于烧杯中，加入适量异辛烷(5.1.1)溶解，溶解液及清洗溶液完全转移至 10 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀后配制成质量浓度为 1 mg/mL 的 17-三十五烯标准储备液。2℃～8℃保存，有效期 6 个月。

5.2 材料

- 5.2.1 弗罗里硅土固相萃取柱：1 000 mg/6 mL，或相当者。
- 5.2.2 过滤膜：有机系，0.22 μm 。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱质谱仪:配有电子轰击源(EI)。
- 6.2 电子天平:感量 0.000 01 g 和 0.01 g。
- 6.3 高速离心机。
- 6.4 固相萃取装置。
- 6.5 氮吹仪。
- 6.6 涡旋混合器。
- 6.7 振荡器。

7 试样制备与保存

7.1 试样的制备

对无结晶的试验样品,将其搅拌均匀;对有结晶的样品,在密闭情况下,置于不超过 60 ℃ 的水浴中温热、振荡,待样品全部融化后搅匀,冷却至室温。取 0.5 kg 制备好的试样置于样品瓶中,密封,并做上标记。

取无目标物检出的样品作为空白试样,用于配制基质匹配标准曲线。

7.2 试样的保存

将试样于常温下保存。

8 测定步骤

8.1 提取

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g)置于 50 mL 离心管,加入 10 mL 水,涡旋混匀。加入 20 mL 石油醚(5.1.3),振荡 30 min,10 000 r/min 离心 10 min,收集上清液。残渣中加入 20 mL 石油醚,重复提取 1 次,合并 2 次提取液,40 ℃ 浓缩至干,用 2 mL 正己烷(5.1.2)复溶,涡旋混匀,获得提取液备用。

8.2 净化

固相萃取柱(5.2.1)用 6 mL 正己烷活化后,取提取液上样,用 10 mL 正己烷洗脱,收集所有流出物,40 ℃ 氮气吹干,加入 1 mL 正己烷,涡旋 1 min 溶解残余物,过滤至进样瓶,供气相色谱质谱仪测定。

8.3 基质匹配标准曲线的配制

精密量取标准储备液适量,分别加入至 6 份经提取和净化的空白试样残渣中,40 ℃ 浓缩至干,加入正己烷 1 mL,涡旋溶解残余物,配制成质量浓度为 2.5 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL 的基质匹配系列标准溶液,过滤至进样瓶,供气相色谱质谱仪测定。

8.4 测定

8.4.1 气相色谱条件

气相色谱参考条件如下。

- a) 色谱柱:5%苯基-95%甲基聚硅氧烷(15 m×0.25 mm×0.25 μm)石英毛细管柱,或相当者。

- b) 升温程序:60℃保持1 min,然后以30℃/min升至310℃,保持6 min。
- c) 载气:氮气(纯度≥99.999%),流速1.5 mL/min。
- d) 进样口温度:310℃。
- e) 进样量:1 μL。
- f) 进样方式:分流进样,分流比10:1。

8.4.2 质谱条件

质谱参考条件如下。

- a) 离子源温度:230℃。
- b) 传输线温度:310℃。
- c) 检测方式:选择离子扫描(SIM)。
- d) 选择离子扫描参数见表1。

表 1 17-三十五烯选择离子扫描参数

中文名称	英文名称	选择离子	定量离子
17-三十五烯	17-Pentatriacontene	97.1,111.1,125.1,490.6	490.6

8.5 气相色谱质谱测定

8.5.1 定性确证

在相同试验条件下,试样溶液中17-三十五烯的保留时间与基质匹配标准溶液中该化合物的保留时间偏差在±0.5%之内,所有离子都出现,且相对离子丰度与浓度相当的基质匹配标准溶液相对离子丰度一致(定性离子参考丰度比为97.1:111.1:125.1:490.6=100:54:27:3),其偏差应符合表2的要求。17-三十五烯的全扫描质谱图和定量离子色谱图见附录A。

表 2 定性确证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%
最大允许偏差	±10%	±15%	±20%	±50%

8.5.2 定量测定

按照8.4.1和8.4.2设定仪器条件,以基质匹配标准溶液浓度为横坐标、峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,按外标法计算试样中目标物含量。基质匹配标准溶液及试样溶液中的目标物响应值均应在仪器检测的线性范围内。

8.6 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

8.7 空白试验

除不加试样外,采用完全相同的测定步骤进行测定。

9 结果计算

结果按式(1)计算。

$$X = \rho \times \frac{V}{m}$$

.....(1)

式中：

- X —— 试样中被测组分含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
- ρ —— 从标准工作曲线上得到的被测组分溶液质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；
- V —— 样品溶液定容体积,单位为毫升(mL)；
- m —— 所称试样的质量,单位为克(g)。

注：计算结果扣除空白值,结果保留 3 位有效数字或小数点后 1 位。

10 定量限

本文件所描述方法中 17-三十五烯的定量限为 1.0 mg/kg。

11 精密度

2 次平行测定的绝对差值不超过其算术平均值的 15%。



附 录 A
(资料性)

17-三十五烯的全扫描质谱图和定量离子色谱图

A.1 17-三十五烯的全扫描质谱图(m/z 40~550)见图 A.1。

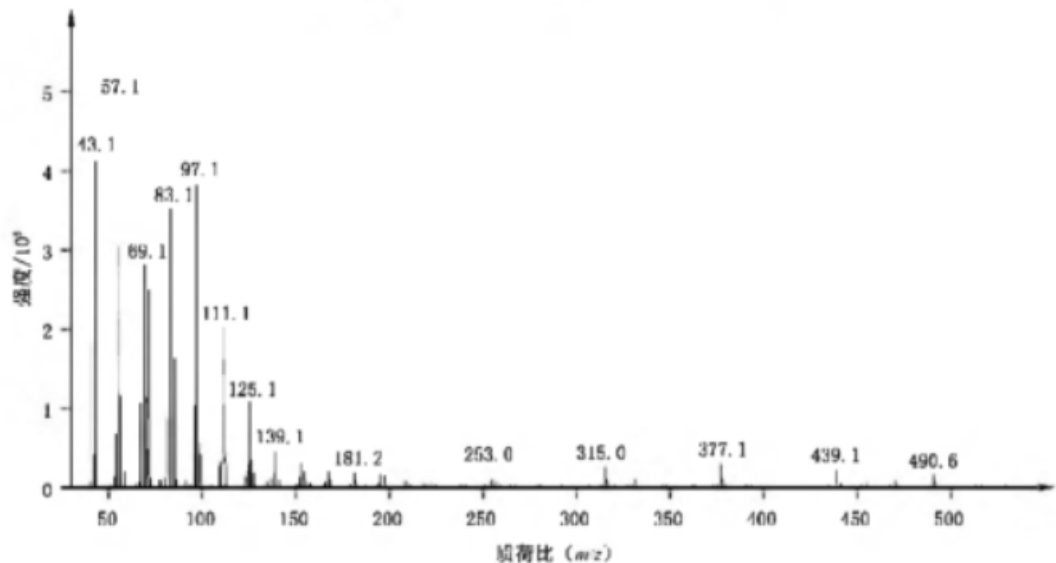


图 A.1 17-三十五烯的全扫描质谱图(m/z 40~550)

A.2 17-三十五烯的定量离子色谱图见图 A.2。

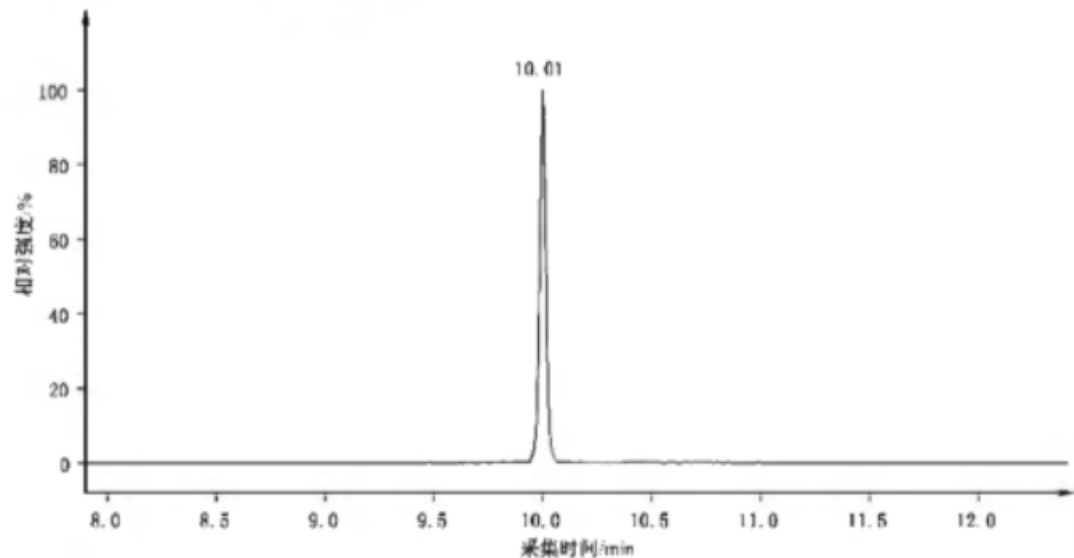


图 A.2 17-三十五烯标准溶液(质量浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$)的定量离子(490.6)色谱图

www.bzxz.net

免费标准下载网