

ICS XXXXX XX  
CCS X XX

# T/GDNB

## 广东省农业标准化协会团体标准

T/GDNBXXXX—2022

### 丝苗米特征香气物质检测方法

Method for detection of characteristic aroma substances in Simiao rice

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

广东省农业标准化协会 发布

## 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。

本文件由广东省农业标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 丝苗米特征香气物质检测方法

## 1 范围

本文件规定了丝苗米中 2-乙酰基-1-吡咯啉（2-AP）的气相色谱-串联质谱测定方法。  
本文件适用于丝苗中 2-乙酰基-1-吡咯啉（2-AP）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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 27404 实验室质量控制规范 食品理化检测
- GB/T 30642 食品抽样检验通用导则

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

丝苗米试样经粉碎、无水乙醇超声提取后，经气相色谱-串联质谱仪检测，外标法定量。

## 5 试剂和材料

### 5.1 试剂

- 5.1.1 无水乙醇（ $C_2H_6O$ ，CAS号：64-17-5）：色谱纯。
- 5.1.2 2-乙酰基-1-吡咯啉（ $C_6H_9NO$ ，CAS号：85213-22-5）：纯度95%。
- 5.1.3 2-AP标准储备液（1000 mg/L）：准确称取2-AP标准品10.0 mg（精确至0.1 mg）于10 mL容量瓶中，用无水乙醇（5.1）定容至刻度，放置于-20℃冰箱，有效期6个月。
- 5.1.4 2-AP标准工作液（10.0 mg/L）：取0.5 mL 2-AP标准储备溶液（5.3.1）于50 mL容量瓶中，用无水乙醇定容（5.1），放置于-20℃冰箱，有效期1个月。
- 5.1.5 2-AP基质标准曲线的配制：准确吸取2-AP标准工作液（5.3.2）0.05、0.25、0.50、0.75、1.00、1.25 mL到10 mL的容量瓶中，加空白基质溶液定容至刻度，配得浓度分别为0.05、0.25、0.50、0.75、1.00、1.25 mg/L的系列标准溶液，现用现配。

注：空白基质溶液取样量应与相应的试样取样量一致。

### 5.2 材料

- 5.2.1 塑料离心管：10 mL，聚丙烯旋帽、尖底。
- 5.2.2 微孔滤膜（有机相）：13 mm × 0.22 μm。
- 5.2.3 注射器：1 mL。

## 6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱-三重四级杆质谱联用仪：配有电子轰击源（EI）。
- 6.2 分析天平：感量0.1 mg和0.01 g。
- 6.3 离心机：转速不低于10000 r/min。
- 6.4 超声波发生器。
- 6.5 涡旋振荡器。
- 6.6 高速粉碎机：8000 r/min ~ 10000 r/min。
- 6.7 标准网筛：60目。

## 7 试验步骤

### 7.1 试样制备与储存

丝苗米抽样应符合GB/T 30642的规定。取丝苗米样品250 g，粉碎后过60目的标准网筛，放入聚乙烯瓶中，宜用封口膜封口后，于4℃条件下保存。

### 7.2 样品前处理

称取1 g试样（精确至0.01 g）于10 mL离心管中，加入无水乙醇1.5 mL，拧紧离心管螺帽，涡旋混匀，于68℃水浴超声2 h后，10000 r/min离心10 min，取上清液，过微孔滤膜，上机测定。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 仪器参考条件

a) 色谱柱：固定相为5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱，30 m × 0.25 mm × 0.25 μm，或相当者；

b) 色谱柱温度：初温45℃保持1 min，以8℃/min升温至100℃，再以50℃/min升温至250℃，保持1 min；

c) 载气：氦气，纯度≥99.999%，流速1.2 mL/min；

d) 进样口温度：250℃；

e) 进样量：1 μL；

f) 进样方式：不分流进样；

g) 电子轰击源：70 V；

h) 离子源温度：250℃；

i) 接口温度：250℃；

j) 溶剂延迟：5.5 min；

k) 采集方式：多反应监测（MRM）；

l) 检测方式：MRM，多反应监测条件见表1。

表1 2-AP 的保留时间和多反应监测（MRM）质谱参数

化合物	保留时间min	定量离子对m/z	定性离子对m/z	碰撞电压 V
2-AP	6.094	111/83.10	111/83.10	6
			111/69.00	6

#### 7.3.2 标准工作曲线绘制

将标准系列工作溶液（5.3.3）分别注入气相色谱-串联质谱仪中，以2-AP的定量离子的峰面积为纵坐标，以系列标准溶液中2-AP含量（mg/L）为横坐标，建立标准工作曲线。

### 7.3.3 试样溶液的测定

将试样液注入气相色谱-串联质谱仪进行分析，根据标准工作曲线得到待测液中2-AP的浓度。

### 7.3.4 空白试验

取空白试样按照上述步骤操作。

### 7.3.5 定性分析

通过对比试样和标准溶液中目标物的保留时间及特征离子的相对丰度定性，所检测的特定2-AP色谱峰信噪比(S/N)大于3，被测试样中特定2-AP的保留时间与标准溶液中目标化合物的保留时间比较，相对误差应在±2.5%之内。同时被测试样中特定2-AP的相应特征离子丰度比与标准溶液中特定2-AP的色谱丰度比，允许的偏差见表2。

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

### 7.3.6 定量分析

采用外标法定量，将试样待测液注入气相色谱-质谱联用仪中，得到相应的2-AP的峰面积，根据标准曲线得到待测液中2-AP的浓度。试样待测液中的被测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内，若试样待测液的质量浓度超过曲线上限浓度，使用空白基质提取溶液稀释后测定。上述条件下，2-AP的多反应监测(MRM)色谱图和质谱图参见附录A。

## 8 结果计算

试样中2-AP的含量按式(1)进行计算：

$$W_i = \frac{(C_i - C_0) \times V \times F}{m} \quad (1)$$

式中：

$W_i$  —— 试样中2-AP的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$C_i$  —— 通过标曲计算得的试样浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$C_0$  —— 通过标曲计算得的空白浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$V$  —— 试验溶液的提取体积，单位为毫升(mL)；

$F$  —— 试样稀释倍数；

$m$  —— 试样的质量，单位为克(g)。

结算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示，数值修约应符合GB/T 8170的规定，结果保留2位有效数字。含量超过1 mg/kg时，保留3位有效数字。

## 9 精密度

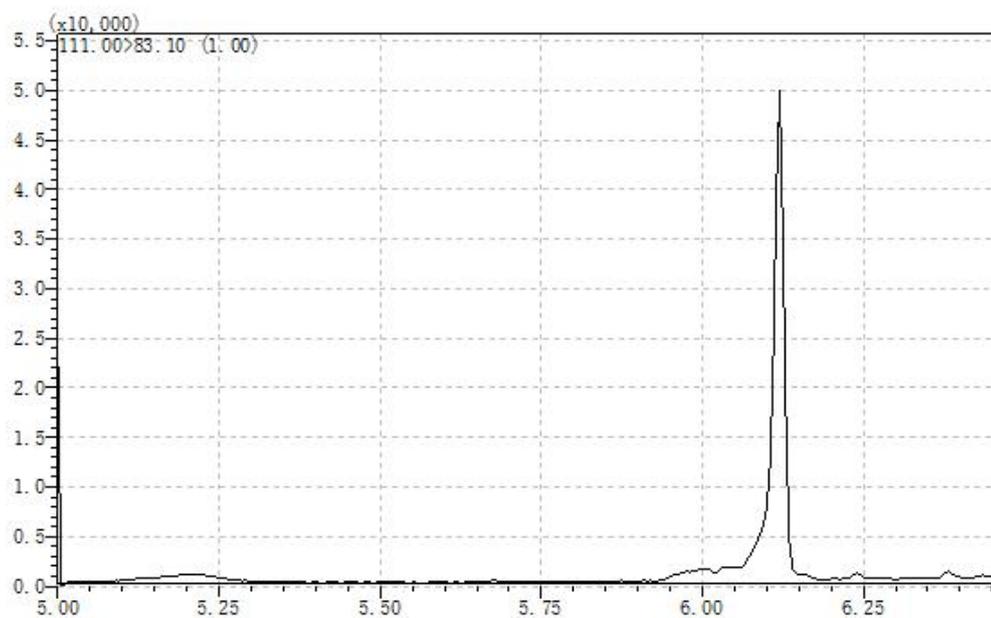
实验室内变异系数应符合GB/T 27404的规定，具体参见附录B。

## 附录 A

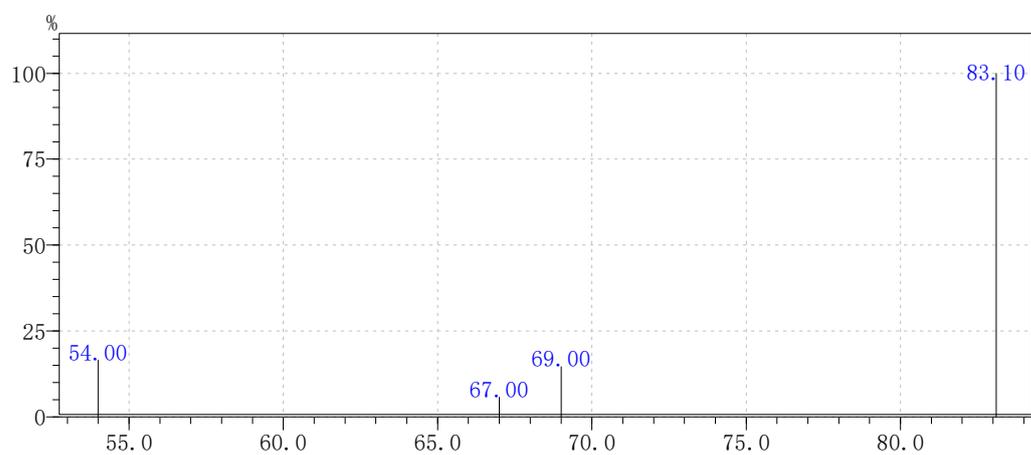
(资料性)

## 丝苗米中2-AP的多反应监测 (MRM) 色谱图

丝苗米中2-AP多反应监测 (MRM) 色谱图和离子对图分别见图A. 1和图A. 2。



图A.1 0.5 mg/L 2-AP标准溶液 (空白基质配) 多反应监测 (MRM) 色谱图



图A.2 0.5 mg/L 2-AP标准溶液 (空白基质配) 离子对图

## 附录 B

(资料性)

## 实验室内变异系数

实验室内变异系数见表B.1。

表B.1 实验室内变异系数

2-AP含量 $\mu\text{g}/\text{kg}$	实验室内变异系数%
10	21
100	15
1000	11
10000	7.5

本表引自GB/T 27404附录F.3。

---