

T/NAIA

团体标准

T/NAIA XXXX—2025

羊肉中 4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸的测定  
气相色谱法

Determination of 4-Methyloctanoic Acid and 4-Methylnonanoic Acid in  
Lamb Meat by Gas Chromatography

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 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。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监督管理总局重点实验室（枸杞及葡萄酒质量安全））、宁夏医科大学、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：李谦、王泽岚、杨建兴、张学玲、李智、张柱仙、张小飞。



# 羊肉中 4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸的测定

## 气相色谱法

### 1 范围

本文件规定了羊肉中 4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸测定的气相色谱法。  
本文件适用于羊肉中 4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸的测定。

### 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实验方法

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

样品中的 4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸经有机溶剂提取,  $\text{BF}_3 \cdot \text{MeOH}$  甲酯化, 用气相色谱氢火焰离子化检测器检测, 采用保留时间定性, 外标法定量。

### 5 试剂与材料

本方法所用的试剂, 除另有规定外, 均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### 5.1 试剂

5.1.1 正己烷: 色谱纯。

5.1.2 甲醇: 色谱纯。

5.1.3 甲酸: 色谱纯。

5.1.4 三氟化硼乙醚:  $\text{BF}_3$  46.5%。

5.1.5 15%三氟化硼-甲醇( $\text{BF}_3 \cdot \text{MeOH}$ ): 准确称取 32.26 g 三氟化硼乙醚 (5.1.4) 缓慢加入到 67.74 g 甲醇中 (5.1.2), 混匀备用。

#### 5.2 标准品

4-甲基辛酸标准物质: 纯度不低于 99.0%, CAS 号: 54947-74-9, 分子式:  $\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}_2$ 。4-甲基壬酸标准物质: 纯度不低于 96.0%, CAS 号: 45019-28-1, 分子式:  $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}_2$ 。

#### 5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液 (2.0 mg/mL): 分别准确称取 4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸标准物质适量

(精确到0.0001 g)，用正己烷定容至100 mL容量瓶中，避光冷藏贮存，保存期限为6个月。

5.3.2 混合标准中间液(1.0 mg/mL)：分别准确吸取标准储备液 25.0 mL 于 50 mL 容量瓶中，混匀，避光冷藏贮存，保存期限为3个月。

## 6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪(GC)：配氢火焰离子化检测器(FID)。

6.2 天平：感量 0.01 mg 和 0.01 g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 高速冷冻离心机：转速 9000 r/min。

6.5 氮吹仪：可控温。

6.6 恒温水浴装置。

## 7 分析步骤

### 7.1 试样制备

取适量新鲜或解冻的空白或供试组织，绞碎，并使均质。

a) 取均质后的供试样品，作为供试试料；

b) 取均质后的空白样品，作为空白试料；

c) 取均质后的空白样品，添加适宜浓度的标准工作液，作为空白添加试料；

d) -18℃以下保存。

### 7.2 测定步骤

#### 7.2.1 试样提取

称取 2.0 g (精确至 0.01g) 样品于 50 mL 具塞离心管中，加入 2 mL 水和 50 μL 甲酸，涡旋混合 1 min，加入 2 mL 甲醇，8 mL 正己烷，涡旋提取 10 min，9000 r/min 离心 5 min，取正己烷层备用。

#### 7.2.2 衍生化

向装有试样提取液的试管中加入 1 mL 甲醇，1 mL 15% BF<sub>3</sub>·MeOH，60℃水浴 20 min，其间振摇 3 次~5 次，45℃水浴氮气吹至 2 mL，取上清液过有机相微孔滤膜，供上机测定。

### 7.3 标准系列工作液的制备及衍生化

分别准确吸取混合标准中间液适量于离心管中，用正己烷定容至 2 mL，按 7.2.2 测定步骤衍生化，配制成浓度为 0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100.0 μg/mL 的标准系列工作溶液。临用现配。

### 7.4 仪器参考条件

a) 色谱柱：HP-FFAP，0.25 mm×30 m×0.25 μm，或性能相当。

- b) 进样口温度：250℃。
- c) 进样量：1 μL，不分流进样。
- d) 载气流速：1 mL/min。
- e) 检测器温度：280℃。
- f) 程序升温：初始柱温 50℃，保持 1 min，以 20℃/min 升温至 150℃，以 4℃/min 升温至 170℃，保持 2 min，以 15℃/min 升温至 240℃，保持 3 min。

## 7.5 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入气相色谱仪中，测得目标化合物的峰面积，以系列标准工作液的浓度为横坐标，以目标化合物的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。标准溶液的色谱图见图 A.1。

## 7.6 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱仪中，测得峰面积，以保留时间定性。根据标准曲线得到待测液中各目标化合物的浓度。

## 8 分析结果的表述

试样中 4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- $X$  ——试样中各种化合物含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $c$  ——由标准曲线计算出的试样溶液浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- $V$  ——样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；
- $m$  ——试样质量，单位为克（g）。

计算结果保留三位有效数字。

## 9 精密度

在重复性测定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 15%。

## 10 其他

当称样量为 2.0g，定容体积 2.0mL 时，4-甲基辛酸和 4-甲基壬酸的定量限均为 0.05mg/kg。

附录 A  
(资料性)

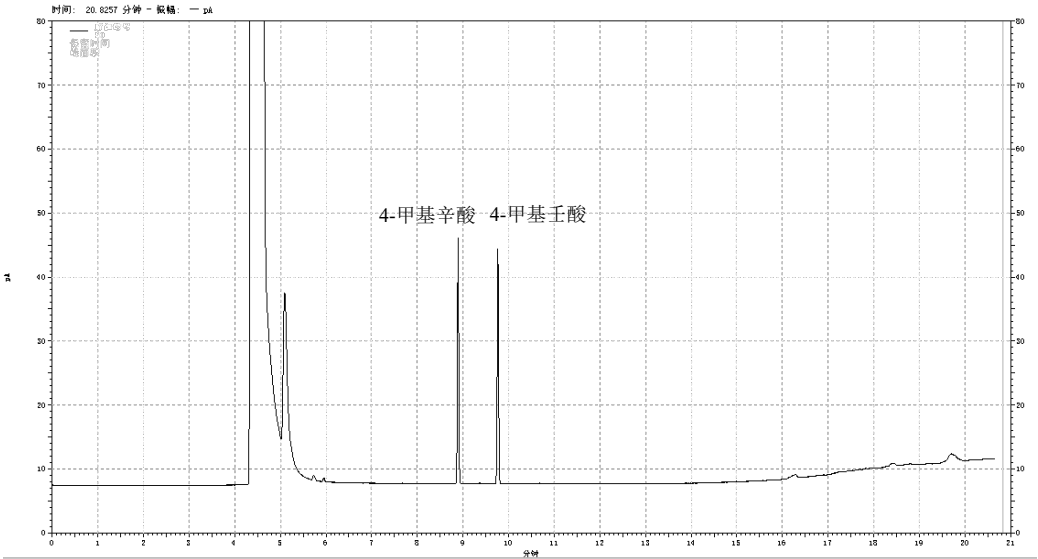


图 A.1 4-甲基辛酸、4-甲基壬酸标准溶液气相色谱图