

DB

湖南省地方标准

DB43/T 353-2007

食品中富马酸二甲酯的测定 —气相色谱法

Determination of dimethyl fumarate in food
—by gas chromatography

2007-09-10 发布

2007-10-10 实施

湖南省质量技术监督局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 原理	1
3 仪器及试剂	1
4 样品制备	1
5 分析步骤	1
6 计算	2
7 精密度	2
8 用 GC-MS 对富马酸二甲酯的确认	2
附录 A (资料性附录) DMF 标样及湘味面粉熟食样含 DMF 的气相色谱图	3

前 言

富马酸二甲酯(Dimethyl fumarate, DMF), 俗称霉克星。它有良好的防霉效果, 但其副作用大, 所以GB2760《食品添加剂使用卫生标准》规定严禁使用霉克星作为食品添加剂。而今仍有企业非法使用其作防霉剂。为了加强对DMF非法使用的有效监测, 特制定食品中富马酸二甲酯的检验标准。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由湖南省质量技术监督局提出。

本标准由湖南省食品质量监督检测所归口。

本标准起草单位: 湖南省食品质量监督检测所、长沙可可槟榔屋食品有限公司。

本标准主要起草人: 廖燕芝、杨代明、唐小兰、张继红、杨政。

食品中富马酸二甲酯的测定—气相色谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定食品中富马酸二甲酯的原理、使用的仪器及试剂、样品的制备，分析步骤，数据处理与计算、精密度及效果确认。

本标准适用于食品中富马酸二甲酯的测定。

本方法最低检出限为毛细管色谱柱 2.0mg/kg，填充柱 10mg/kg。

2 原理

采用乙酸乙酯作溶剂，无水硫酸钠、中性氧化铝及活性炭作为吸附剂，基质固相分散萃取净化食品中的富马酸二甲酯（DMF），提取液过有机相滤膜后，经气相色谱分析，FID 定性定量。

3 仪器及试剂

- a) 气相色谱仪（附 FID）；
- b) 层析柱（1.5cm × 40cm）；
- c) 乙酸乙酯（AR）；
- d) 无水硫酸钠（AR）；
- e) 中性氧化铝；
- f) 活性炭（AR）；
- g) 富马酸二甲酯标准储备液（1mg/ml）[准确称取 0.1000g 富马酸二甲酯（DMF），溶于适量乙酸乙酯，加乙酸乙酯定容至 100ml]。

4 样品制备

样品冷藏至低温后开封，取不少于 0.5kg 样品，将其切碎（小于 1mm³），充分混匀，制成待测样，放入分装容器中，密闭冷藏。样品制备好后应马上取样进行处理和分析测定。

5 分析步骤

5.1 样品处理

准确称取 10g 均匀样品于 50ml 具塞比色管中，加 20g 煅烧过的无水硫酸钠、6g 中性氧化铝及 0.4g 活性炭，塞好塞子，振摇，充分混合均匀，制备成样品和吸附剂的混合物。

5.2 提取与净化

在层析柱中填充 2cm 高度的经煅烧的无水 Na₂SO₄ 和 2cm 高度的中性氧化铝，然后尽快将 5.1 条中的样品和吸附剂的混合物添加到层析柱中，振敲，使样品填充紧密，不出现空隙，在样品上层再加 1cm 高的无水 Na₂SO₄。用乙酸乙酯清洗比色管，清洗液并入层析柱，并加乙酸乙酯淋洗层析柱。待乙酸乙酯完全浸湿样品后，关闭活塞，静置 10min 后开始收集淋洗液到 50ml 容量瓶中，淋洗速度约 2ml/min。收集淋洗液至刻度为止。此溶液即为待测液。待测液过 0.2 μm 有机相滤膜后即可进行气相色谱分析。

注：样品处理过程宜快速紧凑，室温不宜高于 26℃。

5.3 色谱分析参考条件

- a) 毛细管色谱柱为 DB-1 (30m × 0.25mm × 0.25um) 或类似非极性或弱极性毛细管柱、填充柱;
- b) 汽化室要求温度 220℃;
- c) 柱温要求温度初温 80℃ (保持 0.8min), 又按 15℃/min 的程序升温至 140℃ (保持 3min), 再按 30℃/min 的程序升温至 200℃ (保持 5min);
- d) FID 温度要求 220℃;
- e) 柱流速为 0.80ml/min;
- f) 分流比为 3:1。

5.4 标准曲线的制备

分别将 0.5、1.0、1.5、2.0、4.0mlDMF 标准储备液于 100ml 容量瓶中, 加乙酸乙酯定容至刻度, 即标准工作液浓度分别为 5、10、15、20、40ug/ml。按上述色谱条件, 各进 1μl 进行分析, 以峰面积为横坐标, 浓度为纵坐标绘制工作曲线。

5.5 样品的测定

上述色谱条件下, 进 1μl 样液进行气相色谱分析, 标准曲线定量分析。

6 计算

样品中富马酸二甲酯含量计算公式:

$$X = \frac{C \times 50}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- x ——样品中富马酸二甲酯的含量, 单位为毫克每公升;
- c —— 测定样液中富马酸二甲酯的浓度, 单位为微克每毫升;
- 50 ——样液的体积, 单位为毫升;
- m ——样品的质量, 单位为克。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的 10%。

8 用 GC-MS 对富马酸二甲酯的确认

8.1 当对气相色谱分析结果存在异议时, 可以采用 GC-MS 对样品中富马酸二甲酯的存在进行确认。

8.2 GC-MS 的条件:

- a) 色谱条件按 5.3 的要求;
- b) 质谱条件[四极杆温度 150℃, 质谱源温度 230℃, 电子轰击电离源 (EI, 70eV), 质谱信息采集模式为 Scan, 质量扫描范围(40 ~ 400)amu, 标准谱图调谐]。

附录 A
DMF 标样及湘味面粉熟食样的气相色谱图
(资料性附录)

A·1 DMF 标样气相色谱图如图 A·1 所示。

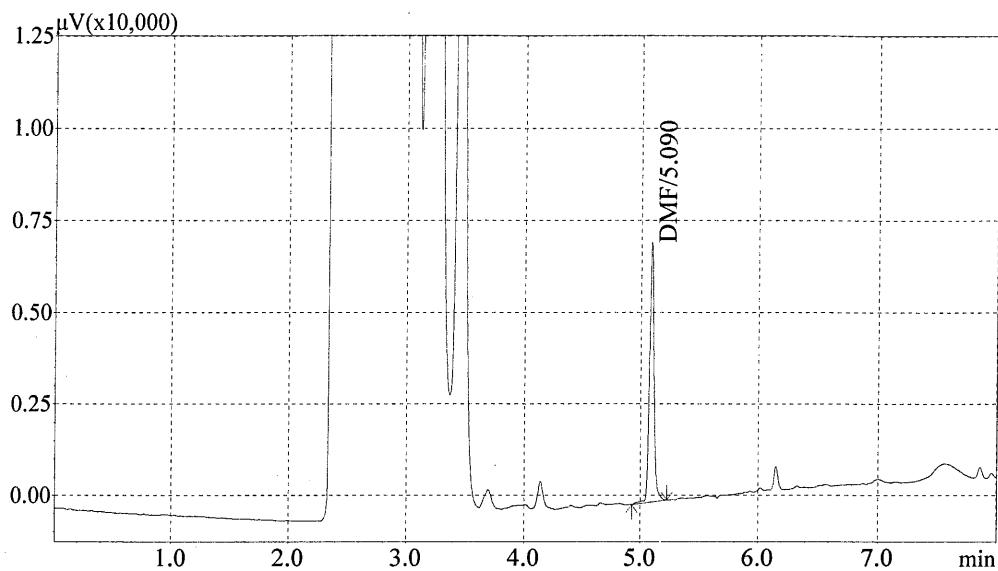


图 A·1 DMF 标样气相色谱图

A·2 湘味面粉熟食样含 DMF 的气相色谱图如图 A·2 所示。

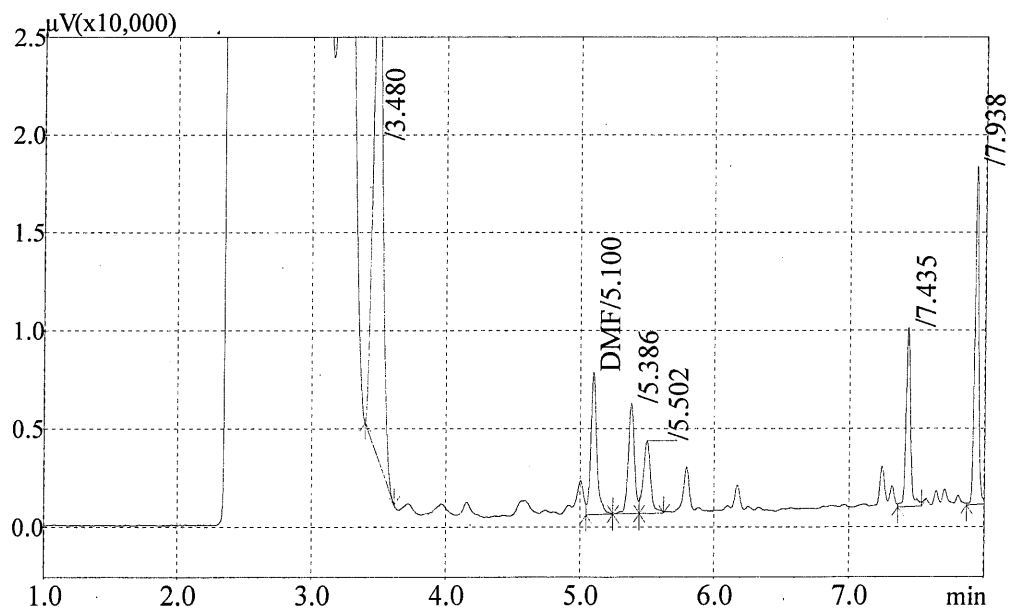


图 A·2 湘味面粉熟食样含 DMF 的气相色谱图