

食品中脱氢乙酸的测定

SGLC-GC-052

摘要: 本文建立了脱氢乙酸的 GC 测定方法。参照国标 GB 5009.121-2016 中色谱条件,采用色谱柱 SH-Polar D 分析脱氢乙酸,脱氢乙酸峰形对称,理论塔板数按脱氢乙酸峰计算高于 300000。此方法可为食品中脱氢乙酸含量测定提供参考。

关键词: 脱氢乙酸 SH-Polar D GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪;

色谱柱: SH-Polar D (30 m, 0.32 mm × 0.25 μm; P/N: 227-36321-02; S/N: 1639516);

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05);

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01);

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02);

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04);

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 标准工作溶液的制备

分别精确吸取浓度为 1.0 mg/mL 的脱氢乙酸标准贮备液 0.01 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释并定容,配制成浓度分别为 1.0 μg/mL、10.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100 μg/mL 和 200 μg/mL 的标准工作液。

1.3 分析条件

色谱柱: SH-Polar D (30 m, 0.32 mm × 0.25 μm; P/N: 227-36321-02; S/N: 1639516)

升温程序: 初始温度 60 °C, 以每分钟 20 °C 的速率升温至 210 °C, 保持 5 分钟

载气: N₂

进样口温度: 240 °C

分流模式: 分流 (5: 1)

控制模式: 恒流模式 (2 mL/min)

初始流速: 2 mL/min

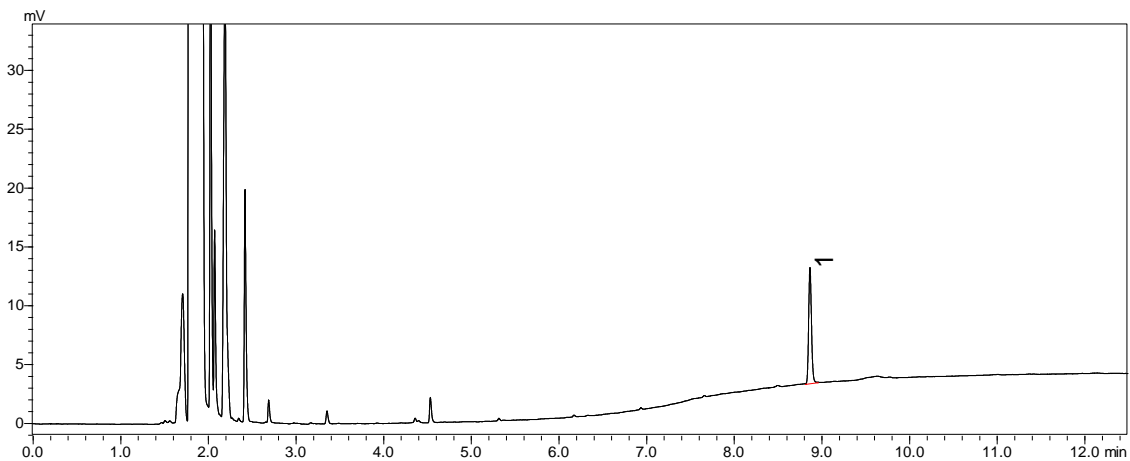
检测器: FID, 温度: 250 °C

进样量: 1 μ L

2. 实验结果

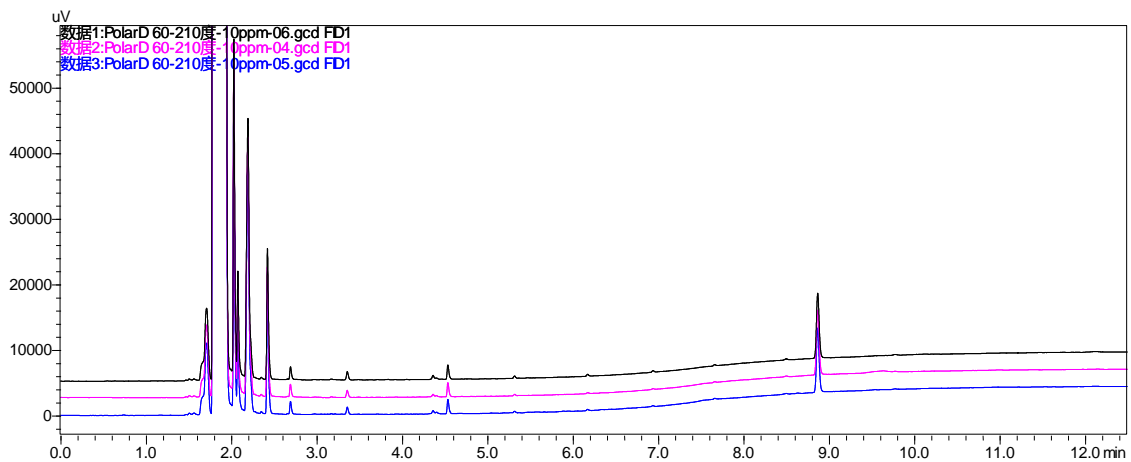
按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集, 标准溶液色谱图如下:

标准溶液



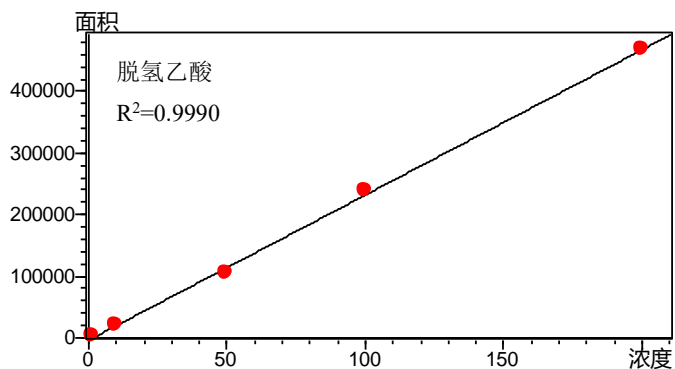
序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	脱氢乙酸	8.871	21672	9721	370663	1.153	--

重现性



目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
脱氢乙酸	8.871	8.872	8.871	0.01	21953	21696	21672	0.72

校准曲线



3. 结论

本文建立了脱氢乙酸的 GC 测定方法。结果表明，参照 GB 5009.121-2016 中色谱条件，采用色谱柱 SH-Polar D 分析脱氢乙酸，峰形对称，理论塔板数按脱氢乙酸峰计算高于 300000。此方法可为食品中脱氢乙酸含量测定提供参考。