

GCMS法测定白酒中的氨基甲酸乙酯

GCMS-103

摘要：氨基甲酸乙酯是发酵食品在发酵或贮存过程中产生的一种多位点致癌物，白酒中氨基甲酸乙酯残留量的测定对于关注食品安全和公众健康都有着极为重要的意义。本文采用 GCMS 法对白酒中的氨基甲酸乙酯进行测定。回收率在 84% ~ 91% 之间，重复性良好。该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

关键词：气相色谱 – 质谱联用仪 白酒 氨基甲酸乙酯

氨基甲酸乙酯 (ethylcarbamate, 简称为 EC) 或称尿烷, 其分子式 $C_3H_7NO_2$, 分子量为 89.09, 无色无味, 在碱性和高温条件下易分解, 沸点 $182^{\circ}C \sim 184^{\circ}C$ 。氨基甲酸乙酯是发酵食品在发酵或贮存过程中产生的一种多位点致癌物, 可导致肺肿瘤、淋巴瘤、肝癌、皮肤癌等疾病。国际癌症调研机构 (IARC) 指出氨基甲酸乙酯对人类的致病毒性为 2B 群。

自从加拿大报道了某些酒中氨基甲酸乙酯含量很高之后, 这一问题引起了公众的关注和各国食品卫生组织的高度重视, 先后对酒中氨基甲酸乙酯最高允许含量做了法律规定。由于受多方面的限制, 我国在酒精饮料中包括黄酒、葡萄酒、白酒、啤酒中均尚未制定氨基甲酸乙酯的限量标准。白酒是我国大众喜爱的酒精饮料, 对于其中含有氨基甲酸乙酯残留的多少, 尚有待进一步调查与分析。因此, 白酒中氨基甲酸乙酯残留量的测定与调查的研究对于关注食品安全和公众健康都有着极为重要的意义。

本文对白酒样品采用碱性硅藻土固相萃取柱纯化, 然后用 GCMS 法进行定性定量分析。回收率在 84% ~ 91% 之间, 重复性良好。该方法操作简单, 灵敏度高, 适用性强。

实验部分

1.1 仪器

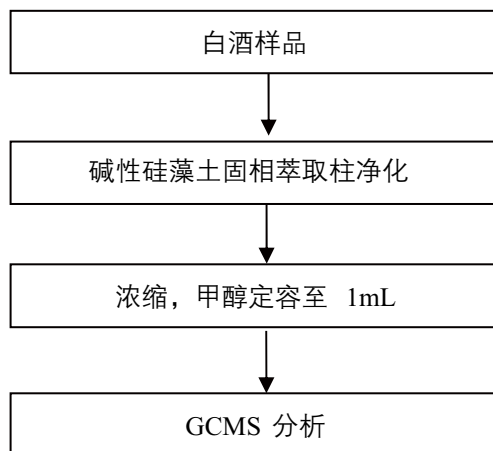
GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 – 质谱联用仪

1.2 分析条件

色谱柱: Rtx-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度: $220^{\circ}C$
柱温程序: $50^{\circ}C$ (1 min) $_8^{\circ}C/min_180^{\circ}C$
 $_20^{\circ}C/min_240^{\circ}C$ (5 min)
恒线速度方式: 36.3 cm/sec
进样方式: 分流进样, 分流比为 30:1
离子化方式: EI
离子源温度: $230^{\circ}C$
接口温度: $230^{\circ}C$
溶剂延迟时间: 11.5 min
采集方式: SIM

1.3 样品制备



结果讨论

2.1 电解液标准溶液的色谱图

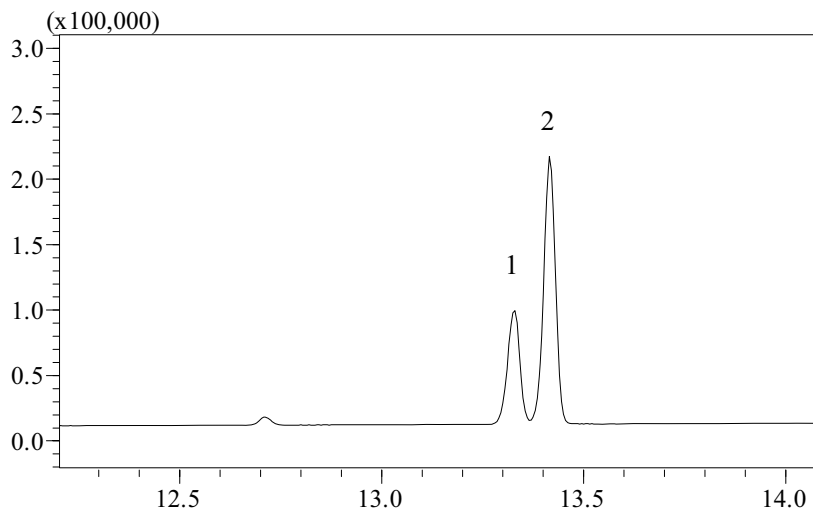


图1 氨基甲酸乙酯标准溶液 (1000 µg/L) 的色谱图

表1 特征离子

峰号	化合物名称	目标离子(m/z)	参考离子(m/z)
1	D5-氨基甲酸乙酯 (内标)	64	76
2	氨基甲酸乙酯	62	44, 76, 89

2.2 标准曲线

取氨基甲酸乙酯标准品溶液，配制浓度为 10、25、50、100、200、400、1000 µg/L 的标准系列溶液。加入 D5-氨基甲酸乙酯作为内标，浓度为 100 µg/L。标准曲线如图 2 所示，相关系数 R=0.9999。以三倍信噪比计算氨基甲酸乙酯最低检出限为 0.75 µg/L。

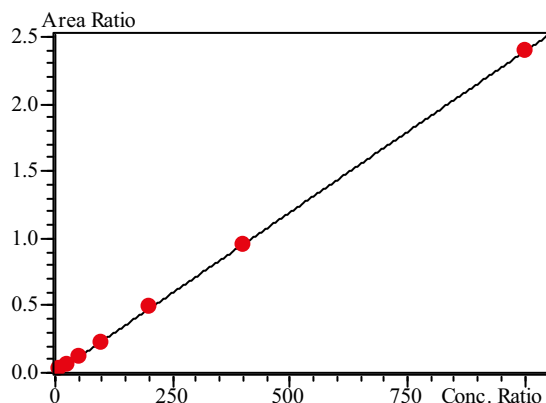


图2 氨基甲酸乙酯的标准曲线图

2.3 重现性测试

75 µg/L 氨基甲酸乙酯标准溶液重复进样 5 针，结果见表 2，结果表明重现性良好。

表 2 氨基甲酸乙酯重现性测试

	1	2	3	4	5	RSD%
面积比	0.1776	0.1786	0.1799	0.1785	0.1782	0.468
保留时间	13.409	13.407	13.408	13.407	13.406	0.009

2.4 回收率测试

取白酒样品，加入 20 µg/L 氨基甲酸乙酯标样，平行处理 3 份，回收率如表 3 所示，回收率在 84% –91% 之间。

表 3 加标回收率及重现性 (n=3)

加标量 (µg/L)	回收率 (%)			平均值 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
20	90.40	84.93	86.75	87.36	3.19

■ 结论

将白酒样品以固相萃取柱净化后，利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 – 质谱联用仪对白酒中的氨基甲酸乙酯进行分析，方法操作简单，重复性好，定量准确，回收率在 84% ~ 91% 之间。