

气相色谱法测定人造肉中脱氢乙酸的含量

GC-225

摘要： 本文使用 Nexis GC-2030 建立了测定人造肉中脱氢乙酸含量的分析方法。样品经超声、离心分取和酸化后，加入乙酸乙酯萃取上机。结果表明，在 1~200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内，脱氢乙酸的线性相关系数 R 为 0.9999，线性良好。以 3 倍信噪比计算检出限，仪器检出限为 0.15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，满足标准要求。取浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液重复进样 6 次，峰面积的相对标准偏差为 2.95%，精密度良好。对测试样品进行加标回收实验，加标平均回收率为 104.0%。本方法操作简单、灵敏度高，可为人造肉中脱氢乙酸含量的测定提供参考。

关键词： 气相色谱仪 人造肉 脱氢乙酸

人造肉是近年食品行业的一项研究热点。它对环境保护、解决粮食和蛋白质短缺等具有重要意义。人造肉按原料来源主要分为两种。一种是利用培养基培育动物干细胞得到的动物蛋白肉；另一种是利用植物蛋白和其它植物成分合成具有肉类特性的植物蛋白肉。

脱氢乙酸及其钠盐是食品行业中常用的广谱防腐剂，它对食品中的细菌、霉菌、酵母菌等都有较强的抑制作用。《GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》规定各类食品中脱氢乙酸使用限量

在 0.3 g/kg~1.0 g/kg 之间。一般按标准规定添加，脱氢乙酸不会对人体产生危害。但过量使用可能会导致一些皮肤过敏反应，甚至引起中枢神经中毒等问题。

本文参考《GB 5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》，使用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 建立了人造肉中脱氢乙酸含量的测定方法。实验结果表明，该方法操作简单、灵敏度高、重复性好，可为人造肉中脱氢乙酸含量的测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030

1.2 分析条件

GC 参数：

色谱柱：InertCap Pure-WAX, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序：150 $^{\circ}\text{C}$ _10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _210 $^{\circ}\text{C}$ _20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _240 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)

进样口温度：240 $^{\circ}\text{C}$

检测器：FID

进样方式：分流进样，分流比 5:1

检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$

进样量：1 μL

空气流量：200 mL/min

载气：氮气

氢气流量：32 mL/min

载气控制方式：恒线速度 (27.9 cm/sec)

尾吹气流量：24 mL/min

■ 样品前处理

样品前处理步骤见图 1 所示

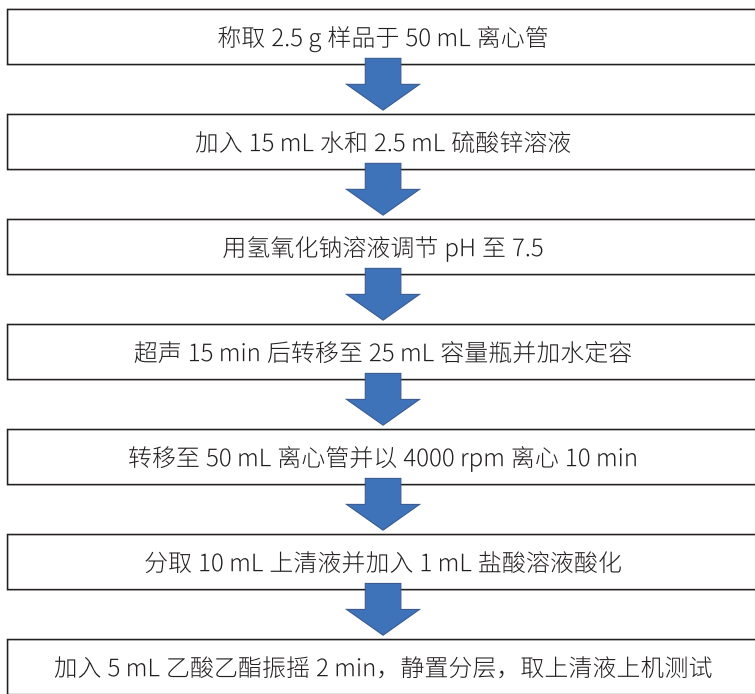


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品谱图

脱氢乙酸标准品色谱图和化合物信息分别见图 2 和表 1。

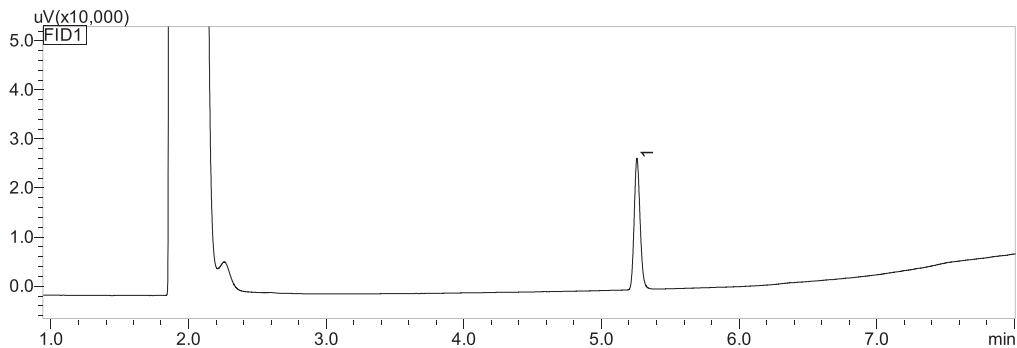


图 2 脱氢乙酸标准溶液色谱图 (浓度: 50 µg/mL)

表 1 化合物信息表

峰号	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	脱氢乙酸	Dehydroacetic Acid	520-45-6	5.262

3.2 标准曲线与检出限

将 1000 µg/mL 的脱氢乙酸储备液用乙酸乙酯分别稀释为浓度为 1、10、50、100 和 200 µg/mL 的标准溶液进行测定，以脱氢乙酸浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线。根据 1 µg/mL 标样数据，以 3 倍信噪比计算脱氢乙酸的仪器检出限，脱氢乙酸标准曲线见图 3，线性方程、相关系数以及检出限见表 2。

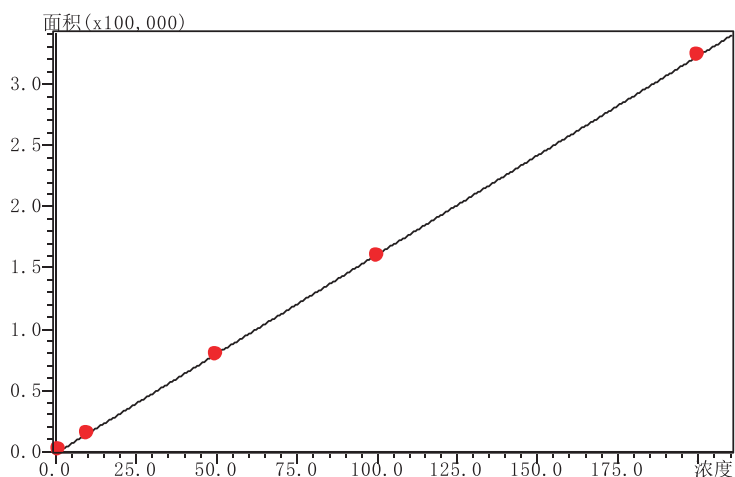


图3 脱氢乙酸标准曲线

表2 线性方程及相关系数及仪器检出限

No.	化合物名称	线性方程	相关系数	检出限 (µg/mL)
1	脱氢乙酸	$Y=1620.41X-1294.26$	0.9999	0.15

3.3 精密度实验

取 1 µg/mL 脱氢乙酸标准溶液 1 µL 进气相色谱仪，连续进样 6 次，以峰面积 RSD 考察峰面积重复性，结果如表 3。

表3 峰面积重复性结果 (RSD%, n=6)

组分	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	平均面积	RSD (%)
脱氢乙酸	1579	1606	1532	1605	1497	1522	1557	2.95

3.4 样品测试结果

取某植物蛋白肉样品，按照步骤 2 进行处理，样品中未检出脱氢乙酸，样品色谱图见图 4。

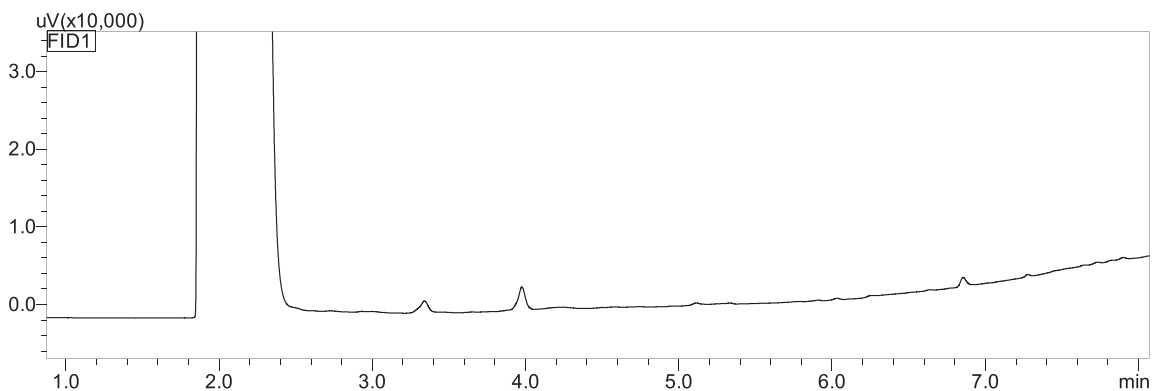


图4 植物蛋白肉样品色谱图

3.5 回收率

将脱氢乙酸标准溶液添加到上述样品中，按步骤 2 进行处理，样品加标量为 100 mg/kg，平行制样 3 次。回收率结果见表 4。

表 4. 加标回收率结果 (mg/kg)

组分名称	测试值 1	测试值 2	测试值 3	平均回收率 (%)
脱氢乙酸	95.11	103.31	113.44	104.0%

■ 结论

本文建立了使用 Nexis GC-2030 测定人造肉中脱氢乙酸含量的分析方法。结果表明，在 1~200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内，脱氢乙酸的线性相关系数 R 为 0.9999，线性关系良好，方法检出限为 0.15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。取浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液重复进样 6 次，峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 为 2.95%，精密度良好。对空白样品进行加标回收实验，样品加标量为 100 mg/kg 时，平均回收率为 104.0%。本方法操作简单、灵敏度高、重复性好，可用于测定人造肉中脱氢乙酸的含量。

岛津应用云

