

(GB 5009.223-2014) 酒中氨基甲酸乙酯含量检测 (GC-MS法)

应用编号：MF00013

方法一、GC/MS 法 参照GB

5009.223-2014

摘要：本文参照食品安全国家标准方法《GB 5009.223-2014 食品中氨基甲酸乙酯的测定》，进行了白酒中氨基甲酸乙酯含量的测定。采用商品化Cleanert EC氨基甲酸乙酯专用固相萃取柱(碱性硅藻土)进行样品前处理，GC/MS法测定，结果表明氨基甲酸乙酯检出限为2.0 μg/kg，定量限为5.0 μg/kg (取样2.00g)，回收率在98.3%~104.5%；白酒样品的日间精密性测试，RSD < 3%。方法简单，产品稳定，结果准确灵敏，完全满足分析检测的要求。

氨基甲酸乙酯 (Ethyl Carbamate, EC)，是一种致癌物，可以引起肺肿瘤、淋巴瘤、肝癌、皮肤癌等。它是发酵食物和酒精饮品在发酵或贮存过程中天然产生的污染物。2007年，世界卫生组织的国际癌症研究机构 (IARC) 正式将氨基甲酸乙酯 (Ethyl Carbamate) 归为2A类致癌物。因此对相关食品中进行氨基甲酸乙酯的检测和监测是非常必要的。

1. 标准溶液配制

1.0 mg/mL D5-氨基甲酸乙酯贮备液：准确称取10.0 mg D5-氨基甲酸乙酯标准品，用甲醇定容至10 mL。

2.0 μg/mL D5-氨基甲酸乙酯使用液：准确吸取1.0 mg/mL D5-氨基甲酸乙酯标准贮备液0.1 mL，用甲醇定容至50 mL。

1.0 mg/mL氨基甲酸乙酯贮备液：准确称取0.5000 g氨基甲酸乙酯标准品，用甲醇定容至50 mL。

分别准确吸取一定量氨基甲酸乙酯标准液，加100 μL 2.0 μg/mL的D5-氨基甲酸乙酯溶液，用甲醇定容至1.0 mL，得到10.0、25.0、50.0、100.0、200.0、400.0、1000.0 ng/mL的标准使用液（内含200.0 ng/mL D5-氨基甲酸乙酯）

固相萃取柱：Cleanert® EC氨基甲酸乙酯专用固相萃取柱（碱性硅藻土）

气相色谱柱：DA-INNOWAX柱

2. 样品处理

准确量取 2.00 mL 酒样，加 100 μL 2.0 μg/mL D5-氨基甲酸乙酯内标使用液、氯化钠 0.3 g(白酒、酱油不加)，超声溶解、混匀，然后加样到氨基甲酸乙酯上，抽真空，让试样慢慢渗入到Cleanert® EC氨基甲酸乙酯专用固相萃取柱中，静置约 10 min，先用 10 mL 正己烷淋洗除杂，然后用

10 mL 5%乙酸乙酯/乙醚溶液以1 mL/min 流速洗脱并收集于 10 mL 具塞刻度试管中，在室温下用氮气缓缓吹至0.5 mL左右，用甲醇定容至1.0 mL 制成测定液供GC/MS分析，同时做空白。

3. GC-MS操作条件

色谱柱：DA-INNOWAX柱，30 m×0.25 mm×0.25 μm；

进样口温度：220℃；柱温：初温 50℃，保持 1 min，然后以 8℃ / min 升至 180℃，然后以 15℃ / min 升至 210℃ 保持5 min；

载气：氦气，纯度 ≥ 99.999%

流速：1 mL/min；

电离方式：EI源。

离子源温度：230℃；

进样方式：不分流进样；

样量：1-2 μL；

氨基甲酸乙酯选择监测离子(m/z)：62、76、89；定量离子 62；

D5-氨基甲酸乙酯选择监测离子(m/z)：64、76；定量离子 64；

4. 实验结果

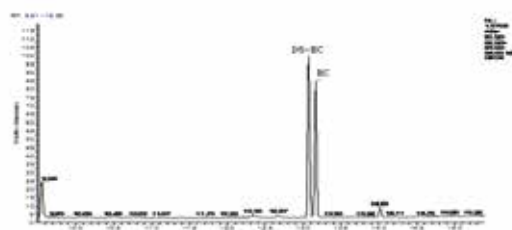


图 1 氨基甲酸乙酯及内标总离子图

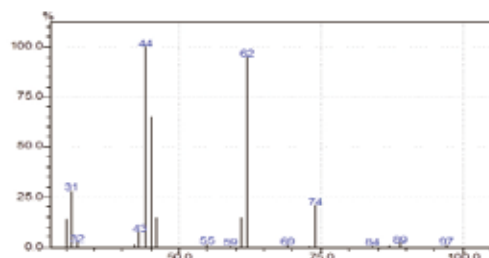


图 2 氨基甲酸乙酯质谱图

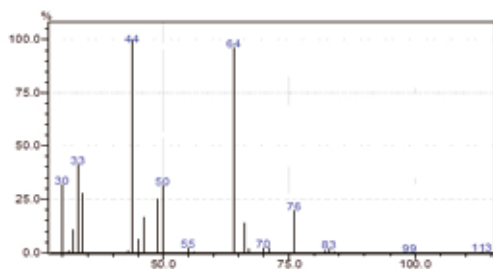


图3 内标 D5- 氨基甲酸乙酯质谱图

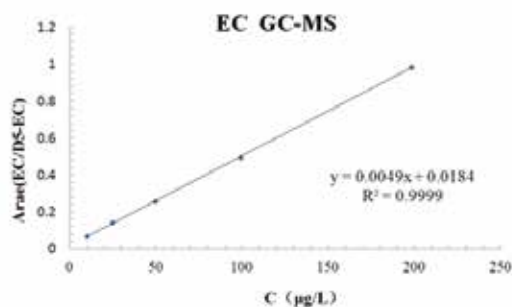


图4 标准曲线

4.1 加标回收率及精密度

表 1 白酒样品加标的回收率及精密度

序号	白酒样品(mg/L)	加标量(mg/L)	测定浓度(mg/L)	回收量(mg/L)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	73.86	100	178.32	104.46	104.5	101.4	2.51
2	73.86	100	176.78	102.92	102.9		
3	73.86	100	175.64	101.78	101.8		
4	73.86	100	173.25	99.39	99.4		
5	73.86	100	172.20	98.34	98.3		

表 2 白酒样品日间精密度

测定数据(mg/L)							平均值	RSD(%)
60.47	60.79	59.05	63.04	58.15	56.61	59.03	59.13	2.94
58.99	59.75	60.24	57.49	59.77	56.91	57.60		

注：相同的样品，每天测定 2 次，连续 7 天内测定数据

4.2 方法检出限

当试样取2.00 g时，本方法氨基甲酸乙酯检出限为2.0 µg/kg，定量限为5.0 µg/kg。

结论

本文采用商品化 Cleanert® EC 氨基甲酸乙酯专用固相柱(碱性硅藻土)前处理结合 DA-INNOWAX 柱进行白酒中氨基甲酸乙酯的测定，结果表明氨基甲酸乙酯检出限为2.0 µg/kg，回收率在98.3%~104.5%，完全满足食品安全国家标准 GB5009.223-2014方法的检测要求。

5. 订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Cleanert® EC (氨基甲酸乙酯专用固相萃取柱)	20支/包	GB50092232014
DA-INNOWAX柱	30 m×0.25 mm×0.25 µm	2025-3002
Qudura® 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道, 可连续处理 24 个样品	SPE-40
1.5 mL样品瓶	1.5 mL	1109-0519
La-Pha-Pack 样品瓶、盖、垫, 蓝色中心孔盖, 红色橡胶/米色PTFE垫片	1.0 mm	0915-1819
PTFE 滤膜	0.22 µm, 直径13 mm; 200个/pk	AS041320