

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4507—2025

食用菌中蘑菇醇的测定 气相色谱-串联质谱法

Determination of mushroom alcohol in mushroom—Gas
chromatography-tandem mass spectrometry method

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本文件起草单位：上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所、农业农村部食用菌产品质量监督检验测试中心(上海)、江苏安惠生物科技有限公司、上海科立特农产品检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：周昌艳、李晓贝、赵晓燕、李健英、张艳梅、董慧、赵志勇、鄂恒超、陈惠、范婷婷、李旭娇、何香伟、彭书婷、陈骏骅、邵拥军。



食用菌中蘑菇醇的测定 气相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了食用菌中蘑菇醇含量的气相色谱-串联质谱测定方法。
本文件适用于食用菌中蘑菇醇含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经乙腈振荡提取,分散固相萃取净化,气相色谱-串联质谱仪测定,通过保留时间定性,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯试剂,实验室用水符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

5.1 试剂

- 5.1.1 乙腈(CH_3CN ,CAS 号:75-05-8):色谱纯。
- 5.1.2 甲醇(CH_3OH ,CAS 号:67-56-1):色谱纯。
- 5.1.3 氯化钠(NaCl ,CAS 号:7647-14-5)。
- 5.1.4 无水硫酸镁(MgSO_4 ,CAS 号:7487-88-9)。

5.2 标准品

蘑菇醇($\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}$,CAS 号:3391-8-4)标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。

5.3 标准溶液配制

- 5.3.1 蘑菇醇标准储备溶液(1 000 mg/L):称取蘑菇醇标准品 0.1 g(精确至 0.001 g),用甲醇溶解并定容至 100 mL。 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期 6 个月。
- 5.3.2 蘑菇醇标准工作溶液:准确移取一定量的蘑菇醇标准储备溶液(5.3.1),用乙腈(5.1.1)逐级稀释得到一系列的标准工作溶液,质量浓度分别为 0.01 mg/L、0.025 mg/L、0.1 mg/L、0.25 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L,现用现配。

5.4 材料

- 5.4.1 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(PSA): $40\text{ }\mu\text{m}\sim 60\text{ }\mu\text{m}$ 。
- 5.4.2 有机系微孔滤膜: $13\text{ mm}\times 0.22\text{ }\mu\text{m}$ 。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱-三重四级杆串联质谱仪:配置有电子轰击电离源(EI)。
- 6.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

6.3 振荡器:转速不低于 200 r/min。

6.4 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

6.5 涡旋混合器。

6.6 均质机。

6.7 粉碎机。

6.8 标准网筛:0.9 mm。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 鲜样

取适量食用菌鲜样,用干净纱布轻轻擦去表面附着物,切碎后,放置于均质机(6.6)中粉碎成匀浆状,−18℃密封保存。

7.1.2 干样

取适量食用菌干样,先取部分放置于粉碎机(6.7)中粉碎,弃去,剩余部分再放置于粉碎机(6.7)中粉碎,过 0.9 mm 标准网筛(6.8),于密封容器中常温保存备用。

7.2 提取

7.2.1 鲜样

称取解冻至室温的试样 10 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中,准确加 10 mL 乙腈(5.1),在振荡器(6.3)上以 200 r/min 转速振摇 5 min 后,加入 4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠,快速振荡 1 min 后,4 000 r/min 离心 5 min。上清液待净化。

7.2.2 干样

称取 0.5 g 试样(精确至 0.001 g),置于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 水摇匀后静置 10 min,在振荡器(6.3)上以 200 r/min 转速振摇 5 min 后,加入 4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠,快速振荡 1 min 后,4 000 r/min 离心 5 min。上清液待净化。

7.3 净化

准确吸取 5 mL 上清液于含有 900 mg 硫酸镁、150 mg PSA 的 15 mL 离心管中,涡旋混匀 1 min,4 000 r/min 离心 5 min。取 1 mL 净化液过有机系微孔滤膜(5.4.2)于 2 mL 进样小瓶中,待气相色谱-三重四级杆串联质谱仪(6.1)测定。

7.4 测定

7.4.1 色谱参考条件

- a) 色谱柱:聚乙二醇毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),或相当规格色谱柱;
- b) 进样口温度:210℃;
- c) 柱温箱温度:初始温度 50℃保持 2 min,以 15℃/min 升温至 170℃,再以 30℃/min 升温至 210℃,保持 3 min;
- d) 载气:氦气,纯度≥99.999%,流速 1.0 mL/min;
- e) 进样方式和进样量:不分流进样,进样量 1 μL。

7.4.2 质谱参考条件

- a) 离子源温度:250℃;
- b) 传输线温度:250℃;
- c) 电子轰击源:50 eV;
- d) 碰撞气:氩气,纯度≥99.999%;
- e) 扫描模式:选择反应监测扫描(SRM),定量离子对: $m/z=72/43$,碰撞电压 10 eV,定性离子对: $m/z=72/57$,碰撞电压 10 eV。

7.4.3 标准曲线的绘制

用蘑菇醇系列标准工作溶液(5.3.2),以上述仪器条件(7.4.1、7.4.2)进行测定,以标准工作溶液的质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制蘑菇醇的标准曲线。蘑菇醇标准工作溶液的选择反应监测(SRM)色谱图见附录 A。

7.4.4 定性测定

在相同试验条件下进行样品测定时,被测试样中蘑菇醇色谱峰的保留时间与相似浓度下标准品保留时间的相对偏差在±2%以内。同时在扣除背景后的样品质谱图中,蘑菇醇的质谱定量和定性离子均出现,而且同一检测批次,样品中蘑菇醇的定性离子和定量离子的相对丰度比与质量浓度相当的标准溶液相对偏差在±15%以内,则可判断样品中存在蘑菇醇。

7.4.5 定量检测

外标法定量。将标准工作溶液和试样溶液依次注入气相色谱-串联质谱仪中,保留时间和离子对定性,测得定量离子峰面积,待测样液中蘑菇醇的响应值应在仪器检测的定量测定线性范围之内,超过线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析。

7.5 空白试验

除不加试样外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

8 结果计算

试样中的蘑菇醇含量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——由标准曲线得出的试样溶液中蘑菇醇质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 ——由标准曲线得出的空白试验溶液中蘑菇醇质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量数值,单位为克(g);
- f ——稀释倍数;
- 1 000 ——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,保留小数点后 2 位。质量浓度超过 1 mg/kg 时,最多保留 3 位有效数字。

9 其他

9.1 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不超过算术平均值的 20%。

9.2 方法定量限

方法的定量限:鲜样为 0.20 mg/kg,干样为 2.00 mg/kg。

附 录 A
(资料性)

蘑菇醇全扫描质谱图和 SRM 色谱图

A.1 10 mg/L 蘑菇醇标准工作溶液的全扫描质谱图

见图 A.1。

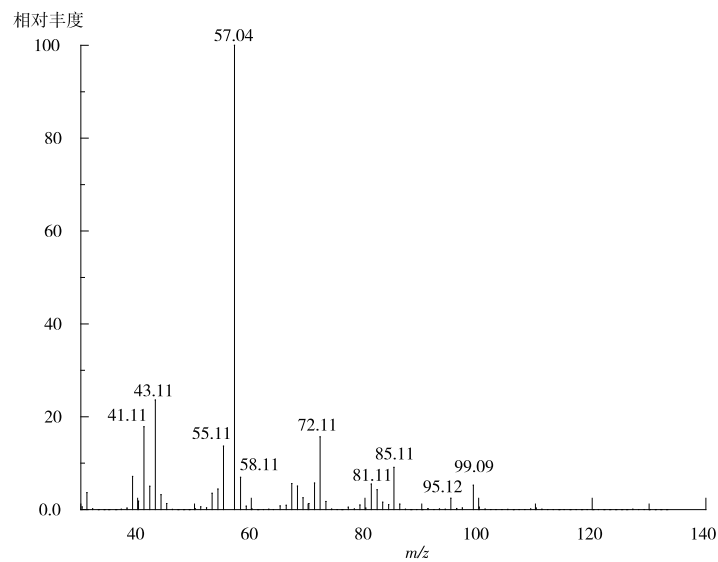


图 A.1 10 mg/L 蘑菇醇标准工作溶液的全扫描质谱图

A.2 0.50 mg/L 蘑菇醇标准工作溶液的 SRM 色谱图

见图 A.2。

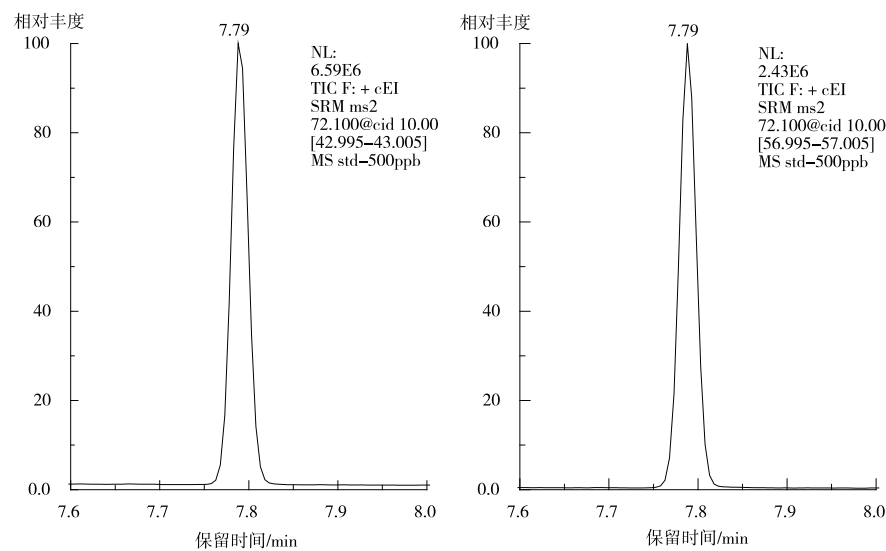


图 A.2 0.50 mg/L 蘑菇醇标准工作溶液的 SRM 色谱图