

ICS 67.160.10

X 62

TB

团体标准

调味面制品中脱氢乙酸的测定-高效 液相色谱法

发布

实施

发布

前言

本标准按照 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》的规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位：宁夏回族自治区食品质量监督检验二站、宁夏回族自治区农业勘察设计院。

本标准主要起草人：伊倩如、常立群、张小飞、赵瑞、曹琛、吴刚、鄂佳豪、王剑、王东、肖丹、杜晓楠、李顺红、薛亚珊、骆菲菲、茹娟、吴静。

本标准为首次发布。

调味面制品中脱氢乙酸的测定-高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了调味面制品中脱氢乙酸的测定-高效液相色谱测定方法。

本文件适用于调味面制品中脱氢乙酸的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件，凡是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 5009.35 《食品安全国家标准 食品中合成脱氢乙酸的测定》

GB/T 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》

GB/T 27404 《实验室质量控制规范 食品理化检测》

3 术语和定义

3.1 方便食品包括方便面、调味面制品和其他方便食品。其中调味面制品包括产品标签标识和生产许可申证类别均为调味面制品的产品；其他方便食品（即方便粥、方便盒饭、冷面及其他熟制方便食品等）包括冲调类方便食品、主食类方便食品和其他类别方便食品。

3.2 调味面制品：以小麦粉和/或其他谷物粉等为主要原料，添加或不添加辅料，经配料、挤压熟制、成型、调味、包装等工艺加工而成的即食食品。

4 原理

试样经氢氧化钠溶液提取、除脂，去蛋白，过 0.45um 水相微孔滤膜后注入高效液相色谱仪，经反相色谱分离，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 材料

5.1.1 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1.2 50 mL 塑料离心管。

5.1.3 0.45 μm 亲水相针头滤膜。

5.1.4 注射器。

5.1.5 0.45 μm 水相微孔滤膜和 0.45 μm 有机相微孔滤膜。

5.2 试剂

5.2.1 甲醇 (CH_3OH): 色谱纯。

5.2.2 氢氧化钠(NaOH)。

5.2.3 正己烷(C_6H_{14})。

5.2.4 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$): 优级纯。

5.2.5 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

5.3 试剂配制

5.3.1 乙酸铵溶液(0.02mol/L): 称取 1.54g 乙酸铵, 溶于水并稀释至 1L。

5.3.2 氢氧化钠溶液(20g/L): 称取 20g 氢氧化钠, 溶于水并稀释至 1L。

5.3.3 硫酸锌溶液(120g/L): 称取 120g 硫酸锌, 溶于水并稀释至 1L。

5.4 标准品

5.4.1 脱氢乙酸($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_4$, CAS: 520-45-6)标准品: 纯度 $\geq 99.5\%$

5.5 标准溶液配制

5.5.1 脱氢乙酸标准贮备液 (1.0 mg/L): 准确称取脱氢乙酸标准品 0.01000g(精确至 0.0001g)于 10mL 容量瓶中, 用 1mL 氢氧化钠溶液 (5.3.2) 溶解, 用水定容。4 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 有效期为 3 个月。

5.5.2 脱氢乙酸标准工作液: 分别吸取脱氢乙酸贮备液 0.1mL、1.0mL、5.0mL、10mL、20mL 于 100mL 容量瓶中, 用水定容。配制成浓度为 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准工作液。4 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 有效期为 1 个月

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪：带二极管阵列或紫外检测器。

6.2 涡旋混合器。

6.3 分析天平：感量 0.01 g。

6.4 离心机：转速不得低于 4000 r/min。

6.5 高速粉碎机。

6.6 筛网：1 mm~2 mm 试验筛孔径。

6.7 超声波清洗仪

6.8 PH 计

7 分析步骤

7.1 样品制备与提取

7.1.1 调味面制品：称取样品 2g~5g(精确至 0.001g)，置于 50mL 离心管中，加入约 10mL 水，5mL 硫酸锌（5.3.3）溶液，用氢氧化钠溶液（5.3.2）调 pH 至 7.5，转移至 25mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。将上述定容溶液转移至离心管中，超声提取 10min，转移到分液漏斗中，加入 10mL 正己烷，振摇 1min，静置分层，弃去正己烷层，加入 10mL 正己烷重复进行一次，取下层水相置于离心管中，4000r/min 离心 10min。取上清液过 0.45 μ m 有机滤膜，供高效液相色谱测定。

7.2 仪器参考条件

7.2.1 色谱柱：C₁₈ 柱（柱长 250 mm，柱内径 4.6 mm；填料粒径 5 μ m），或相当者；

7.2.2 进样量：10 μ L。

7.2.3 柱温：35 $^{\circ}$ C。

7.2.4 波长：293nm

7.2.5 流速：1.0

7.2.6 流动相：0.02mol/L 乙酸铵：甲醇=（90：10）

7.3 测定

将分析待测样品溶液和脱氢乙酸标准使用液分别注入高效液相色谱仪，根据保留时间定性，外标峰面积法定量。

8 分析结果的表述

试样中合成脱氢乙酸含量按以下公式进行计算：

$$X = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \times f$$

X —试样中脱氢乙酸的含量，单位为克每千克(g/kg)；

c —进样液中脱氢乙酸的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V —试样复定容总体积，单位为毫升(mL)；

m —试样质量，单位为克(g)；

f —稀释因子。

1000 —换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的10%。

10 其他

方法检出限：以样品取样量 5g，定容体积 25mL，确定方法的检出限为 0.002g/kg，定量限为 0.005g/kg。

附录 A

脱氢乙酸标准色谱图

脱氢乙酸标准色谱图见图 A.1

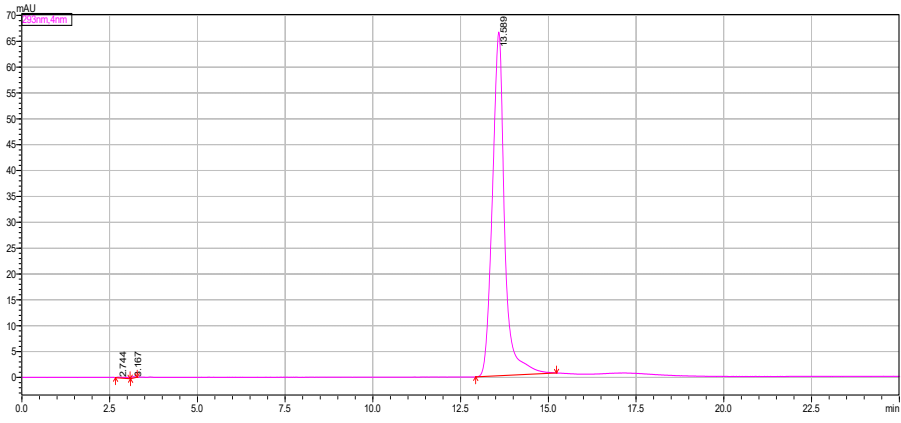


图 A.1 50ug/mL 脱氢乙酸标准色谱图(λ : 293 nm)