

食品中顺丁烯二酸的测定 高效液相色谱法

Determination of Maleic Acid in Foods

by High performance liquid chromatography method

2018-08-21 发布

2018-09-01 实施

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
4.1 试剂及试剂的配制	1
4.2 标准物质及标准溶液的配制	1
5 仪器和设备	2
6 分析步骤	2
6.1 样品处理	2
6.2 仪器条件	2
6.3 测定	2
7 结果计算	2
8 精密度	3
9 其他	3
附录 A（资料性附录）顺丁烯二酸的高效液相色谱图	4

前 言

本文件依据GB/T 1.1-2009规则编制。

本文件由深圳市食品药品监督管理局归口。

本文件起草单位：深圳市计量质量检测研究院。

本文件主要起草人：杜业刚、李芸、肖泽恩、李超、邹幼成、谭振、崔晶、王起、刘慧强、董超先、吴琛。

本文件为首次发布。

食品中顺丁烯二酸的测定

高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了顺丁烯二酸的测定方法。

本文件适用于淀粉及其制品中顺丁烯二酸的测定。

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，仅所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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

3 原理

淀粉及其制品中的顺丁烯二酸用 50%甲醇溶液提取，加入氢氧化钾溶液，静置，再加入盐酸溶液后形成顺丁烯二酸，最后用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂及试剂的配制

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.1.1 水，GB/T 6682 规定，一级。

4.1.2 甲醇：色谱纯。

4.1.3 磷酸：优级纯。

4.1.4 甲醇。

4.1.5 0.1% 磷酸溶液：在 1000 mL 水中加入 1.2 mL 磷酸（4.1.3）。

4.1.6 50%甲醇溶液：在 250 mL 水中加入 250 mL 甲醇（4.1.4）。

4.1.7 盐酸。

4.1.8 氢氧化钾。

4.1.9 5 mol/L 盐酸溶液：在 50 mL 水中慢慢加入盐酸（4.1.7）42 mL，混匀，冷却后再加水定容至 100 mL。

4.1.10 0.5 mol/L 氢氧化钾溶液：称取氢氧化钾（4.1.8）14 g，加水溶解，定容至 500 mL。

4.2 标准物质及标准溶液的配制

4.2.1 标准物质：顺丁烯二酸（CAS：110-16-7），纯度大于99.0%。

4.2.2 标准储备溶液：准确称取顺丁烯二酸标准物质50 mg（按纯度折算）于100 mL容量瓶中，用水溶解，定容至刻度，配制成500 mg/L的标准储备液，4℃ 以下冷藏。

4.2.3 标准工作液：将标准储备液用水稀释，得到浓度分别为0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L的标准系列。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪，配紫外检测器。

5.2 千分之一分析天平：感量0.001 g。

5.3 万分之一分析天平：感量0.0001 g。

5.4 漩涡混合器。

5.5 超声波清洗器。

5.6 离心机：转速 \geq 6500 r/min。

6 分析步骤

6.1 样品处理

准确称取1 g（精确至0.001 g）样品到50 mL离心管，加入25 mL 50%甲醇溶液（4.1.6），超声提取30 min；加入0.5 mol/L氢氧化钾溶液（4.1.10）20 mL，漩涡混匀，静置2小时；再加入5 mol/L盐酸溶液（4.1.9）约3 mL，使溶液呈酸性，最后加水定容至50 mL，摇匀，在7500 rpm下离心3 min；取上清液，经0.22 μ m滤膜过滤，待高效液相测定。

6.2 仪器条件

- a) 色谱柱：C18柱（250 mm \times 4.6 mm，5 μ m）或相当者；
- b) 流动相：甲醇：0.1%磷酸溶液（4.1.5）（v:v）= 3：97；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 柱温：25 \pm 5℃；
- e) 进样量：20 μ L；
- f) 检测波长：214 nm。

6.3 测定

将标准系列和样品提取液分别注入高效液相色谱仪，根据保留时间和吸收光谱图定性，外标法峰面积定量。

7 结果计算

该方法中标准工作溶液和待测样液中顺丁烯二酸的响应值，均应在仪器的检测线性范围内。按下列

公式计算出样品中顺丁烯二酸的含量：

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——样品中顺丁烯二酸的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——用标准曲线计算出待测样液中顺丁烯二酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

计算结果保留两位有效数字。

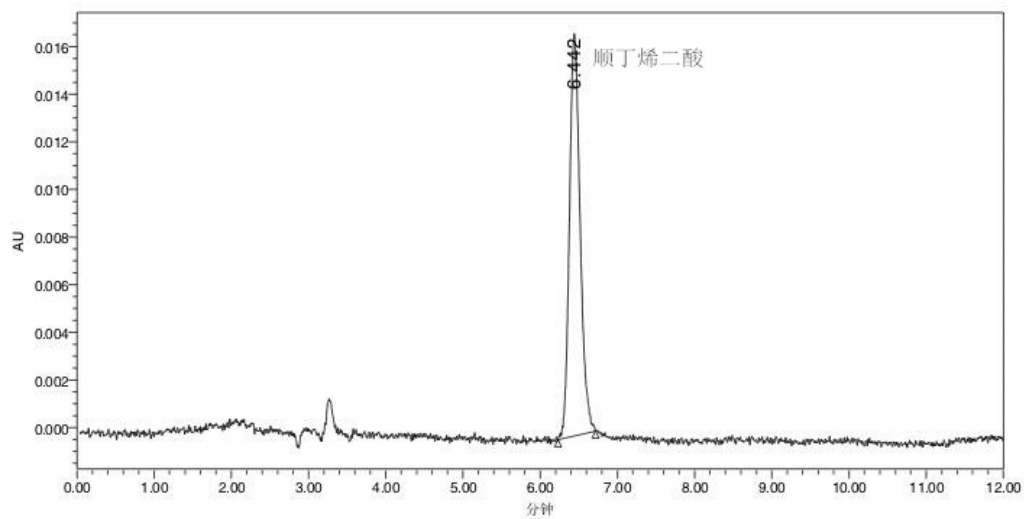
8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

9 其他

本文件检测方法的检出限：5.0 mg/kg。

附录 A
(资料性附录)
顺丁烯二酸的高效液相色谱图



图A.1 顺丁烯二酸的高效液相色谱图