

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

食品中羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲  
基糠醛含量的测定  
高效液相色谱法

点击此处添加标准名称的英文译名

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

## 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。

本文件由××××提出。

本文件由全国特殊食品标准化技术委员会（SAC/TC 466）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

# 食品中羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛含量的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本文件规定了食品中羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛含量的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于乳及乳制品、含乳饮料和乳基食品（包括婴幼儿配方食品、特殊医学用途配方食品、婴幼儿辅助食品、运动营养食品及营养补充品）。

## 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 原理

试样中羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛化合物经提取后，利用C<sub>18</sub>色谱柱分离，液相色谱仪-紫外检测器检测，外标法进行定量。

## 4 试剂和材料

### 4.1 试剂

4.1.1 除另有说明外，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水或二级以上水。

4.1.2 乙腈：色谱纯。

4.1.3 三氯乙酸（C<sub>2</sub>HCl<sub>3</sub>O<sub>2</sub>）。

4.1.4 草酸（H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>）。

### 4.2 试剂配制

4.2.1 三氯乙酸溶液 A（40 g/100 mL）：称取 40 g 三氯乙酸加入适量水溶解，转移置 100 mL 容量瓶中，定容混匀，现用现配。

4.2.2 三氯乙酸溶液 B（4 g/100 mL）：称取 4 g 三氯乙酸加入适量水溶解，转移置 100 mL 容量瓶中，定容混匀，现用现配。

4.2.3 草酸溶液（0.15 mol/L）：称取 18.9 g 草酸，用适量水溶解，转移置 1 000 mL 容量瓶中，定容混匀，现用现配。

### 4.3 标准品

4.3.1 羟甲基糠醛 (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>, CAS 号: 67-47-0): 纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.3.2 糠醛 (C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>, CAS 号: 98-01-1): 纯度≥99.5%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.3.3 呋喃基甲基酮 (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>, CAS 号: 1192-62-7): 纯度≥95.5%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.3.4 甲基糠醛 (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>, CAS 号: 620-02-0): 纯度≥99.6%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

### 4.4 标准溶液配制

4.4.1 羟甲基糠醛、糠醛、呋喃基甲基酮和甲基糠醛混合标准储备液 (200mg/L): 分别称取 20mg (精确至 0.1mg) 各标准物质, 加入适量水溶解, 转移至 100 mL 容量瓶中, 定容, 充分混匀。转移到试剂瓶中置于 4 °C 保存, 有效期一个月。

4.4.2 羟甲基糠醛、糠醛、呋喃基甲基酮和甲基糠醛混合标准中间液 (10.0 mg/L): 准确移取 5.0 mL 羟甲基糠醛、糠醛、呋喃基甲基酮和甲基糠醛混合标准储备液 (4.4.1), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水定容, 充分混匀。转移到试剂瓶中置于 4 °C 保存, 现用现配。

4.4.3 羟甲基糠醛、糠醛、呋喃基甲基酮和甲基糠醛混合标准系列工作液: 吸取羟甲基糠醛、糠醛、呋喃基甲基酮和甲基糠醛混合标准中间液 (4.4.2) 0.10 mL、0.25mL、0.5 mL、1.0 mL 于 10 mL 容量瓶, 用水定容, 充分混匀。配成 0.1 μg/mL、0.25 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL 的混合标准系列工作液, 现用现配。

### 4.5 仪器和设备

4.5.1 高效液相色谱仪: 配有紫外检测器。

4.5.2 液相色谱柱: C18 色谱柱 (3.0 mm×150 mm, 3.5 μm) 或性能相当者。

4.5.3 分析天平: 感量 0.1 mg 和 0.01 g。

4.5.4 离心机: ≥6000 r/min。

## 5 分析步骤

### 5.1 样品处理

#### 5.1.1 液态乳前处理

称取 15 g 试样 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入草酸溶液 (4.2.3) 5 mL, 95°C 水浴加热 25 min, 冷却至室温; 然后加入三氯乙酸溶液 A (4.2.1) 3 mL, 震荡 10 min 后, 6000 r/min 离心 15 min; 移取上清液置 25 mL 容量瓶, 滤渣中加入三氯乙酸溶液 B (4.2.2) 5 mL, 震荡 10 min 后, 6000 r/min 离心 15 min; 上清液合并, 使用三氯乙酸溶液 B (4.2.2), 定容至刻度; 取适量液体, 用有机微孔滤膜过滤, 供液相色谱仪分析。

### 5.1.2 乳基粉状样品前处理

称取2 g试样（精确至0.01 g）于50 mL离心管中，加水至15 g并超声溶解，加入草酸溶液（4.2.3）5 mL，以下处理方式同6.1.1。

### 5.1.3 奶酪和炼乳前处理

称取1.0 g试样（精确至0.01 g）于250 mL烧杯中，加200 mL水，超声30 min 后震荡20 min，转移到250 mL( $V_1$ )容量瓶中定容，移取15.0 mL( $V_2$ )样品，加入草酸溶液（4.2.3）5 mL，以下处理方式同6.1.1。

## 5.2 液相色谱参考条件

5.2.1 流动相：A 为乙腈，B 为水。

5.2.2 流速：0.6 mL/min。

5.2.3 检测波长：280 nm。

5.2.4 柱温：30 ℃。

5.2.5 进样量：5  $\mu$ L。

5.2.6 梯度洗脱条件，见表 1。

表1 梯度洗脱程序表

时间/min	A/%	B/%
0	5	95
18	65	35
20	95	5
22	95	5
23	5	95
28	5	95

## 5.3 定性分析

分别将羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛混合标准系列工作液和试样溶液样品进行测定，以羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛的保留时间进行定性。定性色谱参见附录A；

## 5.4 外标法定量

以羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛混合标准系列工作液的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，将经5.1制备的样品注入高效液相色谱仪，测定样品中各组分峰面积，由混合标准系列工作曲线计算样品中各糠醛的含量。

## 6 结果计算

6.1 液态乳和乳基粉状样品样品中羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(C-C_0) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $X$ ——试样中糠醛类化合物含量，单位为毫克每百克（mg/100 g）；  
 $C$ ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；  
 $C_0$ ——从标准工作曲线上得到的试剂空白溶液浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；  
 $V$ ——样品最终定容体积，单位为毫升（mL）；  
 $m$ ——试样的质量，单位为克（g）；  
 1000——单位换算系数。

计算结果保留至小数点后两位。

## 6.2 奶酪和炼乳样品中各糠醛的含量按式（2）计算：

$$X = \frac{(C-C_0) \times V_1 \times V}{m \times V_2 \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $X$ ——试样中糠醛类化合物含量，单位为毫克每百克（mg/100 g）；  
 $C$ ——从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；  
 $C_0$ ——从标准工作曲线上得到的试剂空白溶液浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；  
 $V$ ——样品最终定容体积，单位为毫升（mL）；  
 $V_1$ ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；  
 $V_2$ ——移取样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；  
 $m$ ——试样的质量，单位为克（g）；  
 1000——单位换算系数。

计算结果保留至小数点后两位。

## 7 精密度

在重复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%。

## 8 定量限

液态产品称取量为 15 g 时，羟甲基糠醛定量限为 1.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，糠醛定量限为 1.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，呋喃甲基酮定量限为 1.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，甲基糠醛定量限为 1.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ；羟甲基糠醛检出限为 0.5  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，糠醛检出限为 0.5  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，呋喃甲基酮检出限为 0.5  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，甲基糠醛检出限为 0.5  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。

乳基粉状产品称取量为 2.25 g 时，羟甲基糠醛定量限为 11.1  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，糠醛定量限为 11.1  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，呋喃甲基酮定量限为 11.1  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，甲基糠醛定量限为 11.1  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ；羟甲基糠醛检出限为 3.4  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，糠醛检出限为 3.4  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，呋喃甲基酮检出限为 3.4  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，甲基糠醛检出限为 3.4  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。

其他类型产品称取量为 1 g 时，羟甲基糠醛定量限为 25  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，糠醛定量限为 25  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，呋喃甲基酮定量限为 25  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，甲基糠醛定量限为 25  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。羟甲基糠醛检出限为 7.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，糠醛检出限为 7.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，呋喃甲基酮检出限为 7.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ ，甲基糠醛检出限为 7.6  $\mu\text{g}/100\text{ g}$ 。

## 附录 A

(资料性)

## 糠醛类化合物标准品和样品的色谱图

不同样品中糠醛类化合物的色谱图见图A.1、图A.2和图A.3。

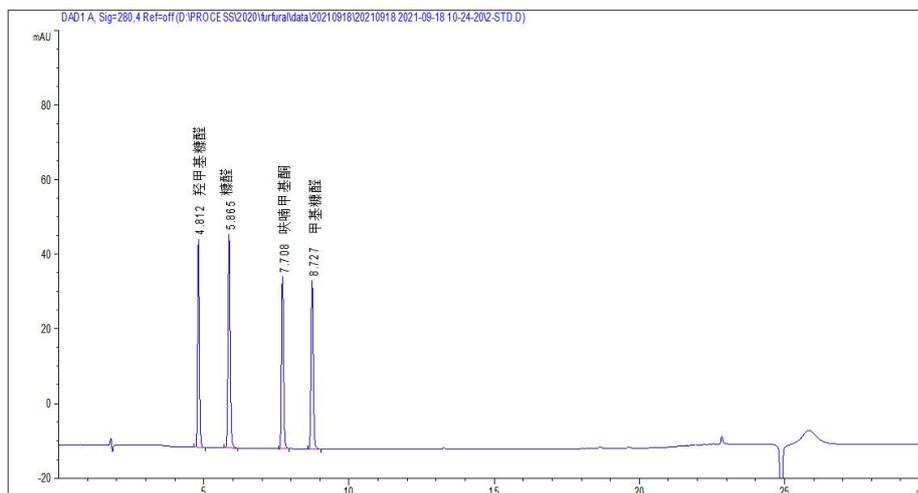


图 A.1 羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛标准物质色谱图

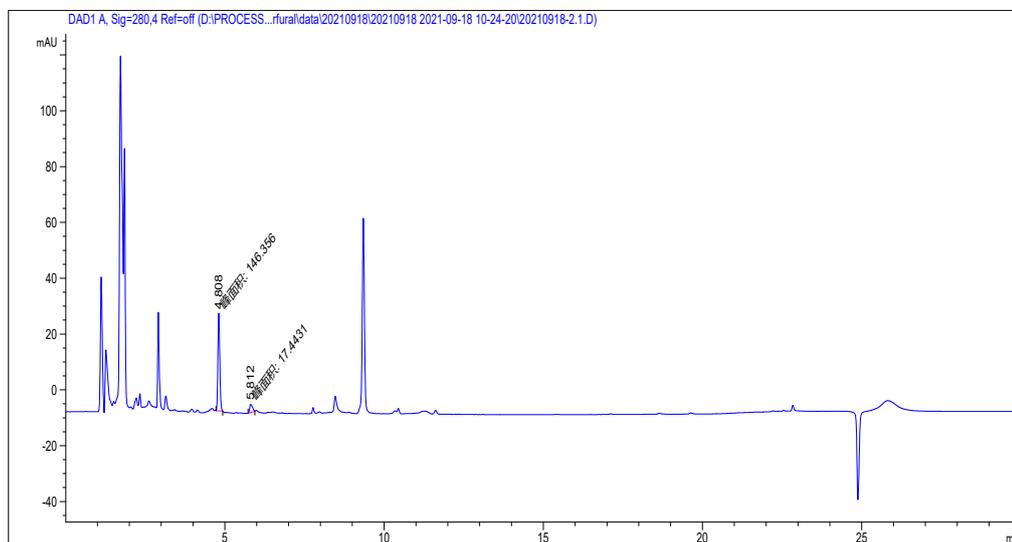


图 A.2 液态乳制品中羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛含量检测色谱图

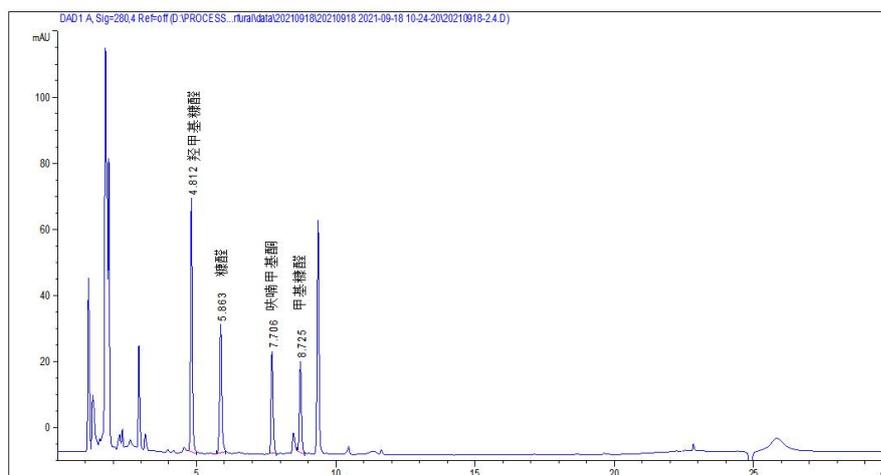


图 A.3 加标液态乳制品中羟甲基糠醛、糠醛、呋喃甲基酮和甲基糠醛含量检测色谱图