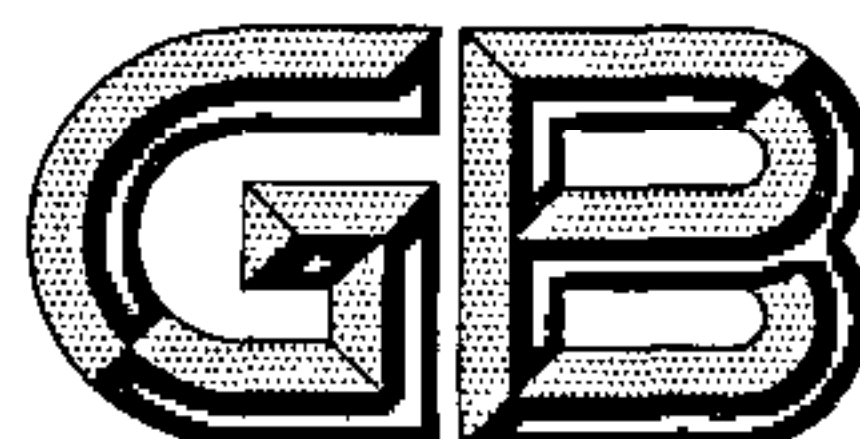


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.31—2003
代替 GB/T 11672—1989

食品中对羟基苯甲酸酯类的测定

Determination of p-hydroxybenzoic acid esters in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

251

前 言

本标准代替 GB/T 11672—1989《食品中对羟基苯甲酸酯类的测定方法》。

本标准与 GB/T 11672—1989 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《食品中对羟基苯甲酸酯类的测定》；
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所、武汉市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人：高鹤娟、朱风兰、王竹天、李玉冰。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

食品中对羟基苯甲酸酯类的测定

1 范围

本标准规定了食品中对羟基苯甲酸酯类的测定方法。

本标准适用于酱油、醋、水果汁及果酱中对羟基苯甲酸酯类的测定。

2 原理

试样酸化后,对羟基苯甲酸酯类用乙醚提取浓缩后,用具氢火焰离子化检测器的气相色谱仪进行分离测定,外标法定量。

3 试剂

除特别注明外,本标准所用试剂均为分析纯试剂,水为蒸馏水。

3.1 乙醚,重蒸。

3.2 无水乙醇。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 饱和氯化钠溶液。

3.5 1 g/100 mL 碳酸氢钠溶液。

3.6 1:1 盐酸:量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。

3.7 对羟基苯甲酸乙酯、丙酯标准溶液:准确称取对羟基苯甲酸乙酯、丙酯各 0.050 g 溶于 50 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,该溶液每毫升相当于 1 mg 对羟基苯甲酸乙酯、丙酯。

3.8 对羟基苯甲酸乙酯、丙酯使用溶液:取适量的对羟基苯甲酸乙酯、丙酯标准溶液,用无水乙醇分别稀释至每毫升相当于 50,100,200,400,600,800 μg 的对羟基苯甲酸乙酯、丙酯。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

4.2 KD 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 提取净化

酱油、醋、果汁:吸取 5 g 预先均匀化的试样于 125 mL 分液漏斗中,加入 1 mL 1:1 盐酸酸化,10 mL 饱和氯化钠溶液,摇匀,分别以 75,50,50 mL 乙醚提取三次,每次 2 min,放置片刻,弃去水层,合并乙醚层于 250 mL 分液漏斗中,加 10 mL 饱和氯化钠溶液洗涤一次,再分别以 1 g/100 mL 碳酸氢钠溶液 30,30,30 mL 洗涤三次,弃去水层。用滤纸吸去漏斗颈部水分,塞上脱脂棉,加 10 g 无水硫酸钠于室温放置 30 min,在 KD 浓缩器上浓缩近干,用吹氮除去残留溶剂。用无水乙醇定容至每毫升含 1 mg 对羟基苯甲酸乙酯、丙酯供气相色谱用。

称取 5 g 事先均匀化的果酱试样于 100 mL 具塞试管中,加入 1 mL 1:1 盐酸,10 mL 饱和氯化钠溶液,摇匀,用 50,30,30 mL 乙醚提取三次,每次 2 min,用吸管转移乙醚至 250 mL 分液漏斗中,以下按上法操作。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱:玻璃柱,内径 3 mm,长 2.6 m,内涂以 3% SE-30 固定液的 60 目~80 目 Chromosorb

W AW DMC5,柱温 170℃,进样口 220℃,检测器 220℃。

5.2.2 气流条件:氢气,50 mL/min;氮气,40 mL/min;空气,500 mL/min。

5.3 测定

进样 1 μL 标准系列中各浓度标准使用液于气相色谱中,测定不同浓度对羟基苯甲酸乙酯、丙酯的峰高。以浓度为横坐标,峰高为纵坐标绘制标准曲线。同时进样 1 μL 试样溶液,测定峰高与标准曲线定量比较。

5.4 计算

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中对羟基苯甲酸酯类含量,单位为克每千克(g/kg);

A——测定试样中对羟基苯甲酸酯类质量,单位为微克(μg);

V₁——试样制备液体积,单位为毫升(mL);

V₂——试样进样体积,单位为微升(μL);

m——试样质量,单位为克(g)。