

ICS 67.100.01

C



中华人民共和国食品安全国家标准

GB ××××—××××

代替GB/T 21703—2008

乳与乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定

Determination of benzoic and sorbic acid in milk and dairy products

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准修改采用国际乳业联合会标准 IDF 139:1987《牛乳、乳粉、酸乳及其他发酵乳中苯甲酸和山梨酸的测定》(英文版)。

本标准根据 IDF 139:1987 重新起草,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。

本标准所代替的历次版本发布情况:

——**GB/T 21703-2008**。

乳与乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定

1 范围

本标准规定了乳与乳制品中苯甲酸和山梨酸含量的测定方法。

本标准适用于乳与乳制品中苯甲酸和山梨酸含量的测定。

本方法检出限为 1 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

沉淀去除试样中的脂肪和蛋白质,甲醇稀释,过滤。采用反相液相色谱法分离测定。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

4.3 亚铁氰化钾溶液:92 g/L,称取亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 106 g,用水溶解于 1 000 mL 容量瓶中,定容到刻度后混匀。

4.4 乙酸锌溶液:183 g/L,称取乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 219 g,加入 32 mL 乙酸,用水溶解于 1 000 mL 容量瓶中,定容到刻度后混匀。

4.5 磷酸盐缓冲液:pH=6.7,分别称取 2.5 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 2.5 g 磷酸氢二钾($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)于 1 000 mL 容量瓶中,用水(4.1)定容到刻度后混匀,用滤膜(4.10)过滤后备用。

4.6 氢氧化钠溶液:0.1 mol/L,称量 4 g 氢氧化钠(NaOH),用水(4.1)溶解于 1 000 mL 容量瓶中,定容到刻度后混匀。

4.7 硫酸溶液:0.5 mol/L,移取 30 mL 的浓硫酸(H_2SO_4)到 500 mL 水(4.1)中,边搅拌边缓慢加入,冷却到室温后转移到 1 000 mL 容量瓶,定容到刻度后混匀。

4.8 甲醇水溶液:体积分数为 50%。

4.9 标准溶液

4.9.1 苯甲酸和山梨酸标准贮备溶液:每毫升含苯甲酸、山梨酸各 500 μg 。

准确称取苯甲酸、山梨酸标准物质各 50.0 mg,分别置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.2)溶解,并稀释至刻度。摇匀后,冷藏于冰箱中,有效期 60 d。

4.9.2 苯甲酸和山梨酸的混合标准工作液:每毫升含苯甲酸、山梨酸各 10 μg 。

分别吸取苯甲酸和山梨酸的标准贮备溶液(4.9.1)各 5 mL,至 250 mL 的容量瓶中,用甲醇水溶液(4.8)定容至刻度后混匀。冷藏于冰箱中,有效期 5 d。

4.10 滤膜:0.45 μm 。

5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。
5.2 分析天平:感量 0.000 1 g。
5.3 分析天平:感量 0.01 g。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 液态试样

贮藏在冰箱中的乳与乳制品,应在试验前预先取出,并达室温,准确称量 20 g 样品于 150 mL 锥形瓶中。

6.1.2 固态试样

准确称量 3 g 样品于 150 mL 锥形瓶中,加 10 mL 水(4.1),用玻璃棒搅拌至完全溶解。

6.2 萃取和净化

上述盛有试样(6.1)的锥形瓶中加入 25 mL 氢氧化钠溶液(4.6),混合后置于超声波水浴或 70℃ 水浴中处理 15 min。冷却后,用适量甲醇(4.2)转移至 100 mL 容量瓶中。用硫酸溶液(4.7)将 pH 调节到 8,然后加入 2 mL 亚铁氰化钾溶液(4.3)和 2 mL 乙酸锌溶液(4.4)。剧烈振摇,静置 15 min,混合后冷却到室温,再用甲醇(4.2)定容,静置 15 min,上清液经过滤膜(4.10)过滤。收集滤液作为试样溶液,用于高效液相色谱仪(5.1)测定。

6.3 色谱参考条件

- 6.3.1 色谱柱:C₁₈,250 mm×4.6 mm,5 μm。
6.3.2 流动相:甲醇(4.2)+磷酸盐缓冲溶液(4.5)(1+9)。
6.3.3 流速:1.2 mL/min。
6.3.4 进样量:10 μL。
6.3.5 柱温:室温。
6.3.6 检测波长:227 nm。

6.4 测定

准确吸取各不少于 2 份的 10 μL 试样溶液(6.2)和苯甲酸和山梨酸的混合标准工作液(4.9.2),以色谱峰面积定量。在上述色谱条件下,出峰顺序依次为苯甲酸、山梨酸,标准溶液的液相色谱图参见图 A.1。

7 结果计算

试样中苯甲酸、山梨酸的含量,按式(1)进行计算:

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中苯甲酸、山梨酸含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
A——试样溶液中苯甲酸、山梨酸的峰面积;
c_s——标准溶液的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
V——试样定容的体积,单位为毫升(mL);
A_s——标准溶液中苯甲酸、山梨酸的峰面积;
m——试样质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后 2 位。

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%。

附录 A
(资料性附录)
苯甲酸、山梨酸典型色谱图

高效液相色谱法测定苯甲酸、山梨酸的典型色谱图见图 A.1。

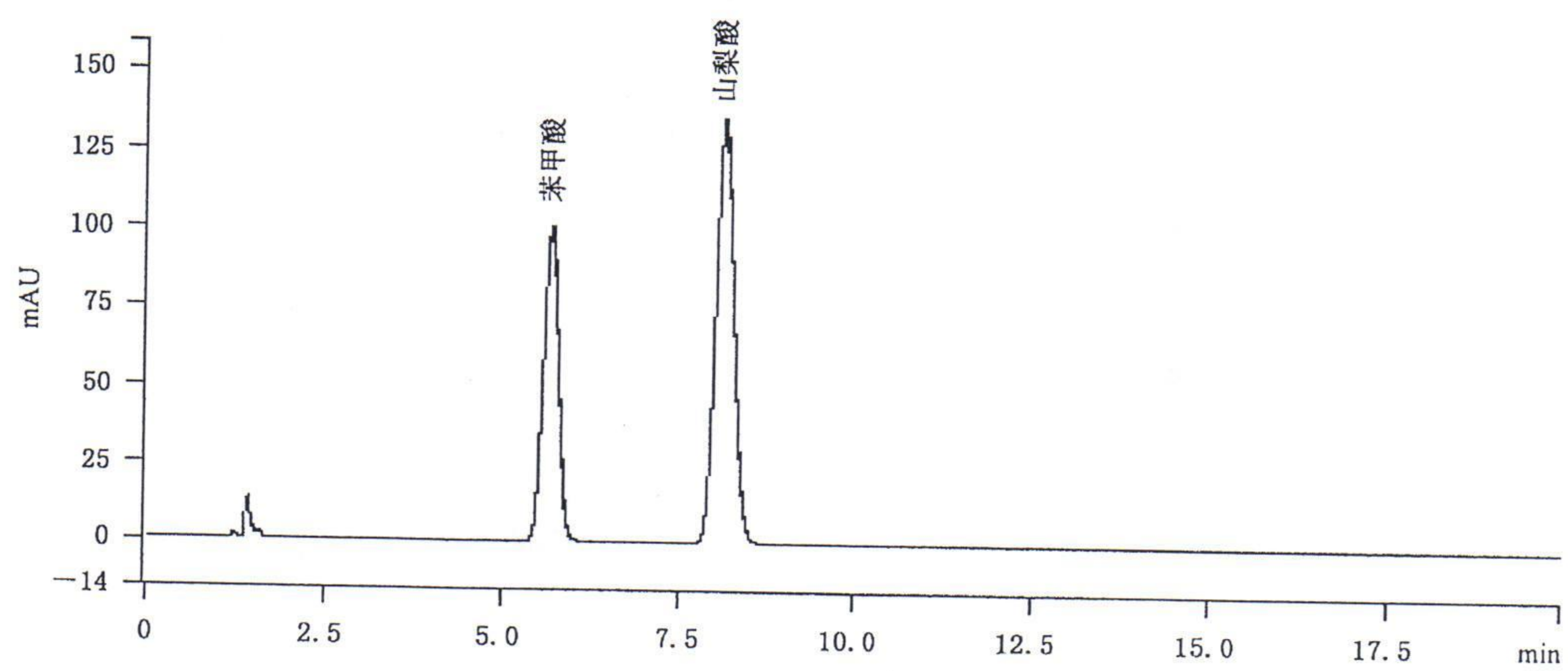


图 A.1 苯甲酸、山梨酸典型色谱图