



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.120—2003
代替 GB/T 14940—1994

食品中丙酸钠、丙酸钙的测定

Determination of sodium propionate and
calcium propionate in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 14940—1994《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定方法》。

本标准与 GB/T 14940—1994 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《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定》；

——按 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。

本标准起草单位：卫生部食品卫生监督检验所、武汉市卫生防疫站、北京市卫生防疫站。

本标准主要起草人：王竹天、宋凤英、高鹤娟、吴凤武、吴国华。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

食品中丙酸钠、丙酸钙的测定

1 范围

本标准规定了酱油、醋、面包和糕点中丙酸钠、丙酸钙的测定方法。

本标准适用于酱油、醋、面包和糕点中丙酸盐的测定。

本方法检出限为面包、糕点 0.05 g/kg, 酱油、醋 0.02 g/kg。

2 原理

试样酸化后, 丙酸盐转化为丙酸, 经水蒸汽蒸馏, 收集后直接进气相色谱, 用氢火焰离子化检测器检测, 与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 磷酸溶液, 取 10 mL 磷酸(85%)加水至 100 mL。

3.2 甲酸溶液: 取 1 mL 甲酸(99%)加水至 50 mL。

3.3 硅油。

3.4 丙酸标准溶液: 标准储备液(10 mg/mL), 准确称取 250 mg 丙酸于 25 mL 容量瓶中, 加水至刻度。标准使用液, 将储备液用水稀释成 10 μ g/mL~250 μ g/mL 的标准系列。

4 仪器

4.1 气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 水蒸气蒸馏装置。

5 分析步骤

5.1 提取

准确称取 30 g 事先均匀化的试样(面包、糕点试样需在室温下风干, 磨碎), 置于 500 mL 蒸馏瓶中, 加入 100 mL 水, 再用 50 mL 水冲洗容器, 转移到蒸馏瓶中, 加 10 mL 磷酸溶液, 2 滴~3 滴硅油, 进行水蒸气蒸馏, 将 250 mL 容量瓶置于冰浴中作为吸收液装置, 待蒸馏约 250 mL 时取出, 在室温下放置 30 min, 加水至刻度, 吸取 10 mL 该溶液于试管中, 加入 0.5 mL 甲酸溶液, 混匀, 供色谱测定用。

5.2 色谱条件

色谱柱: 玻璃柱, 内径 3 mm, 长 1 m, 内装 80 目~100 目 Porapak QS。

仪器条件: 柱温 180℃, 进样口、检测器温度 220℃。

气流条件: 氮气 50 mL/min;

氢气: 50 mL/min;

空气: 500 mL/min。

5.3 测定

取标准系列中各种浓度的标准使用液 10 mL, 加 0.5 mL 甲酸溶液, 混匀。取 5 μ L 进气相色谱, 测定不同浓度丙酸的峰高, 根据浓度和峰高绘制标准曲线。同时进试样溶液, 根据试样的峰高与标准曲线比较定量。

5.4 结果计算

按下式计算：

$$X = \frac{A}{m} \times \frac{250}{1\ 000}$$

式中：

X ——试样中丙酸含量，单位为克每千克(g/kg)；

A ——待测定液中丙酸含量，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

丙酸钠含量 = 丙酸含量 $\times 1.296\ 7$ 。

丙酸钙含量 = 丙酸含量 $\times 1.256\ 9$ 。

计算结果保留两位有效数字。

6 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%。
