



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.121—2003
代替 GB/T 14941—1994

食品中脱氢乙酸的测定

Determination of dehydroacetic acid 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 14941—1994《食品中脱氢乙酸的测定方法》。

本标准与 GB/T 14941—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《食品中脱氢乙酸的测定》;
- 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、四川省卫生防疫站、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。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

食品中脱氢乙酸的测定

1 范围

本标准规定了果汁、腐乳、酱菜的脱氢乙酸测定方法。

本标准适用于果汁、腐乳、酱菜的脱氢乙酸含量测定。

本标准检出限果汁为 2.0 mg/kg, 腐乳、酱菜为 8.0 mg/kg。

2 原理

试样酸化后, 脱氢乙酸用乙醚提取, 浓缩, 用附氢火焰离子化检测器的气相色谱仪进行分离测定, 与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 乙醚: 重蒸。

3.2 丙酮: 重蒸。

3.3 无水硫酸钠。

3.4 饱和氯化钠溶液。

3.5 10 g/L 碳酸氢钠溶液。

3.6 10% (体积分数) 硫酸。

3.7 脱氢乙酸标准溶液: 精密称取脱氢乙酸标准品 50 mg, 加丙酮溶于 50 mL 容量瓶中, 用丙酮分别稀释至每毫升相当于 100, 200, 300, 400, 500, 800 μg 脱氢乙酸。

4 仪器

4.1 气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器。

4.2 K-D 浓缩器。

5 分析步骤

5.1 提取

果汁: 称取 20 g 事先均匀化的试样于 250 mL 分液漏斗中, 加 10 mL 饱和氯化钠溶液, 1 mL 硫酸酸化, 摇匀, 分别以 50, 30, 30 mL 乙醚提取三次, 每次 2 min。弃去水层, 合并乙醚层于另一 250 mL 分液漏斗中, 以 10 mL 饱和氯化钠溶液洗涤一次, 弃去水层, 用滤纸去除漏斗颈部水分, 塞上脱脂棉, 加 10 g 无水硫酸钠, 室温下放置 30 min。在 50℃ 水浴 K-D 浓缩器上浓缩至近干, 吹氮气除去残留溶剂, 用丙酮定容后供色谱测定。

腐乳、酱菜: 称取 5 g 事先均匀的试样于 100 mL 具塞试管中, 加 10 mL 饱和氯化钠溶液, 用硫酸调节成酸性, 用 50, 30, 30 mL 乙醚提取三次 (腐乳提取时不要剧烈振荡以防乳化), 用吸管转移乙醚于 250 mL 分液漏斗中, 用 10 mL 饱和氯化钠溶液洗涤一次, 弃去水层, 用 50, 50 mL 碳酸氢钠溶液提取两次, 每次 2 min。水层转移至另一分液漏斗, 用硫酸调节成酸性, 加入氯化钠至饱和, 用 50, 30, 30 mL 乙醚提取三次, 合并乙醚层于 250 mL 分液漏斗中, 用滤纸去除漏斗颈部水分, 塞上脱脂棉, 加 10 g 无水硫酸钠, 室温下放置 30 min, 在 50℃ 水浴 K-D 浓缩器上浓缩至近干, 吹氮除去残留溶剂, 用丙酮定容后供色谱测定。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱:玻璃柱,内径 3 mm,长 2.0 m 内涂 5%DEGS+1%磷酸(H_3PO_4)固定液的 60 目~80 目Chromosorb W AW DMCS。

柱温:165℃,进样口、检测器温度 220℃。

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

5.3 测定

进样 2 μL 标准系列中各浓度标准使用液于色谱仪中,测定不同浓度脱氢乙酸的峰高,以浓度为横坐标,峰高为纵坐标绘制标准曲线。同时进样 2 μL 试样溶液,测定峰高与标准曲线比较定量。

5.4 结果计算

按下式计算:

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

式中:

X——试样中脱氢乙酸含量,单位为克每千克(g/kg);

A——待测试样中脱氢乙酸含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V——待测试样定容后体积,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。

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%。
