

DB37

山东省地方标准

DB37/T 1100—2008

食品中对羟基苯甲酸酯类的测定

高效液相色谱法

Determination of p-hydroxybenzoic acid esters in foods

by high performance liquid chromatography

2008-01-08 发布

2009-03-01 实施

山东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由山东省质量技术监督局提出。

本标准由山东食品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省产品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人：祝建华、王骏、张卉、杨颖。

食品中对羟基苯甲酸酯类的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定食品中对羟基苯甲酸酯类的方法。

本标准适用于酱油、醋、果酱、糕点、及饮料等食品中对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丙酯、对羟基苯甲酸丁酯的测定。

本标准检出限：各组分均为 1mg/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

3 原理

试样用甲醇超声波提取，取上清液过滤，以高效液相色谱分离，二极管阵列检测器检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇（色谱纯）。

4.2 乙酸铵。

4.3 对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丙酯和对羟基苯甲酸丁酯的标准储备溶液：浓度均为 1mg/mL。配制成各组分浓度均为 200 μ g/mL 的混合标准储备溶液，此溶液于 4℃ 冰箱中可储存 1 个月。

4.4 标准工作溶液：将混合标准溶液用甲醇依次稀释成 1.0 μ g/mL、10.0 μ g/mL、25.0 μ g/mL、50.0 μ g/mL、100.0 μ g/mL 的系列标准溶液。使用前配制。

4.5 微孔滤膜：有机相，0.2 μ m。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：具二极管阵列检测器；

5.2 涡旋混合器；

5.3 超声波清洗器。

6 分析步骤

6.1 试样的处理

称取 5 g（精确至 0.01g）试样于 25mL 比色管中，加入 15mL 甲醇，混匀，漩涡混合 2min，超声波提取 10min，冷至室温后用甲醇定容至 25mL 刻度线，摇匀。静置分层，取上清液经微孔滤膜（4.5）过

滤后备用。

6.2 液相色谱操作条件

色谱柱：C18 柱，250×4.6mm(i, d)，5μm，或性能相当者；

流动相：甲醇+20mmol/L 乙酸铵溶液= 60+40（体积比）；

流速：1.0mL/min；

柱温：35℃；

进样体积：10μL。

检测波长扫描范围：210nm~400nm，定量波长 256nm。

6.3 测定步骤

将标准工作溶液（4.4）按照浓度由低到高的顺序进样测定，以各组分峰面积对其浓度绘制标准曲线。试样溶液进样后，以各组分在 256nm 波长下色谱图中的保留时间和相应的光谱图定性，标准曲线定量。

6.4 计算

按下式计算试样中各组分的含量：

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

式中：

X —— 试样中某组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C —— 由标准曲线得到的试样溶液中某组分的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

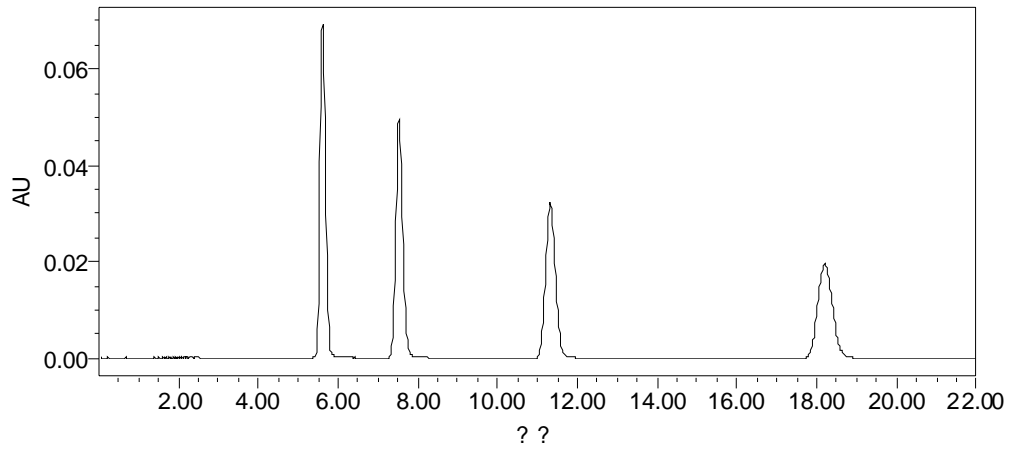
V —— 试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样质量，单位为克（g）。

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%。

附录 A
(资料性附录)
四种对羟基苯甲酸酯标样的色谱图



图A.1 四种对羟基苯甲酸酯标样的色谱图