

# 中华人民共和国国家标准

GB 11672—89

## 食品中对羟基苯甲酸酯类的测定方法

Method for determination of p-hydroxybenzoic acid esters in foods

### 1 主题内容与适用范围

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

样品酸化后，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，与标准系列比较定量。

### 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。

**5.1** 乙醚，重蒸。

**3.2** 无水乙醇。

**3.5** 无水硫酸钠。

**3.4** 饱和氯化钠溶液。

**3.5** 1g/100mL 碳酸氢钠溶液。

**3.6** 1: 1 盐酸：量取 50mL 盐酸，用水稀释至 100mL。

**5.7** 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 0.050g，溶于 50mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，该溶液每毫升相当于 1mg 对羟基苯甲酸乙酯、丙酯。

**5.8** 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 $\mu$ g 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 操作方法

### 5.1 提取净化

酱油、醋、果汁吸取 5g 预先均匀化的样品于 125mL 分液漏斗中，加入 1mL1:1 盐酸酸化，10mL 饱和氯化钠溶液，摇匀，分别以 75，50，50mL 乙醚提取三次，每次 2min，放置片刻，弃去水层，合并乙醚层于 250mL 分液漏斗中，加 10mL 饱和氯化钠溶液洗涤一次，再分别以 19/100mL 碳酸氢钠溶液 30，30，30mL 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 10g 无水硫酸钠于室温放置 30min，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 毫克对羟基苯甲酸乙酯、丙酯供气相色谱用。

果酱称取 5g 事先均匀化的样品于 100mL 具塞试管中，加入 1mL1:1 盐酸，10mL 饱和氯化钠溶液，摇匀，用 50，30，30mL 乙醚提取三次，每次 2min，用吸管转移乙醚至 250mL 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 3mm，长 2.6m 内涂以 3%SE-30 固定液的 60-80 目 Chromosorb WAW DMCS、柱温 170℃，进样口 220℃，检测器 220℃。

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

### 5.5 测定

进样 1μL 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 1μL 样品溶液，测定峰高与标准曲线定量比较。

### 5.4 计算

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

式中：X——样品中对羟基苯甲酸酯类含量，g/kg；

A——测定样品中对羟基苯甲酸酯类含量，μg；

V<sub>1</sub>——样品制备液体积，mL；

V<sub>2</sub>——样品进样体积，μL；

m——样品质量，g。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部卫生监督司提出。

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。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。