



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23495—2009

## 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法

Determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in foods—  
High performance liquid chromatography method

2009-04-27 发布

2009-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国标准化研究院提出并归口。

本标准起草单位：重庆市计量质量检测研究院、山西省食品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：陈世奇、巩强、赵博、冯晓斌、李根容、吴锐、何军、龚迎昆、弓耀忠、屠大伟。

## 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量的测定。

本标准的检出限:对于固态食品,苯甲酸、山梨酸、糖精钠的检出限分别为 1.8 mg/kg、1.2 mg/kg、3.0 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成为本标准的条文。凡是注明日期的引用文件,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—2008,ISO 3696:1987,MOD)

### 3 原理

不同样品经提取后,将提取液过滤,经反相高效液相色谱分离测定,根据保留时间定性,外标峰面积定量。

### 4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水符合 GB/T 6682 要求。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙酸铵溶液:称取 1.54 g 乙酸铵,加水溶解并稀释至 1 000 mL,经微孔滤膜(4.10)过滤。

4.3 亚铁氰化钾溶液:称取 106 g 亚铁氰化钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ 加水至 1 000 mL。

4.4 乙酸锌溶液:称取 220 g 乙酸锌 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ 溶于少量水中,加入 30 mL 冰乙酸,加水稀释至 1 000 mL。

4.5 氨水(1+1):氨水与水等体积混合。

4.6 正己烷。

4.7 pH4.4 乙酸盐缓冲溶液:

a) 乙酸钠溶液:称取 6.80 g 乙酸钠 $(CH_3COONa \cdot 3H_2O)$ ,用水溶解后定容至 1 000 mL。

b) 乙酸溶液:取 4.3 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL。

将上述两种溶液按体积比 37:63 混合,即得 pH4.4 乙酸盐缓冲溶液。

4.8 pH7.2 磷酸盐缓冲溶液:

a) 称取 23.88 g 磷酸氢二钠 $(Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O)$ ,用水溶解后定容至 1 000 mL。

b) 称取 9.07 g 磷酸二氢钾 $(KH_2PO_4)$ ,用水溶解后定容至 1 000 mL。

将上述两种磷酸盐溶液按体积比 7:3 混合,即得 pH7.2 磷酸盐缓冲溶液。

4.9 标准溶液的配制:

a) 苯甲酸标准储备液:准确称取 0.236 0 g 苯甲酸钠,加水溶解并定容至 200 mL。此溶液每毫升相当于含苯甲酸 1.00 mg。

- b) 山梨酸标准储备液:准确称取 0.268 0 g 山梨酸钾,加水溶解并定容至 200 mL。此溶液每毫升相当于含山梨酸 1.00 mg。
- c) 糖精钠标准储备液:准确称取 0.170 2 g 糖精钠( $C_6H_4CONaSO_2$ )(120 °C 烘干 4 h),加水溶解并定容至 200 mL。此溶液中糖精钠的含量为 1.00 mg/mL。
- d) 混合标准使用液:分别准确吸取不同体积苯甲酸、山梨酸和糖精钠标准储备溶液,将其稀释成苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量分别为 0.000 mg/mL、0.020 mg/mL、0.040 mg/mL、0.080 mg/mL、0.160 mg/mL、0.320 mg/mL 的混合标准使用液。

4.10 微孔滤膜:0.45  $\mu$ m,水相。

## 5 仪器与设备

- 5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。
- 5.2 离心机:转速不低于 4 000 r/min。
- 5.3 超声波水浴振荡器。
- 5.4 食品粉碎机。
- 5.5 旋涡混合器。
- 5.6 pH 计。
- 5.7 天平:分度值为 0.01 g 和 0.1 mg。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品处理

#### 6.1.1 液体样品

6.1.1.1 碳酸饮料、果酒、葡萄酒等液体样品:称取 10 g 样品(精确至 0.001 g)(如含有乙醇需水浴加热除去乙醇后再用水定容至原体积)于 25 mL 容量瓶中,用氨水(1+1)(4.5)调节 pH 至近中性,用水定容至刻度,混匀,经微孔滤膜(4.10)过滤,滤液待上机分析。

6.1.1.2 乳饮料、植物蛋白饮料等含蛋白质较多的样品:称取 10 g 样品(精确至 0.001 g)于 25 mL 容量瓶中,加入 2 mL 亚铁氰化钾溶液(4.3),摇匀,再加入 2 mL 乙酸锌溶液(4.4)摇匀,以沉淀蛋白质,加水定容至刻度,4 000 r/min 离心 10 min,取上清液,经微孔滤膜过滤,滤液待上机分析。

#### 6.1.2 半固体样品

6.1.2.1 含有胶基的果冻样品:称取 0.5 g~1 g 样品(精确至 0.001 g),加水适量,转移至 25 mL 容量瓶中,再加水至约 20 mL,置 60 °C~70 °C 水浴中加热片刻,加塞,剧烈振摇使其分散均匀后,加氨水(1+1)(4.5)调节 pH 至近中性,加塞,剧烈振摇,使样品在水中分散均匀,置 60 °C~70 °C 水浴锅中加热 30 min,取出后趁热超声 5 min,冷却后用水定容至刻度,用微孔滤膜(4.10)过滤,滤液待上机分析。

6.1.2.2 油脂、奶油类样品:称取 2 g~3 g 样品(精确至 0.001 g)于 50 mL 具塞离心管中,加入 10 mL 正己烷(4.6),用旋涡混合器使其充分溶解,4 000 r/min 离心 3 min,吸出正己烷提取液转移至 250 mL 分液漏斗中,再向 50 mL 具塞离心管中加入 10 mL 正己烷重复上述步骤,合并正己烷提取液于 250 mL 分液漏斗中。于分液漏斗中加入 20 mL pH4.4 乙酸盐缓冲溶液(4.7)加塞后剧烈振摇分液漏斗约 30 s,静置分层后,将水层转移至 50 mL 容量瓶中,再加入 20 mL pH4.4 乙酸盐缓冲溶液,重复上述步骤,合并水层并用乙酸盐缓冲溶液定容至刻度,经微孔滤膜(4.10)过滤,滤液待上机分析。

#### 6.1.3 固体样品

6.1.3.1 肉制品、饼干、糕点:称取粉碎均匀样品 2 g~3 g(精确至 0.001 g)于小烧杯中,用 20 mL 水分数次清洗小烧杯将样品移入 25 mL 容量瓶中,超声振荡提取 5 min,取出后加 2 mL 亚铁氰化钾溶液(4.3),摇匀,再加入 2 mL 乙酸锌溶液(4.4),摇匀,用水定容至刻度。移入离心管中,4 000 r/min 离心 5 min,吸出上清液,用微孔滤膜(4.10)过滤,滤液待上机分析。

6.1.3.2 油脂含量高的火锅底料、调料等样品:称取样品 2 g~3 g(精确至 0.001 g)于 50 mL 具塞离心管中,加入 10 mL 磷酸盐缓冲液(4.8),用旋涡混合器充分混合,然后于 4 000 r/min 离心 5 min,小心吸出水层转移到 25 mL 容量瓶中,再加入 10 mL 磷酸盐缓冲液于具塞离心管中,重复上述步骤,合并两次水层液,用磷酸盐缓冲液定容至刻度,混匀,用微孔滤膜(4.10)过滤,滤液待上机分析。

6.1.3.3 凝胶糖果、胶基糖果:按半固体样品 6.1.2.1 含有胶基的果冻样品处理。

## 6.2 色谱条件

- a) 色谱柱:  $C_{18}$  柱, 250 mm×4.6 mm, 5  $\mu$ m, 或性能相当者;
- b) 流动相: 甲醇(4.1)+乙酸铵溶液(4.2)(5+95);
- c) 流速: 1 mL/min;
- d) 检测波长: 230 nm;
- e) 进样量: 10  $\mu$ L。

## 6.3 测定

取处理液和混合标准使用液各 10  $\mu$ L 注入高效液相色谱仪进行分离,以其标准溶液峰的保留时间为依据定性,以其峰面积求出样液中被测物质含量,供计算(苯甲酸、山梨酸和糖精钠同时测定的谱图参见附录 A)。

## 7 结果计算

样品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——样品中待测组分含量,单位为克每千克(g/kg);

$c$ ——由标准曲线得出的样液中待测物的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V$ ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

## 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、山梨酸和糖精钠的高效液相色谱图

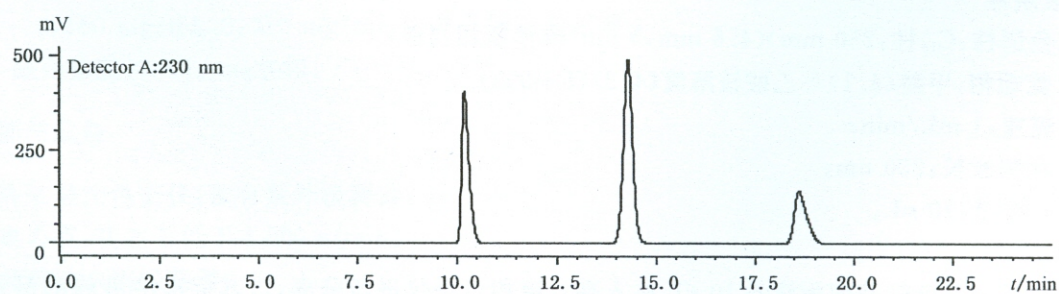


图 A.1 苯甲酸、山梨酸和糖精钠的高效液相色谱图



GB/T 23495-2009

版权专有 侵权必究

\*

书号: 155066 · 1-37624

定价: 14.00 元