

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1723—2009

食品中富马酸二甲酯的测定 高效液相色谱法

Determination of dimethyl fumarate in food—High-performance liquid chromatography method

2009-04-23 发布

2009-05-20 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准中附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国畜牧业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：农业部食品质量监督检验测试中心(上海)。

本标准主要起草人：孟瑾、韩惠雯、韩奕奕、黄菲菲、何亚斌、陈美莲。

食品中富马酸二甲酯的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定食品中富马酸二甲酯含量的方法。

本标准适用于乳与乳制品、肉制品、饮料、糕点、蜜饯、酱腌菜等食品中富马酸二甲酯含量的测定。

本标准的检出限为 0.05 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

用氨水甲醇溶液提取样品中的富马酸二甲酯，定容过滤后，滤液中的富马酸二甲酯经高效液相色谱柱分离，以紫外检测器于 220 nm 处检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定，以下试剂均使用分析纯。实验室用水符合 GB/T 6682 规定的一级水要求。

4.1 甲醇(CH₃OH):色谱纯。

4.2 氨水甲醇溶液(1+20):甲醇(4.1)和氨水(NH₃·H₂O,25%)以体积比 20:1 混合。

4.3 盐酸溶液(1+1):盐酸(HCl,36%)和水等体积混合。

4.4 乙酸溶液(1+1):乙酸(CH₃COOH,36%)和水等体积混合。

4.5 缓冲溶液:准确称取 2.46 g 乙酸钠(CH₃COONa)和 2.60 g 溴化四丁基铵(C₁₆H₃₆BrN),用适量水溶解,乙酸溶液(4.4)调节 pH 至 6.0,定容至 1 000 mL。

4.6 标准溶液

4.6.1 富马酸二甲酯(C₆H₈O₄)标准物质:质量分数≥97.0%。

4.6.2 标准贮备液:1.00 mg/mL

精确称取富马酸二甲酯标准物质(4.6.1)0.100 0 g,用甲醇(4.1)充分溶解,并稀释定容至 100 mL,摇匀,贮存于 0℃~4℃冰箱中。该溶液每毫升含富马酸二甲酯标准物质 1.00 mg,有效期 90 d。

4.6.3 标准工作液:10.0 μg/mL

准确吸取 1.00 mL 标准贮备液(4.6.2)至 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1)定容,摇匀,贮存于 0℃~4℃冰箱中。该溶液每毫升含富马酸二甲酯标准物质 10.0 μg,有效期 14 d。

4.7 定量滤纸:中速,直径约 15 cm。

4.8 滤膜:有机相,0.45 μm。

5 仪器设备

常用实验室仪器及以下各项。

- 5.1 分析天平,感量 0.000 1 g 和感量 0.01 g。
- 5.2 高效液相色谱仪,配有紫外检测器。
- 5.3 超声波水浴。
- 5.4 酸度计。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 液态试样

准确称取 2 g~5 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于 50 mL 烧杯中,待测。

6.1.2 固态试样

含水样品匀浆、干样品粉碎后,准确称取约 2 g,精确至 0.000 1 g,置于 50 mL 烧杯中,待测。

6.2 提取和净化

6.2.1 试样(6.1)中加入 10 mL 氨水甲醇溶液(4.2),混合后置于超声波水浴中处理 15 min。冷却至室温,用盐酸溶液(4.3)调节 pH 至 6.0。

6.2.2 转移试样溶液(6.2.1)至 25 mL 容量瓶中,用 10 mL 水分次淋洗,使完全转移,并用水定容,混匀。滤纸(4.7)过滤,收集滤液用滤膜(4.8)过滤,试液用于高效液相色谱仪(5.2)测定。

6.3 液相色谱分析

6.3.1 参考色谱条件

色谱柱: C_{18} , 5 μ m, 25 cm \times 4.6 mm(i. d.), 或性能相当者。

流动相: 甲醇(4.1) + 缓冲溶液(4.5) (55+45, V/V)。

流速: 1.0 mL/min。

检测波长: 220 nm。

柱温: 25℃。

进样体积: 10 μ L。

6.3.2 测定

准确吸取标准工作液(4.6.3)和试液(6.2),分别进样,得到标准工作液和试液中富马酸二甲酯的峰面积,外标法定量。典型色谱图参见附录 A。

同时做空白实验。

7 结果计算

试样中富马酸二甲酯的含量以质量分数 X 表示,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{A_s}{A_{std}} \times C_{std} \times \frac{V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_s ——试样溶液中富马酸二甲酯的峰面积;

A_{std} ——标准工作液中富马酸二甲酯的峰面积;

C_{std} ——标准工作液中富马酸二甲酯的浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的称样量,单位为克(g)。

计算结果用平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的

10%。

在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)

高效液相色谱法测定富马酸二甲酯标准溶液典型色谱图

