

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.120—2003
代替 GB/T 14940—1994

食品中丙酸钠、丙酸钙的测定

Determination of sodium propionate and
calcium propionate 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 14940—1994《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定方法》。

本标准与 GB/T 14940—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《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定》；
- 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、武汉市卫生防疫站、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、吴凤武、吴国华。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

食品中丙酸钠、丙酸钙的测定

1 范围

本标准规定了酱油、醋、面包和糕点中丙酸钠、丙酸钙的测定方法。

本标准适用于酱油、醋、面包和糕点中丙酸盐的测定。

本方法检出限为面包、糕点 0.05 g/kg, 酱油、醋 0.02 g/kg。

2 原理

试样酸化后, 丙酸盐转化为丙酸, 经水蒸汽蒸馏, 收集后直接进气相色谱, 用氢火焰离子化检测器检测, 与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 磷酸溶液, 取 10 mL 磷酸(85%)加水至 100 mL。

3.2 甲酸溶液: 取 1 mL 甲酸(99%)加水至 50 mL。

3.3 硅油。

3.4 丙酸标准溶液: 标准储备液(10 mg/mL), 准确称取 250 mg 丙酸于 25 mL 容量瓶中, 加水至刻度。标准使用液, 将储备液用水稀释成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~250 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列。

4 仪器

4.1 气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 水蒸气蒸馏装置。

5 分析步骤

5.1 提取

准确称取 30 g 事先均匀化的试样(面包、糕点试样需在室温下风干, 磨碎), 置于 500 mL 蒸馏瓶中, 加入 100 mL 水, 再用 50 mL 水冲洗容器, 转移到蒸馏瓶中, 加 10 mL 磷酸溶液, 2 滴~3 滴硅油, 进行水蒸气蒸馏, 将 250 mL 容量瓶置于冰浴中作为吸收液装置, 待蒸馏约 250 mL 时取出, 在室温下放置 30 min, 加水至刻度, 吸取 10 mL 该溶液于试管中, 加入 0.5 mL 甲酸溶液, 混匀, 供色谱测定用。

5.2 色谱条件

色谱柱: 玻璃柱, 内径 3 mm, 长 1 m, 内装 80 目~100 目 Porapak QS。

仪器条件: 柱温 180 $^{\circ}\text{C}$, 进样口、检测器温度 220 $^{\circ}\text{C}$ 。

气流条件: 氮气 50 mL/min;

氢气: 50 mL/min;

空气: 500 mL/min。

5.3 测定

取标准系列中各种浓度的标准使用液 10 mL, 加 0.5 mL 甲酸溶液, 混匀。取 5 μL 进气相色谱, 测定不同浓度丙酸的峰高, 根据浓度和峰高绘制标准曲线。同时进试样溶液, 根据试样的峰高与标准曲线比较定量。