

ICS 67.160
X 66
备案号: 20182—2007

SB

中华人民共和国国内贸易行业标准

SB/T 10417—2007

酱油中乙酰丙酸的测定方法

Method for determination of β -acetylpropionic acid in soy sauce

2007-01-25 发布

2007-07-01 实施

中华人民共和国商务部 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 内标法	1
2.1 原理	1
2.2 试剂和溶液	1
2.3 仪器和设备	1
2.4 分析步骤	1
3 外标法	3
3.1 原理	3
3.2 试剂	3
3.3 仪器和设备	3
3.4 分析步骤	3

前 言

本标准是为了配合国家、行业出台的一系列酱油新标准,即:GB 18186—2000《酿造酱油》、SB 10336—2000《配制酱油》、SB 10338—2000《酸水解植物蛋白调味液》的实施而制定的。

本标准由中国调味品协会提出。

本标准由中华人民共和国商务部归口。

本标准起草单位:北京市食品酿造研究所、广东佛山海天调味食品有限公司。

本标准主要起草人:吴鸣、钟佛生、黄文彪、车有荣、邓嫣容、石欲容、潘淑芬、杨桂菊。

酱油中乙酰丙酸的测定方法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定酱油中乙酰丙酸的方法。

本标准适用于酱油中乙酰丙酸的测定。

本标准方法的检出限：0.010 g/kg。

2 内标法

2.1 原理

样品经酸化后,用乙醚提取乙酰丙酸,以正庚酸作内标物质,用具有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪进行测定,以内标法进行定量。

2.2 试剂和溶液

除非另有规定,仅使用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。

2.2.1 无水硫酸钠:650℃下灼烧4 h,贮于密闭容器中备用。

2.2.2 无水乙醚。

2.2.3 浓盐酸。

2.2.4 饱和氯化钠。

2.2.5 标准品正庚酸:色谱纯,纯度 $\geq 99.5\%$ 。

2.2.6 标准品乙酰丙酸:色谱纯,纯度 $> 98\%$ 。

2.2.7 正庚酸标准溶液:称取0.50 g正庚酸标准品(精确至0.000 1 g)(2.2.5),用乙酸乙酯定容至100 mL。此标准溶液的浓度为0.005 0 g/mL。

2.2.8 乙酰丙酸标准溶液:称取0.50 g乙酰丙酸标准品(精确至0.000 1 g)(2.2.6),用乙酸乙酯定容至100 mL。此标准溶液的浓度为0.005 0 g/mL。

2.2.9 标准系列溶液:分别准确吸取乙酰丙酸标准溶液(2.2.8)0.05 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL于6个10 mL容量瓶中,各加入1.0 mL正庚酸标准溶液(2.2.7),用乙酸乙酯定容,即得标准系列溶液,相当于每毫升含25 μg 、50 μg 、250 μg 、500 μg 、750 μg 、1 000 μg 的乙酰丙酸。

2.3 仪器和设备

实验室常规仪器、设备及下列各项:

2.3.1 100 mL具塞试管。

2.3.2 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

2.3.3 色谱柱:石英弹性毛细管柱,柱长30 m,内径0.25 mm,涂膜厚度0.5 μm ;固定液:Carbowax 20M。或与此相当的色谱柱。

2.3.4 250 mL圆底烧瓶。

2.3.5 浓缩设备(水浴、旋转蒸发仪或氮吹仪)。

2.4 分析步骤

2.4.1 样品提取

准确称取5.0 g试样(精确至0.000 1 g)于100 mL具塞试管(2.3.1)中,加入10 mL饱和氯化钠溶液、1.0 mL正庚酸标准溶液(2.2.7)、浓盐酸3.0 mL(2.2.3),充分震荡1 min后,加入50.0 mL无水乙醚,震荡萃取3 min~5 min,静置约10 min~15 min。待分层后,吸取上层乙醚萃取液于250 mL圆底烧瓶(2.3.4)中,再重复萃取两次,合并乙醚萃取液,用10 mL饱和氯化钠溶液洗涤两次,弃去下层。乙醚层过过量无水硫酸钠脱水,在45℃左右浓缩至近干,残液用乙酸乙酯定容至10 mL,即可上机。