



中华人民共和国国家标准

GB 5009.140—2023

食品安全国家标准 食品中乙酰磺胺酸钾的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.140—2003《饮料中乙酰磺胺酸钾的测定》。

本标准与 GB/T 5009.140—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中乙酰磺胺酸钾的测定”;
- 扩大了方法的适用范围;
- 修改了样品前处理方法和仪器参考条件;
- 增加了方法的检出限和定量限;
- 删除了糖精钠测定的相关内容。

食品安全国家标准

食品中乙酰磺胺酸钾的测定

1 范围

本标准规定了食品中乙酰磺胺酸钾的测定方法。

本标准适用于乳及乳制品、冷冻饮品、水果制品、蔬菜制品、食用菌和藻类、豆类制品、坚果与籽类、糖果、粮食制品、焙烤食品、调味品、饮料、酒类、果冻中乙酰磺胺酸钾的测定。

2 原理

试样中乙酰磺胺酸钾经水提取,针对不同样品类型采用亚铁氰化钾/乙酸锌溶液沉淀蛋白处理或中性氧化铝固相萃取柱净化,用水定容后经微孔滤膜过滤,经液相色谱分离,紫外检测器或二极管阵列检测器检测,保留时间定性,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的实验室一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 甲醇(CH₃OH):色谱纯。
- 3.1.2 乙腈(CH₃CN):色谱纯。
- 3.1.3 亚铁氰化钾[K₄Fe(CN)₆·3H₂O]。
- 3.1.4 乙酸锌[Zn(CH₃COO)₂·2H₂O]。
- 3.1.5 硫酸铵[(NH₄)₂SO₄]。
- 3.1.6 冰乙酸(CH₃COOH)。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 亚铁氰化钾溶液(92 g/L):称取亚铁氰化钾 106 g,加水溶解,定容至 1 000 mL。
- 3.2.2 乙酸锌溶液(183 g/L):称取乙酸锌 219 g,溶于少量水中,加入冰乙酸 32 mL,用水定容至 1 000 mL。
- 3.2.3 硫酸铵溶液(0.02 mol/L):称取硫酸铵 2.64 g,加水溶解,定容至 1 000 mL。
- 3.2.4 洗脱液:将甲醇、乙腈和硫酸铵溶液按 5 : 10 : 85 的体积比混合均匀,得到甲醇-乙腈-硫酸铵溶液(5+10+85),为洗脱液。

3.3 标准品

乙酰磺胺酸钾标准品(C₄H₄KNO₄S,CAS 号 55589-62-3),纯度>99.0%,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 乙酰磺胺酸钾标准储备液(1 000 mg/L):准确称取乙酰磺胺酸钾标准品 100 mg(精确至 0.1 mg),用水溶解并定容至 100 mL,混匀。置于 0 °C ~ 4 °C 保存,有效期为 6 个月。

3.4.2 标准中间液(100 mg/L):吸取乙酰磺胺酸钾标准储备液(1 000 mg/L)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释并定容至刻度,混匀。临用现配。

3.4.3 标准系列工作液:分别吸取适量浓度为 100 mg/L 的乙酰磺胺酸钾标准工作液,用水稀释并定容,配制成乙酰磺胺酸钾浓度分别为 0.200 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100 mg/L 的标准系列工作液。临用现配。

3.5 材料

3.5.1 中性氧化铝固相萃取柱(6 mL,500 mg),使用前用 10 mL 乙腈活化,再用 10 mL 水平衡。

3.5.2 水相微孔滤膜:0.45 μm。

3.5.3 塑料离心管:50 mL。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

4.2 电子天平:感量分别为 0.1 mg 和 1 mg。

4.3 高速离心机:转速 \geq 10 000 r/min。

4.4 食物粉碎机。

4.5 涡旋混合器。

4.6 恒温水浴锅。

4.7 超声波发生器。

4.8 固相萃取装置。

4.9 匀浆机。

5 分析步骤

5.1 试样制备

均匀性液态样品直接混匀,含气试样使用前转入烧杯中于 50 °C 水浴 10 min 除气或超声 5 min 除气;非均匀的液态、半固态样品用组织匀浆机匀浆;固体样品用食物粉碎机充分粉碎并搅拌均匀。试样处理后取其中的 200 g 储于洁净的塑料瓶中,并标明标记,于室温下或按样品标示的保存条件下保存备用。

5.2 样品处理

5.2.1 饮料(除蛋白饮料外)、水果制品、蔬菜制品

称取约 5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 离心管中,加水 20 mL,涡旋混匀,超声 20 min,10 000 r/min 离心 5 min,上清液转移至 50 mL 容量瓶中。再向离心管中加水 20 mL,混匀后超声 5 min 并离心。合并上清液,用水定容至刻度,混匀。取 5.00 mL 提取液加至活化后的中性氧化铝固相萃取柱中,收集流出液。分别用 2 mL 洗脱液洗涤固相萃取柱 2 次,收集流出液,合并 3 次流出液,并用洗脱液定容至 10 mL,混匀。经 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,待进行液相色谱测定。

5.2.2 其他试样

称取 5 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 离心管中,加水 20 mL,涡旋混匀,超声 20 min。分别加入亚铁氰化钾溶液(92 g/L)、乙酸锌溶液(183 g/L)各 1 mL,混匀,10 000 r/min 离心 5 min,上清液转移至 50 mL 容量瓶中。再向离心管中加入 20 mL 水,混匀后超声提取 5 min 并离心。合并上清液,用水定容至刻度,混匀,经 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,待测。

注:胶基糖果、果冻试样提取时可于 70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热溶解。胶基糖果、果冻以及配制酒等测定时可以不加蛋白沉淀剂。

5.3 仪器参考条件

5.3.1 色谱柱: C_{18} 柱(柱长 250 mm、内径 4.6 mm、粒径 5 μm),或性能相当的色谱柱。

5.3.2 流动相:A 相为硫酸铵溶液(0.02 mol/L),B 相为甲醇+乙腈(体积比 1:2)。梯度洗脱,梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间 min	A 相 %	B 相 %
0	85	15
6	85	15
6.1	10	90
15	10	90
15.1	85	15
20	85	15

5.3.3 流速:1.0 mL/min。

5.3.4 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.5 检测波长:227 nm。

5.3.6 进样量:10 μL 。

5.4 标准曲线的制作

将标准系列工作液按浓度由低到高依次注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积,以标准工作液中乙酰磺胺酸钾的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。乙酰磺胺酸钾标准溶液的液相色谱图参见附录 A 中图 A.1。

5.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中,以保留时间定性,测得峰面积,根据标准曲线得到试样溶液中乙酰磺胺酸钾的浓度。超过线性范围的则应稀释后重新进样分析。试样中目标化合物色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较,变化范围应在 $\pm 2.5\%$ 之内,必要时可采用二极管阵列检测器定性。

6 分析结果的表述

试样中乙酰磺胺酸钾的含量按式(1)计算。

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

式中

- X —— 试样中乙酰磺胺酸钾的含量,单位为克每千克(g/kg);
 - ρ —— 试样溶液中乙酰磺胺酸钾的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 - V —— 试样提取液的定容体积,单位为毫升(mL);
 - f —— 稀释倍数;
 - m —— 试样的取样量,单位为克(g);
 - 1 000—— 换算因子。
- 计算结果保留 3 位有效数字。

7 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%。

8 其他

取样量 5 g,定容体积 50 mL 时,乙酰磺胺酸钾的检出限为 0.000 6 g/kg,定量限为 0.002 g/kg。

附录 A

乙酰磺胺酸钾标准溶液的液相色谱图

乙酰磺胺酸钾标准溶液的液相色谱图见 A.1。

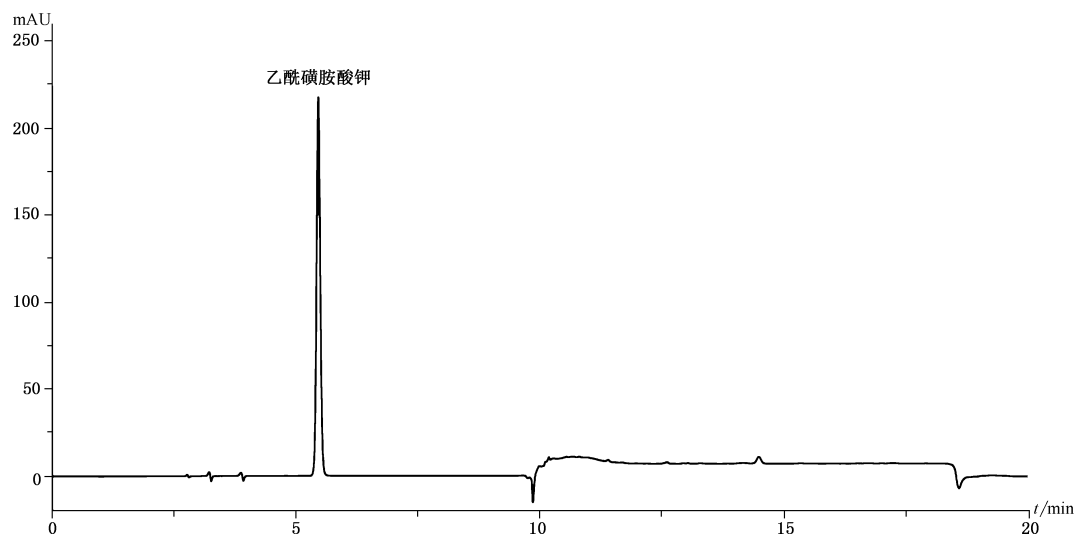


图 A.1 乙酰磺胺酸钾标准溶液(10.0 mg/L)的液相色谱图