



中华人民共和国国家标准

GB/T 21917—2008

饮料中乙基麦芽酚的测定方法

Method for determination of ethyl maltol in beverage

2008-05-16 发布

2008-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国食品安全应急标准化工作组提出并归口。

本标准起草单位：北京市海淀区产品质量监督检验所(国家食品质量安全监督检验中心)。

本标准主要起草人：王浩、刘艳琴、曹红、杨红梅、闫龙宝、穆同娜。

饮料中乙基麦芽酚的测定方法

1 范围

本标准规定了饮料中乙基麦芽酚的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于碳酸、果汁、蛋白等饮料中乙基麦芽酚含量的测定。
本标准检出限:5.0 mg/L(信噪比 $S/N=10$)。

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(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

试样经水稀释后,经 0.45 μm 滤膜过滤,液相色谱紫外检测器测定,外标法定量。

4 试剂

- 4.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 乙腈:分析纯。
- 4.4 盐酸溶液(5 mol/L):量取约 41.7 mL 盐酸,加水定容至 100 mL。
- 4.5 氢氧化钠溶液(5 mol/L):称取 200 g 氢氧化钠(NaOH),加适量水充分溶解后定容至 1 L。
- 4.6 磷酸二氢钠水溶液(0.02 mol/L):称取 3.12 g 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加适量水充分溶解后定容至 1 L。
- 4.7 乙基麦芽酚标准储备溶液:称取乙基麦芽酚标准品(纯度 $>99.3\%$)0.1 g(精确至 0.100 0 g),溶于甲醇并定容至 100 mL 容量瓶中,此溶液浓度相当于 1.0 mg/mL。
- 4.8 乙基麦芽酚标准工作溶液:分别吸取标准储备液 0.0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 10.0 mL,用水定容至 100 mL,此标准溶液系列浓度相当于 0.0, 10.0, 20.0, 40.0, 60.0, 100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)。
- 5.2 色谱柱: C_{18} 反相色谱柱 5 μm , 250 mm \times 4.6 mm(内径)。
- 5.3 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.4 氮气吹干仪。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 碳酸饮料

准确吸取排气后样品 5.0 mL,用水稀释至 10.0 mL,充分混合摇匀后,经 0.45 μm 滤膜过滤,进样 15 μL 进行色谱分析。

6.1.2 果汁饮料

准确吸取果汁饮料 5.0 mL,用水稀释至 10.0 mL,超声 10 min,其余步骤同 6.1.1。

6.1.3 蛋白饮料

6.1.3.1 植物蛋白饮料

准确吸取植物蛋白饮料 25.0 mL,用 5 mol/L 盐酸溶液调节其 pH 值至 1.7,放置 2 min 后,再用 5 mol/L 氢氧化钠溶液调节其 pH 值至 4.5。将样品溶液移至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度后,倒入漏斗用快速定性滤纸自然过滤,弃去最初滤液,在 50 mL 锥形瓶中收集滤液,并充分混匀,其余步骤同 6.1.1。

6.1.3.2 含乳饮料

准确吸取含乳饮料 25.0 mL,用乙腈稀释至 50.0 mL,充分混合摇匀后,倒入漏斗用快速定性滤纸自然过滤,弃去最初滤液,在 50 mL 锥形瓶中收集滤液,并充分混匀,取此滤液 5 mL,氮气吹至 2.5 mL 左右,用水定容至 5.0 mL,其余步骤同 6.1.1。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

流动相:甲醇:0.02 mol/L 磷酸二氢钠溶液为 30:70,用磷酸(H_3PO_4)调节流动相 pH 值至 4.0;
流速:1.0 mL/min;
柱温:30°C;
检测波长:276 nm;
进样量:15 μ L。

6.2.2 液相色谱测定

用配制的乙基麦芽酚标准工作溶液(4.8)绘制以峰面积为纵坐标、工作溶液浓度为横坐标的标准工作曲线,保证样品溶液中乙基麦芽酚的响应值均在工作曲线的线性范围内,样品溶液与标准工作溶液等体积进样进行测定。

乙基麦芽酚标准物质色谱图参见图 A.1。

7 计算

实际样品中乙基麦芽酚含量的计算见式(1):

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

式中:

- X——样品中乙基麦芽酚的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- c——样品测定液中乙基麦芽酚的含量,单位为微克每毫升(μ g/mL);
- V——样品测定液的体积,单位为毫升(mL);
- m——样品量,单位为毫升(mL)。

计算结果保留小数点后一位。

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)
标准物质色谱图

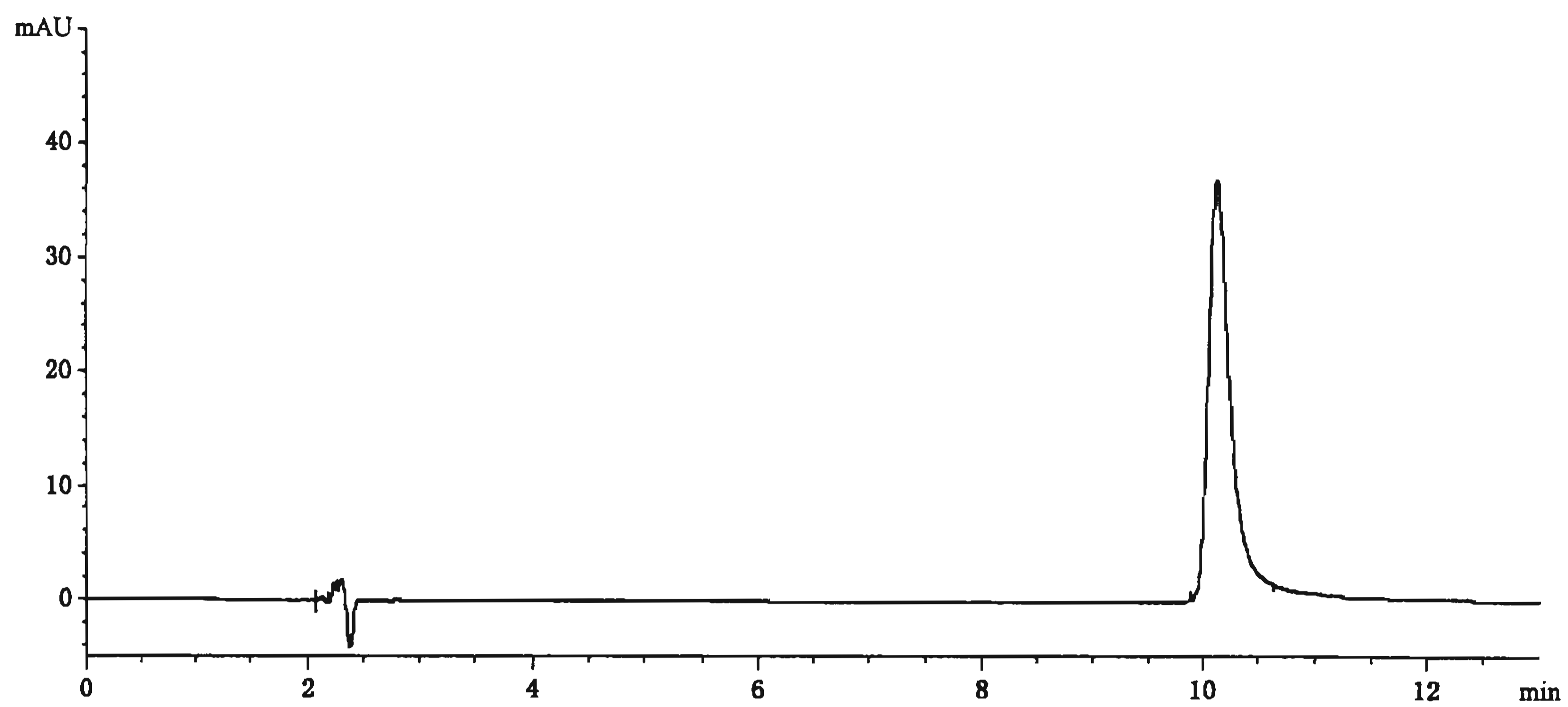


图 A.1 乙基麦芽酚标准物质色谱图
