

食品中丙酸及其盐的测定 高效液相色谱法

GB 5009.120—2025

1、适用范围

本文件规定了食品中丙酸及其盐的液相色谱测定方法。(本实验样品采用虾)
本文件适用于面包、糕点中丙酸及其盐的测定。

参考标准：《GB31656.20—2025 食品安全国家标准 水产品中呋喃苯烯酸残留量的测定》

2、溶液的配制

- 1) 丙酸标准储备液(10.0 mg/mL): 称取 500.0 mg(精确至 0.1 mg)丙酸标准品, 用水溶解并转移至 50 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 4 °C 冰箱中保存, 有效期为 6 个月。
- 2) 丙酸标准中间液(1.00 mg/mL): 准确吸取 5.00 mL 标准储备液于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 4 °C 冰箱中保存, 有效期为 3 个月。
- 3) 磷酸溶液(1 mol/L): 在 50 mL 水中加入 53.5 mL 磷酸, 混匀后, 加水定容至 1000 mL。
- 4) 磷酸氢二铵溶液(1.5 g/L): 称取磷酸氢二铵 1.5 g, 加水溶解并定容至 1000 mL, 用磷酸溶液调至 pH 至 3 左右。
- 5) 甲醇-水溶液(10+90): 将甲醇和水按 10:90 的体积比混合均匀。
- 6) 甲醇-水溶液(40+60): 将甲醇和水按 40:60 的体积比混合均匀。

3、浸提法(适用于面包、糕点)

准确称取 5 g(精确至 0.01 g)试样至于 50 mL 离心管中, 加水约 25 mL, 加入 1 mol/L 磷酸溶液 0.50 mL, 混匀, 经超声浸提 10 min 后, 用 1 mol/L 磷酸溶液调 pH 至 3 左右。用水定容至 50 mL 刻度, 摇匀, 以 4000 r/min 离心 10 min, 待净化。

4、净化

准确移取提取后上清液 10.0 mL 于 50 mL 离心管中，再加入水 10 mL、正己烷 6 mL，振荡 1 min，4000 r/min 离心 5 min，弃去上层正己烷相，下层清液备用。

SPE: HLB 500 mg/6 mL

活化: 甲醇 5 mL、水 5 mL。

上样: 待净化液 5 mL 过柱，流干，流速控制为每秒 1 滴。

淋洗: 5.0 mL 甲醇-水溶液(10+90)淋洗，真空抽至柱体近干。

洗脱: 5.0 mL 甲醇-水溶液(40+60)洗脱，收集洗脱液并定容至 5.0 mL，混匀，经 0.45 μ m 有机微孔滤膜过滤后，待液相色谱测定。

5、注意事项

加标水平: 5 g 样中加入 3 mL 1 μ g/mL 对照溶液，因此加标水平为 600 mg/kg，最终机度数为 60 μ g/mL。

6、色谱条件

色谱柱: Ultimate AQ-C18, 5 μ m, 4.6 $\times$ 250 mm

流动相: 磷酸氢二铵溶液(1.5 g/L)，用磷酸溶液调至 pH 至 3 左右；

柱温: 25 $^{\circ}$ C；

流速: 1 mL/min；

进样体积: 20 μ L；

波长: 214 nm

7、色谱图或者加标回收率结果

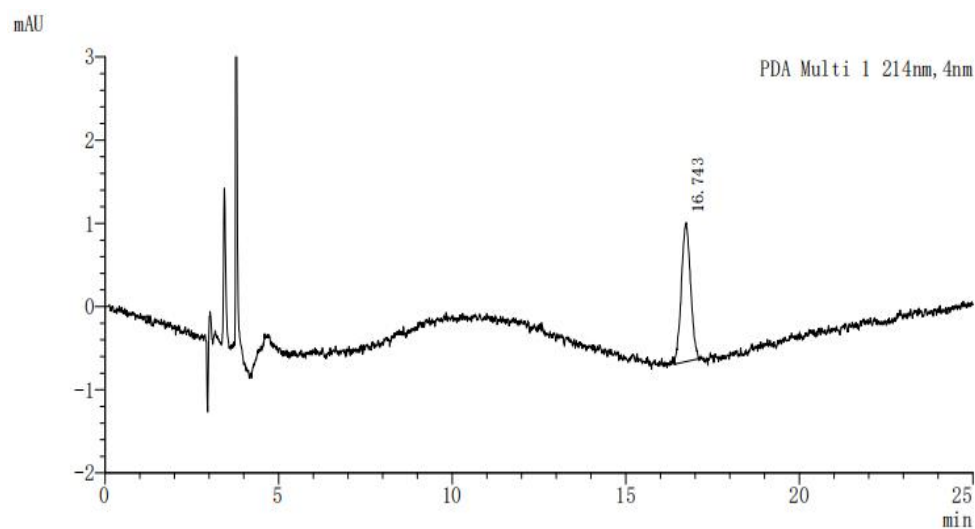


图 1. 对照溶液 60 µg/mL 图谱

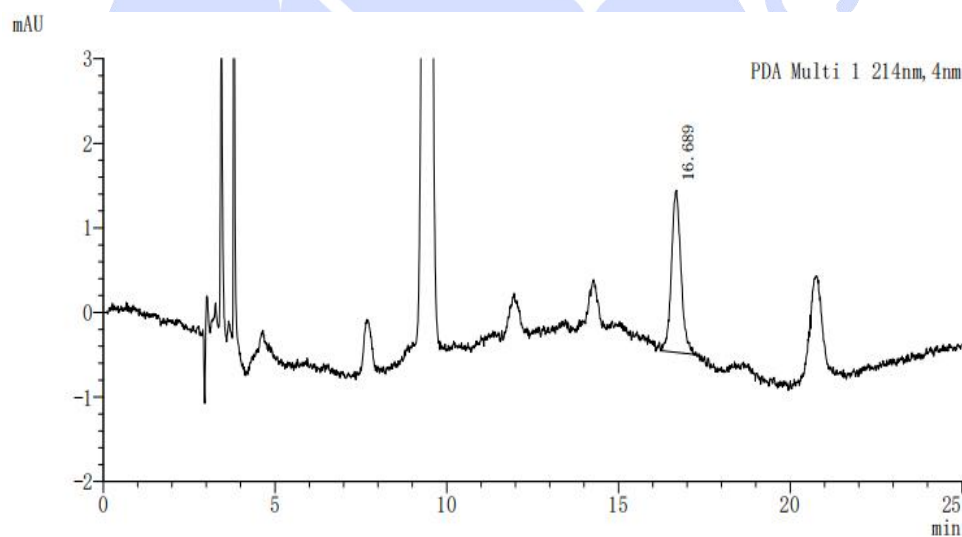


图 2 面包样品空白图谱

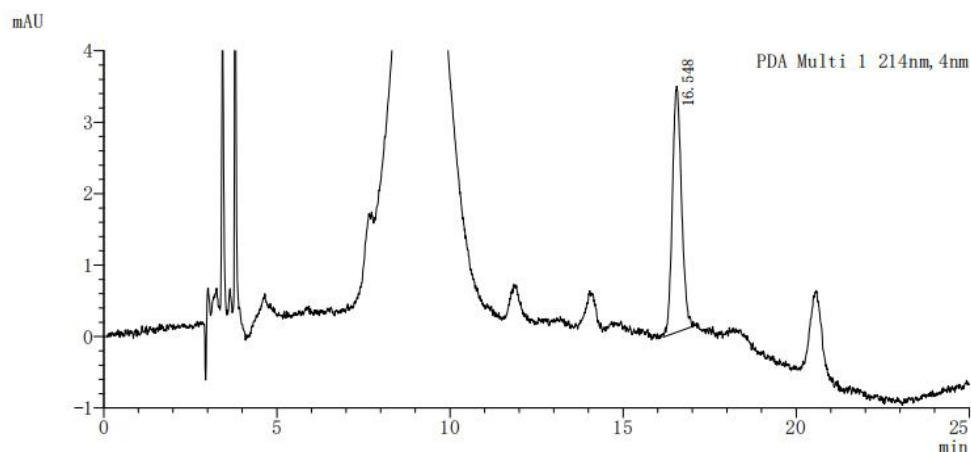


图 3 面包样品样加标 600 mg/kg 图谱

表 3. 加标回收率表（加标水平为 600 mg/kg）

基质	面包	
物质	平均回收率	RSD
丙酸	88.96%	2.55%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
DP1618-1	离心管	50mL 尖底离心管，配橙色实心盖，未灭菌，25 个/包
DP1639-1	离心管	15mL 尖底离心管，配橙色实心盖，未灭菌，25 个/包
00821-39191	盖子+垫片	白色特氟龙/红色硅胶隔垫，9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm，100/pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口进样瓶 带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃，100/pk
00589-20006	Welchrom SPE 柱	HLB,500mg/6ml,30/pk
00207-31043	分析柱	Ultimate AQ-C18, 5μm, 4.6×250mm