

ICS 67.120
X 04
备案号:14170—2004

SB

中华人民共和国国内贸易行业标准

SB/T 10389—2004

肉与肉制品中山梨酸的测定

Determination of sorbic acid in meat and meat products

2004-08-04 发布

2004-09-01 实施

中华人民共和国商务部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国商务部提出。

本标准由商务部屠宰技术鉴定中心负责起草,中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、河北省疾病预防控制中心参加起草。

本标准主要起草人:金社胜、杨祖英、宋书锋、韩会新、张新玲、刘虎成、王贵际。

本标准委托商务部屠宰技术鉴定中心负责解释。

肉与肉制品中山梨酸的测定

1 范围

本标准规定了肉与肉制品中山梨酸的测定方法。

本标准适用于肉与肉制品中山梨酸的检验。

2 原理

样品中山梨酸经提取,用中性氧化铝净化后,进行高效液相色谱仪测定。

3 试剂和材料

以下所用试剂,除特殊说明外,均为分析纯试剂,水为重蒸水。

3.1 甲醇:优级纯。

3.2 乙酸铵。

3.3 中性氧化铝:层析用,(100~200)目。

3.4 0.02 mol/L 乙酸铵溶液:称取 1.54 g 乙酸铵,加水溶解并稀释至 1 L。

3.5 山梨酸:99%(国家标准物质研究中心)。

3.6 山梨酸标准储备液:准确称取 25.0 mg 山梨酸标准品,加少量乙醇溶解后,用水稀释并定容至 25.0 mL,摇匀。此溶液每毫升含 1.0 mg 山梨酸。贮于冰箱中,有效期 15 天。

3.7 山梨酸标准中间溶液:吸取 5.0 mL 山梨酸标准储备液于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,并摇匀。此溶液每毫升含 50 μ g 山梨酸。贮于冰箱中,有效期 7 天。

3.8 山梨酸标准系列溶液:分别吸取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 山梨酸标准中间溶液于 10 mL 容量瓶中,各加水至刻度,摇匀。即得每毫升含 5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 μ g 山梨酸的标准系列溶液。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:附紫外检测器。

4.2 超声清洗器。

4.3 漩涡混匀器。

4.4 离心机。

4.5 旋转蒸发仪。

4.6 微孔滤膜过滤器。

5 测定步骤

5.1 试样处理

取 200 g 试样绞碎,称取约 1.00 g(精确至 0.01 g)试样,置于 50 mL 塑料试管中,加 5 mL 水,于漩涡混匀器混匀 1 min,超声提取 15 min,然后以 4 000 r/min 离心 20 min。

柱层析:用一只 10 mL 注射器,底部填少量脱脂棉,内装 3 cm 高的中性氧化铝,先用水润湿中性氧化铝柱,待水面接近柱顶时,加入样品提取液,让其流下,待样品液液面接近柱顶时,用流动相洗脱,收集洗脱液至 25 mL 容量瓶中,至刻度时,停止洗脱,摇匀,溶液通过微孔滤膜过滤,滤液进行 HPLC 分析。

5.2 色谱测定

5.2.1 液相色谱参考条件

a) 色谱柱: Hypersil ODS2, 250 mm \times 4.6 mm, 粒径 5 μ m;

- b) 流动相:0.02 mol/L 乙酸铵溶液+甲醇=100V+9V;
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 检测波长:230 nm;
- e) 柱温:室温。

5.2.2 山梨酸标准曲线的制备

在上述色谱条件下进山梨酸标准系列溶液各 20 μL,以山梨酸标准溶液浓度对应的峰面积作标准曲线。

5.2.3 样品测定

在上述色谱条件下,准确吸取 20 μL 试样溶液,进行 HPLC 分析。

6 结果

6.1 计算

将标准曲线各点的浓度与对应的峰面积进行回归分析,然后按式(1)计算供试样品中山梨酸含量。

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

式中:

- X——样品中山梨酸的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——被测液相当于标准曲线的山梨酸的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——被测液的总体积,单位为毫升(mL);
- m——样品质量,单位为克(g)。

6.2 检出限

本方法检出限为 2.0 μg/mL,当取样量为 1.00 g 时,最低检测量为 2.0 mg/kg。

7 允许差

同一分析者同时或相继两次测定结果之差不得超过均值的 15%。