



中华人民共和国国家标准

GB/T 21914—2008

茶饮料中乙酸苄酯的测定 气相色谱法

Determination of benzyl acetate in tea-drink—Gas chromatography method

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：沈阳产品质量监督检验院（国家加工食品及添加剂质量监督检验中心）。

本标准主要起草人：苏锡辉、杜翠荣、赵丽秀、张凤清、黄土军、吕成学、张丽君、赵检、周长民、李梅。

茶饮料中乙酸苜酯的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了茶饮料中乙酸苜酯的气相色谱测定方法。

本标准适用于茶饮料中乙酸苜酯的测定。

本标准检出限为 0.005 mg/kg。

2 原理

茶饮料中乙酸苜酯经提取定容后,在色谱柱中与内标物正十二烷及其他组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,以内标法定量。

3 试剂

3.1 二氯甲烷:分析纯。

3.2 无水乙醇:分析纯。

3.3 乙酸苜酯:含量 $\geq 98\%$ 。

3.4 正十二烷:含量 $\geq 98\%$ 。

3.5 标准溶液的配制

3.5.1 乙酸苜酯标准储备液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 100 mg(精确至 0.1 mg)乙酸苜酯,用无水乙醇定容至 100 mL。

3.5.2 乙酸苜酯使用液:乙酸苜酯储备液用二氯甲烷分别稀释至乙酸苜酯浓度为 0.80,6.40,12.80,80.0,160.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,临用时现配。

3.5.3 正十二烷内标液(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$):取 20 mg(精确至 0.1 mg)正十二烷用二氯甲烷定容至 100 mL,临用时现配。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器。

4.2 进样器:微量注射器,5 μL 。

4.3 氮气吹干仪。

4.4 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

4.5 125 mL 分液漏斗。

4.6 5 mL 具塞比色试管、50 mL 刻度试管。

5 分析步骤

5.1 样品提取

准确称取 40 g(精确至 0.01 g)茶饮料于 125 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 二氯甲烷,振摇 1 min,静置分层,二氯甲烷层直接缓慢滴入漏斗(底部少许脱脂棉,上面 10 g 无水硫酸钠)脱水过滤,收集于 50 mL 刻度试管,然后再向分液漏斗中加入 20 mL 二氯甲烷,振摇 1 min,静置分层,同上过滤收集,之后用少量二氯甲烷冲洗漏斗三遍。收集液用氮气吹干仪(30 $^{\circ}\text{C}$)浓缩至 3 mL 左右,用少量二氯甲烷将其完全转移至 5 mL 比色管中,准确加入 1 mL 的 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 正十二烷,混匀待测。添加 8 mg/kg 乙酸苜酯的茶饮料气相色谱图参见图 A.1。

5.2 色谱参考条件

- 5.2.1 色谱分离柱:SE-30 柱(聚甲氧基硅氧烷),长 30 m,内径 0.53 mm,膜厚 1.0 μm。
- 5.2.2 柱温:初始温度 90℃,恒温 1 min,程序升温,升温速率 10℃/min,最终温度为 180℃,保持 3 min。
- 5.2.3 检测器温度:250℃。
- 5.2.4 汽化室温度:230℃。
- 5.2.5 氮气压力:41.4 kPa(6.0 psi)。
- 5.2.6 氢气流速:45 mL/min。
- 5.2.7 空气流速:450 mL/min。
- 5.2.8 进样量:1 μL。

5.3 校正因子配制及计算

5.3.1 混标配制:五个 5 mL 比色管中分别加入 0.80,6.40,12.80,80.0,160.0 μg/mL 乙酸苄酯使用液 4 mL 和 200 μg/mL 正十二烷 1 mL,混匀,测定。

5.3.2 标准曲线的计算:以乙酸苄酯对正十二烷的质量比为横坐标,以乙酸苄酯对正十二烷的面积比为纵坐标,作标准曲线,按式(1)计算响应因子 R。

$$R = \frac{m_2 \times A_1}{m_1 \times A_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_2 ——正十二烷的质量,单位为微克(μg);
- A_1 ——乙酸苄酯的峰面积;
- m_1 ——乙酸苄酯的质量,单位为微克(μg);
- A_2 ——正十二烷的峰面积。

5.4 结果计算

乙酸苄酯含量按式(2)计算:

$$X = \frac{1}{R} \times \frac{m_2 \times A_1 \times 1\,000}{m \times A_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X ——试样中乙酸苄酯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- R ——乙酸苄酯对正十二烷的响应因子;
- m_2 ——正十二烷的质量,单位为微克(μg);
- A_1 ——乙酸苄酯的峰面积;
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- A_2 ——正十二烷的峰面积。

计算结果保留到小数点后两位。

6 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)

添加 8 mg/kg 乙酸苄酯的茶饮料气相色谱图

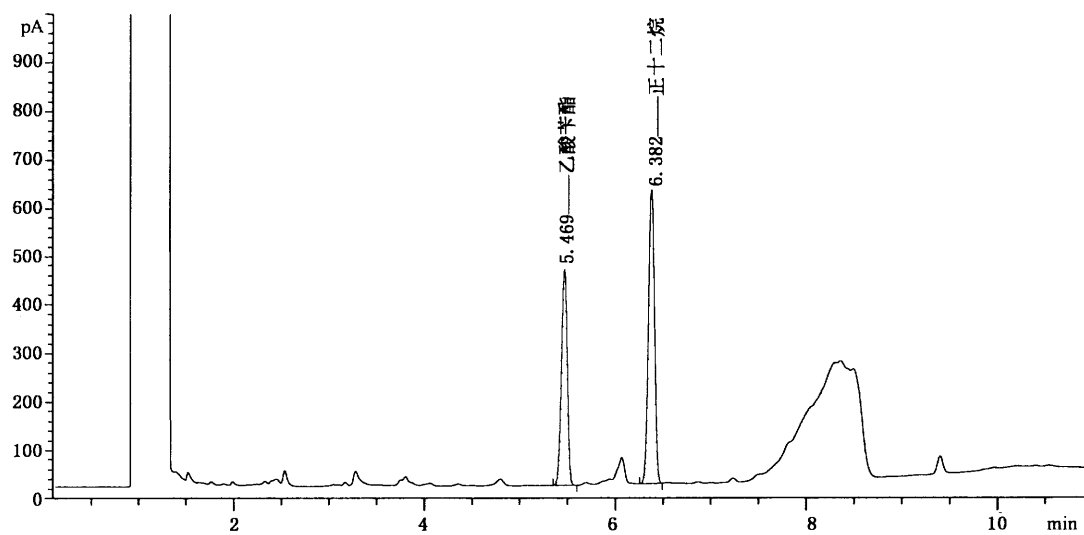


图 A.1 添加 8 mg/kg 乙酸苄酯的茶饮料气相色谱图