SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1547—2005

进出口食品中甲醛含量测定 液相色谱法

Determination of formaldehyde in food for import and export—Liquid chromatographic method

2005-02-17 发布　　2005-07-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口食品中甲醛含量测定
液相色谱法
SN/T 1547—2005
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.bzcbs.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2005年5月第一版 2005年5月第一次印刷
*
书号:155066·2-16182 定价 6.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前　言

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈笑梅、施旭霞、朱卫建、郑自强、朱晓雨、栾凤侠。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口食品中甲醛含量测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了进出口食品中甲醛含量测定的制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于进出口水产、蔬菜(包括香菇)、谷类制品中甲醛含量的测定。

2 制样

2.1 试样制备

从所取全部样品中取出有代表性样品约 1 kg,取可食部分经捣碎机充分捣碎均匀,均分成两份,分别装入洁净容器内作为试样。密封并标明标记。

2.2 试样保存

水产类试样于−18℃以下冷冻保存。蔬菜(包括香菇)、谷类制品于 4℃冷藏。在抽样和制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用水提取样品中的甲醛,经过滤后,与 2,4-二硝基苯肼衍生,在 365 nm 波长处液相色谱测定,外标法定量。

3.2 试剂和材料

所用水为煮沸 10 min 后冷却的超纯水。所用器皿用水洗净后再于 130℃烘箱内烘 1 h～3 h。

3.2.1 乙腈:液相色谱级溶剂。

3.2.2 2,4-二硝基苯肼:纯度≥99%。

3.2.3 2,4-二硝基苯肼溶液:称取 2,4-二硝基苯肼 300 mg 用乙腈溶解并定容至 100 mL。

3.2.4 甲醛标准溶液:GSB 07—1179。

3.2.5 甲醛标准工作溶液:移取适量的甲醛标准溶液,用超纯水稀释至适当浓度。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

3.3.2 捣碎机。

3.3.3 恒温振荡器。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取和净化

称取捣碎的试样约 5 g(精确至 0.01 g),置于 150 mL 具塞锥形瓶,准确加入 50.0 mL～100 mL 水,置于 40℃恒温振荡器中,15 r/min 振摇提取 2 h。取出冷却后过滤,待衍生化。

3.4.2 甲醛校正工作溶液的制备

在试样(尽量选择甲醛含量低的与测试样品基质相同的试样)中添加甲醛标准工作溶液,添加 5 档或以上不同浓度。按 3.4.1 提取和净化操作。

3.4.3 衍生化

取上述滤液 5.0 mL 于 10 mL 离心管中，加 2.0 mL 2,4-二硝基苯肼溶液(3.2.3)和乙腈 3.0 mL，盖上塞后混匀，60℃加热 20 min，冷却后过 0.45 μm 滤膜，滤液供液相色谱测定。

3.4.4 测定

3.4.4.1 液相色谱条件

液相色谱条件为：

a) 色谱柱：Lichrospher C_{18} 5 μm 4.6×250 mm，或相当的色谱柱；

b) 流动相：乙腈-水(65+35，体积比)，流速：1.0 mL/min；

c) 检测波长：365 nm；

d) 进样量：20 μL。

3.4.4.2 色谱测定

根据样液中甲醛含量的情况选定峰面积相近的校正工作溶液系列。校正工作溶液和样液中甲醛的响应值均应在仪器检测的线性范围内。校正工作溶液和样液等体积参插进样测定。用保留时间定性，外标法定量。在上述色谱条件下甲醛衍生物的保留时间约为 5.6 min。标准品的色谱图参见图 A.1。

3.4.5 空白试验

除不加试样外，均按上述操作步骤进行。

3.5 结果计算和表述

按校正曲线和式(1)、式(2)和式(3)计算试样中甲醛的含量或采用色谱数据处理系统计算。计算结果需扣除空白值。

$$X = (A - a)/b \quad \cdots\cdots (1)$$

$$b = \frac{n(\sum c_i A_i) - (\sum c_i)(\sum A_i)}{n\sum c_i^2 - (\sum c_i)^2} \quad \cdots\cdots (2)$$

$$a = (\sum A_i - b\sum c_i)/n \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

X——试样中甲醛的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

A——样液中甲醛衍生物的峰面积；

a——校正曲线的截距；

b——校正曲线的斜率；

c_i——校正工作液中甲醛的浓度，单位为毫克每千克(mg/kg)；

A_i——校正工作液中甲醛衍生物的峰面积；

n——校正工作液不同浓度水平的数量。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法对食品中甲醛的测定低限为 5.0 mg/kg。

4.2 回收率

添加浓度及其回收率的实验数据。

4.2.1 章鱼

a) 在添加 5.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 91.1%；

b) 在添加 10.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 93.0%；

c) 在添加 50.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 98.0%。

4.2.2 脱水甘蓝

a) 在添加 5.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 91.9%；

b) 在添加 10.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 92.8%；

c) 在添加 50.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 97.8%。

4.2.3 面粉

a) 在添加 5.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 95.1%；

b) 在添加 10.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 97.3%；

c) 在添加 50.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 98.7%。

4.2.4 香菇干

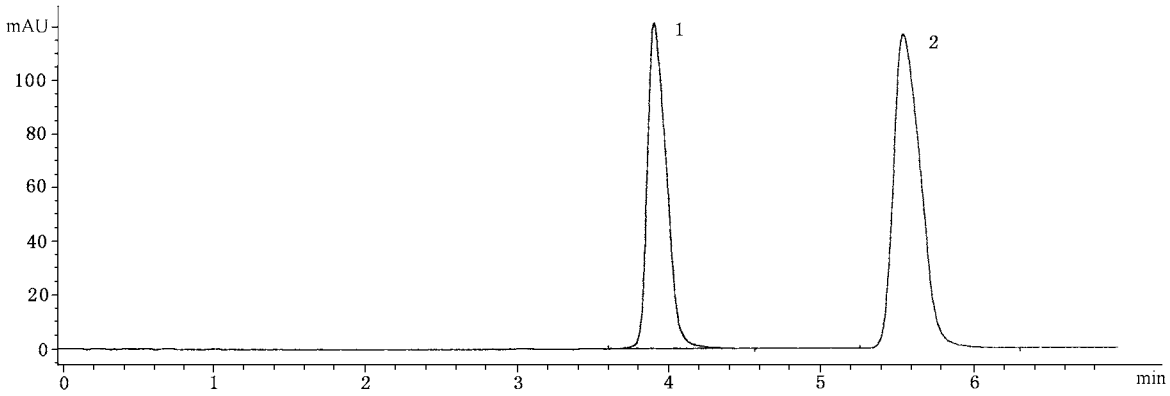
a) 在添加 5.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 91.6%；

b) 在添加 10.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 94.1%；

c) 在添加 50.0 mg/kg 浓度水平时，甲醛的回收率为 98.2%。

SN/T 1547—2005

附 录 A
（资料性附录）
标准品色谱图



1——2,4-二硝基苯肼；

2——甲醛-2,4-二硝基苯肼。

图 A.1 甲醛衍生物的标准液相色谱图

SN/T 1547-2005

版权专有 侵权必究

*
书号：155066·2-16182
定价： 6.00 元