

团 体 标 准

T/SATA 034-2022

调味品中 5-羟甲基糠醛的测定

高效液相色谱法

Determination of 5-hydroxymethylfurfural in condiments—high performance liquid chromatography

2022 - 03 - 24 发布

2022 - 04 - 24 实施

深圳市分析测试协会 发布

目 次

前 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	1
5 试剂与材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 分析步骤.....	2
8 结果计算.....	3
9 精密度.....	3
10 其他.....	3
附录 A（资料性附录）5- 羟甲基糠醛色谱图.....	4
附录 B（资料性附录）复杂情况下的液相色谱洗脱程序.....	5

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由深圳市分析测试协会归口。

本文件起草单位：深圳市计量质量检测研究院、深圳市计量质量检测研究院（集团）有限责任公司。

本文件主要起草人：李芸、罗敏、谢政、林爽、程晓帆、邹幼成、柏文良、冯荣虎、梁汉旺、彭晓羽、翁晓君、张贵虹。

本文件为首次发布。

调味品中5-羟甲基糠醛的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了调味品中5-羟甲基糠醛含量测定的高效液相色谱法。

本文件适用于白醋、陈醋、香醋、甜醋、生抽、老抽、蒸鱼豉油、蒜蓉酱、豆瓣酱、香辣酱、新奥尔良腌料、孜然粉中5-羟甲基糠醛的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的5-羟甲基糠醛经溶剂提取后，用高效液相色谱仪进行分析，保留时间定性，外标法定量。

5 试剂与材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，试验用水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇（CH₃OH）：色谱纯

5.1.2 乙腈（C₂H₃N）：色谱纯

5.1.3 10%甲醇水溶液：取100 mL 甲醇于1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

5.2 标准物质

5-羟甲基糠醛的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量见表1，纯度≥98%。

表1 5-羟甲基糠醛的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量
5-羟甲基糠醛	5-hydroxymethylfurfural	67-47-0	C ₆ H ₆ O ₃	126.11

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液（200 mg/L）

准确称取5-羟甲基糠醛标准物质20 mg（精确至0.1 mg）于100 mL 容量瓶，用10.0 mL 甲醇溶解，用水稀释至刻度，4℃冷藏保存，有效期3个月。

5.3.2 标准工作溶液

分别吸取适量的5-羟甲基糠醛标准储备溶液至容量瓶中，用10%甲醇水溶液稀释至刻度，配成

0.0500 mg/L、0.100 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L 标准工作溶液，临用时配制。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪，配二极管阵列检测器（DAD）。

6.2 天平：感量为 0.1 mg 和 1 mg。

6.3 离心机。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 超声萃取仪。

6.6 微孔滤膜：0.22 μm，有机相型。

6.7 摇床。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 白醋、蒸鱼豉油、蒜蓉酱、豆瓣酱、香辣酱、新奥尔良腌料、孜然粉（直提法）

称取约 5g（精确至 0.001 g）样品，置于 50 mL 离心管中，加入 40 mL 10%甲醇水溶液，涡旋混匀，振荡提取 30 min 后再超声提取 10 min，9000 r/min 离心 5 min（油脂含量高的样品再加入 5 mL 正己烷，振荡 10 min，9000 r/min 离心 5 min，弃去正己烷层），上清液转移至 50.0 mL 容量瓶中，用 10%甲醇水溶液定容至刻度，过 0.22 μm 微孔滤膜后供液相色谱仪测定。

7.1.2 陈醋、香醋、甜醋、生抽、老抽（萃取法）

称取约 1g（精确至 0.001 g）样品，置于 15 mL 离心管中，加入 3 mL 乙腈，涡旋混合 30 s，9000 r/min 离心 2 min，取上清液，重复萃取 3 次，合并上清液于 50 °C 下用氮气吹干，残留物用 1.00 mL 10%甲醇水溶液定容，涡旋混合 15 s，过 0.22 μm 微孔滤膜后供液相色谱仪测定。

7.2 空白实验

除不加入样品外，均按试样同法操作。

7.3 仪器参考条件

a) 色谱柱：C₁₈ 柱，150 mm*4.6 mm，5 μm，或相当性能者。

b) 流动相：甲醇+水（5+95）。

c) 流速：1.0 mL/min。

d) 检测波长：284 nm。

e) 柱温：35 °C。

f) 进样量：10 μL。

注：当检测样品基质复杂，强保留物质影响后续检测时，可采取洗脱程序，见表 B.1。

7.4 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入液相色谱仪中，测定相应的峰面积，以标准工作液的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，在浓度范围 0.0500~10.0 mg/L 内，相关系数不低于 0.99，5-羟甲基糠醛标准色谱图见附录 A 中图 A.1。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液分别注入高效液相色谱仪，根据保留时间和吸收光谱图定性，外标法峰面积定量。

8 结果计算

该方法中标准工作溶液和待测样液中 5-羟甲基糠醛的响应值，均应在仪器的检测线性范围内。按下列公式计算出样品中 5-羟甲基糠醛含量：

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

式中：

X — 样品中 5-羟甲基糠醛的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c — 从标准曲线中读出的供试品溶液中 5-羟甲基糠醛的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V — 定容体积，单位为毫升（mL）；

m — 试样质量，单位为克（g）；

K — 稀释倍数；

计算结果扣除空白值，结果保留三位有效数字。

9 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%。

10 其他

采用直提法：当称样量为 5 g，定容体积为 50.0 mL 时，白醋、蒸鱼豉油、蒜蓉酱、豆瓣酱、香辣酱、新奥尔良腌料、孜然粉的检出限为 0.150 mg/kg，定量限为 0.500 mg/kg；采用萃取法：当称样量为 1g，定容体积为 1.00 mL 时，陈醋、香醋、甜醋、生抽、老抽的检出限为 0.0150 mg/kg，定量限为 0.0500 mg/kg。

附录 A

(资料性附录)

5-羟甲基糠醛色谱图

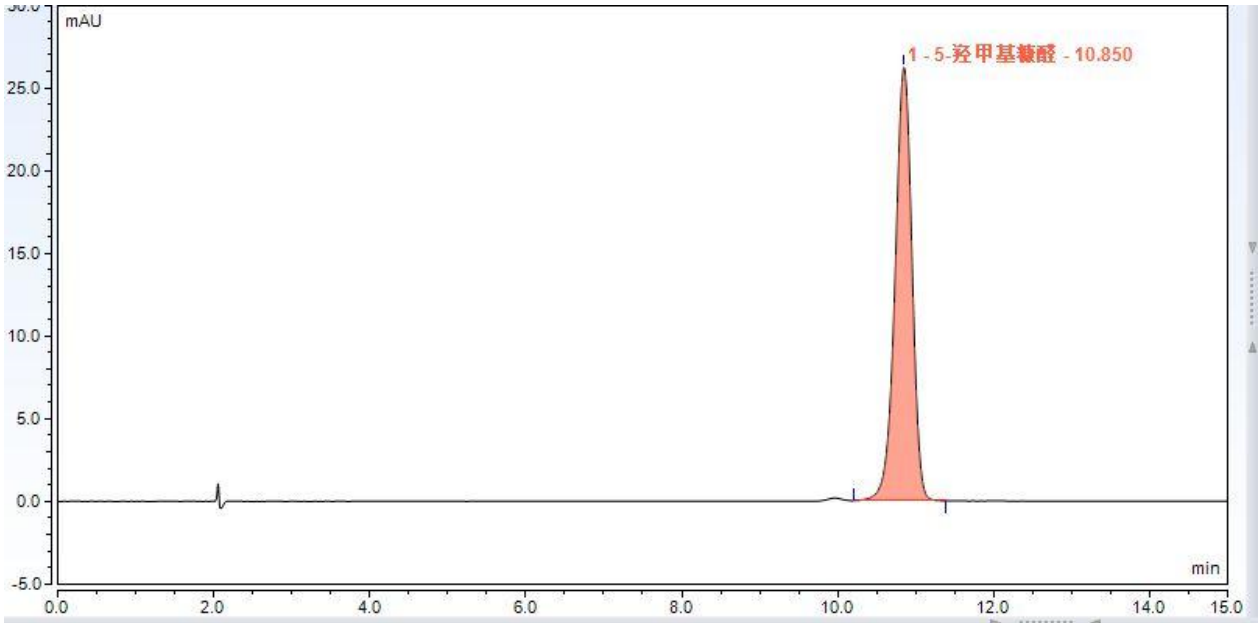


图 A.1 5-羟甲基糠醛标准色谱图

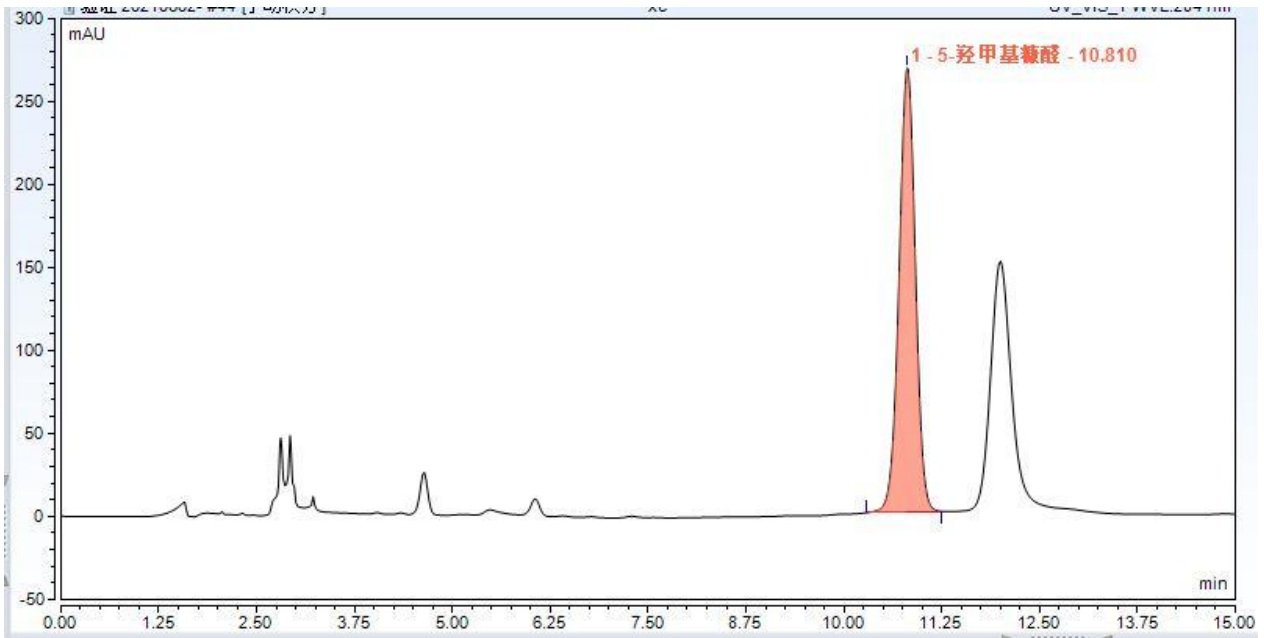


图 A.2 5-羟甲基糠醛样品（香醋）色谱图

附 录 B

(资料性附录)

复杂情况下的液相色谱洗脱程序

当检测样品基质复杂，强保留物质影响后续检测时，可采取洗脱程序，见表B.1。

表 B.1 液相色谱洗脱程序

时间 t (min)	甲醇 (%)	水 (%)
0	5	95
12.00	5	95
13.00	90	10
20.00	90	10
24.00	5	95
25.00	5	95
