

DBS222

吉 林 省 地 方 标 准

DBS22/010—2013

食品安全地方标准
面制食品中十二烷基苯磺酸钠的测定
高效液相色谱-荧光检测器法

2013 - 10 - 08 发布

2013 - 10 - 08 实施

吉林省卫生厅 发布

前 言

本标准附录A为资料性附录。

本标准由吉林省松原市食品药品检验所负责起草。

本标准主要起草人：吴庆淼、史磊、宋薇、耿代云。

食品安全地方标准

面制食品中十二烷基苯磺酸钠的测定

高效液相色谱-荧光检测器法

1 范围

本标准规定了面制食品中线性十二烷基苯磺酸钠的测定方法。

本标准适用于蒸、烤、油炸类面制食品中线性十二烷基苯磺酸钠的测定。

本标准检出限为5mg/kg（以干燥品计）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

线性十二烷基苯磺酸钠分子中存在共扼体系，在荧光激发光谱扫描下存在特征发射峰。在一定浓度范围内，其荧光强度与线性十二烷基苯磺酸钠的浓度成正比。干燥、粉碎后的试样，经超声、恒温水浴振荡提取、沉淀蛋白、过滤得到的测试液经高效液相色谱仪-荧光检测器测定，最佳激发波长为230nm，发射波长为290nm。根据保留时间定性，根据峰面积定量。

4 试剂与材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。水为GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 冰乙酸：分析纯。

4.3 线性十二烷基苯磺酸钠标准物质：纯度>99%（分子式： $C_{18}H_{29}NaO_3S$ ，CAS No.：2211-98-5）。

4.4 乙酸锌溶液（1mol/L）：取 21.9g 乙酸锌（ $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ），加 3mL 冰乙酸（5.2），用水溶解后稀释至 100mL。

4.5 亚铁氰化钾溶液（10.6%）：取 10.6g 亚铁氰化钾（ $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ），加水稀释至 100mL。

4.6 50%乙醇溶液（v/v）：无水乙醇与水以体积比 1:1 混合。

4.7 乙酸铵溶液（100mmol/L）：取乙酸铵（ CH_3COONH_4 ）7.708g，加水稀释至 1000mL，用冰乙酸（5.2）调节 pH 至 3.4。

4.8 标准储备液：称取线性十二烷基苯磺酸钠标准物质 0.01g（准确至 0.0001g），用 50%乙醇溶液（5.6）配制成 100 μ g/mL 的标准储备液。

4.9 标准系列溶液：取标准储备液（5.8）适量，分别用 50%乙醇溶液（5.6）稀释为 0.2 μ g/mL、0.5 μ g/mL、1.0 μ g/mL、5.0 μ g/mL、10.0 μ g/mL 的标准工作液，临用现配。

5 仪器

所有玻璃仪器必须经洗液、酸泡后再用水冲洗干净，严禁使用各种洗涤产品清洗。

- 5.1 高效液相色谱仪：配荧光检测器。
- 5.2 分析天平：感量 0.001g。
- 5.3 分析天平：感量 0.0001g。
- 5.4 恒温水浴振荡器：0~100℃。
- 5.5 超声波清洗器。
- 5.6 电热恒温干燥箱。
- 5.7 微孔滤膜：有机相 0.45μm。
- 5.8 酸度计。

6 试样制备

蒸、烤类试样：取适量，切成薄片，置电热恒温干燥箱中，80℃烘干，研细备用。

油炸类试样：取适量，除去金黄色外皮，切成薄片，置电热恒温干燥箱中，80℃烘干，研细备用。

7 分析步骤

7.1 供试液的制备

称取试样细粉0.5g（准确至0.001g），置50mL刻度离心管中，加50%乙醇溶液（5.6）适量，再加乙酸锌溶液（5.4）1.0mL和亚铁氰化钾溶液（5.5）1.0mL，超声处理（功率250W，频率33kHz）10min，取出，置恒温水浴振荡器中，于50℃恒温震荡45min，取出，放冷。加50%乙醇溶液（5.6）定容至刻度，混匀。过0.45μm有机滤膜，供HPLC测定分析。

7.2 液相色谱参考条件

色谱柱：Synergi polar-RP 250×4.6mm，4μm。或其他等效色谱柱。

流动相：甲醇+乙酸铵溶液（5.7）=75+25（v/v）。

流速：1.0mL/min。

柱温：室温。

进样量：10μL。

Gain（增益）：1。

激发波长： $E_x=230\text{nm}$ 。

发射波长： $E_m=290\text{nm}$ 。

7.3 测定

7.3.1 标准曲线制备

将标准系列溶液0.2μg/mL、0.5μg/mL、1.0μg/mL、5.0μg/mL、10.0μg/mL分别进样10μL，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标作图，绘制标准曲线。

7.3.2 试样测定

取制备好的试样溶液10μL，进行液相色谱分析，根据保留时间定性，根据峰面积外标法定量。

7.3.3 色谱图

色谱图参见附录A。

8 结果计算

试样中线性十二烷基苯磺酸钠的含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中线性十二烷基苯磺酸钠的含量（以干燥品计），单位为毫克每千克（mg/kg）；

c —— 测定试样溶液中线性十二烷基苯磺酸钠的含量，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V —— 试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样质量（干燥品），单位为克（g）；

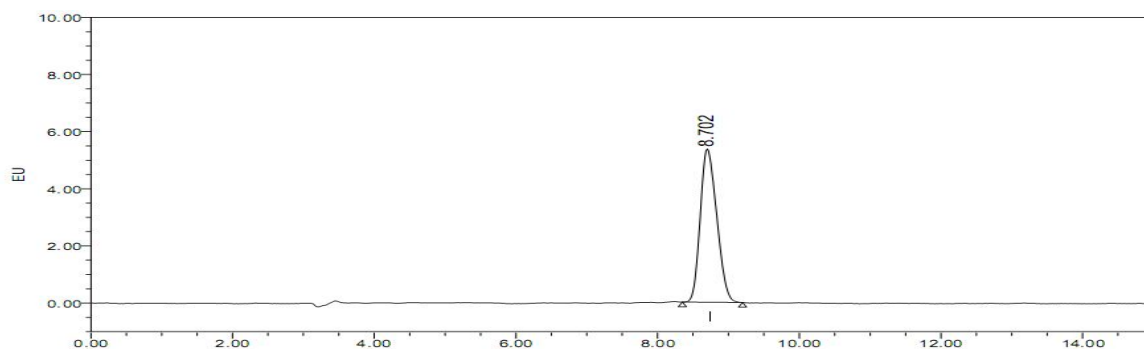
以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

9 精密度

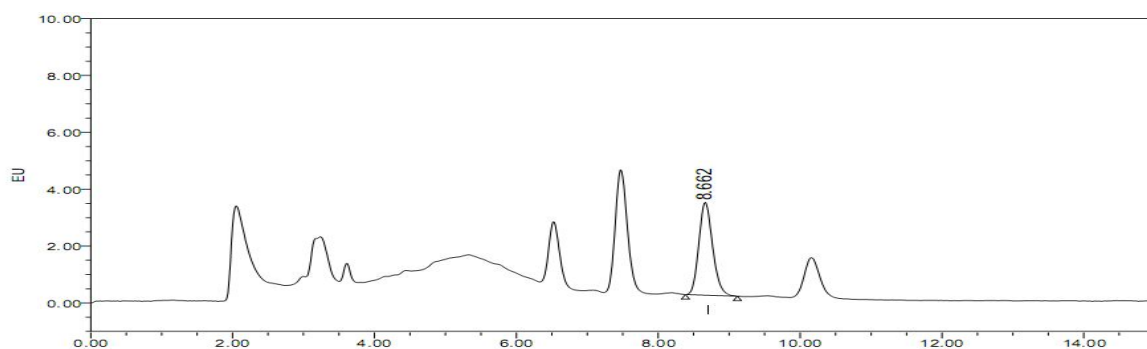
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附录 A
(资料性附录)
色谱图

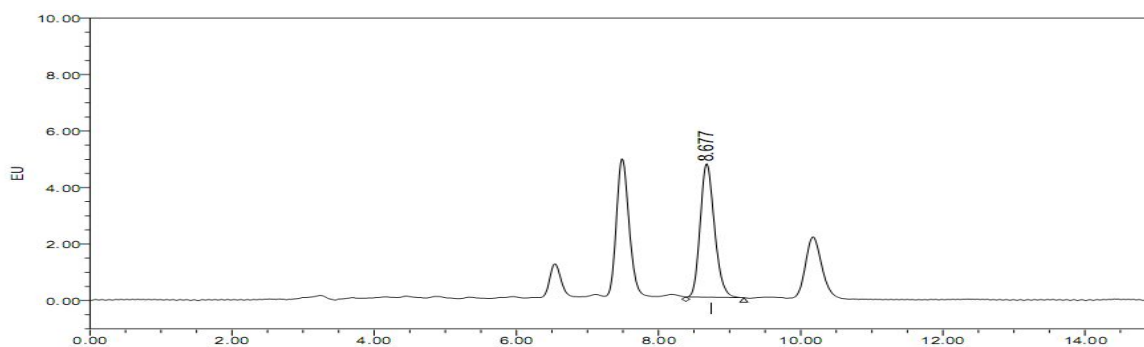
A.1 线性十二烷基苯磺酸钠标准溶液色谱图 (5 μ g/mL)



A.2 自制馒头试样中添加洗衣粉色谱图 (添加量: 1.5g/kg)



A.3 洗衣粉色谱图



峰1: 线性十二烷基苯磺酸钠