

出口食品中对羟基苯甲酸酯的测定 SN/T 4047-2014

1、适用范围

适用于苦瓜、苹果、肉罐头、苹果酱、豆沙馅料、醋、酱油、豆瓣酱、牛奶、乳味饮料、胡萝卜汁、橙汁和碳酸饮料等食品中对羟基苯甲酸酯含量测定（该实验选用基质为可乐和苹果）

参考标准：《SN/T 4047-2014 出口食品中对羟基苯甲酸酯的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：各称对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸异丙酯、对羟基苯甲酸丙酯、对羟基苯甲酸异丁酯、对羟基苯甲酸丁酯 5mg，用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，于 4 $^{\circ}\text{C}$ 储存。
- 2) 标准工作液：各吸取 0.2mL 标准储备液，用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$
- 3) 2mol/L 乙酸铵溶液：称取乙酸铵 77g，加水定容至 500mL，超声溶解，备用。
- 4) 35%甲醇溶液：量取甲醇 35mL 加入 65mL 水，超声混匀，备用。
- 5) 洗脱剂：量取 5mL 氨水和 95mL 甲醇，超声混匀，备用。

3、提取步骤

a) 可乐

称取试样 5.0g（精确到 0.01g）于 50mL 离心管中，加入 2mL 乙酸铵溶液震荡摇匀，加入 2g 氯化钠，15mL 乙腈，涡旋混匀 2min，于 4500r/min 离心 5min，



将乙腈层转至 100mL 浓缩瓶中，残渣中加入 10mL 乙腈，重复提取两遍，合并乙腈，于 40°C 氮吹至近干，用甲醇定容至 1mL，过 0.22 μ m 滤膜，待测。

b) 苹果

称取试样 5.0g（精确到 0.01g）于 50mL 离心管中，加入 2mL 乙酸铵溶液震荡摇匀，加入 2g 氯化钠，15mL 乙腈，涡旋混匀 2min，于 4500r/min 离心 5min，将乙腈层转至 100mL 浓缩瓶中，残渣中加入 10mL 乙腈，重复提取两遍，合并乙腈，于 40°C 氮吹至近干，加入 2mL 35% 甲醇溶液，待净化。

4、净化

SPE 小柱：月旭 Welchrom® C18 小柱，规格：500mg/3mL

活化：5mL 甲醇，10mL 水，弃去

上样：全部上样，弃去

淋洗：3mL 水，弃去，压干

洗脱：5mL 洗脱剂，收集

洗脱液于 40°C 氮吹至近干，用甲醇定容至 1mL，过 0.22 μ m 滤膜，待测。

5、注意事项

1) 加标水平：5g 样中加入 100 μ L 10 μ g/mL 混合标准工作液，复溶至 1mL 上机，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 1mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18，4.6 \times 150mm,3 μ m

流动相：A：水-B：甲醇，梯度



流速：1mL/min

柱温：30°C

进样量：10 μ L

波长：260nm

梯度表：

时间/min	A%	B%
0	60	40
5	60	40
15	40	60
30	40	60

7、色谱图或者加标回收率结果

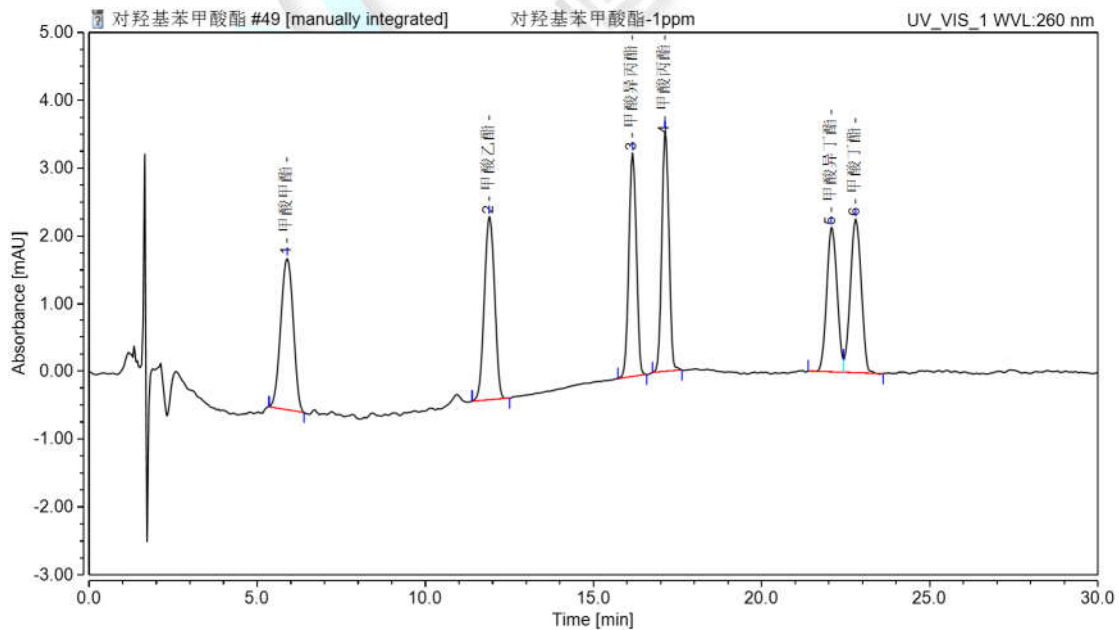


图 1. 对羟基苯甲酸酯混标 1mg/L 图谱



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼 邮编：201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%	EP	(USP)
对羟基苯甲酸甲酯	5.890	0.9662	2.25	18.27	0.96	1127
对羟基苯甲酸乙酯	11.903	0.9636	2.71	18.22	1.00	6733
对羟基苯甲酸异丙酯	16.158	0.8621	3.31	16.30	1.00	23336
对羟基苯甲酸丙酯	17.128	0.8724	3.55	16.50	1.05	29768
对羟基苯甲酸异丁酯	22.077	0.7672	2.14	14.51	n.a.	23102
对羟基苯甲酸丁酯	22.795	0.8564	2.28	16.20	n.a.	22173

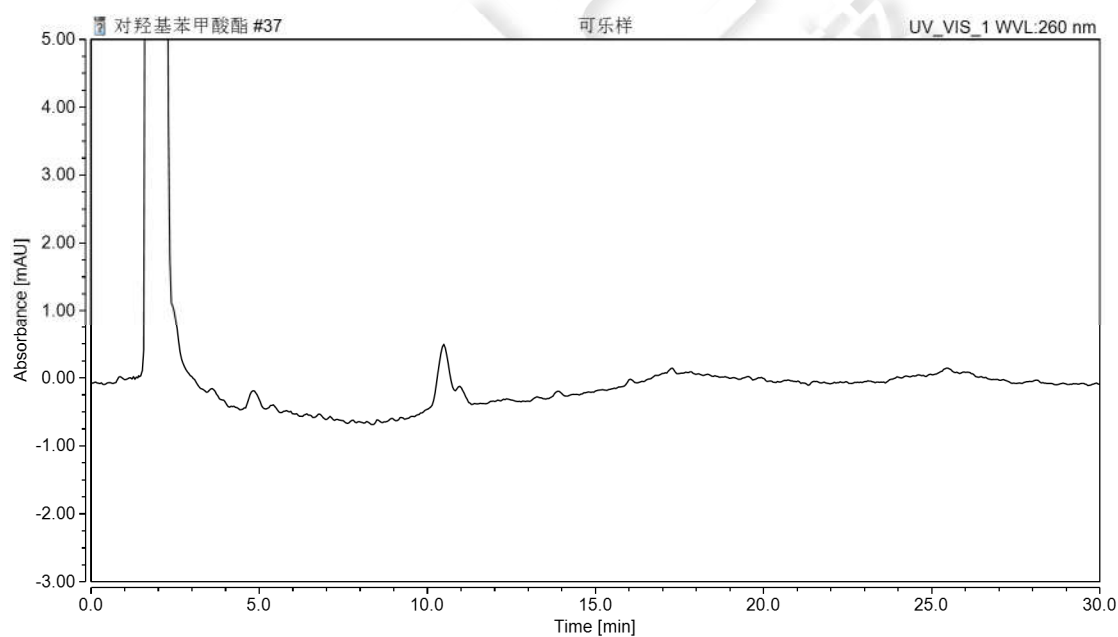


图 2.可乐样品空白图谱



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园·紫荆园10号楼 邮编:201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号 邮编:321000

Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu@welchmat.com

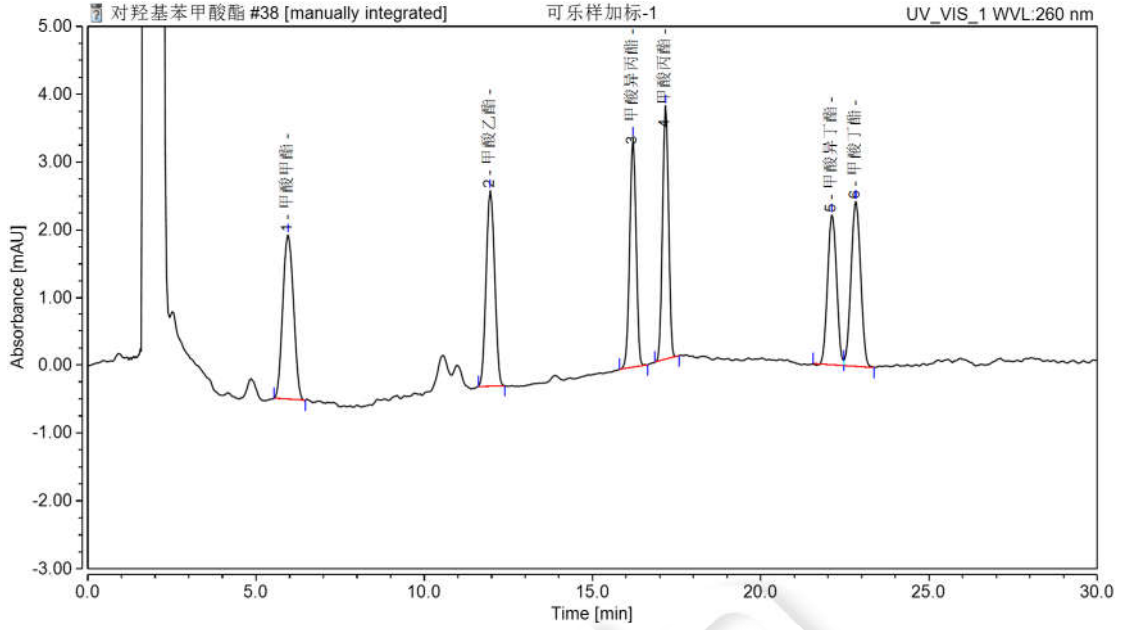


图 3. 可乐样加标 0.2mg/kg 图谱

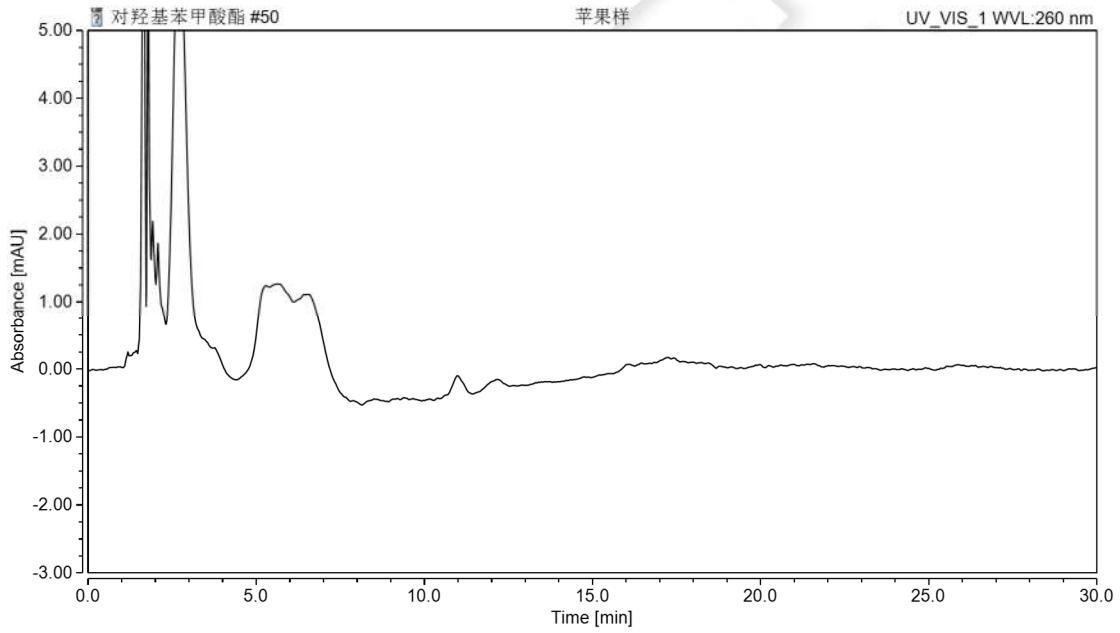


图 4. 苹果样品空白图谱



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼 邮编：201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

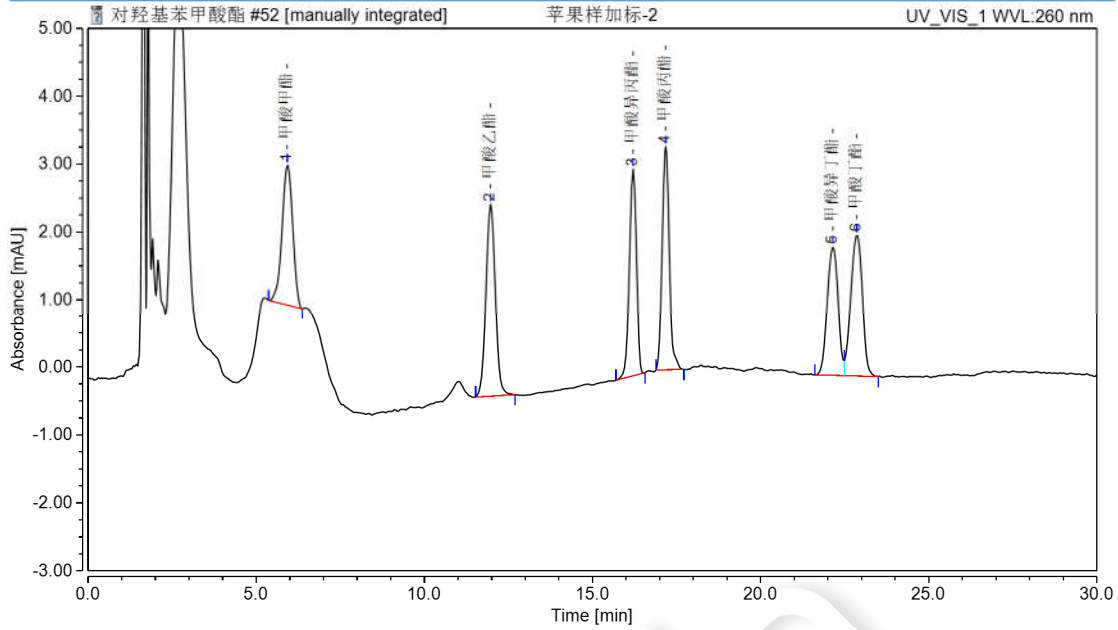


图 5.苹果样加标 0.2mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

基质	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率	RSD % (n=2)
可乐	对羟基苯甲酸甲酯	0.2	99%	4.74%
	对羟基苯甲酸乙酯		99%	2.79%
	对羟基苯甲酸异丙酯		97%	3.51%
	对羟基苯甲酸丙酯		96%	0.40%
	对羟基苯甲酸异丁酯		100%	5.16%
	对羟基苯甲酸丁酯		105%	4.96%
苹果	对羟基苯甲酸甲酯		76%	3.51%
	对羟基苯甲酸乙酯		88%	2.98%
	对羟基苯甲酸异丙酯		81%	3.94%
	对羟基苯甲酸丙酯		86%	1.73%
	对羟基苯甲酸异丁酯		88%	0.31%
	对羟基苯甲酸丁酯		91%	4.18%



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼 邮编：201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00504-11005	SPE 小柱	Welchrom® C18, 500mg/3mL,50pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-21041	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×150mm,3μm
00826-M168P250	对羟基苯甲酸甲酯	CAS:99-76-3
00826-E085P250	对羟基苯甲酸乙酯	CAS:120-47-8
	对羟基苯甲酸异丙酯	CAS:4191-73-5
00826-P252P250	对羟基苯甲酸丙酯	CAS:94-13-3
	对羟基苯甲酸异丁酯	CAS:4247-2-3
	对羟基苯甲酸丁酯	CAS:94-26-8



声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园·紫荆园 10 号楼 邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编: 321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com