

ICS 67.050

B20

T/NAIA

团 体 标 准

T/NAIA XXXX—2025

食品中肉桂酸钾的测定
高效液相色谱法

Determination of Potassium Cinnamate in Food by HPLC

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发 布

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。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监督管理总局重点实验室（枸杞及葡萄酒质量安全））、宁夏医科大学、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：李谦、王泽岚、张茹、高柱仙、李智、张雅洁、张小飞。

食品中肉桂酸钾的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了食品中肉桂酸钾测定的高效液相色谱法。

本文件适用于食品中肉桂酸钾的测定。

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实验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经水提取，高蛋白样品经蛋白沉淀剂沉淀蛋白，采用液相色谱分离、紫外检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

5 试剂与材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 亚铁氰化钾[K₄Fe(CN)₆•3H₂O]。

5.1.2 乙酸锌[Zn(CH₃COO)₂•2H₂O]。

5.1.3 甲酸(HCOOH)：色谱纯。

5.1.4 乙腈：色谱纯。

5.1.5 亚铁氰化钾溶液(92 g/L)：称取 106 g 三水合亚铁氰化钾，加水溶解，并定容至 1000 mL。

5.1.6 乙酸锌溶液(183 g/L)：称取 220 g 乙酸锌溶于少量水中，加入 30 mL 冰乙酸，用水定容至 1000 mL。

5.1.7 甲酸溶液(0.1%,V/V)：准确量取 1.0 mL 甲酸用水稀释并定容至 1000 mL，混匀。

5.2 标准品

肉桂酸钾标准物质：纯度不低于 99.0%，CAS 号：16089-48-8，分子式：C₉H₇KO₂。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液（1.0 mg/mL）：准确称取0.102 g(精确至0.0001 g)肉桂酸钾标准物质，用水溶解并定容至100 mL容量瓶中，避光冷藏贮存，保存期限为3个月。

5.3.2 标准工作溶液：准确吸取肉桂酸钾标准储备液 0.01 mL、0.02 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.0 mL 和 2.0 mL，用水定容至 10 mL，配制成质量浓度分别为 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列工作溶液。临用现配。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 6.2 分析天平：感量为 0.001 g 和 0.0001 g。
- 6.3 均质机。
- 6.4 涡旋混合器。
- 6.5 离心机：转速>8000 r/min。
- 6.6 超声波发生器。

7 分析步骤

7.1 试样制备

取多个预包装的饮料、液态奶等均匀样品直接混合；非均匀的液态、半固态样品用组织匀浆机匀浆；固体样品用研磨机充分粉碎并搅拌均匀。取其中的 200 g 装入玻璃容器中，密封，液体试样于 4°C 保存，其他试样于-18°C 保存。

7.2 试样提取

7.2.1 果汁饮料、茶饮料、功能饮料等

准确称取约 2 g (精确到 0.001 g) 试样于 50 mL 具塞离心管中，加水 25 mL，涡旋混匀，于 50 °C 水浴超声 20 min，冷却至室温后于 8000 r/min 离心 5 min，将水相转移至 50 mL 容量瓶中，于残渣中加水 20 mL，涡旋混匀后超声 5 min，于 8000 r/min 离心 5 min，将水相转移到同一 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。取适量上清液过 0.22 μm 滤膜，待液相色谱测定。

7.2.2 烘焙食品、调味品等

准确称取约 2 g (精确到 0.001 g) 试样于 50 mL 具塞离心管中，加水 25 mL，涡旋混匀，于 50 °C 水浴超声 20 min，冷却至室温后加亚铁氰化钾溶液 2 mL 和乙酸锌溶液 2 mL，混匀，于 8000 r/min 离心 5 min，将水相转移至 50 mL 容量瓶中，于残渣中加水 20 mL，涡旋混匀后超声 5 min，于 8000 r/min 离心 5 min，将水相转移到同一 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。取适量上清液过 0.22 μm 滤膜，待液相色谱测定。

7.2.3 含胶基的果冻、糖果等试样

准确称取约 2 g (精确到 0.001 g) 试样于 50 mL 具塞离心管中, 加水 25 mL, 涡旋混匀, 于 70°C 水浴加热溶解试样, 于 50°C 水浴超声 20 min, 之后的操作同 7.2.1。

7.3 仪器参考条件

- a) 色谱柱: C₁₈, 4.6 mm×250 mm, 粒径 5μm 或性能相当。
- b) 紫外检测波长: 280 nm。
- c) 柱温: 30°C。
- d) 流动相: 0.1%甲酸水+乙腈 (5.1.4) =50+50。
- e) 流速: 1.0 mL/min。
- f) 进样量: 10 μL。

7.4 标准曲线的制作

将 10 μL 系列标准工作液注入高效液相色谱仪, 测得目标化合物的峰面积, 以系列标准工作液的浓度为横坐标, 以目标化合物的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。标准溶液的色谱图见图 A.1。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入高效液相色谱仪中, 测得峰面积, 以保留时间定性。根据标准曲线得到待测液中目标化合物的浓度。

8 分析结果的表述

试样中肉桂酸钾含量按式 (1) 进行计算:

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000}$$

式中:

X ——试样中待测组分含量, 单位为克每千克 (g/kg) ;

c ——由标准曲线得出的试样液中待测物的质量浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL) ;

V ——试样定容体积, 单位为毫升 (mL) ;

m ——试样质量, 单位为克 (g) ;

1000——由 mg/kg 转换为 g/kg 的换算因子。

计算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

当取样量为 2g, 定容 50 mL 时, 肉桂酸钾的检出限为 0.0025 g/kg, 定量限为 0.005 g/kg。

附录 A
(资料性附录)

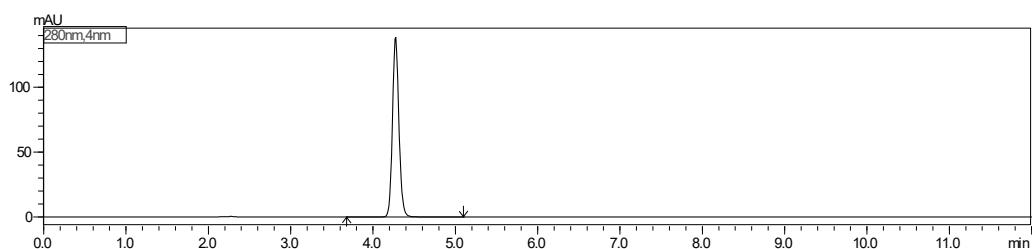


图 A.1 肉桂酸钾标准溶液液相色谱图