



# 中华人民共和国国家标准

GB 5009.249—2016

食品安全国家标准

铁强化酱油中乙二胺四乙酸铁钠的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国  
国家卫生和计划生育委员会 发布

## 前　　言

本标准代替 GB/T 21234—2007《铁强化酱油中乙二胺四乙酸铁钠的测定》。

本标准与 GB/T 21234—2007 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 铁强化酱油中乙二胺四乙酸铁钠的测定”;

——取消第二法 比色法;

——计算公式中含量以 mg/100 mL 表示。

# 食品安全国家标准

## 铁强化酱油中乙二胺四乙酸铁钠的测定

### 1 范围

本标准规定了铁强化酱油中乙二胺四乙酸铁钠的测定方法。

本标准适用于铁强化酱油中乙二胺四乙酸铁钠的测定。

### 2 原理

试样经甲醇沉淀,过滤,滤液稀释后,经反相高效液相色谱法分离,紫外检测器 254 nm 波长处检测,由色谱峰保留时间定性,外标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### 3.1 试剂

3.1.1 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ )。

3.1.2 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ):色谱纯。

3.1.3 四丁基氢氧化铵( $\text{C}_{16}\text{H}_{36}\text{N} \cdot \text{OH}$ )水溶液(40 g/100 mL)。

3.1.4 甲酸( $\text{HCOOH}$ )。

3.1.5 甲酸溶液(100 mL/L):吸取 5 mL 甲酸,用水定容至 50 mL。

3.1.6 甲醇水溶液(3+1):量取 750 mL 甲醇(3.1.1),加水 250 mL,混匀。

3.1.7 乙二胺四乙酸铁钠标准品( $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{FeN}_2\text{NaO}_8 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ):纯度 $\geqslant 99.0\%$ 。

#### 3.2 标准溶液的制备

3.2.1 乙二胺四乙酸铁钠标准贮备液(2.0 mg/mL):称取乙二胺四乙酸铁钠标准品 0.05 g(精确至 0.000 1 g),置于 25 mL 容量瓶中,用水溶解定容。此溶液应以棕色容量瓶配制,于冰箱中冷藏避光保存,推荐 15 日内使用。

3.2.2 乙二胺四乙酸铁钠标准中间液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):用甲醇水溶液(3.1.6)将 2.5 mL 乙二胺四乙酸铁钠标准贮备液定容至 50 mL。此溶液应以棕色容量瓶配制,于冰箱中冷藏避光保存。

3.2.3 乙二胺四乙酸铁钠标准工作液:分别吸取乙二胺四乙酸铁钠标准中间液 1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 于 50.0 mL 棕色容量瓶中,用水定容。此浓度即为 2.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、8.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、12.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、16.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,临用时配制。

### 4 仪器与设备

4.1 高效液相色谱仪,带有紫外检测器或二极管阵列检测器。

#### 4.2 天平:感量为 0.1 mg。

#### 4.3 pH 计: 精度为 0.01。

5 分析步骤

## 5.1 试样溶液的制备

吸取混匀后试样 2.50 mL, 置于 50.0 mL 棕色容量瓶中, 加甲醇水溶液(3.1.6)稀释至刻度, 摆匀。于避光处静置 50 min 后, 滤纸过滤。吸取滤液 5.00 mL, 置于 50 mL 棕色容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀, 用 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤, 即得试样溶液, 待上机测试用。

## 5.2 液相色谱参考条件

5.2.1 色谱柱: C<sub>8</sub> 柱, 4.6 mm × 150 mm, 5 μm, 或具同等性能的色谱柱。

5.2.2 流动相:吸取四丁基氢氧化铵水溶液(40 g/100 mL)3.3 mL 置于烧杯中,加水 130 mL,再用甲酸溶液(3.1.5)将 pH 调至 3.30,将此溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,加 125 mL 甲醇(3.1.2),用水稀释至刻度,摇匀,用 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤,脱气后使用。

### 5.2.3 流速: 1.0 mL/min。

#### 5.2.4 检测波长: 254 nm。

5.2.5 进样量:20  $\mu$ L。

### 5.3 标准曲线的绘制

将标准系列工作液(3.2.3)依次按 5.2 推荐色谱条件上机测定,记录色谱峰面积,色谱图参见附录 A。以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

#### 5.4 试样溶液的测定

将试样溶液(5.1)按5.2推荐色谱条件进样测定,从标准曲线中查得试样溶液相应的浓度。

## 6 分析结果的表述

试样中乙二胺四乙酸铁钠含量按式(1)计算:

式中：

$X$  ——试样中乙二胺四乙酸铁钠的含量,单位为毫克每百毫升(mg/100 mL);

$c_s$  ——试样溶液的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$f$  ——稀释倍数；

100 ——换算系数；

1 000 ——换算系数。

计算结果以重复性条件

主要在深海中生活的物种，如深海鮟鱇、深海鮋等。

## 8 其他

标准浓度的线性范围为  $2.0 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 20.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 定量限为  $40 \text{ mg}/100 \text{ mL}$ 。

附录 A  
乙二胺四乙酸铁钠标准溶液的液相色谱图

乙二胺四乙酸铁钠标准溶液(12.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )的液相色谱图见图 A.1。

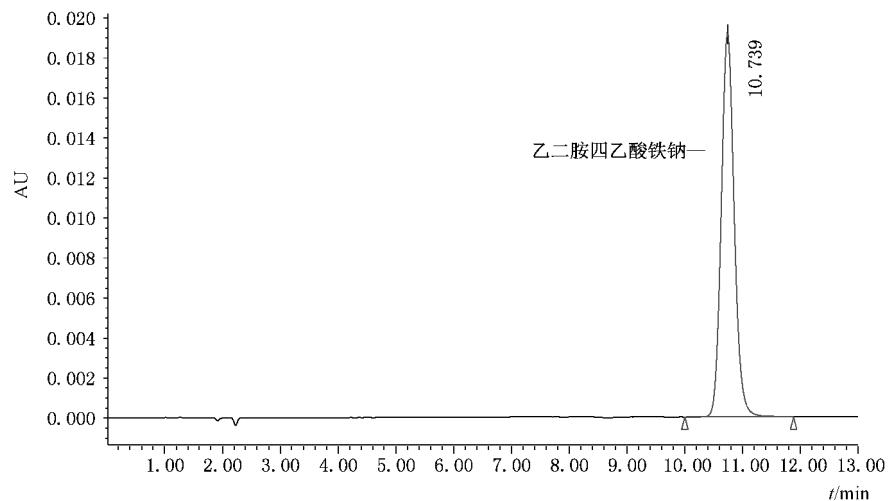


图 A.1 乙二胺四乙酸铁钠标准溶液的液相色谱图