



中华人民共和国国家标准

GB 5009.266—2016

食品安全国家标准 食品中甲醇的测定

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布
国家食品药品监督管理总局

前 言

本标准代替 GB/T 5009.48—2003《蒸馏酒与配制酒卫生标准的分析方法》、GB/T 15038—2006《葡萄酒、果酒通用分析方法》和 GB/T 394.2—2008《酒精通用分析方法》中甲醇的测定方法。

本标准与 GB/T 5009.48—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中甲醇的测定”;
- 修改了标准的适用范围;
- 修改了气相色谱的测定条件;
- 删除了原标准方法中的比色法。

食品安全国家标准

食品中甲醇的测定

1 范围

本方法规定了酒精、蒸馏酒、配制酒及发酵酒中甲醇的测定方法。

本方法适用于酒精、蒸馏酒、配制酒及发酵酒中甲醇的测定。

2 原理

蒸馏除去发酵酒及其配制酒中不挥发性物质,加入内标(酒精、蒸馏酒及其配制酒直接加入内标),经气相色谱分离,氢火焰离子化检测器检测,以保留时间定性,内标法定量。

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 规定的二级水。

3.1 试剂

乙醇(C_2H_6O):色谱纯。

3.2 试剂配制

乙醇溶液(40%,体积分数):量取 40 mL 乙醇,用水定容至 100 mL,混匀。

3.3 标准品

3.3.1 甲醇(CH_4O ,CAS 号:67-56-1):纯度 $\geq 99\%$ 。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.3.2 叔戊醇($C_5H_{12}O$,CAS 号:75-85-4):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 甲醇标准储备液(5 000 mg/L):准确称取 0.5 g(精确至 0.001 g)甲醇至 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液定容至刻度,混匀,0℃~4℃低温冰箱密封保存。

3.4.2 叔戊醇标准溶液(20 000 mg/L):准确称取 2.0 g(精确至 0.001 g)叔戊醇至 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液定容至 100 mL,混匀,0℃~4℃低温冰箱密封保存。

3.4.3 甲醇系列标准工作液:分别吸取 0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 甲醇标准储备液,于 5 个 25 mL 容量瓶中,用乙醇溶液定容至刻度,依次配制成甲醇含量为 100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、800 mg/L、1 000 mg/L 系列标准溶液,现配现用。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪,配氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

5 分析步骤

5.1 试样前处理

5.1.1 发酵酒及其配制酒

吸取 100 mL 试样于 500 mL 蒸馏瓶中,并加入 100 mL 水,加几颗沸石(或玻璃珠),连接冷凝管,用 100 mL 容量瓶作为接收器(外加冰浴),并开启冷却水,缓慢加热蒸馏,收集馏出液,当接近刻度时,取下容量瓶,待溶液冷却到室温后,用水定容至刻度,混匀。吸取 10.0 mL 蒸馏后的溶液于试管中,加入 0.10 mL 叔戊醇标准溶液,混匀,备用。

5.1.2 酒精、蒸馏酒及其配制酒

吸取试样 10.0 mL 于试管中,加入 0.10 mL 叔戊醇标准溶液,混匀,备用;当试样颜色较深,按照 5.1.1 操作。

5.2 仪器参考条件

仪器参考条件列出如下:

- a) 色谱柱:聚乙二醇石英毛细管柱,柱长 60 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μm,或等效柱;
- b) 色谱柱温度:初温 40 °C,保持 1 min,以 4.0 °C/min 升到 130 °C,以 20 °C/min 升到 200 °C,保持 5 min;
- c) 检测器温度:250 °C;
- d) 进样口温度:250 °C;
- e) 载气流量:1.0 mL/min;
- f) 进样量:1.0 μL;
- g) 分流比:20 : 1。

5.3 标准曲线的制作

分别吸取 10 mL 甲醇系列标准工作液于 5 个试管中,然后加入 0.10 mL 叔戊醇标准溶液,混匀,测定甲醇和内标叔戊醇色谱峰面积,以甲醇系列标准工作液的浓度为横坐标,以甲醇和叔戊醇色谱峰面积的比值为纵坐标,绘制标准曲线(甲醇及内标叔戊醇标准的气相色谱图见图 A.1)。

5.4 试样溶液的测定

将制备的试样溶液注入气相色谱仪中,以保留时间定性,同时记录甲醇和叔戊醇色谱峰面积的比值,根据标准曲线得到待测液中甲醇的浓度。

6 分析结果的表述

6.1 试样中甲醇的含量按式(1)计算:

$$X = \rho \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——试样中甲醇的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ ——从标准曲线得到的试样溶液中甲醇的浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

计算结果保留三位有效数字。

6.2 试样中甲醇含量(测定结果需要按 100%酒精度折算时)按式(2)计算:

$$X = \frac{\rho \times 100}{C \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X —— 试样中甲醇的含量,单位为克每升(g/L);
- ρ —— 从标准曲线得到的试样溶液中甲醇的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- C —— 试样的酒精度;
- 1 000 —— 换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

注: 试样的酒精度按照 GB 5009.225 测定。

7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

8 其他

方法检出限为 7.5 mg/L,定量限为 25 mg/L。

附 录 A
甲醇及内标叔戊醇标准的气相色谱图

甲醇及内标叔戊醇标准的气相色谱图见图 A.1。

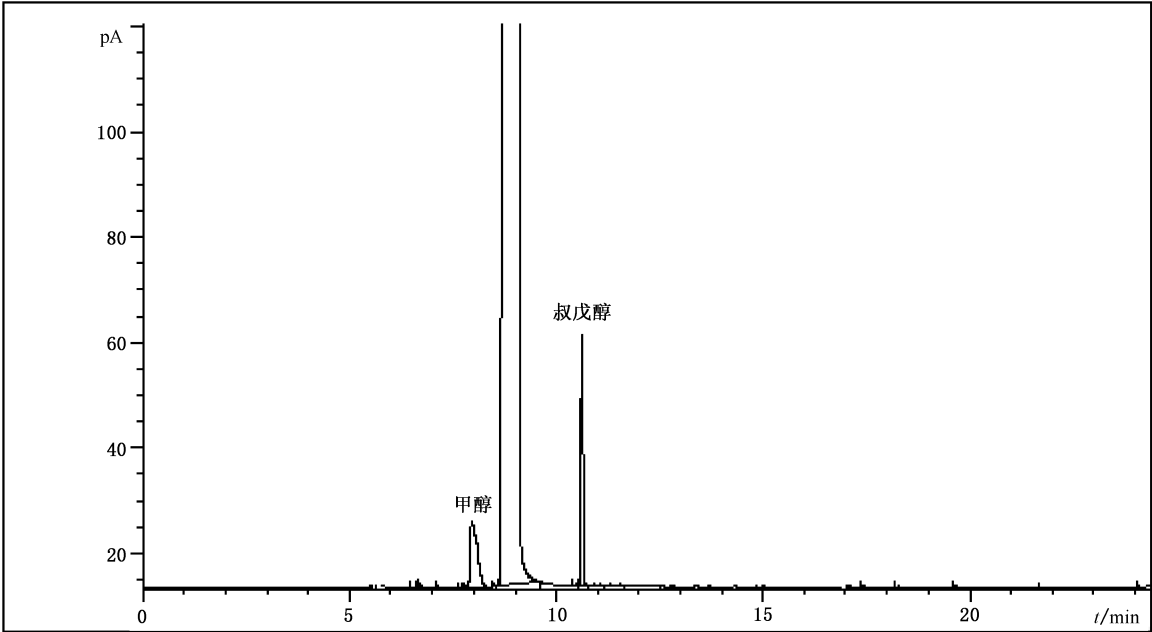


图 A.1 甲醇及内标叔戊醇标准的气相色谱图