



中华人民共和国国家标准

GB XXXX—XXXX

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

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国卫生部 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：

- 取消第二法 比色法；
- 计算公式中含量以mg/100 ml表示；
- 测定结果表述为保留小数点后一位。

本标准中附录A为资料性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 21234-2007。

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（ $C_{10}H_{12}FeN_2NaO_8 \cdot 3H_2O$ ）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。

4.1 甲醇（ CH_3OH ）：分析纯。

4.2 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。

4.3 40%四丁基氢氧化铵（ $C_{16}H_{36}N \cdot OH$ ）水溶液。

4.4 甲酸（ $HCOOH$ ）稀溶液：量取88 %甲酸适量，加水稀释10倍。

4.5 甲醇溶液（75 %）：量取 750 mL 甲醇（4.2），加水 250 mL，混匀。

4.6 乙二胺四乙酸铁钠标准品（ $C_{10}H_{12}FeN_2NaO_8 \cdot 3H_2O$ ）：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.7 乙二胺四乙酸铁钠标准溶液

4.7.1 乙二胺四乙酸铁钠标准储备液（2000 $\mu g/mL$ ）：精确称取 100 mg 乙二胺四乙酸铁钠标准品（4.6），置于 50 mL 棕色容量瓶中，加水溶解并定容至刻度。置于冰箱中冷藏避光保存，推荐 15 日内使用。

4.7.2 乙二胺四乙酸铁钠中间液（100 $\mu g/mL$ ）：准确吸取 2.50 mL 乙二胺四乙酸铁钠标准储备液（4.7.1），置于 50 mL 棕色容量瓶中，用甲醇溶液（4.5）稀释至刻度。置于冰箱中冷藏避光保存，推荐 15 日内使用。

4.7.3 乙二胺四乙酸铁钠标准曲线工作液：分别吸取乙二胺四乙酸铁钠标准中间液（4.7.2）1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL，置于 50 mL 棕色容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀，即得乙二胺四乙酸铁钠标准系列工作液，分别含乙二胺四乙酸铁钠的浓度为 2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0 $\mu g/mL$ 。临用时

配制。

4 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪，带紫外检测器。

5.2 天平：感量为 0.1 mg。

5.3 pH 计：精度为 0.01。

6 分析步骤

6.1 试样溶液的制备

吸取混匀后试样 2.50 mL，置于 50 mL 棕色容量瓶中，加 75 % 甲醇溶液（4.5）稀释至刻度，摇匀。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，摇匀，用 0.45 μm 滤膜过滤，即得试样溶液，待液相色谱法测定。

6.2 液相色谱参考条件

色谱柱：C₈ 柱，4.6 mm × 150 mm，5 μm，或具同等性能的色谱柱。

流动相：吸取 40 % 四丁基氢氧化铵水溶液（4.3）3.25 mL 置于烧杯中，加水 130 mL，再用甲酸稀溶液（4.4）将 pH 调至 3.30，将此溶液转移至 1000 mL 容量瓶中，加 125 mL 甲醇（4.2），用水稀释至刻度，摇匀，用 0.45 μm 滤膜过滤，脱气后使用。

流速：1.0 mL/min。

检测波长：254 nm。

进样量：20 μL。

6.3 标准曲线的制备

分别吸取标准曲线工作液（4.7.3）20 μL 注入液相色谱仪中，测得峰高（或峰面积）。以峰高（或峰面积）为纵坐标，以标准曲线工作液浓度为横坐标，绘制标准曲线，或计算线性回归方程。

6.4 试样溶液的测定

吸取试样溶液 20 μL 注入液相色谱仪中（色谱图参见附录 A），测得峰高（或峰面积），根据标准曲线或线性回归方程得到试样溶液中乙二胺四乙酸铁钠的浓度，平行测定次数不少于两次。

7 分析结果的表述

试样中乙二胺四乙酸铁钠含量按 (1) 式计算：

$$X = \frac{c_s \times V_l \times 50 \times 100}{\dots\dots\dots(1)}$$

$$V \times 5 \times 1000 \times 100$$

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 ——由标准曲线或线性回归方程获得的乙二胺四乙酸铁钠含量，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_f ——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

V ——试样的取样体积，单位为毫升（mL）；

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，结果保留小数点后一位。

8 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 %。

9 其他

本标准检出限为 0.030 $\mu\text{g/mL}$ 。

附录 A
(资料性附录)
铁强化酱油试样溶液的液相色谱图

A.1 铁强化酱油试样溶液的液相色谱图

铁强化酱油试样溶液参考液相色谱图见图A.1。

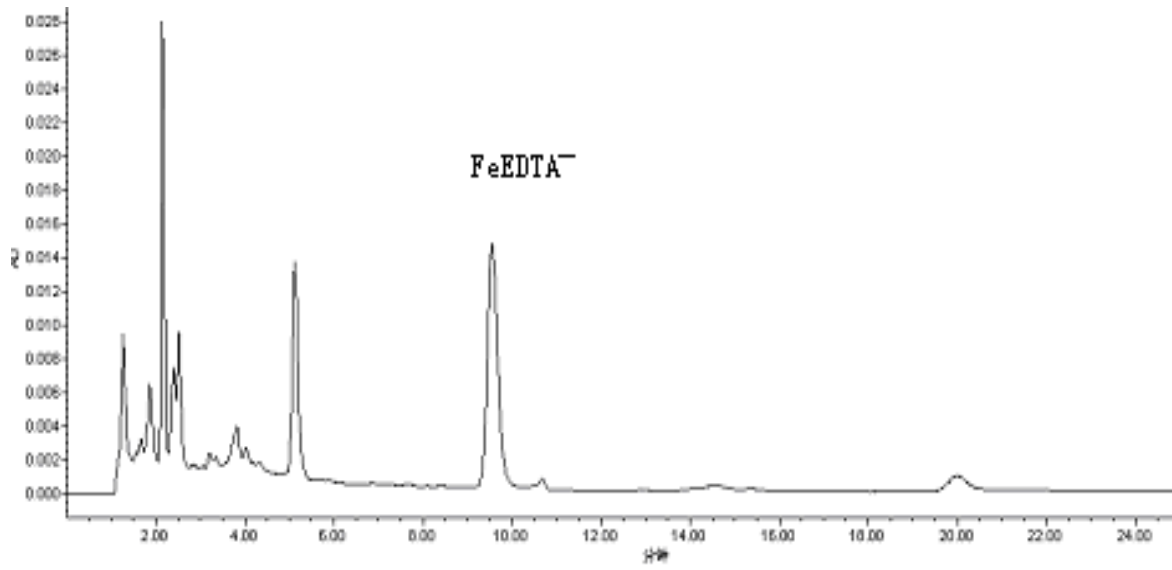


图 A.1 铁强化酱油试样溶液参考液相色谱图