ICS 67.05
CCS X04

QB

中 华 人 民 共 和 国 轻 工 行 业 标 准

QB/T XXXXX—XXXX

食品中5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和5-甲基呋喃醛含量的测定 高效液相色谱法

Determination of 5-hydroxymethylfurfural, furfural, 2-acetylfuran and 5-methylfurfural in food—HPLC method

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

工业和信息化部标准报批公示

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国特殊食品标准化技术委员会（SAC/TC466）归口。

本文件起草单位：光明乳业股份有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司、南宁海关技术中心、华测检测认证集团股份有限公司、深圳深检集团医学检验实验室、黑龙江飞鹤乳业有限公司、中粮营养健康研究院有限公司、北京电子科技职业学院、浙江养生堂天然药物研究所有限公司、中山洪力健康食品产业研究院有限公司、中山市日威食品有限公司、天津科技大学。

本文件主要起草人：游春苹、刘振民、蔡翔宇、周璇、肖伟敏、沙福佳、谢云峰 、陈亮、高红波、黄志明、龚启宙、罗紫明、刘冰、张锋华、邢倩倩、仇凯、刘阳晴雪、史晓梅、东思源 、王校冬、张宇聪。

本文件为首次发布。

工业和信息化部标准报批公示

食品中5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和5-甲基呋喃醛含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了用高效液相色谱法测定食品中5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和5-甲基呋喃醛含量的原理、试剂和材料、分析步骤、结果计算、精密度和检测限和定量限。

本文件适用于乳及乳制品、含乳饮料、婴幼儿配方食品、特殊医学用途配方食品、婴幼儿辅助食品、运动营养食品及辅食营养补充品中5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和5-甲基呋喃醛含量的测定。

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于本文件；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试验方法

3 原理

试样中5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和5-甲基呋喃醛经草酸溶液提取后，采用C18色谱柱分离，液相色谱仪-紫外检测器检测，外标法进行定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯。

4.1.2 三氯乙酸（$C_2HCl_3O_2$）。

4.1.3 草酸（$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$）。

4.2 试剂配制

4.2.1 三氯乙酸溶液 A（400 g/L）：称取 40.0 g 三氯乙酸（4.1.2）加入适量水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，定容混匀，临用现配。

4.2.2 三氯乙酸溶液 B（40 g/L）：称取 4.0 g 三氯乙酸（4.1.2）加入适量水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，定容混匀，临用现配。

4.2.3 草酸溶液（0.15 mol/L）：称取 18.9 g 草酸（4.1.3），用适量水溶解，转移至 1 000 mL 容量瓶中，定容混匀，临用现配

4.3 标准品

4.3.1 5-羟甲基糠醛（$C_6H_6O_3$）：CAS 号：67-47-0 纯度不小于 98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.3.2 糠醛（$C_5H_4O_2$）：CAS 号：98-01-1 纯度不小于 98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标

准品。

4.3.3 2-乙酰基呋喃（$C_6H_6O_2$）：CAS 号：1192-62-7 纯度不小于 99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.3.4 5-甲基呋喃醛（$C_6H_6O_2$）：CAS 号：620-02-0 纯度不小于 98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛混合标准储备液（200 mg/L）：分别称取 20 mg（精确至 0.1 mg）各标准物质，加入适量水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，定容至刻度，混匀。置于 4 ℃条件下保存，30 天内使用。

4.4.2 5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛混合标准中间液（10.0 mg/L）：准确量取 5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛混合标准储备液（4.4.1）5.0 mL, 转移至 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀，临用现配。

4.4.3 5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛混合标准系列工作液：准确量取 0.10 mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL 的 5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛混合标准中间液（4.4.2）于 10 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。配成 0.1 μg/mL、0.25 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL 的混合标准系列工作液，临用现配。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。
5.2 液相色谱柱：C_{18}色谱柱（3.0 mm×150 mm，3.5 μm）或性能相当者。
5.3 分析天平：感量 0.1 mg 和 0.01 g。
5.4 离心机：转速≥6000 r/min。
5.5 恒温水浴锅：温度范围室温至 100℃或性能相当者。
5.6 超声震荡器：超声波频率 20kHz 至 100kHz 或性能相当者。
5.7 有机微孔滤膜：0.45 μm。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 液态乳前处理

称取15.0 g 试样（精确至0.01 g）于50 mL离心管中，加入草酸溶液（4.2.3）5 mL，95 ℃水浴加热25 min，冷却至室温25℃；然后加入三氯乙酸溶液A（4.2.1）3 mL，振荡10 min后，6000 r/min离心15 min；移取上清液至25 mL容量瓶，滤渣中加入三氯乙酸溶液 B（4.2.2）5 mL，振荡10 min后，6000 r/min离心15 min；上清液合并，使用三氯乙酸溶液B（4.2.2），定容至刻度；取适量液体，经0.45 μm有机微孔滤膜过滤，供高效液相色谱仪分析。

6.1.2 乳基粉状样品前处理

称取2.0 g试样（精确至0.01 g）于50 mL离心管中，加水至15.0 g并超声溶解，加入草酸溶液（4.2.3）5 mL，以下处理方式同5.1.1。

6.1.3 奶酪和炼乳前处理

称取1.0 g试样（精确至0.01 g）于250 mL烧杯中，加200 mL水，超声30 min ，然后振荡20 min，转移到250 mL（V_1）容量瓶中定容至刻度，移取15.0 mL（V_2）样品，加入草酸溶液（4.2.3）5 mL，以下处理方式同5.1.1。

6.1.4 空白实验

除不添加试样外，对应的样品均按5.1.1、5.1.2、5.1.3中所述操作步骤进行。

6.2 液相色谱参考条件

6.2.1 流动相：A 为乙腈，B 为水。

6.2.2 流量：0.6 mL/min。

6.2.3 检测波长：280 nm。

6.2.4 柱温：30 ℃。

6.2.5 进样量：5 μL。

6.2.6 梯度洗脱条件，应符合表 1 规定。

表1 梯度洗脱程序表

时间/min	A/%	B/%
0	5	95
18	65	35
20	95	5
22	95	5
23	5	95
28	5	95

6.3 定性分析

根据5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和5-甲基呋喃醛各标准品的保留时间，与待测试样的保留时间进行定性，定性色谱见附录A。

6.4 外标法定量

将5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和5-甲基呋喃醛混合标准系列工作液（4.4.3）分别注入液相色谱仪中，测定各糠醛类组分的峰面积，以各糠醛组分的质量浓度为横坐标，各糠醛组分的峰面积为纵坐标，分别绘制各糠醛组分的标准工作曲线。

6.5 试样溶液的测定

将处理后的试样溶液（5.1）注入液相色谱仪中，得到各糠醛类化合物的峰面积，根据标准工作曲线得到待测液中各糠醛类化合物的浓度。

7 结果计算

7.1 液态乳和乳基粉状样品中各待测组分含量按公式（1）计算：

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 10} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

w ——试样中各待测组分的含量，单位为毫克每百克（mg/100 g）；

ρ ——从标准工作曲线上得到的待测液中各待测组分含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0——从标准工作曲线上得到的试剂空白溶液含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——样品最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

10 ——单位转换系数。

计算结果保留至小数点后两位。

7.2 奶酪和炼乳样品中各待测组分的含量按式（2）计算：

$$w = \frac{(\rho-\rho_0)\times V_1\times V}{m\times V_2\times 10} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：

w ——试样中各待测组分含量，单位为毫克每百克（mg/100 g）；

ρ ——从标准工作曲线上得到的待测液中各待测组分含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0——从标准工作曲线上得到的试剂空白溶液含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——样品最终定容体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——移取样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

10 ——单位转换系数。

计算结果保留至小数点后两位。

8 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

9 检测限和定量限

液态产品称取量为 15.0 g 时，5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛的检出限和定量限分别为 0.25 μg/100 g 和 0.83 μg/100 g。

乳基粉状产品称取量为 2.0 g 时，5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛的检出限和定量限分别为 1.88 μg/100 g 和 6.22 μg/100 g。

其他类型产品称取量为 1.0 g 时，5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛的检出限和定量限分别为 62.5 μg/100 g 和 207.5 μg/100 g。

工业和信息化部标准报批公示

附 录 A
（资料性）
各糠醛类组分标准品和样品的色谱图

各糠醛类组分标准品和样品的色谱图见图A.1和图A.2。

图 A.1 5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基呋喃醛标准品的色谱图

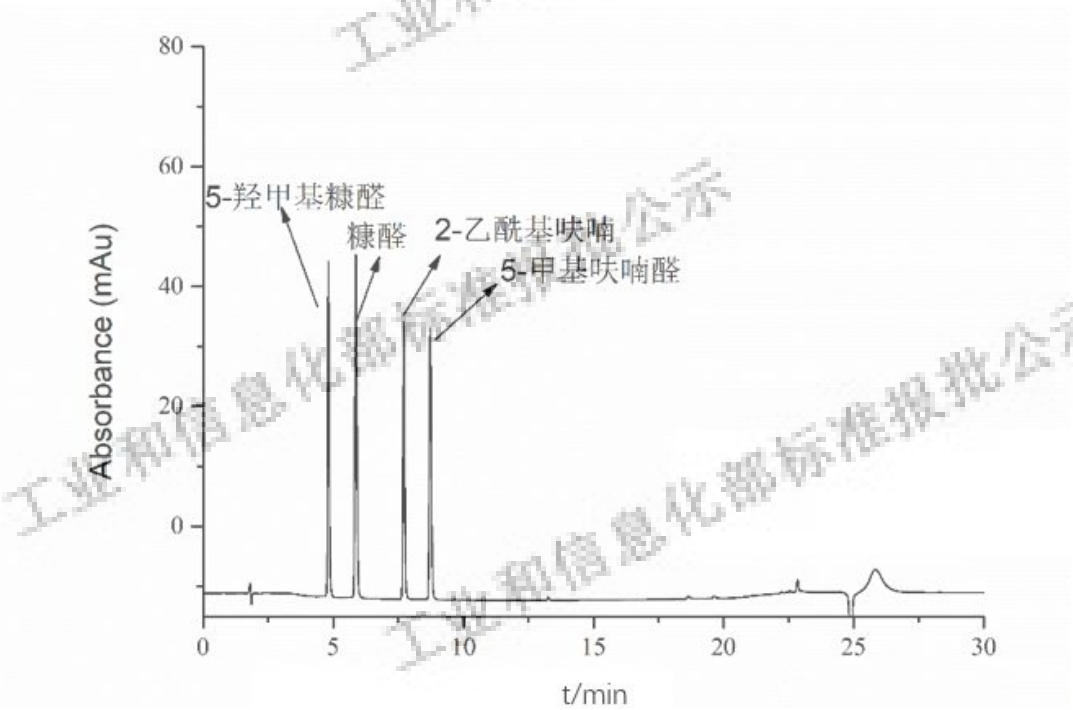
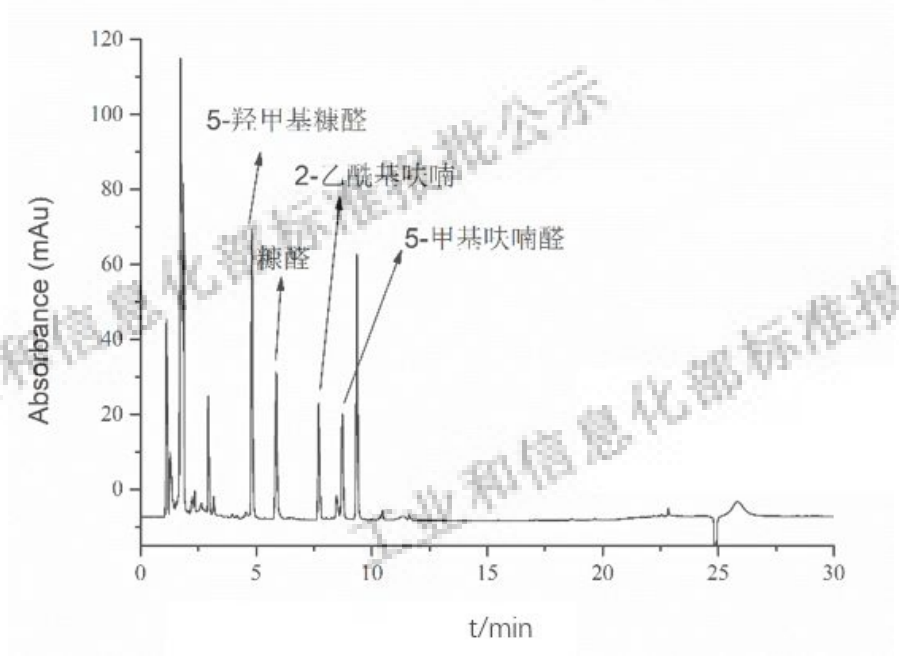
图 A.2 样品中 5-羟甲基糠醛、糠醛、2-乙酰基呋喃和 5-甲基糠醛的色谱图