

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3870—2014

出口饮料和酒中一氯乙酸含量的测定 气相色谱法

Determination of monochloroacetic acid in drinks and alcoholic
beverages for export—GC method

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈章捷、陈金凤、陈健、钱疆、杨方、钟坚海。

出口饮料和酒中一氯乙酸含量的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了出口饮料和酒中一氯乙酸含量的测定方法。

本标准适用于矿泉水、茶饮料、含乳饮料、果汁、可乐、啤酒、葡萄酒、黄酒中一氯乙酸含量的气相色谱法测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

在酸性条件下($\text{pH} < 0.5$),以含1,2-二溴丙烷(1,2-DBP)内标的甲基叔丁基醚萃取样品中的一氯乙酸,萃取液用硫酸酸化的甲醇溶液衍生,使一氯乙酸形成一氯乙酸甲酯,用气相色谱毛细管柱分离,电子捕获检测器(ECD)测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 亚铁氰化钾。

4.2 乙酸锌。

4.3 冰醋酸。

4.4 硫酸($\rho_{20} = 1.84 \text{ g/mL}$):优级纯。

4.5 甲醇:液相色谱级。

4.6 无水硫酸钠:650 °C灼烧4 h,在干燥器中冷却至室温,储于密封瓶中备用。

4.7 碳酸氢钠。

4.8 1,2-二溴丙烷(1,2-DBP)。

4.9 甲基叔丁基醚:液相色谱级。

4.10 亚铁氰化钾溶液:称取106.0 g亚铁氰化钾(4.1),用水溶解,并稀释至1 000 mL。

4.11 乙酸锌溶液:称取220.0 g乙酸锌(4.2),先加30 mL冰醋酸(4.3)溶解,用水稀释至1 000 mL。

4.12 内标萃取液:称取15.0 mg内标物质1,2-DBP(4.8),用甲基叔丁基醚(4.9)定容至50 mL,配制成内标储备液,浓度为300 mg/L;再取50 μL 内标储备液,用甲基叔丁基醚定容至50 mL,配制成内标萃取液,浓度为300 $\mu\text{g/L}$ 。

4.13 硫酸-甲醇溶液(1+9,体积比):移取5 mL硫酸(4.4)缓慢地滴入预先装有45 mL甲醇(4.5)放在冰水浴中的100 mL三角烧瓶中,待温度冷却至室温后使用,临用现配。