

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4677—2016

### 出口食品中偶氮甲酰胺的测定方法 高效液相色谱法

Determination of azodicarbonamide in foods for export—HPLC method

2016-12-12 发布

2017-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
出口食品中偶氮甲酰胺的测定方法  
高效液相色谱法

SN/T 4677—2016

\*

中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
总编室:(010)68533533

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2017 年 11 月第一版 2017 年 11 月第一次印刷  
印数 1—500

\*

书号: 155066 · 2-32204 定价 14.00 元

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国重庆出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：王俊苏、彭涛、刘念源、关天横、王国民、唐伯彬、郑晓玲。

## 出口食品中偶氮甲酰胺的测定方法

### 高效液相色谱法

#### 1 范围

本标准规定了出口面粉中偶氮甲酰胺的高效液相色谱测定方法。  
本标准适用于面粉中偶氮甲酰胺的测定。

#### 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。凡是注日期的引用文件,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 方法提要

样品经丙酮超声提取后,脱脂,高效液相色谱-二极管阵列检测器检测,基质匹配标准工作曲线外标法定量。

#### 4 试剂材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 丙酮:色谱纯。

4.2 正己烷:色谱纯。

4.3 磷酸。

4.4 磷酸氢二钾。

4.5 0.02%磷酸氢二钾溶液:准确称取 0.2 g 磷酸氢二钾,加水溶解并定容至 1 L,用磷酸(4.3)调节 pH 至 2.4。

4.6 0.5%磷酸氢二钾溶液:准确称取 0.5 g 磷酸氢二钾,加水溶解并定容至 100 mL。

4.7 偶氮甲酰胺标准物质: CAS 号 123-77-3,分子式  $C_2H_4N_4O_2$ , 相对分子质量 116.1。

4.8 偶氮甲酰胺标准储备溶液:准确称取适量偶氮甲酰胺标准物质,用温水(60 °C~70 °C)超声溶解并稀释成浓度为 100 mg/L 的标准储备溶液。

4.9 偶氮甲酰胺标准工作溶液:根据需要用水稀释成适当浓度的标准工作溶液。

4.10 微孔滤膜:0.45 μm,水相。

#### 5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配二极管阵列检测器。

5.2 电子天平:感量为 0.000 1 g 和 0.01 g。

5.3 离心机:转速不低于 7 500 r/min。

SN/T 4677—2016

- 5.4 旋转蒸发仪。  
 5.5 振荡器。  
 5.6 涡旋混合器。  
 5.7 离心管:聚丙烯,具塞,50 mL。

## 6 分析步骤

### 6.1 提取

称取 2.00 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管(5.7)中,加 10 mL 丙酮(4.1),振荡提取 15 min,以 7 500 r/min 的转速离心 5 min,将丙酮层小心取出到 100 mL 旋蒸瓶中。残留物再用 10 mL 丙酮重复提取一次。合并提取液于上述旋蒸瓶中,40 ℃下旋转蒸发至干,用 5 mL 0.5%磷酸氢二钾溶液(4.6)溶液溶解,再加入 5 mL 正己烷(4.2)涡旋 1 min 脱脂,静置分层后,取下层溶液过 0.45 μm 滤膜(4.10),备用。

### 6.2 高效液相色谱条件

高效液相色谱条件如下:

- 色谱柱: C<sub>18</sub> 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),或相当者。
- 流动相: 0.02%磷酸氢二钾溶液(4.5)。
- 流速: 0.5 mL/min。
- 检测波长: 245 nm。
- 柱温: 30 ℃。
- 进样量: 50 μL。

### 6.3 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

### 6.4 基质匹配标准工作曲线绘制

分别准确称取空白面粉 2.00 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 具塞离心管中,分别添加 0.4 mg/L, 2 mg/L, 4 mg/L, 8 mg/L, 18 mg/L, 36 mg/L 偶氮甲酰胺标准工作溶液(4.9),按照 6.1 进行分析,得到基质匹配标准工作溶液。基质匹配标准工作溶液和试样中偶氮甲酰胺的响应值均应在仪器线性范围内。将系列基质匹配标准工作溶液依次按上述色谱条件测定,记录色谱峰面积。以色谱峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,绘制基质匹配标准工作曲线。

### 6.5 测定

根据保留时间定性,外标法定量。偶氮甲酰胺标准品的高效液相色谱图参见附录 A 中图 A.1。在上述色谱条件下,偶氮甲酰胺的保留时间约为 3.9 min。试样溶液的分析应在 4 h 内完成。

## 7 结果计算与表达

结果用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中偶氮甲酰胺的含量:

$$X = \frac{A \times C \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$



式中：

$X$  ——试样中偶氮甲酰胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

$A$  ——样液中偶氮甲酰胺的峰面积；

$C$  ——基质匹配标准工作溶液中偶氮甲酰胺的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$  ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL)；

$A_s$  ——基质匹配标准工作溶液中偶氮甲酰胺的峰面积；

$m$  ——最终样液代表的试样量,单位为克(g)。

注：计算结果需扣除空白值。

8 定量限和回收率

8.1 定量限

本方法偶氮甲酰胺的定量限为 1.0 mg/kg。

8.2 回收率

样品的添加浓度及回收率的实验数据见表 1。

表 1 添加浓度及回收率的实验数据

样品名称	添加水平 mg/kg	回收率范围 %
面粉	1	76.0~101.0
	5	86.2~103.8
	45	91.7~103.0
	90	86.9~96.1

SN/T 4677—2016

附 录 A

(资料性附录)

偶氮甲酰胺标准品的高效液相色谱图

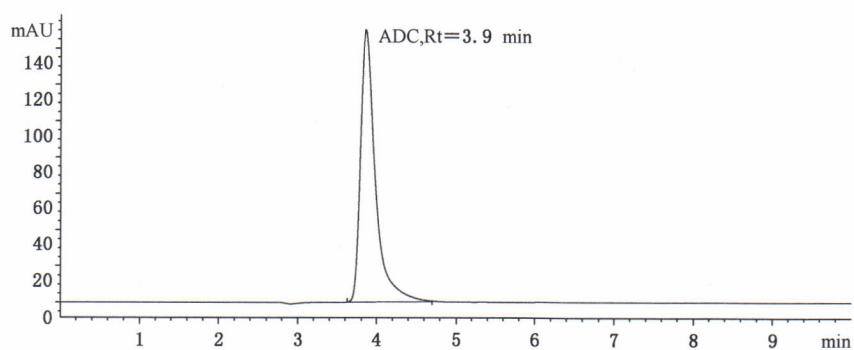


图 A.1 偶氮甲酰胺标准品的高效液相色谱图(20 mg/L)



SN/T 4677-2016

书号:155066 • 2-32204

定价: 14.00 元