|  |  |
| --- | --- |
| ICS  |       |
| CCS  |       |

|  |
| --- |
|  43 |

湖南省地方标准

DB 43/T XXXX—2025

调味面制品中苯酚残留量的测定

Determination of phenol residues in seasoned noodle products

2025 - XX - XX发布

2025 - XX - XX实施

湖南省市场监督管理局  发布

目次

[前言 II](#_Toc157007958)

[1 范围 1](#_Toc157007959)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc157007960)

[3 术语和定义 1](#_Toc157007961)

[4 原理 1](#_Toc157007962)

[5 试剂与材料 1](#_Toc157007963)

[6 仪器和设备 2](#_Toc157007964)

[7 分析步骤 2](#_Toc157007965)

[8 结果计算 3](#_Toc157007966)

[9 精密度 3](#_Toc157007967)

[10 检出限和定量限 3](#_Toc157007968)

[附录A（资料性）苯酚（浓度：1.0mg/L）标准品的液相色谱图 4](#_Toc157007969)

1. 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。

本文件由湖南省市场监督管理局提出。

本文件由湖南省食品标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖南省产商品质量检验研究院、中南林业科技大学、湖南英氏营养食品有限公司、长沙市食品药品检验所、长沙县综合检测中心、常德市食品检验所、广电计量检测（湖南）有限公司、湖南省产商品评审中心。

本文件主要起草人：陈同强、吴伟、袁凤君、吴晓娟、李灿、上官佳、李政、袁列江、吴海智、钟文涛、向俊、梁锋、王淑霞、荆辉华、宋阳、戴志勇、何海琴、李莎、梁军、王淑好、文欣、刘超、彭国泰、邹子爵、唐文杰、杨芳、彭小悦、何浩、李璐、肖剑峰、黄雄伟、廖标、刘厚、李易安、贺燕、王晓庆。

调味面制品中苯酚残留量的测定

* 1. 范围

本文件规定了调味面制品中苯酚残留量测定的原理、试剂与材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、精密度、检出限和定量限等内容。

本文件适用于调味面制品中苯酚残留量的测定。

* 1. 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

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试样用水溶解,经过滤的试样水溶液通过反相液相色谱柱洗脱，苯酚用配有荧光检测器的高效液相色谱仪测定,外标法定量。

* 1. 试剂与材料
		1. 通用要求

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。

* + 1. 试剂

5.2.1 甲醇（CH4O）：色谱纯。

5.2.2 乙腈（C2H3N）：色谱纯。

* + 1. 试剂配制

 30 %乙腈溶液：取乙腈300 mL，加入700 mL水中，混匀。

* + 1. 标准品

苯酚（C6H5OH，CAS号: 108-95-2)：纯度>99.0 %，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

* + 1. 标准溶液配制

苯酚标准储备溶液(1000 mg/L)：准确称取苯酚标准品0.1000 g（精确到0.0001 g），用30 %乙腈（5.3）溶解并定容至100 mL，混匀，配制成1000 mg/L的苯酚标准储备液，于4 ℃下避光贮存一周。

苯酚标准中间溶液(10 mg/L)：准确吸取苯酚标准储备溶液1.00 mL于100 mL容量瓶中，用30 %乙腈（5.3）稀释至刻度，混匀，配制成10 mg/L的苯酚标准中间溶液。临用现配。

苯酚标准系列工作溶液：准确吸取苯酚标准中间溶液0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00mL、5.00mL和10.00 mL，用30 %乙腈（5.3）定容至100 mL，配制成质量浓度分别为0 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L和1.00 mg/L的苯酚标准系列工作溶液。临用现配。

* 1. 仪器和设备

高效液相色谱仪：配荧光检测器。

电子天平：感量0.0001 g。

容量瓶：100 mL 。

移液器或移液管：1 mL、5 mL和10 mL。

涡旋混合器。

离心机：≥5000 r/min。

具塞离心管：50 mL。

超声波清洗器。

0.22 μm有机滤膜。

* 1. 分析步骤
		1. 试样制备

取多个预包装的样品，用研磨机充分粉碎并搅拌均匀；取其中的200 g装入洁净的容器内，密封冷藏保存，长期备用-18℃保存。

* + 1. 提取

准确称取约5 g（精确到0.0001g）试样至50 mL具塞离心管中，加30 %乙腈（5.3）约20 mL，涡旋混匀，超声提取20 min后于5000 r/min离心5 min，将上清液转移至50 mL容量瓶中，残渣再加入20 mL30 %乙腈（5.3），涡旋混匀后超声提取10 min后，于5000 r/min离心5 min后转移至同一50 mL容量瓶，用30 %乙腈（5.3）定容至刻度，混匀。取上清液过0.22μm有机滤膜，待液相色谱测定。

* + 1. 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a）色谱柱：C18柱(150 mm×4.6 mm×5 μm)，或相当者；

b）流动相：乙腈+水溶液（体积比30:70）；

c）流速：1 mL/min；

d）柱温：35 ℃；

e）检测波长：激发波长270 nm，发射波长295 nm；

f）进样量：20 μL。

* + 1. 标准工作曲线绘制

按照7.3的液相色谱参考条件，将苯酚标准系列工作溶液（5.5.3）分别注入高效液相色谱仪中，测定相应的峰面积。以苯酚标准系列工作溶液的质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。求回归方程和相关系数。

在上述色谱条件下，苯酚保留时间约为10.05 min。苯酚标准品液相色谱图见附录A。

* + 1. 试样测定

按照7.3的液相色谱参考条件，将试样溶液注入高效液相色谱仪中，得到相应的苯酚的色谱峰面积，根据标准曲线计算得到试样溶液中苯酚的浓度。

* + 1. 空白试验

除不加试样外,空白试验应与试样测定平行进行,并采用相同的分析步骤分析。

1. 结果计算

试样中苯酚的含量按式（1）计算：

$X=\frac{c × V}{m} $ ……………………………………………………………… (1)

式中：

*X* ———试样中苯酚的含量，单位为克每千克（mg/kg）；

*c* ———由标准曲线得出的试样中苯酚的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*V*  ———试样定容体积，单位为毫升（mL）；

*m* ———试样质量，单位为克（g）。

计算结果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，结果保留至小数点后三位。

1. 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 %。

10 检出限和定量限

方法的检出限为0.02 mg/kg，定量限为0.05 mg/kg。

1.
2. （资料性）
苯酚标准品液相色谱图

 图A.1给出了苯酚（浓度：1.0mg/L）标准品液相色谱图。



图A.1苯酚（浓度：1.0mg/L）标准品液相色谱图

