GB5009.31-2016 对羟基苯甲酸加标回收率的个人见解

阚士超

(新泰市检验检测中心 山东省泰安市 271200)

摘要: 国标 GB5009. 31-2016 食品中对羟基苯甲酸酯类的测定,做加标回收率实验的时候,很容易出现计算错误,导致回收率无法达标。针对回收率的计算问题展开讨论。 **关键词:** 对羟基苯甲酸: 回收率

加标回收率是所有检验检测工作中必须要做的一项工作,用检测出的质量除以加标的质量, 看是不是在国标要求的范围之间。

在 GB5009.31-2016 中,做加标回收率实验,使用对羟基苯甲酸酯类四种混合标准溶液对样品进行加标,假如标准溶液浓度为 C1,加标体积是 V,则加标质量 m=C1*V。

然后使用气相色谱进行检测,分别得出样品中的对羟基苯甲酸酯类的浓度为 C0,加标后的对羟基苯甲酸酯类的浓度为 C,体积都是 V,这时候怎么计算回收率呢?

国标公式为 X=(c×V ×f)/m

试样中对羟基苯甲酸含量按式(1)计算:

 $X = \frac{c \times V \times f}{m} \tag{1}$

式中:

 X_i ——试样中对羟基苯甲酸的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——由标准曲线计算出进样液中对羟基苯甲酸酯类的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

f ——对羟基苯甲酸酯类转换为对羟基苯甲酸的换算系数;

m ——试样质量,单位为克(g)。

说明: 0.907 8— 对羟基苯甲酸甲酯转换为对羟基苯甲酸的换算系数; 0.831 2— 对羟基苯甲酸乙酯转换为对羟基苯甲酸的换算系数; 0.766 5— 对羟基苯甲酸丙酯转换为对羟基苯甲酸的换算系数; 0.711 1— 对羟基苯甲酸丁酯转换为对羟基苯甲酸的换算系数。

第一种错误:有些人不懂回收率原理,直接用浓度除以浓度,也就是(C-C0)/C1,也有人直接用C/C1,最终结果都是错误的。

第二种错误:计算出国标中的 X,然后用 X 除以标准物质浓度或者除以标准物质的质量。殊不知 X 的单位是 (mg/kg),单位都和标准物质的浓度和质量不统一,这个算法也是错误的。

第三种错误:知道回收率的原理,那就是质量除以质量。使用(c×V×f)/m,分子是质量,分母也是质量。看起来好像是对了,但是实际操作起来,总是发现不管实验做的如何规范,但是回收率总是很难达到80%,特别是对于对羟基苯甲酸乙丙丁三种来说,回收率更低。

其实这个地方犯了一个错误,我们添加的标准物质是对羟基苯甲酸的酯类标准溶液,而我们通过 $c \times V \times f$ 这个公式算出的则是把对羟基苯甲酸酯类转化成了对羟基苯甲酸了。

因此我们直接用 $(c \times V)/m$,也就是加标样品的浓度乘以体积,再除以加入的标准物质的质量就可以。

