

HPLC 分析食品中苯甲酸和山梨酸

苯甲酸和山梨酸是两种广泛用于食品中的防腐剂,用于防止食品中的细菌生长。我们参考 GB/T 23495-2009,采用上海舜宇恒平科学仪器有限公司的 LC1620A 液相色谱仪对碳酸饮料和蜜饯中的苯甲酸和山梨酸进行含量测定,获得良好的检出灵敏度和分离效果,完全满足国家标准的检测要求。

一、 实验部分

1.1 仪器与试剂

LC1620A 液相色谱仪,配紫外检测器

FA2004 电子分析天平

甲醇,色谱纯

氨水(1+1):氨水和水等体积混合

二次蒸馏水

苯甲酸、山梨酸标准品

1.2 色谱条件

色谱柱: Shodex 120-5-4E C18, 4.6*250mm, 5 μ m

流动相: 甲醇: 0.02mol/l 乙酸铵=5: 95

检测波长: 230nm

流速: 1.0ml/min

1.3 样品溶液准备

1.3.1 标准品储备配制: 准确称取苯甲酸和山梨酸标准品 0.05g (精确至 0.0001g), 置于 100ml 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 配制成 500 μ g/ml 的标准储备液。

1.3.2 标准使用液配制: 按实际需要将标准储备液用水逐级稀释成不同浓度的标准使用液, 临用前配制。

1.3.3 样品溶液制备 (参考 GB/T 23495-2009)

1.3.3.1 碳酸饮料样品: 取一定量碳酸饮料样品置于锥形瓶中, 超声波脱气 15min

除去二氧化碳后，称取 10g 于 25ml 容量瓶中，用氨水（1+1）调节 pH 近中性，用水定容至刻度，经 0.45um 有机系滤膜过滤，作为样品溶液。

1.3.3.2 蜜饯样品：取 1g 蜜饯样品，加水适量，转移至 25ml 容量瓶中，加水至 20ml 左右，置于 60~70℃ 水浴中加热片刻，剧烈震荡使其分散均匀，加氨水（1+1）调节 pH 近中性，震荡分散均匀后再置于 60~70℃ 水浴中加热 30min，取出后趁热超声提取 5min，用水定容至刻度，经 0.45um 有机系滤膜过滤，作为样品溶液。

1.4 样品测试

按色谱条件进样分析样品，进样量为 10ul。

二、 结果与讨论

1、碳酸饮料中苯甲酸和山梨酸的含量测定。

配制 160ug/ml、80ug/ml、40ug/ml、20.0ug/ml、10.0ug/ml、4.0ug/ml 标准品溶液，制作标准曲线，结果见表 1 和图 1，图 2。

表 1 不同浓度标准品峰面积

浓度	4	10	20	40	80	160
苯甲酸	12228	32594	64064.7	125264.9	232888.9	475557.9
山梨酸	22394.8	58646.6	116785.3	227906.1	426007.9	870771.5

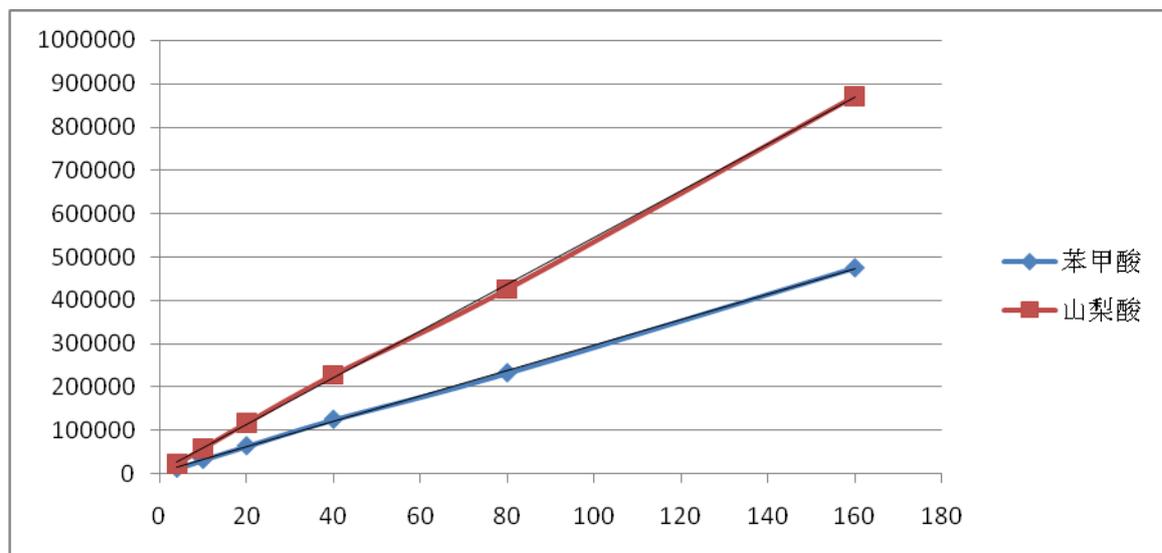


图 1 苯甲酸和山梨酸标准曲线图

苯甲酸： $y = 2943.9x + 3036.1$ $R^2 = 0.9996$

山梨酸： $y = 5394.2x + 4789.4$ $R^2 = 0.9996$

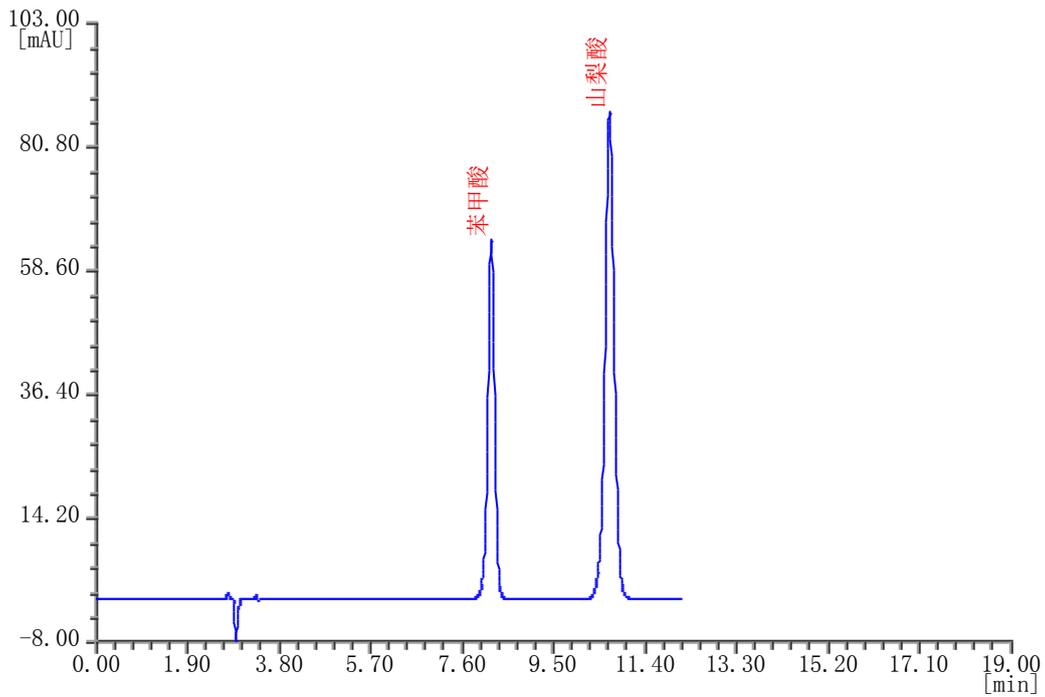


图 2 浓度 20ug/ml 苯甲酸和山梨酸标准品谱图

处理好碳酸饮料样品按色谱条件进样分析, 根据标准曲线测得苯甲酸浓度为 51.35ug/ml, 计算得其含量为 128.38mg/kg。山梨酸未检出。

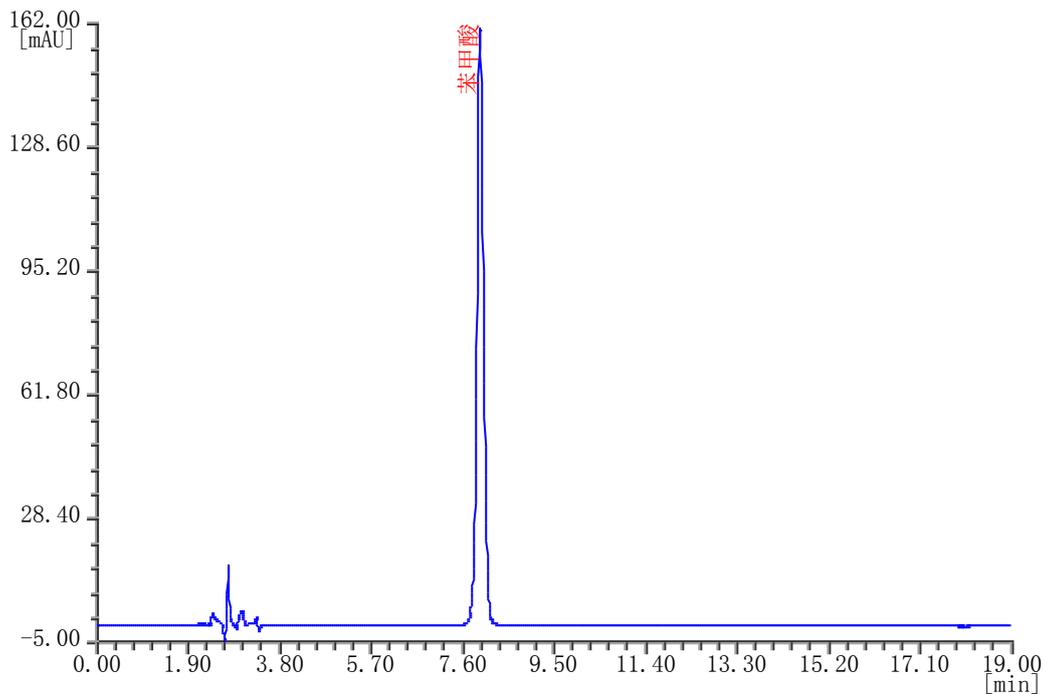


图 3 碳酸饮料样品谱图

2、蜜饯样品中苯甲酸和山梨酸的含量测定。

处理好蜜饯样品按色谱条件进样分析, 根据标准曲线测得苯甲酸和山梨酸的浓度分别为 6.81ug/ml、3.22ug/ml, 计算得其含量分别为 170.25mg/kg、80.5mg/kg。

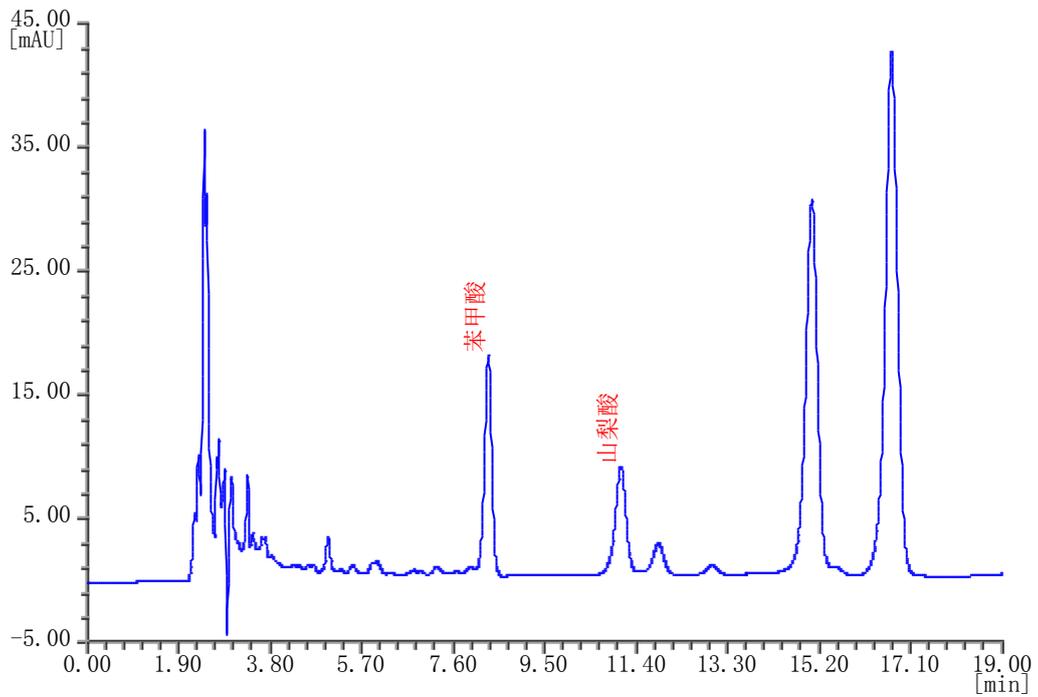


图 5 蜜饯样品谱图

3、根据信噪比，按照 3 倍的噪声值计算苯甲酸在固体样品蜜饯中的检出限为 0.36mg/kg，定量限为 1.19mg/kg，山梨酸的检出限为 0.25mg/kg，定量限为 0.83mg/kg，完全满足 GB/T 23495-2009 的规定。