

苯甲酸/山梨酸/糖精钠/安赛蜜 检测解决方案

目录

1 前言	1
2 仪器设备与试剂	2
3 实验方法	3
4 实验结果	4

1 前言

果酱、蜜饯、饮料、果冻、糕点等等，这些常常出现的小零食是生活中美好的调味品，补充精力，甜蜜可口。当然，零食的美味主要源自于精选的原料和特殊的生产工艺，但很多人都忽略了食品添加剂其实也对保持食品美味、安全起着至关重要的作用。

食品添加剂是有意识地、少量地添加于食品，以改善食品的外观、风味、组织结构或贮存性质的非营养物质。虽为非营养物质，但也没必要谈食品添加剂就色变，合理、适量的使用食品添加剂对防止食物腐败、保证食物风味有着重要作用，同时并不会对身体健康造成影响。

那么食品添加剂使用的“合理”与“适量”应该如何来保证呢？除了国家法规的约束，生产厂家的自律，依利特公司作为液相色谱研发、生产厂家，也在发挥自己的技术优势，不断推出各种食品添加剂的检测解决的方案，供生产厂家及监管部门参考使用。

这期依利特给大家带来的就是防腐剂苯甲酸、山梨酸和甜味剂糖精钠、安赛蜜同时检测的解决方案。

该解决方案在满足 GB5009.28-2016《食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定》要求的前提下，不仅可以同时检测四种食品添加剂，还解决了使用普通 C18 色谱柱寿命短的问题，仅供大家参考使用！



2 仪器设备与试剂

表1 EClassical 3100型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量
1	UV3100紫外-可见检测器	1台
2	P3100高压恒流泵	1台
3	O3100色谱柱恒温箱	1台
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个
5	ZJ-1阀支架	1个
6	色谱数据工作站	1套
7	TD-1-15梯度混合器(选配)	1个
8	TP3100溶剂托盘	1台
9	Supersil AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支
10	S3100自动进样器(选配)	1台
11	DG3100在线脱气机(选配)	1台

表2 iChrom 5100型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量
1	D5101紫外-可见检测器	1台
2	P5101高压恒流泵	1台
3	O5100色谱柱恒温箱	1台
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个
5	VB5101阀支架	1个
6	色谱数据工作站	1套
7	M5101系统组织器	1台
8	Supersil AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支
9	5100系统工具包	1套
10	S5101自动进样器(选配)	1台
11	P5102高压恒流泵(选配)	1台
12	M5102系统组织器(选配)	1台

表3 主要化学试剂、标准品清单

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	乙酸铵	分析纯
3	去离子水	18.2M Ω
4	苯甲酸	1000 μ g/mL
5	安赛蜜	>97.0%
6	山梨酸	1000 μ g/mL
7	糖精钠	1000 μ g/mL

表4 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(100mL、50mL、25mL、10mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、滤膜等若干。

3 实验方法

3.1 标准配合工作液配制

混合标准品的储备液(50 μ g/mL): 准确称取一定量苯甲酸、山梨酸、糖精钠与安赛蜜置于同一容量瓶中, 用去离子水进行溶解, 各物质终浓度为50 μ g/mL, 摇匀, 0.45 μ m微孔滤膜过滤, 于4℃保存备用。

混合标准品的工作液: 取一定体积储备液, 用去离子水稀释至所需浓度。

3.2 样品前处理

- 1) 一般性试样准确称取约 2g(精确到 0.001g)试样于 50mL 具塞离心管中, 加水约 25mL, 涡旋混匀, 于 50℃水浴超声 20min, 冷却至室温后加亚铁氰化钾溶液 2mL 和乙酸锌溶液 2mL, 混匀, 于 8000r/min 离心 5min, 将水相转移至 50mL 容量瓶中, 于残渣中加水 20mL, 涡旋混匀后超声 5min, 于 8000r/min 离心 5min, 将水相转移到同一 50mL 容量瓶中, 并用水定容, 混匀。取适量上清液过 0.22 μ m 滤膜, 待液相色谱测定。(碳酸饮料、果酒、果汁、蒸馏酒等测定时可以不加蛋白沉淀剂)。
- 2) 含胶基的果冻、糖果等试样准确称取约 2g(精确到 0.001g)试样于 50mL 具塞离心管中, 加水约 25mL, 涡旋混匀, 于 70℃水浴加热溶解试样, 于 50℃水浴超声 20min, 之后的操作同 1.2.1
- 3) 油脂、巧克力、奶油、油炸食品等高油脂试样准确称取约 2g(精确到 0.001g)试样于 50mL 具塞离心管中, 加正己烷 10mL, 于 60℃水浴加热约 5min, 并不时轻摇以溶解脂肪, 然后加氨水溶液(1+99)25mL, 乙醇 1mL, 涡旋混匀, 于 50℃水浴超声 20min, 冷却至室温后, 加亚铁氰化钾溶液 2mL 和乙酸锌溶液 2mL, 混匀, 于 8000r/min 离心 5min, 弃去有机相, 水相转移至 50mL 容量瓶中, 残渣同 1.2.1 再提取一次后测定。

3.3 色谱条件

流动相：甲醇:0.02mol/L 乙酸铵水溶液=5:95(V:V)

色谱柱：Supersil AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm

流速：1.0mL/min

波长：230nm

进样量：10 μ L

温度：30 $^{\circ}$ C

4 实验结果

4.1 典型分离色谱图

进样分析浓度为10.0 μ g/mL混合标准品工作液，使用上述色谱条件，结果如下图所示。

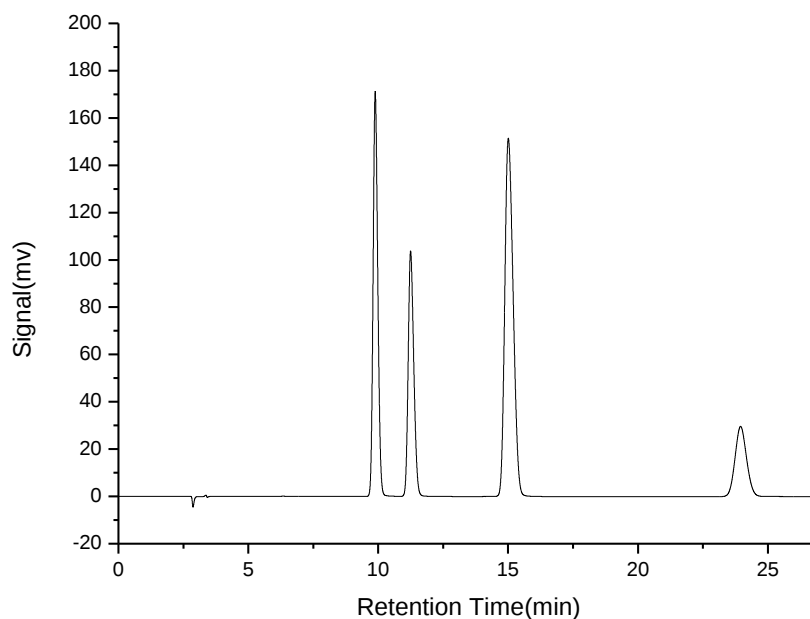


图1 混合标准品工作液谱图

表 5 色谱参数

物质	保留时间(min)	峰面积(mV.sec)	不对称度	塔板数(N)
安赛蜜	9.88	2143.67	1.30	14231
苯甲酸	11.25	1551.17	1.42	12961
山梨酸	15.01	3402.26	1.46	9808
糖精钠	23.95	914.15	1.16	13789

4.2 线性与检出限

配制浓度分别为 5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、30 $\mu\text{g/mL}$ 、40 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液，按浓度由低至高进样，以标准品浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线，安赛蜜、山梨酸、糖精钠混合标准品的线性相关性结果如下。

表 6 线性方程

物质	线性方程	线性相关系数 R
安赛蜜	$y = 211.62x + 29.85$	0.9999
苯甲酸	$y = 152.94x + 22.34$	0.9999
山梨酸	$y = 335.49x + 49.76$	0.9999
糖精钠	$y = 90.11x + 12.89$	0.9999

噪声按 0.01mV 计算，峰高为 3 倍信噪比对应的浓度为仪器检出限，10 倍信噪比对应的浓度为仪器定量限，结果如下表所示。

表 7 检出限对比

	仪器检出限($\mu\text{g/mL}$)	仪器定量限($\mu\text{g/mL}$)
安赛蜜	0.0054	0.0180
苯甲酸	0.0086	0.0287
山梨酸	0.0053	0.0177
糖精钠	0.0314	0.1047

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
客服电话：400-66-35483
公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>



苏州公司

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501
电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：13624984285

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室
电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：15140566435

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501
电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达东坊 14 幢 608 室
电话：13951643881

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元
电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房
电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610
电话：18842681865