

高效液相色谱法测定酸菜中苯甲酸和山梨酸

王惠玉, 张佳佳, 刘天姝

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 使用悟空 K2025 测定酸菜中的苯甲酸和山梨酸, 实验结果表明: 将标准品连续进样 7 针, 保留时间的 RSD 均小于 0.2%, 峰面积 RSD 均小于 1%。因此, 悟空 K2025 可以满足国家标准《GB 5009.28-2016 食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定(第一法)》中苯甲酸和山梨酸含量测定的需求。

关键词: 酸菜;苯甲酸;山梨酸;高效液相色谱

由于土坑酸菜量大价低, 所以得到了许多酱菜厂商的“青睐”。这类酸菜只需要三个月的时间, 便可以“达到”售卖的标准。在进行装袋时, 工作人员直接光脚踩在酸菜上, 有的甚至一边吸烟一边干活, 烟头直接扔在酸菜里。由于酸菜很容易发黑变烂, 生产厂家还会加入过量的防腐剂以及以焦亚硫酸钠和二氧化硫为主要成分的护色剂。在食物更容易变腐的夏季, 添加量甚至会比规定比例超标 2~10 倍。虽然如此, 厂商们还是声称自己有足够的把握不怕被查, 因为防腐剂的挥发性, 导致在大约一个月以后便无法测出。并且在土坑里腌制加上生产环节的不规范, 很有可能导致酸菜受到重金属污染。针对以上一系列问题, 海能技术-海能/新仪/悟空实验室准备了一份检测方案供您参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与设备

试验主要使用设备如下: 新仪 TANK 40 微波消解仪, 赶酸仪, 分析天平(十万分之一) 悟空 K2025 高效液相色谱仪(配荧光检测器), 超声波清洗机, 涡旋振荡器

1.2 材料与试剂

硝酸(68%)、过氧化氢(30%)、甲醇, 乙酸铵, 亚铁氰化钾, 乙酸锌, 苯甲酸钠标准品: CAS 号: 532-32-1, 纯度 $\geq 99.0\%$, 山梨酸钾标准品: CAS 号: 590-00-1, 纯度 $\geq 99.0\%$

1.3 试验方法

1.3.1 样品前处理

称取酱腌菜样品约 0.5g(精确至 0.1mg)于消解罐中, 加入 5mL 硝酸, 使用 TANK 40 微波消解仪进行消解, 消解完成后, 待消解罐降温至 60℃ 以下, 将消解罐取出转移至通风橱,

放置于深孔赶酸仪上于 160℃ 赶至约 1mL 后取下稍冷。将消解液转移至容量瓶中，用少量水冲洗消解罐 2-3 次，合并冲洗液于容量瓶中，定容后混匀备用。同时做试剂空白实验。准确称取约 2g(精确至 0.001g)试样于 50mL 具塞离心管中，加水约 25mL 涡旋混匀，于 50℃ 水浴超声处理 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，并用水定容至刻度，混匀。取适量上清液过 0.22 μ m 微孔滤膜，待液相色谱测定。

1.3.2 色谱条件

色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶柱，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5 μ m；

流动相：甲醇：乙酸铵溶液(20mmol/L)=5:95；

流速：1.0mL/min；

进样量：10 μ L；

柱温：35℃；

检测波长：230nm。

2 结果与讨论

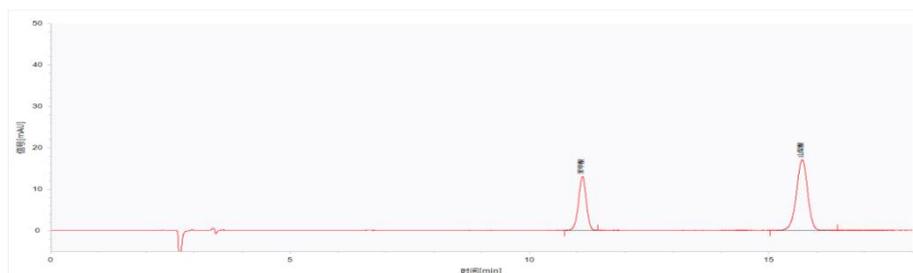
2.1 实验结果

2.1.1 标准溶液的制备

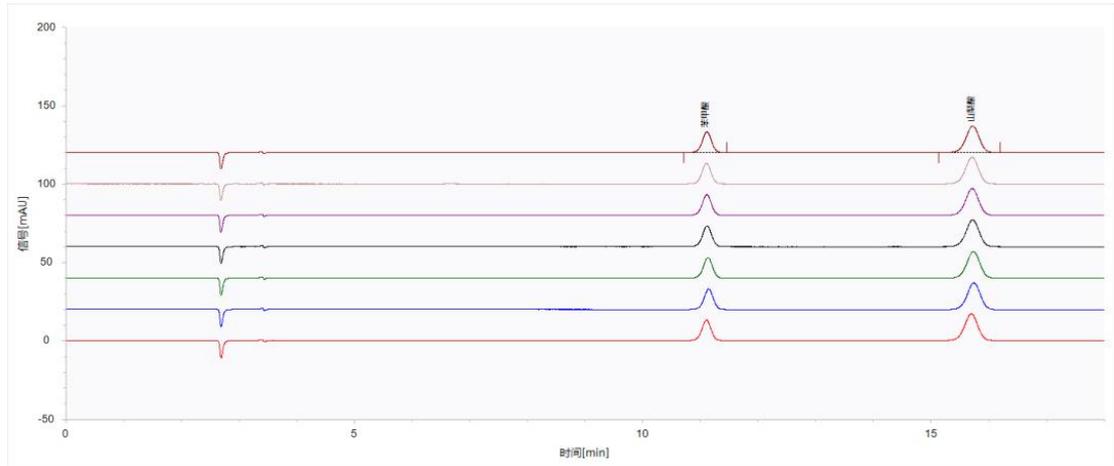
苯甲酸、山梨酸标准储备液(1000 μ g/mL)。

苯甲酸、山梨酸混合标准工作液：分别取 10 μ L、50 μ L、100 μ L、200 μ L、500 μ L 和 1mL 上述标准储备液于 10mL 容量瓶中，用水定容至刻度线，配制成苯甲酸和山梨酸浓度均为 1.00 μ g/mL、5.00 μ g/mL、10.0 μ g/mL、20.0 μ g/mL、50.0 μ g/mL 和 100 μ L/mL 的混合标准工作液。

2.1.2 测定标准溶液



苯甲酸和山梨酸混合标准溶液色谱图



苯甲酸和山梨酸混合标准溶液重复性测试

2.1.3 仪器精密度测定

连续进样 7 针，重复性结果见表 1

表 1 精密度测定

目标物		1	2	3	4	5	6	7	平均值	RSD%
苯甲酸	保留时间	11.113	11.150	11.135	11.123	11.117	11.112	11.120	11.124	0.123
	峰面积	149.056	149.167	150.410	151.682	151.279	151.960	150.667	150.603	0.765
山梨酸	保留时间	15.700	15.743	15.740	15.725	15.718	15.717	15.727	15.724	0.093
	峰面积	276.507	277.349	277.597	279.114	278.806	278.491	275.899	277.680	0.432

2.2 结论

综上所述，使用悟空 K2025 测定酸菜中的苯甲酸和山梨酸，将标准品连续进样 7 针，保留时间的 RSD 均小于 0.2%，峰面积 RSD 均小于 1%。因此，悟空 K2025 可以满足国家标准《GB 5009.28-2016 食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定(第一法)》中苯甲酸和山梨酸含量测定的需求。