

采用 TSKgel 色谱柱参考国标 GB/T5009.29-2003 及

GB/T5009.28-2003 测定饮料中苯甲酸、山梨酸和糖精钠

摘要：参照 GB/T5009.29-2003《食品中山梨酸、苯甲酸的测定》中第二法高效液相色谱法和 GB/T5009.28-2003《食品中糖精钠的测定》，采用 IC-2010 型离子色谱仪配紫外检测器、TSKgel ODS-100Z。以甲醇：乙酸铵溶液（0.02 mol/L）（5：95）为流动相，在 UV230 nm 下，等度洗脱模式分离检测。方法在 2-100.00 mg/L 浓度范围内线性良好，苯甲酸、山梨酸和糖精钠的检出限（S/N=3）分别为 0.02 mg/L、0.02 mg/L 及 0.06mg/L，测试结果均符合标准要求。

关键词：离子色谱法，饮料，山梨酸，苯甲酸，糖精钠

随着生活水平的提高，食品的种类也日益丰富，为了提高食品的保藏性能，延长保质期，改善食品的感官性状，在食品中加入适量的防腐剂、甜味剂、发色剂、人工合成色素等添加剂来改变食品的色、香、味、形等特征。但是，食品添加剂加入量若超过了国家标准允许的最大使用量，就会对人体产生危害。

目前国内外对糖精钠、苯甲酸钠含量检测的方法主要有紫外分光光度法、液相色谱外标法等方法。其中高效液相色谱法具有检出限低、动态线性范围宽、精密度高、准确度高、基体效应小、分析速度快、可同时测定多种共存组分等优点，已广泛应用于食品成分分析。本实验参照 GB/T5009.29-2003《食品中山梨酸、苯甲酸的测定》中第二法高效液相色谱法和 GB/T5009.28-2003《食品中糖精钠的测定》样品处理方法和条件，采用 TSKgel ODS-100Z 色谱柱、IC-2010 型离子色谱仪在紫外检测下进行。

1. 实验部分

1.1 实验试剂和材料

甲醇(HPLC)、乙酸铵(GR)、0.22 μm 水性滤膜针头滤器（TOSOH）

1.2 样品前处理方法：

准确称取 5.0-10.0 g 试样，用氨水（1+1）调 pH 约 7，加水定容至适当体积，离心沉淀，上清液经 0.22 μm 滤膜过滤。

1.3 色谱条件：

仪器：TOSOH IC-2010 （UV 检测器）

色谱柱：TSKgel ODS-100Z 5 μm (4.6 mm I.D×15 cm)

流动相：甲醇：乙酸铵溶液（0.02 mol/L）（5：95）

UV 检测器：检测波长 230 nm

柱温：40℃

流速：1.0 mL/min

进样体积：30 μ L

2 结果与讨论

2.1 标准品分析结果及标准曲线

移取适量的苯甲酸、山梨酸和糖精钠标准溶液，加水稀释，配制浓度分别为苯甲酸 200 mg/L、山梨酸 200 mg/L 和糖精钠 200 mg/L 的混合溶液，通过 IC-2010 自动进样器的自动稀释后进样，稀释倍数分别为 2，5，10，20，50、100 得到标准溶液色谱图 1，以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，计算线性回归方程。

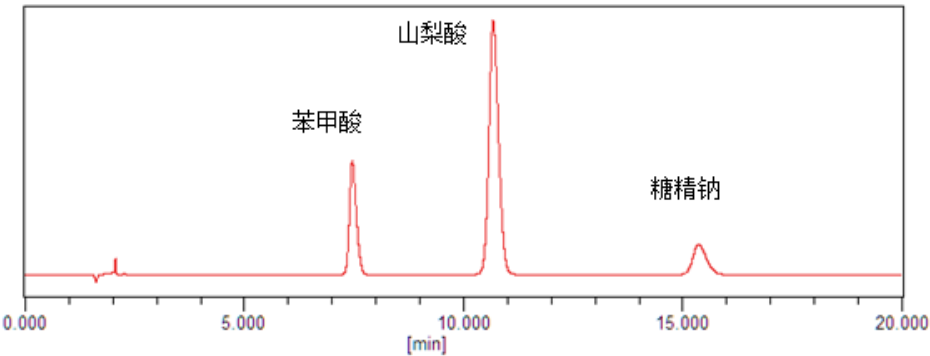
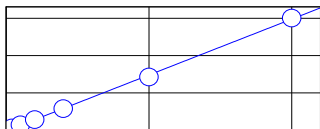
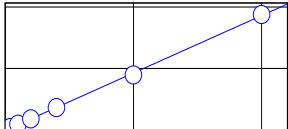


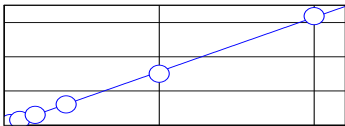
图 1 苯甲酸、山梨酸和糖精钠混合标准溶液色谱图



Correction=0.999695
 $Y=29.965707X - 37.846574$
Weight=Equal
Determination=0.999391



Correction=0.999705
 $Y=93.641210X - 117.831300$
Weight=Equal
Determination=0.999410



Correction=0.999612
 $Y=15.886176X - 22.540982$
Weight=Equal
Determination=0.999225

图 2 苯甲酸、山梨酸和糖精钠校正曲线

2.2 分析结果及表述

$$X=A*1000/m* (V_2/V_1) *1000$$

式中：

X——试样中苯甲酸或山梨酸或糖精钠的含量（g/kg）

A——进样体积中苯甲酸或山梨酸或糖精钠的质量（mg）

V₂——进样体积，单位为毫升（mL）

V₁——试样稀释液总体积，单位为毫升（mL）

m——试样取样量（g）

2.3 样品分析结果及回收率

进样 8 次标样 20 mg/L 的苯甲酸、山梨酸和糖精钠重复性数据如下表 1。加标回收率见表 2，

加标回收率结果分别为：106.25%、103.05%和 109.40%。

进样 8 次标样 20 mg/L 的重复性数据如下表 1：

表 1 重复性测试结果

	苯甲酸保留时间 (min)	苯甲酸峰面积	山梨酸保留时 间	山梨酸峰 面积	糖精钠保留时 间	糖精钠峰面积
进样 1 次	7.531	641.125	10.768	2008.139	15.662	339.403
进样 2 次	7.524	638.333	10.757	1999.392	15.657	337.707
进样 3 次	7.513	635.562	10.741	1990.034	15.599	336.2
进样 4 次	7.499	634.008	10.722	1984.043	15.565	334.064
进样 5 次	7.493	632.539	10.718	1980.999	15.517	333.117
进样 6 次	7.481	630.476	10.698	1974.776	15.491	330.312
进样 7 次	7.478	628.835	10.702	1969.475	15.47	330.243
进样 8 次	7.473	627.664	10.692	1963.833	15.441	322.201
平均值	7.499	633.568	10.725	1983.836	15.55	332.906
RSD%	0.291	0.735	0.262	0.754	0.541	1.629

2.4 回收率

加标样品称样量 10.00 g，样品加标回收率结果如下表 2：

表 2 样品加标回收率

	检测器信号	本底值 mg/L	加标测试值 mg/L	加标值 mg/L	回收率%
苯甲酸	UV 230nm	未检出	21.25	20.00	106.25
山梨酸	UV 230nm	未检出	20.61	20.00	103.05
糖精钠	UV 230nm	未检出	21.88	20.00	109.40

2.5 样品分离

空白、样品，样品加标和标准品色谱图如下（图 3）：

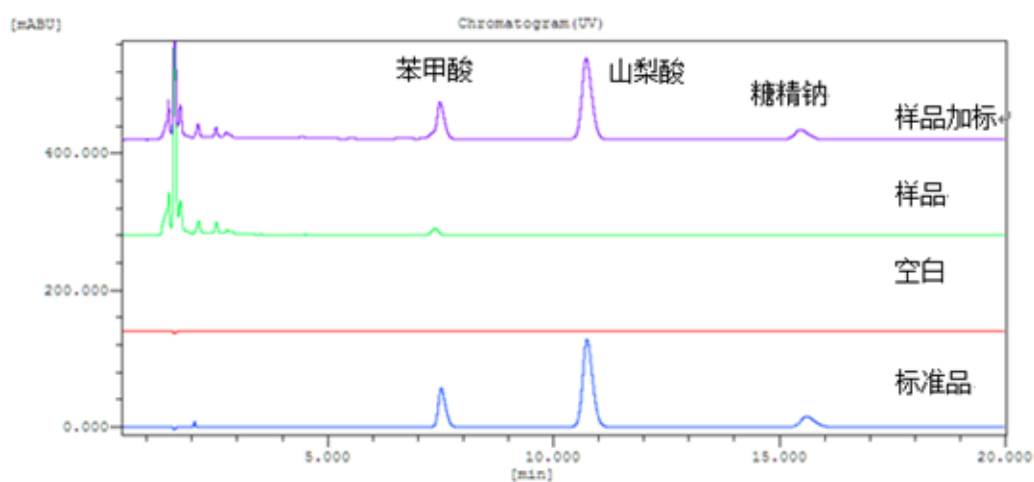


图 3 空白、样品、标准品、样品加标色谱图

2.6 检出限

在上述色谱条件下，检出限（S/N=3）时，以 10.00 g 称样量计算，UV 检测器检测的苯甲酸、山梨酸和糖精钠最小检出限浓度分别为 0.02 mg/L、0.02 mg/L 和 0.06 mg/L。

3. 结论

采用上述方法可以满足国标 GB/T5009.29-2003《食品中山梨酸、苯甲酸的测定》和 GB/T5009.28-2003 糖精钠的测定要求。