

山东联众分析仪器有限公司

电话: 0632-3973766 传真: 0932-3973878 网址: www.lz17.com 邮箱: sdlz17@163.com 手机: 18663229366

食品中山梨酸、苯甲酸的测定

范围

本方法适用于酱油、水果汁、果酱等食品中山梨酸、苯甲酸含量的测定。

最低检出浓度:气相色谱法最低检出量为 1 μ g, 用于色谱分析的试样为 1g 时, 最低检出浓度为 1mg/kg,

本方法依据《食品安全国家标准 GB/T 5009.29-2003 食品中山梨酸、苯甲酸的测定》方法中规定。

气相色谱法

一、原理

试样酸化后, 用乙醚提取山梨酸、苯甲酸, 用附氢火焰离子化检测器的气相色谱仪进行分离测定, 与标准系列比较定量。

二、试剂

1. 乙醚: 不含过氧化物。
2. 石油醚: 沸程 300 $^{\circ}$ C-600 $^{\circ}$ C,
3. 盐酸。
4. 无水硫酸钠。
5. 盐酸(1+1): 取 100mL 盐酸, 加水稀释至 200mL,
6. 氯化钠酸性溶液(40g/L): 于氯化钠溶液(40g/L) 中加少量盐酸(1+1) 酸化。
7. 山梨酸、苯甲酸标准溶液: 准确称取山梨酸、苯甲酸各 0.2000g, 置于 100mL 容量瓶中, 用石油醚-乙醚(3+1) 混合溶剂溶解后并稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 2.0 mg 山梨酸或苯甲酸。
8. 山梨酸、苯甲酸标准使用液: 吸取适量的山梨酸、苯甲酸标准溶液, 以石油醚-乙醚(3+1) 混合溶剂稀释。至多毫升相当于 50, 100, 150, 200, 250 Kg 山梨酸或苯甲酸。

三、仪器

气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器。

四、分析步骤

1. 试样提取

称取 2.50g 事先混合均匀的试样, 置于 25mL 带塞量筒中, 加 0.5mL 盐酸(1+1) 酸化, 用 15, 10mL 乙醚提取两次, 每次振摇 1min, 将上层乙醚提取液吸入另一个 25mL 带塞量筒中, 合并乙醚提取液。用 3mL 氯化钠酸性溶液(40g/L) 洗涤两次, 静止 15 min, 用滴管将乙醚层通过无水硫酸钠滤入 25 mL 容量瓶中。加乙醚至刻度, 混匀。准确吸取 5 mL 乙醚提取液于 5mL 带塞刻度试管中, 置 40 $^{\circ}$ C 水浴上挥干, 加入 2mL 石油醚-乙醚(3+1) 混合溶剂溶解残渣, 备用。

2. 色谱参考条件

- 2.1 色谱柱: 玻璃柱, 内径 3 mm, 长 2 m, 内装涂以 5%DEGS+1%磷酸固定液的 60 目-80 目 Chromosorb WAW.

山东联众分析仪器有限公司

电话: 0632-3973766 传真: 0932-3973878 网址: www.lz17.com 邮箱: sdlz17@163.com 手机: 18663229366

2.2 气流速度:载气为氮气, 50 mL/min(氮气和空气、氢气之比按各仪器型号不同选择各自的最佳比例条件)。

2.3 温度:进样口 230℃;检测器 230℃;柱温 170℃ .

3. 测定

进样 2uL 标准系列中各浓度标准使用液于气相色谱仪中, 可测得不同浓度山梨酸、苯甲酸的峰高, 以浓度为横坐标, 相应的峰高值为纵坐标, 绘制标准曲线。同时进样 2u 试样溶液, 测得峰高与标准曲线比较定量。

4. 结果计算

试样中山梨酸或苯甲酸的含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times \frac{5}{25} \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X — 试样中山梨酸或苯甲酸的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

A 测定用试样液中山梨酸或苯甲酸的质量, 单位为微克(拜9);

V₁ — 加入石油醚—乙醚(3+1)混合溶剂的体积, 单位为毫升(mL);

V₂ — 测定时进样的体积, 单位为微升(PL);

m — 试样的质量, 单位为克(g);

5 测定时吸取乙醚提取液的体积, 单位为毫升(mL);

25—试样乙醚提取液的总体积, 单位为毫升(mL),

由测得苯甲酸的量乘以 1.18, 即为试样中苯甲酸钠的含量。

计算结果保留两位有效数字。

山东联众分析仪器有限公司是一家从事精密分析仪器的研发、生产、销售、技术服务于一体的高科技企业。主要产品有气相色谱仪、液相色谱仪、色谱用气体发生器、水分测定仪、顶空进样器、色谱填充柱、柱温箱、溶剂过滤器、氮吹仪、固相萃取、小型超声波、色谱配件耗材等实验室分析仪器。广泛应用于石油、化工、制药、矿井、电力、食品、商检、粮食、海关、公安、大专院校、科研、卫生防疫、环境监测、建设局等诸多系统。

联系电话 0632-3973766 18663229366 详情请登录 www.lz17.com

联众仪器