



LC5500 高效液相色谱仪

测定食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠

苯甲酸、山梨酸和糖精钠是常用的食品添加剂。食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定有气相色谱法(GC)、薄层色谱法(TLC)和高效液相色谱法(HPLC);糖精钠的测定有 GC 法、TLC 法和离子选择电极法(ISE)⁽¹⁾。TLC 法操作复杂,仅可半定量分析;ISE 法需特殊设备;HPLC 法可同时测定食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠。具有方法简便,灵敏度高,选择性好,线性范围宽等优点。

1. 材料与方法

1.1 仪器与试剂

仪器 LC5500 高效液相色谱仪,具紫外检测器(北京东西电子技术研究所);在线脱气机。

试剂

1. 甲醇(CH_3OH) 色谱纯;
2. 乙酸铵(NH_4Ac) A.R.;
3. 苯甲酸标准储备液(1.0mg/mL) 国家标准物质中心;
4. 山梨酸标准储备液(1.0mg/mL) 国家标准物质中心;
5. 糖精钠标准储备液(1.0mg/mL) 国家标准物质中心;
6. 纯水。

1.2 色谱条件

检测器 UV-Vis, $\lambda=230\text{nm}$;

色谱柱 C_{18} , $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}$, $5\mu\text{m}$;

流动相 0.02mol/L 乙酸铵-甲醇=(95+5);

流速 1.0mL/min ;

进样量 $20\mu\text{L}$;

柱温 室温。

1.3 方法

在上述色谱条件下，注入 20 μL 苯甲酸、山梨酸和糖精钠标准混合液（0.04、0.02、0.04 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ）。色谱图见图 1

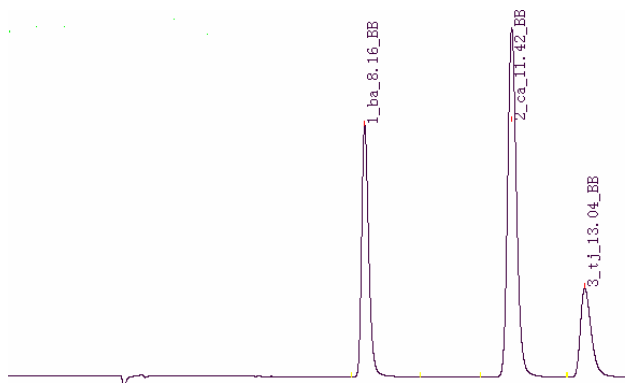
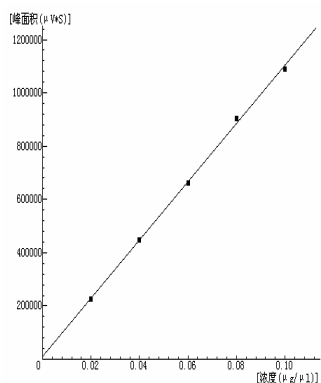


图 1 苯甲酸、山梨酸、糖精钠标准混合液色谱图

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线绘制

苯甲酸、山梨酸、糖精钠标准混合液的配制。吸取苯甲酸、山梨酸、糖精钠标准储备液，配制浓度分别为 0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ 的标准混合液。按上述色谱条件测定峰面积，并绘制校正曲线。见图 2~4。由图可见，苯甲酸、山梨酸、糖精钠校正曲线的线性关系良好（相关系数均大于 0.99900）。



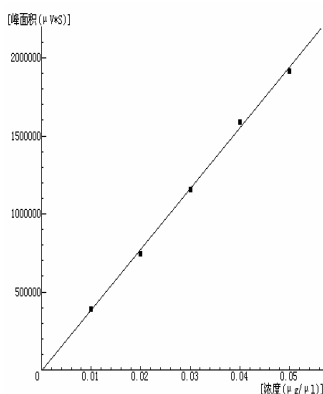
曲线信息

回归方程: $Y = 10930980.00 X + 10531.60$

相关系数: 0.99943

曲线点数: 5

图 2. 苯甲酸校正曲线



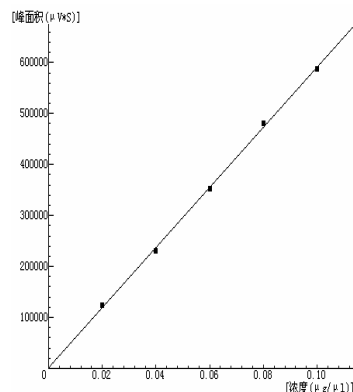
曲线信息

回归方程: $Y = 38925840.00 X - 5558.60$

相关系数: 0.99906

曲线点数: 5

图 3 山梨酸校正曲线



曲线信息

回归方程: $Y = 5894790.00 X + 1502.80$

相关系数: 0.99962

曲线点数: 5

图 4 糖精钠校正曲线



2.2 苯甲酸、山梨酸和糖精钠测定精密度试验

在上述色谱条件下，连续六次吸取苯甲酸、山梨酸和糖精钠标准混和液（浓度分别为 0.02、0.04、0.04 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ）20 μL 注入色谱仪，分别绘制色谱图。见图 5。

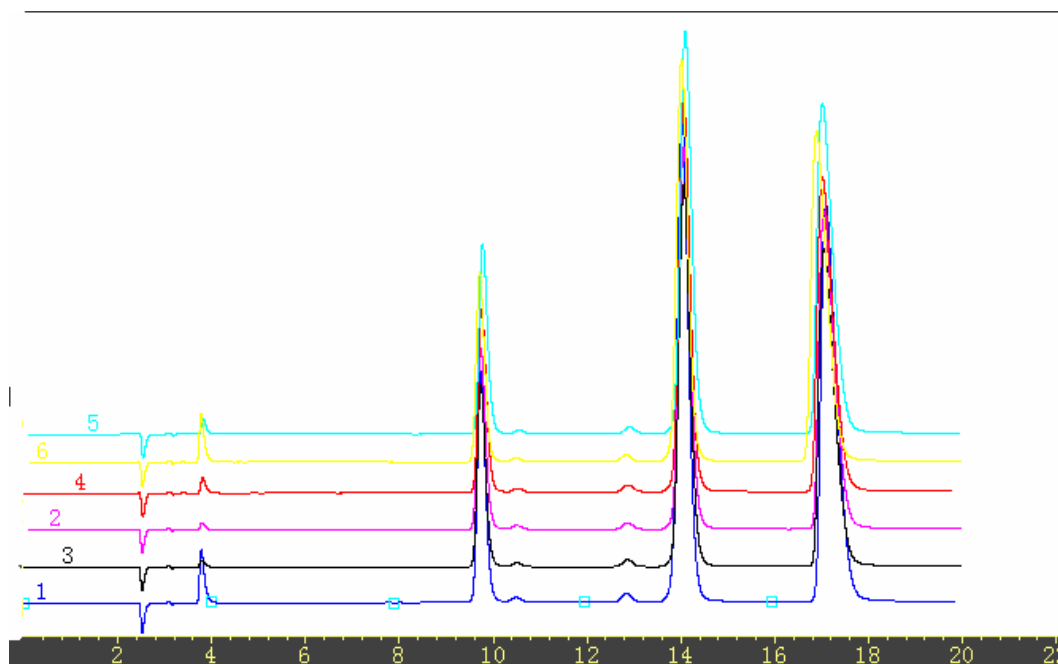


图 5 苯甲酸、山梨酸和糖精钠测定精密度试验色谱图

2.2.1 保留时间测定精密度试验，见表 1。

表 1 苯甲酸、山梨酸和糖精钠保留时间测定结果

	保 留 时 间/min						X	RSD (%)
	1	2	3	4	5	6		
苯甲酸	9.66	9.71	9.73	9.75	9.77	9.68	9.72	0.39
山梨酸	13.95	14.06	14.06	14.09	14.01	13.97	14.02	0.43
糖精钠	17.03	16.74	17.01	17.01	16.89	16.79	16.91	0.74

2.2.2 峰面积测定精密度试验，见表 2。

表 2 峰 面 积 测 定 结 果

峰 面 积



	1	2	3	4	5	6	$\overline{X}$	RSD (%)
苯甲酸	410340	417637	414726	417188	416931	414295	415186	0.66
山梨酸	1215050	1219898	1213735	1221379	1220207	1221513	1216228	0.88
糖精钠	1345875	1369706	1359273	1370641	1365946	1362443	1362314	0.67

由表 1~2 可见, 苯甲酸、山梨酸和糖精钠保留时间相对标准偏差 (RSD) 范围为 0.39~0.74%; 峰面积相对标准偏差 (RSD) 范围为 0.66~0.88%。表明仪器系统测定精密度良好。

2.3 内控样品测定

用可口可乐饮料作基质, 配制含苯甲酸、山梨酸和糖精钠浓度分别为 0.04、0.02、0.04 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ 的内控样品。按文献 (1) 进行样品预处理。在同样条件下测定苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量。结果分别为 0.0400、0.0194、0.0391 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ 。

3. 结论

LC5500 高效液相色谱仪测定食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠, 具有灵敏度高、结果准确、精密度和线性关系良好等特点。适用于食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量的测定。

参考文献 1. 中华人民共和国食品卫生标准检验法.GB/T5009.28-2003;
GB/T5009.29-2003