

液相色谱法测定食品中脱氢乙酸含量

LC-474

摘要：本文参照 GB 5009.121-2016《食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》，建立了液相色谱法测定食品中脱氢乙酸的检测方法。该方法中，脱氢乙酸在 1.00~200 $\mu\text{g/mL}$ 线性范围内线性良好，相关系数大于 0.999，准确度为 97.8%~101.9%；精密度实验，10.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液重复分析 6 次，脱氢乙酸保留时间 RSD 为 0.085%，峰面积 RSD 为 0.648%，精密度良好。实际样品加标实验中，脱氢乙酸 0.025、0.250 和 0.625 g/kg 加标回收率为 92.0%~98.8%。实验结果表明，该方法能准确地测定食品中脱氢乙酸含量。

关键词：液相色谱法 食品 脱氢乙酸

技术特点：

❖ 此方法参照 GB 5009.121-2016《食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》检测方法，完全满足标准要求。

脱氢乙酸，是一种广泛使用的食品添加剂，主要作为防腐剂来防止微生物增殖，延长食品保质期。由于能较好地抑制细菌、霉菌和酵母菌，避免霉变，而且抑菌效率高，因此脱氢乙酸经常用于预包装的糕点、面包和其他容易长霉的加工产品中。长期摄入脱氢乙酸可能引起肝、肾和中枢神经系统的损伤。基于脱氢

乙酸对健康和生活质量可能造成的负面影响，监测食品中脱氢乙酸的含量，对确保食品安全和保护人体健康具有十分重要的意义。

本文采用液相色谱法测定食品中脱氢乙酸的含量，操作性和实用性强，可供相关检测参考。

实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40D 液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-40A lite	脱气机：	DGU-403
输液泵：	LC-40D	进样器：	SIL-40
柱温箱：	CTO-40S	检测器：	SPD-40

1.2 分析条件

参照 GB 5009.121-2016 第二法 12.2 液相色谱条件，分析条件如下：

色谱柱：	Shim-pack GIST C18 (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm , 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-30017-08)		
流动相：	甲醇+0.02 mol/L 乙酸铵 (10+90, 体积比)		
流速：	1.0 mL/min	进样量：	10 μL
检测波长：	293 nm	运行时间：	20 min
柱温：	30 $^{\circ}\text{C}$		

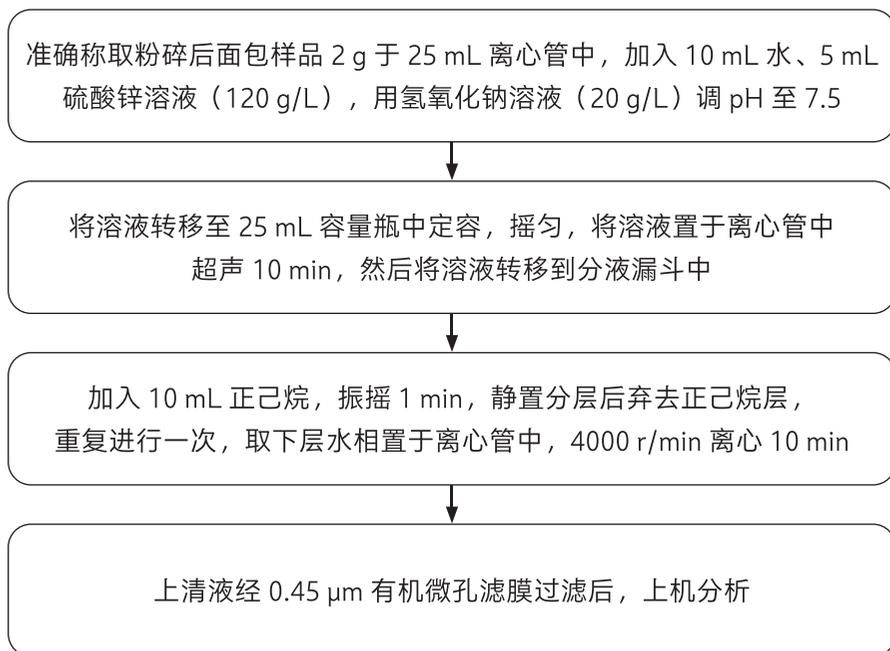
1.3 标准溶液配制

脱氢乙酸标准储备液 (1.0 mg/mL)：准确称取脱氢乙酸标准品 0.1000 g (精确至 0.0001 g) 于 100 mL 容量瓶中，用 10 mL 氢氧化钠溶液 (20 g/L) 溶解，用水定容，混匀。

脱氢乙酸标准溶液：分别吸取脱氢乙酸标准储备液 0.1 mL、1.0 mL、5.0 mL、10 mL、20 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水定容。配制成浓度为 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 、200 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液。

1.4 样品前处理

参照 GB 5009.121-2016 第二法 12.1 步骤对试样进行处理，如下：



■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

按照 1.2 分析条件，分析 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的脱氢乙酸标准溶液，色谱图如图 1 所示。

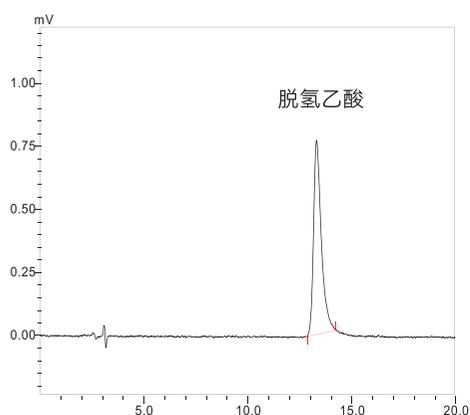


图 1 脱氢乙酸标准溶液（1.00 $\mu\text{g/ml}$ ）色谱图

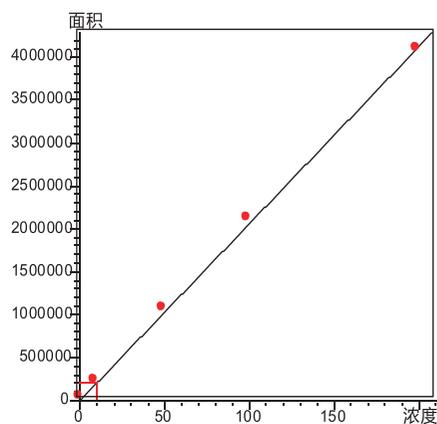


图 2 脱氢乙酸校准曲线

2.2 校准曲线

按照 1.2 分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立校准曲线，结果如图 2 所示。脱氢乙酸在 1.00~200 $\mu\text{g/mL}$ 线性范围内线性良好，相关系数大于 0.999，准确度在 97.8%~101.9% 之间。以样品称样量 5 g，根据 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液数据，以 3 倍信噪比计算检出限，以 10 倍信噪比计算定量限，见表 1。

表 1 脱氢乙酸的校准曲线及检出限

化合物	校准曲线	相关系数 r	准确度	检出限 (g/kg)	定量限 (g/kg)
脱氢乙酸	$Y = 20616.6X - 806.272$	0.9998	97.8%~101.9%	0.0007	0.0022

2.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件, 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液重复分析 6 次, 脱氢乙酸保留时间 RSD 为 0.085%, 峰面积 RSD 为 0.648%, 精密度良好。

2.4 样品含量及加标实验

按照 1.4 样品前处理方法对样品进行处理, 上机分析, 样品中未检测到脱氢乙酸, 对该样品进行加标实验, 加标量为 0.025、0.250 和 0.625 g/kg, 样品溶液和加标溶液叠加上色谱图如图 3 所示, 样品中脱氢乙酸定量及加标结果如表 2 所示。

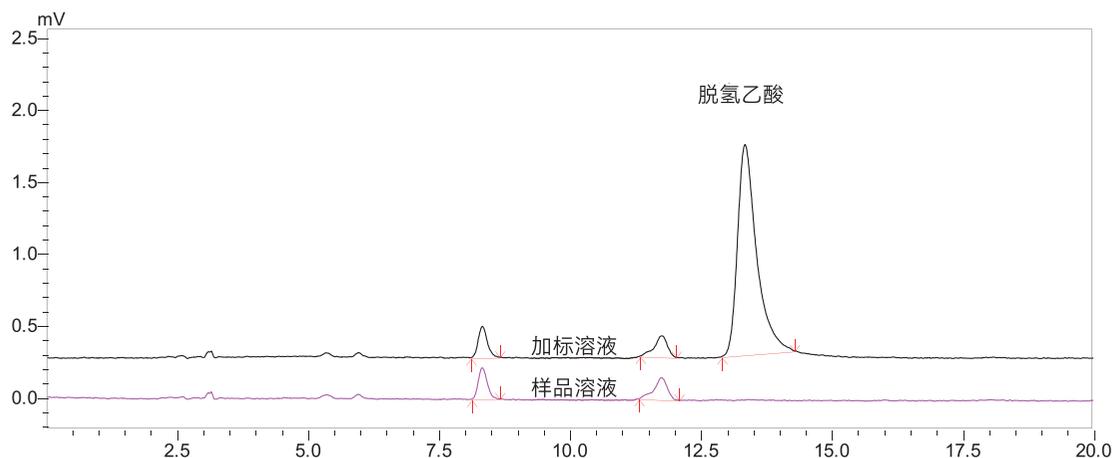


图 3 样品溶液和加标溶液色谱图 (加标量 0.025 g/kg)

表 2 样品中脱氢乙酸定量及加标结果

化合物名	样品中浓度 (g/kg)	加标量 (g/kg)	加标后浓度 (g/kg)	回收率 (%)
脱氢乙酸	N.D.	0.025	0.023	92.0%
		0.250	0.247	98.8%
		0.625	0.617	98.7%

备注: N.D. 表示未检出

■ 结论

本文建立了液相色谱法测定食品中脱氢乙酸的检测方法, 分析结果表明: 脱氢乙酸在 1.00~200 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好, 重复性佳, 加标回收率为 92.0%~98.8%。该方法可用于食品中脱氢乙酸的检测。

岛津应用云

