

苯甲酸、山梨酸标准液：将以上储备液稀释成 20 μg/mL、50 μg/mL，100 μg/mL、160 μg/mL 和 200 μg/mL

1.3.2 样品前处理方法：

取酱油试样 10 g(精确至 0.01 g)，置于 25 mL 容量瓶中，加入 2 mL 亚铁氰化钾溶液，再加入 2 mL 乙酸铵溶液摇匀，以沉淀蛋白质，加水定容到刻度，4000 r/min 转速下离心十分钟，取上清液过滤进样。

■ 结果与讨论

2.1 苯甲酸、山梨酸标准谱图及标准曲线

苯甲酸、山梨酸标准溶液 50 mg/L 色谱图如图 1 所示；由图 2 可以看出在 20-200 mg/L 的浓度范围内，苯甲酸校准曲线线性相关性良好，线性相关系数为 $r=0.9999$ 。由图 3 可以看出在 20-200 mg/L 的浓度范围内，山梨酸校准曲线线性相关性良好，线性相关系数为 $r=0.9999$ 。

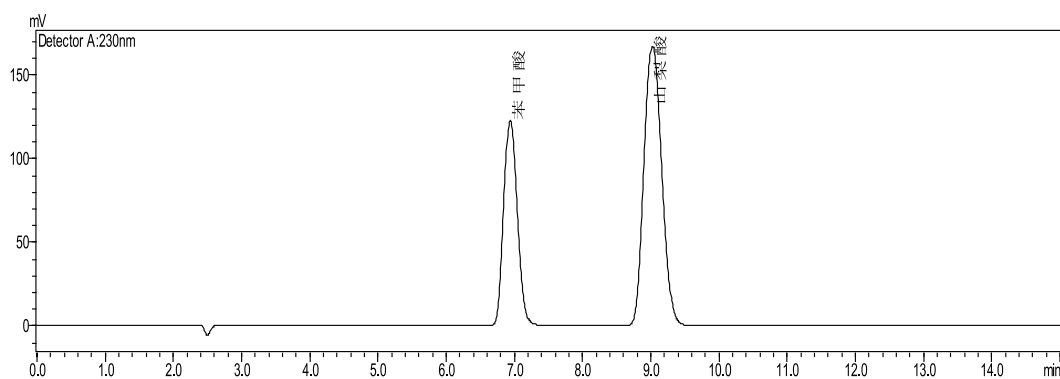


图1 苯甲酸、山梨酸50 mg/L标准溶液色谱图

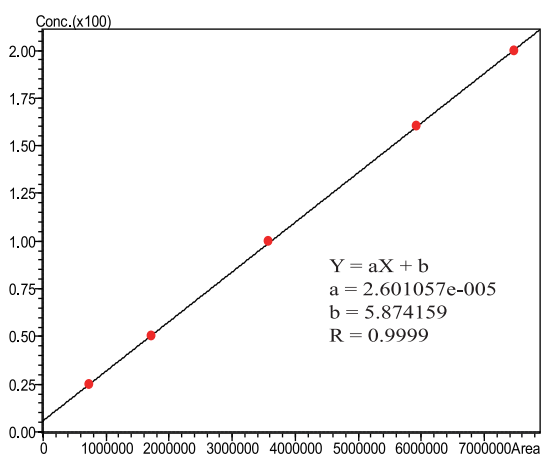


图2 苯甲酸20-200 mg/L校准曲线

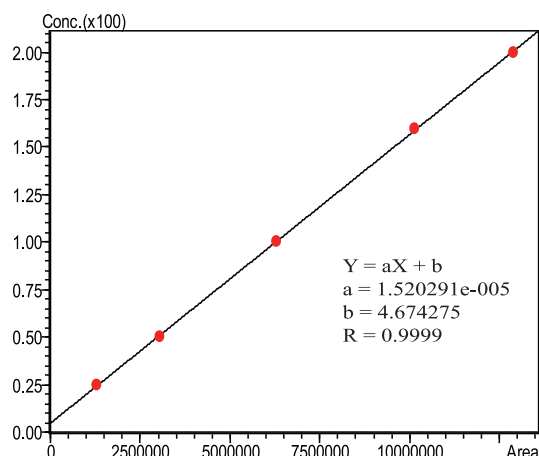


图3 山梨酸20-200 mg/L校准曲线

2.2 重复性考察

50 mg/L 的标准液重复进样 6 针，重复性结果 (RSD% 表示) 如表 1、表 2 所示。

表1 苯甲酸、山梨酸保留时间和峰面积的重复性

NO.	苯甲酸		山梨酸	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	6.934	1,778,313	9.013	2,980,454
2	6.911	1,780,890	9.045	2,976,537
3	6.930	1,780,477	9.027	2,975,498
4	6.903	1,775,614	9.035	2,976,235
5	6.910	1,786,596	9.028	2,973,125
6	6.921	1,783,141	9.057	2,969,419
RSD (%)	0.177	0.213	0.170	0.124

表2 苯甲酸、山梨酸的检出限和定量限

名称	检出限(mg/kg)	定量限(mg/kg)	国标检出限(mg/kg)
苯甲酸	0.24	0.79	1.8
山梨酸	0.19	0.62	1.2

2.3 检出限和定量限

根据 20 mg/L 的标准品色谱图，测得的各组分的检测限和定量限如表 2，其中的质量浓度按以下公式计算

$$X = \frac{c \times V}{m}$$

式中：

X：样品中待测组分含量，单位为 mg/kg；C：由标准曲线得出的样液的浓度，单位为 mg/L

V：样品定容体积，单位为 mL；m：样品质量单位为 g

2.4 样品分析

按照 1.3.2 所述步骤处理两份酱油样品，使用上述分离、检测方法检测酱油中的苯甲酸、山梨酸含量。检测结果如下。

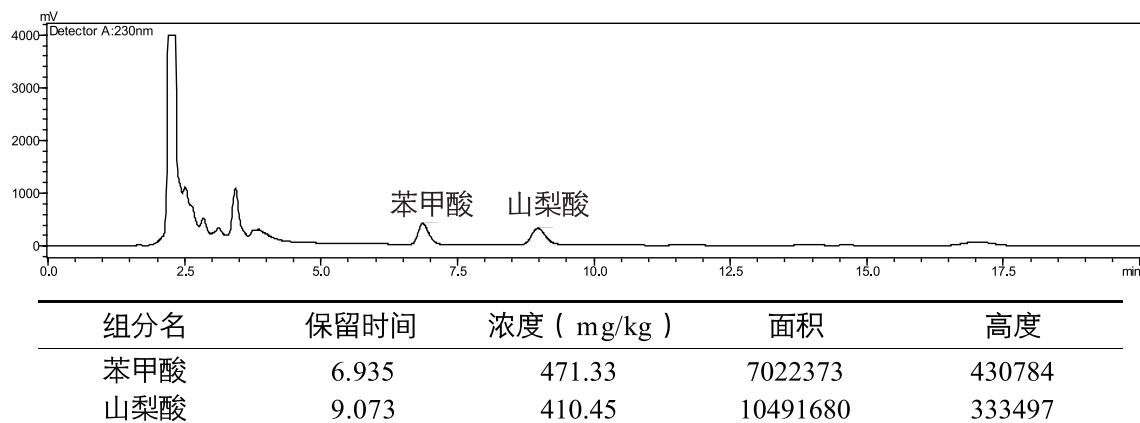
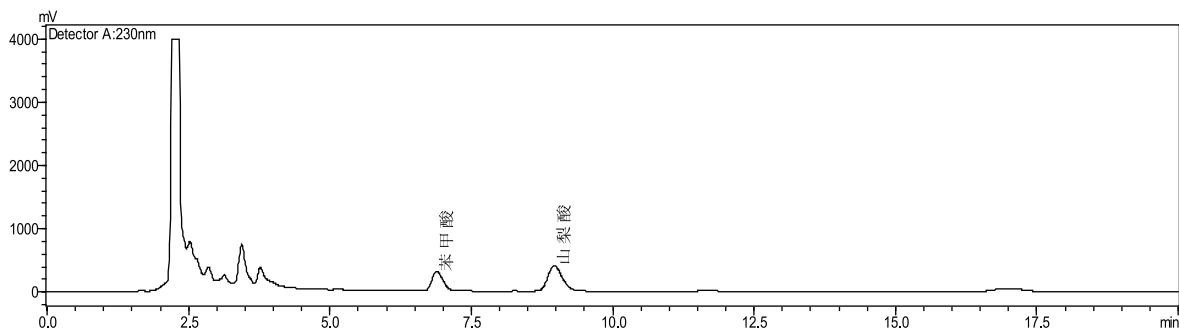


图4 酱油样品1色谱图及定量结果



组分名	保留时间	浓度 (mg/kg)	面积	高度
苯甲酸	6.899	400.08	5926518	331110
山梨酸	9.035	401.15	10247400	417262

图5 酱油样品2色谱图及定量结果

结论

本实验使用岛津 LC-20A 高效液相色谱仪，依照国标 GB/T23495-2009 建立了酱油中苯甲酸、山梨酸的含量的测定方法，本次测试中，两种组分在 20~200 mg/L 浓度范围内线性、重复性良好，灵敏度充分满足国标检测要求，体现了 LC-20A 的良好性能。