



辣条中脱氢乙酸的分析方法

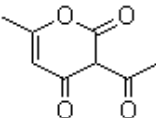
应用及技术服务部

摘要： 本实验重现了 GB5009.121-2016 食品中脱氢乙酸的测定方法，采用固相萃取结合液相色谱（HPLC-UV）建立了辣条中脱氢乙酸的前处理方法。样品经 20 g/L 氢氧化钠水溶液提取，Cleanert S C18 N 固相萃取柱净化，HPLC-UV 检测，Gemini NX C18 进行分离，外标法进行定量。结果表明，当辣条基质的脱氢乙酸添加量为 5 mg/kg 时，脱氢乙酸的回收率为 98.2%，能够满足检测要求。

关键词： 脱氢乙酸；Cleanert S C18 N；HPLC-UV；

样品信息

表 1. 脱氢乙酸样品信息

| 样品名称 | 英文名 | 结构式 | 分子式 | 分子量 | CAS 编号 |
|------|---------------|---|--|--------|----------|
| 脱氢乙酸 | Dehydroacetic |  | C ₈ H ₈ O ₄ | 168.15 | 520-45-6 |

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱-紫外检测器。

试剂材料

甲醇为色谱纯；

氢氧化钠水溶液（20 g/L）：称取 20 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 L；

甲酸水溶液（10%）：量取 10 mL 甲酸加水 90 mL 混匀；

硫酸锌溶液（110 g/L）：称取 110 g 硫酸锌溶于水并稀释至 1 L；

脱氢乙酸标准工作溶液（纯度 98%）：20 g/L 氢氧化钠水溶液溶解；



70% 甲醇水混合液 (70+30): 量取 35 mL 甲醇, 加入 15 mL 水, 混匀。

Cleanert S C18 N: 2000 mg/12 mL。

前处理方法

样品提取

称取 5 g 均匀的样品, 置于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 水, 5 mL 硫酸锌溶液, 用 20 g/L 氢氧化钠水溶液调 pH 至 7.5, 转移至 50 mL 容量瓶中加水稀释至刻度, 摇匀后置于 50 mL 离心管中超声提取 10 min。转移至 50 mL 离心管中, 4000 r/min 离心 10 min, 移取 20 mL 上清液用 10% 甲酸水溶液调 pH 至 5, 用水定容至 25 mL 待净化。

样品净化

将 Cleanert S C18 N 小柱依次用 10 mL 甲醇和 20 mL 水活化, 再取上述待净化液 5 mL 上样于小柱上, 用 10 mL 水淋洗, 弃去流出液。再用 4 mL 70% 甲醇水溶液洗脱并吹干小柱, 收集流出液 5 mL, 涡旋混合, 过 0.45 μm 尼龙针式过滤器, 待液相检测。

色谱条件

色谱柱: Gemini NX C18, 5 μm , 110 \AA , 4.6 \times 250 mm;

流动相: 20 mM 乙酸铵水溶液 (氨水调节 pH 至 8.5) : 甲醇=90 : 10 (v/v) ;

进样量: 10 μL ;

流 速: 1.0 mL/min;

波 长: 293 nm。

结果与讨论

实验结果

由表 2 可知, 采用固相萃取结合 HPLC-UV 的方法检测辣条中的脱氢乙酸, 加标回收率为 98.2%, 能够满足检测要求。由图 1 ~ 图 3 知, 用 Gemini NX C18 色谱柱检测脱氢乙酸, 峰形良好, 保留时间稳定。



表 2. 辣条基质加标回收实验结果(添加水平: 5 mg/kg, n=3)

| 物质名称 | 保留时间/min | 平均回收率/% | RSD/% |
|------|----------|---------|-------|
| 脱氢乙酸 | 9.319 | 98.2 | 1.08 |

实验谱图

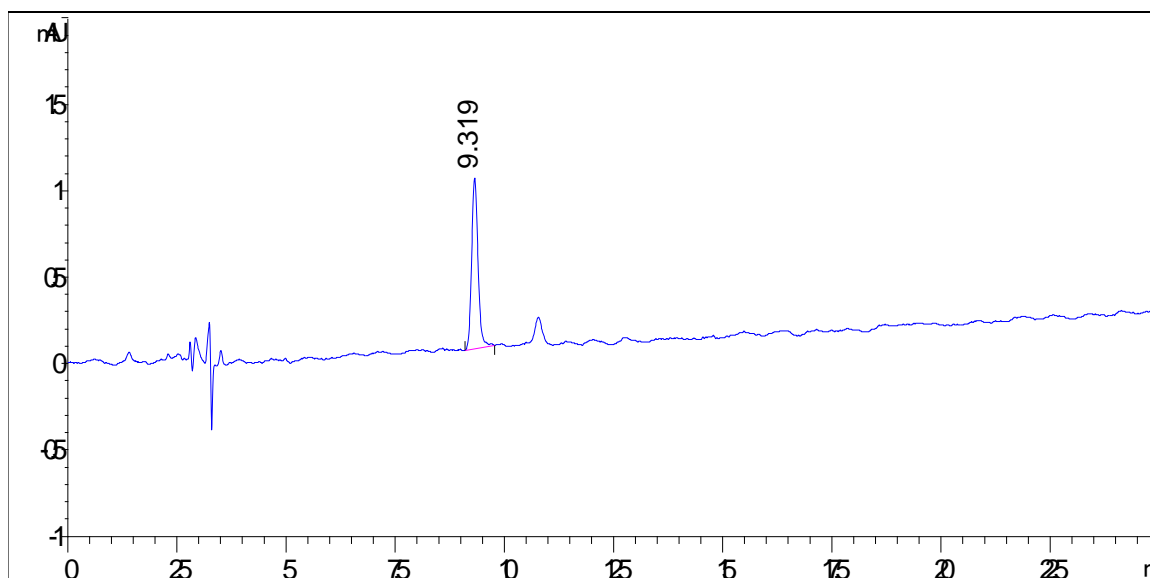


图 1. 1 µg/mL 脱氢乙酸标准溶液色谱图

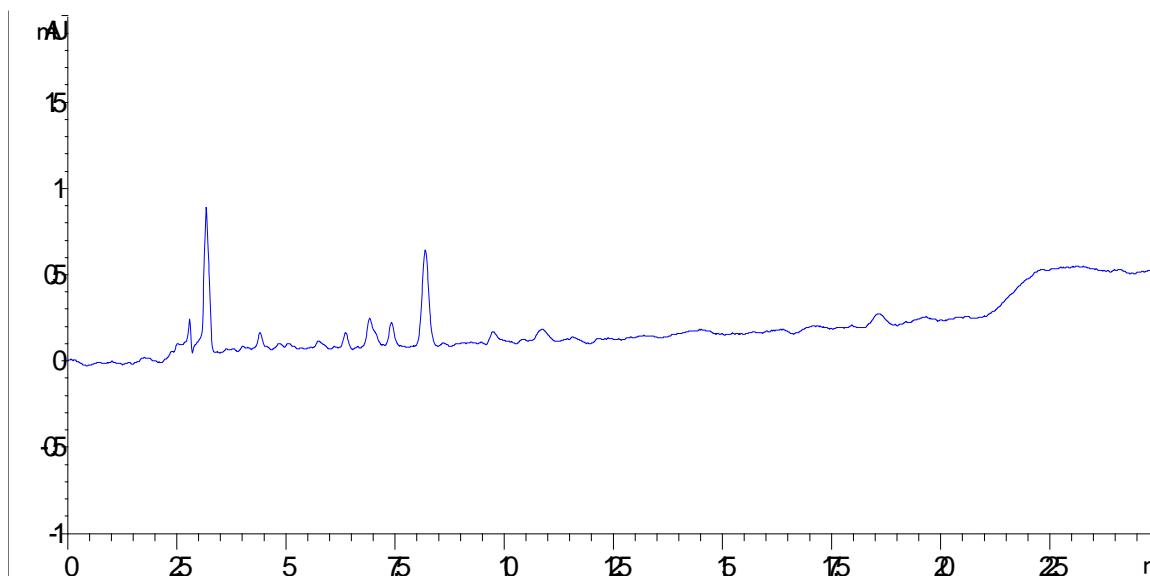


图 2. 辣条基质空白色谱图

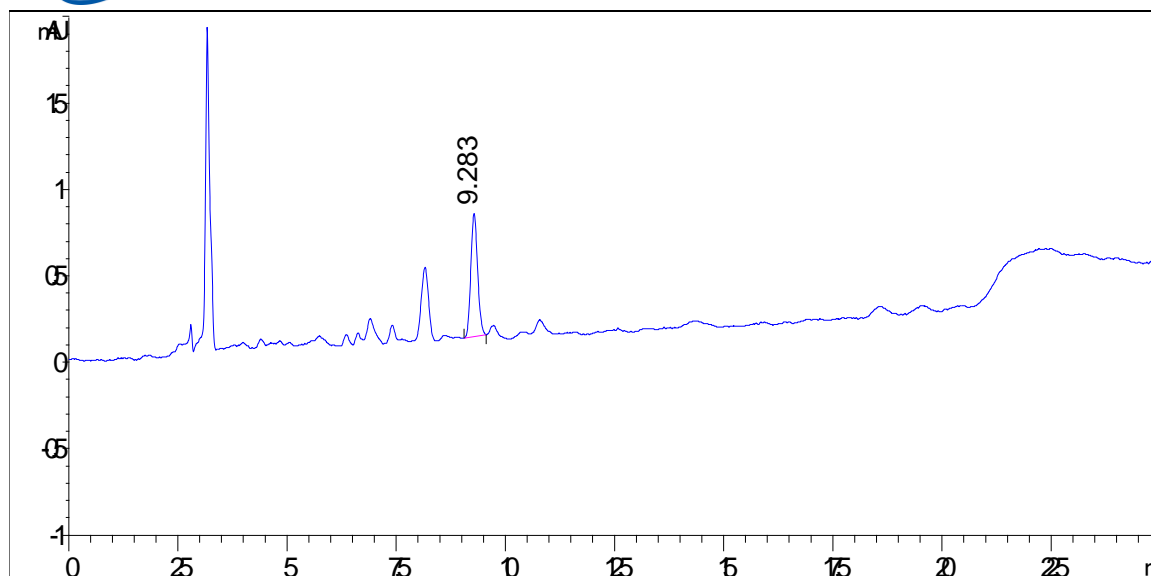


图 3. 5 mg/kg 辣条基质加标色谱图

结论

本实验重现了 GB5009.121-2016 的方法,用 Cleanert S C18 N 结合 HPLC-UV 对加标量为 5 mg/kg 的辣条样品进行了检测。结果表明,使用 Cleanert S C18 N 固相萃取小柱对辣条基质进行净化,脱氢乙酸的加标回收率为 98.2%且 RSD 小于 10%。说明 Cleanert S C18 N 小柱可以用于辣条中脱氢乙酸的净化且方法稳定。



附：相关产品

| 产品名称 | 规格描述 | 包装数量 | 订货号 |
|------------------|--|---------|-------------|
| Cleanert S C18 N | 2000 mg/12 mL | 20 支/包 | S18200012N |
| Gemini NX C18 | 5 μm , 110 \AA , 4.6 \times 250 mm | 1 支 | 00G-4454-E0 |
| Nylon 针式过滤器 | 单膜, 13 mm, 0.45 μm | 200 个/包 | AS021345 |
| Nylon 微孔滤膜 | 0.45 μm , 50 mm | 100 片/盒 | AM025045 |
| 一次性注射器 | 2 mL 无针头 | 100 支/包 | LZSQ-2ML |
| 1.5 mL 样品瓶 | 短螺纹透明带书写处 32 \times 11.6 mm | 100/pk | 1109-0519 |
| 1.5 mL 样品瓶盖 | 9 mm 中心孔蓝盖, 红色 橡胶/米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm | 100/pk | 0915-1819 |

关注微信，回复“315 专题”获取手机版

