

# 含乳饮料中糖精钠、苯甲酸、山梨酸含量的 HPLC 法研究

张群, 潘兆平

(湖南省食品测试分析中心, 湖南 长沙 410125)

**摘要:**采用 HPLC 测定含乳饮料中的苯甲酸、山梨酸和糖精钠。首先在前处理中加入蛋白质沉淀剂沉淀蛋白质并用过滤膜过滤, 然后将滤液进行 HPLC 测定(色谱条件:  $V_{\text{甲醇}}:V_{\text{乙酸铵}}=3:97$ , 固定相 ODS-C18, 柱子  $4.6\ \mu\text{m}\times 150\ \text{mm}$ , 流速  $1\ \text{mL}/\text{min}$ , 检测波长  $230\ \text{nm}$ )。试验结果准确可靠。

**关键词:** HPLC 测定; 含乳饮料; 苯甲酸; 山梨酸; 糖精钠

中图分类号: TS252.5; 文献标识码: A; 文章篇号: 1673-9078(2007)09-0069-02

## Detection of the Contents of Benzoic Acid, Sorbic Acid and Saccharide in Milk Beverage by HPLC

ZHANG Qun, PAN Zhao-ping

(Food test and analysis center of Hunan province, Changsha 410125, China)

**Abstract:** The contents of benzoic acid, sorbic acid and saccharide in milk beverage were determined by HPLC. The sample was treated by adding proteins precipitating agent to precipitate the protein, filtered using  $0.45\ \mu\text{m}$  and then analyzed by HPLC on a  $4.6\ \mu\text{m}\times 150\ \text{mm}$  ODS-C18 column using a UV detector at  $230\ \text{nm}$ . And the mobile phase was a mixture of menthol and ammonium acetate buffer (97/3, v/v) at a flow rate of  $1.0\ \text{ml}/\text{min}$ . The results were reliable and accurate.

**Key words:** HPLC detection; the milk beverage; benzoic acid, sorbic acid and saccharide

含乳饮料含有丰富的蛋白质、糖类及多种维生素, 为了延长保存期和改善口味, 一般在产品中添加一些防腐剂(山梨酸、苯甲酸)和甜味剂(糖精钠)。但是, 国标 GB/T 5009.28-29 中只规定了果汁、配置酒、汽水中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的 HPLC 测定, 而对含乳饮料没有做出规定。本文对含乳饮料的 HPLC 法进行了探索。

### 1 仪器与试剂

日本岛津 LC-20AT, 流动相:  $V_{\text{甲醇}}:V_{\text{乙酸铵}}=3:97$ , 固定相: ODS-C18, 柱径和柱长:  $4.6\ \mu\text{m}\times 150\ \text{mm}$ , 流速:  $1\ \text{mL}/\text{min}$ , 检测波长:  $230\ \text{nm}$ 。0.10 mg/mL 苯甲酸标准溶液; 0.1175 mg/mL 山梨酸标准溶液; 0.10 mg/mL 糖精钠标准溶液; 2.19 mg/mL 乙酸锌溶液; 1.06 mg/mL 亚铁氰化钾溶液; 甲醇(色谱纯, 经  $0.45\ \mu\text{m}$  滤膜过滤, 脱气); 氨水(1+1); 氨水加等体积水混

收稿日期: 2007-05-14

作者简介: 张群, 女(1972-), 硕士, 副研究员, 多年从事农产品科研与检测工作

合; 0.02 mol/L 乙酸铵(经  $0.45\ \mu\text{m}$  滤膜过滤, 脱气)。

### 2 试验方法与结果

#### 2.1 标准曲线的制备

##### 2.1.1 苯甲酸、山梨酸、糖精钠混合物的图谱

分别取苯甲酸、山梨酸和糖精钠溶液各 10 mL, 用滤孔为  $0.45\ \mu\text{m}$  的滤膜过滤; 然后分别取上述 3 种经过滤的溶液各 1 mL, 混合后精密取  $20\ \mu\text{L}$  进行 HPLC 测定, 色谱图见图 1。可见 HPLC 方法能很好分离苯甲酸、山梨酸和糖精钠。

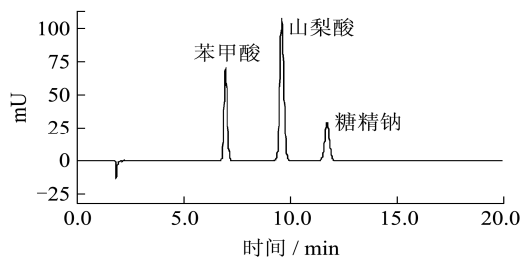


图 1 苯甲酸、山梨酸、糖精钠混合物的图谱

#### 2.1.2 线性考察

分别取 3 种标准液各 0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL，定容到 10 mL，过 0.45  $\mu\text{m}$  的滤膜，入进样瓶。

按上述色谱条件精确进样 20  $\mu\text{L}$ ，测定峰面积。以峰面积为纵坐标，以所含的浓度为横坐标绘制曲线。结果表明，在 0.001~0.03 mg/mL 范围内，苯甲酸、山梨酸、糖精钠的峰面积和浓度有良好的线性关系，能很好测定苯甲酸、山梨酸、糖精钠的含量。

苯甲酸标准曲线  $Y=ax+b$ ； $a=1.46652e-008$ ， $b=-2.84047e-005$ ， $R=0.9999582$

山梨酸标准曲线  $Y=ax+b$ ； $a=8.25898 e-009$ ， $b=-94534e-004$ ， $R=0.9998536$

糖精钠标准曲线  $Y=ax+b$ ； $a=7.096739e-009$ ， $b=-1.367461e-004$ ， $R=0.9999720$

### 2.1.3 精密度试验

准确取 20  $\mu\text{L}$  的混合物，重复进样 6 次，测定相应峰面积，其 RSD 为 0.298%。实验精密度较高。

## 2.2 花生奶样品的测定

### 2.2.1 花生奶样品的测定

精确称取 10.0 mL 的花生奶样品，加入乙酸锌溶液 5 mL 和亚铁氰化钾溶液 5 mL，（沉淀剂的用量以不出现结块即可）摇匀，加水定容到 100 mL，过滤，滤液过 0.45  $\mu\text{m}$  的膜，入进样瓶，精确进样 20  $\mu\text{L}$ ，含量结果见表 1。色谱图见图 2。

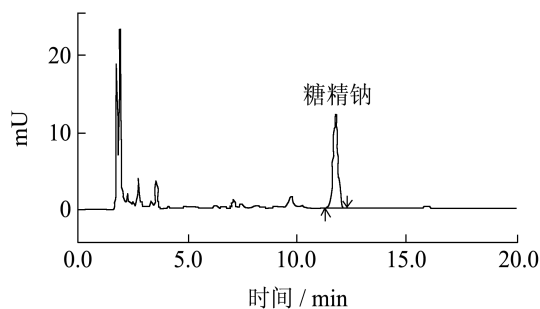


图 2 花生奶样品的峰图

### 2.3.2 加标奶样品的测定

（上接第 64 页）

3.3 超声波法萃取艾叶总黄酮的研究，操作简单、方便、快速，是一种比较理想的提取方法，此法可为艾叶药效的进一步研究和资源的开发利用提供科学的依据。

## 参考文献

[1] 汪秋安.天然黄酮类化合物的生理功能及其应用[J].香料香精化妆品. 1999,(1):28-33

精确称取 10.0 mL 的花生奶样品，加入 3 种单标溶液各 1 mL，然后加乙酸锌溶液 5 mL，加亚铁氰化钾溶液 5 mL，摇匀，加水定容到 100 mL，过滤，滤液过 0.45  $\mu\text{m}$  的膜，入进样瓶，精确进样 20  $\mu\text{L}$ ，色谱图见图 3，结果见表 1。

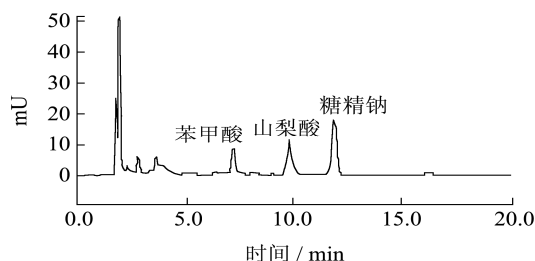


图 3 花生奶样品加标后的峰图

表 1 花生奶样品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的含量

样品名称	体积/mL	苯甲酸含量 /mg	山梨酸含 量/mg	糖精钠含量 /mg
花生奶	10	未检出	未检出	5.24
(加标)花生奶	10	1.02	1.19	6.28
实际加入量	-	1.00	1.175	1.00
RSD %	-	2.00	1.28	4.00

注：表 1 所有实验数是三次重复实验的平均值。

## 3 结论

含乳饮料中蛋白质含量丰富，加入亚铁氰化钾、乙酸锌沉淀蛋白质后，可用 HPLC 法测定含乳饮料中的苯甲酸、山梨酸和糖精钠。该方法适合大批量的含乳样品的检测。

## 参考文献

- [1] GB/T 5009-28,29
- [2] 陈国荣.HPLC 法测定食品中糖精钠和山梨酸与苯甲酸的实验观察[J].中国热带医学,2005(7):1527-1562
- [3] 李明元.高效液相色谱法及其在食品分析中的应用[J].北京:北京大学出版社,1988,92-117

- [2] 全国中草药汇编编写组.全国中草药汇编(上册).北京:人民卫生出版社,1975
- [3] 张德权,台建祥,付勤.生物类黄酮的研究及应用概况[J].食品与发酵工业,1999,25(6):52-58
- [4] 郭孝武.超声波和热碱提取对芦丁成分的影响的比较[J].中草药,1997,28(2):88-89
- [5] 颜仁梁,刘志刚.中草药.中药制剂中总黄酮类化合物含量测定方法综述[J].广州医药,2005,36(6):6-10