

## 肉制品中苯甲酸与山梨酸的测定

### 1、适用范围

适用于肉制品、红酒中苯甲酸与山梨酸含量的检测。

### 2、溶液的配制

苯甲酸标准储备液（1mg/mL）：称取苯甲酸标准品 50mg，置于 50ml 容量瓶中，加入 2.5ml 乙醇溶解，用水定容至刻度。

山梨酸标准储备液（1mg/mL）：称取山梨酸标准品 50mg，置于 50ml 容量瓶中，加入 2.5ml 乙醇溶解，用水定容至刻度。

苯甲酸、山梨酸混合标准工作液（10 $\mu$ g/mL）：分别量取 1mg/mL 苯甲酸标准储备液 1.0mL、1mg/mL 山梨酸标准储备液 1.0mL 至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

洗脱液：甲酸/甲醇水=2/98（8：2）：量取甲醇 400mL、水 100mL 混匀，该溶液即为 80%甲醇水；取 490mL 80%甲醇水，加入 10mL 甲酸，混匀，该溶液即为洗脱液。

磷酸盐缓冲溶液（流动相）：分别称取 2.5g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>、2.5g K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 于 1L 容量瓶中，加水定容至刻度。

### 3、提取步骤

一、熟牛肉：

称取 1g 样品，于 50ml 离心管中，加入 2ml 三氯甲烷，10ml 水，充分匀浆后 8000rpm/min 离心 5min。取上清液待净化。另使用 15ml 水清洗匀浆机刀头，清洗液倒入样品残渣中再提取一次，8000rpm/min 离心 5min，合并两次上清液待净化。

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 二、红酒

量取 1ml 样品，加入 0.5mL 1mol/L 氢氧化钠溶液，待净化。

## 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® P-SAX，规格：200 mg/6mL。

活化：5mL 甲醇，5mL 水，弃去

上样：待净化液全部上样，弃去

淋洗：5mL 水（润洗离心管），弃去，抽干

洗脱：5mL 洗脱液，收集于 15ml 离心管中，抽干

50℃氮吹至约 500 $\mu$ L，用流动相定容至 5ml，上 HPLC 检测。

## 5、注意事项

- 1) 上样速度不能过快，保持在 1ml/min；
- 2) 红酒加标过程：1ml 样品中，分别加入 10 $\mu$ g/mL 标准使用液 25 $\mu$ L、100 $\mu$ L、1mL，其加标水平即为 0.25mg/L、1mg/L、10mg/L。
- 3) 熟牛肉加标过程：1g 样品中，分别加入 10 $\mu$ g/mL 标准使用液 25 $\mu$ L、100 $\mu$ L、1mL，其加标水平即为 0.25mg/kg、1mg/kg、10mg/kg。

## 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18（4.6 x 250 mm, 5  $\mu$ m）

流动相：磷酸盐缓冲溶液/乙腈=(9/1)

声明:除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

流速：1.2mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：227nm;

## 7、色谱图及加标回收率结果

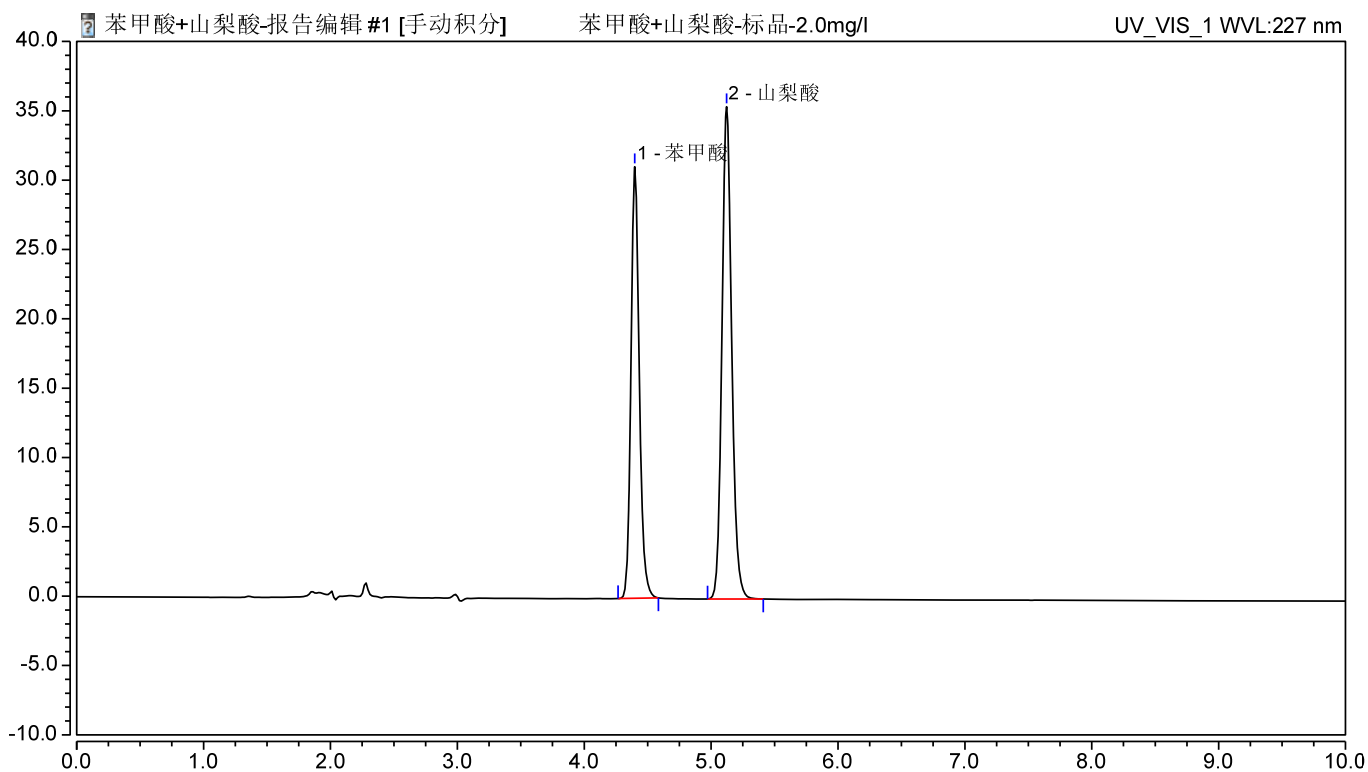


图 1.苯甲酸、山梨酸标准品 2.0mg/L 谱图

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	苯甲酸	4.398	2.333	30.916	44.18	5.68	1.15	23143
2	山梨酸	5.122	2.947	34.462	55.82	n. a.	1.10	23560

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

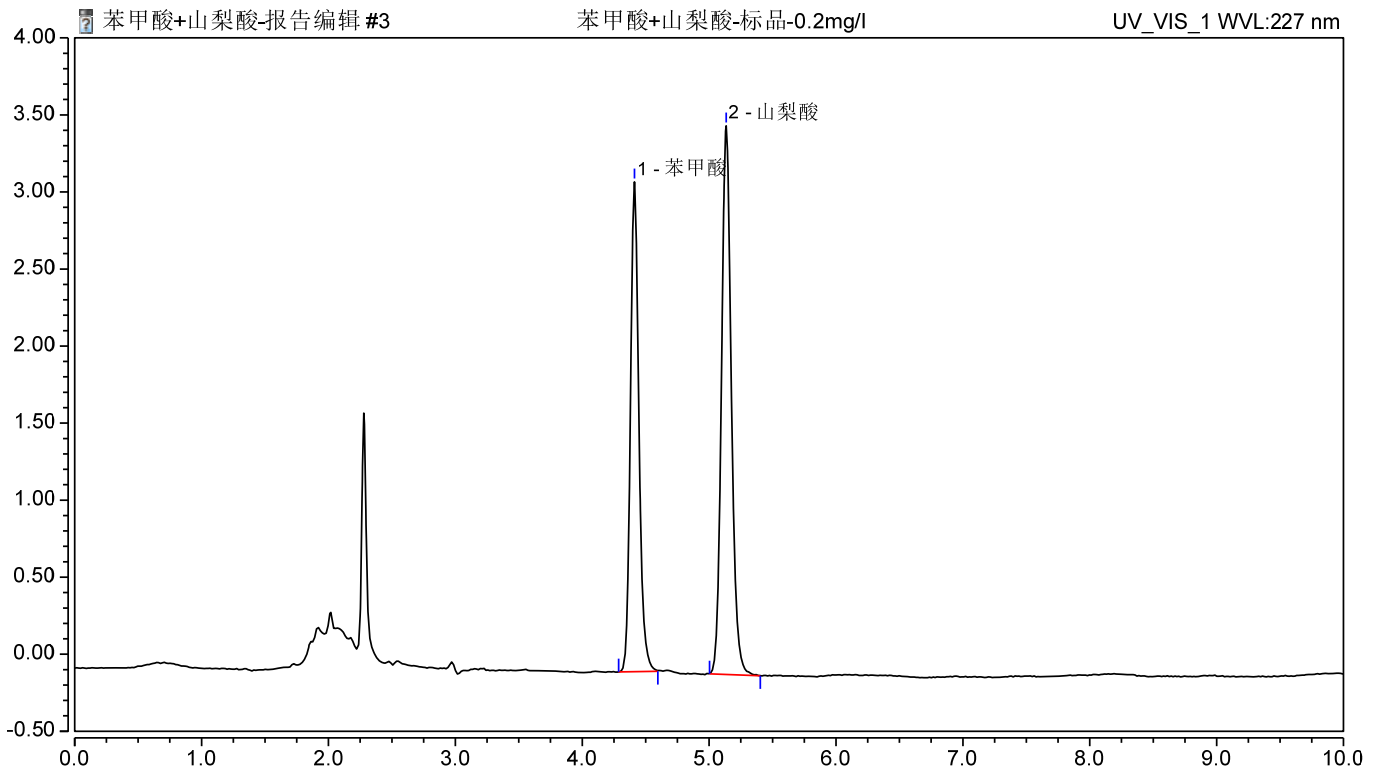


图 2.苯甲酸、山梨酸标准品 0.2mg/L 谱图

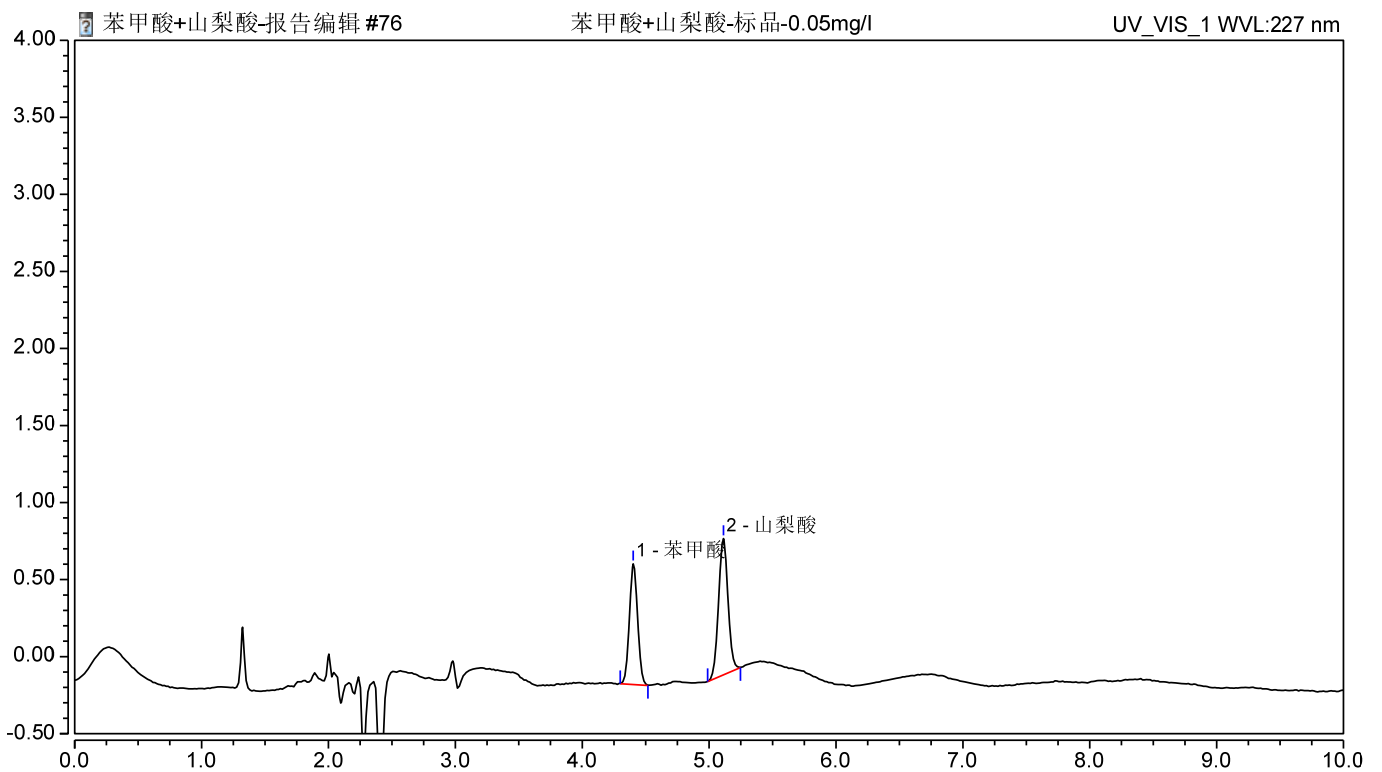


图 3.苯甲酸+山梨酸标准品 0.05mg/L 谱图

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

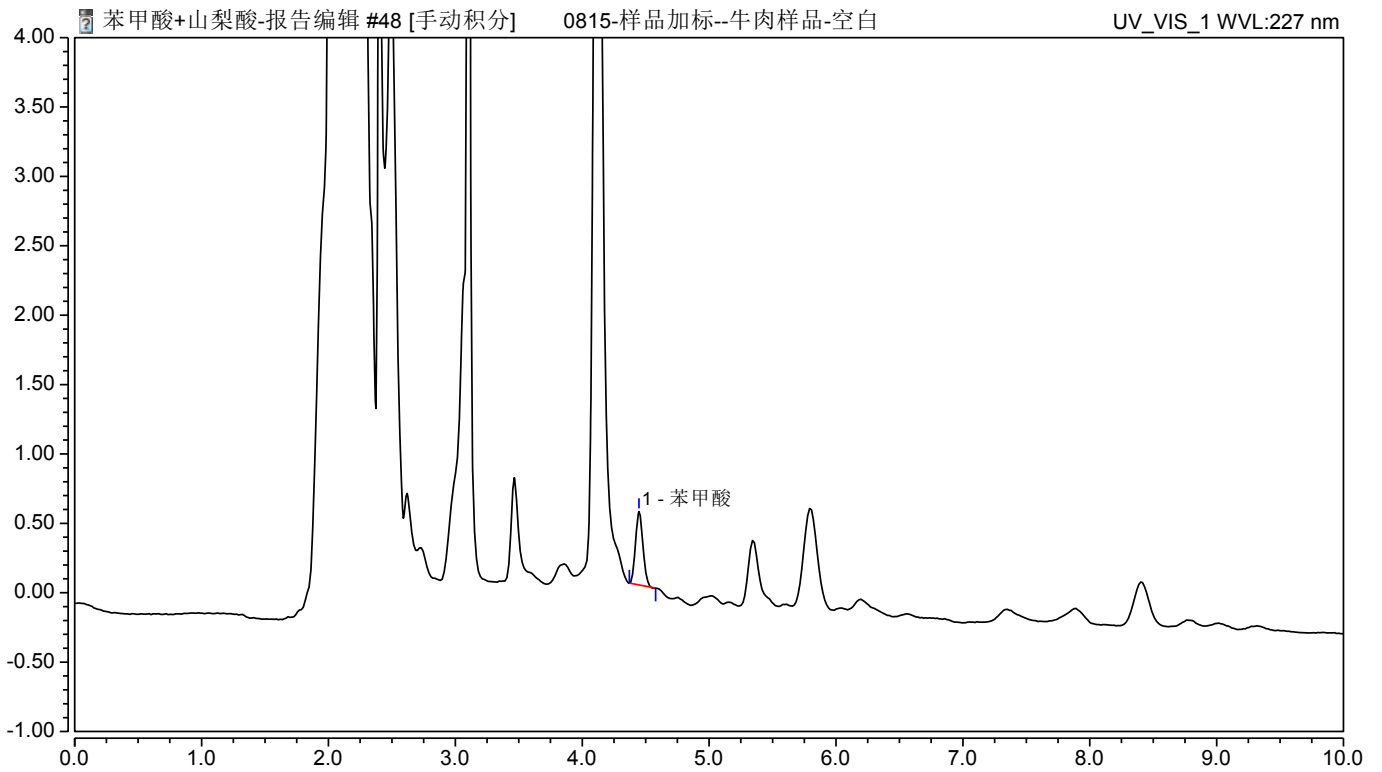


图 4.熟牛肉空白色谱图

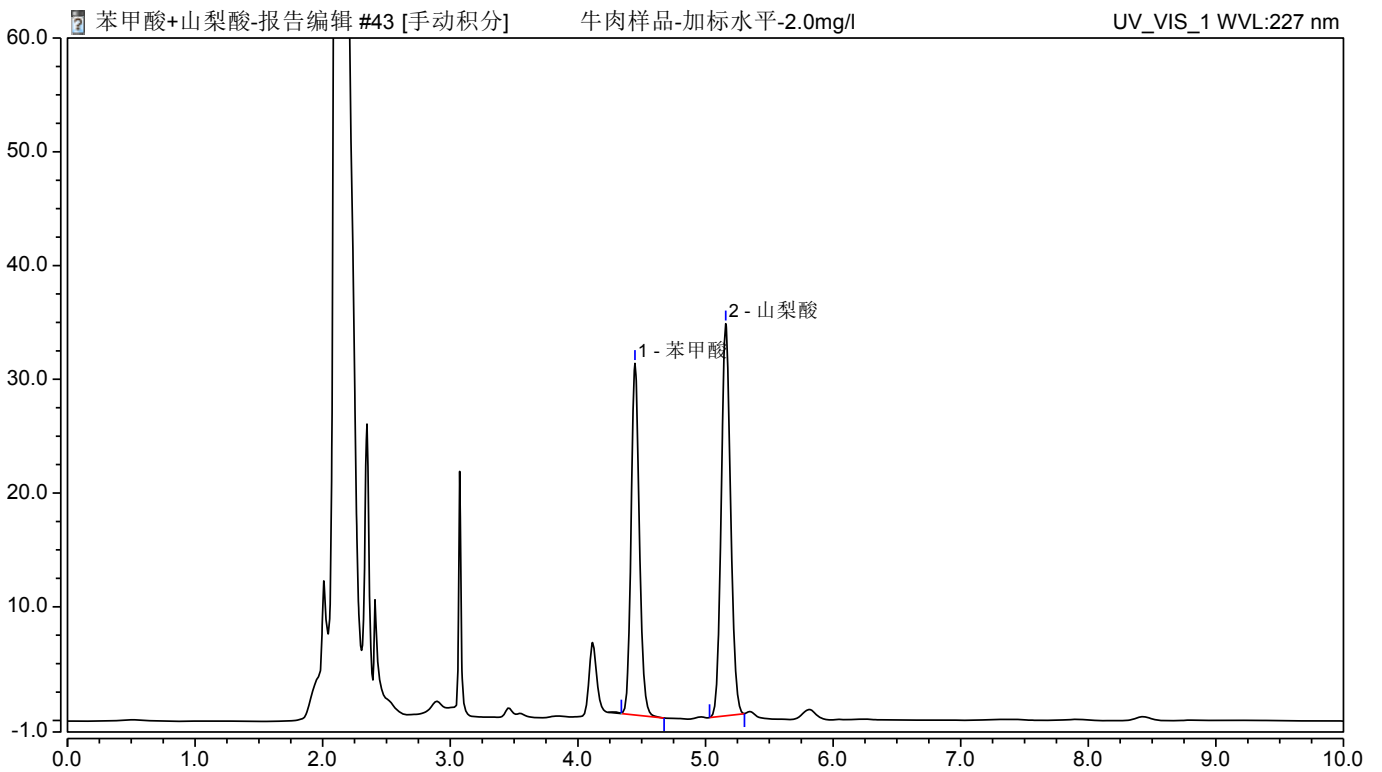


图 5.熟牛肉样品加标 10mg/kg 谱图

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

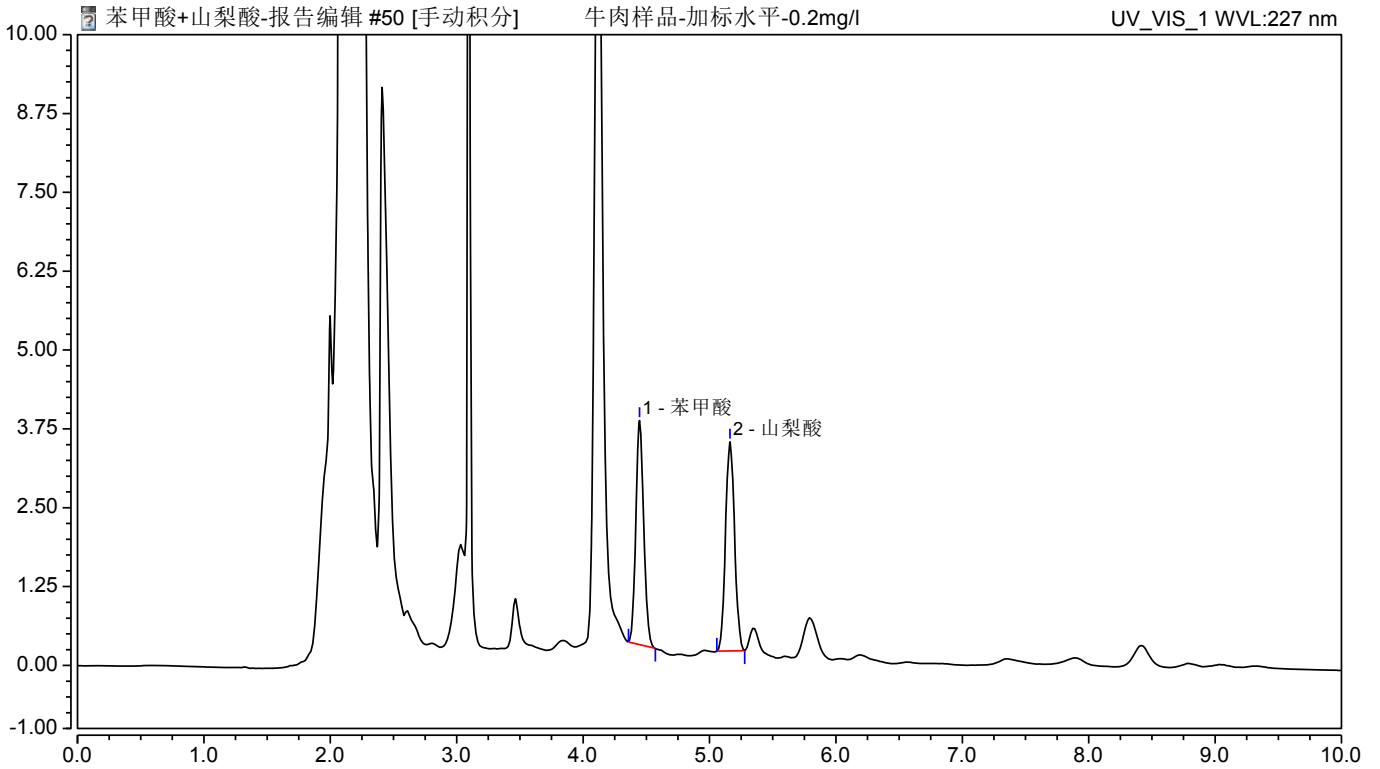


图 6. 熟牛肉样品加标 1mg/kg 谱图

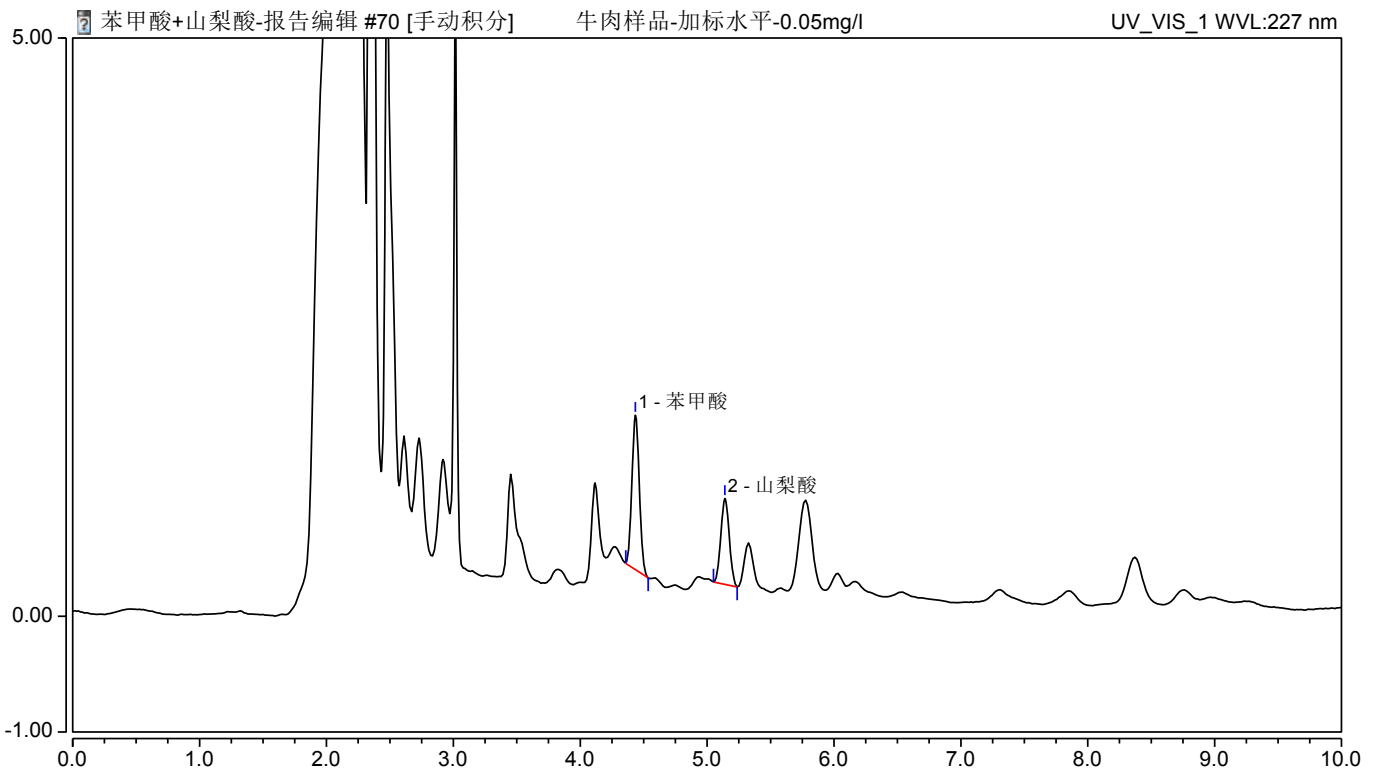


图 7. 熟牛肉样品加标 0.25mg/kg 谱图

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

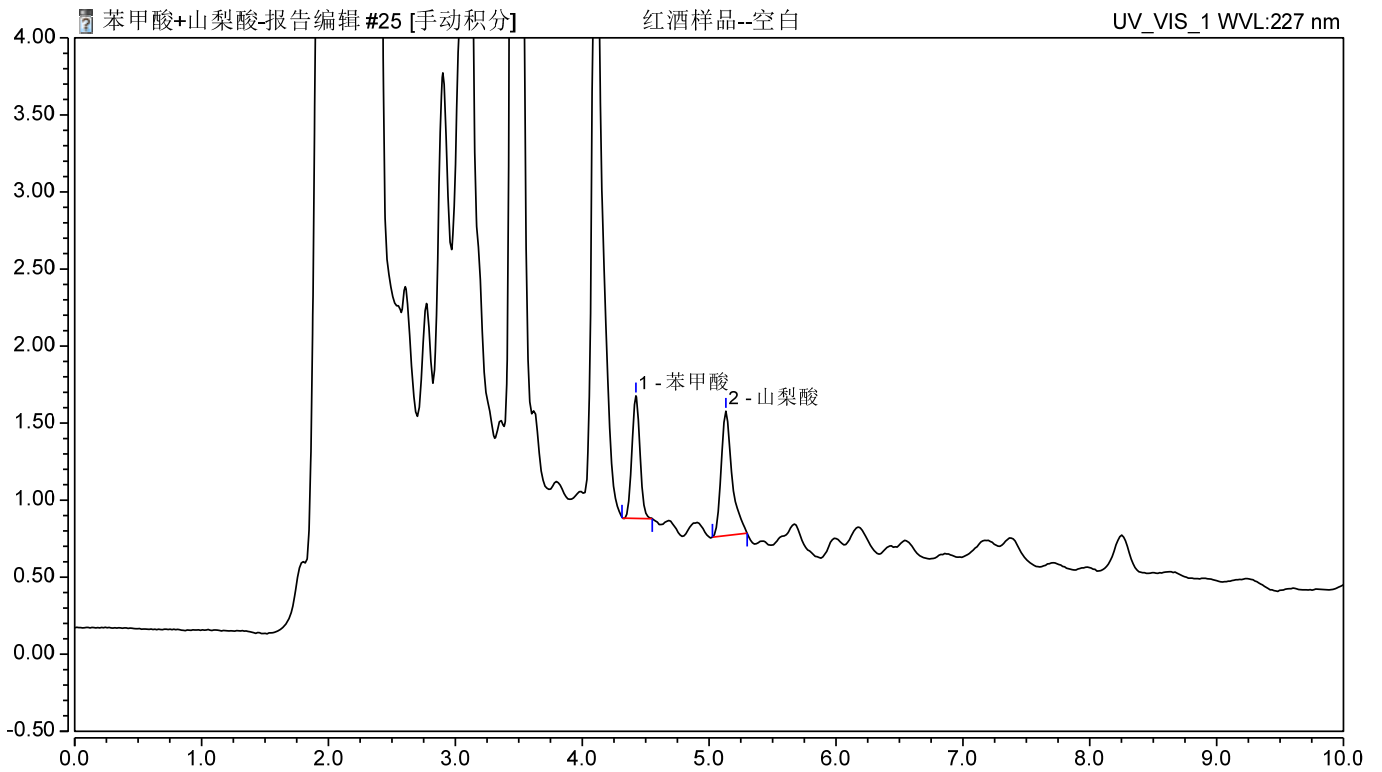


图 8.红酒空白色谱图

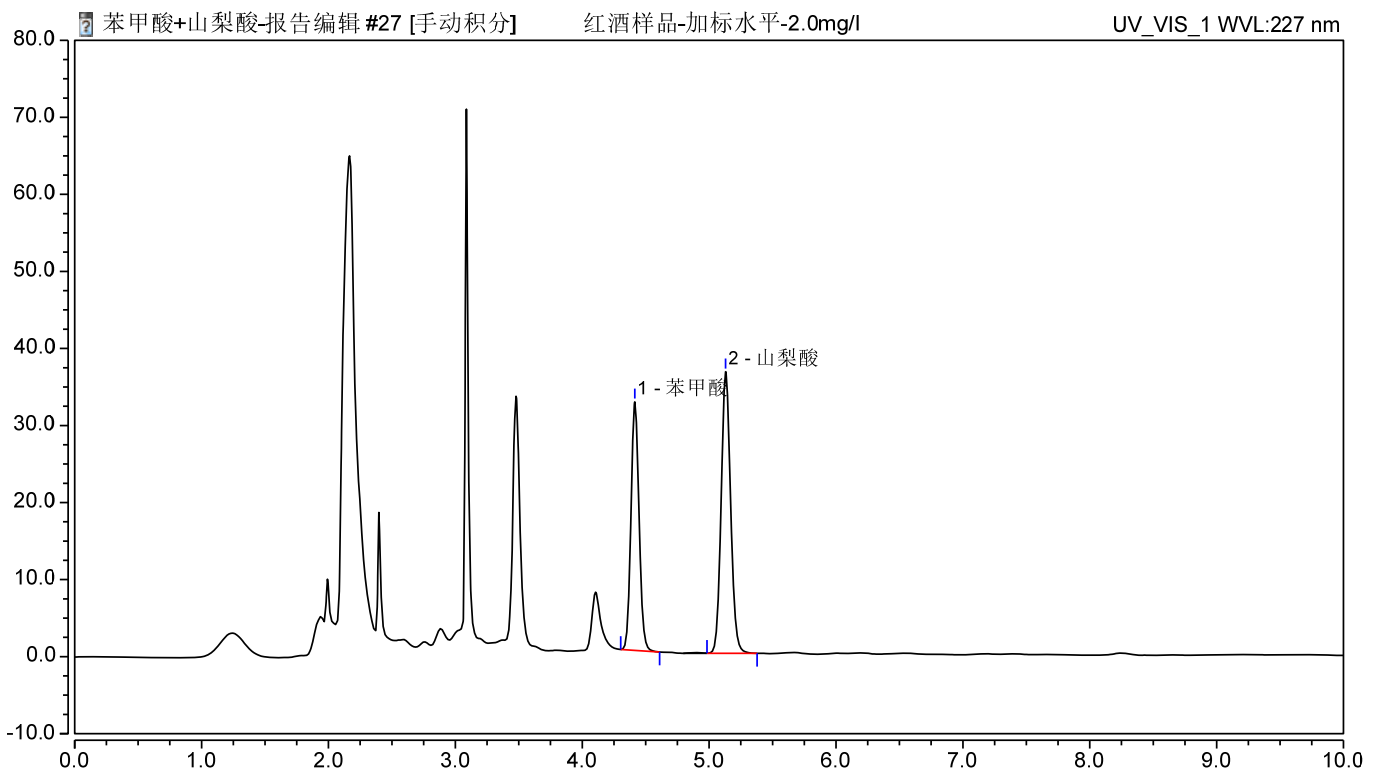


图 9.红酒样品加标 10mg/L 谱图

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

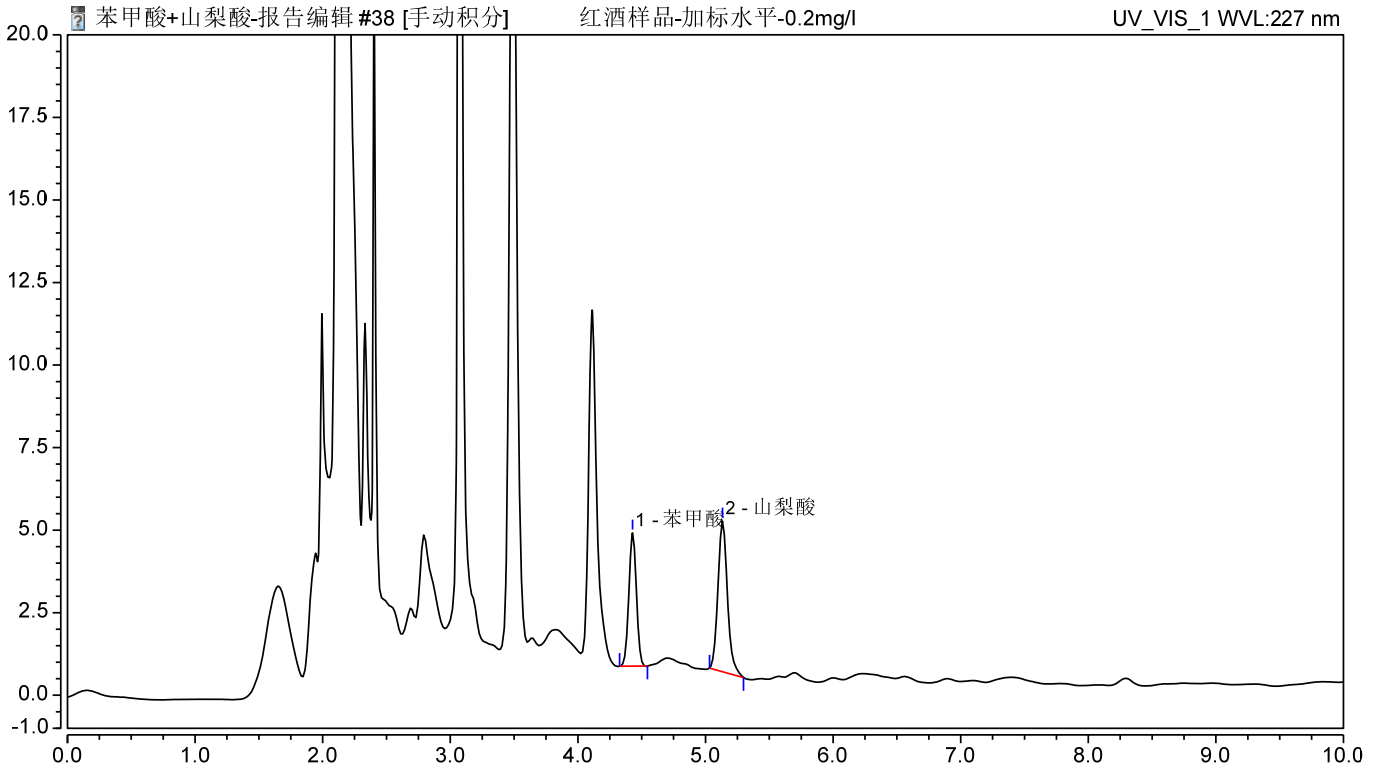


图 10. 红酒样品加标 1mg/L 谱图

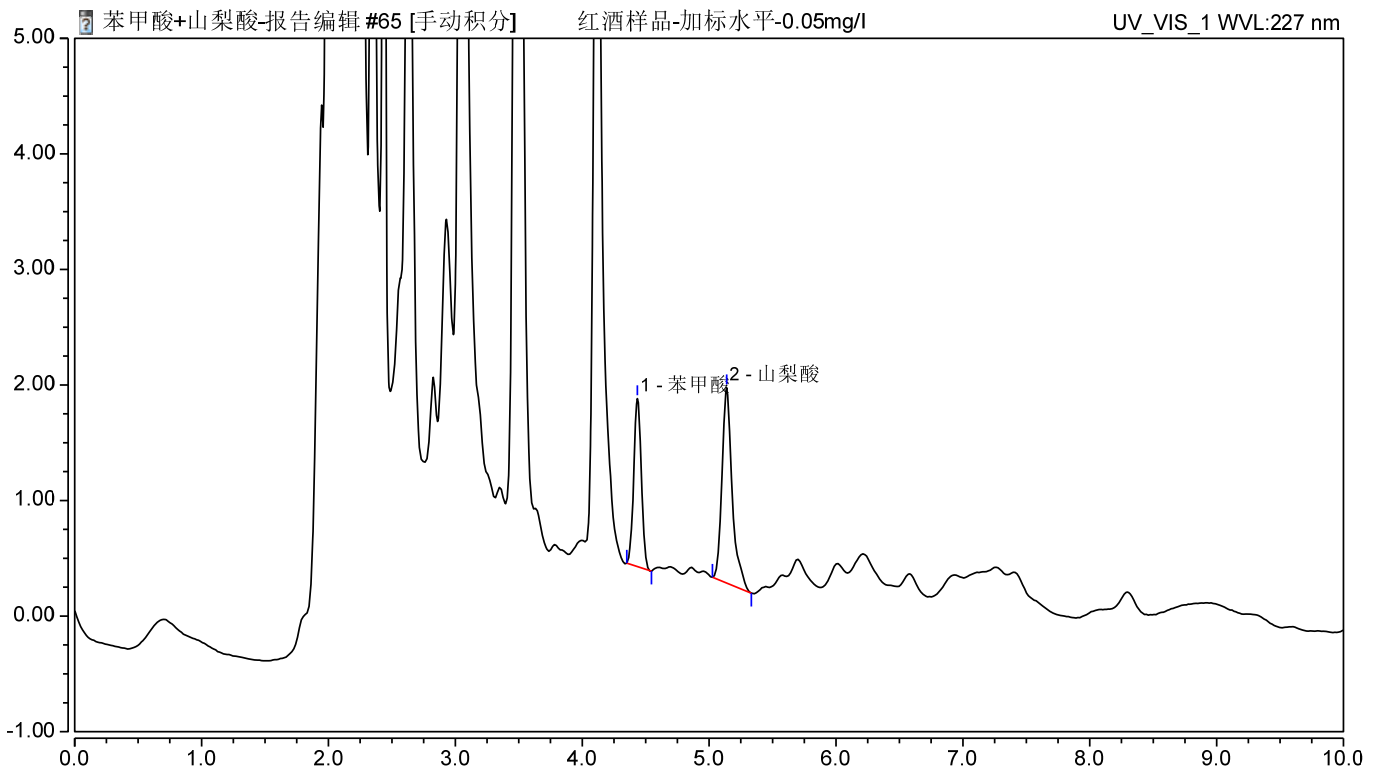


图 11. 红酒样品加标 0.25mg/L 谱图

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：熟牛肉样品加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3	RT min
苯甲酸	10	96.65	1.38	10
	1	90.72	3.37	
	0.25	95.55	2.86	
山梨酸	10	94.49	3.32	
	1	84.72	0.65	
	0.25	74.07	4.59	

表 3：红酒样品加标回收率

分类	加标水平 mg/L	平均回收率%	RSD% N=3	RT min
苯甲酸	10	96.74	1.70	10
	1	90.99	0.60	
	0.25	93.61	5.54	
山梨酸	10	97.27	1.21	
	1	95.80	1.59	
	0.25	95.45	5.07	

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
----	----	----

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

00524-20014	Welchrom® P-SAX	200mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫,9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	Ultimate®XB-C18	(4.6 x 250 mm, 5 μm)
00826-B054P 250	苯甲酸标准品	CAS No.:65-85-0,250mg
00826-S147P 250	山梨酸标准品	CAS No.:110-44-1,250mg

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com