

采用TRACE 1310 GC分析食品、饮料和化妆品中的防腐剂

车金水 余翀天 梁立娜
赛默飞世尔科技(中国)有限公司

禹重科技® ÜZONGLAB

关键词

TRACE 1310 GC; 防腐剂; 食品; 饮料; 化妆品

Keywords:

TRACE 1310 GC; Preservatives; Food; Beverages; Cosmetics

引言

防腐剂作为添加剂广泛应用于各类食品、饮料、化妆品等日常消费品中，抑制微生物的生长和繁殖，抑制物质腐败，以延长货架寿命。但是过量使用防腐剂对人体健康有害。目前主要的防腐剂主要有苯甲酸及其盐类、山梨酸及其盐类、脱氢乙酸及钠盐类、尼泊金酯类等。我国参考《食品添加剂使用卫生标准》和《化妆品卫生规范(2007版)》对防腐剂类进行限量控制^[1,2]。

在本方法中，采用Thermo Scientific TRACE 1310 GC配以分流/不分流毛细管进样口和氢火焰离子化检测器(FID)对苯甲酸、苯甲醇、对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸乙酯、对羟基苯甲酸丙酯、对羟基苯甲酸异丙酯、对羟基苯甲酸丁酯、对羟基苯甲酸异丁酯8种防腐剂进行分析检测。采用Chromeleon7.1软件控制TRACE 1310 GC系统并进行数据采集、数据分析，实现从进样到最终报告所有分析工作的自动化、智能化操作。

测试条件

仪器

Trace 1310 GC气相色谱仪，配FID检测器(Thermo Fisher Scientific); Triplus RSH自动进样器(Thermo Scientific);

色谱条件

色谱条件: 色谱柱: TG-WAXMS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm PN: 26088-1420); 柱温: 50 °C(2 min), 10 °C/min到120 °C(0 min), 20 °C/min到240 °C(20 min); 分流进样, 分流比为20:1; 进样口温度: 250 °C; 载气: 氮气(99.999%), 恒流模式, 1 mL/min。FID检测器温度: 250 °C; 氢气流速: 35 mL/min, 空气流速: 350 mL/min, 尾吹气: 40 mL/min。液体进样模式, 进样量: 1 μL。



样品前处理

准确称取2 g (精确至0.1 g) 样品于20 mL具塞试管中, 加入0.5 mL盐酸(1:1)酸化, 用10 mL、5 mL乙醚提取两次, 收集上层有机相, 加无水硫酸钠除水, 氮吹浓缩至2 mL, 待GC分析。

结果与讨论

标准品色谱图及样品加标色谱图

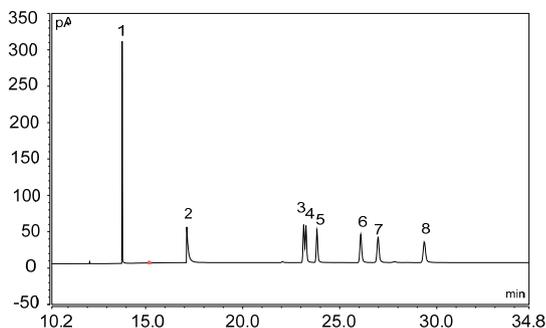


图1 标准溶液色谱图

Thermo Fisher
SCIENTIFIC

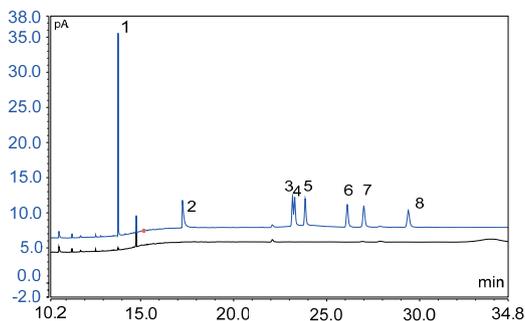


图2 样品及样品加标色谱图（加标量50mg/kg）

实际样品测试及加标回收

于超市中购买常见的2个食品样品（沙琪玛、酥油饼），3种饮料样品（可乐、橙汁、混合果饮）和4种化妆品样品（洗发水、沐浴露、护发素、男士用护肤乳液）。采用本方法进行检测。实验结果表明：本方法能够成功对上述9个样品中的8种防腐剂进行检测，没有出现色谱峰干扰情况。

同时本实验对三组样品各取一份，分别进行加标回收率实验，加标浓度为50mg/kg，考察8种防腐剂的加标回收情况。实验结果表明各组分的加标回收率均在80.1-108.2%之间，符合日常分析检测的要求（表2）。

线性、检出限及RSD

配置混合标准溶液，各浓度分别为：10.0、20.0、50.0、100.0、200.0和500.0mg/L，采用上述方法分别进样分析，考察各组分在10.0-500.0mg/L浓度范围内的线性。实验结果表明8种组分在10.0-500.0mg/L线性关系良好，线性相关系数均大于0.99（见表1）。对同一样品连续进样5针，RSD在1.09-4.32%之间，重复性良好。同时以三倍信噪比计算各组分检出限，各组分检出限在0.07-0.77mg/L之间（见表1）。

表1 保留时间、线性及检出限数据

序号	化合物	保留时间/min	线性方程	R ² / %	检出限/mg/L	RSD/% (n=5)
1	苯甲醇	13.795	Y=-0.0251+0.0121*X	0.9997	0.07	1.51
2	苯甲酸	17.193	Y=-0.0351+0.0094*X	0.9994	0.37	4.32
3	对羟基苯甲酸甲酯	23.168	Y=-0.0267+0.0083*X	0.9997	0.42	3.17
4	对羟基苯甲酸乙酯	23.285	Y=-0.0238+0.0083*X	0.9998	0.45	2.32
5	对羟基苯甲酸异丙酯	23.847	Y=-0.0337+0.0082*X	0.9996	0.46	3.12
6	对羟基苯甲酸丙酯	26.110	Y=-0.0115+0.0086*X	0.9997	0.56	1.09
7	对羟基苯甲酸异丁酯	26.993	Y=0.0559+0.0086*X	0.9985	0.48	1.18
8	对羟基苯甲酸丁酯	29.388	Y=-0.0418+0.0082*X	0.9993	0.77	2.69

表2 样品中8种防腐剂加标回收率（加标50mg/kg）

序号	化合物	饼干样品/%	饮料样品/%	化妆品样品/%
1	苯甲醇	104.4	99.4	98.1
2	苯甲酸	106.7	108.2	101.4
3	对羟基苯甲酸甲酯	101.4	88.3	96.8
4	对羟基苯甲酸乙酯	100.2	92.8	91.8
5	对羟基苯甲酸异丙酯	100.3	94.6	97.8
6	对羟基苯甲酸丙酯	101.6	91.1	99.8
7	对羟基苯甲酸异丁酯	106.7	80.1	82.8
8	对羟基苯甲酸丁酯	103.7	99.6	106.2

总结

本方法采用Thermo Fisher Scientific全新一代TRACE 1310 GC进行实验，能够成功分离8种常见的防腐剂，且在分析实际样品时没有杂质干扰。

参考文献

- [1] GB 2760-2011食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
- [2] 《化妆品卫生规范（2007版）》.

禹重科技® UZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼

电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867

上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港

全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104，China

邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

ThermoFisher
S C I E N T I F I C



了解我们



微信公众号