

## 目录

食品中八种人工着色剂的测定(HPLC 法).....	2
(GB5009.28-2016) 苯甲酸、山梨酸、糖精钠的测定 (HPLC 法).....	8
(GB/T 19681-2005)食品中苏丹红染料的检测氧化铝 SPE-HPLC 法.....	13
酱油及酱中的三氯蔗糖(蔗糖素)的测定 (HPLC 法).....	16
9 种着色剂分析报告.....	19
7 种着色剂分析报告.....	25
牛肉干中 8 种抗氧化剂的分析方法.....	30
方便面中 8 种抗氧化剂分析方法.....	35
饼干中 8 种抗氧化剂的分析方法.....	40
(GB 5009.32-2016)花生油中 8 种抗氧化剂的分析方法.....	46
酒中甜蜜素的分析方法.....	52
花生中甜蜜素的分析方法.....	57
果味饮料中甜蜜素的分析方法.....	62
花生油中麦芽酚&乙基麦芽酚的分析方法.....	67
(GB 5009.247-2016) 酸奶中纽甜的测定.....	72
(GB 5009.28-2016) 浓缩枣汁中的山梨酸、苯甲酸的测定.....	77
可乐中纽甜的分析报告.....	81
可口可乐中八种人工着色剂残留量的分析方法.....	86
黄桃干中纽甜的分析报告.....	93
茶叶中八种人工着色剂的分析方法.....	98
(GB/T 22255-2014)食品中三氯蔗糖的分析方法.....	104
EAF10006 Application of SPE-40 system for the determination of 4 Sudans in chili powder by HPLC.....	111

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 食品中八种人工着色剂的测定(HPLC 法)

案例来源: 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10046

### 应用简介

大多数人工合成着色剂均具有苯磺酸钠结构, 本实验选用天津博纳艾杰尔科技的 Cleanert PWAX 混合型弱阴离子交换柱和 Cleanert PA 聚酰胺小柱, 用以吸附食品中的合成着色剂, 选用氨化甲醇洗脱, 浓缩时间短, 适用于大批量样品的同时检测。

### 前言

人工合成着色剂又称人工合成色素, 常以苯、甲苯等为原料, 先制备色素中间体, 再将一种或两种中间体进行磺化、偶合、缩合和偶氮化等化学反应而制成。《食品中合成着色剂的测定》(GB/T 5009.35-2003), 采用聚酰胺吸附食品中的人工合成着色剂, 并用乙醇胺溶液进行洗脱。聚酰胺对合成色素的吸附能力会受到温度的影响, 实验时需对样品和淋洗液做加热处理, 而且乙醇胺浓缩所需时间过长, 此方法不适合大批量样品同时处理, 且不易做自动化方法移植。

大多数人工合成着色剂均具有苯磺酸钠结构, 本实验选用天津博纳艾杰尔科技的 Cleanert PWAX 混合型弱阴离子交换柱和 Cleanert PA 聚酰胺小柱, 用以吸附食品中的合成着色剂, 选用氨化甲醇洗脱, 浓缩时间短, 适用于大批量样品的同时检测。

表 1 着色剂样品信息

样品组分	结构式	样品组分	结构式
柠檬黄		胭脂红	
新红		日落黄	
苋菜红		诱惑红	
靛蓝		亮蓝	
赤藓红			

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 1. 样品溶液的配置

- 乙酸铵溶液(0.02 mol/L): 称取 1.54 g 乙酸铵, 加水溶解并稀释至 1000 mL;
- 甲醇/甲酸(6+4)溶液: 量取甲醇 60 mL, 甲酸 40 mL, 混匀;
- 柠檬酸溶液: 称取 20 g 柠檬酸, 加水至 100 mL 溶解, 混匀;
- 无水乙醇-氨水溶液-水: 量取无水乙醇 70 mL, 氨水溶液 20 mL、水 10 mL, 混匀;
- 水(PH=6.0): 水加柠檬酸溶液调节 PH=6.0;

## 2. 样品提取

- 饮料类样品: 称取 10 g 样品放入 100 mL 烧杯中, 含二氧化碳的样品加热去除二氧化碳;
- 配制酒类: 称取 10 g 样品放入 100 mL 小烧杯中, 加热去除乙醇;
- 液体调味料: 称取 10 g 样品放入 100 mL 小烧杯中, 若试样 pH 值偏高, 用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右;
- 固体调味料: 称取 2 g 样品放入 100 mL 小烧杯中, 加入 10 mL 1%氨水溶液, 涡旋提取 1 min, 4000 r/min 离心 5 min, 重复提取至提取液无色, 合并上清液, 用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右作为待净化液;
- 酱料类: 称取 2 g 样品, 加入 20 mL 石油醚, 涡旋混合 1 min, 5000 r/min 离心 5 min, 弃去石油醚上清液, 残渣吹干, 加入 10 mL 1%氨水溶液, 涡旋提取 1 min, 4000 r/min 离心 5 min, 重复提取至提取液无色, 合并上清液, 用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右作为待净化液;
- 果冻、水果罐头: 称取已均质样品 2 g, 装入 50 mL 离心管中, 加入 5 mL 乙醇/氨水溶液涡旋 1 min, 4000 r/min 离心 5 min, 重复提取至提取液无色, 合并上清液置于 80 水浴中浓缩至 2 mL, 水洗转移至 10 mL 比色管中, 用水定容(若试样 pH 偏高, 用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右);
- 肉制品: 称取已均质样品 2 g, 装入 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 石油醚, 涡旋混合 1 min, 4000 r/min 离心 5 min, 弃去石油醚上清液。残渣吹干, 加入 5 mL 乙醇/氨水溶液涡旋 1 min, 4000 r/min 离心 5 min, 重复提取至提取液无色, 合并上清液置于 80 水浴中浓缩至 2 mL, 水洗转移至 10 mL 比色管中, 用水定容(若试样 pH 偏高, 用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右)转移至卓睿全自动固相萃取仪上样管中, 待净化。

## 3. 固相萃取柱净化

SPE 小柱: Cleanert PWAX(150mg/6mL)Cleanert PA 聚酰胺柱(1 g/6 mL)取以上两种固相萃取柱及上述提取液至 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪中, 完成 SPE 净化过程: 6 mL 甲醇, 6 mL 水(pH 值 6~7); 全部提取液上样; 6 mL 水(pH=4)、6 mL 甲醇-甲酸(6: 4)、6 mL 水(pH 值 6~7)淋洗;

通入空气吹干小柱 5 min, 6 mL 2%氨化甲醇洗脱并接收, 收集液于 50°C 氮气吹干, 用 1 mL 水定容, 过 0.45  $\mu$ m 水系滤器过滤, 待测。

## 4. 实验条件

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

色谱柱: Venusil® XBP C18 5µm 4.6×150 mm;

流速: 1.0 mL/min;

进样量: 20 µL;

波长: 254 nm;

梯度:

时间	A%(0.02mol/L 乙酸铵)	B%(甲醇)
0	95	5
10	80	20
18	40	60
25	40	60
25.01	95	5
40	95	5

## 5.实验结果

5.1 Cleanert PWAX SPE 柱添加回收实验通过对不同基质样品的加标实验, 对上述检测方法进行验证, 结果见下表:

表 3 5 µg/g 红酒基质 8 种着色剂加标回收率

样品组分	标样过柱 1(%)	标样过柱 2(%)	红酒样品 1(%)	红酒样品 2(%)
柠檬黄	100.6	99	92.5	102
新红	100.6	97.8	102	100
苋菜红	101	98.5	104	105
靛蓝	89.8	88.8	86.9	87.5
胭脂红	100.3	98.8	92.5	90.2
日落黄	101	100	90	90.6
诱惑红	100	100	106	103
亮蓝	102	100	95	95

表 4 1 µg/g 火锅蘸料基质 3 种着色剂加标回收率

样品组分	标样过柱(%)	添加样 1(%)	添加样 2(%)	添加样 3(%)
胭脂红	99.93	100.8	112.01	100.89
日落黄	98.02	100.31	99.15	101.87
诱惑红	100	89.68	90.11	88.16

### 5.2 Cleanert PA SPE 柱添加回收实验

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

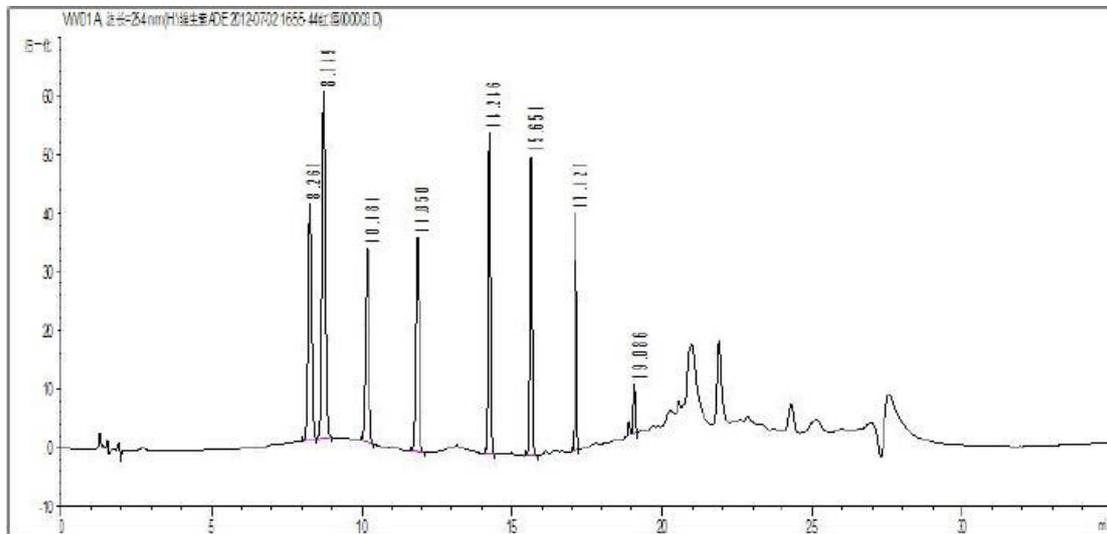
通过对不同基质样品的加标实验，对上述检测方法进行验证，结果见下表：

表 5 5 μg/g 红酒基质 8 种着色剂加标回收率

样品组分	标样过柱 1(%)	标样过柱 2(%)	红酒样品 1(%)	红酒样品 1(%)
柠檬黄	100.6	99	92.5	92.5
新红	100.6	97.8	102	102
苋菜红	101	98.5	104	104
靛蓝	89.8	88.8	86.9	86.9
胭脂红	100.3	98.8	92.5	92.5
日落黄	101	100	90	90
诱惑红	100	100	106	106
亮蓝	102	100	95	95

图 1 8 种着色剂混标谱图

(从左至右依次为柠檬黄、新红、苋菜红、靛蓝、胭脂红、日落黄、诱惑红、亮蓝)



### 5.3 赤藓红净化方法优化

赤藓红为苯甲酸钠结构，相对其他苯磺酸钠结构的着色剂，在 SPE 小柱上保留较弱，国标《GB5009.35-2003》中赤藓红的前处理方法是和其他色素不一样的，采用的是液液萃取

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



的方法。如按照 2.2 的净化方法操作，在淋洗阶段赤藓红将全部被洗脱下来。通过方法优化，最终淋洗方法确定为 6mL 水(pH 值 6~7)、6mL 甲醇，选用 Cleanert PWAX(150mg/6mL)，其他条件不变，可满足同时处理 9 种着色剂的实验要求。

#### 5.4 Cleanert PWAX 和 Cleanert PA 相比具有的优势

- 采用相同的前处理方法，方法无需调整；
- 聚合物基底材料，极大的提高了产品的吸附容量；
- 小规格产品即可取得与大规格聚酰胺相同的实验效果，便于流速的控制和自动化方法移植。

表 6 红酒中 4 种着色剂吸附容量考察

	PWAX(150mg/6mL)	JXA(1g/6mL)
柠檬黄	不超过 400ppm	不超过 100ppm
苋菜红		
胭脂红		
日落黄		

#### 注意事项

- 若提取液呈碱性，在上样之前要将其 pH 值调节至 6 左右，保证小柱可对合成着色剂有良好地吸附；
- 若样品酒精度过高，建议在上样前对样品进行除醇处理；
- SPE 小柱净化过程中，要注意对流速的控制，建议控制在 1mL/min 左右；
- 洗脱液氮吹复溶后，应选用水系滤膜过滤，防止因滤膜吸附造成样品的损失，建议选用 Hydrophilic PTFE 滤头

## 5.5 结论

实验结果表明，Cleanert PWAX 或者 Cleanert PA 和 Venusil XBP C18 液相色谱柱可以用于食品中的合成着色剂的检测，该方法快速、准确。Cleanert PWAX SPE 小柱可同时处理 9 种着色剂，Cleanert PA 可同时处理 8 种着色剂。

## 6.相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2420	柠檬黄	Tartrazine	1934-21-0
1ST2413	新红	New Red	220658-76-4
1ST2417	苋菜红	Amaranth	915-67-3
1ST2423	靛蓝	Indigotine	860-22-0
1ST2416	胭脂红	Ponceau 4RC (E124)	2611-82-7
1ST2421	日落黄	Sunset Yellow (E110)	2783-94-0
1ST2412	诱惑红	Allura Red AC	25956-17-6
1ST2422	亮蓝	Brilliant Blue FCF	3844-45-9

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

## 附：订货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
FL-LC010GS	LC-10F 高效液相色谱仪	10 mL/min,梯度系统,200-800 nm 双波长检测器
CC-100	CC-100 分析型色谱柱温箱	温控范围: 5-70°C; 可安装 1-2 支 300 mm 液相色谱柱
WA1506	Cleanert® PWAX	150 mg/6 mL, 30/pk
JXA0006	Cleanert PA	1g/6 mL, 30/pk
VX951505-L	Venusil XBP C18(L)液相色谱柱	4.6×150 mm, 5 μm, 150 Å
VX950105-0	保护柱芯	4.6×10 mm, 4/pk
CH-100	保护柱套	适用于 4.6×10 mm 保护柱芯
AS081345	针式过滤器(PTFE 亲水)	0.45 μm, 直径 13 mm, 200/pk
LZSQ-2ML	一次性无针头注射器	2 mL, 两件式, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6mm, 100/pk
0915-1819	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 1.0mm, 100/pk
AH230-4	甲醇	4×4 L/瓶

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB5009.28-2016) 苯甲酸、山梨酸、糖精钠的测定 (HPLC 法)

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10047

### 应用简介

苯甲酸、山梨酸和糖精钠是常用饮料及食品等的添加剂。食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定方法有气相色谱法(GC)、薄层色谱法(TLC)和高效液相色谱法(HPLC)。GC 法准确度不够，分离度不好；TLC 法操作复杂，仅可半定量分析；HPLC 法可同时测定食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠。具有方法简便，灵敏度高，选择性好，线性范围宽等优点。

苯甲酸、山梨酸和糖精钠是常用饮料及食品等的添加剂。食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定方法有气相色谱法(GC)、薄层色谱法(TLC)和高效液相色谱法(HPLC)。

GC 法准确度不够，分离度不好；TLC 法操作复杂，仅可半定量分析；HPLC 法可同时测定食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠。具有方法简便，灵敏度高，选择性好，线性范围宽等优点。

### (1) 材料与样品处理

仪器：高效液相色谱仪(配紫外检测器)。

试剂：1. 甲醇(CH<sub>3</sub>OH)色谱纯；

2. 乙酸铵(NH<sub>4</sub>Ac) A.R.；

3. 苯甲酸标准储备液(1.0 mg/mL)；

4. 山梨酸标准储备液(1.0 mg/mL)；

5. 糖精钠标准储备液(1.0 mg/mL)；

6. 纯水。

### (2) 色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18 L 4.6 mm×250 mm 5μm；

波长：230 nm；

流动相：0.02 mol/L 乙酸铵：甲醇=(95：5)；

流速：1.0 mL/min；

进样量：20 μL；

柱温：30℃。

在上述色谱条件下，注入 20 μL 苯甲酸、山梨酸和糖精钠标准混合液(0.04、0.02、0.04 μg/μL)。

色谱图见图 1

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

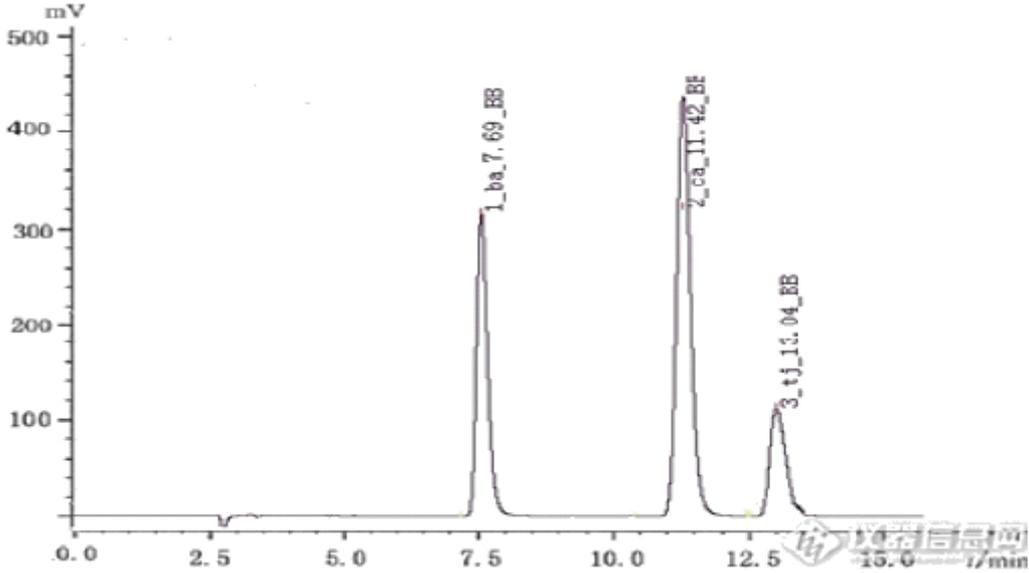
电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

图 1 苯甲酸、山梨酸、糖精钠标准混合液色谱图



### (3) 结果与讨论

#### 3.1 标准曲线绘制

苯甲酸、山梨酸、糖精钠标准混合液的配制。吸取苯甲酸、山梨酸、糖精钠标准储备液，配制浓度分别为 0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  的标准混和液。按上述色谱条件测定峰面积，并绘制校正曲线。见图 2~4。由图可见，苯甲酸、山梨酸、糖精钠校正曲线的线性关系良好(相关系数均大于 0.99900)。

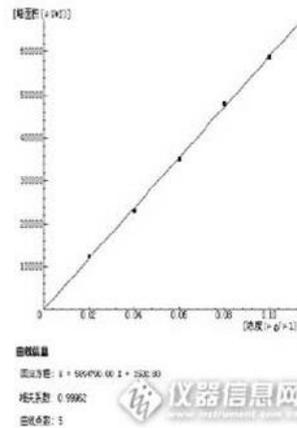
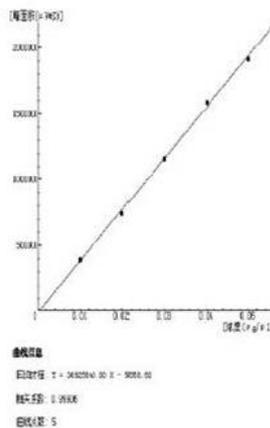
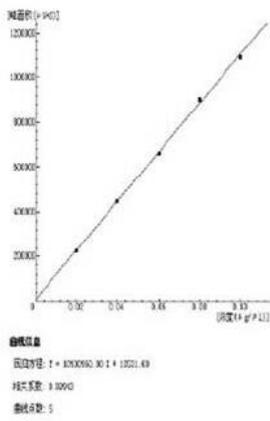


图 2 苯甲酸校正曲线 图 3 山梨酸校正曲线 图 4 糖精钠校正曲线

#### 3.2 苯甲酸、山梨酸和糖精钠测定精密度试验

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

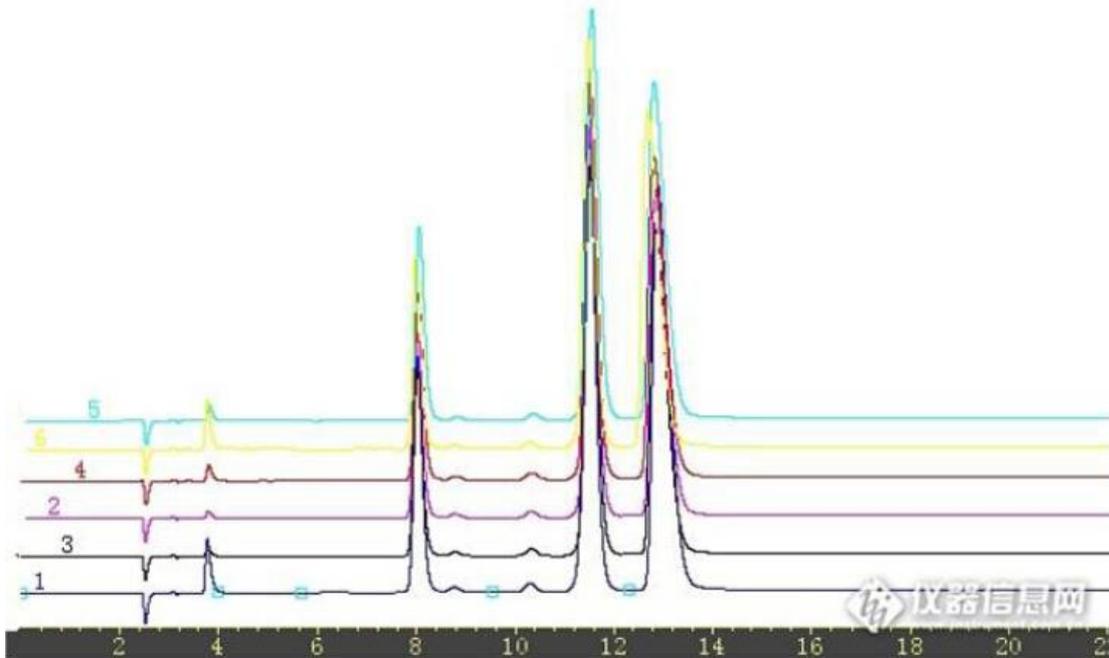
QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

在上述色谱条件下,连续六次吸取苯甲酸、山梨酸和糖精钠标准混合液(浓度分别为 0.02、0.04、0.04 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ )20 $\mu\text{L}$  注入色谱仪,分别绘制色谱图。见图 5。

图 5 苯甲酸、山梨酸和糖精钠测定精密度试验色谱图



a) 保留时间测定精密度试验,见表 1。

表 1 苯甲酸、山梨酸和糖精钠保留时间测定结果:

保留时间(min)

序号	1	2	3	4	5	6	X	RSD (%)
苯甲酸	7.68	7.71	7.73	7.72	7.7	7.68	7.71	0.23
山梨酸	11.45	11.46	11.46	11.48	11.45	11.47	11.46	0.16
糖精钠	13.03	13.04	13.01	13	13.02	13.04	13.02	0.18

b) 峰面积测定精密度试验,见表 2。

表 2 峰面积测定结果:

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



序号	1	2	3	4	5	6	X	RSD (%)
苯甲酸	410340	417637	414726	417188	416931	414295	415186	0.66
山梨酸	1215050	1219898	1213735	1221379	1220207	1221513	1216228	0.88
糖精钠	1345875	1369706	1359273	1370641	1365946	1362443	1362314	0.67

由表 1~2 可见, 苯甲酸、山梨酸和糖精钠保留时间相对标准偏差(RSD)范围为 0.39~0.74%; 峰面积相对标准偏差(RSD)范围为 0.66~0.88%。表明仪器系统测定精密度良好。

### 3.3 内控样品测定

用可口可乐饮料作基质, 配制含苯甲酸、山梨酸和糖精钠浓度分别为 0.04、0.02、0.04  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$  的内控样品。按相关文献进行样品预处理。在同样条件下测定苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量。结果分别为 0.0400、0.0198、0.0396  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ 。

### 3.4 结论

高效液相色谱仪及色谱柱 Venusil XBP C18 L (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5  $\mu\text{m}$ ), 测定食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠, 具有灵敏度高、结果准确、精密度和线性关系良好、出峰时间快、峰形好、分离度好等特点。适用于饮料、食品等中苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量的测定。

## (4) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2501	苯甲酸	Benzoic acid	65-85-0
1ST2503	山梨酸	Sorbic acid	110-44-1
1ST5104A	糖精钠	Sodium Saccharin	128-44-9

## (5) 订货信息:

订货号	产品名称	规格包装
VX952505-L	Venusil XBP C18(L)	4.6 $\times$ 250 mm, 5 $\mu\text{m}$
AS021345	针式过滤器(Nylon)	0.45 $\mu\text{m}$ , 直径 13 mm, 200/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



*First Standard*  
Analytical Reference Standards  
分析检测标准品

1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	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
AH230-4	甲醇	4×4 L/箱
AH015-4	乙腈	4×4 L/箱

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T 19681-2005)食品中苏丹红染料的检测氧化铝 SPE- HPLC 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10049

## (1) 样品提取及净化

### 1.1 红辣椒粉等粉状样品

称取 1 g~5 g(准确至 0.001 g)样品于三角瓶中,加入 10 mL~30 mL 正己烷,超声 5 min,过滤,用 10 mL 正己烷洗涤残渣数次,至洗出液无色,合并正己烷液,用旋转蒸发器浓缩至 5 mL 以下,慢慢加入 Cleanert Alumina-N 柱中,为保证层析效果,在柱中保持正己烷液面为 2 mm 左右时上样,在全程的层析过程中不应使柱干涸,用正己烷少量多次淋洗浓缩瓶,一并注入层析柱。控制氧化铝表层吸附的色素带宽宜小于 0.5 cm,待样液完全流出后,视样品中含油类杂质的多少用 10 mL~30 mL 正己烷洗柱,直至流出液无色,弃去全部正己烷淋洗液,用含 5% 丙酮的正己烷液 60 mL 洗脱,收集、浓缩后,用丙酮转移并定容至 5 mL,经 0.45  $\mu\text{m}$  滤器过滤后待测。

### 1.2 红辣椒油、火锅料、奶油等油状样品

称取 0.5 g~2 g(准确至 0.001 g)样品于小烧杯中,加入适量正己烷溶解(约 1 mL~10 mL),难溶解的样品可于正己烷中加温溶解。按 1.1 中“慢慢加入到 Cleanert Alumina-N 柱中……过滤后待测”操作。

### 1.3 辣椒酱、番茄沙司等含水量较大的样品

称取 10 g~20 g(准确至 0.01 g)样品于离心管中,加 10 mL~20 mL 水将其分散成糊状,含增稠剂的样品多加水,加入 30 mL 正己烷:丙酮 = 3: 1,匀浆 5 min,3000 rpm 离心 10 min,吸出正己烷层,于下层再加入 20 mL $\times$ 2 次正己烷匀浆,离心,合并 3 次正己烷,加入无水硫酸钠 5 g 脱水,过滤后于旋转蒸发器上蒸干并保持 5 分钟,用 5 mL 正己烷溶解残渣后,按 1.1 中“慢慢加入到 Cleanert Alumina-N 柱中……过滤后待测”操作。

### 1.4 香肠等肉制品

称取粉碎样品 10 g~20 g(准确至 0.01 g)于三角瓶中,加入 60 mL 正己烷充分匀浆 5 min,滤出清液,再以 20 mL $\times$ 2 次正己烷匀浆,过滤。合并 3 次滤液,加入 5 g 无水硫酸钠脱水,过滤后于旋转蒸发器上蒸至 5 mL 以下,按 1.1 中“慢慢加入到 Cleanert Alumina-N 柱中……过滤后待测”操作。

## (2) 检测方法

色谱柱: Venusil ASB C18 4.6 mm $\times$ 150 mm 3  $\mu\text{m}$

流动相: 溶剂 A : 0.1% 甲酸的水溶液: 乙腈 = 85: 15

溶剂 B: 0.1% 甲酸的乙腈溶液: 丙酮=80: 20

梯度洗脱: 流速: 1 mL/min 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$  检测波长: 苏丹红 I 478 nm ; 苏丹红 II、苏丹红 III、

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街 80 号天大科技园 C5 楼 405 室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



苏丹红IV 520 nm ; 于苏丹红I出峰后切换。进样量: 10  $\mu$ L。梯度条件见表 1。

表 1 流动相梯度条件

时间(min)	流动相		曲线
	A%	B%	
0	25	75	线性
10	25	75	线性
25	0	100	线性
32	0	100	线性
35	25	75	线性
40	25	75	线性

### (3) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2401	苏丹红 1 号	Sudan 1	842-07-9
1ST2402	苏丹红 2 号	Sudan 2	3118-97-6
1ST2403	苏丹红 3 号	Sudan 3	85-86-9
1ST2404	苏丹红 4 号	Sudan 4	85-83-6

### (4) 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
FL-LC010GS	LC-10F 高效液相色谱仪	10 mL/min,梯度系统,200-800 nm 双波长检测器
CC-100	CC-100 分析型色谱柱温箱	温控范围: 5-70°C可安装 1-2 支 300 mm 色谱柱
AL400012-N	Cleanert Alumina-N 固相萃取柱	4 g/12 mL, 20 支/pk
VS931505-0	Venusil ASB C18 液相色谱柱	4.6 mm $\times$ 150 mm, 3 $\mu$ m
AS041320	针式过滤器(PTFE)	0.22 $\mu$ m,直径 13 mm,200/pk

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0mm, 100/pk
AH216-4	正己烷	4×4L/瓶

注：由于有些样品，基质干扰严重，如辣椒油、火锅油等，需要使用 4g/12mL 的规格，才能有较好的回收率，具体方法可咨询 400-606-8099”。具体请参考：GB/T 19681-2005 食品中苏丹红染料的检测方法高效液相色谱法

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

## 酱油及酱中的三氯蔗糖(蔗糖素)的测定 (HPLC 法)

案例来源: 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10051

### (1) 前处理过程

准确称取酱油(或者酱)5 g(精确至 0.001 g), 置于 50 mL 的离心管中, 加入 5 mL 蒸馏水, 涡旋振荡器上震荡 3 min 后加入 15 mL 甲醇, 继续震荡 30 s, 超声提取 20 min, 3000 r/min 离心 5 min, 将上清液移入 50 mL 玻璃蒸发皿内。沉淀物加入 10 mL, 75% 甲醇水溶液, 玻璃棒搅匀后, 3000 r/min 离心 5 min, 上清液合并于蒸发皿中。置于水浴锅上, 在沸水浴上蒸干, 残渣用水溶解并定容至 5.00 mL, 过 0.45  $\mu$ m 滤膜(亲水膜), 置于 12 位负压 SPE 装置, 过 Cleanert® Alumin-N 中性氧化铝固相萃取柱, 弃去初滤液 2 mL 接受余下滤液, 过 0.45 m 滤器(Nylon), 滤液待测。

### (2) 色谱条件

色谱柱: Venusil XBP C18 L4.6 $\times$ 150 mm 5  $\mu$ m 150Å  
流速: 1.0 mL/min; 柱温: 35°C; 进样量: 20  $\mu$ L;  
蒸发光散射检测器: 蒸发管温度 75°C;  
气体流量 2.5 L/min;  
流动相梯度程序如下:

时间(min)	水 V/V	乙腈 V/V
0	89	11
13	89	11
14	10	90
21	10	90
22	89	11
25	89	11

### (3) 实验结果:

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



图 1 三氯蔗糖标准品的色谱图

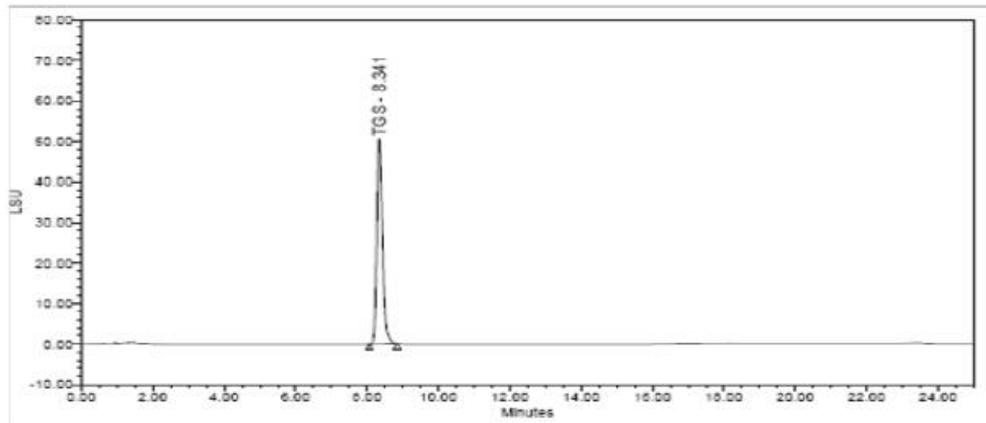


图 2 空白样品加样色谱图

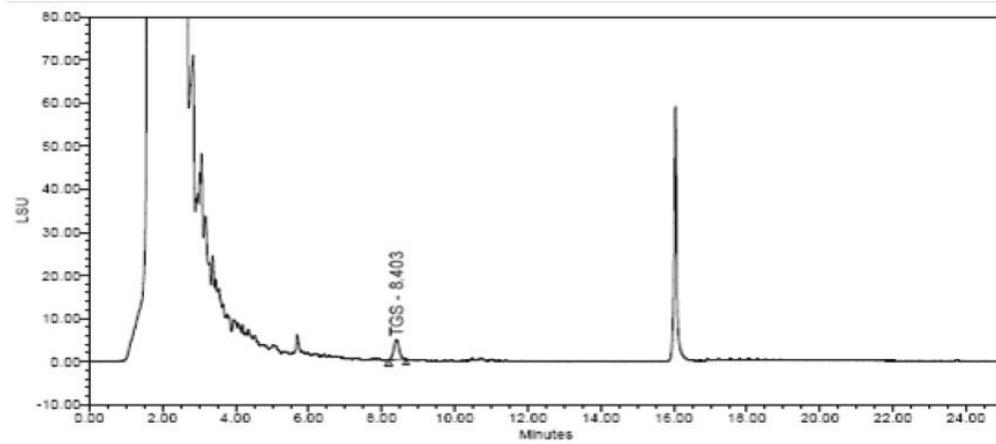
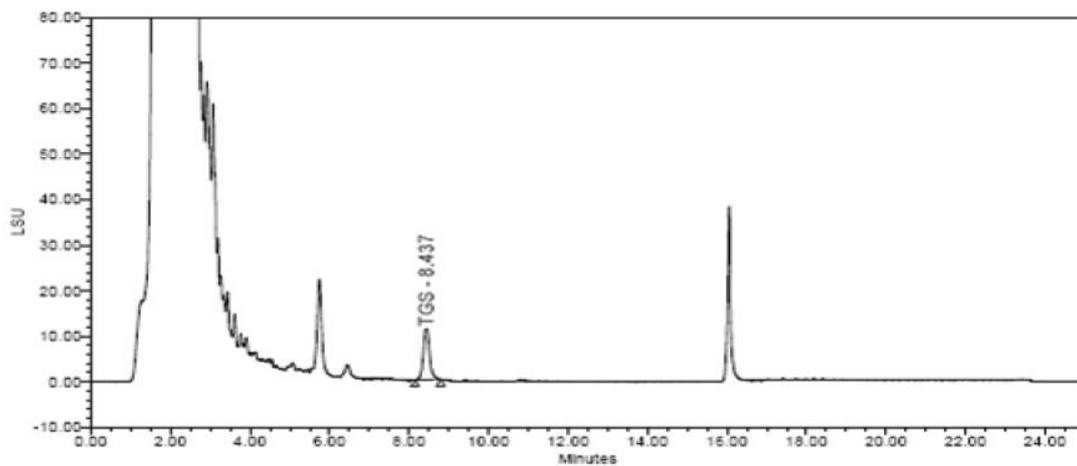


图 3 样品(酱油)色谱图



天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

结论：采用 Cleanert Alumina N 对酱油及酱进行处理，在吸附酱油及酱中芳香类及脂肪胺类等化合物的同时，有效的去除了样品中的其他杂质；采用 XBP C18-L 对酱油和酱中的三氯蔗糖进行分析，分离度较好。

#### (4) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST3215	三氯蔗糖	Sucralose	56038-13-2

#### (5) 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
FL-LC010GS	LC-10F 高效液相色谱仪	10 ml/min, 梯度系统, 200-800 nm 双波长检测器
VM12	12 位负压 SPE 装置	12 位
AL0006-N	Cleanert Alumina-N 固相萃取柱	1 g/6 mL, 30 支/pk
VX951505-L	Venusil XBP C18(L)	4.6×150 mm, 5 μm 150Å
AS012545	针式过滤器(MCM)	0.45 μm, 直径 25 mm, 100/pk
AS022545	针式过滤器(Nylon)	0.45 μm, 直径 25 mm, 100/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	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
AH230-4	甲醇	4×4 L/瓶
AH015-4	乙腈	4×4 L/箱

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 9 种着色剂分析报告

**案例来源:** 博纳艾洁尔; 应用编号: AP10156

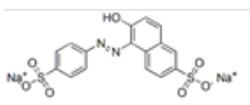
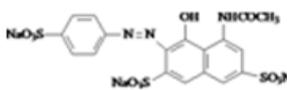
### 应用简介

本实验采用高效液相色谱法, 按照 GB5009.35-2016 方法, 选择 Venusil® XBP C18 (L) (5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm) 色谱柱对 9 种着色剂对照品进行了测试。结果显示: 9 种着色剂分离度 > 1.5, 满足检测要求。

### 前言

人工合成着色剂又称人工合成色素, 常以苯、甲苯等为原料, 先制备色素中间体, 再将一种或两种中间体进行磺化、偶合、缩合和偶氮化等化学反应而制成。着色剂的添加使用在现代饲料工业和现代畜牧水产养殖业中日益普遍。通过着色剂改变饲料的色泽, 特别是在日益增加使用非传统饲料原料的情况下, 添加着色剂以便掩盖某些非传统饲料原料(如菜籽饼粕等)的不良颜色, 迎合用户心理习惯, 增加市场竞争力; 同时, 也起到刺激食欲和诱食的作用; 还可以通过着色剂改善畜、禽、水产品的色泽, 提高其商品价值。如添加着色剂使肉鸡皮肤、禽蛋卵黄、牛奶的黄油以及鱼虾等水产品的肉质具有更鲜艳、美观的色泽和更优良的产品质量, 迎合消费者的心理。生产企业违禁添加着色剂, 长期食用此类产品将危害人体健康。

表 19 种着色剂相关信息

样品名称	英文名	结构式	分子式	分子量	CAS 号
柠檬黄	Acid Yellow 23		$C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$	534.36	1934-21-0
新红	New red		$C_{18}H_{12}O_{11}N_3Na_3S_3$	611.36	220658-76-4

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

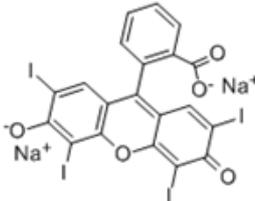
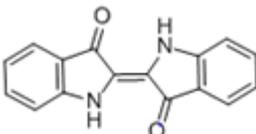
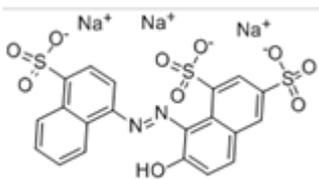
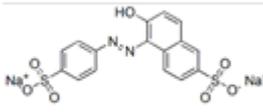
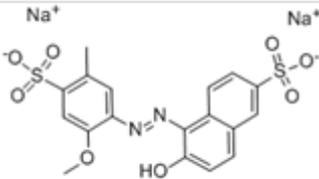
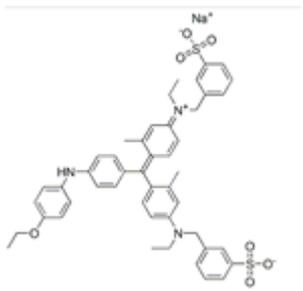
电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



苋菜红	Acid Red 27		$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$	604.47	915-67-3
靛蓝	Indigo		$C_{16}H_{10}N_2O_2$	262.26	482-89-3
胭脂红	Acid Red 18		$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$	604.47	2611-82-7
日落黄	Food Yellow 3		$C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$	452.37	2783-94-0
诱惑红	ALLURA RED AC		$C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$	496.42	25956-17-6
亮蓝	Acid Blue 90		$C_{47}H_{48}N_3NaO_7S_2$	854.02	6104-58-1

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

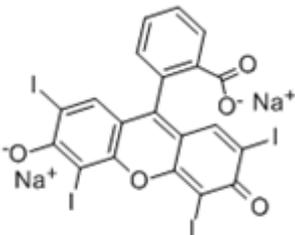
电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



赤 藓 红	Acid Red 51		$C_{20}H_{14}Na_2O_5$	879.86	568-63- 8
-------------	----------------	---	-----------------------	--------	--------------

## 实验部分

### 仪器、试剂与材料

#### 主要仪器设备

高效液相色谱仪，紫外检测器；

#### 试剂材料

屈臣氏水；甲醇为色谱纯；乙酸铵为分析纯；

高效液相色谱柱：Venusil® XBP C18 (L)；5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm。

#### 色谱条件

流动相 A：0.02mol/L 乙酸铵溶液；

流动相 B：甲醇；

流速：1.0 mL/min；

柱温：35℃；

进样量：10 μL。

#### 洗脱梯度：

时间(min)	A%	B%
0	95	5
3	65	35
7	0	100
10	0	100
10.1	95	5
21	95	5

#### 波长梯度

序号	时间 (min)	波长 (nm)
1	4.80	466
2	5.60	466
3	5.65	522
4	5.90	522

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

5	6.00	610
6	6.30	610
7	6.80	510
8	7.20	510
9	7.30	484
10	7.60	484
11	7.70	508
12	8.00	508
13	8.10	628
14	8.60	628
15	9.50	530
16	9.90	530

## 结果与讨论

本实验采用 Venusil® XBPC18(L)色谱柱对 9 种着色剂进行了测定,由表 2 及图 1 可知,该色谱柱的检测结果能够满足要求。

表 2 9 种着色剂测试结果

样品名称	组分	保留时间	理论塔板数	对称因子	分离度	备注
9 种色素	柠檬黄	5.386	64265	0.95	--	图 1
	新红	5.520	68184	0.95	1.57	
	苋菜红	5.728	69512	0.91	2.43	
	靛蓝	6.074	77510	0.99	3.97	
	胭脂红	6.949	96797	0.94	9.89	
	日落黄	7.435	118063	0.96	5.51	
	诱惑红	7.819	131524	0.95	4.44	
	亮蓝	8.458	95811	1.64	6.53	
	赤藓红	9.682	188744	0.94	12.31	

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

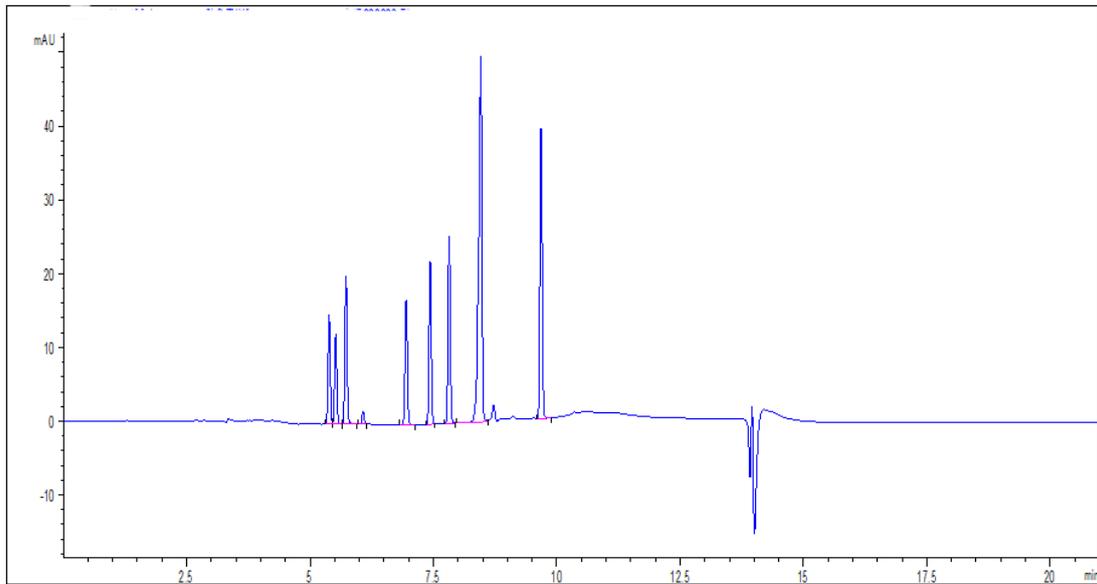


图 19 种色素供试品测试图谱

## 结论

本实验采用 Venusil® XBP C18(L)色谱柱(5  $\mu$ m, 150  $\text{\AA}$ , 4.6  $\times$  250 mm)对 9 种着色剂对照品溶液进行了测试, 结果表明 Venusil® XBP C18(L)色谱柱适用于该品种的检测。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2420	柠檬黄	Tartrazine	1934-21-0
1ST2413	新红	New Red	220658-76-4
1ST2417	苋菜红	Amaranth	915-67-3
1ST2423	靛蓝	Indigotine	860-22-0
1ST2416	胭脂红	Ponceau 4RC (E124)	2611-82-7
1ST2421	日落黄	Sunset Yellow (E110)	2783-94-0
1ST2412	诱惑红	Allura Red AC	25956-17-6
1ST2422	亮蓝	Brilliant Blue FCF	3844-45-9
1ST000267	赤藓红(四碘荧光素)	Iodoeosine	15905-32-5

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil® XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/PK
0915-1819	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
AS021345-T	微孔滤膜	单膜, 13 mm, 0.45 $\mu\text{m}$	100 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 7 种着色剂分析报告

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AP10155

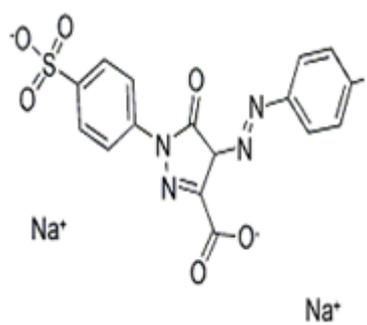
### 应用简介

本实验采用高效液相色谱法, 按照 GB5009.35-2016 方法, 选择 Venusil® XBP C18 (L) (5 μm, 150 Å, 4.6×250 mm) 色谱柱对 7 种着色剂对照品进行了测试。结果显示: 7 种着色剂分离度>1.5, 满足检测要求。

### 前言

人工合成着色剂又称人工合成色素, 常以苯、甲苯等为原料, 先制备色素中间体, 再将一种或两种中间体进行磺化、偶合、缩合和偶氮化等化学反应而制成。着色剂的添加使用在现代饲料工业和现代畜牧水产养殖业中日益普遍。通过着色剂改变饲料的色泽, 特别是在日益增加使用非传统饲料原料的情况下, 添加着色剂以便掩盖某些非传统饲料原料(如菜籽饼粕等)的不良颜色, 迎合用户心理习惯, 增加市场竞争力; 同时, 也起到刺激食欲和诱食的作用; 还可以通过着色剂改善畜、禽、水产品的色泽, 提高其商品价值。如添加着色剂使肉鸡皮肤、禽蛋卵黄、牛奶的黄油以及鱼虾等水产品的肉质具有更鲜艳、美观的色泽和更优良的产品质量, 迎合消费者的心理。生产企业违禁添加着色剂, 长期食用此类产品将危害人体健康。

表 1.7 种着色剂相关信息

样品名称	英文名	结构式	分子式	分子量	CAS 号
柠檬黄	Acid Yellow 23		$C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$	534.36	1934-21-0

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



苋菜红	Acid Red 27		$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$	604.47	915-67-3
靛蓝	Indigo		$C_{16}H_{10}N_2O_2$	262.26	482-89-3
胭脂红	Acid Red 18		$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$	604.47	2611-82-7
日落黄	Food Yellow 3		$C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$	452.37	2783-94-0
诱惑红	ALLU RA RED AC		$C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$	496.42	25956-17-6
赤藓红	Acid Red 51		$C_{20}H_6I_4Na_2O_5$	879.86	568-63-8

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 实验部分

### 仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪，紫外检测器；

### 试剂材料

屈臣氏水；甲醇为色谱纯；乙酸铵为分析纯；

高效液相色谱柱：Venusil® XBP C18 (L)；5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm。

### 色谱条件

流动相 A：0.02mol/L 乙酸铵溶液；

流动相 B：甲醇；

流速：1.0 mL/min；

柱温：35°C；

进样量：10 μL。

洗脱梯度：

时间(min)	A%	B%
0	95	5
3	65	35
7	0	100
10	0	100
10.1	95	5
21	95	5

波长梯度：

序号	时间 (min)	波长 (nm)
1	5.2	428
2	5.4	428
3	5.5	521
4	5.85	521
5	5.9	600
6	6.1	600
7	6.8	509
8	7.1	509
9	7.2	483
10	7.5	483
11	7.65	507
12	7.9	507
13	9.5	529
14	9.8	529

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

## 结果与讨论

本实验采用 Venusil® XBPC18(L)色谱柱对 7 种着色剂进行了测定,由表 2 及图 1 可知,该色谱柱的检测结果能够满足要求。

表 2.7 种着色剂测试结果

样品名称	组分	保留时间	理论塔板数	对称因子	分离度	备注
7 种色素	柠檬黄	5.336	61927	0.87	--	图 1
	苋菜红	5.675	66877	0.87	3.90	
	靛蓝	6.006	72440	0.78	3.73	
	胭脂红	6.893	90190	0.90	9.78	
	日落黄	7.365	113566	0.88	5.26	
	诱惑红	7.744	122845	0.89	4.31	
	赤藓红	9.619	176143	0.89	20.80	

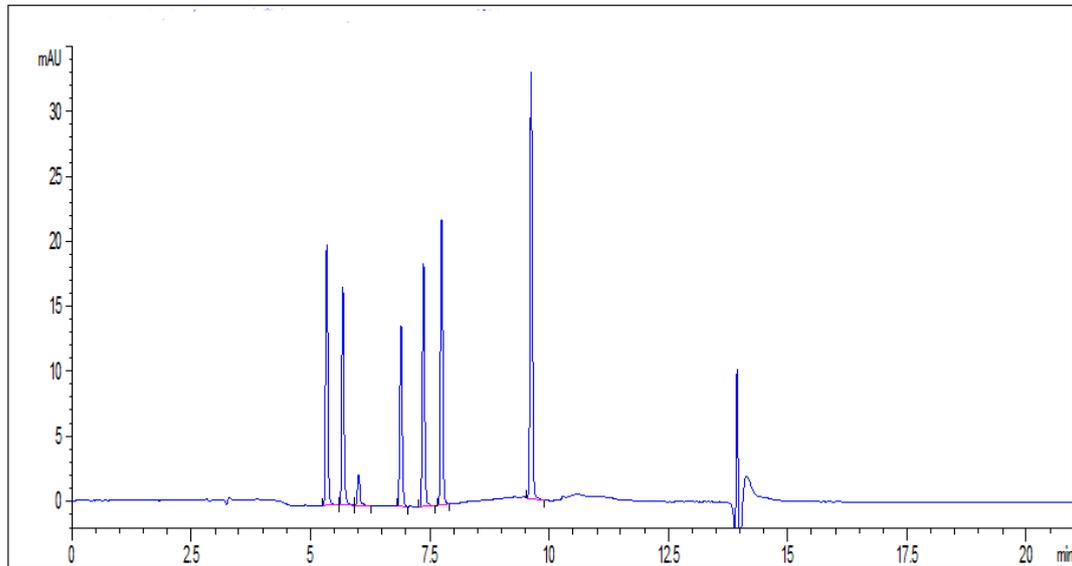


图 1.7 种色素供试品测试图谱

## 结论

本实验采用 Venusil® XBPC18(L)色谱柱(5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ , 4.6  $\times$  250 mm)对 7 种着色剂对照品溶液进行了测试,结果表明 Venusil® XBP C18(L)色谱柱适用于该品种的检测。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2420	柠檬黄	Tartrazine	1934-21-0
1ST2417	苋菜红	Amaranth	915-67-3
1ST2423	靛蓝	Indigotine	860-22-0
1ST2416	胭脂红	Ponceau 4RC (E124)	2611-82-7
1ST2421	日落黄	Sunset Yellow (E110)	2783-94-0
1ST2412	诱惑红	Allura Red AC	25956-17-6
1ST000267	赤藓红（四碘荧光素）	Iodoeosine	15905-32-5

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/PK
0915-1819	1.5mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45 $^\circ$ Shore A; 1.0 mm	100/PK
AS021345-T	微孔滤膜	单膜, 13 mm, 0.45 $\mu\text{m}$	100 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 牛肉干中 8 种抗氧化剂的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10130

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱的方法, 建立了牛肉干中 8 种抗氧化剂 (PG、TBHQ、NDGA、BHA、Ionox-100、OG、BHT、DG) 的检测方法。样品经乙腈提取, Cleanert S C18-N 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18 (L) 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.5% 甲酸水溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 8 种抗氧化剂添加量为 PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg 时, 回收率在 85%~105% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

食品抗氧化剂是能阻止或延缓食品氧化变质、提高食品稳定性和延长贮存期的食品添加剂。氧化反应不仅会使食品中的油脂变质, 而且还会使食品退色、变色和破坏维生素等, 从而降低食品的感官质量和营养价值, 甚至产生有害物质, 引起食物中毒。

由于合成抗氧化剂化学性质稳定, 价格比较优惠且有较好的效果, 在预防脂质氧化的方法中, 往往被优先考虑, 一般使用的合成抗氧化剂有 BHA、BHT、TBHQ 等。

然而由于这些抗氧化剂不是食品成分之一, 而且在食品工业中存在很多违规操作, 抗氧化剂的添加往往超出规定的标准, 越来越多的研究表明: 人工合成的抗氧化剂有一定的毒副作用, 有害人们的身心健康, 因此对食品中合成抗氧化剂的测定显得尤为重要。本实验建立了高效液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪 (紫外检测器); 博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

乙腈、甲醇为色谱纯;

实验用水为超纯水,

8 种抗氧化剂标准品及化学式, CAS 号见表 1;

一次性无菌注射器;

Nylon 针式过滤器 (0.22 μm, 直径 13 mm) ;

Cleanert S C18-N 固相萃取柱: 2000 mg/12 mL

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

表 1. 食品中 8 种抗氧化剂中文与英文名称、CAS 号

序号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
2	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
3	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
4	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
6	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
8	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

## 样品制备

### 样品提取

称 1 g 样品至 50 mL 离心管中，加 10 mL 乙腈，震荡 2 min，超声 10 min，3000 r/min 离心 5 min，收集上清液至鸡心瓶中，再加 10 mL 乙腈萃取，震荡 2 min，超声 1 min，3000 r/min 离心 5 min 合并上清液。

### 样品净化

先将小柱用 5 mL 甲醇，5 mL 乙腈活化平衡，然后将待净化液上 SPE 柱，收集流出液，再用 10 mL 乙腈：甲醇=2：1 (V/V) 进行淋洗，并收集洗脱液，40°C 蒸干，用 1 mL 乙腈溶解残留物，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

## 实验条件

### 液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)，5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm

流动相：A: 0.5% 甲酸水溶液；B: 甲醇；流速：1 mL/min

柱温：35°C

进样量：5 μL

检测波长：280 nm

流动相梯度见表 2:

表 2 流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	40	60
15	30	70
25	0	100

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

30	0	100
31	40	60
35	40	60

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂, 牛肉干基质加标回收率 85% ~ 105%, 能够满足检测标准要求。

表 3 饼干中 8 种抗氧化剂加标回收实验结果

物质名称	保留时间/min	添加水平/mg/kg	回收率/%	CV/%
PG	4.434	129	95.3	4.6
TBHQ	6.021	121	90.7	4.8
NDGA	11.233	119	99.4	4.8
BHA	12.934	240	99.9	5.1
Ionox-100	17.732	181	104.6	4.2
OG	20.762	117	96.1	5.2
BHT	26.486	155	86.9	8.4
DG	26.741	147	88.0	6.4

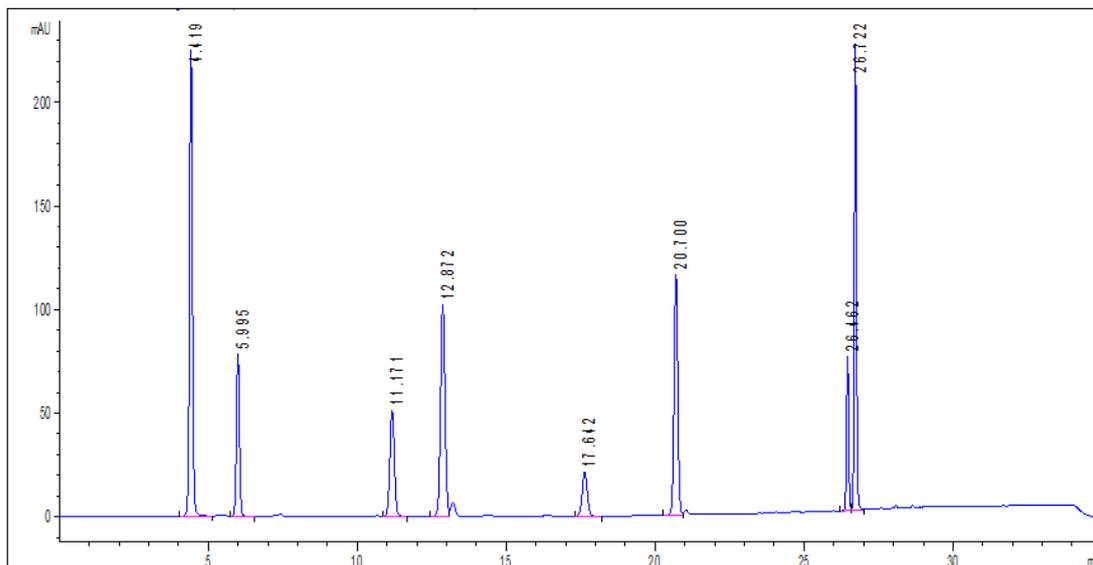


图 1 8 种抗氧化剂标准溶液液相色谱图

(标准浓度: PG: 129  $\mu\text{g/mL}$ 、TBHQ: 121  $\mu\text{g/mL}$ 、NDGA: 119  $\mu\text{g/mL}$ 、BHA: 240  $\mu\text{g/mL}$ 、Ionox-100: 181  $\mu\text{g/mL}$ 、OG: 117  $\mu\text{g/mL}$ 、BHT: 155  $\mu\text{g/mL}$ 、DG: 147  $\mu\text{g/mL}$ )

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

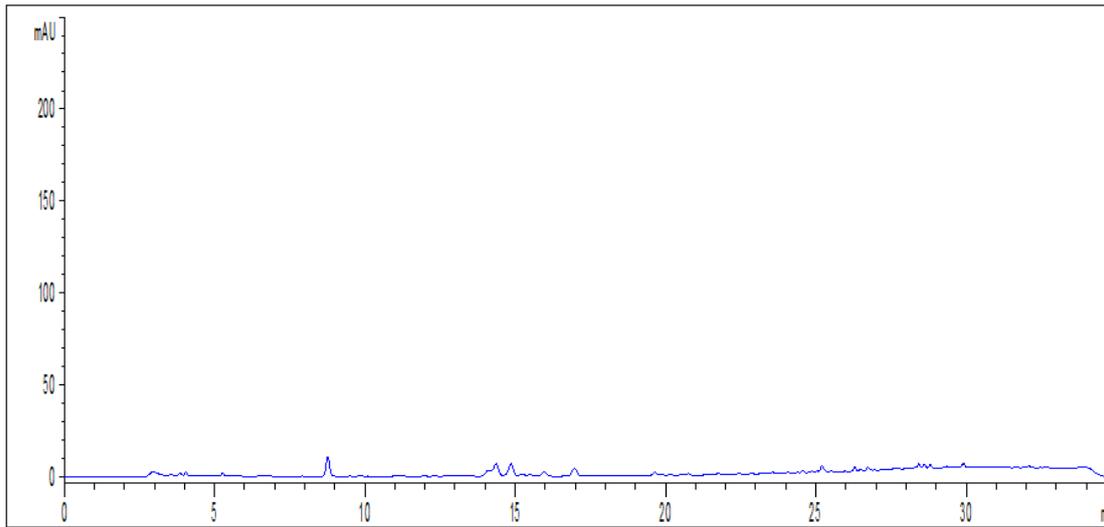


图 2 牛肉干基质空白液相色谱图

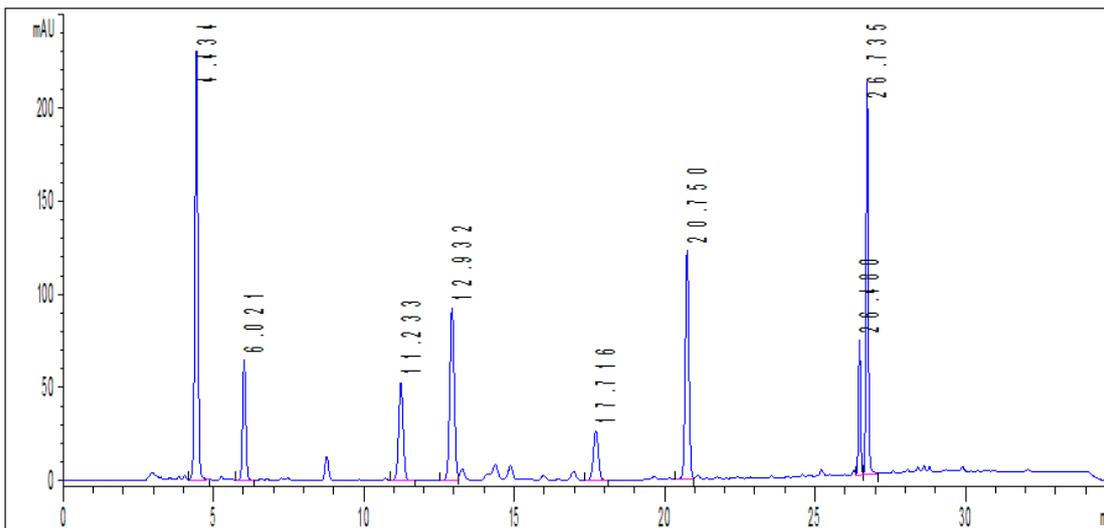


图 3. 牛肉干基质加标液相色谱图

(加标浓度: PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg)

## 结论

本实验建立了牛肉干中 8 种抗氧化剂的检测方法,并结合高效液相色谱对牛肉干中 8 种抗氧化剂含量进行测定。对于加标量为 PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

的牛肉干样品，8种抗氧化剂回收率在85%~105%之间，符合实验要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS号
1ST2308	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
1ST2317	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
1ST2322	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
1ST2301	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
1ST001613	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
1ST2324	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
1ST2302	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
1ST2325	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
S18200012N	Cleanert S C18-N	2000 mg/12 mL	20 支/包
SPE-40	Qdaura <sup>®</sup> 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VX950105-LS	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ ; 4.6 $\times$ 10 mm	4 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45 $^{\circ}$ Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 方便面中 8 种抗氧化剂分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10131

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱的方法, 建立了方便面中 8 种抗氧化剂 (PG、TBHQ、NDGA、BHA、Ionox-100、OG、BHT、DG) 的检测方法。样品经乙腈提取, Cleanert S C18-N 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18 (L) 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.5% 甲酸水溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 8 种抗氧化剂添加量分别为 PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg 时, 回收率在 80% ~ 100% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

食品抗氧化剂是能阻止或延缓食品氧化变质、提高食品稳定性和延长贮存期的食品添加剂。氧化反应不仅会使食品中的油脂变质, 而且还会使食品退色、变色和破坏维生素等, 从而降低食品的感官质量和营养价值, 甚至产生有害物质, 引起食物中毒。

由于合成抗氧化剂化学性质稳定, 价格比较优惠且有较好的效果, 在预防脂质氧化的方法中, 往往被优先考虑, 一般使用的合成抗氧化剂有 BHA、BHT、TBHQ 等。

然而由于这些抗氧化剂不是食品成分之一, 而且在食品工业中存在很多违规操作, 抗氧化剂的添加往往超出规定的标准, 越来越多的研究表明: 人工合成的抗氧化剂有一定的毒副作用, 有害人们的身心健康, 因此对食品中合成抗氧化剂的测定显得尤为重要。

本实验建立了高效液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪 (紫外检测器); 博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

乙腈、甲醇为色谱纯;

实验用水为超纯水, 8 种抗氧化剂标准品及化学式, CAS 号见表 1;

一次性无菌注射器;

Nylon 针式过滤器 (0.22 μm, 直径 13 mm) ;

Cleanert S C18-N 固相萃取柱: 2000 mg/12 mL

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 1: 食品中 8 种抗氧化剂中文与英文名称、CAS 号

序号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
2	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
3	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
4	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
6	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
8	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

## 样品制备

### 样品提取

称 1 g 样品至 50 mL 离心管中, 加 10 mL 乙腈, 震荡 2 min, 超声 10 min, 3000 r/min 离心 5 min, 收集上清液至鸡心瓶中, 再加 10 mL 乙腈, 震荡 2 min, 超声 1 min, 3000 r/min 离心 5 min 合并上清液。

### 样品净化

先将小柱用 5 mL 甲醇, 5 mL 乙腈活化平衡, 然后将待净化液上 SPE 柱, 收集流出液, 再用 10 mL 乙腈: 甲醇=2:1 (V/V) 进行洗脱, 并收集洗脱液, 40°C 蒸干, 用 1 mL 乙腈溶解残留物, 过 0.22  $\mu\text{m}$  Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

## 实验条件

### 液相条件

色谱柱: Venusil XBP C18 (L), 5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ , 4.6  $\times$  250 mm

流动相: A: 0.5% 甲酸水溶液; B: 甲醇; 流速: 1 mL/min

柱温: 35°C

进样量: 5  $\mu\text{L}$

检测波长: 280 nm

流动相梯度见表 2:

表 2. 流动相梯度

时间 (min)	A%	B%
0	40	60
15	30	70

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

25	0	100
30	0	100
31	40	60
35	40	60

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂, 方便面基质加标回收率在 80% ~ 100% 之间, 能够满足检测标准要求。

表 3. 方便面中 8 种抗氧化剂加标回收实验结果

物质名称	保留时间 (min)	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)	CV (%)
PG	4.433	129	92.4	2.1
TBHQ	6.022	121	98.6	1.2
NDGA	11.238	119	100.8	0.6
BHA	12.933	240	95.6	0.3
Ionox-100	17.711	181	100.6	1.2
OG	20.757	117	91.5	1.8
BHT	26.481	155	79.6	10.6
DG	26.741	147	84.2	1.71

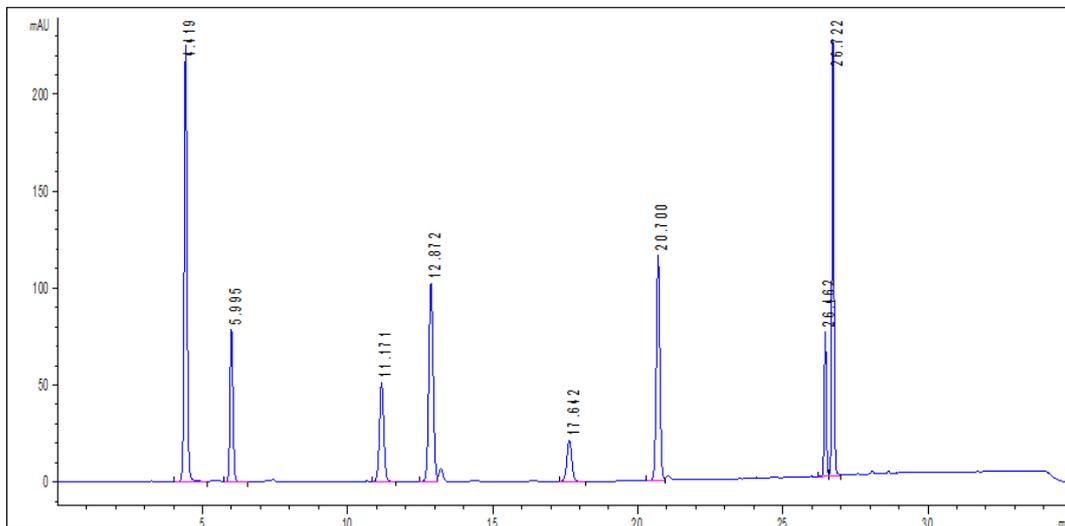


图 1.8 种抗氧化剂标准溶液液相色谱图

(标准浓度: PG: 129  $\mu\text{g/mL}$ 、TBHQ: 121  $\mu\text{g/mL}$ 、NDGA: 119  $\mu\text{g/mL}$ 、BHA: 240  $\mu\text{g/mL}$ 、Ionox-100: 181  $\mu\text{g/mL}$ 、OG: 117  $\mu\text{g/mL}$ 、BHT: 155  $\mu\text{g/mL}$ 、DG: 147  $\mu\text{g/mL}$ )

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

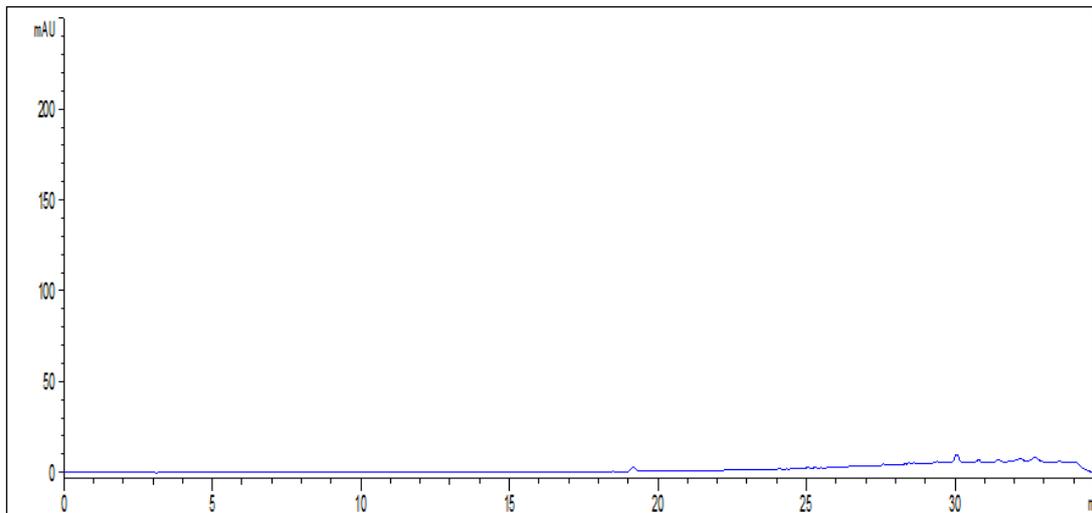


图 2.方便面基质空白液相色谱图

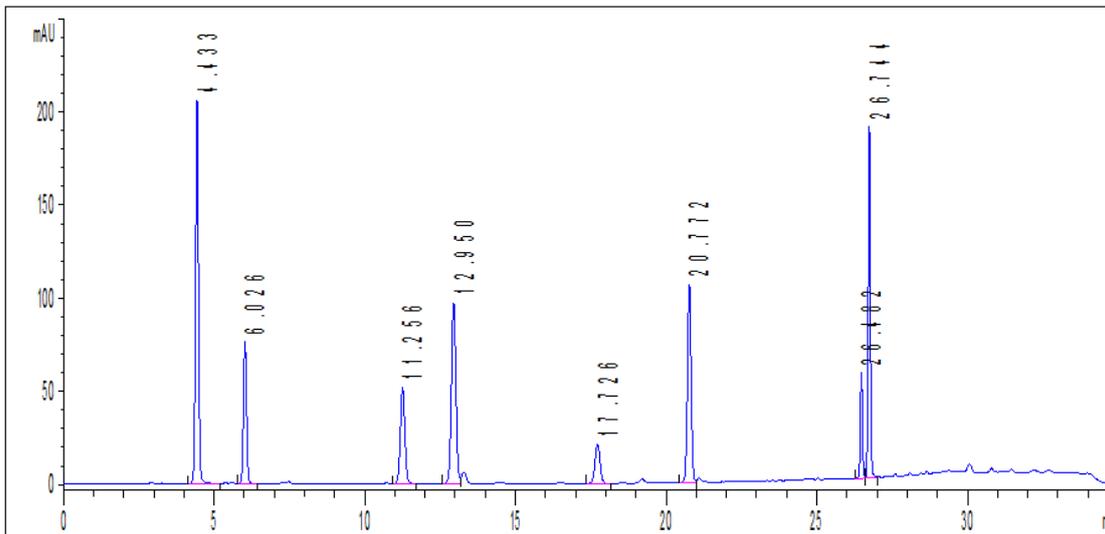


图 3.方便面基质加标液相色谱图

(加标浓度: PG : 129mg/kg、TBHQ :121 mg/kg、NDGA : 119mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG:147 mg/kg)

## 结论

本实验建立了方便面中 8 种抗氧化剂的检测方法,并结合高效液相色谱对方便面中 8 种抗氧化剂含量进行测定。对于加标量分别为 PG : 129 mg/kg、TBHQ:121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg 的方便面样品, 8 种抗氧化剂回收率在 80% ~ 100%之间, 符合实验要求。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1ST2308	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
1ST2317	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
1ST2322	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
1ST2301	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
1ST001613	2,6-二叔丁基-4-羟基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
1ST2324	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
1ST2302	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
1ST2325	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
S18200012N	Cleanert S C18-N	2000 mg/12 mL	20 支/包
SPE-40	Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VX950105-LS	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ ; 4.6 $\times$ 10 mm	4 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 饼干中 8 种抗氧化剂的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10132

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱的方法,建立了饼干中 8 种抗氧化剂(PG、TBHQ、NDGA、BHA、Ionox-100、OG、BHT、DG)的检测方法。样品经乙腈提取, Cleanert S C18-N 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18 (L) 色谱柱 (4.6×250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.5% 甲酸水溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 外标法进行定量。结果表明: 8 种抗氧化剂添加量分别为 PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg 时, 回收率在 85%~100% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

食品抗氧化剂是能阻止或延缓食品氧化变质、提高食品稳定性和延长贮存期的食品添加剂。氧化反应不仅会使食品中的油脂变质, 而且还会使食品退色、变色和破坏维生素等, 从而降低食品的感官质量和营养价值, 甚至产生有害物质, 引起食物中毒。

由于合成抗氧化剂化学性质稳定, 价格比较优惠且有较好的效果, 在预防脂质氧化的方法中, 往往被优先考虑, 一般使用的合成抗氧化剂有 BHA、BHT、TBHQ 等。

然而由于这些抗氧化剂不是食品成分之一, 而且在食品工业中存在很多违规操作, 抗氧化剂的添加往往超出规定的标准, 越来越多的研究表明: 人工合成的抗氧化剂有一定的毒副作用, 有害人们的身心健康, 因此对食品中合成抗氧化剂的测定显得尤为重要。

本实验建立了高效液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪 (紫外检测器);  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置;  
Qdaura®卓睿全自动固相萃取系统。

##### 试剂材料

乙腈、甲醇为色谱纯;  
实验用水为超纯水, 8 种抗氧化剂标准品及化学式, CAS 号见表 1;  
一次性无菌注射器; Nylon 针式过滤器 (0.22 μm, 直径 13 mm);  
Cleanert S C18-N 固相萃取柱: 2000 mg/12 mL;

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室  
邮编: 300457  
电话: (0086) 22-6537-8550  
QQ: 2850791073  
邮箱: sales@altascientific.com  
网址: www.altascientific.com.cn

表 1 食品中 8 种抗氧化剂中文与英文名称、CAS 号

序号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
2	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
3	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
4	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
6	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
8	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

### 样品制备

#### 样品提取

称 1 g 样品至 50 mL 离心管中，加 10 mL 乙腈，震荡 2 min，超声 10 min，3000 r/min 离心 5 min，收集上清液至鸡心瓶中，再加 10 mL 乙腈，震荡 2 min，超声 1 min，3000 r/min 离心 5 min 合并上清液。

#### 样品净化

先将小柱用 5 mL 甲醇，5 mL 乙腈活化平衡，然后将待净化液上 SPE 柱，收集流出液，再用 10 mL 乙腈：甲醇=2:1 (V/V) 进行淋洗，并收集洗脱液，40°C 蒸干，用 1 mL 乙腈溶解残留物，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)，5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm

流动相：A: 0.5% 甲酸水溶液；B: 甲醇；流速：1 mL/min

柱温：35°C

进样量：5 μL

检测波长：280 nm

流动相梯度见表 2：

表 2 流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	40	60
15	30	70
25	0	100

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



30	0	100
31	40	60
35	40	60

卓睿全自动固相萃取仪 SPE-40 条件:

步骤										
	指令	溶剂	流速 ml/min	流量ml						
1	活化	Methanol	3	5						
2	活化	Acetonitrile	3	5						
3	收集1 样...	空气	3	25						
4	收集1 样...	Acetonitrile+Methanol=2+1	3	10						
5	收集1 样...	空气	3	10						
6	终止									
7										
8										
9										
溶剂别名										
空气清洗										
 <table border="0"> <tr> <td>流速 (ml/min)</td> <td>流量 1 (ml)</td> <td>流量 2 (ml)</td> </tr> <tr> <td><input type="text" value="10"/></td> <td><input type="text" value="5"/></td> <td><input type="text" value="0"/></td> </tr> </table>					流速 (ml/min)	流量 1 (ml)	流量 2 (ml)	<input type="text" value="10"/>	<input type="text" value="5"/>	<input type="text" value="0"/>
流速 (ml/min)	流量 1 (ml)	流量 2 (ml)								
<input type="text" value="10"/>	<input type="text" value="5"/>	<input type="text" value="0"/>								
备注										

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂, 手动分析时饼干基质加标 8 种抗氧化剂回收率 85%~100%, 采用卓睿全自动固相萃取仪 SPE-40 分析时 8 种抗氧化剂回收率 88%~96%, 能够满足检测要求。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表3 饼干中8种抗氧化剂加标回收实验结果

物质名称	保留时间/min	手动分析			SPE-40 分析		
		添加水平/mg/kg	回收率/%	CV/%	添加水/mg/kg	回收率/%	CV/%
PG	4.416	129	92.7	5.8	684	91.8	-2.5
TBHQ	5.974	121	86.0	11.6	540	93.5	-2.6
NDGA	11.095	119	100.3	4.9	484	93.6	-2.1
BHA	12.798	240	98.4	-0.7	852	95.5	-4.5
Ionox-100	17.538	181	99.1	0.4	564	95.5	-4.4
OG	20.627	117	90.4	6.1	380	90.7	-2.5
BHT	26.444	155	89.6	-4.5	604	92.7	-3.6
DG	26.704	147	85.9	7.7	540	88.4	-2.6

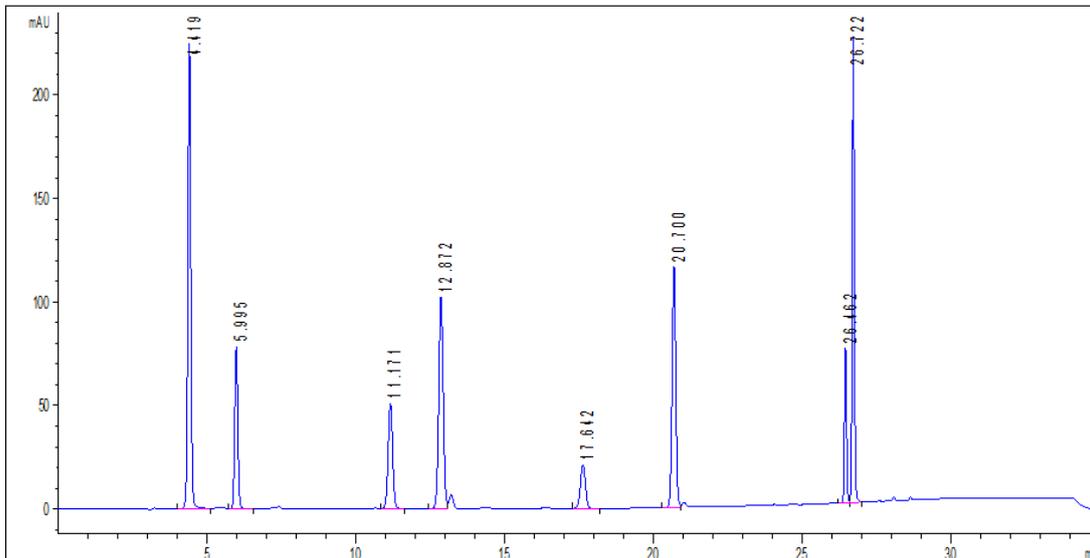


图 1.8 种抗氧化剂标准溶液液相色谱图

(标准浓度: PG: 129 µg/mL、TBHQ: 121 µg/mL、NDGA: 119 µg/mL、BHA: 240 µg/mL、Ionox-100: 181 µg/mL、OG: 117 µg/mL、BHT: 155 µg/mL、DG: 147 µg/mL)

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

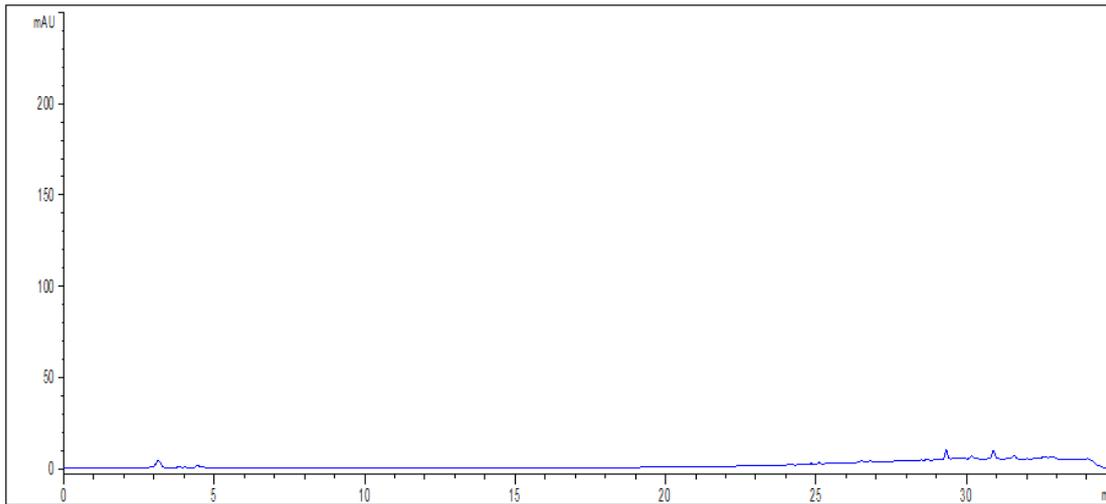


图 2. 饼干基质空白液相色谱图

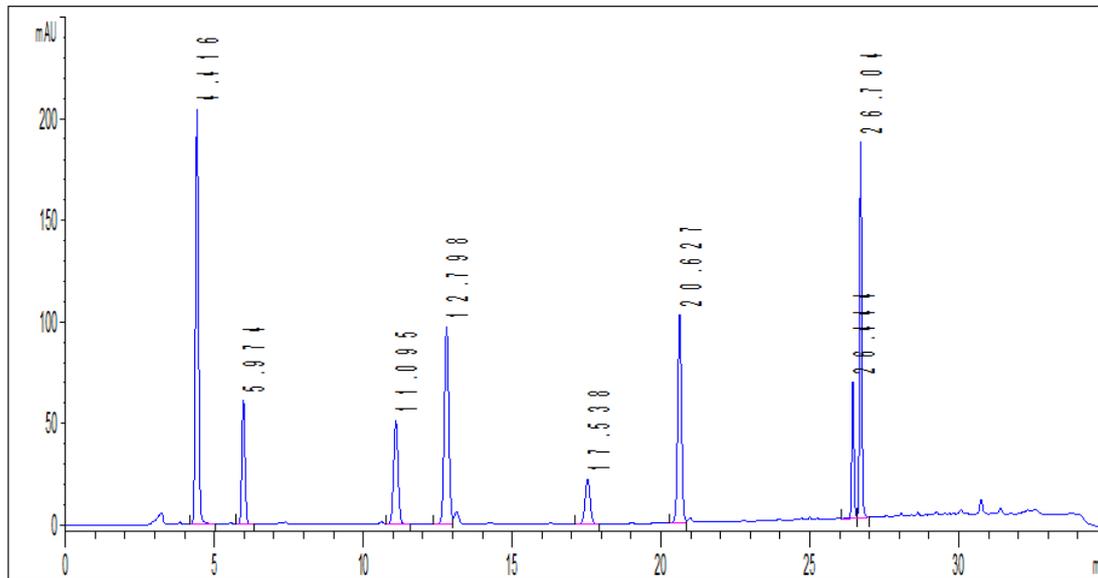


图 3. 饼干基质加标液相色谱图

(加标浓度: PG: 129mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg)

## 结论

本实验建立了饼干中 8 种抗氧化剂的检测方法, 并结合高效液相色谱对饼干中 8 种抗氧化剂含量进行测定。对于加标量分别为 PG: 129 mg/kg、TBHQ: 121 mg/kg、NDGA: 119 mg/kg、BHA: 240 mg/kg、Ionox-100: 181 mg/kg、OG: 117 mg/kg、BHT: 155 mg/kg、DG: 147 mg/kg 的饼干样品, 8 种抗氧化剂回收率在 85% ~ 100%之间, 符合实验要求。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1ST2308	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
1ST2317	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
1ST2322	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
1ST2301	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
1ST001613	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
1ST2324	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
1ST2302	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
1ST2325	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
S18200012N	Cleanert S C18-N	2000 mg/12 mL	20 支/包
SPE-40	Qdaura®卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VX950105-LS	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ ; 4.6 $\times$ 10 mm	4 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB 5009.32-2016)花生油中 8 种抗氧化剂的分析方法

**案例来源:**博纳艾杰尔; 应用编号: AF10133

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱的方法,建立了花生油中 8 种抗氧化剂 (PG、TBHQ、NDGA、BHA、Ionox-100、OG、BHT、DG) 的检测方法。样品经乙腈提取, Cleanert S C18-N 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18 (L) 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.5% 甲酸水溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 8 种抗氧化剂添加量分别为 PG: 171 mg/kg、TBHQ: 135 mg/kg、NDGA: 121 mg/kg、BHA: 213 mg/kg、Ionox-100: 141 mg/kg、OG: 95 mg/kg、BHT: 151 mg/kg、DG: 135 mg/kg 时, 回收率在 89%~106% 之间, 变异系数小于 6.0%, 能够满足检测要求。

### 前言

食品抗氧化剂是能阻止或延缓食品氧化变质、提高食品稳定性和延长贮存期的食品添加剂。氧化反应不仅会使食品中的油脂变质, 而且还会使食品退色、变色和破坏维生素等, 从而降低食品的感官质量和营养价值, 甚至产生有害物质, 引起食物中毒。

由于合成抗氧化剂化学性质稳定, 价格比较优惠且有较好的效果, 在预防脂质氧化的方法中, 往往被优先考虑, 一般使用的合成抗氧化剂有 BHA、BHT、TBHQ 等。

然而由于这些抗氧化剂不是食品成分之一, 而且在食品工业中存在很多违规操作, 抗氧化剂的添加往往超出规定的标准, 越来越多的研究表明: 人工合成的抗氧化剂有一定的毒副作用, 有害人们的身心健康, 因此对食品中合成抗氧化剂的测定显得尤为重要。

本实验建立了高效液相色谱法检测花生油中 8 种抗氧化剂的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪 (紫外检测器); 博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

乙腈、甲醇为色谱纯;

实验用水为超纯水, 8 种抗氧化剂标准品及化学式, CAS 号见表 1;

一次性无菌注射器;

Nylon 针式过滤器 (0.22 μm, 直径 13 mm) ;

Cleanert S C18-N 固相萃取柱: 2000 mg/12 mL

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

表 1.食品中 8 种抗氧化剂中文与英文名称、CAS 号

序号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
2	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
3	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
4	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
6	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
8	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

## 样品制备

### 样品提取

称 1 g 样品至 50 mL 离心管中，加 10 mL 乙腈，震荡 2 min，超声 10 min，3000 r/min 离心 5 min，收集上清液至鸡心瓶中，再加 10 mL 乙腈萃取，震荡 2 min，超声 1 min，3000 r/min 离心 5 min 合并上清液。

### 样品净化

先将小柱用 5 mL 甲醇，5 mL 乙腈活化平衡，然后将待净化液上 SPE 柱，收集流出液，再用 10 mL 乙腈：甲醇=2：1 (V/V) 进行洗脱，并收集洗脱液，40°C 蒸干，用 1 mL 乙腈溶解残留物，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测。  
以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

## 实验条件

### 液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)，5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm

流动相：A: 0.5% 甲酸水溶液；B: 甲醇；

流速：1 mL/min

柱温：35°C

进样量：5 μL

检测波长：280 nm

流动相梯度见表 2

表 2.流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	40	60
15	30	70

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

25	0	100
30	0	100
31	40	60
35	40	60

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱法检测食品中 8 种抗氧化剂, 花生油基质加标回收率 89% ~ 106%, 变异系数小于 6.0%, 能够满足检测标准要求。

表 3. 花生油中 8 种抗氧化剂加标回收实验结果

物质名称	保留时间/min	添加水平/mg/kg	回收率/%	CV/%
PG	4.430	171	93.8	4.3
TBHQ	6.058	135	100.6	2.5
NDGA	11.447	121	95.5	5.8
BHA	13.078	213	105.0	3.0
Ionox-100	17.806	141	105.2	2.8
OG	20.920	95	93.5	4.2
BHT	26.506	151	101.3	2.7
DG	26.804	135	89.5	4.3

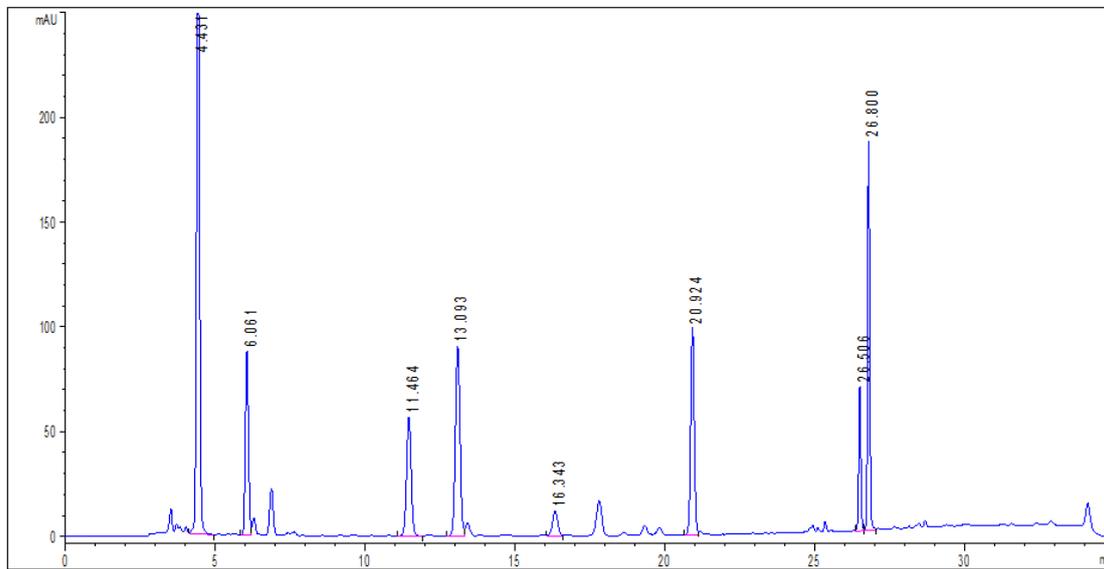


图 1. 8 种抗氧化剂标准溶液液相色谱图 (标准浓度: PG: 171  $\mu\text{g/mL}$ 、TBHQ: 135  $\mu\text{g/mL}$ 、NDGA: 121  $\mu\text{g/mL}$ 、BHA: 213  $\mu\text{g/mL}$ 、Ionox-100: 141  $\mu\text{g/mL}$ 、OG: 95  $\mu\text{g/mL}$ 、BHT: 151  $\mu\text{g/mL}$ 、DG: 135  $\mu\text{g/mL}$ )

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

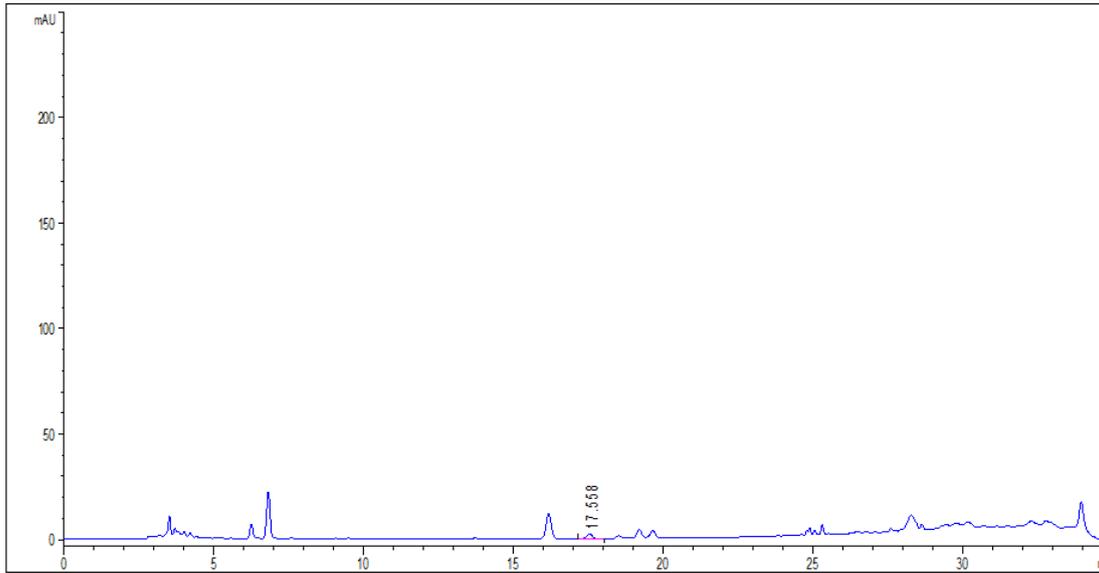


图 2. 花生油基质空白液相色谱图

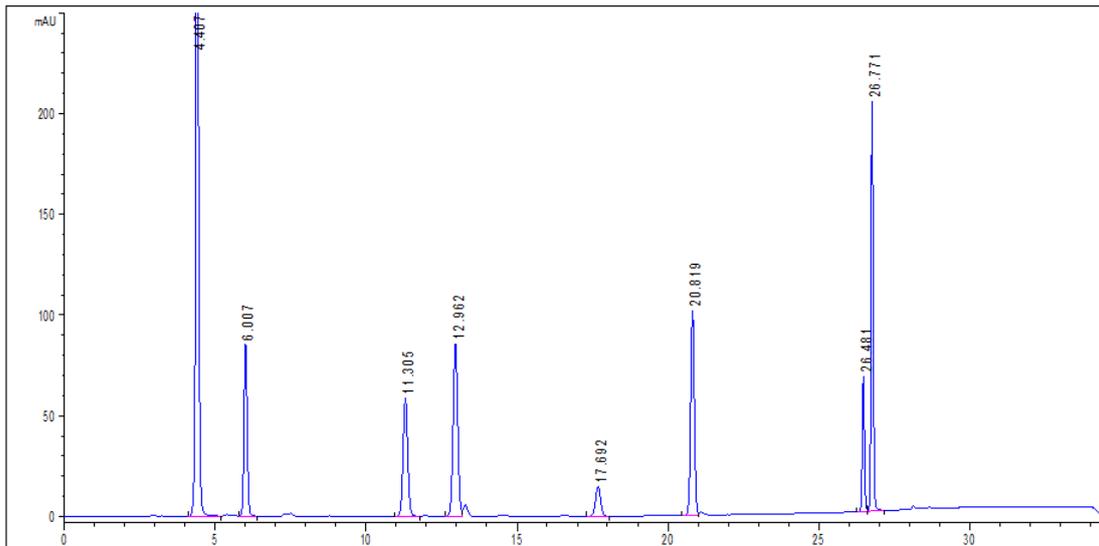


图 3. 花生油基质加标液相色谱图 (加标浓度: PG: 171 mg/kg、TBHQ: 135 mg/kg、NDGA: 121 mg/kg、BHA: 213 mg/kg、Ionox-100: 141 mg/kg、OG: 95 mg/kg、BHT: 151 mg/kg、DG: 135 mg/kg)

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



图 4. 乙腈提取后氮气吹干油样残留（左：1g 油样；右：净化后油样残留）

## 结论

本实验建立了花生油中 8 种抗氧化剂的检测方法,并结合高效液相色谱对花生油中 8 种抗氧化剂含量进行测定。对加标量为 PG: 171 mg/kg、TBHQ: 135 mg/kg、NDGA: 121 mg/kg、BHA: 213 mg/kg、Ionox-100: 141 mg/kg、OG: 95 mg/kg、BHT: 151 mg/kg、DG: 135 mg/kg 的花生油样品,回收率在 89% ~ 106%之间,变异系数小于 6.0%,符合实验要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	英文简称	CAS 号
1ST2308	没食子酸丙酯	Propyl gallate	PG	121-79-9
1ST2317	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	TBHQ	1948-33-0
1ST2322	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	NDGA	500-38-9
1ST2301	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	BHA	25013-16-5
1ST001613	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	Ionox-100	489-01-0
1ST2324	没食子酸辛酯	Octyl gallate	OG	1034-01-1

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



1ST2302	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	BHT	128-37-0
1ST2325	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	DG	1166-52-5

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
S18200012N	Cleanert S C18-N	2000 mg/12 mL	20 支/包
SPE-40	Qdaura®卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VX950105-LS	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ ; 4.6 $\times$ 10 mm	4 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 酒中甜蜜素的分析方法

**案例来源：**博纳艾杰尔；

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱串联质谱的方法，建立了酒中环己基氨基磺酸钠（甜蜜素）的检测方法。样品经水提取，Cleanert® PWAX 固相萃取柱净化，Venusil XBP® C8 色谱柱（3.0×50 mm，5 μm，150 Å）分离，0.01 mol/L 乙酸铵水溶液和乙腈为流动相梯度洗脱，外标法定量。结果表明：甜蜜素添加量为 200.0 mg/kg 时，回收率为 106.7%，变异系数小于 2.0%，能够满足检测要求。

### 前言

甜蜜素（Sodium cyclamate）化学名称为环己基氨基磺酸钠，是一种人工合成的甜味剂，味道清甜，为无营养甜味剂。甜蜜素的甜度约为蔗糖的 30~40 倍，其作为国际通用的食品添加剂中可用于清凉饮料、果汁、冰激凌、糕点及蜜饯等食品中。由于人工合成甜味剂产生的热量少，对肥胖、高血压、糖尿病、龋齿等患者有益，加之又具有高效、经济等优点，因此在食品工业中被广泛应用。但是人工合成甜味剂的安全性已受到了广泛质疑，消费者如果经常食用甜蜜素含量超标的糕点、饮料或其他食品，就会因摄入过量对人体的肝脏和神经系统造成危害，特别是对代谢排毒的能力较弱的老人、孕妇、小孩危害更明显。

本实验建立了固相萃取结合高效液相色谱串联质谱检测酒中甜蜜素的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+质谱仪；  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

甲醇为色谱纯，实验用水为超纯水，氨水为分析纯，乙腈为质谱纯，乙酸铵，甜蜜素标准物质纯度 99.9%。

一次性无菌注射器；Nylon 针式过滤器（0.22 μm，直径 13 mm）；

Cleanert® PWAX 固相萃取柱：150 mg/6 mL。

#### 样品制备

##### 样品提取

称取 5.00 g 样品于 40 mL 样品瓶，60°C 水浴上加热 30 min，残渣全部转移至 50 mL 容量瓶中，用纯净水定容至刻度，摇匀待净化。

##### 样品净化

先将小柱用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化平衡，取 1 mL 待净化液上 SPE 柱，分别用 5 mL

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

水和 5 mL 10% 甲醇水溶液 (V/V, 体积比) 淋洗, 抽干小柱, 用 5 mL 2% 的氨化甲醇溶液 (V/V, 体积比) 洗脱, 并收集洗脱液, 用超纯水定容到 10 mL, 过 0.22  $\mu\text{m}$  Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱: Venusil® XBP C8, 5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ , 3.0  $\times$  50 mm

流动相: A: 0.01 mol/L 乙酸铵水溶液; B: 乙腈;

流速: 0.4 mL/min

柱温: 30°C

进样量: 5  $\mu\text{L}$

流动相梯度见表 1:

表 1 流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	97	3
0.5	97	3
3	50	50
5	50	50
5.5	97	3
10	97	3

#### 质谱条件

离子源: ESI-; 电喷雾电压: -4500 V; 雾化气压力: 50 psi; 气帘气压力: 35 psi; 辅助气压力: 50 psi; 离子源温度: 500°C; 监测方式: 多反应监测 (MRM)

定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量见表 2:

表 2 甜蜜素的定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量

名称	母离子 m/z	子离子 m/z	碎裂电压 DP	碰撞能量 CE
甜蜜素	178	80*	-40	-24
		96	-40	-20

“\*”定量离子

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱串联质谱法检测食品中甜蜜素, 酒基质加标回收率 106.7%, 变异系数小于 2.0%, 能够满足检测标准要求。

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 3. 酒中甜蜜素回收率实验结果

物质名称	保留时间/min	本底含量/mg/kg	添加水平/mg/kg	回收率/%	CV/%
甜蜜素	3.83	475.7	200.0	106.7	1.5

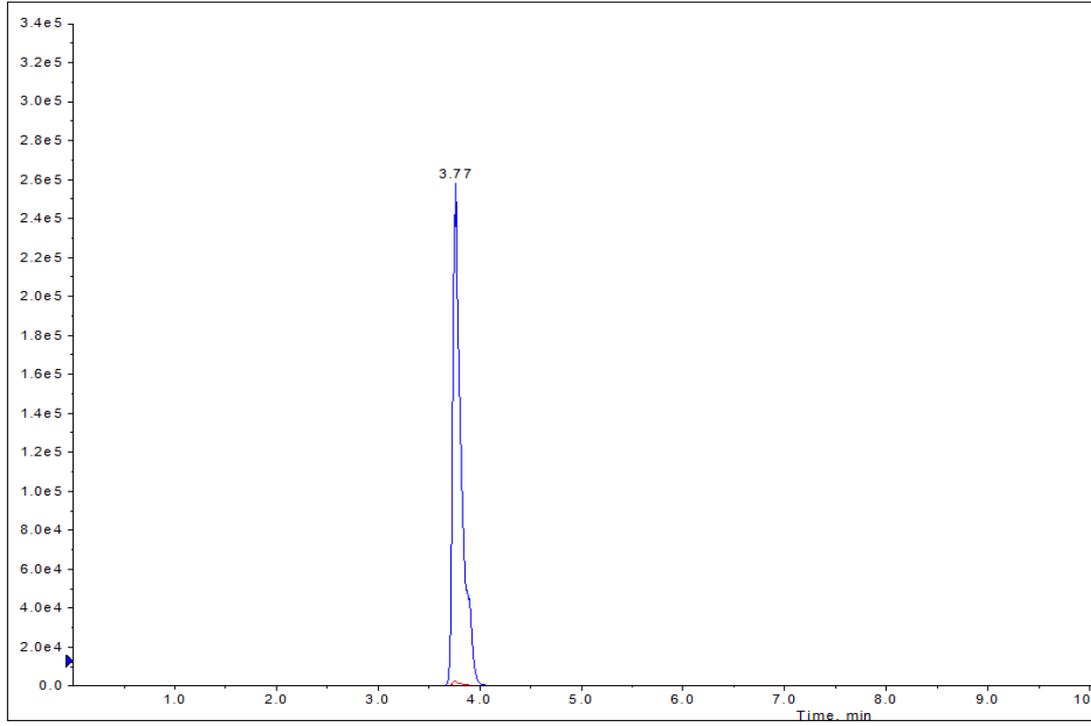


图 1 5 µg/mL 甜蜜素标准溶液的 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

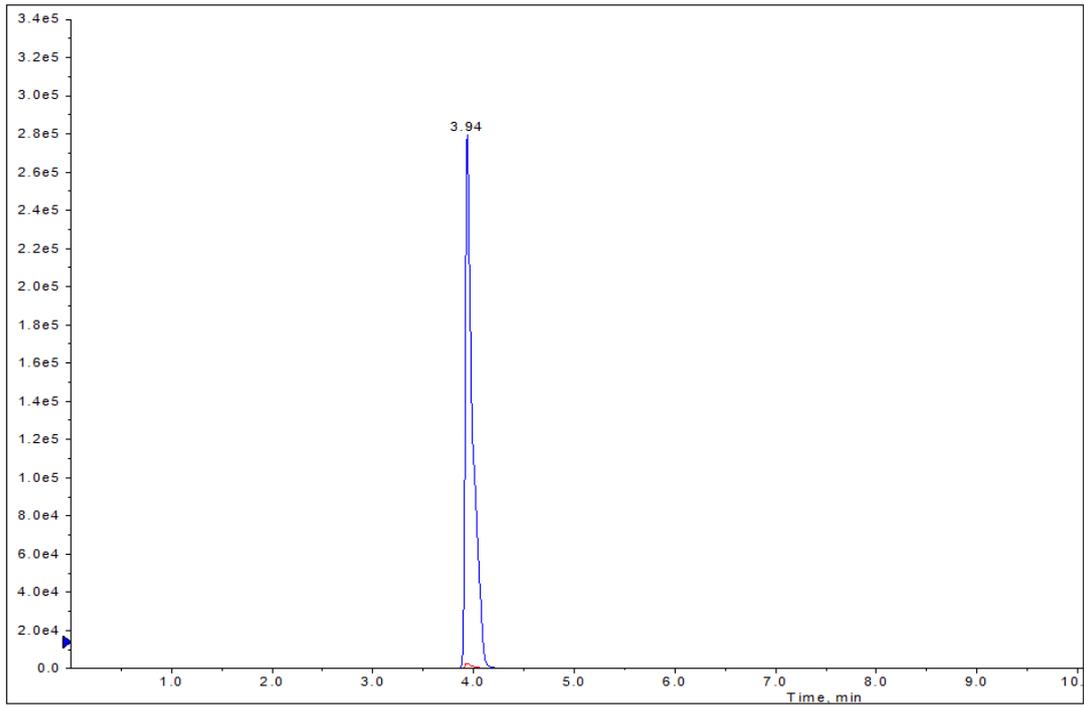


图 2 酒空白 LC-MS/MS 色谱图

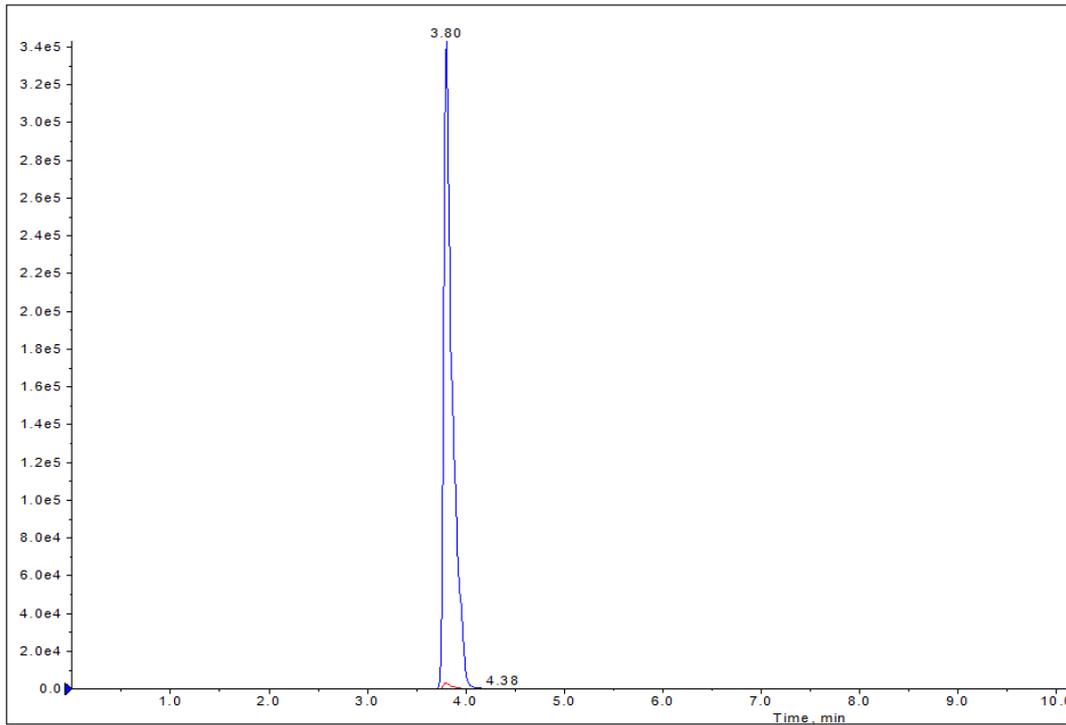


图 3 酒基质加标（加标量为 200 mg/kg）LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 结论

本实验建立了酒中甜蜜素的检测方法，并结合高效液相色谱串联质谱对酒中甜蜜素的含量进行测定。加标量为 200.0 mg/kg 回收率为 106.7%，变异系数小于 2.0%，符合实验要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5102	甜蜜素	Sodium cyclamate	139-05-9

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX850503-L	Venusil® XBP C8 (L)	5 μm, 150 Å, 3.0 × 50 mm	1 支
WA1506	Cleanert® PWAX	150 mg/6 mL	30 支/包
SPE-40	Qdaura®卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-G	15 位氮吹仪	15 位	1 台
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AV7200-7	40 mL 样品瓶	40 mL 透明螺口瓶	100/pk
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 花生中甜蜜素的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10136

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱串联质谱的方法,建立了花生中环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)的检测方法。样品经水提取, Cleanert® PWAX 固相萃取柱净化, Venusil XBP® C8 色谱柱(3.0×50 mm, 5 μm, 150 Å)分离, 0.01 mol/L 乙酸铵水溶液和乙腈为流动相梯度洗脱, 外标法定量。结果表明: 甜蜜素添加量为 166.7 mg/kg 时, 回收率为 82.9%, 变异系数小于 1.0%, 能够满足检测要求。

### 前言

甜蜜素(Sodium cyclamate) 化学名称为环己基氨基磺酸钠, 是一种人工合成的甜味剂, 味道清甜, 为无营养甜味剂。甜蜜素的甜度约为蔗糖的 30~40 倍, 其作为国际通用的食品添加剂中可用于清凉饮料、果汁、冰激凌、糕点及蜜饯等食品中。由于人工合成甜味剂产生的热量少, 对肥胖、高血压、糖尿病、龋齿等患者有益, 加之又具有高效、经济等优点, 因此在食品工业中被广泛应用。但是人工合成甜味剂的安全性已受到了广泛质疑, 消费者如果经常食用甜蜜素含量超标的糕点、饮料或其他食品, 就会因摄入过量对人体的肝脏和神经系统造成危害, 特别是对代谢排毒的能力较弱的老人、孕妇、小孩危害更明显。

本实验建立了固相萃取结合高效液相色谱串联质谱检测花生中甜蜜素的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+质谱仪;

博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置;

##### 试剂材料

甲醇为色谱纯, 实验用水为超纯水, 氨水为分析纯, 乙腈为质谱纯, 乙酸铵, 甜蜜素标准物质纯度 99.9%。

一次性无菌注射器; Nylon 针式过滤器(0.22 μm, 直径 13 mm);

Cleanert® PWAX 固相萃取柱: 150 mg/6 mL。

#### 样品制备

##### 样品提取

称取 3 g 样品于 50 mL 离心管中, 加 20 mL 水, 超声 20 min, 每 10 min 振匀 1 min, 冷冻 5 min, 10000 rpm/min 离心 10 min, 取上清液至 50 mL 容量瓶中, 残渣加 15 mL 水二次提取, 10000 rpm/min 离心 10 min 取上清至 50 mL 容量瓶中, 再用 10 mL 水洗涤残渣, 10000 rpm/min 离心 10 min 取上清至 50 mL 容量瓶中, 用纯净水定容至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

Nylon 针式过滤器过滤，滤液待净化。

### 样品净化

先将小柱用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化平衡，取 1 mL 待净化液上 SPE 柱，分别用 5 mL 水和 5 mL 10% 甲醇水溶液（V/V，体积比）淋洗，抽干小柱，用 5 mL 2% 的氨化甲醇溶液（V/V，体积比）洗脱，收集洗脱液，用超纯水定容到 10 mL，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱：Venusil® XBP C8，5 μm，150 Å，3.0 × 50 mm

流动相：A：0.01 mol/L 乙酸铵水溶液；B：乙腈；

流速：0.4 mL/min

柱温：30°C

进样量：5 μL

流动相梯度见表 1：

表 1.流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	97	3
0.5	97	3
3	50	50
5	50	50
5.5	97	3
10	97	3

#### 质谱条件：

离子源：ESI-；电喷雾电压：-4500 V；雾化气压力：50 psi；气帘气压力：35 psi；辅助气压力：50 psi；离子源温度：500°C；监测方式：多反应监测（MRM）

定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量见表 2：

表 2.甜蜜素的定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量

名称	母离子 m/z	子离子 m/z	碎裂电压 DP	碰撞能量 CE
甜蜜素	178	80*	-40	-24
		96	-40	-20

“\*”定量离子

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知，采用固相萃取结合液相色谱串联质谱法检测食品中甜蜜素，花生基质加标

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

回收率 82.9%，变异系数小于 1.0%，能够满足检测标准要求。

表 3.花生中甜蜜素回收率实验结果

物质名称	保留时间/min	本底含量/mg/kg	添加水平/mg/kg	回收率/%	CV/%
甜蜜素	3.83	175.3	166.7	82.9	0.86

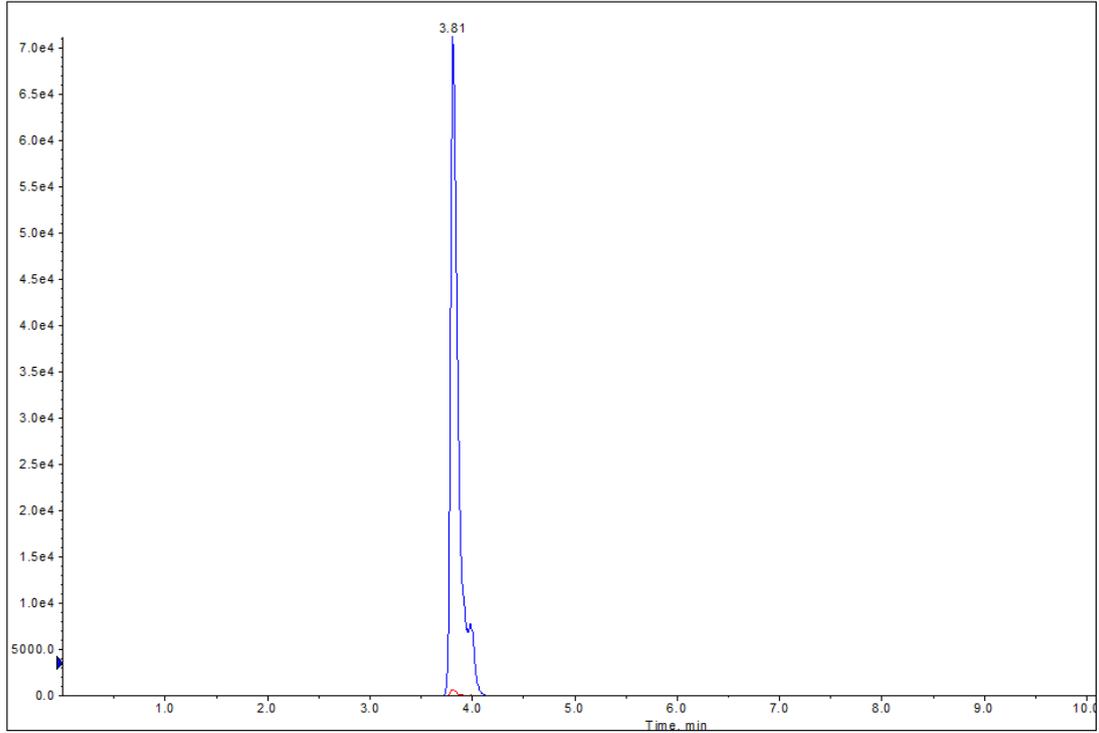


图 1. 2 µg/mL 甜蜜素标准溶液的 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

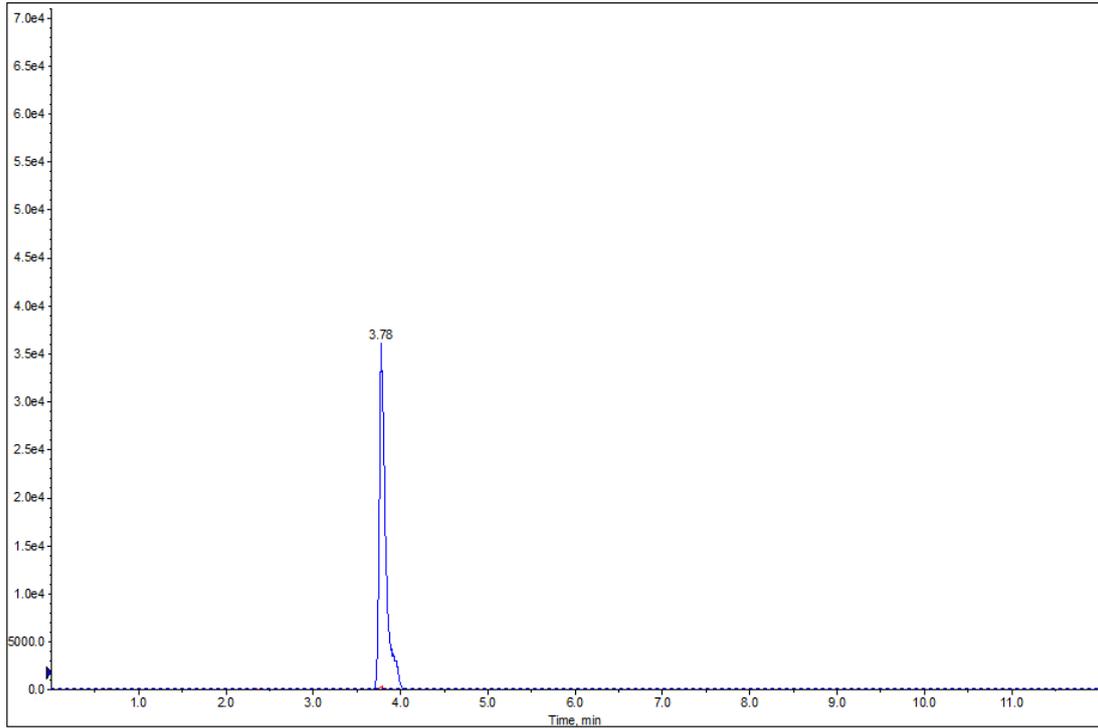


图 2.花生空白 LC-MS/MS 色谱图

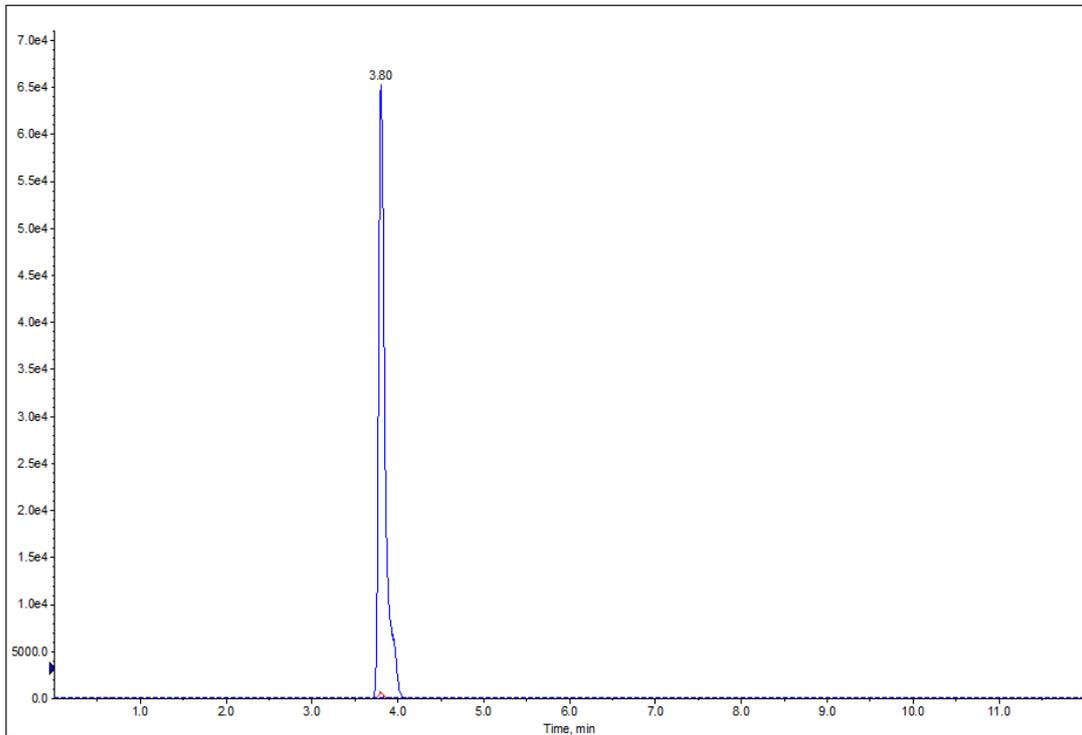


图 3.花生基质加标（加标量为 166.7 mg/kg）的 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 结论

本实验建立了花生中甜蜜素的检测方法,并结合高效液相色谱串联质谱对花生中甜蜜素的含量进行测定。加标量为 166.7 mg/kg 回收率为 82.9%, 变异系数小于 1.0%, 符合实验要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5102	甜蜜素	Sodium cyclamate	139-05-9

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX850503-L	Venusil® XBP C8 (L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 3.0 $\times$ 50 mm	1 支
WA1506	Cleanert® PWAX	150 mg/6 mL	30 支/包
SPE-40	Qdaura®卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-G	15 位氮吹仪	15 位	1 台
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 果味饮料中甜蜜素的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10137

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱串联质谱的方法,建立了果味饮料中环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)的检测方法。样品经水提取, Cleanert® PWAX 固相萃取柱净化, Venusil® XBPC8 色谱柱(3.0×50 mm, 5 μm, 150 Å)分离, 0.01 mol/L 乙酸铵水溶液和乙腈为流动相进行梯度洗脱, 外标法定量。结果表明: 甜蜜素添加量为 50 mg/kg 时, 回收率为 106.3%, 变异系数小于 6.0%。

### 前言

甜蜜素(Sodium cyclamate) 化学名称为环己基氨基磺酸钠, 是一种人工合成的甜味剂, 味道清甜, 为无营养甜味剂。甜蜜素的甜度约为蔗糖的 30~40 倍, 其作为国际通用的食品添加剂中可用于清凉饮料、果汁、冰激凌、糕点及蜜饯等食品中。由于人工合成甜味剂产生的热量少, 对肥胖、高血压、糖尿病、龋齿等患者有益, 加之又具有高效、经济等优点, 因此在食品工业中被广泛应用。但是人工合成甜味剂的安全性已受到了广泛质疑, 消费者如果经常食用甜蜜素含量超标的糕点、饮料或其他食品, 就会因摄入过量对人体的肝脏和神经系统造成危害, 特别是对代谢排毒的能力较弱的老人、孕妇、小孩危害更明显。

本实验建立了固相萃取结合高效液相色谱串联质谱检测果味饮料中甜蜜素的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+质谱仪;

博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

甲醇为色谱纯, 实验用水为超纯水, 氨水为分析纯, 乙腈为质谱纯, 乙酸铵, 甜蜜素标准物质纯度 99.9%。

一次性无菌注射器; Nylon 针式过滤器(0.22 μm, 直径 13 mm);

Cleanert® PWAX 固相萃取柱: 150 mg/6 mL。

##### 样品制备

##### 样品提取

称取 5.00 g 样品于 50 mL 离心管, 加 30 mL 水, 振摇, 超声提取 20 min, 混匀。3000 r/min 离心 10 min, 取上清至 50 mL 容量瓶中, 用 15 mL 水分三次洗涤残渣, 离心, 合并上清液, 用纯净水定容至刻度, 待用。

##### 样品净化

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

先将小柱用 5 mL 甲醇, 5 mL 水活化平衡, 取 1 mL 待净化液上 SPE 柱, 分别用 5 mL 水和 5 mL 10% 甲醇水溶液 (V/V, 体积比) 淋洗, 抽干小柱, 再用 5 mL 2% 的氨化甲醇溶液 (V/V, 体积比) 洗脱, 收集洗脱液, 用超纯水定容到 10 mL, 过 0.22  $\mu\text{m}$  Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱: Venusil® XBP C8, 5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ , 3.0  $\times$  50 mm

流动相: A: 0.01 mol/L 乙酸铵水溶液; B: 乙腈;

流速: 0.4 mL/min

柱温: 30°C

进样量: 5  $\mu\text{L}$

流动相梯度见表 1:

表 1 流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0	97	3
0.5	97	3
3	50	50
5	50	50
5.5	97	3
10	97	3

### 质谱条件:

离子源: ESI-; 电喷雾电压: -4500 V; 雾化气压力: 50 psi; 气帘气压力: 35 psi; 辅助气压力: 50 psi; 离子源温度: 500°C; 监测方式: 多反应监测 (MRM)

定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量见表 2:

表 2. 甜蜜素的定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量

名称	母离子 m/z	子离子 m/z	碎裂电压 DP/V	碰撞能量 CE/V
甜蜜素	178	80*	-40	-24
		96	-40	-20

“\*”定量离子

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱串联质谱法检测食品中甜蜜素, 果味饮料基质加标回收率 106.3%, 变异系数小于 6.0%。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 3.果味饮料中甜蜜素回收率实验结果

物质名称	保留时间/min	本底含量/mg/kg	添加水平/mg/kg	回收率/%	CV/%
甜蜜素	3.67	52.87	50.00	106.3	5.3

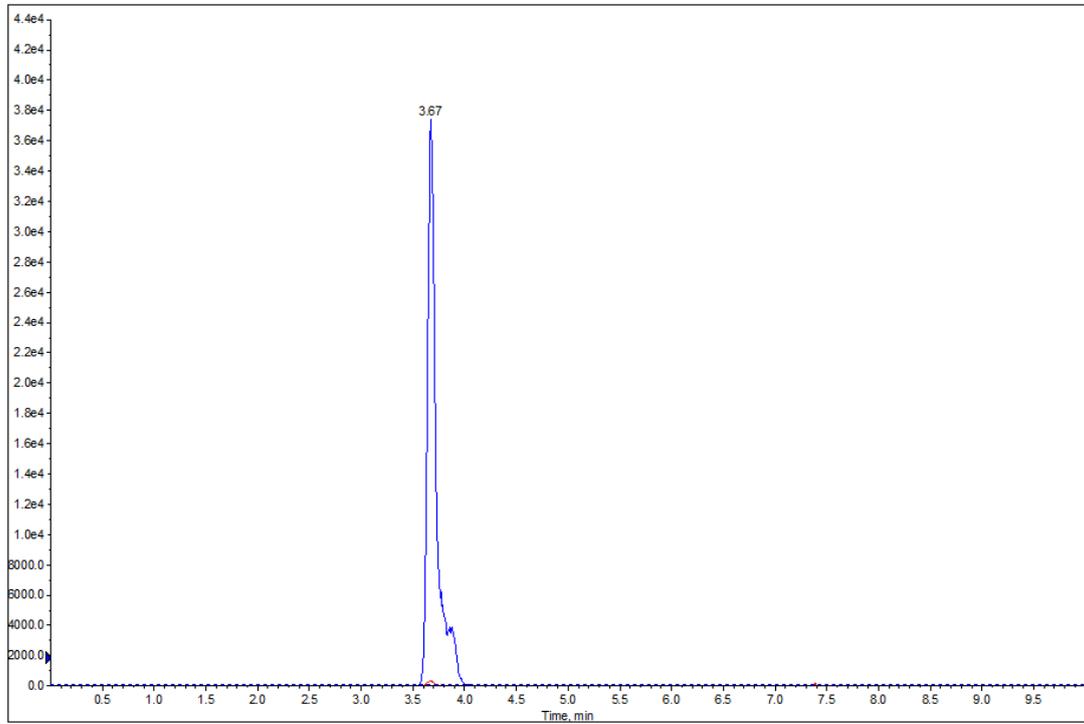


图 1. 1 µg/mL 甜蜜素标准溶液的 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

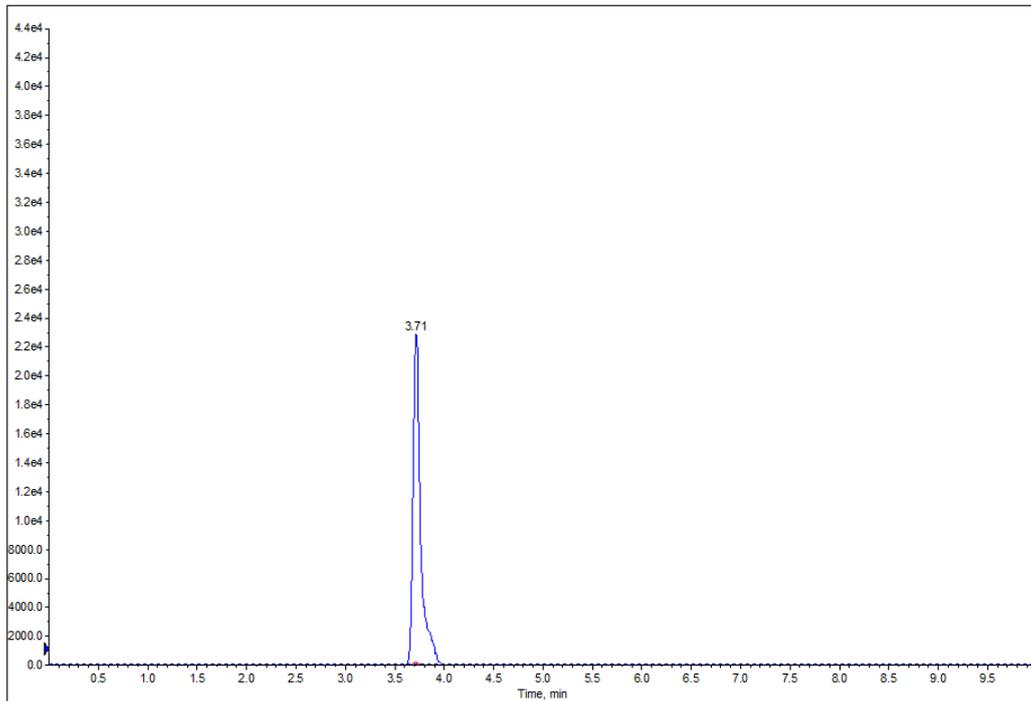


图 2.果味饮料空白 LC-MS/MS 色谱图

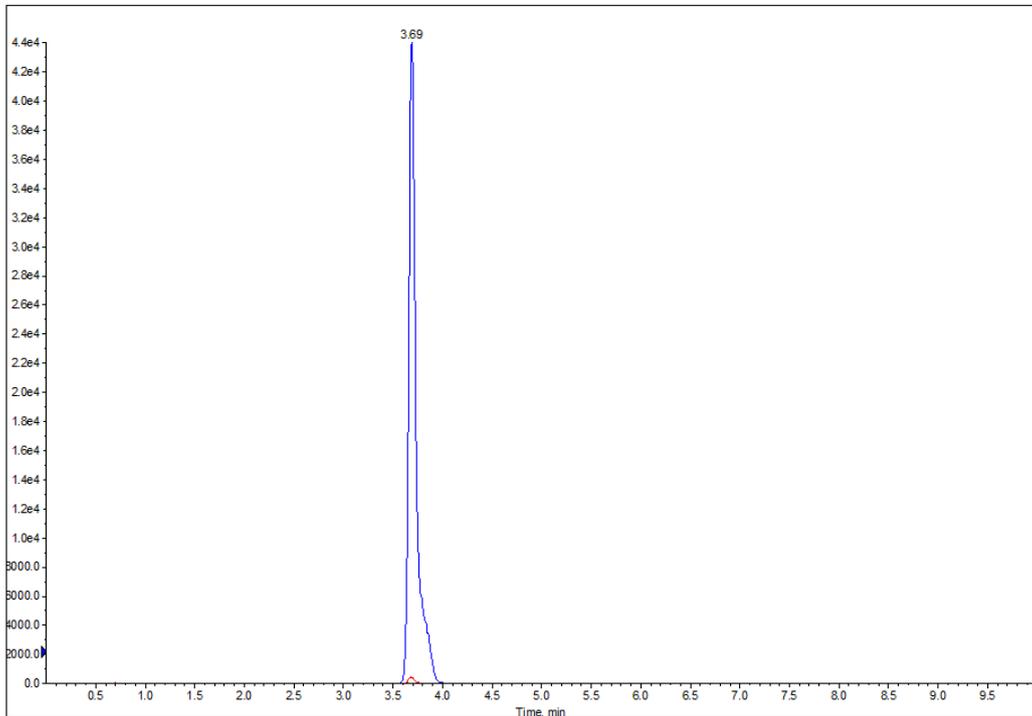


图 3 果味饮料基质加标（加标量为 50 mg/kg）的 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 结论

本实验建立了果味饮料中甜蜜素的检测方法,并结合高效液相色谱串联质谱对果味饮料中甜蜜素的含量进行测定。加标量为 50.0 mg/kg 回收率为 106.3%, 变异系数小于 6.0%, 符合实验要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5102	甜蜜素	Sodium cyclamate	139-05-9

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX850503-L	Venusil® XBP C8 (L)	5 μm, 150 Å, 3.0 × 50 mm	1 支
WA1506	Cleanert® PWAX	150 mg/6 mL	30 支/包
SPE-40	Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-G	15 位氮吹仪	15 位	1 台
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 花生油中麦芽酚&乙基麦芽酚的分析方法

**案例来源:**博纳艾杰尔; 应用编号: AF10138

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱串联质谱的方法, 建立了花生油中麦芽酚&乙基麦芽酚的检测方法。样品经甲醇提取, Cleanert® S C18 固相萃取柱净化, Venusil® ASB C8 色谱柱 (2.1 × 50 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.01 mol/L 乙酸铵水溶液 (含 0.2% 甲酸) 和甲醇为流动相梯度洗脱, 外标法定量。结果表明: 麦芽酚&乙基麦芽酚的添加量分别为 4.55 mg/kg 和 5.04 mg/kg 时, 回收率分别为 89.3% 和 86.1%, 变异系数分别小于 4.0% 和 3.0%, 能够满足检测要求。

### 前言

香精作为一种可影响食品口感和风味的特殊高倍浓缩添加剂已经被广泛应用到食品生产的各个领域, 它可以弥补食品本身的香味缺陷, 赋予部分食品生动的原滋味, 加强食品的香味, 掩盖食物的不良气息。麦芽酚和乙基麦芽酚是食品中常用的重要的食品增香剂, 它们被广泛用在糖果、饼干、糕点和饮料中。但美国儿童科学年报报道过量摄入食用香精、香料会加重肾的负担, 有损脏器的发育; 欧盟专家委员会报道, 大剂量食用香兰素可导致头痛、恶心、呕吐、呼吸困难, 甚至损伤肝、肾; 而麦芽酚具有弱的致突变活性和诱导细胞死亡的毒性作用, 并且它可以控制人体内铁和铝的含量水平。GB2760-2014 附录 B 中明确规定植物油脂中不得添加食品用香料、香精。近年来, 一些不法商家在芝麻油、芝麻调和油中掺入香精、香料, 以次充好, 欺骗消费者。

本实验建立了固相萃取结合高效液相色谱串联质谱检测花生油中麦芽酚&乙基麦芽酚的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+质谱仪;

博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

甲醇为色谱纯, 实验用水为超纯水, 甲酸, 乙酸铵, 甜麦芽酚&乙基麦芽酚标准物质。

一次性无菌注射器; Nylon 针式过滤器 (0.22 μm, 直径 13 mm);

Cleanert® S C18 固相萃取柱: 500 mg/6 mL。

##### 样品制备

##### 样品提取

称 2.00 g 花生油样品于 15 mL 离心管中, 加 5 mL 甲醇, 旋涡震荡 5 min, 10000 rpm 离心 5 min, 取上层甲醇溶液, 待净化。

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 样品净化

将 Cleanert® S C18 小柱用 5 mL 甲醇, 5 mL 水活化平衡, 将待净化液全部上样, 用 4 mL 甲醇洗脱, 收集上样液和洗脱液, 用甲醇定容到 10 mL, 过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

## 实验条件

### 液相条件

色谱柱: Venusil® ASB C8, 5 μm, 150 Å, 2.1 × 50 mm;

流动相: A: 0.01 mol/L 乙酸铵水溶液 (含 0.2% 甲酸); B: 甲醇;

流速: 0.4 mL/min

柱温: 30°C

进样量: 5 μL

流动相梯度见表 1:

表 1. 流动相梯度

时间/min	A/%	B/%
0.00	95	5
0.50	95	5
2.50	5	95
4.50	5	95
4.51	95	5
7.50	95	5

## 质谱条件

离子源: ESI+; 电喷雾电压: 5500 V; 雾化气压力: 55 psi; 气帘气压力: 20 psi; 辅助气压力: 55 psi; 离子源温度: 550°C; 监测方式: 多反应监测 (MRM) 定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量见表 2:

表 2. 麦芽酚&乙基麦芽酚的定性离子对、定量离子、碎裂电压和碰撞能量

名称	母离子 m/z	子离子 m/z	DP /V	CE /eV
麦芽酚	127	109*	71	29
		53	71	36
乙基麦芽酚	141	126*	75	22
		71	75	37

“\*”定量离子

## 结果与讨论

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



### 实验结果

由表3可知,采用固相萃取结合液相色谱串联质谱法检测花生油中麦芽酚&乙基麦芽酚,麦芽酚&乙基麦芽酚基质加标回收率分别为 89.3%和 86.1%,变异系数分别小于 4.0%和 3.0%,能够满足检测标准要求。

表 3 麦芽酚&乙基麦芽酚回收率实验结果

物质名称	保留时间/min	添加水平/mg/kg	回收率/%	CV/%
麦芽酚	1.57	4.55	89.3	3.6
乙基麦芽酚	3.27	5.04	86.1	2.2

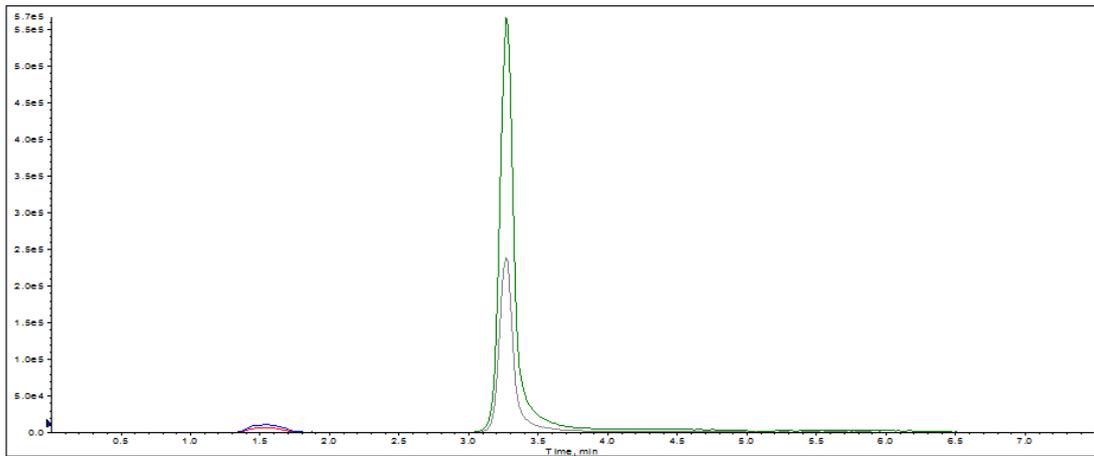


图 1 麦芽酚&乙基麦芽酚混标溶液的 LC-MS/MS 色谱图  
(混标浓度: 麦芽酚&乙基麦芽酚分别为 1.820 mg/L 和 2.015 mg/L)

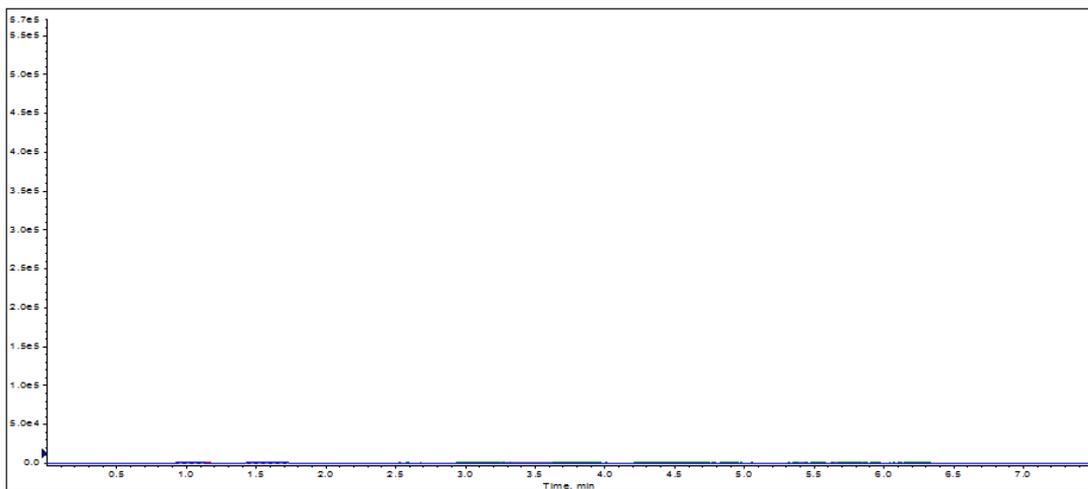


图 2. 花生油空白 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

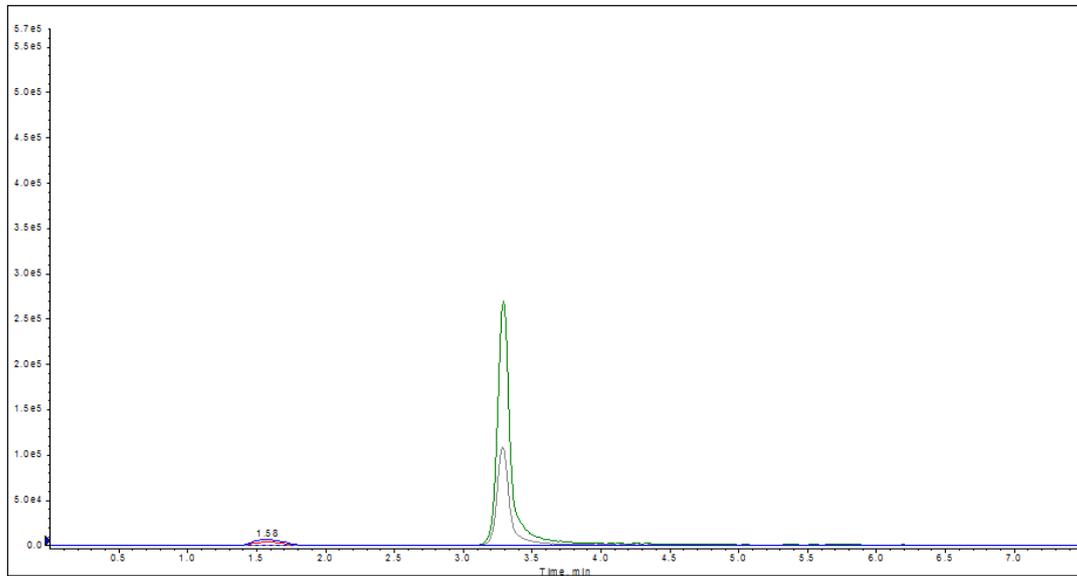


图 3. 花生油基质加标 LC-MS/MS 色谱图  
(加标浓度: 麦芽酚&乙基麦芽酚分别为 4.55 mg/kg 和 5.04 mg/kg)

## 结论

本实验建立了花生油中麦芽酚&乙基麦芽酚的检测方法, 并结合高效液相色谱串联质谱对花生油中麦芽酚&乙基麦芽酚的含量进行测定。加标量分别为 4.55 mg/kg 和 5.04 mg/kg 时, 回收率分别为 89.3%和 86.1%, 变异系数分别小于 4.0%和 3.0%, 符合实验要求。说明 Cleanert® S C18 小柱可以用于检测油中的麦芽酚&乙基麦芽酚。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST3256	麦芽酚	Maltol	118-71-8
1ST001161	乙基麦芽酚	Ethyl maltol	4940-11-8

## 附: 相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VS850502-0	Venusil® ASB C8	5 μm, 150 Å, 2.1 × 50 mm	1 支
S185006	Cleanert® S C18	500 mg/6 mL	30 支/包
SPE-40	Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-G	15 位氮吹仪	15 位	1 台
VS850102-0S	直联式保护柱芯	5 μm, 150 Å; 2.1 × 10 mm	4 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



*First Standard*  
Analytical Reference Standards  
分析检测标准品

1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021320	Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB 5009.247-2016) 酸奶中纽甜的测定

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10119

### 应用简介

本实验参照《食品中纽甜的测定方法》(GB 5009.247-2016)测定酸奶样品中的纽甜, 该实验采用固相萃取净化方法, 结合高效液相色谱(HPLC-UV)检测方法, 建立了酸奶中纽甜的检测方法。样品经 Cleanert® S C18 和 Cleanert® S C18-N 固相萃取柱净化, Venusil® XBP C18(L)液相色谱柱检测, 外标法进行定量。结果表明, 纽甜加标量为 25 mg/kg 时, 回收率在 80% ~ 100%之间, 能够满足检测要求。

### 前言

纽甜是一种新型的二肽类功能性甜味剂, 是阿斯巴甜的衍生物, 甜味纯正, 甜度高, 约是蔗糖甜度的 8000 倍。纽甜属于高效甜味剂, 且具有无苦味及其他后味、低热量、相对稳定等特点。我国卫生部在 2003 年批准纽甜作为新的食品添加剂品种。国家标准 GB 2760-2014“食品安全国家标准 食品添加剂使用标准”规定了纽甜在各类食品中的最大允许添加量, 较国家标准 GB 2760-2011 中纽甜在各类食品中按生产需要添加更加严格。

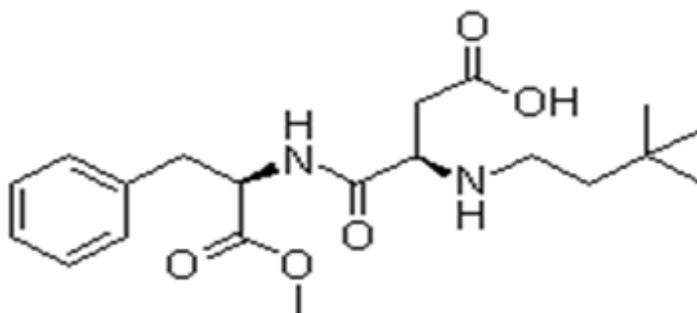


图 1. 纽甜的结构式

因此通过有效的实验技术手段, 对食品中的纽甜进行监控, 以确保消费者对食品消费的安全具有重要意义。

本实验通过优化前处理方法和色谱分离条件建立了纽甜在酸奶中的高效液相色谱法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪、紫外检测器; 博纳艾杰尔 12 位固相萃取真空装置。

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 试剂材料

某品牌酸奶；

一次性无菌注射器；针式过滤器(0.45  $\mu\text{m}$ ，直径 13 mm)；

Cleanert® S C18 固相萃取柱：500 mg/6 mL；

Cleanert® S C18-N 固相萃取柱：500 mg/6 mL；

高效液相色谱柱：Venusil® XBP C18(L)；5  $\mu\text{m}$ ，150Å，4.6  $\times$  250 mm；

混合提取液：分别吸取 0.8 mL 甲酸和 2.5 mL 三乙胺，加水稀释至 1000 mL；

离子对试剂缓冲液：称取 2.0 g 辛烷磺酸钠，加适量水溶解，加入 1.0 mL 磷酸，加水稀释至 1000 mL；

钮甜标准储备液：精密称取 10 mg 钮甜对照品，加混合提取液溶解并稀释至 10 mL，制成每 1.0 mL 中含钮甜 1.0 mg 的溶液；

钮甜标准测定液：吸取钮甜标准储备液 50  $\mu\text{L}$  于 5 mL 容量瓶中，加 2 mL 甲醇，用混合提取液定容至刻度。

## 样品制备

### 样品提取

准确称取 2.0 g 酸奶于 50 mL 具塞塑料离心管中，加入 10 mL 混合提取液，涡旋震荡 5 min，超声 15 min 后，以 6000 r/min 离心 10 min 后，再次加入 10 mL 混合提取液进行重复上述提取过程，合并提取液并加入 20% 乙酸锌、10% 亚铁氰化钾各 200  $\mu\text{L}$ ，超声 10 min 后，以 8000 r/min 离心 10 min，取上清液，待上样。

### 样品净化

Cleanert® S C18 和 Cleanert® S C18-N 固相萃取柱依次用 5 mL 甲醇、10 mL 水活化平衡；将上样液过固相萃取柱，用 5 mL 混合提取液淋洗，弃去淋洗液，最后以 5 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液。将洗脱液在 40°C 氮气吹至近 2 mL，用混合提取液定容至 5 mL，混匀，过滤，待检测。

注：上样液、洗脱液以 1 mL/min-2 mL/min 的流速通过固相萃取柱

### 色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)；5  $\mu\text{m}$ ，150Å，4.6  $\times$  250 mm；

流动相：离子对试剂缓冲液：乙腈=60：40(v/v)；

流速：1.0 mL/min；

检测波长：218 nm；

柱温：30°C；

进样量：50  $\mu\text{L}$ 。

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 1 可知，采用固相萃取法净化结合高效液相色谱法，外标法定量，经两款不同固相萃取柱净化，钮甜的加标回收率均在 80% ~ 100% 之间，满足检测要求。

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



表 1. 纽甜加标回收实验结果(n=3)

固相萃取柱	物质名称	添加水平(mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%)
Cleanert® S C18	纽甜	25	92.75	2.9
Cleanert® S C18-N	纽甜	25	88.58	6.2

实验谱图

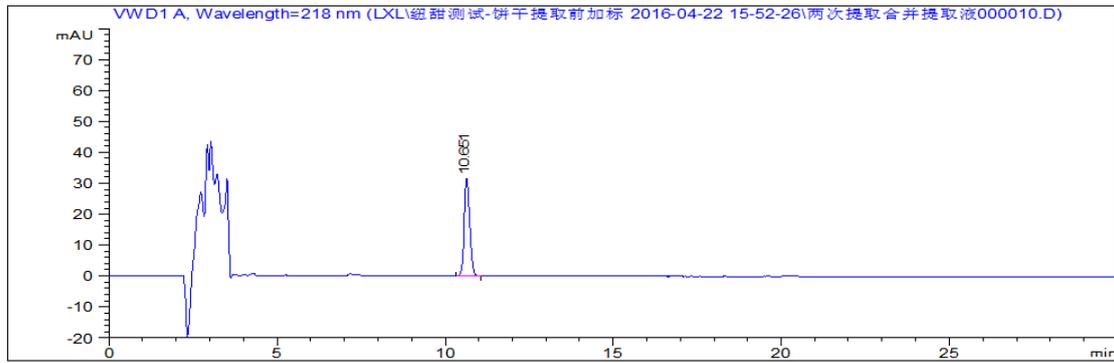


图 1 10 µg/mL 纽甜标准测定液液相色谱图

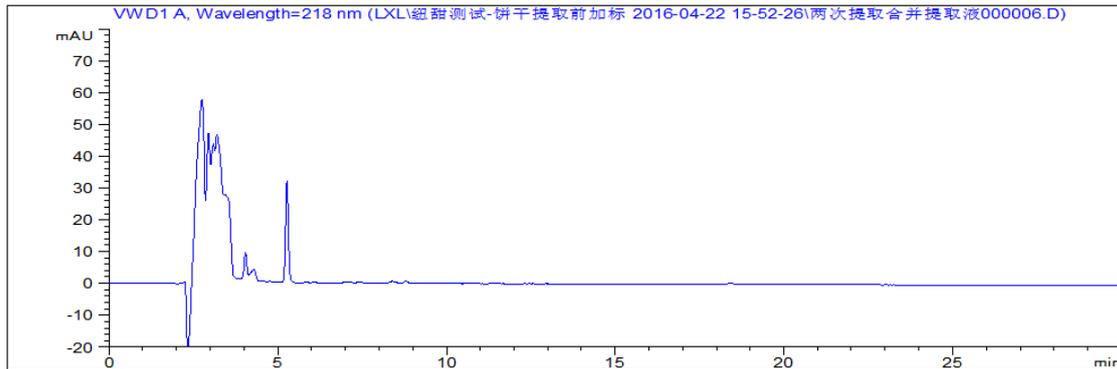


图 2 Cleanert® S C18 空白样品高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

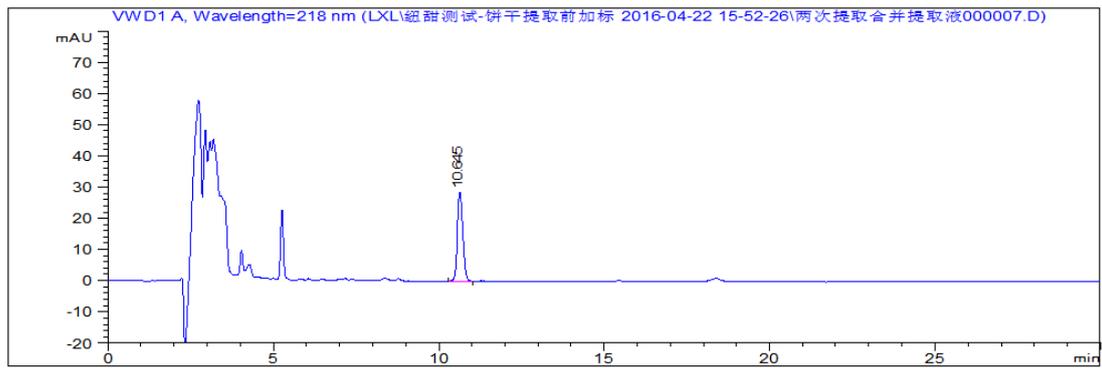


图 3. Cleanert® S C18 样品加标高效液相色谱图

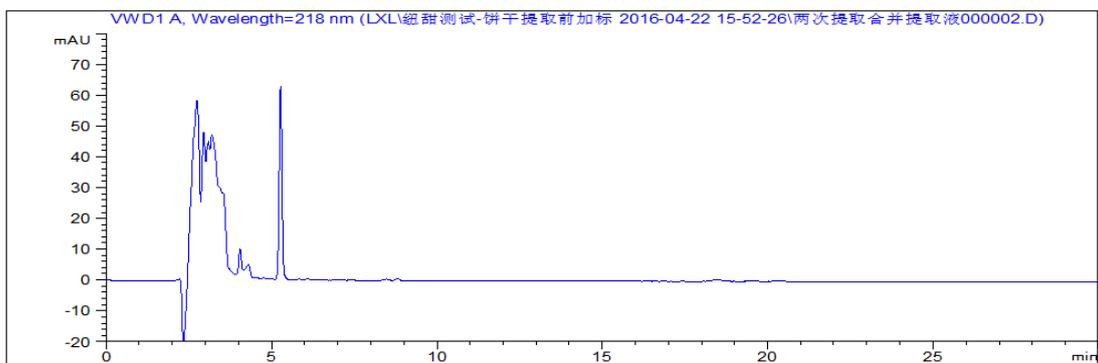


图 4. Cleanert® S C18-N 空白样品高效液相色谱图

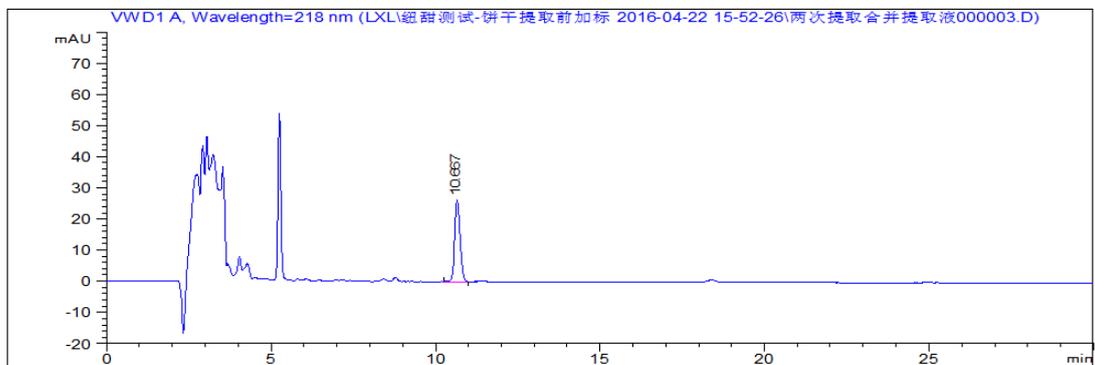


图 5. Cleanert® S C18-N 样品加标高效液相色谱图

## 结论

本实验依据《食品中纽甜的测定方法》(GB 5009.247-2016)建立了食品中纽甜的检测方法,并用外标法结合液相色谱法对酸奶中纽甜含量进行了测定。当纽甜的加标量为 25 mg/kg 时, Cleanert® S C18、Cleanert® S C18-N 两款固相萃取柱的回收率均在 80% ~ 100%之间,

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

符合要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5106	纽甜	Neotame	165450-17-9

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil® XBP C18(L)	5 μm, 150Å , 4.6 × 250 mm	1 支
S185006	Cleanert® S C18-SPE	500 mg/6 mL	30 支/包
S185006-N	Cleanert® S C18-N-SPE	500 mg/6 mL	30 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021345-T	针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.45 μm	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台
VM12	固相萃取真空装置	12 位	1 台

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB 5009.28-2016) 浓缩枣汁中的山梨酸、苯甲酸的测定

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10124

### 应用简介

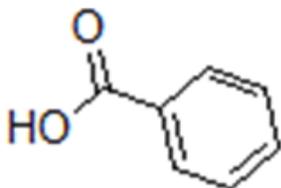
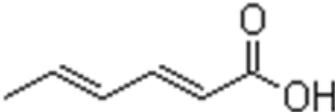
本实验采用高效液相色谱 (HPLC) 法结合紫外检测器, 参照 GB 5009.28-2016 高效液相色谱法, 选择 Venusil® MP C18(2)(5 μm, 110 Å, 4.6 × 250 mm) 色谱柱对浓缩枣汁中山梨酸、苯甲酸进行分析测定。结果表明: 在波长为 230 nm, 流动相为 0.02 mol/L 乙酸铵溶液: 甲醇=95:5(v/v)时, Venusil® MP C18(2)测试枣汁供试品溶液, 苯甲酸与相邻杂质分离度均大于 1.0

### 前言

山梨酸、苯甲酸均属于高效安全的食品防腐剂, 广泛应用于乳制品、果汁、酱油等多种加工食品中, 但由于不法商贩超限量添加, 不仅危害到消费者的健康, 也扰乱了市场秩序。为保证消费者的食用安全, 选择高效的分析方法对食品中的防腐剂进行准确的监测分析, 至关重要。

本实验参照 GB 5009.28-2016 高效液相色谱法, 建立了浓缩枣汁中山梨酸、苯甲酸的分析方法。

表 1. 山梨酸、苯甲酸样品信息

样品名称	英文名	结构式	分子式	分子量	CAS 编号
苯甲酸	Benzoic acid		C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	122.12	8013-63-6
山梨酸	Sorbic acid		C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	112.13	110-44-1

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪, 紫外检测器;

##### 试剂材料

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

屈臣氏水；甲醇为色谱纯；乙酸铵为分析纯；

浓缩枣汁：由某食品公司提供；

高效液相色谱柱：Venusil® MP C18(2)，5 μm，110 Å；4.6 × 250 mm；。

### 样品制备

标准储备液：准确称取苯甲酸、山梨酸标准品各 0.1 g，分别置于 100 mL 容量瓶中，用 5.0 mL 碳酸钠溶液(20 g/L)加热溶解，并用水稀释至刻度。

混合标准溶液：分别吸取苯甲酸和山梨酸的标准储备液各 100 μL，用水稀释至 1.0 mL。

果汁样品：取约 10 g 浓酸枣汁样品置于 50 mL 容量瓶中，加入 20 mL 水稀释混匀后，用稀氨水(1：1)pH 计调至 pH7.0，用水定容至刻度，过滤，待进样。

### 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18(2)，5 μm，110 Å；4.6 × 250 mm；

流动相：0.02 mol/L 乙酸铵溶液：甲醇=95：5(v/v)；

波 长：230 nm；

流 速：1.0 mL/min；

进样量：10 μL；

温 度：35°C。

## 结果与讨论

本实验参照“食品中山梨酸、苯甲酸和糖精钠的测定方法”（GB 5009.28-2016）高效液相色谱法，采用 Venusil® MP C18(2)色谱柱对混合标准溶液、浓缩枣汁供试品溶液进行了测定，由表 2 及图可知，在上述色谱条件下，山梨酸和苯甲酸分离度良好，枣汁样品中苯甲酸和相邻杂质分离度均大于 1。

表 2.浓缩枣汁中防腐剂分析数据

样品名称	化合物名称	保留时间/min	理论塔板数	分离度	拖尾因子
混合标准溶液	苯甲酸	12.306	19074	—	1.45
	山梨酸	17.376	21118	12.12	1.27
浓缩枣汁供试品溶液	未知杂质 1	11.991	13633	—	—
	苯甲酸	12.443	20295	1.19	0.89
	未知杂质 2	13.111	9598	1.51	—

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

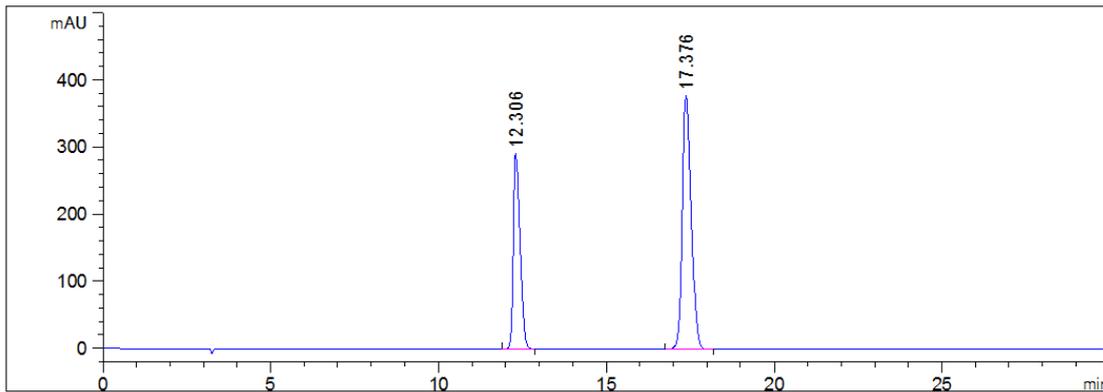


图 1. Venusil MP C18(2)混合标准溶液高效液相色谱图

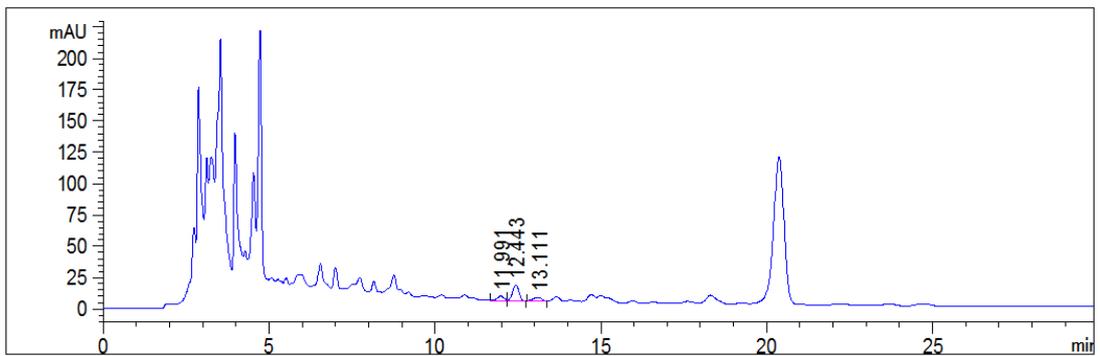


图 2. Venusil MP C18(2)浓缩枣汁供试品溶液高效液相色谱图

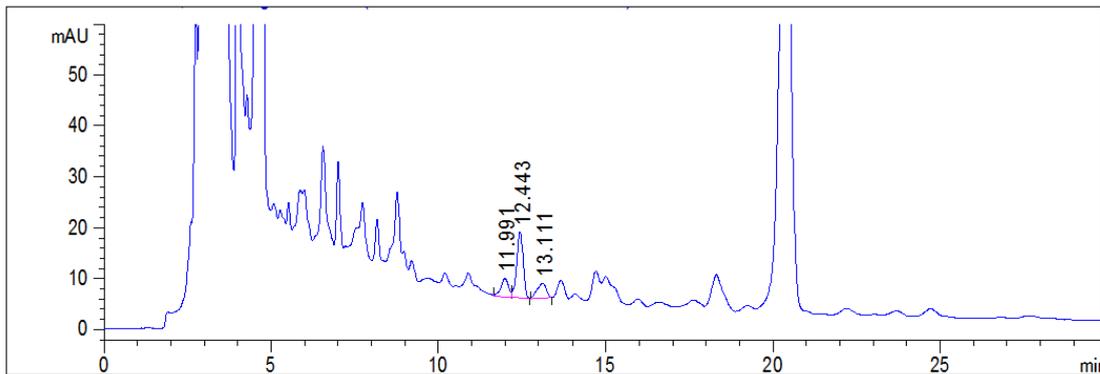


图 3. Venusil MP C18(2)浓缩枣汁供试品溶液高效液相色谱图(纵坐标局部放大图)

## 结论

本实验参照“食品中山梨酸、苯甲酸和糖精钠的测定方法”(GB 5009.28-2016)高效液相色谱法,采用 Venusil® MPC18(2)色谱柱对浓缩枣汁中的防腐剂进行了测定。结果表明在上述实验条件下, Venusil® MP C18(2)色谱柱可对枣汁样品中山梨酸、苯甲酸进行分析测定。

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2501	苯甲酸	Benzoic acid	65-85-0
1ST2503	山梨酸	Sorbic acid	110-44-1

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VA952505-2	Venusil® MP C18(2)	5 μm, 110 Å; 4.6 × 250 mm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/PK
0915-1819	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
AS021345-T	微孔滤膜	单膜, 13 mm, 0.45 μm	100 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 可乐中纽甜的分析报告

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10117

### 应用简介

本实验重现了《食品中纽甜的测定方法》(GB 5009.247-2016), 样品经混合提取液提取, 采用两款不同的固相萃取柱 Cleanert® S C18、Cleanert® S C18-N 分别对提取液净化, Venusil® XBP C18(L)色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 离子对缓冲溶液和乙腈作为流动相洗脱, 以紫外检测器检测, 外标法进行定量。结果表明: 当纽甜的加标量为 25.0 mg/kg 时, Cleanert® S C18、Cleanert® S C18-N 两款固相萃取柱的回收率均在 90% ~ 100%, 可以满足检测要求。

### 前言

纽甜是一种新型的二肽类功能性甜味剂, 是阿斯巴甜的衍生物, 甜味纯正, 甜度高, 约是蔗糖甜度的 8000 倍。纽甜属于高效甜味剂, 且具有无苦味及其他后味、低热量、相对稳定等特点。我国卫生部在 2003 年批准纽甜作为新的食品添加剂品种。国家标准 GB 2760-2014“食品安全国家标准 食品添加剂使用标准”规定了纽甜在各类食品中的最大允许添加量, 较国家标准 GB 2760-2011 中纽甜在各类食品中按生产需要添加更加严格。

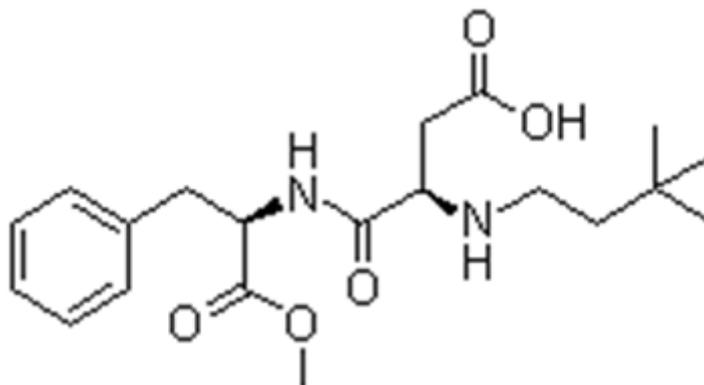


图 1. 纽甜的结构式

因此通过有效的实验技术手段, 对食品中的纽甜进行监控, 对确保消费者食品消费的安全具有重要意义。

本实验通过优化前处理方法和色谱分离条件建立了纽甜在可乐中的高效液相色谱法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 主要仪器设备

高效液相色谱仪、紫外检测器；博纳艾杰尔 12 位固相萃取真空装置。

## 试剂材料

某品牌可乐；

混合提取液：分别移取 0.8 mL 甲酸与 2.5 mL 三乙胺，加水溶解并稀释至 1000 mL；

离子对试剂缓冲液：称取 2.0 g 辛烷磺酸钠，加适量水溶解，加入 1.0 mL 磷酸，加水稀释至 1000 mL；

纽甜标准溶液：称取 0.010 g 纽甜对照品，加混合提取液溶解并稀释至 10 mL，制成每 1.0 mL 中含纽甜 1.0 mg 的溶液；

一次性无菌注射器；尼龙针式过滤器(0.45  $\mu$ m，直径 13 mm)；

Cleanert<sup>®</sup> S C18 固相萃取柱：500 mg/6 mL；

Cleanert<sup>®</sup> S C18-N 固相萃取柱：500 mg/6 mL；

高效液相色谱柱：Venusil<sup>®</sup> XBP C18(L)；5  $\mu$ m，150Å；4.6  $\times$  250mm；

## 样品制备

### 样品提取

准确称取经超声除气后的 10 mL 可乐样品置于 50 mL 具塞塑料离心管中，加入 30 mL 混合提取液，振摇 2 min，混匀，超声 15 min，待上样。

### 样品净化

Cleanert<sup>®</sup> S C18(或 Cleanert<sup>®</sup> S C18-N)固相萃取柱（500 mg/6 mL）使用前依次用 5 mL 甲醇、10 mL 水活化平衡，取 10 mL 上述上样液过固相萃取柱，然后用 5 mL 混合提取液洗柱，弃去全部流出液；最后以 5 mL 甲醇洗脱，收集全部洗脱液。将洗脱液在 40°C 氮吹浓缩至约 2 mL，用混合提取液定容至 5 mL，混匀，过滤，待检测。

注：上样液、洗脱液以 1 mL/min - 2 mL/min 的流速通过固相萃取柱

## 色谱条件

### 液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)；5  $\mu$ m，150Å；4.6  $\times$  250 mm；

流动相：离子对试剂缓冲液：乙腈=60：40(v\|v)；

流速：1.0 mL/min；

波长：218 nm；

柱温：30°C；

进样量：50  $\mu$ L；

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 1 可知，采用固相萃取法净化结合高效液相色谱法，外标法定量，经两款不同固相萃取柱净化，纽甜的加标回收率均在 90% ~ 100% 之间，满足检测要求。

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



表 1. 纽甜加标回收实验结果(n=2)

固相萃取柱	物质名称	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	变异系数(%)
Cleanert® S C18	纽甜	25	96.5	1.91
Cleanert® S C18-N	纽甜	25	96.5	0.23

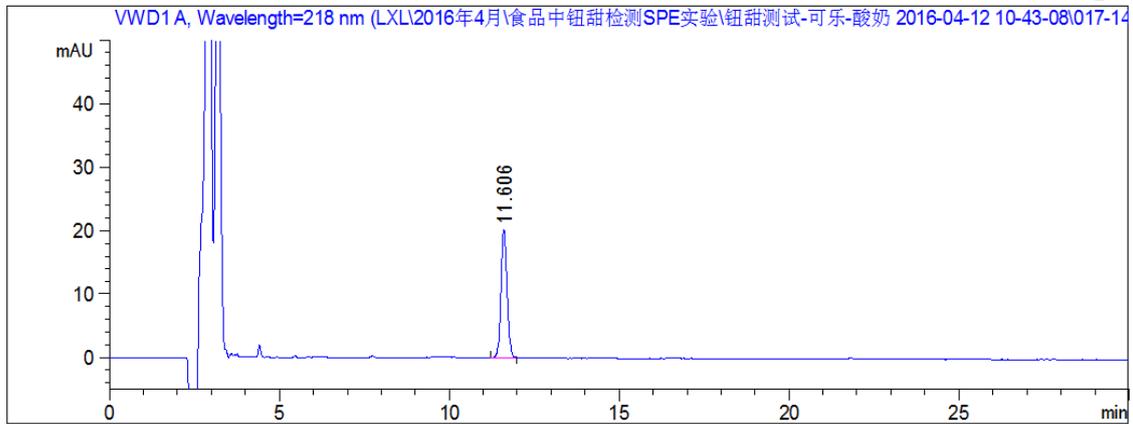


图 1. 10 µg/mL 纽甜标准品溶液高效液相色谱图

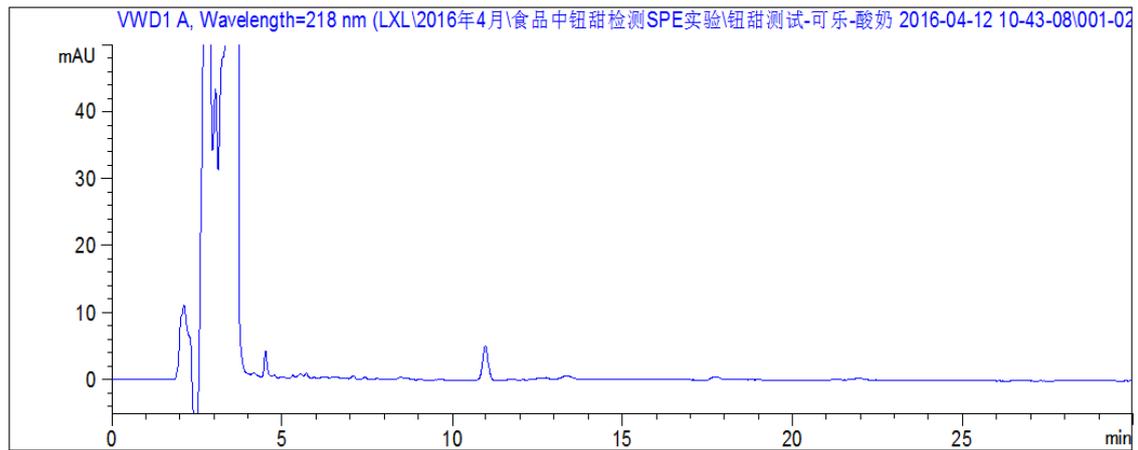


图 2. Cleanert® S C18 空白样品高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

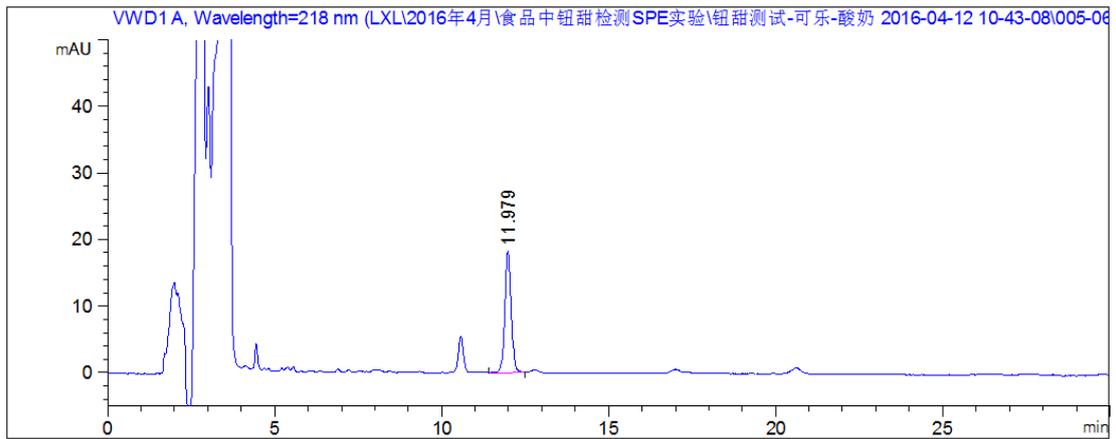


图 3. Cleanert® S C18 样品加标高效液相色谱图

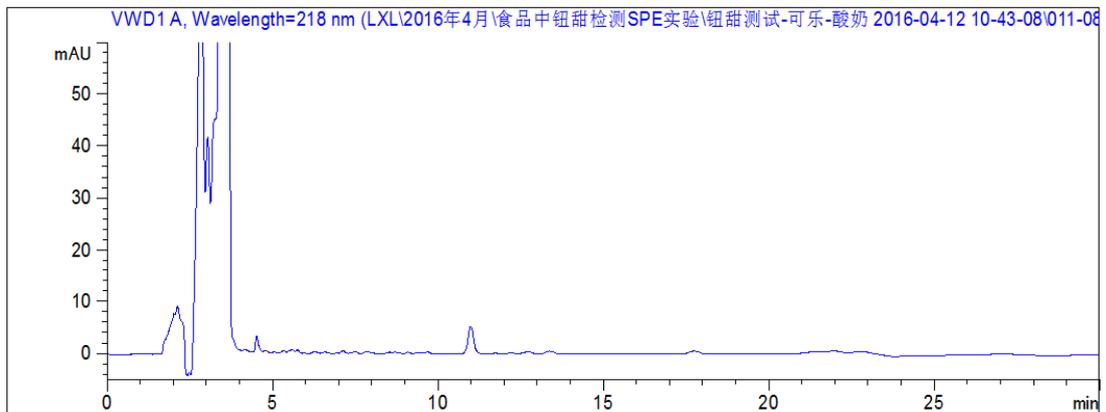


图 4. Cleanert® S C18-N 空白样品高效液相色谱图

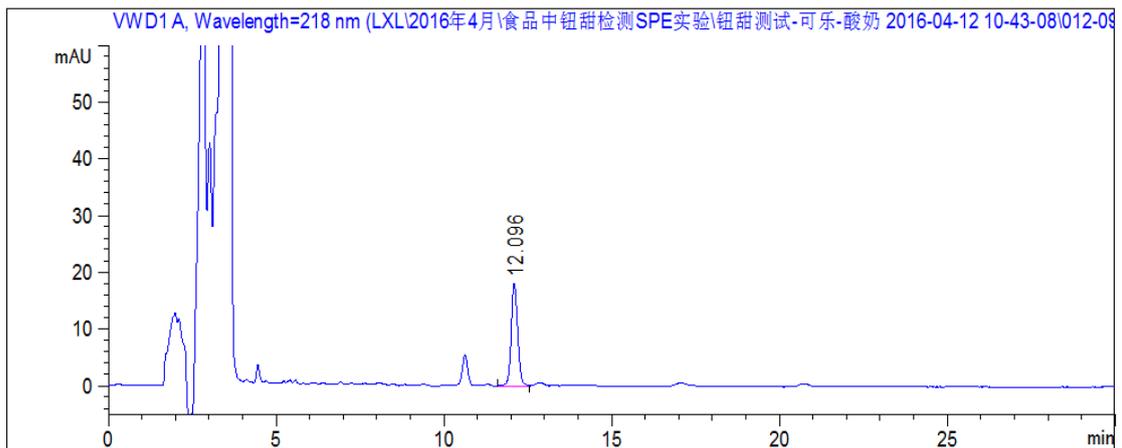


图 5. Cleanert® S C18-N 样品加标高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 结论

本实验依据《食品中纽甜的测定方法》(GB 5009.247-2016)建立了食品中纽甜的检测方法,并用外标法结合液相色谱法对可乐中纽甜含量进行了测定。当纽甜的加标量为 25.0 mg/kg 时, Cleanert® S C18、Cleanert® S C18-N 两款固相萃取柱的回收率均在 90% ~ 100% 之间,符合要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5106	纽甜	Neotame	165450-17-9

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil® XBP C18(L)	5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm	1 支
S185006	Cleanert® S C18	500 mg/6mL	30 支
S185006N	Cleanert® S C18-N	500 mg/6mL	30 支
NV15-M	氮吹仪	15 位	1 台
VM12	固相萃取真空装置	12 位	1 台
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021345	针式过滤器(Nylon)	单膜, 13 mm, 0.45 μm	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 可口可乐中八种人工着色剂残留量的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10111

### 应用简介

本实验重现了食品中八种人工着色剂检测的实验方案, 样品经超声去除二氧化碳, Cleanert® PWAX 固相萃取柱净化, Venusil® XBP C18 (L) 色谱柱 (4.6 × 150 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.02 mol/L 乙酸铵溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 八种着色剂添加量为 0.01 mg/kg、0.05 mg/kg 时, 回收率在 60% ~ 110% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

人工合成着色剂又称人工合成色素, 常以苯、甲苯等为原料, 先制备色素中间体, 再将一种或两种中间体进行磺化、偶合、缩合和偶氮化等化学反应而制成。着色剂的添加使用在现代饲料工业和现代畜牧水产养殖业中日益普遍。通过着色剂改变饲料的色泽, 特别是在日益增加使用非传统饲料原料的情况下, 添加着色剂以便掩盖某些非传统饲料原料 (如菜籽饼粕等) 的不良颜色, 迎合用户心理习惯, 增加市场竞争力; 同时, 也起到刺激食欲和诱食的作用; 还可以通过着色剂改善畜、禽、水产品的色泽, 提高其商品价值。如添加着色剂使肉鸡皮肤、禽蛋卵黄、牛奶的黄油以及鱼虾等水产品的肉质具有更鲜艳、美观的色泽和更优良的产品质量, 迎合消费者的心理。生产企业违禁添加着色剂, 长期食用此类产品将严重危害人体健康。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

Agilent 1100 高效液相色谱仪;  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

甲醇为色谱纯; 实验用水为超纯水; 乙酸铵、氨水均为分析纯;  
八种着色剂混合标准品 (纯度 99%);  
2% 氨化甲醇溶液: 量取氨水 2 mL, 加甲醇溶解并稀释至 100 mL, 摇匀;  
0.02 mol/L 乙酸铵溶液: 称取乙酸铵 1.54 g, 用水溶解并稀释至 1000 mL。  
一次性无菌注射器; PTFE 针式过滤器 (0.45 μm, 直径 13 mm);  
Cleanert® PWAX 固相萃取柱: 200 mg/3 mL。

#### 样品制备

##### 样品提取

称取 10 g 样品放入 100 mL 烧杯中, 超声去除二氧化碳。

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室  
邮编: 300457  
电话: (0086) 22-6537-8550  
QQ: 2850791073  
邮箱: sales@altascientific.com  
网址: www.altascientific.com.cn



### 样品净化

先将 Cleanert® PWAX (200 mg/3 mL)小柱分别用 6 mL 甲醇, 6 mL 水溶液活化平衡; 然后将待净化液过柱; 用 6 mL 水和 6 mL 甲醇洗柱, 弃去全部流出液, 小柱用真空泵抽干; 最后用 6 mL 2% 氨化甲醇洗脱。收集洗脱液于 40°C 下氮气吹干, 用 1 mL 水溶解残留物, 过 0.45 μm 亲水滤膜后待测。

注: 上述操作步骤可在 Qdaura®卓睿全自动固相萃取仪上完成。

### 色谱条件

色谱柱: Venusil® XBP C18 (L), 5 μm, 150 Å, 4.6 × 150 mm;

流动相: A 相-0.02 mol/L 乙酸铵溶液, B 相-甲醇;

柱温: 30°C;

进样量: 20 μL;

流速: 1 mL/min;

梯度洗脱: 见表 1

表 1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
10	80	20
18	40	60
25	40	60
25.01	95	5
40	95	5

表 2. 液相色谱检测波长梯度条件

波长梯度 1		波长梯度 2	
时间	波长/nm	时间	波长/nm
0	428	0	521
10	428	10	521
10.01	509	10.01	483
15	509	16	483
15.01	507	16.01	600
17.5	507	21	600
17.51	510	21.01	529
21	510	30	529
21.01	529	30.01	521
30	529	40	521
30.01	428		
40	428		

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



注：波长梯度 1 适用于柠檬黄、胭脂红、诱惑红、酸性红、赤藓红；波长梯度 2 适用于苋菜红、日落黄、亮蓝和赤藓红。

## 结果与讨论

由表 3 可知，采用固相萃取结合液相色谱法检测八种着色剂加标回收率在 60% ~ 110% 之间，能够满足标准要求。

表 3. 八种着色剂加标回收实验结果(n=3)

物质名称	添加水平/(mg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
柠檬黄 (Lemon Yellow)	0.01	92.7	3.2
胭脂红 (carminum)		92.6	9.2
诱惑红 (The temptation of red)		91.1	4.9
酸性红 (Carmosine)		92.3	2.1
赤藓红 (erythrosine)		69.6	9.1
苋菜红 (amaranth)		83.6	7.9
日落黄 (sun set yellow)		83.7	3.1
亮蓝 (light blue)		102.8	6.7
柠檬黄 (Lemon Yellow)	0.05	94.8	1.5
胭脂红 (carminum)		99.3	4.4
诱惑红 (The temptation of red)		97.8	9.0
酸性红 (Carmosine)		91.9	2.8
赤藓红 (erythrosine)		83.1	1.4
苋菜红 (amaranth)		99.2	6.8
日落黄 (sun set yellow)		90.7	3.5
亮蓝 (light blue)		101.5	5.7

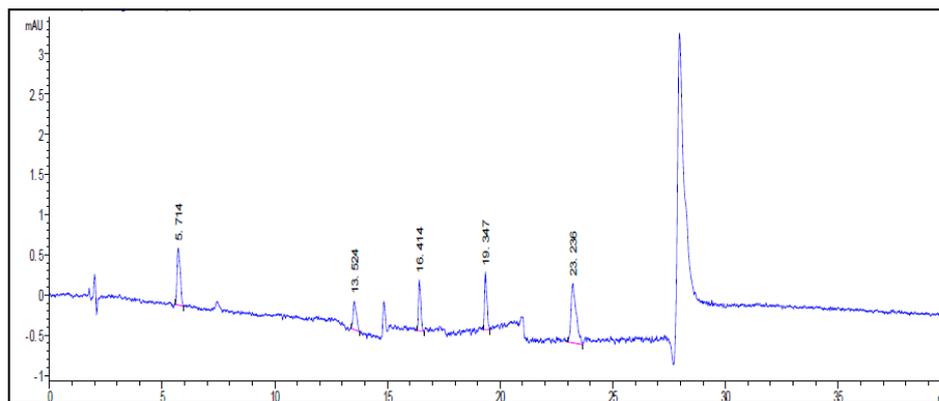


图1. 0.1 μg/mL混合标准溶液前五种物质液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

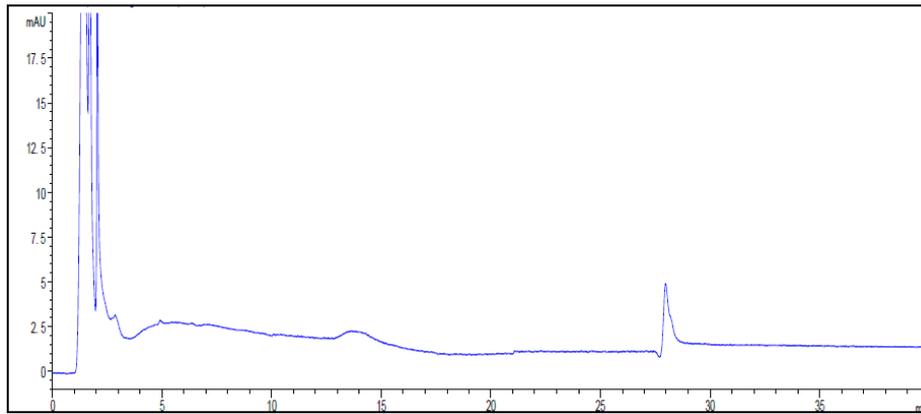


图2. 样品基质空白液相色谱图

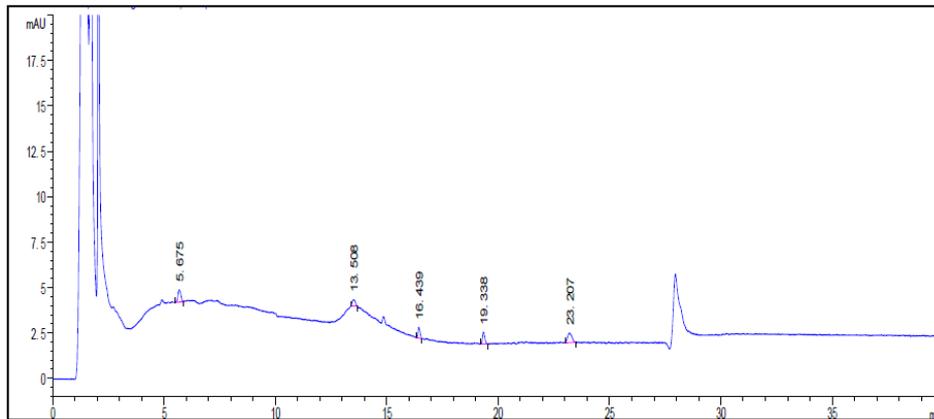


图3. 0.01 mg/kg样品基质加标样品前五种物质液相色谱图

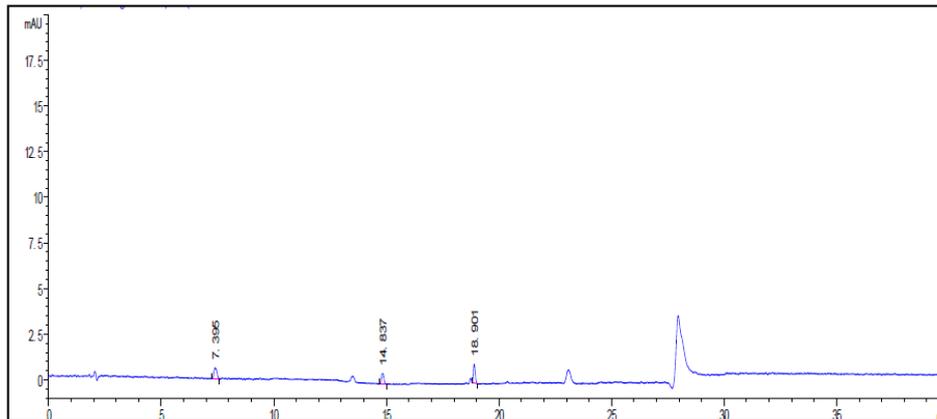


图4. 0.1 µg/mL混合标准溶液后三种物质液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

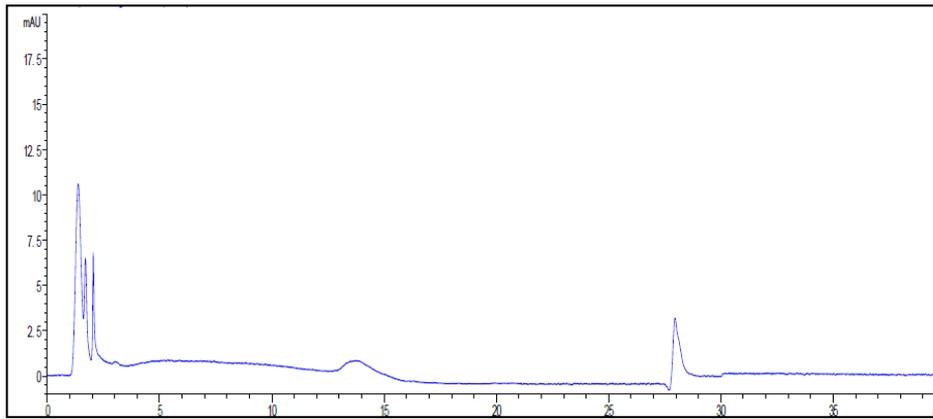


图5. 样品基质空白液相色谱图

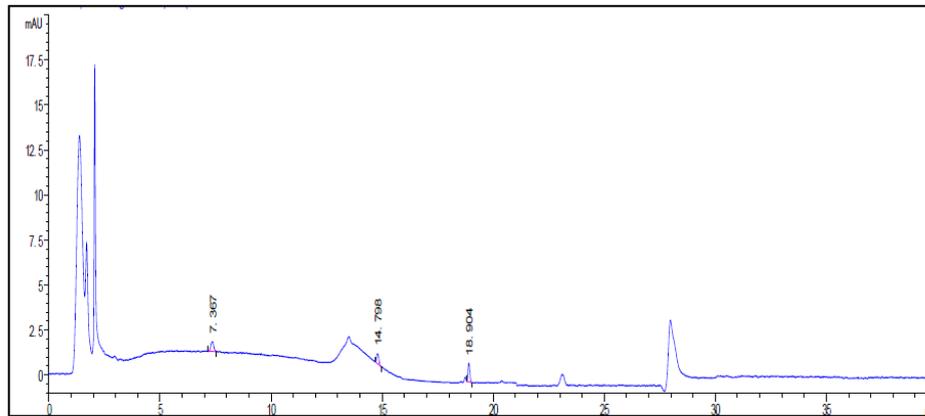


图6. 0.01 mg/kg样品基质加标样品后三种物质液相色谱图

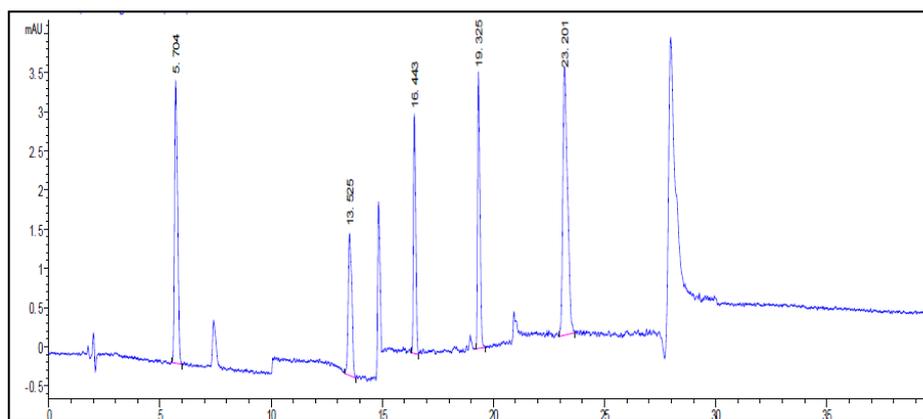


图7. 0.5 µg/mL混合标准溶液前五种物质液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

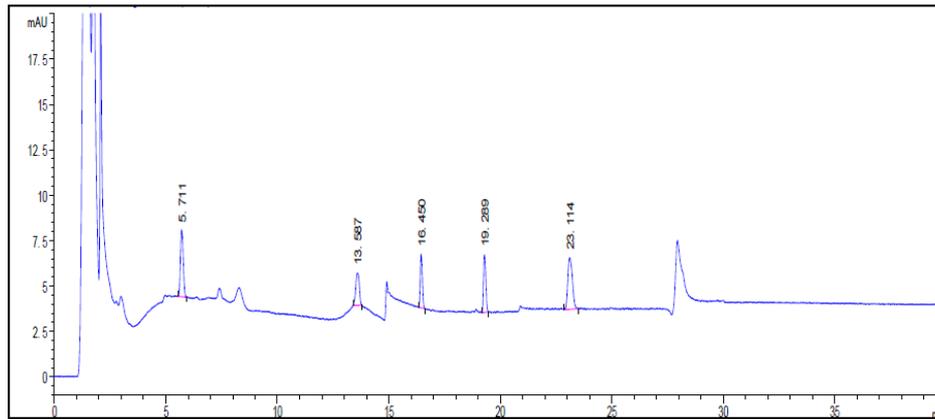


图8. 0.05 mg/kg样品基质加标样品前五种物质液相色谱图

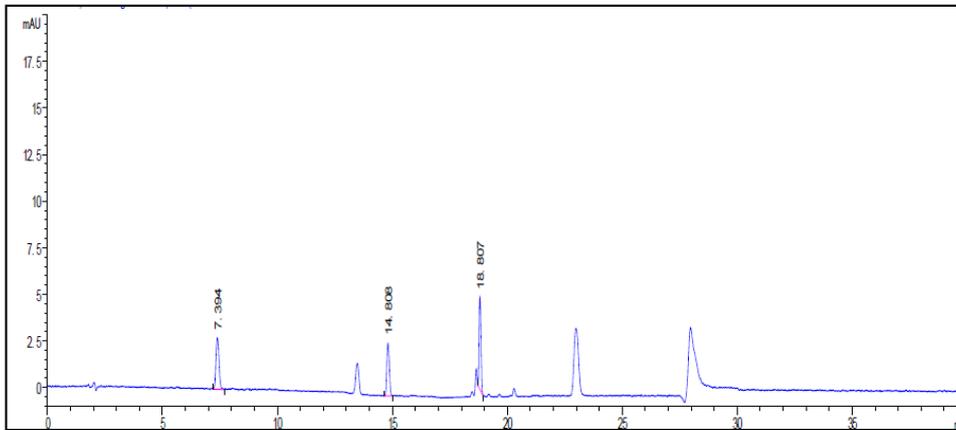


图9. 0.5 µg/mL混合标准溶液后三种物质液相色谱图

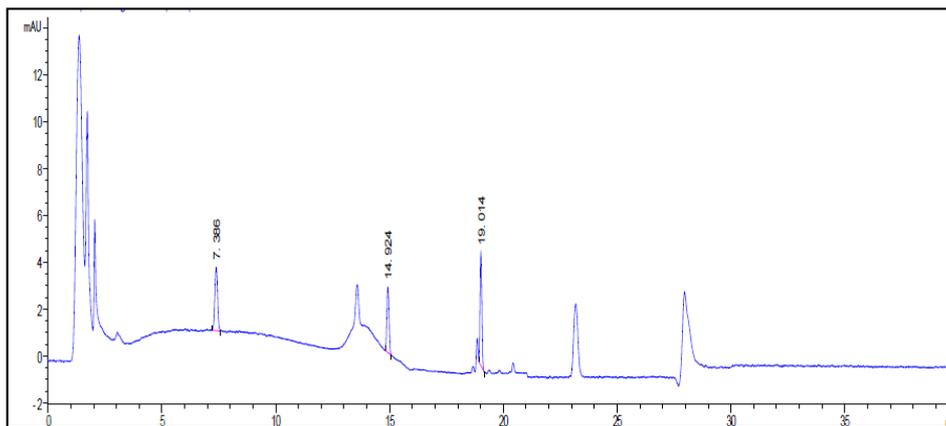


图10. 0.05 mg/kg样品基质加标样品后三种物质液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 结论

本实验重现食品中八种着色剂的残留量检测的实验,并结合高效液相色谱对可口可乐中八种着色剂残留物的含量进行了测定。对于加标量为 0.01 mg/kg、0.05 mg/kg 的样品进行了检测,回收率在 60% ~ 110%之间,符合要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2420	柠檬黄	Tartrazine	1934-21-0
1ST2416	胭脂红	Ponceau 4RC (E124)	2611-82-7
1ST2412	诱惑红	Allura Red AC	25956-17-6
1ST2414	酸性红(偶氮红质)	Carmosine	3567-69-9
1ST000267	赤藓红	erythrosine	15905-32-5
1ST2417	苋菜红	Amaranth	915-67-3
1ST2421	日落黄	Sunset Yellow (E110)	2783-94-0
1ST2422	亮蓝	Brilliant Blue FCF	3844-45-9

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX951505-L	Venusil® XBP C18 (L)	5 μm, 150 Å, 4.6 × 150 mm	1 支
WA2003	Cleanert® PWAX	200 mg/3 mL	50 支/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
NV15-M	氮吹仪	15 位	1 台
SPE-40	Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪	24 位, 四通道	1 台
VM12	固相萃取真空装置	12 位	1 台
AS081345	针式过滤器(PTFE)	单膜, 13 mm, 0.45 μm	200 个/包
AM021345	微孔滤膜	50 mm, 0.45 μm	200 片/盒
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
AH230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯	4×4 L/箱

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 黄桃干中纽甜的分析报告

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10118

### 应用简介

本实验参照《食品中纽甜的测定方法高效液相色谱法》(GB/T 23378-2009), 样品经混合提取液提取, 采用两款不同的固相萃取柱 Cleanert® S C18、Cleanert® S C18-N 分别对提取液净化, Venusil® XBP C18(L) 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 离子对缓冲溶液和乙腈作为流动相洗脱, 以紫外检测器检测, 外标法进行定量。结果表明: 当纽甜的加标量为 20 mg/kg 时, Cleanert® S C18、Cleanert® S C18-N 两款固相萃取柱的回收率均在 80% ~ 100%, 可以满足检测要求。

### 前言

纽甜是一种新型的二肽类功能性甜味剂, 是阿斯巴甜的衍生物, 甜味纯正, 甜度高, 约是蔗糖甜度的 8000 倍。纽甜属于高效甜味剂, 且具有无苦味及其他后味、低热量、相对稳定等特点。我国卫生部在 2003 年批准纽甜作为新的食品添加剂品种。国家标准 GB 2760-2014“食品安全国家标准 食品添加剂使用标准”规定了纽甜在各类食品中的最大允许添加量, 较国家标准 GB 2760-2011 中纽甜在各类食品中按生产需要添加更加严格。

因此通过有效的实验技术手段, 对食品中的纽甜进行监控, 以确保消费者对食品消费的安全具有重要意义。

本实验通过优化前处理方法和色谱分离条件建立了纽甜在黄桃干中的高效液相色谱法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪、紫外检测器; 博纳艾杰尔 12 位固相萃取真空装置。

##### 试剂材料

某品牌黄桃果干;

混合提取液: 分别移取 0.8 mL 甲酸与 2.5 mL 三乙胺, 加水溶解并稀释至 1000 mL;

离子对试剂缓冲液: 称取 2.0 g 辛烷磺酸钠, 加适量水溶解, 加入 1.0 mL 磷酸, 加水稀释至 1000 mL;

纽甜标准溶液: 称取 0.010 g 纽甜对照品, 加混合提取液溶解并稀释至 10 mL, 制成每 1.0 mL 中含纽甜 1.0 mg 的溶液;

一次性无菌注射器; 尼龙针式过滤器(0.45 μm, 直径 13 mm);

Cleanert® S C18 固相萃取柱: 1000 mg/6 mL;

Cleanert® S C18-N 固相萃取柱: 1000 mg/6 mL;

高效液相色谱柱: Venusil® XBP C18(L); 5 μm, 150 Å; 4.6 × 250mm;

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 样品制备

### 样品提取

准确称取 1 g 经粉碎后黄桃干于 50 mL 具塞塑料离心管中，加入 5 mL 混合提取液，涡旋震荡 10 min，超声 30 min 后，以 8000 r/min 离心 5 min 后，再次加入 5 mL 混合提取液进行重复上述提取过程，离心后取下层溶液至 15 mL 具塞塑料离心管中，待上样。

### 样品净化

Cleanert® S C18(或 Cleanert® S C18-N)固相萃取柱（1000 mg/6 mL）使用前依次用 5 mL 甲醇、10 mL 水活化平衡，将上述上样液过固相萃取柱，然后用 5 mL 混合提取液洗柱，弃去全部流出液；最后以 5 mL 甲醇洗脱，收集全部洗脱液。将洗脱液在 40°C 氮吹浓缩至约 2 mL，用混合提取液定容至 5 mL，混匀，过滤，待检测。

注：上样液、洗脱液以 1 mL/min-2 mL/min 的流速通过固相萃取柱

## 色谱条件

### 液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)；5 μm，150Å；4.6 × 250 mm；

流动相：离子对试剂缓冲液：乙腈=60：40(v/v)；

流速：1.0 mL/min；

波长：218 nm；

柱温：30°C；

进样量：50 μL；

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 1 可知，采用固相萃取法净化结合高效液相色谱法，外标法定量，经两款不同固相萃取柱净化，纽甜的加标回收率均在 80% ~ 100% 之间，满足检测要求。

表 1. 纽甜加标回收实验结果(n=3)

固相萃取柱	物质名称	添加水平(mg/kg)	平均回收率(%)	RSD(%)
Cleanert® S C18	纽甜	20	88.1	6.01
Cleanert® S C18-N	纽甜	20	89.5	1.51

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

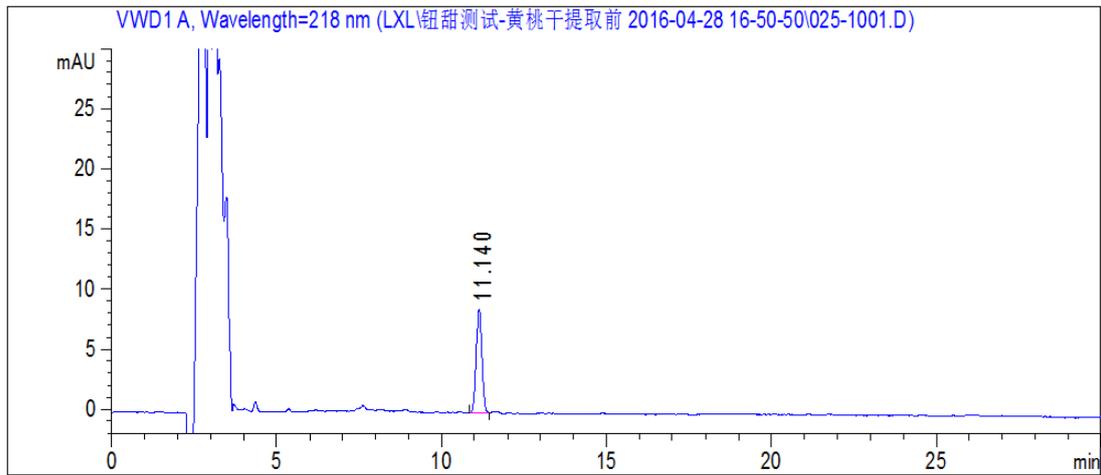


图 1. 4 µg/mL 纽甜标准品溶液高效液相色谱图

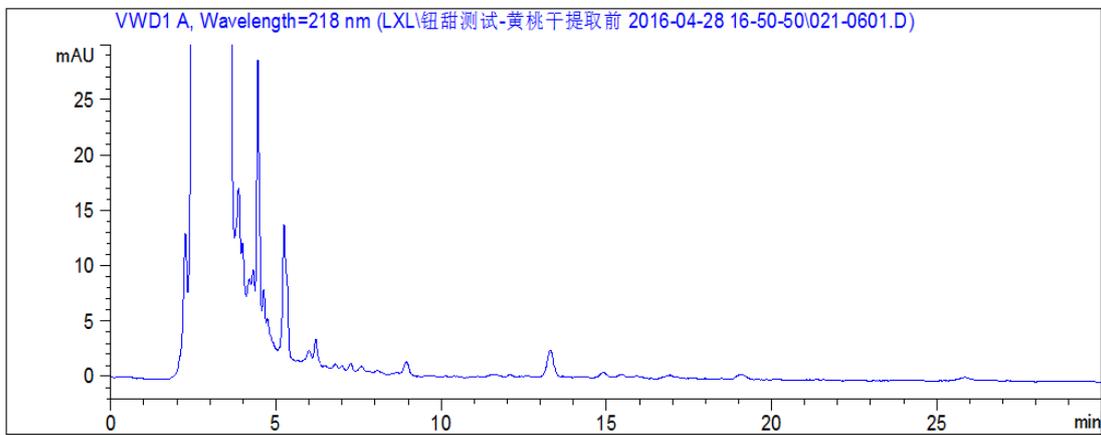


图 2. Cleanert® S C18 空白样品高效液相色谱图

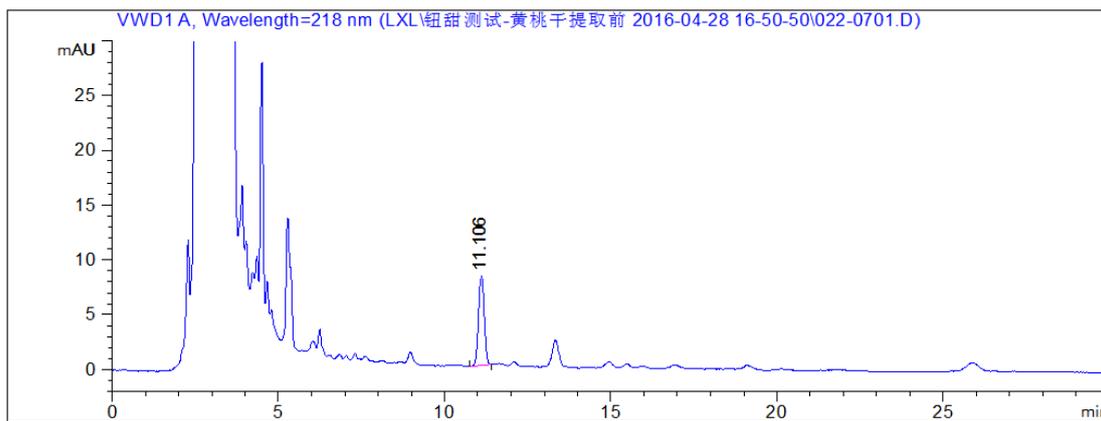


图 3. Cleanert® S C18 样品加标高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

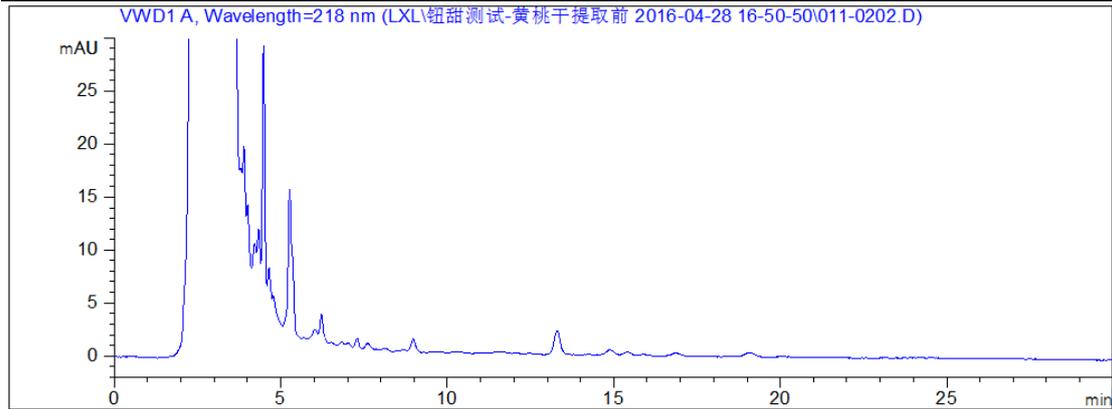


图 4. Cleanert® S C18-N 空白样品高效液相色谱图

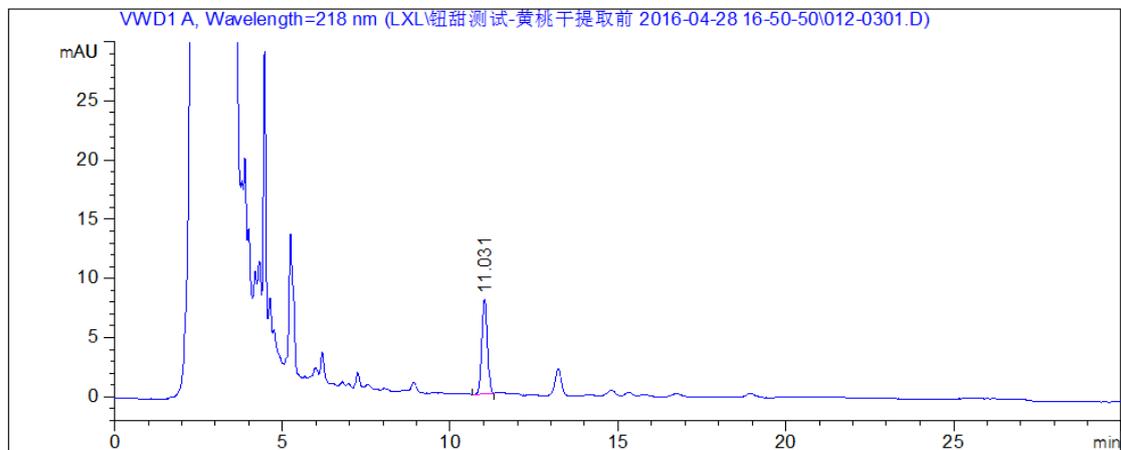


图 5. Cleanert® S C18-N 样品加标高效液相色谱图

## 结论

本实验依据《食品中纽甜的测定方法》(GB 5009.247-2016)建立了食品中纽甜的检测方法,并用外标法结合液相色谱法对黄桃干中纽甜含量进行了测定。当纽甜的加标量为 20 mg/kg 时, Cleanert® S C18、Cleanert® S C18-N 两款固相萃取柱的回收率均在 80% ~ 100% 之间,符合要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5106	纽甜	Neotame	165450-17-9

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil® XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
S180006	Cleanert® S C18	1000 mg/6 mL	30 支
S180006N	Cleanert® S C18-N	1000 mg/6 mL	30 支
NV15-M	氮吹仪	15 位	1 台
VM12	固相萃取真空装置	12 位	1 台
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS021345	针式过滤器(Nylon)	单膜, 13 mm, 0.45 $\mu\text{m}$	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 茶叶中八种人工着色剂的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10122

### 应用简介

本实验建立了茶叶中八种人工着色剂检测的实验方案, 样品经 60°C 水提取, Cleanert PWAX 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18(L) 色谱柱 (4.6 × 150 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.02 mol/L 乙酸铵溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 当靛蓝添加量为 0.25 mg/kg, 其余七种着色剂为 0.05 mg/kg 时, 回收率在 75% ~ 115% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

人工合成着色剂又称人工合成色素, 常以苯、甲苯等为原料, 先制备色素中间体, 再将一种或两种中间体进行磺化、偶合、缩合和偶氮化等化学反应而制成。着色剂的添加使用在现代饲料工业和现代畜牧水产养殖业中日益普遍。通过着色剂改变饲料的色泽。特别是在日益增加使用非传统饲料原料的情况下, 添加着色剂以便掩盖某些非传统饲料原料 (如菜籽饼粕等) 的不良颜色, 迎合用户心理习惯, 增加市场竞争力; 同时, 也起到刺激食欲和诱食的作用; 还可以通过着色剂改善畜、禽、水产品的色泽, 提高其商品价值。如添加着色剂使肉鸡皮肤、禽蛋卵黄、牛奶的黄油以及鱼虾等水产品的肉质具有更鲜艳、美观的色泽和更优良的产品质量, 迎合消费者的心理。生产企业违禁添加着色剂, 长期食用此类产品将严重危害人体健康。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

Agilent 1260 高效液相色谱仪;  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

甲醇为色谱纯; 实验用水为超纯水; 乙酸铵、氨水、甲酸均为分析纯;  
八种着色剂混合标准品 (纯度 99%);  
2% 氨化甲醇溶液: 量取氨水 2 mL, 加甲醇溶解并稀释至 100 mL, 摇匀;  
0.02 mol/L 乙酸铵溶液: 称取乙酸铵 1.54 g, 用水溶解并稀释至 1000 mL。  
一次性无菌注射器; 针式过滤器 (0.45 μm, 直径 13 mm);  
Cleanert PWAX 固相萃取柱: 150 mg/6 mL。

#### 样品制备

##### 样品提取

称取 2 g 茶叶放入 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 60°C 水, 浸泡 1 小时后, 超声提取 15

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室  
邮编: 300457  
电话: (0086) 22-6537-8550  
QQ: 2850791073  
邮箱: sales@altascientific.com  
网址: www.altascientific.com.cn



min, 10000 r/min 离心 10 min, 取上清液转移到新的离心管中, 重复提取一次, 合并两次提取液, 待净化。

### 样品净化

先将 Cleanert PWAX (150 mg/6 mL)小柱依次用 6 mL 甲醇, 6 mL 水活化平衡; 然后将待净化液过柱; 用 6 mL 水 (pH 为 4.0)、6 mL 甲醇/甲酸 (6:4, V/V) 和 6 mL 水 (pH 为 7.0) 洗柱, 弃去全部流出液, 小柱用真空泵抽干; 最后用 6 mL 2% 氯化甲醇洗脱。收集洗脱液于 40°C 氮气吹干, 用 1 mL 水溶解残留物, 过 0.45 μm PTFE 亲水滤膜后待测。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱: Venusil XBP C18(L), 5 μm, 150 Å, 4.6 × 150 mm

流动相: A 相-0.02 mol/L 乙酸铵溶液, B 相-甲醇

柱温: 30°C

进样量: 20 μL

梯度洗脱: 见表 1

表 1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/(mL/min)	A/%	B/%
0	1	95	5
10	1	80	20
18	1	40	60
25	1	40	60
25.01	1	95	5
40	1	95	5

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 2 可知, 采用固相萃取结合液相色谱法检测八种着色剂加标回收率在 75% ~ 115% 之间, 能够满足标准要求。

表 2. 八种着色剂加标回收实验结果

物质名称	波长/nm	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	CV/%
柠檬黄	428	0.05	111.1	8.1
(Lemon yellow)				
苋菜红	521	0.05	79.8	5.5
(amaranth)				
胭脂红	509	0.05	95.8	9.0

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



(carminum)				
靛蓝	600	0.25	86.4	4.5
(Indigo)				
日落黄	483	0.05	112.2	5.2
(sun set yellow)				
诱惑红	507	0.05	96.0	6.2
(temptation red)				
亮蓝	600	0.05	100.8	0.8
(light blue)				
酸性红	510	0.05	88.8	1.0
(carmosine)				

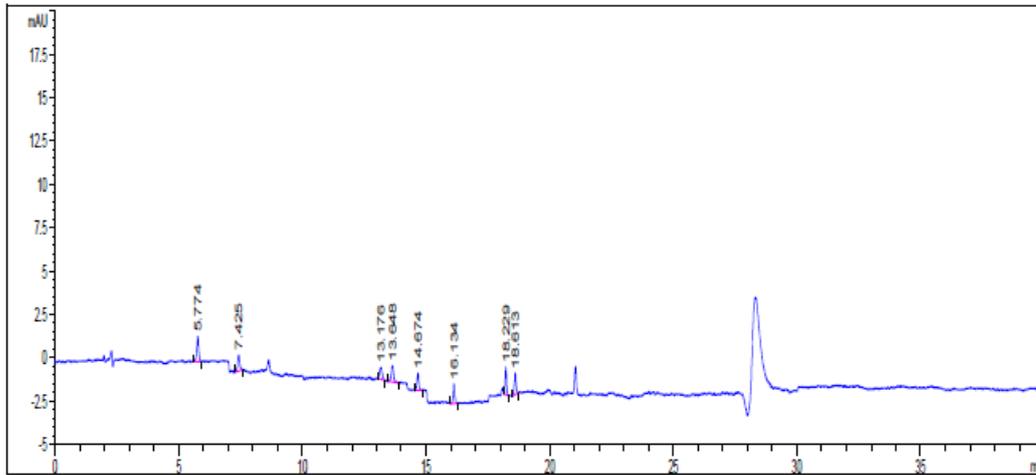


图1. 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 八种着色剂标准溶液液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

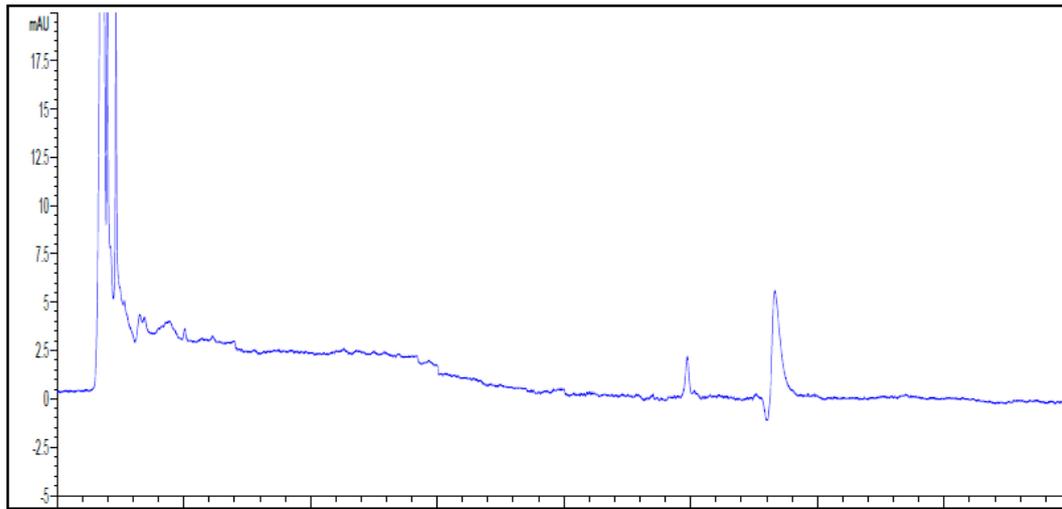


图2. 茶叶样品基质空白液相色谱图

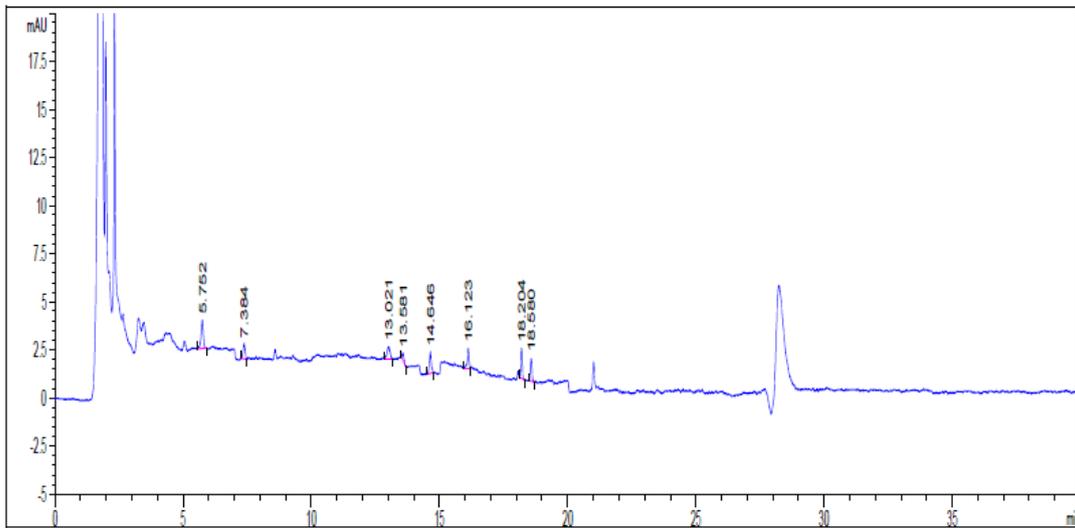


图3. 0.05 mg/kg茶叶样品基质加标样品液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

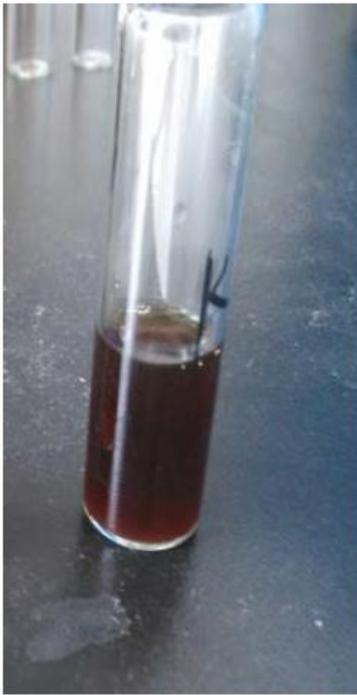
邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

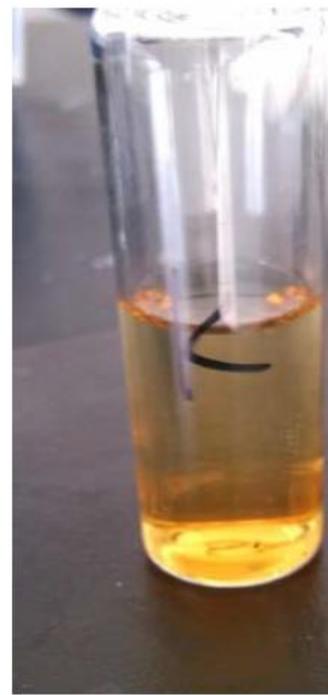
QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



净化前



净化后

### 结论

本实验建立了茶叶中八种着色剂残留量检测的实验方法,并结合高效液相色谱对茶叶中八种着色剂残留物的含量进行了测定。对于加标量为 0.25 mg/kg 的靛蓝、0.05 mg/kg 的柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、亮蓝和酸性红样品,回收率在 75% ~ 115%之间,符合要求。

### 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2420	柠檬黄	Tartrazine	1934-21-0
1ST2417	苋菜红	Amaranth	915-67-3
1ST2416	胭脂红	Ponceau 4RC (E124)	2611-82-7
1ST2423	靛蓝	Indigotine	860-22-0
1ST2421	日落黄	Sunset Yellow (E110)	2783-94-0
1ST2412	诱惑红	Allura Red AC	25956-17-6
1ST2422	亮蓝	Brilliant Blue FCF	3844-45-9
1ST2414	酸性红(偶氮红质)	Carmosine	3567-69-9

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX951505-L	Venusil XBP C18(L)	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 150 mm	1 支
WA1506	Cleanert <sup>®</sup> PWAX	150 mg/6 mL	30 支/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VA950105-LS	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ ; 4.6 $\times$ 10 mm	4 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45 $^{\circ}$ Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS081345	针式过滤器 (PTFE 亲水)	单膜, 13 mm, 0.45 $\mu\text{m}$	200 个/包
NV15-M	氮吹仪	15 位	1 台
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
SPE-40	卓睿全自动固相萃取仪	4 通道, 24 位	1 台

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## (GB/T 22255-2014)食品中三氯蔗糖的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10079

### 应用简介

本实验重现了《食品中三氯蔗糖的测定》(GB/T 22255-2014), 样品经甲醇水(3:1, V/V)提取, Cleanert PEP-2 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18 (L)色谱柱(4.6×150 mm, 5 μm, 150 Å)分离, 水和乙腈为流动相进行洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 三氯蔗糖添加量为 1.0 mg/g 时, 回收率在 60% ~ 110%之间, 能够满足检测要求。

### 前言

三氯蔗糖是以蔗糖为原料经氯代而制得的一种非营养型强力甜味剂, 是一种白色粉末状产品, 极易溶于水, 水溶液澄清透明, 其甜度是蔗糖的 400~800 倍。其中, 食品包装成分表中常能看到的蔗糖素(学名三氯蔗糖), 虽然所含热量少, 但吃多了也会胖, 而且还可能阻碍身体对一些药物的吸收。

因此通过有效的实验技术手段, 对食品中的有关三氯蔗糖残留进行监控, 以确保消费者对食品消费的安全具有重要意义。

本实验通过优化前处理方法建立了三氯蔗糖在食品中的高效液相色谱的方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪(蒸发光检测器); 博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

甲醇、乙腈、正己烷为色谱纯; 实验用水为超纯水; 乙酸锌、亚铁氰化钾均为分析纯; 中性氧化铝(100 目~200 目)

三氯蔗糖标准品(纯度 99%);

乙酸锌溶液: 称取 21.9 g 乙酸锌, 加 3 mL 乙酸, 加水溶解至 100 mL;

亚铁氰化钾溶液: 称取 10.6 g 亚铁氰化钾, 加水溶解至 100 mL;

甲醇水溶液: 量取 75 mL 甲醇, 加 25 mL 水, 混匀;

乙腈水溶液: 量取 11 mL 乙腈, 加 89 mL 水, 混匀。

一次性无菌注射器; 尼龙针式过滤器(0.45 μm, 直径 13 mm);

Cleanert PEP-2 固相萃取柱: 200 mg/6 mL。

#### 样品制备

##### 样品提取

##### 酱油

称取 2 g 样品置于 50 mL 离心管中, 加入 1.0 g 中性氧化铝, 加入 3 mL 水, 涡旋混匀振

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



荡 3 min 后, 加入 15 mL 甲醇, 继续震荡 30 s, 超声波提取 20 min, 3000 r/min 离心 10 min, 上清液移入 50 mL 离心管中, 沉淀物加入 5.0 mL 甲醇水 (3 : 1, V/V), 涡旋 30 s, 以 3000 r/min, 离心 10 min, 重复提取 2 次, 将上清液合并于 150 mL 分液漏斗中。

在 150 mL 分液漏斗中, 加入 30 mL 正己烷, 振摇 2 min, 静置分层, 20 min 后, 下层水相移至于 50 mL 蒸发皿。蒸发皿于沸水浴上蒸发, 当液体在 1 mL 左右时, 用 9 mL 水分 3 次冲洗蒸发皿, 合并于 15 mL 离心管中, 超声处理 5 min, 3000 r/min 离心 10 min, 待净化。

#### 可口可乐

称取混匀后试样 5 g, 置于 15 mL 离心管中, 加入 5 mL 水, 涡旋混合器上振荡 30 s, 以 3000 r/min 离心 10 min。

#### 酸奶

称取混匀后试样 2 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 5 mL 水, 涡旋振荡 3 min 后加入 15 mL 甲醇, 0.5 mL 乙酸锌, 0.5 mL 亚铁氰化钾, 继续震荡 30 s, 超声波提取 20 min, 3000 r/min 离心 10 min, 上清液移入 50 mL 离心管中, 沉淀物加入 5.0 mL 甲醇水 (3 : 1, V/V), 涡旋 30 s, 以 3000 r/min, 离心 10 min, 重复提取 2 次, 将上清液合并于 150 mL 分液漏斗中

在 150 mL 分液漏斗中, 加入 30 mL 正己烷, 振摇 2 min, 静置分层, 20 min 后, 下层水相移至于 50 mL 蒸发皿。蒸发皿于沸水浴上蒸发, 当液体在 1 mL 左右时, 用 9 mL 水分 3 次冲洗蒸发皿, 合并于 15 mL 离心管中, 超声处理 5 min, 3000 r/min 离心 10 min, 待净化。

#### 样品净化

先将 Cleanert PEP-2 (200 mg/6 mL) 小柱分别用 4 mL 甲醇, 4 mL 水溶液活化平衡; 然后将待净化液过柱; 用 1 mL 水洗柱, 弃去全部流出液; 最后用 3 mL 甲醇洗脱。收集洗脱液于 50°C 氮气吹干, 用 1 mL 乙腈水 (11 : 89, V/V) 溶解残留物, 过 0.45 μm 尼龙针式过滤器滤膜后待测。

#### 实验条件

##### 液相条件

色谱柱: Venusil XBP C18 (L), 5 μm, 150 Å, 4.6 × 150 mm

流动相: 乙腈 : 水 = 11 : 89

柱温: 35°C

进样量: 20 μL

蒸发温度: 50°C

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 2 可知, 采用固相萃取结合液相色谱法检测三氯蔗糖, 加标回收率在 60% ~ 110% 之间, 能够满足标准要求。

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



基质名称	添加水平/(mg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
酱油	500	102	1.8
可口可乐	200	85.5	2.4
酸奶	500	54.1	4.2

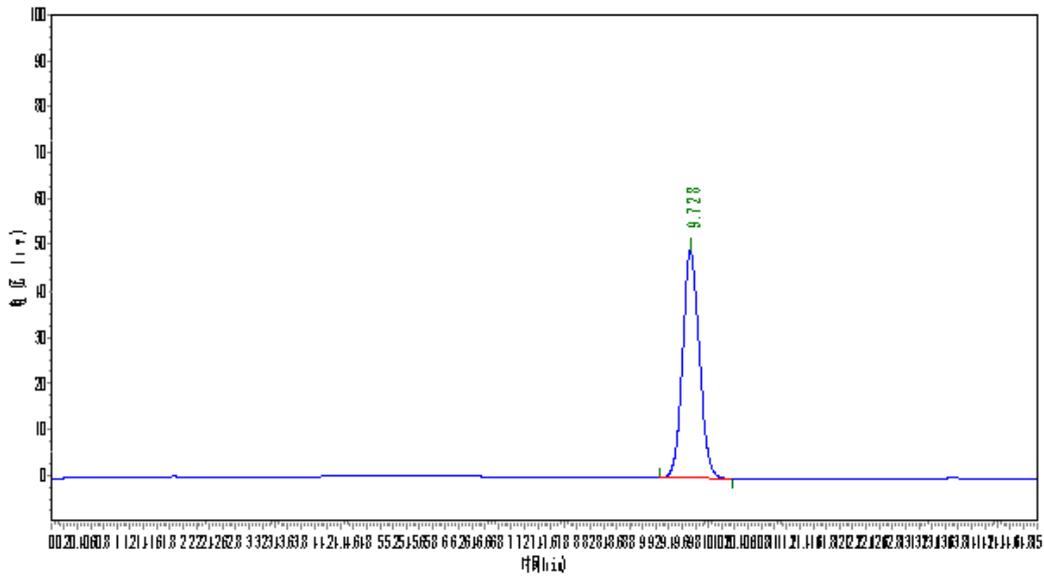


图1. 1.0 mg/mL混合标准溶液液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

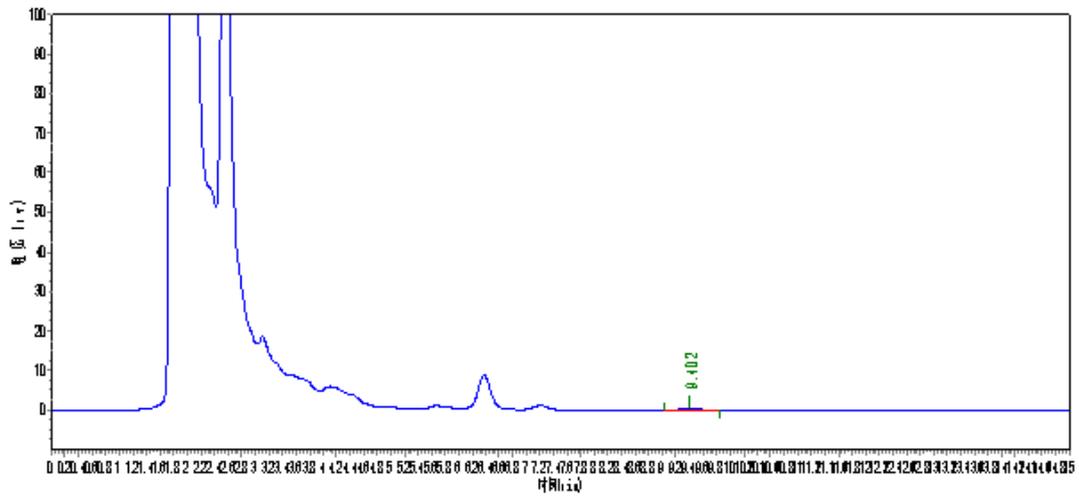


图2. 酱油样品基质空白液相色谱图

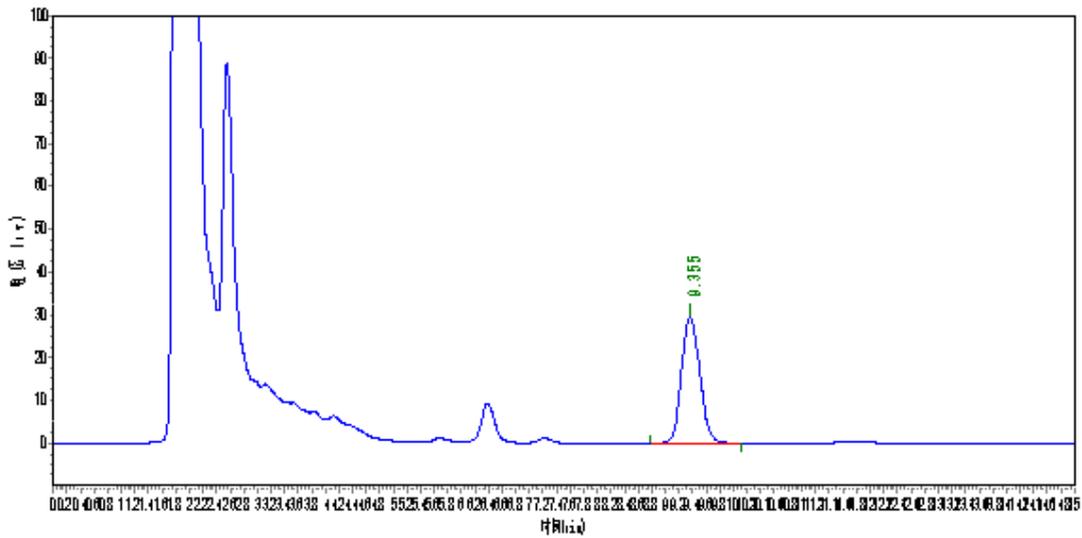


图3. 500 mg/kg酱油样品基质加标液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

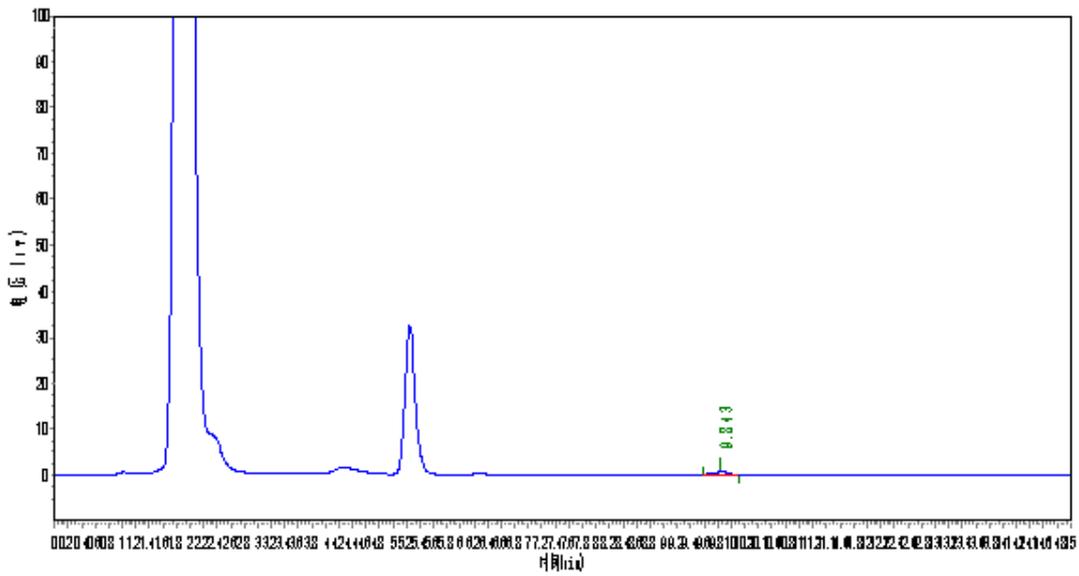


图4. 可口可乐样品基质空白液相色谱图

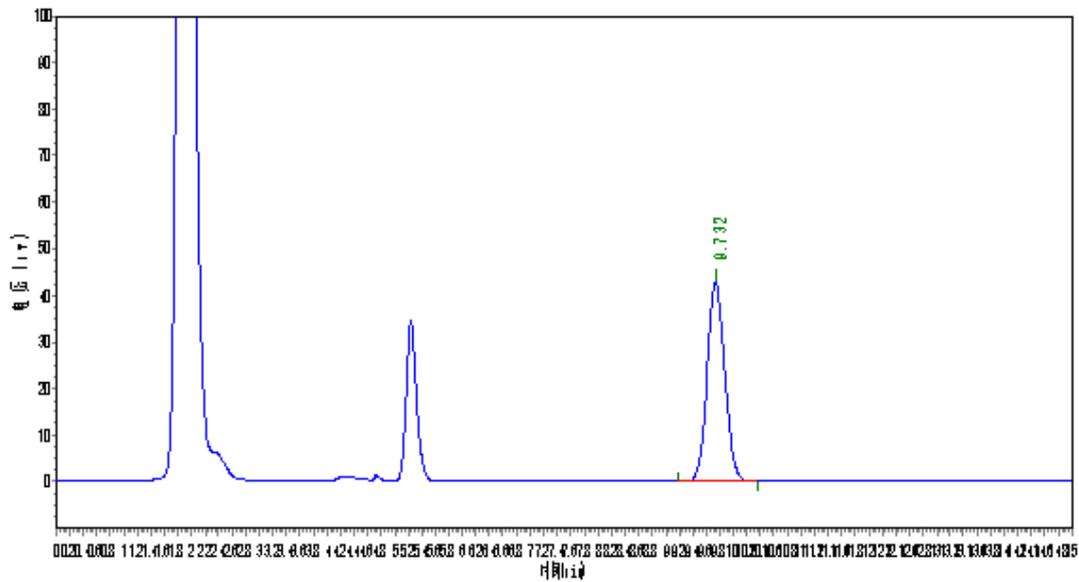


图5. 200 mg/kg可口可乐样品基质加标液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

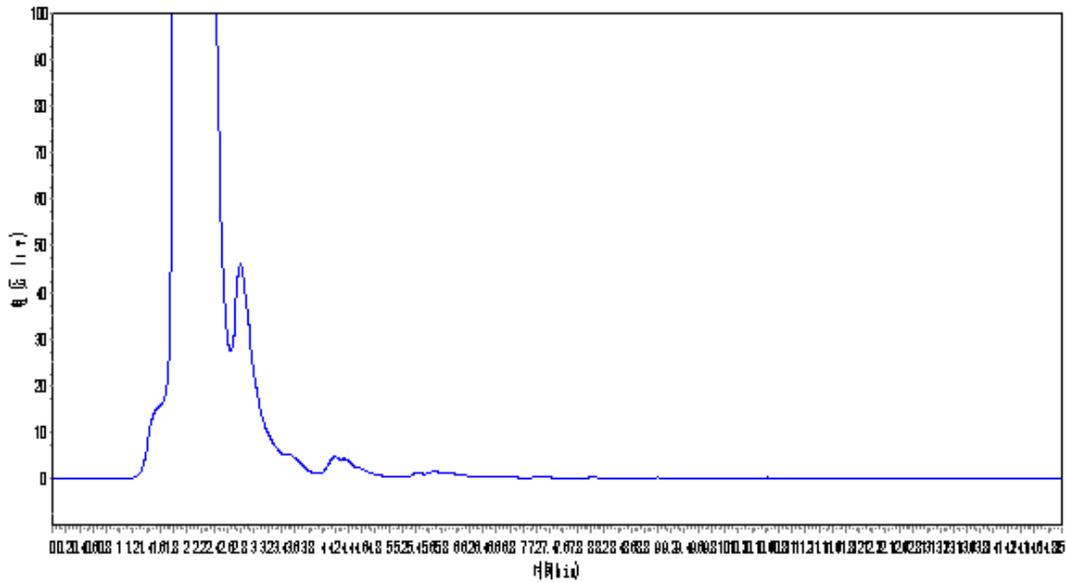


图6. 500 mg/kg酸奶样品基质空白液相色谱图

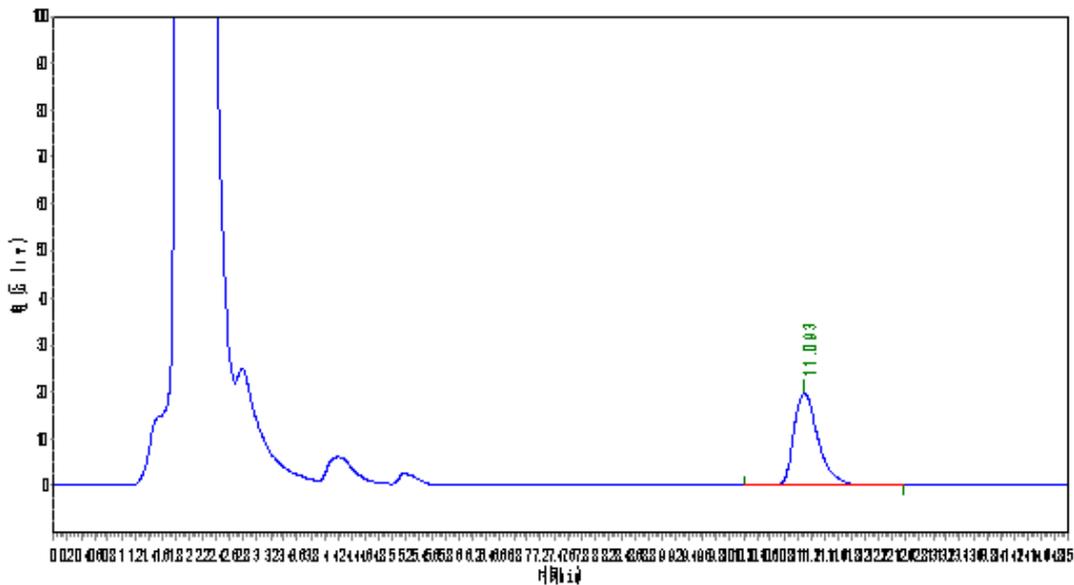


图7. 500 mg/kg酸奶样品基质加标液相色谱图

## 结论

本实验依据《食品中三氯蔗糖的测定》(GB/T 22255-2014)建立了食品中三氯蔗糖残留量的检测方法,并结合高效液相色谱对食品中三氯蔗糖残留物的含量进行了测定。对于加标

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

量为 500 mg/kg、200 mg/kg 的样品进行了检测，回收率在 60% ~ 110%之间，符合要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST3215	三氯蔗糖	Sucralose	56038-13-2

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX951505-L	Venusil XBP C18 (L)	5 $\mu$ m, 150 Å, 4.6 $\times$ 150 mm	1 支
PE2006-2	Cleanert PEP-2	200 mg/6 mL	30 支/pk
SPE-40	Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VX950105-LS	直联式保护柱芯	5 $\mu$ m, 150 Å; 2.1 $\times$ 10 mm	4 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	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
AS081345	针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.45 $\mu$ m	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
AH230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯	4 $\times$ 4 L/箱
AH015-4	乙腈	4 L/瓶, 色谱纯	4 $\times$ 4 L/箱

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# EAF10006 Application of SPE-40 system for the determination of 4 Sudans in chili powder by HPLC

案例来源: 博纳艾杰尔; 应用编号: EAF10006

## 1. Apparatus

SPE-40 automatic SPE system

LC-10F HPLC system;

## 2. Chromatographic conditions

Column: Venusil AQ C18, 5  $\mu$ m, 100  $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm;

Mobile phase: 100% Acetonitrile; UV wavelength: 520 nm;

Flow rate: 1.0 mL/min;

Column Temperature: 30 $^{\circ}$ C; Injection volume: 20  $\mu$ L.

## 3. Experimental

### 3.1 Materials and reagents

N-Hexane、Dichloromethane、Isopropyl、Acetonitrile;

Sudan I, II, III, IV mixed standard solution(5 ppm in N-hexane);

0.45  $\mu$ m PTFE filter membrane; Cleanert Sudan SPE cartridge: 500 mg/6mL;

Commercially available chili powder

### 3.2 Experimental methods

Table 1. The method of SPE-40 system

Procedure	Order	Solvent	Flow Rate(mL/min)	Volume(mL)
1	Conditioning	Dichloromethane	4	5
2	Conditioning	N-hexane	4	5
3	Loading	Air	2	8
4	Washing	3% Isopropyl - N-hexane	4	4
5	Washing	Air	20	20
6	Elution/Collection	Dichloromethane	4	4
7	Collection	Air	2	8

The solution was evaporated to dryness under a nitrogen stream at 50  $^{\circ}$ C. The residue was redissolved in 1mL acetonitrile and filtered through 0.45  $\mu$ m PTFE membrane for HPLC detection.

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



### 3.3 Results

Table 2. Recovery of Sudan spiked at 5ppm in chili powder (n=3)

	Sudan I	Sudan II	Sudan III	Sudan IV
Recovery	94.39%	98.34%	92.17%	99.42%

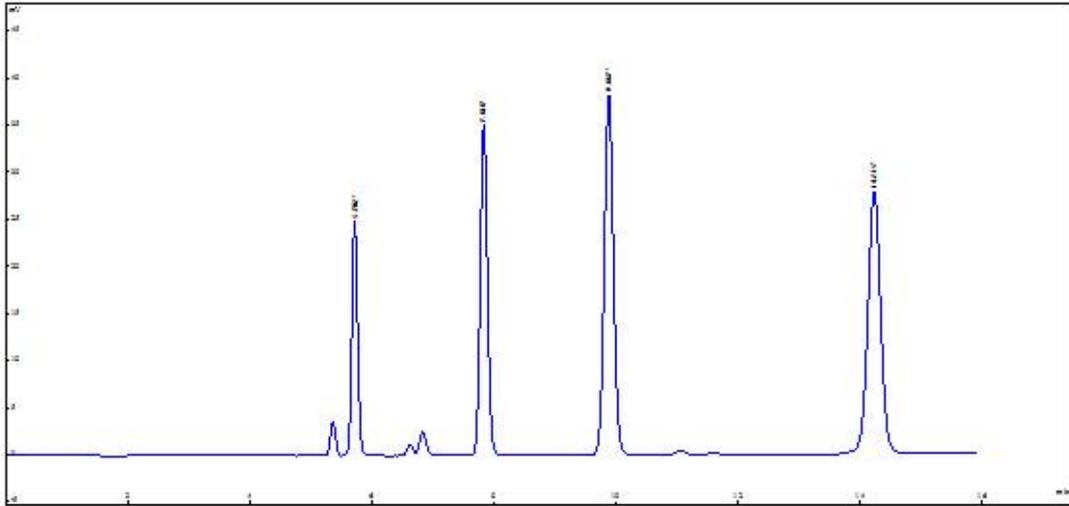


Fig.1. Chromatograms of 4 Sudans mixed standard solution

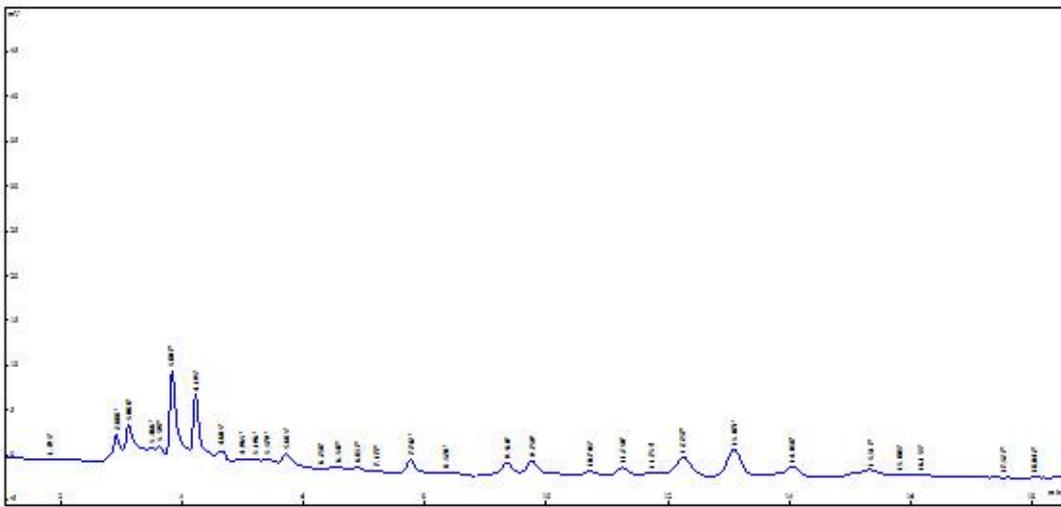


Fig. 2. Chromatograms of a blank chili powder sample

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

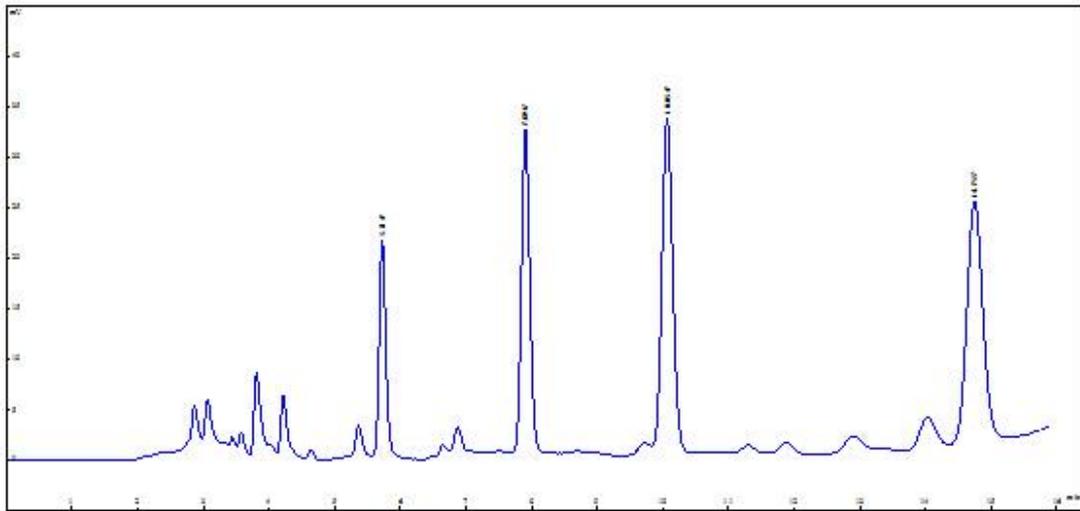


Fig.3. Chromatograms of chili powder spiked with 4 Sudans

#### 4. Reference standards

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2401	苏丹红 1 号	Sudan 1	842-07-9
1ST2402	苏丹红 2 号	Sudan 2	3118-97-6
1ST2403	苏丹红 3 号	Sudan 3	85-86-9
1ST2404	苏丹红 4 号	Sudan 4	85-83-6

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn