

# 咸鸭蛋中苯甲酸、山梨酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

《GB/T 23495-2009 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法》

## 一、样品提取

准确称取样品 10.0 g 于 50 mL 离心管中，加入水 21 mL，准确加入 0.25 mol/L 的亚铁氰化钾溶液 2 mL、1 mol/L 的乙酸锌溶液 2 mL，涡旋混匀，超声提取 10 min，振荡提取 10 min，4500 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL 待净化。

## 二、SPE 柱净化 (Copure® MAX, 60 mg/3 mL)

活化：MAX 固相萃取柱使用前依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。

上样和洗脱：在 MAX 固相萃取柱上加入待净化溶液，依次用 3 mL 2% 氨水溶液，3 mL 甲醇溶液淋洗，弃去淋洗液，抽干小柱；用 5 mL 5% 甲酸甲醇溶液洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程保持流速 1 mL/min）。

重新溶解：洗脱液于 50°C 下氮吹至近干，用甲醇定容至 2 mL，0.22 μm 滤膜过滤，供上机测试。

## 三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：230 nm

流动相：A：乙腈

B：磷酸盐缓冲溶液（分别称取 2.5 g 磷酸二氢钾和磷酸氢二钾，加水溶解定容到 1000 mL）

洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
--	5.0	95.0
7.0	5.0	95.0
10.0	15.0	85.0
12.0	15.0	85.0
14.0	5.0	95.0
20.0	5.0	95.0

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

## 四、实验结果

表 1 10.0 mg/kg 咸鸭蛋基质中苯甲酸、山梨酸的添加回收结果

名称		回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3		
咸鸭蛋蛋白	苯甲酸	88.2	89.5	83.5	87.1	3.6
	山梨酸	84.3	84.3	82.3	82.9	1.4
咸鸭蛋蛋黄	苯甲酸	83.5	79.0	82.2	81.6	2.8
	山梨酸	82.3	77.0	80.8	80.0	3.4

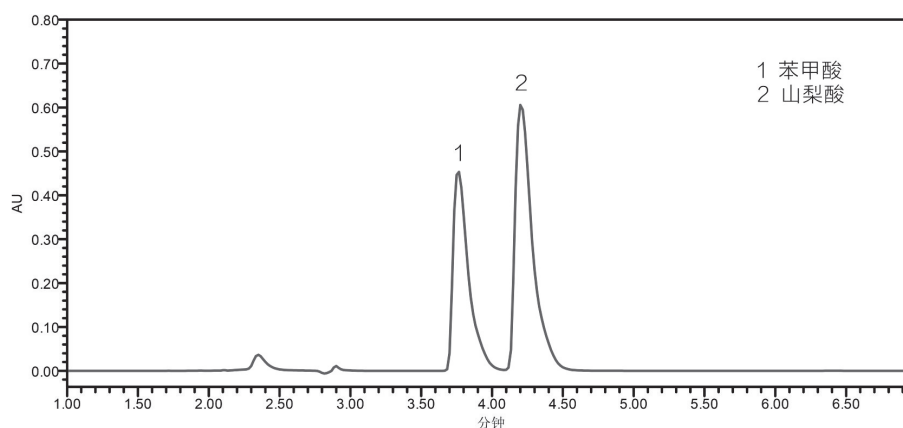


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 咸鸭蛋基质中苯甲酸、山梨酸检测的液相色谱图

## 订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF250-22-NL	尼龙 / φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃虹体	1 个 / 盒