

高效液相色谱法同时测定饮料中的 抗坏血酸、糖精、苯甲酸和山梨酸

杨更生 朱 岩 庄向平

(浙江省测试技术研究所, 杭州)

抗坏血酸、糖精、苯甲酸和山梨酸是饮料中常用的添加剂, 后三种组分的 HPLC 法同时测定已有报道(1)。本文拟定了可同时在七分钟内定量测定以上四种组分的 HPLC 法。该法具有快速、灵敏、准确等优点, 四种组分的回收率均在 90% 以上, 七次重复进样的变异系数均小于 2%。

实 验 部 分

(一) 仪器及试剂 日本岛津 LC-4A 高效液相色谱仪, SPD-2AS 型紫外检测器, C-R2AX 数据处理系统。

抗坏血酸为生化试剂, 糖精为食品纯, 苯甲酸和山梨酸均为分析纯。

(二) 色谱条件 色谱柱: 25cm×4.6mm Zorbax-ODS 柱; 流动相: 甲醇/0.5%KH₂PO₄; (30/70), pH=6.0; 柱温: 40℃; 流速: 1.0ml/min 检测波长: 254nm。标准样品分离色谱图见图 1。

(三) 定量工作曲线和检测下限 用重蒸水配制抗坏血酸、糖精、苯甲酸和山梨酸的混合标准溶液, 浓度分别为 24.6ppm、200ppm、300ppm、10.74ppm, 分别进样 1, 2, 4, ..., 10μl, 测定其峰面积。对进样量 y(μl) 和峰面积 x(μV·s) 进行一元线性回归处理, 得线性方程见表 1。当信噪比为 2:1 时各组分的检测下限见表 1。

表 1 标准曲线和检测下限

| 组 分 | 标 准 曲 线 | 相 关 系 数 | 检 测 下 限 (ng) |
|------|----------------------------------|---------|--------------|
| 抗坏血酸 | $y=5.005 \times 10^{-5}x+0.1700$ | 0.9997 | 5.1 |
| 糖 精 | $y=5.974 \times 10^{-5}x+0.0138$ | 0.9993 | 14.7 |
| 苯甲酸 | $y=4.012 \times 10^{-5}x+0.0103$ | 0.9980 | 15.1 |
| 山梨酸 | $y=2.190 \times 10^{-5}x-0.0368$ | 0.9993 | 0.5 |

(四) 样品测定及结果 饮料样品先用超声波脱气, 再用 0.45μm 的“Millipore”滤膜过滤后进样 10μl, 用外标法计算含量, 结果见表 2。

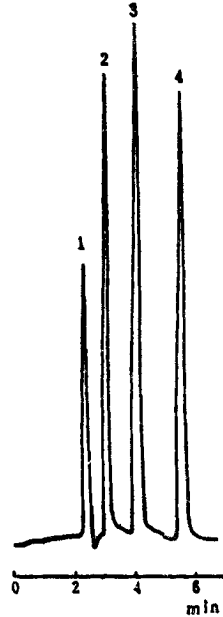


图 1 标样色谱图

1. 抗坏血酸, 2. 糖精, 3. 苯甲酸, 4. 山梨酸。

表 2 饮料样品测定结果 (PPM)

| 饮料名称 | 抗坏血酸 | 糖 精 | 苯甲酸 | 山梨酸 |
|-------|-------|--------|--------|-----|
| 荔枝汽水 | 0.45 | / | 114.15 | / |
| 鲜桔汽水 | 5.20 | 123.20 | 81.50 | / |
| 橙子汽水 | 6.78 | 97.00 | 118.80 | / |
| 柠檬汽水 | 6.93 | 194.28 | 207.42 | / |
| 佳士可乐 | / | / | 638.00 | / |
| 中国可乐 | / | / | 345.20 | / |
| 天天可乐 | / | / | 204.00 | / |
| 刺 利 汁 | 27.24 | 115.13 | 59.32 | / |
| 桔子原汁 | 9.67 | / | 51.64 | / |

参 考 文 献

(1) 赵惠兰、袁国良、董三民, 分析化学, 14(9), 706(1986)。

(收稿日期: 1988年8月5日)

来稿摘登

二维薄层色谱板的研制

董声华 杨兰娜 周良模
(中国科学院大连化学物理研究所)

二维薄层色谱板是在一块板上同时涂布不同吸附性能——正相和反相两种吸附剂的一种高性能的薄板,在极性和非极性溶剂中依次展开。由于它能获得更多的分离信息,可使定量分离的峰的数目大为增加,适合于分离复杂的混合物。二维薄层色谱板的概念是G. Guiochon(1)首先提出的。用二维技术进行复杂物质的分离,国外已有报道(2-5),国内尚未见报道。

制备分离性能良好的二维薄层色谱板的首要问题是要能分别制出正相及反相高效薄层色谱板。另一个问题就是如何把两种不同性能吸附剂很好地衔接在同一块板上

二维板的制备

正反相吸附剂均采用10—40 μm的粗颗粒硅胶。粘合剂为硅溶胶。正反相吸附剂的衔接,采取分步涂布工艺。

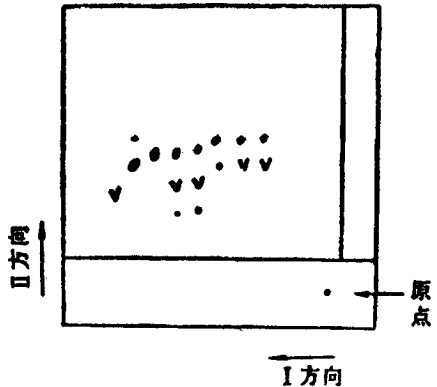
首先在10×10cm的2mm厚的玻璃板上涂布面积为10×8cm的正相吸附剂。将硅胶H与一定浓度的硅溶胶水溶液混合成浆液,强烈搅拌,经10×8cm涂布器涂在玻璃板的一端;待其在空气中干燥后再进行第二步反相吸附剂的涂布。这是将反相硅胶YWG C₁₈H₁₇与一定浓度的硅胶乙醇水溶液混合成浆液,强烈搅拌,经10×2cm涂布器涂布在板的另一端,涂布面积10×2cm,在空气中放置干燥后,110℃活化1小时。制成的二维薄层色谱板为10×10cm正方形薄板,薄层厚度为0.2±0.02mm。

它具有一个铺有十八烷基键合硅胶的2cm狭条,作为一维展开的反相色谱,余下部分铺有硅胶H,作为二维展开的吸附色谱。

结果与讨论

(一)板的反相部分用四种磺胺类药物鉴定,能分离成四个圆点。板的正相部分用CAMAG染料混合物鉴定能分离成六个圆点。在板的反相部分点染料混合物,用己烷:乙酸乙酯9:1展开剂,通过正反相衔接处向正相展开,在正相分离出很好的六个圆点。说明制备的二维板性能良好。

(二)用制备出的二维板分离多维油中的甘油三酸酯,比普通高效薄层板分离出的斑点数多8个。其对比的色谱图见图1和图2。



↑图1 多维油的二维薄层色谱图
I方向,丙酮:乙腈(4:1)
II方向A.氯仿:甲醇:醋酸(98:2:1);
B.己烷:乙醚:醋酸(94:6:0.2)

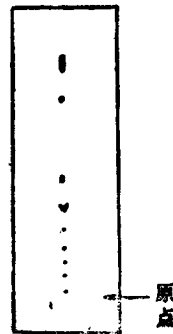


图2 多维油的一维色谱图
展开剂与I方向相同。

Simultaneous Determination of Ascorbic Acid, Saccharine, Benzoic Acid and Sorbic Acid in Beverages by High Performance Liquid Chromatography Yang Gengsheng, Zhu Yan and Zhuang Xiangjing, Testing & Technology Institute of Zhejiang Province, Hangzhou

A quantitative method is proposed for determining the title compounds simultaneously in

beverages by HPLC. These components were separated on a Zorbax ODS column by using methanol/0.5% KH₂PO₄ (30:70) (pH=6) as mobile phase and detected by UV-254. The coefficients of variation of the four components for 7 replicas were all less than 2%. The recoveries of the four components added to the blank beverages ranged from 90% to 100%.