



糕点中脱氢乙酸的分析方法

AF10181

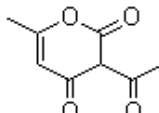
应用及技术服务部

摘要： 本实验重现了 GB5009.121-2016 食品中脱氢乙酸的测定方法，采用固相萃取结合液相色谱（HPLC-UV）建立了糕点中脱氢乙酸的前处理方法。样品经 20 g/L 氢氧化钠水溶液提取，Cleanert S C18 N 固相萃取柱净化，HPLC-UV 检测，Venusil C18 Plus 进行分离，外标法进行定量。结果表明，当糕点基质的脱氢乙酸添加量为 5 mg/kg 时，脱氢乙酸的回收率为 84.9%，能够满足检测要求。

关键词： 脱氢乙酸；Cleanert S C18 N；HPLC-UV；

样品信息

表 1. 脱氢乙酸样品信息

样品名称	英文名	结构式	分子式	分子量	CAS 编号
脱氢乙酸	Dehydroacetic		C ₈ H ₈ O ₄	168.15	520-45-6

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱-紫外检测器。

试剂材料

甲醇为色谱纯；

氢氧化钠水溶液（20 g/L）：称取 20 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 L；

甲酸水溶液（10%）：量取 10 mL 甲酸加水 90 mL 混匀；

硫酸锌溶液（120 g/L）：称取 120 g 硫酸锌溶于水并稀释至 1 L；

脱氢乙酸标准工作溶液（纯度 98%）：20 g/L 氢氧化钠水溶液溶解；

第 1 页 共 4 页

您的建议是我们进步的动力！您的成功是我们热切的期盼！

www.agela.com.cn / service@agela.com.cn / 400-606-8099



70%甲醇水混合液（70+30）：量取 35 mL 甲醇，加入 15 mL 水，混匀。

Cleanert S C18 N：2000 mg/12 mL。

前处理方法

样品提取

称取 5 g 均匀的样品，置于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 水，5 mL 硫酸锌溶液，用 20 g/L 氢氧化钠水溶液调 pH 至 7.5，转移至 50 mL 容量瓶中加水稀释至刻度，摇匀后置于 50 mL 离心管中超声提取 10 min。转移到 50 mL 离心管中，8000 r/min 离心 5 min，上清液转移至分液漏斗中，加入 10 mL 正己烷振摇 1 min，静置分层，弃去正己烷层，再加入 10 mL 正己烷重复上述萃取操作一次。将下层水相置于 50 mL 离心管中，4000 r/min 离心 10 min。移取 20 mL 上清液用 10%甲酸水溶液调 pH 至 5，用水定容至 25 mL 待净化。

样品净化

将 Cleanert S C18 N 小柱依次用 10 mL 甲醇和 20 mL 水活化，再取上述待净化液 5 mL 上样于小柱上，用 10 mL 水淋洗抽干，弃去流出液。再用 4 mL 70% 甲醇水溶液洗脱并吹干小柱，收集流出液 4 mL，涡旋混合，过 0.45 μm 尼龙针式过滤器，待液相检测。

色谱条件

色谱柱：Venusil C18 Plus，5 μm ，120 $\text{\AA}$ ，4.6 $\times$ 250 mm；

流动相：20 mM 乙酸铵水溶液（氨水调节 pH 至 8.5）：甲醇=90：10（v/v）；

进样量：10 μL ；

流 速：1.0 mL/min；

波 长：293 nm。

结果与讨论

实验结果

由表 2 可知，采用固相萃取结合 HPLC-UV 的方法检测糕点中的脱氢乙酸，加标回收率为 84.9%，能够满足检测要求。由图 1～图 3 知，用 Venusil C18 Plus 色谱柱检测脱氢乙酸，峰形良好，保留时间稳定。



表 2. 糕点基质加标回收实验结果(添加水平: 5 mg/kg, n=3)

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	RSD/%
脱氢乙酸	9.198	84.9	4.6

实验谱图

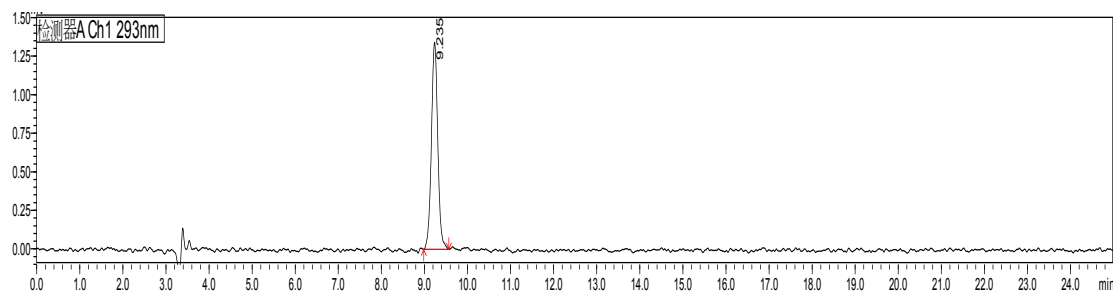


图 1. 1 µg/mL 脱氢乙酸标准溶液色谱图

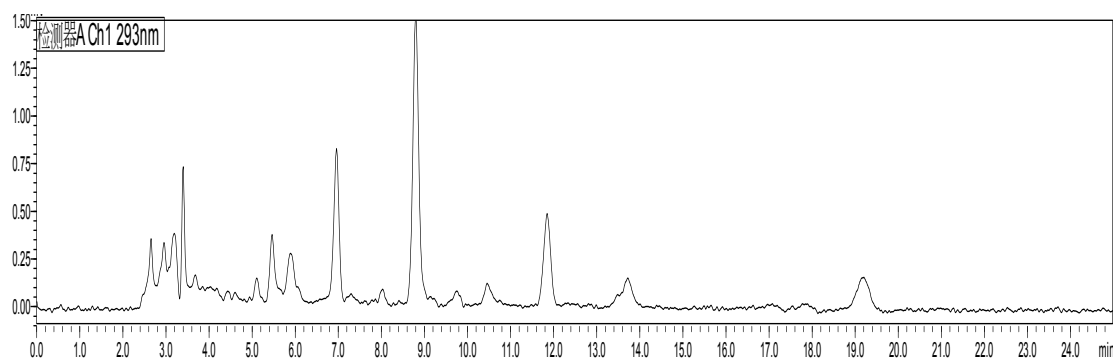


图 2. 糕点基质空白色谱图

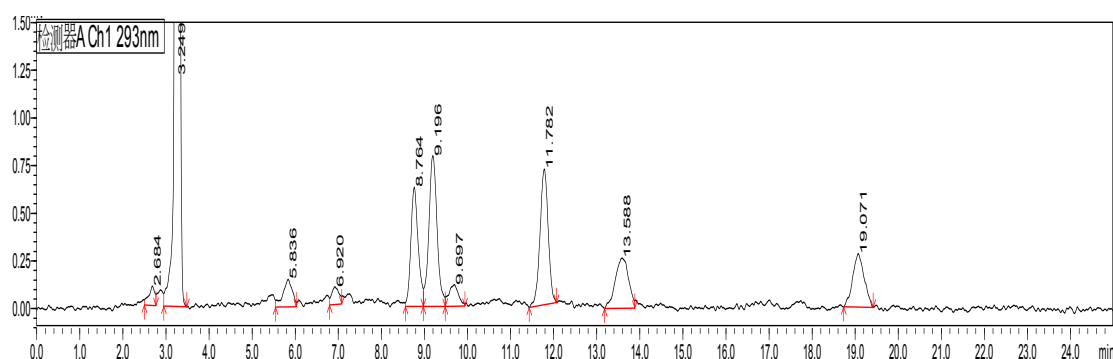


图 3. 5 mg/kg 糕点基质加标色谱图

结论

本实验重现了 GB5009.121-2016 的方法，用 Cleanert S C18 N 结合 HPLC-UV 对加标量为 5 mg/kg 的糕点样品进行了检测。结果表明，使用 Cleanert



S C18 N 固相萃取小柱对糕点基质进行净化，脱氢乙酸的加标回收率为 84.9%且 RSD 小于 10%。说明 Cleanert S C18 N 小柱可以用于糕点中脱氢乙酸的净化且方法稳定。

附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
Cleanert S C18 N	2000 mg/12 mL	20 支/包	S18200012N
Venusil C18 Plus	5 μm , 120 $\text{\AA}$, 4.6×250 mm	1 支	VPS952505-A
Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.45 μm	200 个/包	AS021345
Nylon 微孔滤膜	0.45 μm , 50 mm	100 片/盒	AM025045
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk	1109-0519
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	0915-1819