

食品中丙酸钙、丙酸钠含量测定方法

卫生部食品卫生监督检验所 王竹天 宋凤英 高鹤娟

摘要 本文报道一种简便、快速、灵敏的分析食品中丙酸钙，丙酸钠的气相色谱法。丙酸盐在酸性条件下呈丙酸状态。以水蒸汽蒸馏，使丙酸从食品中分离，于冰浴中直接收集，经GLC-FID分离测定。二种丙酸盐加标回收率在84~96%。本法不使用有机溶剂，不需净化，干扰物少。

关键词：丙酸钙，丙酸钠

丙酸钙，丙酸钠对霉菌，需氧芽胞菌有抑制作用。尤其对面粉制品的防霉有较好的效果。现国内外均将其作为食品防腐剂在食品中使用。国外已有丙酸钙，丙酸钠分析方法的报道，主要以气相色谱为主。样品提取一般以水蒸汽蒸馏或有机溶剂提取^[1-3]。蒸馏法包括碱吸收后经强离子交换树脂使丙酸盐游离成丙酸，再进行色谱测定。^[4-5]该提取步骤较为繁琐。有机溶剂提取法虽然快速，但净化困难，测定中干扰物较多，本文参考Isao Saijo^[6]分析方法建立本方法。它准确度高，精密度好，最低检出限量为0.1g/kg

1 材料和方法

1.1 试剂

1.1.1 磷酸溶剂：吸取10ml磷酸(85%)加水至100ml。

1.1.2 甲酸溶剂：吸取1ml甲酸(99%)加水至50ml。

1.1.3 丙酸标准溶液：储备液(10mg/ml)一准确称取200.0mg丙酸于20ml水中、摇匀，置于冰箱中。使用溶液一用水稀释储备液配成系列溶液。浓度范围为10ug—100ug/ml,供制各标准曲线。试剂均为分析纯、水为蒸馏水

1.2 仪器

1.2.1 气相色谱仪一日本岛津GC-16A附有FID检测器。

1.2.2 水蒸汽蒸馏装置。

1.3 实验步骤

1.3.1 提取：称取事先均匀化的30g样品(精确至0.01g)，置于500ml烧瓶中，加入200ml水，10ml磷酸溶液，2—3滴硅油，进行水蒸汽蒸馏。蒸馏液回收在置于冰浴中的250ml

表 5 同一种去氧胆酸钠不同批号对志贺氏菌抑制能力的比较

820622	870412	880519
1.1	1.2	0.6
1.1	1.1	0.6
1.1	1.1	0.5
1.1	1.0	0.5
1.0	1.0	0.5
1.0	1.0	0.5
1.0	1.0	0.5
1.0	1.0	0.5
1.0	1.0	0.4
1.0	1.0	0.4
1.0	1.0	0.4
\bar{X} 1.04	1.04	0.40

种胆盐不同浓度的作用来看，选择3.5%浓度较合适。比较市售的几种胆盐，牛磺胆酸钠和羊胆盐的抑菌效果不太好，不宜在SS培养基中选用这两种胆盐。

由于各种胆盐以及同一种胆盐不同批号之间的质量变化很大，我们认为在进行微生物检验质量控制以及生产标准化肠道培养基时，胆盐成份是一个特别值得注意的因素。

参 考 文 献

[1] 中华人民共和国国家标准，食品卫生检验方法，微生物学部分。北京：标准出版社。

容量瓶中,收集蒸馏液约250ml时取出,在室温中放置30min,加水至刻度,摇匀后取10ml该溶液置于试管中,加入0.5ml甲酸溶液,混匀,供色谱测定用。

1.3.2 色谱条件: 色谱柱1m×3mm玻璃柱填有80~100目的PorapakQS,柱温180℃,进样口和检测器220℃,氢气50ml/min,空气500ml/min,氮气50ml/min。

1.4 测定和计算

1.4.1 分别取2μl系列标准使用溶液注入色谱仪进行分析,测定其峰面积与含量关系,绘制标准曲线。样品进样2μl测其峰面积与标准曲线比较定量。

1.4.2 计算

$$X = \frac{A}{M} \times \frac{250}{1000} \times \frac{1000}{1000}$$

式中: X—样品中丙酸含量,g/kg
A—测定样品溶液 丙酸含量, μg/ml。
m—样品质量,g。

丙酸钙含量(g/kg) = 丙酸含量(g/kg) × 1.257

丙酸钠含量(g/kg) = 丙酸含量(g/kg) × 1.297

2 结果与讨论

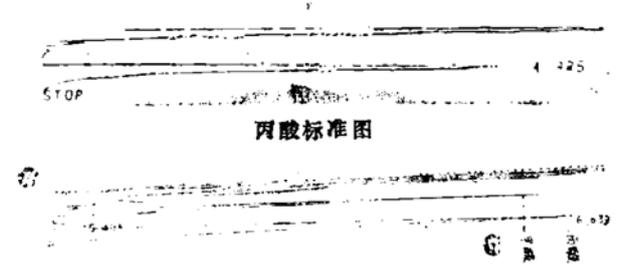
2.1 本方法分离效果较好(见图1),样品中共存物质对丙酸不干扰。分别取0.1μl10mg/ml苯甲酸和山梨酸注入气相色谱中,在丙酸峰范围内未见干扰峰出现。

2.2 加入硅油的目的是消泡,如不起泡,可少加或不加。蒸馏时气泡多时,可多加几滴硅油。

2.3 加入甲酸溶液是为了防止在分离柱中形成非挥发性盐类物质。

2.4. 丙酸为挥发性酸,大部分在前100ml中蒸出。250ml对丙酸已能充分回收,其在不同食品中的回收率见表1,表2。

2.5. 本方法标准曲线稳定,线性良好,其相关系数为r=0.9999,最低检出量为0.1g/kg。



样品标准图

图 1

表 1 丙酸钠加标回收

	本底 (g/kg)	样本数 (n)	加标量 (g/kg)	测得量* (g/kg)	$\bar{X}\%$	SD
酱油	0.0	10	2.5	2.28~2.66	96.08	4.55
	0.0	10	1.25	0.94~1.16	84.06	5.25
醋	0.2	10	2.5	2.14~2.48	92.93	4.5
	0.2	10	1.25	1.05~1.18	90.34	3.21
糕点	0.0	10	2.5	2.20~2.54	93.70	4.75
	0.0	5	1.25	1.01~1.26	93.00	6.2

*减去本底测得量

表 2 丙酸钙加标回收

	本底 (g/kg)	样本数 (n)	加标量 (g/kg)	测得量* (g/kg)	$\bar{X}\%$	SD
酱油	0.0	6	2.5	2.22~2.38	91.26	2.46
	0.0	4	1.25	1.06~1.09	86.63	0.97
	0.0	4	0.5	0.43~0.46	89.18	3.10
面包	0.0	5	2.5	2.18~2.31	90.11	1.91
糕点	0.0	5	1.25	1.08~1.20	88.61	4.29
	0.0	5	1.25	1.07~1.15	88.33	2.75

*减去本底的测得量

参 考 文 献

1. Isshiki K. et al J. Assoc. off. Anal. chem (1981) 64(2) 280~281
2. Takatsuki K and Reichi S J Assoc off Anal chem (1982) 65(4) 817~819
3. Jones F B J Assoc off Anal Chem (1973) 56 1415~1418
4. 马家骥等译《食品添加剂的分析方法》中国标准出版社 155~159
5. Sailo I et al J Assoc off Anal chem (1987) 70(3) 507~509