

高效液相色谱内标法同时测定 苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠的研究

魏宝贵 张宇秋 哈尔滨医科大学公共卫生学院 (150001)
魏亚兴 哈尔滨道外区预防保健中心 (150026)

苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠的测定有高效液相色谱外标法^[1],但在手动进样情况下,因进样体积误差和样品制备误差而引起的误差较大,相对标准差 $\pm 0.6\% - 3.5\%$,方法添加回收率 $90\% - 120\%$ 。为了提高测定的准确度,本文探索用苯乙醇为内标物的HPLC内标法补偿了进样注入体积和样品制备所产生的误差,提高了测定准确度,本法相对标准差 $\pm 0.3\% - 1.0\%$,方法添加回收率 $95\% - 103\%$ 。

1 材料与方法

1.1 仪器

LPLC仪 Waters公司生产;
U6K手动进样器;
M—730数据处理仪;
检测器 岛津公司生产SPD—2A型紫外可变检测器,230nm。

1.2 试剂

苯乙醇内标准液 上海试剂一厂生产,AR,配成1%乙醇溶液。
0.02mol乙酸铵溶液 称取1.26g乙酸铵,加1000ml高纯水溶解后经滤膜(HA 0.45 μ m)过滤。

苯甲酸钠标准贮备液 称取AR苯甲酸钠0.1000g加高纯水溶解定容至100ml。

山梨酸钾标准贮备液 称取AR山梨酸钾0.1000g加高纯水溶解定容至100ml。

糖精钠标准贮备液 称取AR无水糖精钠(120℃烘干4h)0.1000g,加高纯水溶解定容至100ml。

苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠混合标准液 吸取苯甲酸钠、糖精钠标准贮备液各10ml,吸取山梨酸钾标准贮备液5ml,加高纯水定容至100ml,此标准液每毫升含苯甲酸钠、糖精钠各0.1mg,含山梨酸钾0.05mg。

内标准液与苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠混合标准液 取苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠混合标准液10ml,加入苯乙醇内标液1ml,混合备用。

1.3 HPLC条件

色谱柱 μ BONDAPAKC/18柱
流动相 甲醇:0.02mol/L乙酸铵=5:95
流速 0.5ml/min
检测器 UV230nm,0.08ABSORBANCE

1.4 方法

样品处理 取饮料样品10ml,于比色管中微温除去CO₂,加内标液1ml,加高纯水定容11ml,经滤膜(HA 0.45 μ m)超滤,备用。如为果汁类需经离心沉淀分离固形物质,再超滤。如为配制酒类须先加热蒸除乙醇后,再超滤。

HPLC分析 首先在M—730数据处理仪上按内标法设定程序参数,吸取20 μ l内标准与苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠混合标准液注入HPLC仪中,描绘标准色谱图与计

算出 Rf 值,把程序改为测定状态、再吸取含内标液的上述样品处理液 20 μ l 注入 HPLC 仪中,则仪器即按设定的内标法进行 25 分钟后, M—730 自动描绘出样品色谱图和自动计算打印出测定结果。

标准色谱表			
组 分	峰 号	RT	RF
苯乙醇 (内标)	100101	5. 87	0. 353900E—1
苯甲酸钠	100002	10. 75	0. 542200E—4
山梨酸钾	100003	13. 41	0. 610800E—4
糖精钠	100004	20. 25	0. 185800E—3

2 讨论

HPLC 内标准定量法是通过添加已知量

的内标物于样品中的校正技术,籍以补偿进样注入体积误差和样品制备误差,因而提高了样品测定准确度,本实验方法标准差 $\pm$ 0. 3—1. 0%,添加回收率 95—103%。

本法优选苯乙醇为内标物,它不和样品组分发生化学反应,并能测绘出和其他组分明确分开的色谱峰,因而苯乙醇是本法较理想的内标物。

3 参考文献

1 卫生部食品卫生监督检验所,食品卫生检验方法(理化部分)注解:第一版,北京,中国标准出版社 1987:219

液体食品瞬时消毒效果的研究

祝庆荃 王士明 谷云有 预科院流行病学微生物学研究所 (102206)
刘中夫 胡桂兰

瞬时消毒是目前较先进的一种消毒方法, 1942 年 W. B Underwood^{〔1〕}最先用于不经捆扎包装紧急处理被污染的外科器械的蒸汽灭菌。近年来美国有很多手术室的器械用这种方法进行灭菌处理。H. R Kotilainen^{〔2〕}对麻萨诸塞州医院的调查表明,手术室中从内窥镜到较大型的器材都可采用瞬时消毒,美国疾病控制中心环境控制条例中对瞬时消毒也有所提及。用以处理手术器械的重力排气式瞬时消毒器的应用、在我国尚未见报导。目前国内有些大型乳品厂引进日本灭菌器材对鲜奶进行瞬时消毒处理。

本文报导最近由清华大学机械系研制成

功的 DRM—II 型瞬时消毒机对鲜牛奶、果汁及酱油的消毒效果。

1 材料与方法

1.1 材料 DRM—II 型超高温瞬时消毒机由北京第三金属制品厂生产。

消毒对象 鲜牛奶、桔汁及酱油。

试验指示菌株

金黄色葡萄球菌 S. aureus(ATCC 6538)

大肠杆菌 E. Coli (8099)

枯草芽胞杆菌黑色变种 B. Subtilis
Var Niger (ATCC 9372)

1.2 方法

1.2.1 自然菌(非污染菌)消毒试验 鲜