

食品中脱氢乙酸的测定

脱氢乙酸 (DA, Dehydroacetic acid), 别名二乙酰基乙酰乙酸, 是一种低毒高效防腐、防霉剂。在酸、碱条件下均有一定的抗菌作用, 尤其对霉菌的抑制作用最强。我国食品添加剂使用卫生标准 (GB 2760-2011) 规定: 脱氢乙酸可用于腐乳、酱菜、果蔬汁 (浆), 最大使用量为 0.30 g/kg。

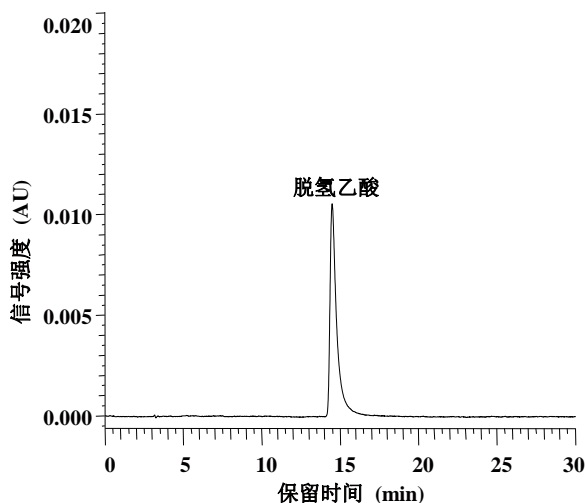
本报告参考 GB/T 23377-2009 高效液相色谱法, 应用 Primaide 系统, 对食品中的脱氢乙酸进行了测定。样品中未检测到脱氢乙酸, 在空白样品中加入脱氢乙酸标准品进行回收率的测定。



Primaide 系统

标准样品测定例

■ 标准样品测定例



脱氢乙酸标准样品的色谱图(浓度: 5.0 mg/L)

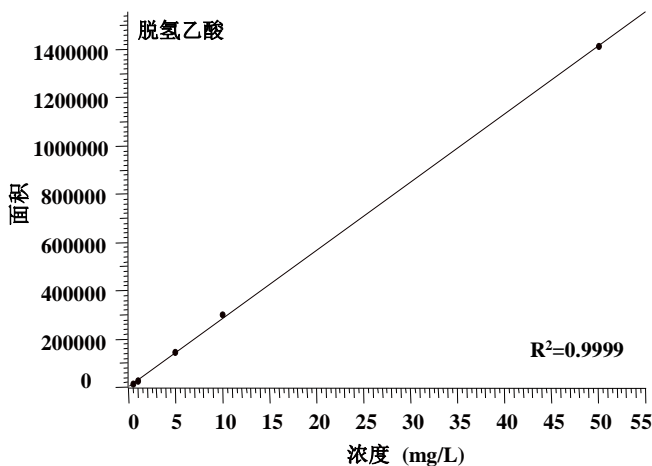
■ 分析条件

色谱柱 : HITACHI LaChrom C18(5 μm)
 4.6 mm I.D. × 250 mm
 流动相 : 甲醇 / 0.02 mol/L 醋酸铵溶液 = 10 / 90
 流速 : 1.0 mL/min
 柱温 : 30°C
 检测波长 : UV: 293 nm
 进样量 : 10 μL

■ 重现性 (5.0 mg/L 标准溶液, n=6)

成分	脱氢乙酸	
	保留时间	峰面积
NO. 1	14.480	150647
NO. 2	14.480	150694
NO. 3	14.487	150547
NO. 4	14.493	151663
NO. 5	14.493	150351
NO. 6	14.507	151652
AV.	14.490	150926
RSD%	0.07%	0.38%

■ 线性



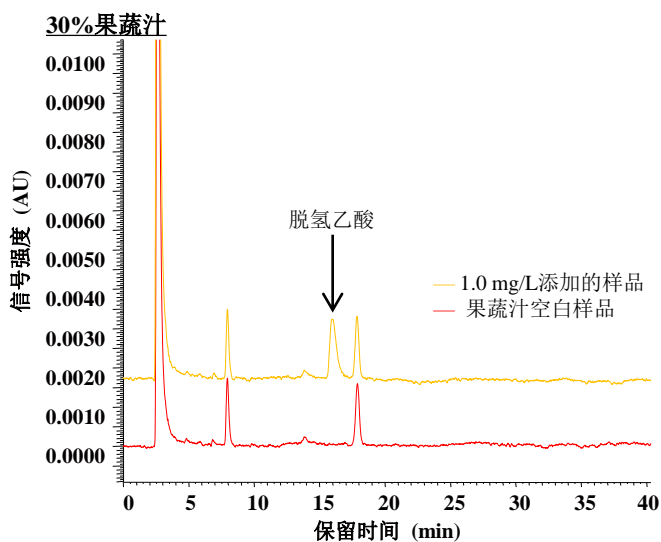
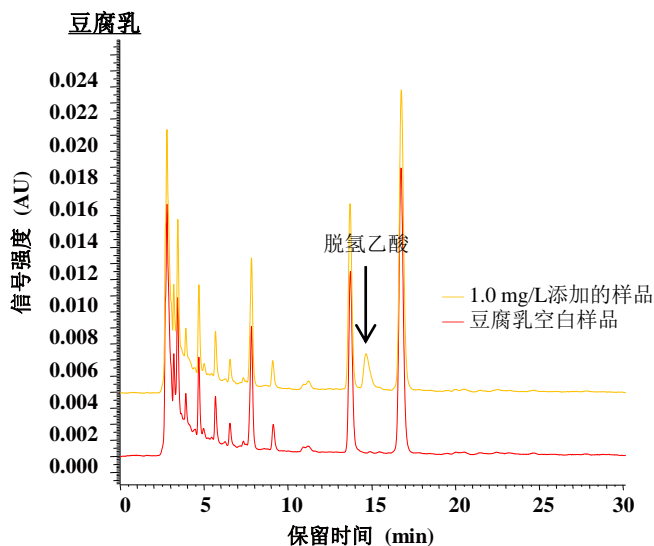
对脱氢乙酸标准溶液进行了连续进样测定, 得到了良好的重现性。

脱氢乙酸在 0.5 ~ 50.00 mg/L 标准溶液的浓度范围内得到了 R² = 0.9999 良好的线性关系。



样品测定例

■ 样品的测定例



空白样品与添加样品的色谱重叠图

■ 测定结果

样品	成分	添加标准的样品			
		添加的标液浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	添加的量 (μg)	添加标准的样品含量 (μg)	回收率(%)
豆腐乳	脱氢乙酸	1.0	25	21.6	86.4%
30%果蔬汁	脱氢乙酸	1.0	20	16.1	80.5%
		5.0	100	113.8	113.8%

样品中未检测到脱氢乙酸成分，在空白样品中加入脱氢乙酸标准样品，然后进行回收率的测定，计算的回收率结果如上表格所示。

样品前处理方法

果蔬汁



提取：称取样品5.00 g置于50 mL离心管中，用水定容至刻度。超声提取20 min，10000 r/min离心10 min，收集上清液。



净化：混合型阴离子交换固相萃取柱(MAX)依次用5 mL 甲醇、10 mL水活化。取5 mL上清液过柱，用5 mL 5%的氨水淋洗，5 mL 甲醇净化，最后用2 mL 2%甲酸-甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，过0.45 μm 滤膜，待进样分析。

发酵豆制品



提取：称取均匀样品2.00 g置于25 mL容量瓶中，加入10 mL水，5 mL 120 g/L硫酸锌溶液，用20 g/L氢氧化钠溶液调pH值至7~8，加水定容至刻度，超声提取10 min。置于离心管中，4000 r/min离心10 min。取上清液过0.45 μm 滤膜，待进样分析。

仪器配置：Primaide 1110 泵，1210 自动进样器，1310 柱温箱，1410 紫外检测器。

注意：本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。本仪器只是研究用仪器，而不是诊断、治疗或预防人或动物疾病的医疗仪器。