



案例分享：

糖精钠“假超标”问题解决方案

广州太玮生物科技有限公司
市场·技术部

Marketing@techway-gz.com

020-62807236/62807938

(2013年5月)

色谱柱
标准品
前处理

关键实验耗材一站式服务商

引

最近，有许多客户向我们反馈，按照《GB/T 23495-2009 食品中苯甲酸山梨酸糖精钠的测定》方法检测样品时，经常发现糖精钠超标，但样品中糖精钠峰形与对照品相比，显得更“胖”，有些异常。采用DAD紫外光谱扫描后，也确实发现光谱图不完全相同！提示样品中糖精钠峰包含其他干扰成分未能分离，寻求我们帮助。

另外，也有客户向我们反馈，同样按照《GB/T 23495-2009 食品中苯甲酸山梨酸糖精钠的测定》方法，他们发现苯甲酸盐峰前面也出现干扰峰，且无法完全分离。

法规依据：

按：《**GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测**》第**6.6.1.6**条要求：当检出农兽药残留、添加剂含量超出控制限量时，适时采用质谱、光谱、双柱定性等方法进行确证或复测。

一旦遇到可疑样品，质谱肯定是首选的解决方案！但对于一些暂时没有**LC/MS/MS**的实验室，光谱只能证明检测结果确实有问题，但却没有办法准确对样品进行检测，尤其是一些“超标”的问题样品。

调查发现：

我们没有能力把所有干扰苯甲酸盐和糖精钠的物质都找出来，尤其是在复杂的食品基质中！

但我们从常用的食品添加剂中，发现脱氢乙酸可能会干扰糖精钠，安赛蜜可能会干扰苯甲酸盐。不过这与选用色谱柱有关，不是所有的C18都会受干扰。

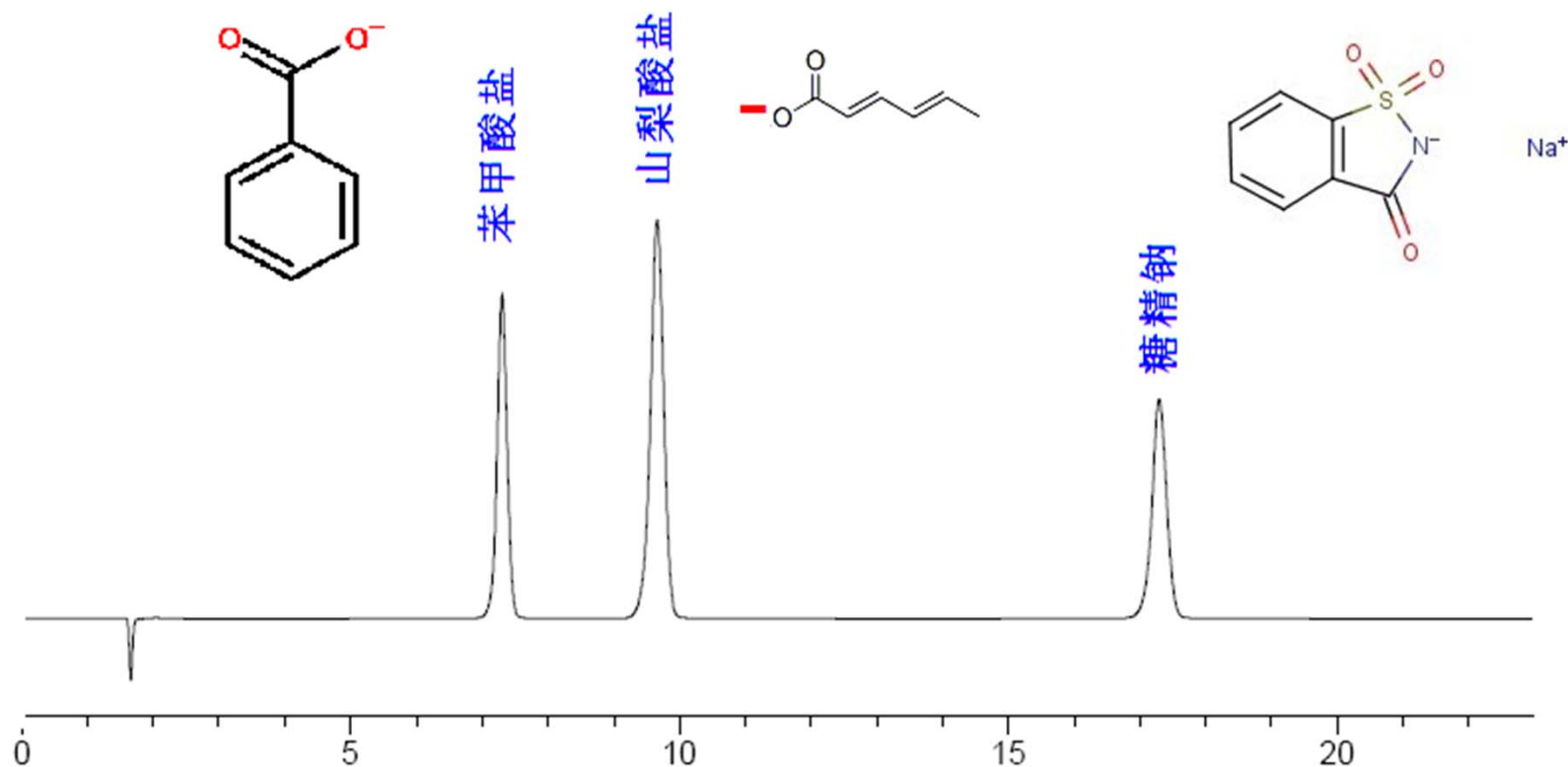
我们姑且以安赛蜜和脱氢乙酸为干扰物代表，探寻合理的解决方案。

正常图谱:

食品中苯甲酸山梨酸糖精钠的测定 (GB/T 23495-2009)

流动相: 甲醇: 1.54g/L乙酸铵 (5:95)

色谱柱: JADE-PAK ODS 5um 150×4.6mm (货号: 0336-1546)

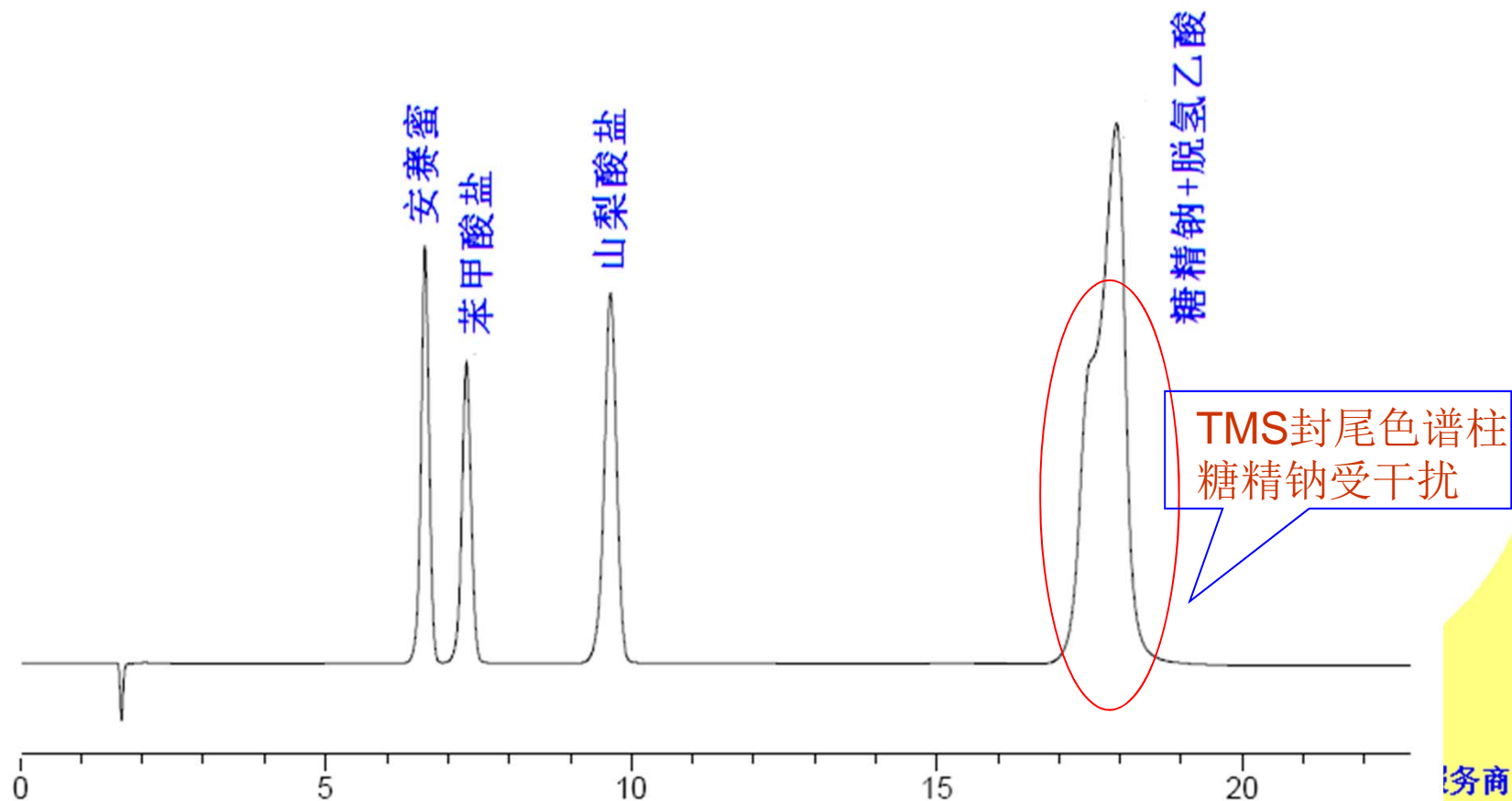


添加安赛蜜和脱氢乙酸后图谱1:

食品中苯甲酸山梨酸糖精钠的测定 (GB/T 23495-2009)

流动相: 甲醇: 1.54g/L乙酸铵= (5:95)

色谱柱: JADE-PAK ODS 5um 150×4.6mm(货号: 0336-1546)

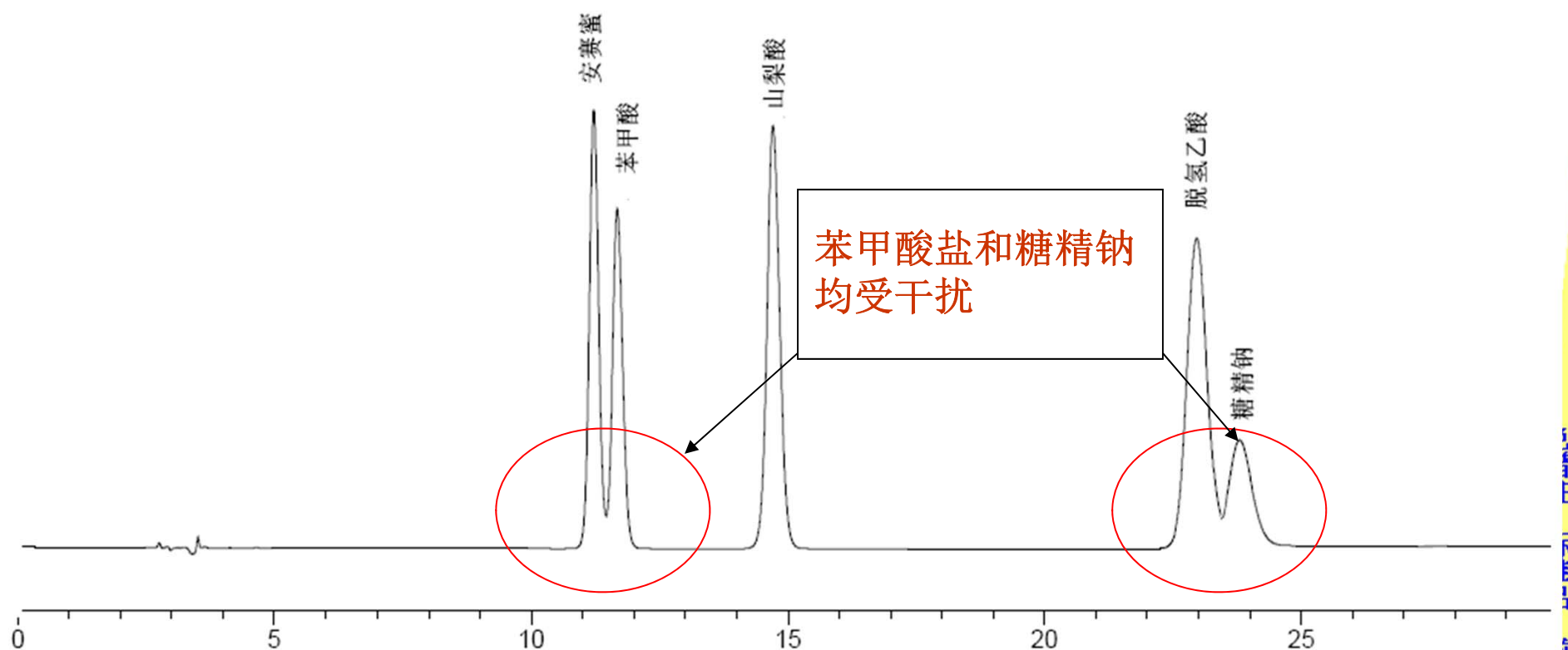


添加安赛蜜和脱氢乙酸后图谱2:

食品中苯甲酸山梨酸糖精钠的测定 (GB/T 23495-2009)

流动相: 甲醇: 1.54g/L乙酸铵= (5:95)

色谱柱: 著名品牌某C18色谱柱 5u 250×4.6mm

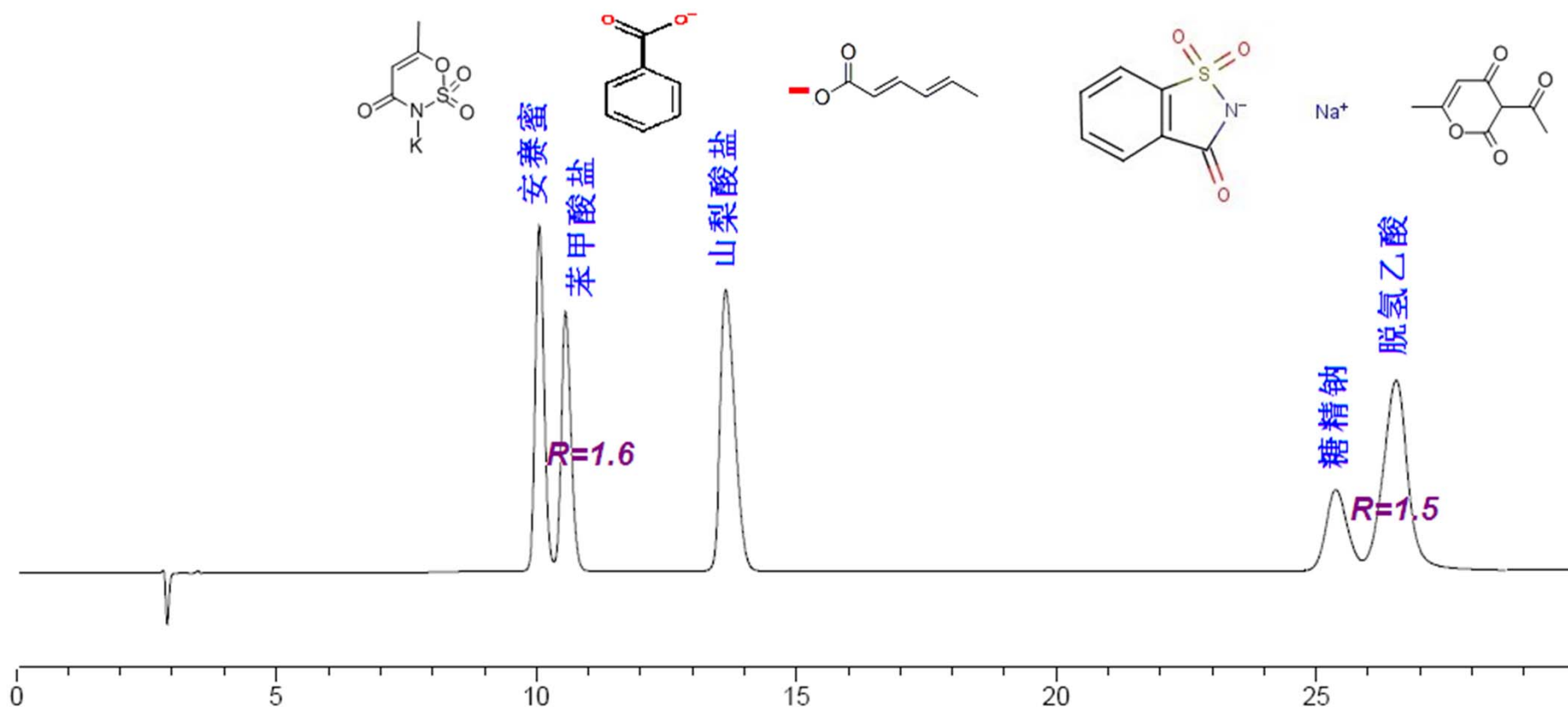


解决方案1: 选用极性封尾ODS-AQ色谱柱

食品中苯甲酸山梨酸糖精钠的测定 (GB/T 23495-2009)

流动相: 甲醇: 1.54g/L乙酸铵 (5:95)

色谱柱: JADE-PAK ODS-AQ 5um 250×4.6mm (货号: 0337-2546)

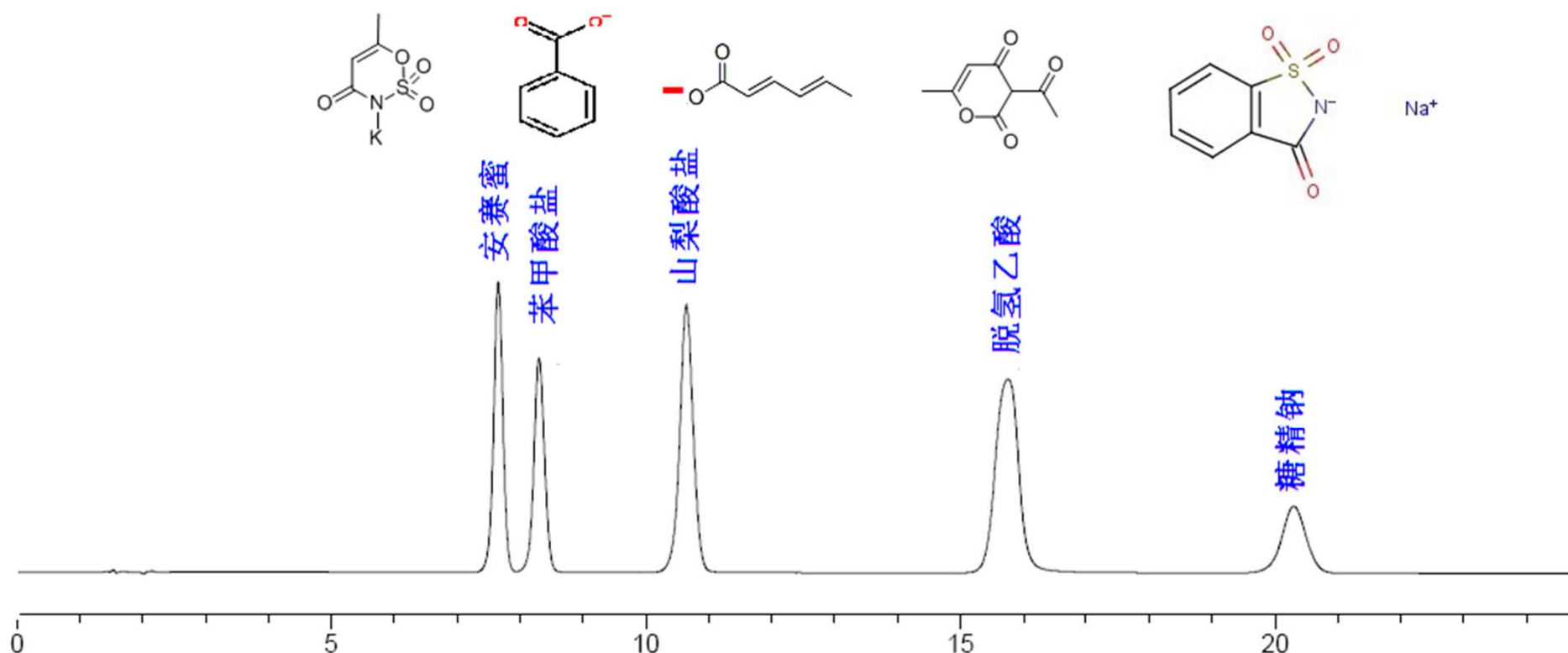


解决方案2: 调整流动相:

参照 **《GB 21073-2010乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定》** 方法

流动相: 甲醇: 磷酸盐缓冲液 (pH6.7) (5:95)

色谱柱: JADE-PAK ODS 5um 150×4.6mm(货号: 0336-1546)



讨论：

- 1、方案1是依据《GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测》“双柱定性”要求而设计。采用“双柱”法时务必要选用两支选择性不同的色谱柱进行试验，如果采用相同类型（即便是不同品牌）的色谱柱，就失去“双柱定性”的意义。目前市面上的C18色谱柱主要分为两类：TMS封尾C18和极性基团封尾C18色谱柱。
- 2、方案2是参照《GB 21073-2010乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定》，把流动相中甲醇比例降至5%，改善安赛蜜和苯甲酸盐的分离。
- 3、按照《GB/T 23377-2009 食品中脱氢乙酸的测定 高效液相色谱法》，流动相是甲醇-20mM乙酸铵（10:90），如果样品中同时含有糖精钠，同样会有受干扰的情况，也可参照解决方案1和2。

讨论：

- 4、由于食品基质的复杂性，潜在的干扰物千差万别，我们的两个方案未必能解决所有样品的干扰问题。我们只是分享了两个解决方案，并依此展示我们解决问题的思路：当发现标准品峰正常，但样品出峰异常的时候，应当考虑样品中可能含有干扰成分。首先，我们会尝试使用选择性不相同的色谱柱按照原来色谱条件进行试验，看是否可以分出额外的峰；如果依然无法解决，我们会尝试调整流动相，当然，如果能找到相关的国家标准、行业标准等法规性方法，且流动相有所不同，优先采用，以使结果可以“溯源”到法规标准。

相关内容回顾：

色素、防腐剂、甜味剂同时检测方案

供货信息

序号	货号	描述	报价	优惠价
1	0336-1546	JADE-PAK OSD 5u 150×4.6mm (TMS封尾 17%碳载量)	¥3100.00	¥2100
2	0337-2546	JADE-PAK ODS-AQ 5u 250×4.6mm (极性封尾C18, 15%碳载量)	¥3200.00	¥2200

注：更多规格色谱柱可选；
同时购买**2支JADE-PAK**色谱柱，额外优惠来电咨询。

零风险尝试：

如**JADE-PAK**系列色谱柱未能获得与您正在使用色谱柱至少相当的效果，**15天内**提供对比数据，即可退货！



广州太玮生物科技有限公司
服务宗旨：

专业、高效、诚信、
责任、品质、价值、服务、
急客户所需、一站式优质服务

感谢您的支持与信赖！

技术信息反馈和咨询：technical@techway-gz.com



新开展业务介绍：

自2012年9月开始，我公司可以承接药学领域和分析检测领域的资料翻译业务，包括：

国外标准和检测方法翻译

新药申报资料翻译

国外药品专利翻译

药化、药剂、药分、药理等学科相关资料翻译

可翻译的语种：英语、日语、韩语

收费标准和工期请来邮来电咨询