



使用天美赛里安 8300GC-8700SQ 测定饮料中低浓度苯

前言

饮料中含有的苯甲酸钠或苯甲酸钾与抗坏血酸结合时有可能生成苯。国际饮料协会理事会和美国食品和药物管理局通常用顶空气相色谱法检测饮料中的苯。本研究使用 SCION HT3 自动顶空进样器串联 GC/MS 来分析饮料中苯的含量，系统将采用全扫描(Scan)/离子(SIM)模式进行苯和其他挥发性化合物的检测。实验结果在 0.05 ~ 20 ppb 之间具有良好的线性关系，最低可检测样品中苯的含量为 0.05 ppb，比欧洲苯饮用水要求 1ppb 低 20 倍。

实验条件

1、**实验仪器：**左侧为 Scion HT3 自动顶空进样器，右侧为 8300GC-8700SQ，详见图 1。

图 1 HT3 及 8300GC-8700SQ



2、实验标准试剂

按照 FDA 的方法，在水中制备了 0.5 ppm 的标准物质苯和 4.2 ppb 的内标物甲醇中苯-d6。从 0.050 ppb 到 20 ppb 的标准曲线是通过将 0.5 ppm 的标准品加入一个 22 mL 的包含 10g 试剂水和内标物顶空瓶中。所有顶空中添加了 10 μ L 的苯-d6 标准品，而不是按照 FDA 方法添加 25 μ L 的苯-d6 标准品。

3、实验样品

选择了可能含有苯甲酸盐的市售饮料样品。其中包括:四种碳酸饮料，两种能量/维生素饮料和两种不含酒精的鸡尾酒。取每个样品 10 g 加入 22 mL 顶空瓶中，同时加入 10 μ L 的内标溶液。

4、实验仪器参数

仪器参数详见表 1。

表 1 仪器条件参数

进样口	分流比：30 ： 1 ， 200℃
色谱柱	Rtx-502.2
程序升温	60℃（2min） ， 8℃到 150℃，
	20℃/min 到 260℃（5min）
载气	氦气
流速	1.0ml/min
自动进样器	8400PRO
软件	Compass CDS/MSWS/HT3 Telink
MS 传输线温度	220℃
离子源温度	230℃
离子源类型	EI
扫描开始	1.75
扫描模式	全扫/离子扫
HT3	静态顶空
阀箱温度	120℃
传输线温度	120℃
样品温度	70℃

5、实验标准曲线与数据

采用表 1 所示的 HT3 和 GC/MS 参数对标准品和样品进行分析。图 2 为空白水中苯 78 m/z 定量质量与 0.050 ppb 标准品的 SIM 色谱图对比，均为苯-d6 内标。采用较低浓度的苯-d6 内标来减少苯质量 78 m/z 的干扰。图 3 是 NIST 2.0 库中苯与苯-d6 参考谱图的对比。表 2 及表 3 是标准线性及各样本测定的结果数据。

图 2 空白水中苯与标准品的对比谱图

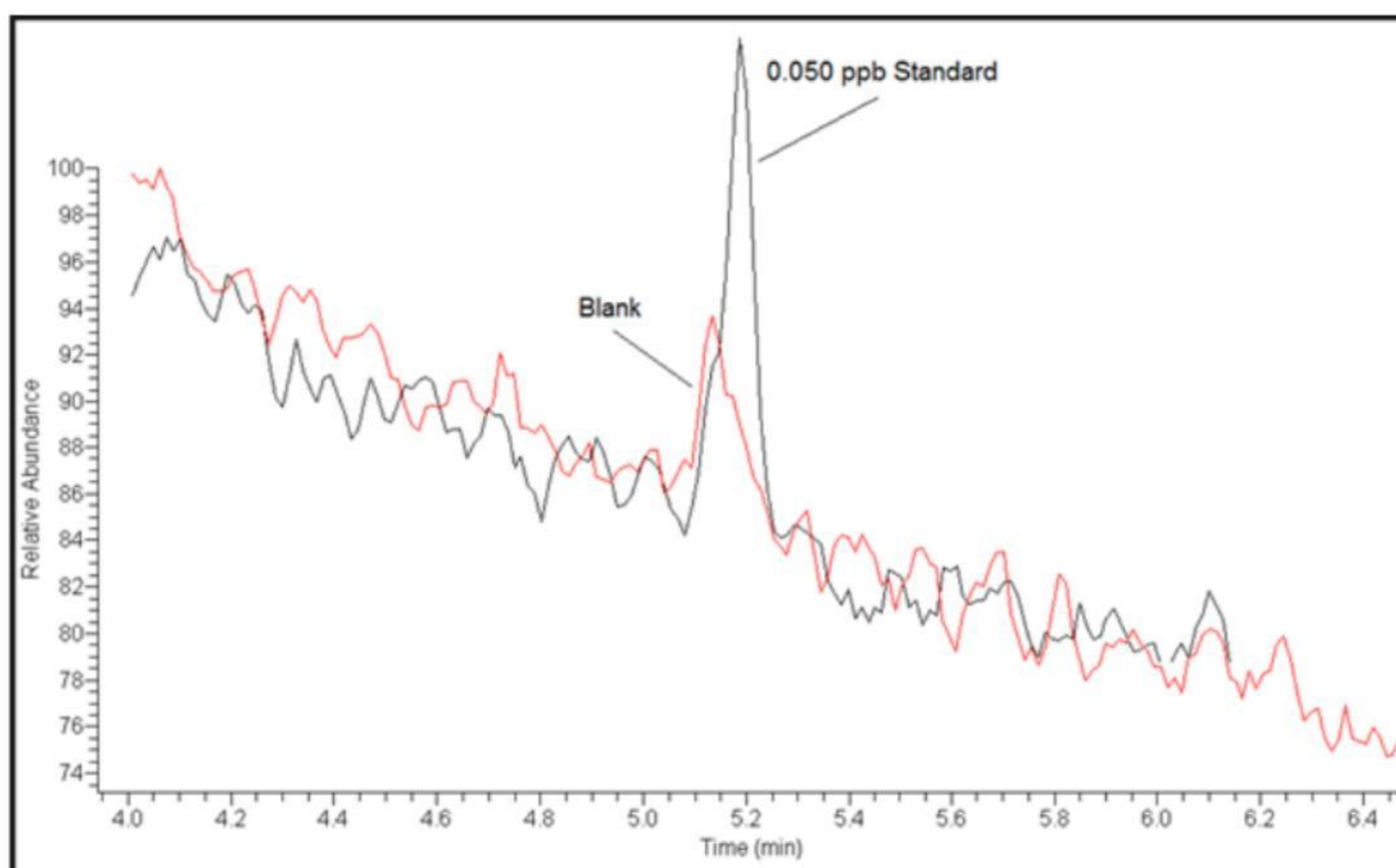


图 3 苯与苯-d6 对比图

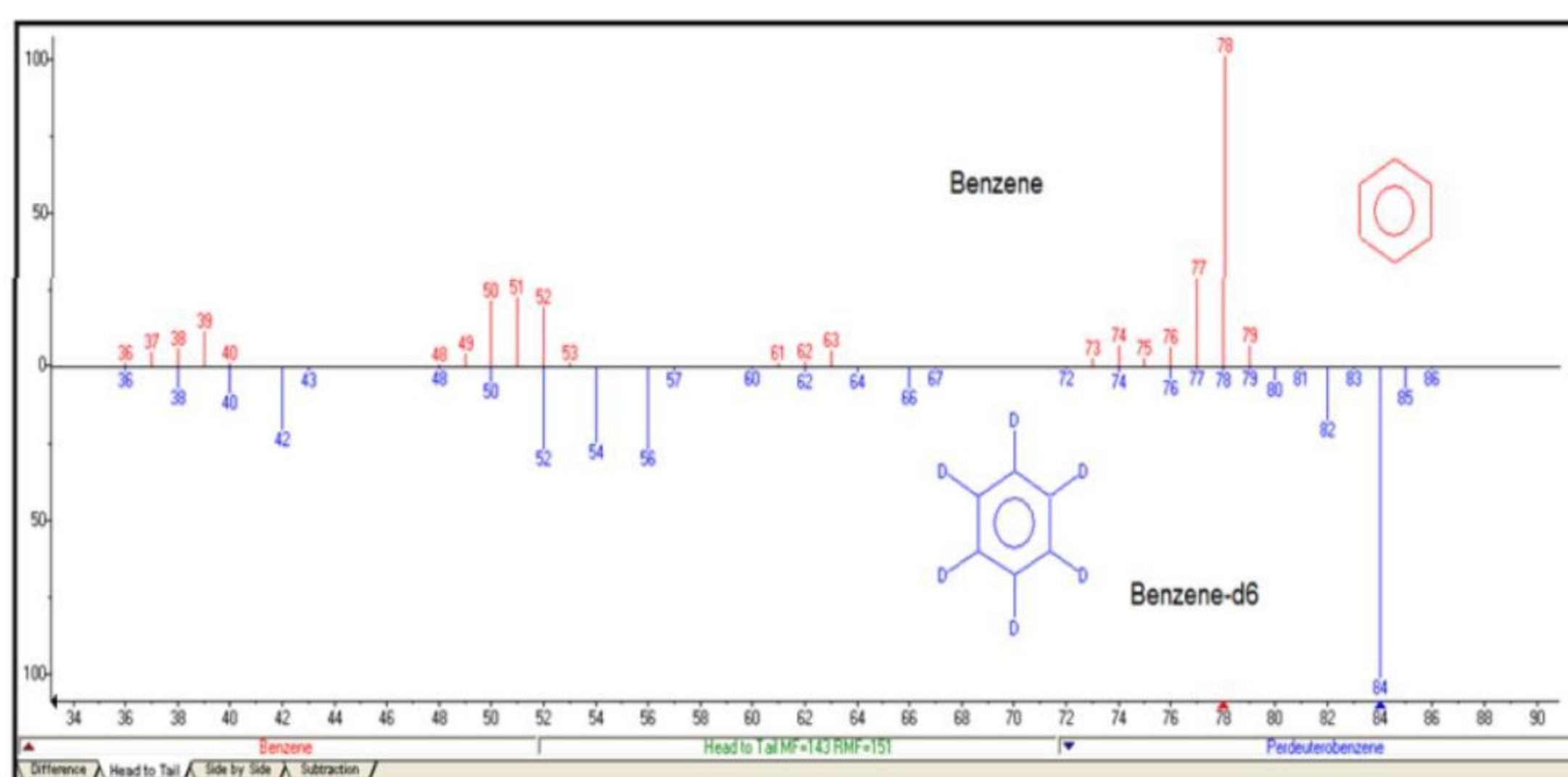


表 2 苯的计算数据

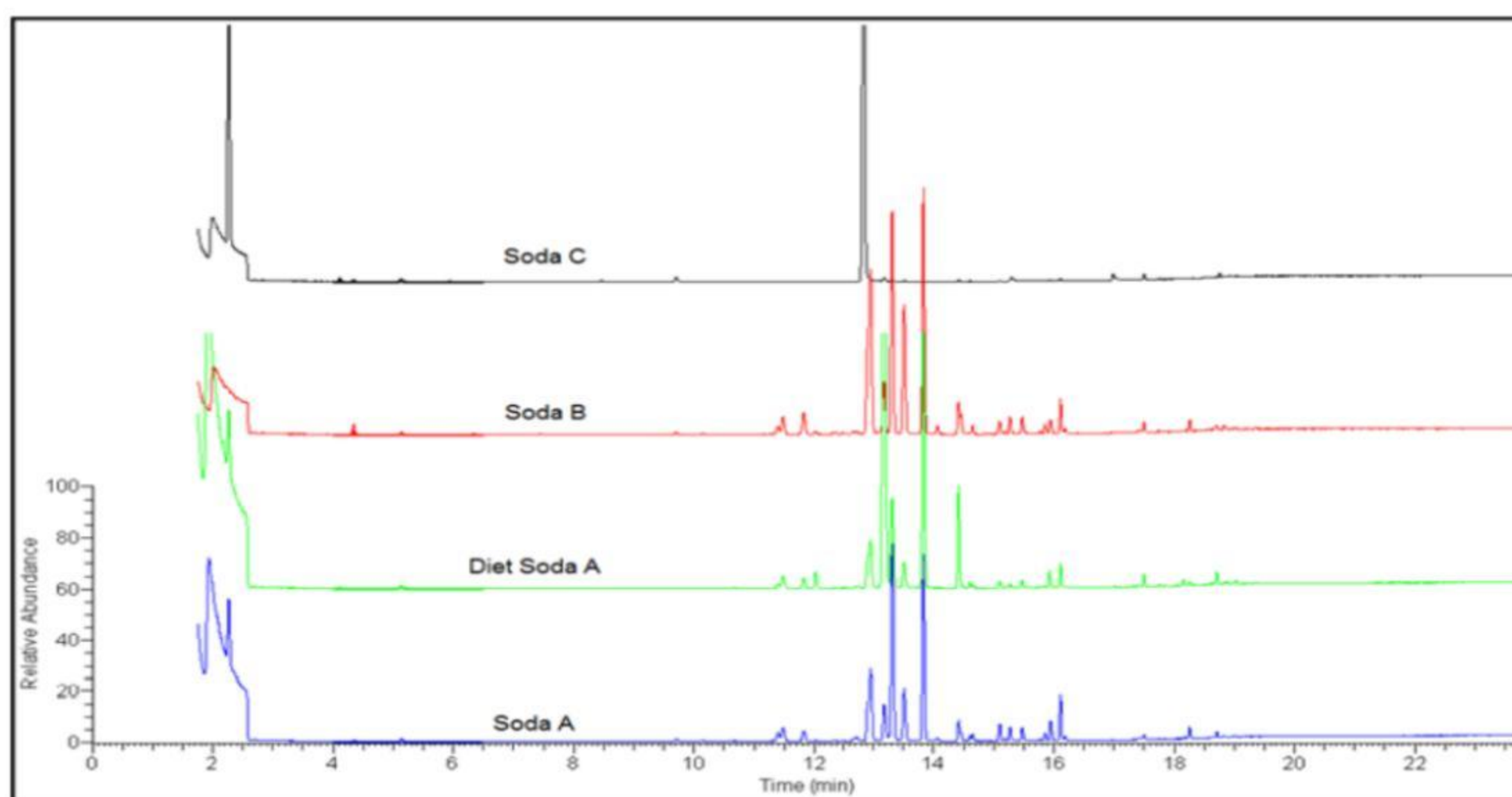
组分	Rf %RSD 0.05ppb到20ppb	线性
苯	8.7	0.9987

表 3 样本饮料的苯浓度测定结果

饮料	潜在的苯化合物	苯 (ppb)
苏打水A	无	无
饮用苏打水A	苯甲酸钾	0.2
苏打水B	无	无
苏打水C	苯甲酸钠	0.177
维生素能量饮料	苯甲酸钠	0.321
能量饮料	苯甲酸	0.065
酸甜混合饮料	苯甲酸钠	0.321
玛格丽塔混合饮料	苯甲酸钠	0.782

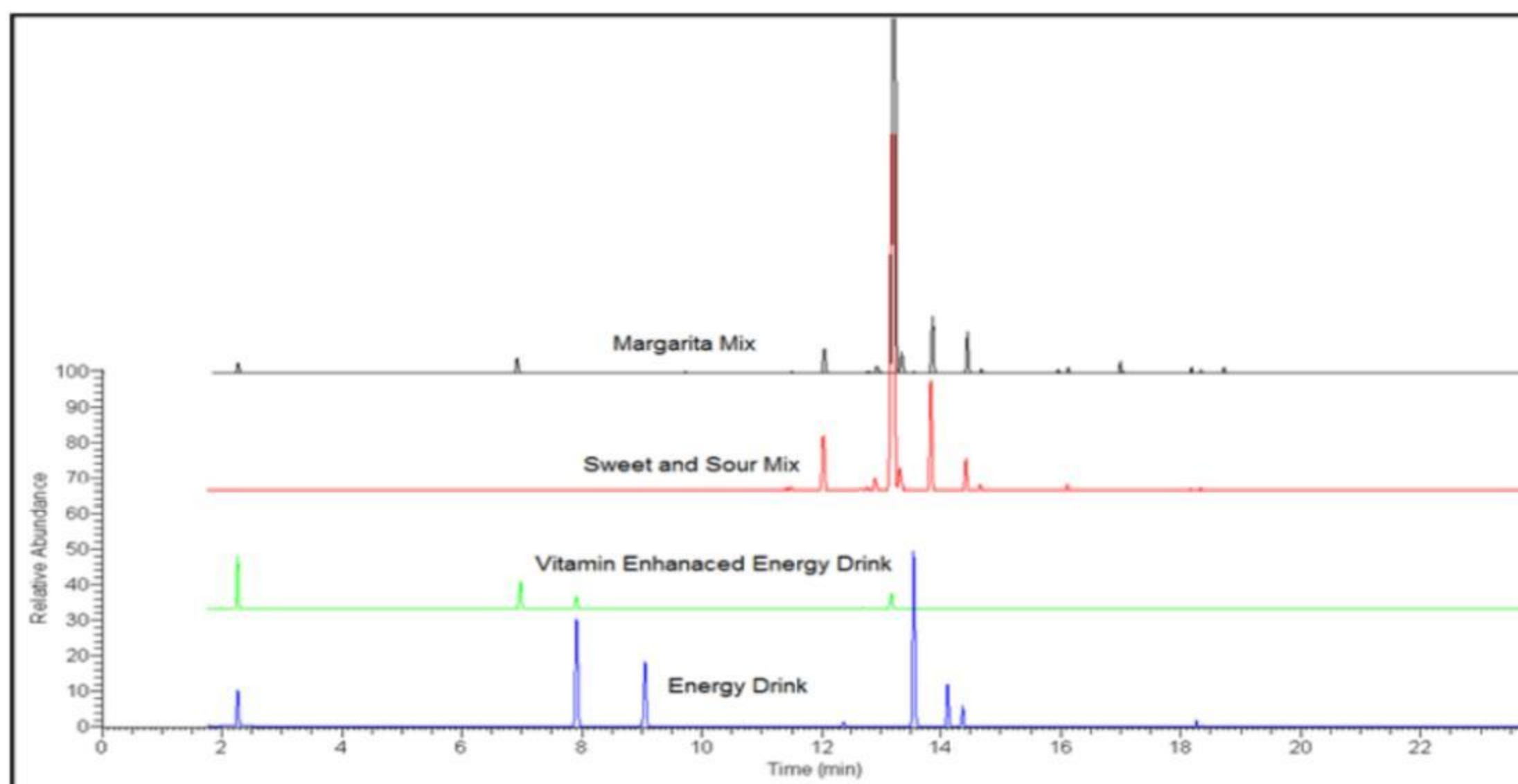
定性与定量信息：由于静态顶空分析是在 SIM/Scan 模式下用 GC/MS 进行的，因此获得了对 QC 实验室有用的附加定性和定量信息。图 3 和图 4 显示了总离子色谱图与观察到的色谱峰的比较。

图 4



两种能量饮料和两种混合鸡尾酒总离子色谱覆盖对比图，详见图 5。

图 5



结论

在 0.050 ~ 20 ppb 范围内的校准曲线数据非常好。该仪器在 0.05 ppb 水平下检测苯的水平的能力大大超过了目前饮用水苯检测水平的要求(欧洲为 1 ppb，美国为 5 ppb)。所有八种饮料样品的苯含量均小于 1 ppb。该能量饮料样品被发现含有 0.065 ppb 苯，这表明 HT3 提供定量数据的能力远低于当前方法的 0.5 ppb 检测极限。此外，在这种静态顶空方法中观察到的额外挥发性化合物的检测，可以极大地帮助饮料实验室提高质量水平。



400-810-7898
www.techcomp.cn
www.techcomp.com.hk



天美集团官方网站



天美色谱微信