

反相离子对高效液相色谱法 快速分离和定量测定食品中的甜蜜素*

李智红 尹艳春¹

(广西轻工产品质量监督检验站 南宁 530031) ¹(广西药科学校 南宁 530023)

提 要 采用反相离子对高效液相色谱法快速分离和测定食品中的甜蜜素。在 ODS 柱上,以 V(甲醇):V(水,含离子对试剂)=30:70 的溶液为流动相进行分离,分别考察了流动相中离子对试剂和甲醇浓度对甜蜜素保留行为的影响。检测波长为 205 nm,采用外标法定量,测得甜蜜素在 0.5~2.5 g/L 范围内具有良好的线性关系;回收率在 96.9%~101.7% 之间;检测限为 0.05 g/L。

关键词 反相离子对高效液相色谱法,甜蜜素,食品

分类号 O658/TS2

1 前言

甜蜜素的化学名称为环己基氨基磺酸钠,分子式为 $C_6H_{12}NNaO_3S$,是国家正式批准使用的食品添加剂。GB2760-1996 对其使用范围及最大使用量均有规定。目前,在国家专业标准 ZBX74003-88 中,对甜蜜素的测定采用的是分光光度法^[1],此外,还有气相色谱法、薄层色谱法及滴定法等。这些方法在实际操作中较为繁琐费时,需特殊处理,给使用和监督管理带来不便。本文采用硫酸盐作离子对试剂,以甲醇作有机洗脱剂,在合适的离子对试剂浓度和离子强度下,以等度洗脱方式准确迅速地分离测定食品中的甜蜜素含量,样品不需要经特殊处理。方法简便易行,非常适合于日常监督检测。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

Beckman 334 型高效液相色谱仪,附 163 型可变波长紫外检测器和 427 型记录积分仪。Beckman UltrasphereTM-ODS 柱(5 μ m,4.6mm i. d. \times 25 cm)。

甜蜜素由国家标准物质研究中心出品;甲醇为优级纯,水为重蒸水;其它试剂为光谱纯或分析纯。流动相及样品上柱前均经 0.45 μ m 滤膜过滤。

2.2 色谱条件

流动相为 V(甲醇):V(含 3 g/L 硫酸盐的水溶液)=30:70(pH 6~7),流速 1 mL/min。柱温为室温,检测波长 205 nm,进样量 20 μ L,纸速 0.5 mm/min。

2.3 定性鉴定

用保留时间对照法和标准追加法确定甜蜜素峰

在色谱图中的位置。图 1-a,b,c 为在上述色谱条件下甜蜜素标准对照品、“九制陈皮”样品及在“九制陈皮”样品中加入甜蜜素标准对照品后的色谱图。

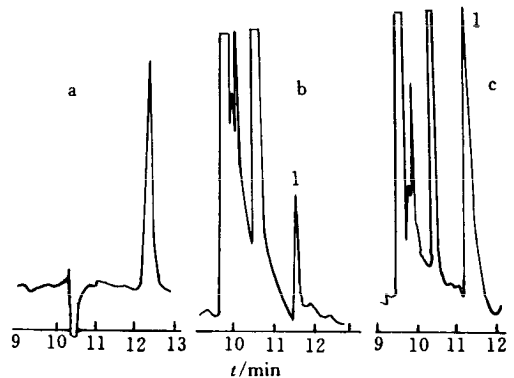


图 1 甜蜜素色谱图

Fig. 1 Chromatograms of sodium cyclamate

a. 标准品(standard), b. 实际样品(sample), c. 样品中加入标准品后(the sample added with standard solution)。

1. 甜蜜素(sodium cyclamate)。

2.4 样品处理

在测定食品中甜蜜素的含量时,对液体样品只需过滤及除气;对固体样品需用水浸泡提取后,再过滤、除气,便可进样。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的优化

3.1.1 硫酸盐质量浓度的影响

在反相离子对色谱中,选择合适的配对离子试剂及其质量浓度对于分离的选择性有着重要的影

* 本论文获广西质量检验协会 1998 年度优秀论文二等奖
本文收稿日期:1998-03-04,修回日期:1998-07-06

响。采用反相色谱,用 ODS 键合固定相,以不同配比的水和甲醇作流动相,甜蜜素在柱上保留时间很短,接近于死时间,难以进行分离;加入离子对试剂后,甜蜜素得到有效分离。保留时间由离子对的结合强度和离子对试剂的浓度决定。当离子对试剂确定后,容量因子随着离子对试剂的浓度增大而增加。我们考察了流动相为甲醇和含硫酸盐离子对试剂的水溶液时甜蜜素的保留时间随离子对试剂质量浓度变化的情况(见图 2),实验表明随着硫酸盐质量浓度的增大其保留时间增加,符合反相离子对色谱的容量因子与配对离子的浓度成正比的关系。综合考虑,选择硫酸盐的质量浓度为 3 g/L 较为合适。

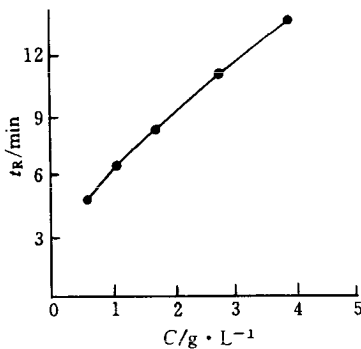


图 2 硫酸盐质量浓度与甜蜜素保留时间的关系

Fig. 2 Dependence of the retention time of sodium cyclamate on the sulfate concentration

3.1.2 甲醇含量的影响

实验表明,甜蜜素的保留时间随甲醇含量的增加而呈线性降低,这是典型的反相色谱反应。固定相

的疏水表面被逐渐增多的甲醇分子覆盖,溶剂化层增厚,而流动相的极性下降,与样品的作用力减小,从而使样品的保留时间减少。

3.2 工作曲线的绘制

精确称取环己氨基磺酸钠盐,用重蒸水溶解,定容,配制系列标准使用液 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 g/L,按上述色谱条件测定峰面积,重复进样 3 次。以环己氨基磺酸钠的平均峰面积 (X) 对其质量浓度 (Y) 作直线回归分析,回归方程为 $Y = 0.06355 + 5.9093 \times 10^{-6}X$, $r = 0.9996$ 。

3.3 精密度实验

将环己氨基磺酸钠标准液按标准曲线的测定条件测定 6 次。实验结果得 $SD = 0.020$; $RSD = 3.8\%$ ($n = 6$)。甜蜜素的最低检出限为 0.05 g/L。

3.4 标准加入回收实验

取市售饮料作 7 份样品,用其中的 1 份作对照,3 份按每毫升样品加入 0.50 mg 甜蜜素,另 3 份按每毫升样品加入 2.50 mg 甜蜜素,作平行标准加入回收率实验,回收率结果为 98.2%~101.7%。

再取经浸泡提取过滤后的市售“九制陈皮”,将其分成 7 份,用其中的 1 份作对照,3 份按每毫升样品含 0.50 mg 甜蜜素的量加入,另 3 份按每毫升样品含 2.50 mg 甜蜜素的量加入,按色谱条件作标准加入回收率实验,回收率为 96.9%~101.3%。

参 考 文 献

- 1 中华人民共和国国家进出口商品检验局. 出口水果罐头中环己氨基磺酸盐测定方法. 北京:中国标准出版社,1989. 1~2

A Rapid Separation and Quantitation of Sodium Cyclamate in Food by Ion-Pair Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography

Li Zhihong and Yin Yanchun¹

(Inspection and Supervision Centre of Product Quality for Guangxi Light Industries, Nanning, 530031)

¹(Guangxi Pharmacy School, Nanning, 530023)

Abstract A method of separation and quantitation of sodium cyclamate in foods by ion-pair reversed-phase high performance liquid chromatography is described. Sodium cyclamate can be separated on ODS column at room temperature by using a mobile phase of $V(\text{methanol}) : V(\text{water, containing ion-pair reagent}) = 30 : 70$ at 1 mL/min flow rate. The effects of ion-pair reagent and methanol on the retention of sodium cyclamate were studied. The samples were quantified with an ultraviolet detector operated at 205 nm. The calibration curve was linear in the range of 0.50~2.50 g/L with a correlation coefficient of 0.9996. The recoveries were 96.9%~101.7%. The detection limit was 0.05 g/L. This method is simple, rapid and sensitive.

Key words ion-pair reversed-phase high performance liquid chromatography, sodium cyclamate, food