

衍生气相色谱法测定食品中的甜蜜素含量

张素娟

(山西省食品质量监督检验中心 太原 030012)

摘要 本文采用气相色谱法测定几类食品中的甜蜜素含量,实验结果表明,该方法有很好的线性关系,相关系数为 0.9995,最低检出限为 0.3 μ g,加标回收率在 94.6%~106.4%,相对标准偏差 RSD <4%;同时说明采用超声波方法处理固体样品能够处理完全。该方法简便快捷、准确度高、重现性好。

关键词 甜蜜素 气相色谱 食品

甜蜜素即环己基氨基磺酸钠,是人工合成的非营养型甜味剂,甜度为蔗糖的 30 倍,现已广泛应用于饮料、含乳饮料、蜜饯、冷饮、葡萄酒、黄酒、饼干等食品中,是目前我国食品行业中应用最多的高倍甜味剂之一,如果超量使用则会危害人体健康。为此,国家对甜味剂的使用范围及其用量进行严格的规定,我国规定使用限量为 0.65g/kg,联合国卫生组织对甜蜜素规定的日许量(ADI)为 11mg/kg。本文采用衍生气相色谱法将甜蜜素在硫酸酸性条件下与亚硝酸钠反应,衍生为环己醇亚硝酸酯,经正己烷萃取,用气相色谱法测定其中的甜蜜素含量,获得满意结果。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

日本岛津 GC-2010 气相色谱仪(附 FID 检测器),SCQ-500 超纯氢气发生器;SPK-A 型空气净化器;超声波清洗器;10 μ L 微量注射器。

甜蜜素(环己基氨基磺酸钠)标准溶液(10mg/mL):精确称取 1.000g 环己基氨基磺酸钠,加入水溶解并定容至 100mL;正己烷;氯化钠;50g/L 亚硝酸钠;100g/L 硫酸溶液。

1.2 实验

1.2.1 试样处理 液体试样:称取 20.0g 试样(含 CO₂ 样品预先加热除去,含有酒精的样品加入 4% NaOH 溶液调至碱性,于沸水浴加热除去)于 100mL 带塞比色管,置冰浴中。固体试样:称取 2.0g 已剪碎并混合均匀的试样于 200mL 锥形瓶里,加入 60mL 水浸渍 1h,于超声波清洗器中超声处理 30min,过滤于 100 mL 容量瓶中,残渣用水分数次洗涤,洗液合并滤于容量瓶中,定容至刻度,准确吸取 20.0mL 于

100mL 带塞比色管,置冰浴中。

1.2.2 标准曲线的制备 准确吸取 1.00~5.00mL 环己基氨基磺酸钠标准溶液于 100mL 带塞比色管中,加水 20mL。置冰浴中,加入 5mL 50g/L 亚硝酸钠溶液、5mL 100g/L 硫酸溶液,摇匀,在水浴中放置 30min,并经常摇动,然后准确加入 10.0mL 正己烷、5g 氯化钠,摇匀后,取上层溶液,将标准提取液进样 2 μ L 于气相色谱仪中,根据响应值绘制标准曲线。

1.2.3 试样测定 试样管按 1.2.2 中自“加入 5mL 50g/L 亚硝酸钠溶液……”起依次操作,然后将试样同样进样 2 μ L,测得响应值,从标准曲线图中查出相应含量。

1.2.4 色谱条件 色谱柱:长 2m,内径 3mm 的 U 型不锈钢柱;固定相:chromosorb W AW DMCS,80~100 目,涂以 10% SE-30;温度:柱温 70 $^{\circ}$ C;气化温度:150 $^{\circ}$ C;检测温度:150 $^{\circ}$ C。气体流速:氮气 30mL/min;氢气 30mL/min;空气 300mL/min。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件选择 不同的色谱柱温、载气流量、检测器温度对分离效率、分析时间及灵敏度都有一定影响,并且不同的仪器性能也有一定的差异,因此,本文针对所用的气相色谱仪进行最佳色谱条件选择,试验结果证明,采用 10% SE-30 chromosorb W AW DMCS(80~100 目),内径 3mm,长 2m 的 U 型不锈钢柱;柱温 70 $^{\circ}$ C;气化室温度 150 $^{\circ}$ C;检测温度:150 $^{\circ}$ C,氮气 30mL/min,氢气 30mL/min,空气 300mL/min 时峰形良好对称(见图 1)。从图 1 中可以看出,所采用的色谱条件对甜蜜素分离能获得很好的效果,保留时间 2.093s,响应峰无干扰。

2.2 线性关系与最低检出限

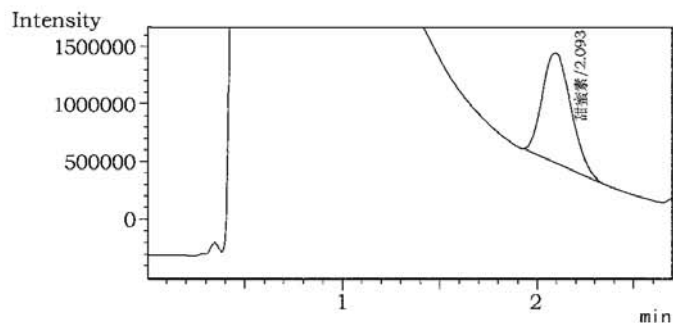


图1 甜蜜素衍生物提取液色谱图

按 1.2.2 方法分析, 所得回归方程为 $Y = 2.67 \times 10^6 x - 1.24 \times 10^6$, 相关系数 $r = 0.9995$, 说明线性关系良好, 最低检出限为 $0.3 \mu\text{g}$ 。

2.3 方法的精密度与回收率

取具有代表性的样品按本方法进行 5 次测定, 并在各试样中添加甜蜜素标准 5.0mg 和 10.00mg , 进行 5 次测定, 试验结果表明, 该法的相对标准偏差 (RSD) $< 4.0\%$, 回收率为 $94.6\% \sim 106.4\%$ (见表 1)。

表 1 试样测定的精密度与回收率实验结果 ($n = 5$)

试样	本底值 mg/kg	RSD (%)	甜蜜素加入量 mg	测得值 mg/kg	回收率 %
果味饮料	3.26 ± 0.14	2.21	5.00	8.24 ± 0.12	99.6 ± 2.4
			10.00	13.30 ± 0.26	100.4 ± 2.6
含乳饮料	2.11 ± 0.11	3.02	5.00	7.12 ± 0.22	100.2 ± 4.4
			10.00	12.06 ± 0.34	99.5 ± 3.4
葡萄酒	1.79 ± 0.08	1.98	5.00	6.78 ± 0.18	99.8 ± 3.6
			10.00	11.84 ± 0.25	100.5 ± 2.5
黄酒	1.04 ± 0.05	2.06	5.00	6.05 ± 0.14	100.2 ± 2.8
			10.00	11.03 ± 0.20	99.9 ± 2.0
冰淇淋	4.59 ± 0.15	2.94	5.00	9.55 ± 0.23	99.2 ± 4.6
			10.00	14.49 ± 0.36	99.0 ± 3.6
山楂蜜饯	5.28 ± 0.18	2.72	5.00	10.35 ± 0.23	101.4 ± 4.6
			10.00	15.25 ± 0.29	99.7 ± 2.9
月饼	未检出		5.00	5.05 ± 0.27	101.0 ± 5.4
			10.00	9.92 ± 0.35	99.2 ± 3.5
饼干	未检出		5.00	5.02 ± 0.17	100.4 ± 3.4
			10.00	10.07 ± 0.33	100.7 ± 3.3

2.4 干扰物质的影响

在果味饮料、山楂蜜饯样品中分别加入 0.5mL 、 5mL 糖精钠、安赛蜜, 其中阿斯巴甜含量为 1mg/mL , 按本法测定, 结果证明, 这些物质基本不干扰甜蜜素的测定。

3 结论

本文采用气相色谱测定几类食品中的甜蜜素含量, 样品最低检出限为 $0.3 \mu\text{g}$, 方法选择性强, 干扰少, 回收率为 $94.6\% \sim 106.4\%$, 同时说明固体样品

经过超声波方法能够处理完全, 操作简便快速, 灵敏度高、重现性好, 完全可以达到上述所测食品中甜蜜素的检测要求。

参考文献

- 1 GB/T5009-97-2003 食品中环己基氨基磺酸钠的测定
- 2 刘莲芳, 周亿民等. 食品添加剂分析检验手册 MD, 北京: 中国轻工业出版社, 1999
- 3 翟永信. 现代食品分析手册, 第 1 版, 北京: 北京大学出版社, 1988

The determination of the cyclamate in food by derivative gas chromatography

Zhang Sujuan

(Foodstuff quality and supervise inspection center of Shanxi Province Taiyuan 030012)

Abstract A new method for the determination of cyclamate in several foods by gas chromatography was studied. It is shown that the cyclamate content was in a good linearity ($r = 0.9995$). The lowest cyclamate content determined was $0.3 \mu\text{g}$. The recovery rate was $94.6\% \sim 106.4\%$. RSD value was less than 4% . At the same time, the solid samples can be dealt with completely with the ultrasonic method. The method is simple, rapid and accurate. It can be applied to determine cyclamate content in foods.

Key words Cyclamate Derivative gas chromatography Food