

文章编号: 1001-5914(2010)06-0532-03

饮料中乙酰磺胺酸钾的离子色谱测定法

王爱月, 翟志雷, 卢素格

摘要:目的 建立饮料中乙酰磺胺酸钾的离子色谱-电导检测器测定方法。方法 采用 IonPac® AS11-HC 为分离柱, IonPac® AG11-HC 为保护柱, 25 mmol/L 氢氧化钾作为淋洗液, 柱流量 1.0 ml/min, 电导检测器检测, 采用色谱保留时间定性, 峰面积定量进行测定。结果 该方法的线性范围为 0.2~5.0 $\mu\text{g/ml}$, $R^2=0.999\ 2$, RSD 为 1.53%~2.66%, 回收率为 98.0%~105%, 检出限为 0.002 $\mu\text{g/ml}$ 。结论 该方法简单、快速、准确, 适用于饮料中乙酰磺胺酸钾含量的测定。

关键词: 色谱法, 离子交换, 饮料, 乙酰磺胺酸钾

中图分类号: X657.7

文献标识码: A

Determination of Acesulfame Potassium in Beverages by Ion Chromatography WANG Ai-yue, ZHAI Zhi-lei, LU Su-ge. Center for Hygienic Monitoring and Testing, He'nan Provincial Center for Disease Control and Prevention, Zhengzhou, He'nan 450016, China

Abstract:Objective To establish a method for the determination of acesulfame potassium in beverages by ion chromatography. Methods The ion chromatography separation was conducted by using an IonPac® AS11-HC (4 mm×250 mm) analytical column, an IonPac® AG11-HC (4 mm×50 mm) guard column, and an ED50 electrochemical detector. The acesulfame potassium was quantified by measuring peak area. 25 mmol/L potassium hydroxide was used as the eluent with flow rate of 1.0 ml/min. Results The linearity of the method ranged from 0.2 to 5.0 $\mu\text{g/ml}$ ($R^2=0.999\ 2$), the $RSDs$ were between 1.53% and 2.66%, The recovery rates were between 98.0% and 105%, and the limit of detection was 0.002 $\mu\text{g/ml}$. Conclusion This simple and accurate method is applicable to the determination of acesulfame potassium in beverages.

Key words: Chromatography ion exchange; Beverage; Acesulfame potassium

乙酰磺胺酸钾又名安赛蜜, 是近代发展起来的十分引人注目的新型人工食品甜味剂; 甜味纯正, 甜度是蔗糖的 200~250 倍, 易溶于水, 在体内不被代谢, 不产生热量, 是中老年人、肥胖病人、糖尿病患者理想的甜味剂。乙酰磺胺酸钾和其他甜味剂混合使用能产生很强的协同效应, 一般浓度下可增加甜度 30%~50%, 具有高稳定性, 空气中不吸湿, 对热稳定, 能耐 225 $^{\circ}\text{C}$ 高温, 使用时不与其他食品成分或添加剂发生反应。动物实验表

作者单位: 河南省疾病预防控制中心卫生检测检验中心 (河南 郑州 450016)

作者简介: 王爱月 (1963-), 女, 副主任技师, 主要从事理化检验工作。

明, 乙酰磺胺酸钾能迅速地安全吸收, 经尿排泄, 在体内不蓄积, 广泛的安全性实验研究从未发现有不良反应。WHO/FAO 确定的 ADI 值为 0~15 mg/kg, 1988 年美国食品与药品管理局 (FDA) 批准在食品中使用乙酰磺胺酸钾, 1998 年 FDA 批准在软饮料中使用。我国 1992 年批准用于多类食品 (GB 2760—1986《食品添加剂使用卫生标准》^[1])。常见的分析方法有薄层色谱法、紫外分光光度法和高效液相色谱法^[2-3]。薄层色谱法样品处理比较复杂, 而且定量不准确, 分析速度也比较慢。紫外分光光度法杂质有干扰, 测出的结果往往偏高; 高效液相色谱法是国家标准方

检测了市场上购买的两种白酒, 两种可乐, 两种白酒中均未检出添加剂成分, 两种可乐中, 检出添加剂成分与产品包装上标明成分一致, 含量在规定使用范围内^[14], 产品质量合格。向样品溶液中添加一定浓度的混合标准溶液, 经过稀释过柱等样品前处理, 在相同条件下测定样品加标溶液, 并计算加标回收率。回收率为 93.9%~103.8%。

3 小结

本方法通过在淋洗液中加入有机改进剂, 在等度淋洗条件下, 可在 15 min 内完成 5 种食品添加剂的同时分析, 且检测灵敏度高, 为白酒、可乐样品中添加剂成分测定提供了一种准确高效的方法。

参考文献:

- [1] 刘丽敏, 彭敬东. 5 种甜味添加剂的反相高效液相色谱法同时测定[J]. 分析测试学报, 2008, 27 (5): 549-552.
- [2] 汪辉, 曹小彦, 陈利国, 等. 高效液相色谱法同时测定蜜饯中 5 种常见食品添加剂[J]. 分析试验室, 2007, 26 (11): 119-122.
- [3] GB/T 5009.97—2003 食品中环己基氨基磺酸钠的测定[S].

- [4] GB/T 5009.29—2003. 食品中山梨酸、苯甲酸的测定[S].
- [5] 林桂凤, 齐伟, 胡小燕, 等. 柱前衍生-高效液相色谱法快速测定膨化食品中的甜蜜素[J]. 分析试验室, 2007, 26 (增刊): 306-308.
- [6] 刘渭萍, 雷雅娟. 高效液相色谱法快速测定葡萄酒及果酒中的防腐剂 and 甜味剂[J]. 辽宁化工, 2006, 35 (4): 238-240.
- [7] 王敏, 郭德华, 韩丽, 等. HPLC 法快速分离和检测食品中微量甜蜜素含量[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17 (8): 1421-1422.
- [8] 郭莹莹, 朱岩, 叶明立. 淋洗液发生器离子色谱抑制电导法测定甜味剂[J]. 浙江大学学报, 2004, 31 (4): 435-437.
- [9] 林华影, 张琼, 盛丽娜, 等. 离子色谱法同时测定食品中的五种添加剂[J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14 (5): 556-558.
- [10] 曾爱民. 淋洗液发生器离子色谱电导抑制法测定饮料中的添加剂[J]. 现代科学仪器, 2005, 5: 64-65.
- [11] 牟世芬, 刘克纳, 丁晓静. 离子色谱方法及应用[M], 北京: 化学工业出版社, 2005.66.
- [12] 邵铁锋, 李雪岷, 陈勤伟, 等. 高效液相色谱法测定酒中甜蜜素[J]. 中国酿造, 2004, 12: 31-32.
- [13] 张静, 彭新然, 罗飞. 高效液相色谱法测定食品中的甜味剂环己基胺基磺酸钠[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16 (3): 304-305.
- [14] GB 2760—2007 食品添加剂使用卫生标准[S].

(收稿日期 2010-02-21 修回日期 2010-05-10)

(本文编辑 杜宇欣)

法,采用的流动相为毒性比较大的乙腈,笔者采用自动淋洗、电导抑制离子色谱法,对饮料中乙酰磺胺酸钾进行了测定,避免了使用有较大毒性的 CH_3CN 。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

ICS2500 型离子色谱仪(美国戴安公司),配有 ED50 电导检测器,EG50 淋洗液发生器,GP50 梯度泵, IonPac® AS11-HC 色谱柱(4 mm×250 mm), IonPac® AG11-HC 保护柱(4 mm×50 mm), Chromeleon 色谱工作站。超纯水,乙酰磺胺酸钾标准储备溶液(精密称取乙酰磺胺酸钾 0.100 0 g,用高纯水溶解后,移入 100 ml 容量瓶中,并用高纯水定容至刻度,即含乙酰磺胺酸钾 1 mg/ml 的溶液)。

1.2 色谱条件^[4]

IonPac® RAS11-HC 分析柱, IonPac® AG11-HC 保护柱,淋洗液为 25 mmol/L 的氢氧化钾溶液,柱流量 1.0 ml/min,柱温 35 ℃,进样量 25 μl 。

1.3 测定原理

饮料中乙酰磺胺酸钾经 AS11-HC 阴离子色谱柱分离后,以保留时间定性,峰面积定量。

1.4 测定方法

1.4.1 标准曲线制备 取乙酰磺胺酸钾标准储备溶液(1.0 mg/ml) 2.0 ml,加高纯水稀释并定容至 100 ml,此溶液作为标准应用液,其浓度为 20 $\mu\text{g/ml}$,分别精密吸取标准应用液 0.0、0.50、1.25、2.50、5.00、7.50、10.0、12.5 ml,加高纯水定容至 50 ml 刻度混匀,相当于 0.0、0.2、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 $\mu\text{g/ml}$,作为标准系列应用液,按上述色谱条件进行测定,每个浓度重复三次,以乙酰磺胺酸钾浓度为横坐标,峰面积均值为纵坐标,绘制标准曲线。

1.4.2 样品处理及测定 对于碳酸饮料,可将试样温热,搅拌除去二氧化碳或超声脱气;对于非碳酸饮料,可以混匀后直接取样,根据目标物质含量的高低,用高纯水对样品进行 10 倍或 20 倍的稀释。然后吸取一定体积试样通过 0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液供离子色谱测定,进样 25 μl 。

1.4.3 结果计算 根据样品峰的峰面积,在标准工作曲线上查含量,再换算出样品中乙酰磺胺酸钾含量。

2 结果与讨论

2.1 淋洗液浓度的选择

考虑到饮料中杂峰干扰,在选择淋洗液浓度时发现,淋洗液浓度为 15~30 mmol/L 时,若淋洗液浓度较低,虽然分离效果理想,但出峰时间拖后,使分析时间延长;若淋洗液浓度太高,虽然出峰时间缩短,但样品峰与杂质峰分离不理想,采用 25 mmol/L 氢氧化钾溶液作为淋洗液时,样品峰与杂质峰分离比较好,分析时间适中,故将此作为分析条件。

2.2 线性范围及检出限

按照 1.4.1 节标准曲线的制备,制作了乙酰磺胺酸钾标准曲线,其线性回归方程为 $y=0.2995x-0.0074$, $R^2=0.999 2$ 。线性范围为 0.2~5.0 $\mu\text{g/ml}$ 。乙酰磺胺酸钾标准谱图见图 1,标准出峰在 6.509 min。用标准曲线的最低浓度点,按上述色谱条件测定 6 次,得一组低浓度标准峰面积,求出其标准偏差,3 倍标准偏差除以方法的灵敏度,即得方法的检出限为 0.002 $\mu\text{g/ml}$ 。

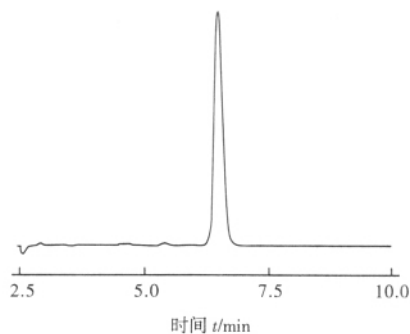


图 1 乙酰磺胺酸钾标准色谱图

2.3 样品色谱图

对 5 种不同的碳酸饮料采用此方法进行了测定,从 3 种样品色谱图(图 2~4)上可以看出,在此色谱条件下,目标峰与杂质峰分离效果较理想。

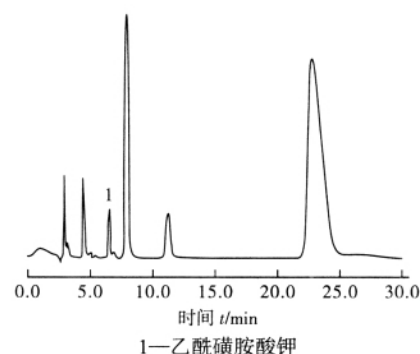


图 2 低热量型碳酸饮料的色谱图

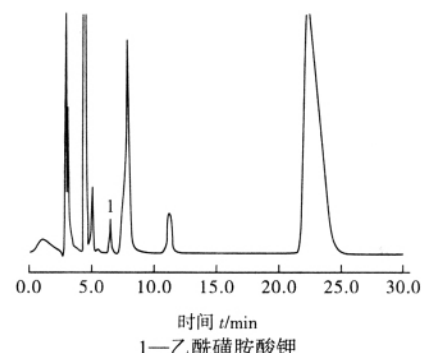


图 3 碳酸饮料的色谱图

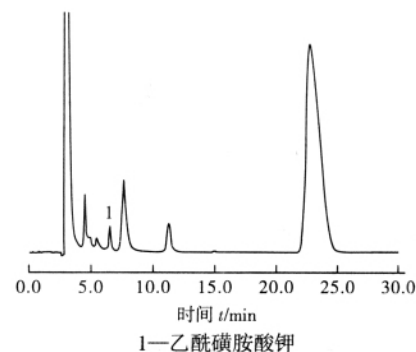


图 4 运动饮料的色谱图

2.4 精密度试验

配制 4 个不同浓度的乙酰磺胺酸钾标准溶液,每个浓度各测定 6 次,平均值($\bar{x} \pm s$)分别为(0.496±0.009), (2.01±0.053),

(3.01±0.068), (5.00±0.077) μg/ml, 其 RSD 值分别为 1.81%, 2.64%, 2.26%, 1.54%, 范围为 1.54%~2.64%, 表明精密度良好。

2.5 回收率试验

取 5 份碳酸饮料样品, 温热除去二氧化碳, 用高纯水对样品进行 10 倍的稀释, 表 1 中样品的本底值为样品经 10 倍稀释后的值, 然后分别向样品稀释液中加入一定量的标准溶液 (1 和 3 μg/ml 加标水平), 按以上方法进行色谱测定, 测定结果见表 1。方法回收率在 98.0%~105% 之间。

表 1 饮料中乙酰黄氨酸甲的离子色谱测定法回收率试验					
样品	本底值 (μg/ml)	加标 1.0 μg/ml		加标 3.0 μg/ml	
		测得值 (μg/ml)	回收率 (%)	测得值 (μg/ml)	回收率 (%)
样品 1	4.19	5.21	102	7.18	99.7
样品 2	5.53	6.51	98.0	8.61	103
样品 3	8.06	9.07	101	11.1	102
样品 4	5.12	6.10	98.0	8.27	105
样品 5	4.69	5.73	104	7.84	105

2.6 本方法测定结果与高效液相色谱法测定结果的比较

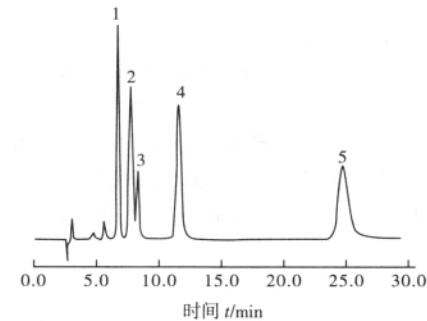
取 5 份碳酸饮料分别用离子色谱法和高效液相色谱法对其中的乙酰磺胺酸钾含量进行了测定, 每份测定 5 次, 测定结果见表 2。两种测定方法的精密度接近, 两测得结果差异无统计学意义 ($P>0.05$)。

表 2 饮料中乙酰黄氨酸甲的高效液相色谱法 与本方法测定结果的比较 (n=5)				
样品	高效液相色谱法		本法	
	平均值 ($\bar{x} \pm s, \mu\text{g/ml}$)	RSD (%)	平均值 ($\bar{x} \pm s, \mu\text{g/ml}$)	RSD (%)
样品 1	41.6±0.35	0.84	41.9±0.39	0.93
样品 2	55.6±0.49	0.88	55.3±0.42	0.76
样品 3	80.6±0.50	0.62	80.6±0.34	0.42
样品 4	51.3±0.59	1.15	51.2±0.63	1.23
样品 5	47.0±0.39	0.83	46.9±0.33	0.70

2.7 干扰试验

饮料中可能添加其他品种的甜味剂、防腐剂以及酸味剂, 甜味剂如糖精钠、环己基氨基磺酸钠, 防腐剂如山梨酸、苯甲酸, 以

及酸味剂如柠檬酸。在该色谱条件下, 对糖精钠、甜蜜素、苯甲酸、山梨酸、柠檬酸进行了干扰测定, 安赛蜜 2.0 μg/ml, 甜蜜素 10 μg/ml, 糖精钠、山梨酸、苯甲酸、柠檬酸浓度均为 20 μg/ml 时, 在此色谱条件下, 糖精钠不出峰, 其余 4 种成分对乙酰磺胺酸钾的测定均不产生干扰。见图 5。



1—安赛蜜; 2—山梨酸; 3—环己基氨基磺酸钠;
4—苯甲酸; 5—柠檬酸

图 5 安赛蜜、环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)、山梨酸、苯甲酸、柠檬酸色谱图

3 小结

笔者建立了简单、快速测定碳酸饮料中乙酰磺胺酸钾含量的方法—离子色谱法, 其方法的精密度、准确度均符合要求, 而且用该方法测定结果与用国家标准方法 GB/T 5009.140—2003 高效液相色谱法测定结果经统计学检验差异无统计学意义, 所以该方法适用于饮料中乙酰磺胺酸钾含量的测定。

参考文献:

[1] 凌关庭. 食品添加剂手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 1997: 766.
[2] 章日春, 舒馨娟, 朱红, 等. 反相高效液相色谱法同时测定乙酰磺胺酸钾及糖精钠、苯甲酸、山梨酸[J]. 中国公共卫生, 1994, 10 (4): 176-177.
[3] 中华人民共和国卫生部、中国国家标准化管理委员会. 食品卫生检验方法(理化部分二)[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003, 203-207.
[4] 钟志雄, 梁春穗, 姚敬, 等. 离子色谱法测定食品中的甜蜜素和苯甲酸[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15 (9): 1062-1064.

(收稿日期 2009-09-03 修回日期 2010-04-03)
(本文编辑 杜宇欣)

2010 年“六·五”世界环境日主题

联合国环境署确定 2010 年“六·五”世界环境日的主题为“多样的物种·唯一的星球·共同的未来”(MANY SPECIES·ONE PLANET·ONE FUTURE)。我国环境保护部发布今年世界环境日的主题是: “低碳减排·绿色生活”(LOW EMISSION·GREEN LIFE), 旨在倡导公众践行绿色消费, 积极推进生态文明建设, 努力实现清洁发展、安全发展、绿色发展和可持续发展。

<http://www.zhb.gov.cn/>