

UPLC同时测定风味饮料中安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸方法研究

苏建国, 彭进

(淮安市产品质量监督检验所, 淮安 223001)

摘要: 建立了超高效液相色谱法 (UPLC) 同时测定风味饮料中安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸 4 种食品添加剂检测技术。实验采用 Waters ACQUITY BEH C18 色谱柱 (100mm × 2.1mm, 1.7μm, 以 0.02mol/L 的乙酸铵-甲醇 (95:5) 为流动相, 柱温 25℃, 二极管阵列检测器在波长 230nm 进行检测。整个分离过程在 3min 内完成, HPLC 检测方法至少需要 12min, 大大节约了检测时间。安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸的回收率分别为 98.5% ~ 101.3%, 相对标准偏差小于 0.90%。方法快速准确。

关键词: 超高效液相色谱法; 风味饮料; 安赛蜜; 糖精钠; 苯甲酸; 山梨酸

中图分类号: TS202.3 文献标识码: A 文章编号: 1006-2513(2011-02-xx-xx-03)

Simultaneous determination of acesulfame-K, Saccharin sodium, Benzoic acid and sorbic acid in flavored-Beverage by UPLC

SU Jian-guo PENG Jin

(HuaiAn Institute of Supervision and Inspection on Product Quality, Huai'an 223001)

Abstract UPLC method is proposed for the simultaneous separation and determination of four food additives, acesulfame-K, saccharin sodium, benzoic acid and sorbic acid. The separation was achieved within 3 min by using a Waters ACQUITY BEH C18 column (100mm 2.1mm, 1.7μm) with 0.02mol/L NH₄Ac-methanol (95:5) as mobile phase and column temperature was 25℃, the experiment had been detected at 230nm through a photo-diode array detector; the detection time need 12min at least for HPLC method. However, the time is reduced shortly by UPLC method. The average recoveries for samples ranged from 98.5% ~ 101.3%. The relative standard deviation is less than 0.90%. The UPLC method is rapid and accurate.

Key words UPLC; Flavored-beverage; acesulfame-K; saccharin sodium; benzoic acid; sorbic acid

风味饮料是指以食用香精、食糖和甜味剂、酸味剂等作为调整风味的主要手段经加工制成的饮料。安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸这四种食品添加剂在饮料中均得到普遍使用, 四种食品添加剂超标现象在一些劣质的风味饮料中屡见不鲜。安赛蜜、糖精钠是常用的甜味剂, 苯甲酸、

山梨酸是常用的防腐剂, 这几种食品添加剂是监督检查必检项目, 而苯甲酸、山梨酸、糖精钠的检测方法均有国标方法^[1-3], 但还没有同时测定这四种食品添加剂的国标方法。目前, 有人研究用 HPLC 同时测定这四种食品添加剂方法, 分析时间至少 12min^[4]。为方便测定, 提高检测效率,

收稿日期: 2010-11-11

作者简介: 苏建国 (1978-, 男, 工程硕士, 工程师, 主要从事产品化学方法检测。

本文研究建立一种能够同时、快速测定食品中多种食品添加剂的方法。本文探索了风味饮料中 4 种添加剂同时测定的 UPLC 试验条件,建立了能够同时且快速检测上述 4 种物质的方法。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

Waters 超高效液相色谱仪 (Waters ACQUITY UPLC 系统 (配有二极管阵列检测器,自动进样器,色谱工作站, Waters ACQUITY BEH C18 色谱柱 (100mm × 2.1mm, 1.7μm)。

超声波清洗器,真空抽滤器,匀浆机

甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯,试验用水电导率 ≤ 5μs/cm

1.2 色谱条件

流动相为 0.02mol/L 的乙酸铵 - 甲醇 (95 : 5, 流速 0.3mL/min, 柱温 25℃; 进样量为 10μL; 紫外波长扫描范围 190nm ~ 400nm。以保留时间和紫外吸收谱图定性,峰面积定量。

1.3 标准曲线的绘制

准确吸取浓度为 1mg/mL 的安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸各 1mL 于 10mL 容量瓶中,用 0.02mol/L 的乙酸铵 - 甲醇 (95 : 5 溶液定容至 10mL,此混合中间液的浓度为 0.10mg/mL。分别吸取混合中间液 0.05、0.1、0.5、2.5、5.0mL 用 0.02mol/L 的乙酸铵 - 甲醇 (95 : 5 溶液定容至 10mL,构成浓度分别为 0.5、1.0、5.0、25.0、50.0mg/L 的标准使用液系列。在选定色谱条件下测定。

1.4 试样制备

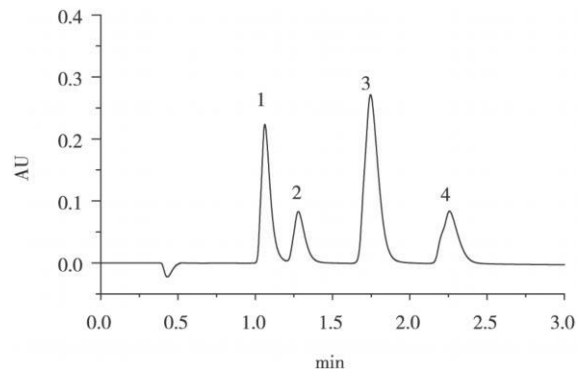
所有样品均为市场采集的样品,取 5.000g 样品,用水定容至 100mL,脱气 10min,样品稀释液最后经 0.45μm 滤膜过滤,其滤液为待测液。

2 结果与讨论

2.1 流动相的选择

通过试验比较甲醇和水作为流动相与甲醇和乙酸铵水溶液作为流动相比比例为 95 : 5、90 : 10 和 80 : 20 时,其分离情况是基本相同的,考虑到实验室中甲醇和乙酸铵水溶液作为流动相是经常用的,故本实验选择甲醇和乙酸铵水溶液作为流

动相。从实验可以看出,甲醇 : 乙酸铵水溶液为 95 : 5 时,时间较短,且分离效果理想。甲醇 : 水溶液为 80 : 20 和 90 : 10 时,时间较长,虽然分离效果更好,但是峰形展宽,不利于积分,且达不到快速测定的效果。如果甲醇比例更低时,安赛蜜和苯甲酸将出现重叠,分离效果差。本文选择 0.02mol/L 的乙酸铵 - 甲醇 (95 : 5 作为流动相,分离效果较好,在 3min 内可使 4 种组分完全分离,见图 1。



1- 安赛蜜; 2- 苯甲酸; 3- 山梨酸; 4- 糖精钠

图 1 四种添加剂的标准谱图

Fig 1 Chromatogrames of standard solution

2.2 检测条件的选择

本实验对 4 种食品添加剂在 190 ~ 400nm 之间进行全波长扫描,安赛蜜、糖精钠、苯甲酸、山梨酸的最大吸收波长分别在 228、205、226、254nm 处,为兼顾各组分的灵敏度,本文选择的实验波长为 230nm,在此波长下各组分均有较好的灵敏度。

2.3 线性范围及检出限

按所选择的色谱条件进样不同质量浓度的标准溶液 10μL,获得不同质量浓度下各组分的峰面积,以质量浓度和峰面积绘制标准曲线。取标品逐级稀释进样 10μL,检测结果中色谱峰高为噪声高 3 倍 (S/N = 3 相对应的浓度为检出限。各组分的线性方程、相关系数、线性范围及检出限见表 1。从表 1 可以看出各组分在线性范围内,线性关系良好。

2.4 样品分析

图 2 为实际样品的色谱图。采用本方法,对果味饮料进行检测,结果见表 2。由表 2 可以看

出，方法重现性好，准确度高，结果满意。

表 1 各组分的线性范围及检测限

Tab 1 Linear relationship linear range of test					
组分	线性范围 (mg/L)	线性方程	相关 系数 r	检出限 (mg/kg)	
安赛蜜	0.5~ 50	y= 92993.39x+ 51.0284	0.9990	0.15	
苯甲酸	0.5~ 50	y= 43420.80x+ 78.9813	0.9991	0.3	
山梨酸	0.5~ 50	y= 170341.72x- 67.1252	0.9997	0.1	
糖精钠	0.5~ 50	y= 61253.94x+ 85.0411	0.9991	0.3	

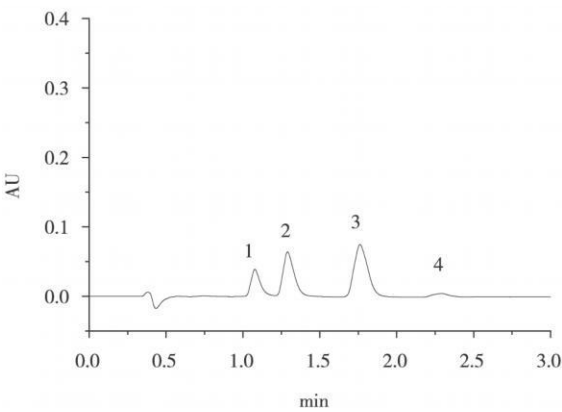


图 2 实际样品的色谱图 (n= 5)

Fig 2 The detemination results of real samples(n= 5)

表 2 实际样品的检测结果 (n= 5)

Tab 2 The results of real samples (n= 5)						
检验项目	柠檬味 (mg/kg)		苹果味 (mg/kg)		菠萝味 (mg/kg)	
	试验方法	国标方法	试验方法	国标方法	试验方法	国标方法
安赛蜜 ±s	50 ±0.5	52 ±0.5	ND	ND	109 ±1.0	109 ±1.0
苯甲酸 ±s	32 ±0.3	31 ±0.3	108 ±0.9	106 ±0.9	118 ±1.0	118 ±1.0
山梨酸 ±s	100 ±0.8	104 ±0.8	49 ±0.5	47 ±0.5	627 ±1.5	625 ±1.5
糖精钠 ±s	12 ±0.1	11 ±0.1	131 ±1.0	133 ±1.0	54 ±0.5	54 ±0.5

2.5 方法的回收率

配制一混合标准溶液，连续进样 10 次，做精密度实验。准确称取食品样品 10.000g 按线性范围加入一定量的混合标准品，按选定的条件进

行分析，平行测定 10 次，结果如表 3 所示，被测样品加标回收率在 98.5%~ 101.3%，RSD 小于 0.90%，测定结果准确可靠。

表 3 各组分的 RSD 和回收率

RSD (n= 10)			回收率			
组分	x ±s (mg/L)	RSD (%)	本底值 x ±s (mg/L)	标准添加值 (mg/L)	测定值 x ±s (mg/L)	平均回收率 (%)
安赛蜜	10.00 ±0.86	0.86	5.02 ±0.04	10	15.08 ±0.12	100.6
苯甲酸	9.96 ±0.90	0.90	3.21 ±0.03	10	13.11 ±0.10	99.0
山梨酸	10.08 ±0.84	0.84	10.04 ±0.10	10	20.17 ±0.15	101.3
糖精钠	10.02 ±0.88	0.88	12.16 ±0.12	10	22.01 ±0.15	98.5

3 结论

本法采用 UPLC 检测方法，可准确、快速地同时测定风味饮料、茶饮料、果汁饮料等饮料中 4 种常见的添加剂，精密度和准确度高，方法性能够满足实际工作的需要，为执法部门、企业等检测机构提供一种新的检验方法。

参考文献:

[1] GB/T 5009.140- 2003 饮料中乙酰磺胺酸钾的测定 [S].
[2] GB/T 5009.28- 2003 食品中糖精钠的测定 [S].
[3] GB/T 5009.29- 2003 食品中山梨酸、苯甲酸的测定 [S].
[4] 许龙福. 高效液相色谱法同时测定食品中安赛蜜、糖精、苯甲酸、山梨酸和咖啡因 [J]. 分析试验室, 2002, 21 (2): 36- 38
[9] 黄百芬, 张文娟, 沈向红. 高效液相色谱法同时测定酱油或饮料中的 8 种防腐剂和 3 种甜味剂 [J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15 (10): 1208- 1211.