

顶空 – 气相色谱法测定高果糖浆中的乙醛含量

GC-030

摘要：本文以以 4,6- 亚乙基 - α -D- 葡萄糖为标样，加入磷酸水解后生成乙醛，顶空 – 气相色谱法对高果糖浆中的乙醛含量进行分析。该方法线性良好，回收率在 90%~110% 之间，检出限为 1.38 ng/mL。

关键词：顶空 – 气相色谱法 高果糖浆 乙醛

高果糖浆是一种淀粉糖，广泛用于食品工业，特别是饮料行业。食品工业中，一般以玉米、薯类等农产品为原料，通过生物技术水解而制得。在高果糖浆的生产过程中，糖类物质会发酵生产乙醇，经氧化后生成副产物乙醛。而乙醛会使饮料口味变差，变质。可口可乐公

司对高果糖浆中的乙醛含量都有着严格的规定，要求乙醛含量低于 80 ng/mL。

本文建立了以 4,6- 亚乙基 - α -D- 葡萄糖为标样，加入磷酸水解后生成乙醛，顶空 – 气相色谱法测定高果糖浆中的乙醛含量的方法。该方法准确可靠，重复性好。

实验部分

1.1 仪器与试剂

岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪，配 FID 检测器，顶空进样器 (DANI HSS-86.50)

1.2 分析条件

1.2.1 色谱条件

色谱柱：Stabilwax, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m
进样口温度：120 $^{\circ}$ C
柱温程序：40 $^{\circ}$ C (3 min) 20 $^{\circ}$ C / min 200 $^{\circ}$ C (5 min)
恒线速度：23 cm/sec
进样方式：分流
分流比：5:1
检测器温度：230 $^{\circ}$ C

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

1.2.2 顶空条件

平衡温度：90 $^{\circ}$ C

平衡时间：50 min

定量环温度：105 $^{\circ}$ C

传输线温度：110 $^{\circ}$ C

1.3 样品制备

称取 1.5 g 高果糖浆，置于 20 mL 顶空进样小瓶中，加入 8 mL 蒸馏水和 0.5 mL 1% 磷酸水溶液，立即密封，摇晃混合均匀后待测试。

■ 结果讨论

2.1 乙醛的色谱图

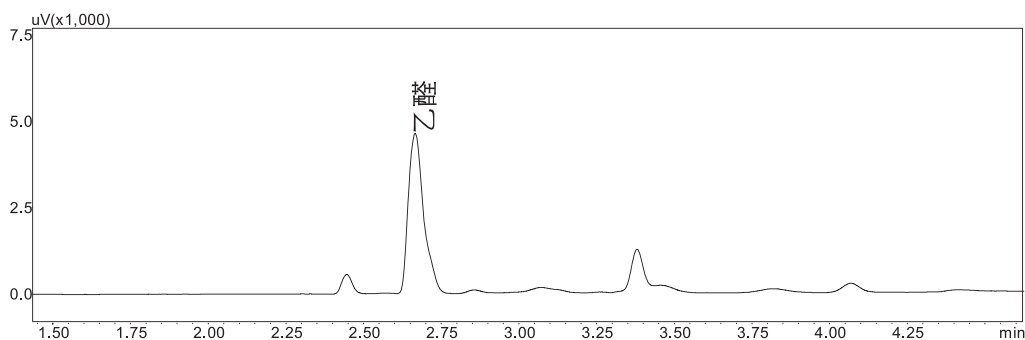


图 1 乙醛的色谱图 (浓度 180 ug/L)

2.2 标准曲线

称取 4,6- 亚乙基 - α -D- 葡萄糖标准品，配制成浓度为 5.62 mg/L 的 4,6- 亚乙基 - α -D- 葡萄糖水溶液。分别取 2.5、5、7.5、10、15 mL 上述储备液于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 1% 的磷酸水溶液后定容至刻度。分别取 10 mL 于 20 mL 顶空进样小瓶中，经 80°C 加热平衡 1 h，得到浓度相当于 30、60、90、120、180 ug/L 的乙醛水溶液，得到的标准曲线见图 2，相关系数为 0.9996。以 3 倍信噪比计算检出限，结果见表 2。

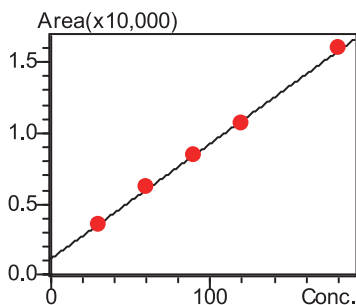


图 2 乙醛的标准曲线

2.3 重复性测试

取浓度为 60 ug/L 的标准品溶液，按照上述仪器条件进行分析，测试目标化合物峰面积及保留时间的重复性，结果如下表：

表 1 重复性测试结果 (n=5)

序号	1	2	3	4	5	RSD (%)
峰面积	881	892	894	909	891	1.13
保留时间 (min)	2.648	2.648	2.647	2.659	2.651	0.19

2.4 回收率测试

取三份空白糖浆样品于顶空瓶中, 每份 1.5 g, 加入 0.25 mL 浓度为 5.62 mg/L 的 4,6-亚乙基- α -D-葡萄糖水溶液, 加标浓度为 30 ng/ml。按照上述步骤进行前处理, 测定回收率及方法精密度, 结果见下表。

表 2 样品加标回收率及检出限

化合物名称	回收率 (%)			平均值 (%)	RSD (%)	检出限 (ng/mL)
	1	2	3			
乙醛	99.48	100.41	91.67	101.50	4.93	1.08

■ 结论

利用岛津 GC-2010 Plus 进行顶空进样, 对高果糖浆中的乙醛量进行分析, 该方法结果准确可靠, 重复性好, 回收率在 90%~110% 之间。完全能满足日常检测的要求。