

# GC 法测定饮料中环己基氨基磺酸钠（甜蜜素）

GC-139

**摘要：**本文利用岛津公司的 Nexis GC-2030 气相色谱，建立了一种饮料中环己基氨基磺酸钠（甜蜜素）的测定方法。在 0.01~0.50 mg/mL 浓度范围内线性关系良好，相关系数为 0.9999，方法检出限在 0.0004 g/kg（以环己基氨基磺酸计）。0.01 mg/mL 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 为 1.89%。不同加标浓度的加标回收率为 95.0~99.5%。该方法简单方便，能够有效的监测饮料中环己基氨基磺酸钠的含量。

**关键词：**气相色谱仪 甜蜜素 环己基氨基磺酸钠 饮料

环己基氨基磺酸钠，俗名甜蜜素，是一种人工合成的无营养甜味剂，甜度是蔗糖的 30~40 倍，在很多食品行业允许添加。但是，超量使用甜蜜素有可能会对人类健康不利，因此，对其使用有一定的限制，强制性国家标准 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中规定饮料中甜蜜素的最大使用量为 0.65 g/kg（以环己基氨基磺酸计）。

本文参考国家标准 GB 5009.97-2016《食品安全国家标准 食品中环己基氨基磺酸钠的测定》第一法 气相色谱法，建立了饮料中环己基氨基磺酸钠的检测方法，并用于测定六种饮料中环己基氨基磺酸钠的测定，结果表明该方法适合饮料中环己基氨基磺酸钠的测定，检测方法简单，结果准确。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5 (30 m × 0.53 mm × 1 μm)  
柱温程序：55 °C (3 min) \_ 10 °C /min \_ 90 °C  
(0.5 min) \_ 20 °C /min \_ 200 °C (3 min)

进样口温度：230 °C

流速控制方式：恒线速度方式

线速度：67.8 cm/s

载气：氮气

进样方式：分流进样

分流比：5:1

检测器：FID

检测器温度：260 °C

氢气流量：32 mL/min

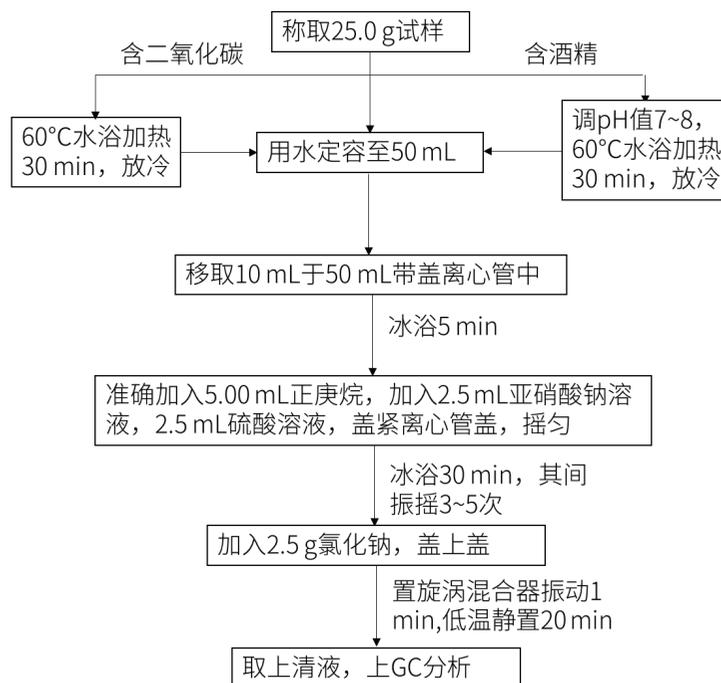
空气流量：200 mL/min

尾吹气：N<sub>2</sub>,

尾吹气流量：20 mL/min

## 样品前处理

饮料样品处理：



## ■ 结果与讨论

### 3.1 环己基氨基磺酸钠标准溶液谱图

精确称取 0.5612 g 环己基氨基磺酸钠标准品，用水溶解并定容至 100 mL，混匀，此溶液 1.0 mL 中相当于含环己基氨基磺酸 5.0 mg（环己基氨基磺酸钠与环己基氨基磺酸的换算系数为 0.8909）。将此溶液稀释 10 倍制得 0.5 mg/mL 环己基氨基磺酸标准溶液，准确移取标准溶液 10.0mL 经衍生后上机检测。

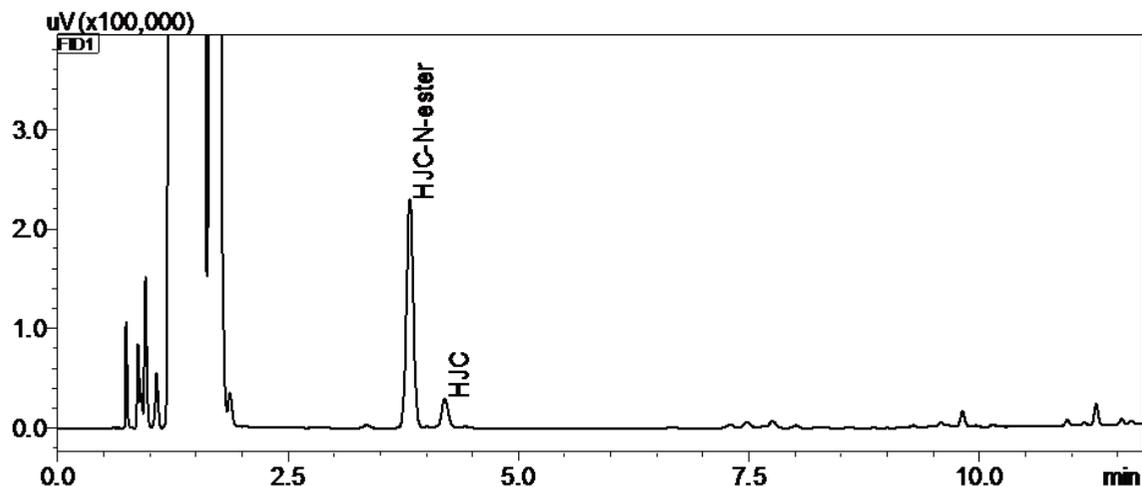


图 1. 环己基氨基磺酸标准溶液 (0.5 mg/mL) 衍生化处理后的气相色谱图

### 3.2 标准曲线和检出限

分别配制 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50 mg/mL 的环己基氨基磺酸标准溶液，各取 10mL 分别按 2 中所示衍生步骤衍生后，取 1 $\mu$ L 进样，以浓度为横坐标，以环己醇亚硝酸酯 (HJC-N-ester) 和环己醇 (HJC) 两峰面积和为纵坐标做标准曲线，标准曲线如图 3 所示，线性相关系数为 0.9999。根据 0.01mg/mL 标样数据，以 3 倍信噪比计算方法检出限为 0.4 mg/kg (以环己基氨基磺酸计)，以 10 倍信噪比计算方法定量限为 1.4 mg/kg (以环己基氨基磺酸计)。

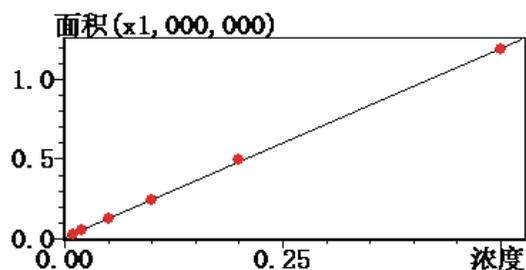


图 3. 环己基氨基磺酸标准曲线

### 3.3 重复性实验

取 0.01 mg/mL 环己基氨基磺酸标准品溶液衍生，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 2。

表 2. 环己基氨基磺酸重复性结果 (RSD%, n=6)

ID	组分名称	峰面积						平均	RSD(%)
		1	2	3	4	5	6		
1	环己基氨基磺酸	33814	34937	34409	35187	34930	35600	34812	1.79

### 3.4 加标回收率

取饮料空白样品 25.0 g，将环己基氨基磺酸标准溶液入其中，样品加标浓度分别为 0.04、0.2 和 1.0 g/kg，按照样品前处理方法制备。回收率结果见表 3。

表 3. 环己基氨基磺酸回收率结果

组份名称	加标水平 (g/kg)	加标回收率 %
环己基氨基磺酸	0.04	103.5
	0.20	96.8
	1.00	97.9

### 3.5 实际样品测定结果

依照本方法对市售六种品牌饮料中环己基氨基磺酸钠进行了检测，检测结果如表 4。

表 4. 样品中环己基氨基磺酸钠含量 (g/kg)

编号	1	2	3	4	5	6
环己基氨基磺酸钠	-	-	-	-	-	-

-: 表示未检出。

## ■ 结论

本方法采用岛津 Nexis GC-2030 检测饮料中环己基氨基磺酸钠，在 0.01 ~ 0.50 mg/mL（以环己基氨基磺酸计）浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数为 0.9999，方法检出限在 0.4 mg/kg（以环己基氨基磺酸计）。0.01 mg/mL 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 为 1.89%，精密度良好。0.04、0.2 和 1.0 g/kg 加标浓度的加标回收率为 96.8 ~ 103.5%。使用该方法对六种饮料中的环己基氨基磺酸钠进行检测，结果证明此六种饮料中均不含有该物质。

岛津应用云

