

GC/GCMS测定饮料中的甜蜜素

No.GCMS-030

摘要：针对国标对甜蜜素限量要求，建立了GC-FID毛细管柱分析方法和GCMS分析方法，样品经前处理后进样分析。GC方法测定甜蜜素的检出限是5mg/Kg，完全可以满足日常检测的要求。使用GCMS对甜蜜素进行进一步定性定量，可以降低检出限，排除基质干扰。

关键词：饮料 甜蜜素 气相色谱

甜蜜素 (Sodium Cyclamate) 是一种食品添加剂，甜度是白糖的30~40倍，价格非常低廉，在食品中多作为白糖的代用品。但甜蜜素无营养价值，消费者如果经常食用甜蜜素含量超标的饮料或其他食品，就会因摄入过量对人体的肝脏和神经系统造成危害，特别是对代谢排毒的能力较弱的老人、孕妇、小孩危害更明显。因此我国强制性国家标准GB2760-1996《食品添加剂使用卫生标准》中明确规定，甜味剂是限范围、限量使用的食品添加剂，甜蜜素在饮料中的使用限量为 $\leq 650\text{mg/Kg}$ 。食

品中甜蜜素的测定标准是GB/T5009.97-2003，该标准规定了三种测定方法—气相色谱法、比色法、薄层层析法，其中气相色谱法采用填充柱。本文优化实验条件，使用毛细管柱代替填充柱分析甜蜜素。

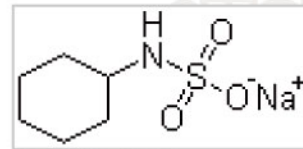


图1 甜蜜素的结构式

实验部分

样品前处理：

称样10g，加入5 mL 50 g/L的亚硝酸钠和5 mL 100 g/L的硫酸，密闭冰浴衍生0.5 h，加入5g氯化钠，10ml正己烷，振荡，静止分层后，取正己烷相上机。

仪器条件：

GC-FID

进样口：180℃
柱温：50℃ (1min) 10℃/min 100℃
40℃/min 180℃ (5min)
进样方式：不分流
载气：氮气
色谱柱：KF-1 30m × 0.32mm × 0.4 μm
载气流速：30cm/s
检测器：240℃
进样量：1ul

GCMS

进样口：180℃
柱温：50℃ (1min) 10℃/min 100℃
40℃/min 180℃ (5min)
进样方式：分流 (1: 20)
载气：氦气
色谱柱：RXI-5ms 30m × 0.25mm × 0.25 μm
载气流速：40cm/s
离子源：200℃
接口温度：200℃
进样量：1ul
扫描离子：m/z 55 81 83

结果与讨论

1. 标准曲线 (GC)

曲线范围:

10mg/Kg, 50mg/Kg, 100mg/Kg, 500mg/Kg,
1000mg/Kg。

线性方程:

$$Y = aX + b$$

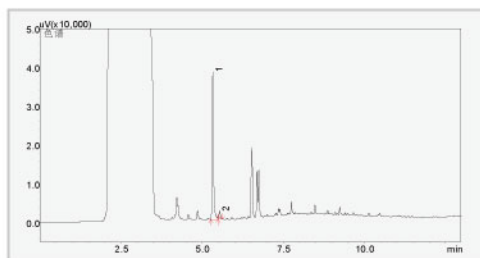
$$a = 3.927513e-004$$

$$b = 4.346855$$

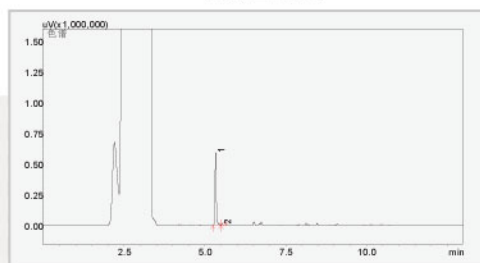
$$R^2 = 0.9997446$$

$$R = 0.9998723$$

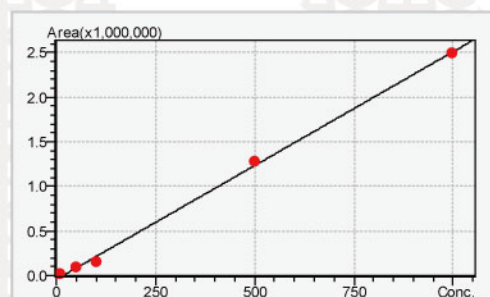
标准色谱图



样品色谱图



2. 标准曲线 (GCMS)



结论

本实验使用毛细管柱代替填充柱, 优化了实验条件, 可以满足甜蜜素的日常检测要求。使用GCMS不仅可以降低检出限, 而且还可以对甜蜜素进行定性分析。

曲线范围:

10mg/Kg, 50mg/Kg, 100mg/Kg, 500mg/Kg,
1000mg/Kg。

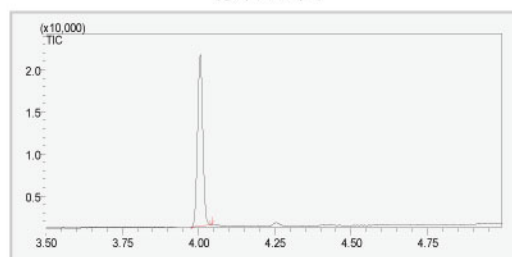
线性方程:

$$Y = 2548.726X - 41296.93$$

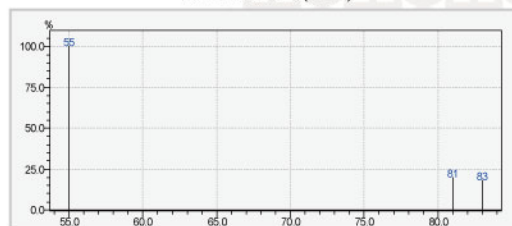
$$R^2 = 0.9985454$$

$$R = 0.9992724$$

标准TIC图



标准质谱图(sim)



样品TIC图以及质谱图

