

顶空 - 气相色谱法测定保健食品中蚁酸含量

GC-206

摘要： 本文使用岛津顶空自动进样器 HS-10 结合气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了保健食品中蚁酸含量的检测方法。在 0.02-0.6 mg 范围内，蚁酸衍生物标准曲线线性良好，相关系数为 0.9998。取 6 个标准样品，蚁酸绝对量 0.02 mg，经顶空加热衍生，连续 6 次进样，峰面积 RSD 值小于 3%。加标回收率实验，加标浓度分别为 0.2 和 0.6 mg/g，回收率在 93%-105% 之间，完全满足检测的要求。

关键词： 顶空 - 气相色谱法 保健食品 蚁酸

黑蚂蚁为蚁科昆虫黑蚁的全虫，富含蛋白质、糖类、有机酸和矿物质，具有极高的营养价值和独特的医疗保健功能。目前市售有许多以黑蚂蚁为原料制成的保健酒、保健食品等。在这些保健食品中最引人注意的成分是蚁酸，由于蚁酸具有靶向性抗风湿因子，有祛风除湿、抗炎镇痛的作用，故蚁酸含量是该类产品的一个重要质量控制指标。

蚁酸又称甲酸，目前检测方法主要有离子色谱法、高效液相色谱法和气相色谱法等。

2021 年 3 月，山西省地方标准 T/SXITS 0004-2021 《保健食品中蚁酸的测定 气相色谱法》发布实施。该标准的实施，为以蚂蚁为原料制成的保健食品中蚁酸含量的测定提供了检测依据。

本文参考该标准，采用岛津顶空自动进样器 HS-10 结合气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了保健食品中蚁酸含量的检测方法。该方法线性、重复性、检出限等均满足标准的要求，可为保健食品中蚁酸含量的测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

顶空自动进样器 HS-10

1.2 分析条件

1.2.1 HS-10 条件

恒温炉温度：85°C

样品流路温度：100°C

进样量：1 mL

样品瓶恒温时间：30 min

传输线温度：120°C

1.2.2 GC 条件

色谱柱：SH-Rtx-wax，60 m×0.25 mm×0.5 μm

柱温程序：50°C (4 min)_20°C /min_200°C (4 min)

载气：氮气

载气控制模式：恒线速度

线速度：21.4 cm/sec

进样口温度：210°C

进样方式：分流进样

分流比：20:1

检测器：FID 检测器

检测器温度：250°C

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

■ 样品前处理

准确称取 0.1 g 样品置于顶空瓶，加入 5.0 mL 异丙醇，加入 0.3 mL 硫酸，85°C 平衡 30 min，经气相色谱仪测定。

注：实际分析时，若被测组分含量较高，可用异丙醇将样品稀释后再测定，以满足检测要求。

■ 结果与讨论

3.1 结果与讨论

取含甲酸 0.2 mg 标准溶液，顶空加热衍生，经气相色谱仪测定，得到该标准溶液色谱图如下。

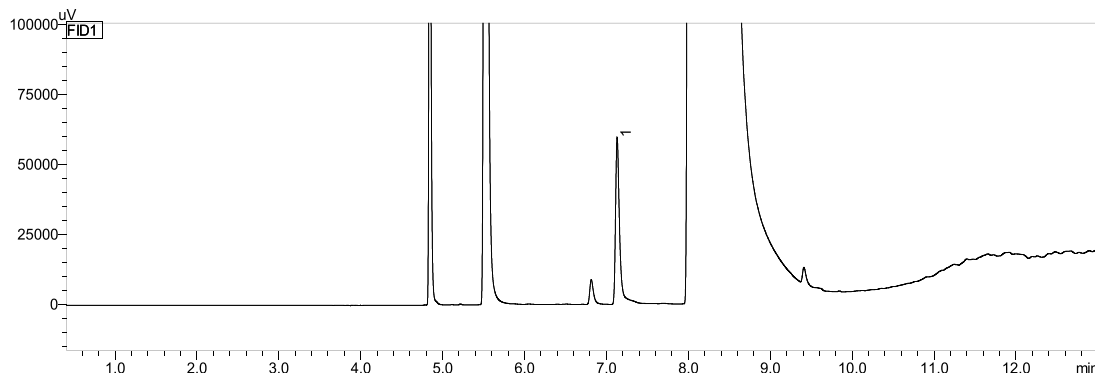


图 1 甲酸衍生物色谱图 (含甲酸 0.2 mg)

表 1 化合物信息

| No. | 化合物名称 | 英文名称 | CAS 号 | 检测目标物 | 保留时间 (min) |
|-----|---------|-------------|---------|-------|------------|
| 1 | 蚁酸 (甲酸) | Formic acid | 64-18-6 | 甲酸异丙酯 | 7.132 |

3.2 标准曲线及检出限

取 1000 mg/L 甲酸标准储备液，用异丙醇稀释，配制成 200 mg/L 的甲酸标准工作液。

准确移取浓度为 200 mg/L 的甲酸标准工作液 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 和 3.0 mL (含甲酸 0.02、0.04、0.1、0.2、0.4 和 0.6 mg)，分别置于顶空瓶中，以异丙醇补至 5.0 mL，加入 0.3 mL 硫酸，85°C 平衡 30 min，经气相色谱仪测定。得到甲酸衍生物标准曲线见下图。以 0.02 mg 标准溶液，3 倍信噪比计算仪器检出限，标准曲线信息及检出限结果见表 2。

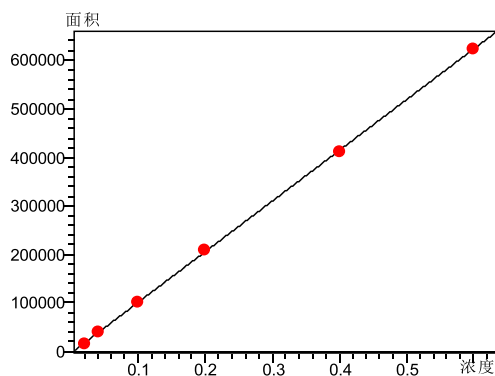


图 2 标准曲线

表 2 标准曲线信息及仪器检出限

| No. | 名称 | 线性方程 | 相关系数 R | 检出限 (μg) |
|-----|-------|----------------------|--------|----------|
| 1 | 甲酸异丙酯 | $Y=1042100X-2747.84$ | 0.9998 | 0.2 |

3.3 重复性测试

取 6 个标准样品，甲酸绝对量 0.02 mg，经顶空加热衍生，连续 6 次进样测定，考察重复性。结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

| No. | 名称 | 峰面积 | | | | | | RSD (%) |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| 1 | 甲酸异丙酯 | 18901 | 19044 | 18091 | 18147 | 18154 | 18332 | 2.3 |

3.4 回收率测试

取空白样品 0.1 g 进行加标实验, 加标浓度分别为 0.2 mg/g 和 0.6 mg/g, 平行处理 3 份。回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果 (n=3)

| No. | 加标浓度 (mg/g) | 回收率 1 (%) | 回收率 2 (%) | 回收率 3 (%) | 平均回收率 (%) |
|-----|-------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 1 | 0.2 | 95.0 | 105.0 | 90.0 | 96.7 |
| 2 | 0.6 | 93.3 | 95.0 | 95.0 | 94.4 |

3.5. 样品检测

对市售某品牌保健酒样品进行测定 (该样品中甲酸含量较高, 需稀释测定)。经测试, 该样品中甲酸含量为 170.4 mg/g。该样品经稀释后测试的色谱图见图 3。

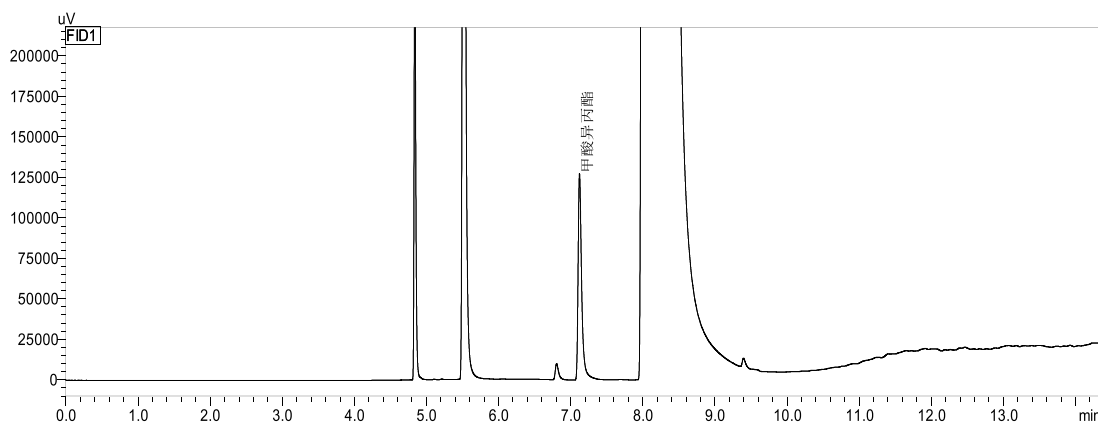


图 3 某品牌保健酒样品色谱图

■ 结论

本文使用岛津顶空自动进样器 HS-10 结合气相色谱仪 GC-2010 Pro, 建立了保健食品中蚁酸含量的检测方法。在 0.02~0.6 mg 范围内, 蚁酸衍生物标准曲线线性良好, 相关系数为 0.9998。取 6 个标准样品, 蚁酸绝对量 0.02 mg, 经顶空加热衍生, 连续 6 次进样, 峰面积 RSD 值小于 3%。加标回收率实验, 加标浓度分别为 0.2 mg/g 和 0.6 mg/g, 回收率在 93%-105% 之间。本方法可为保健食品中蚁酸含量的检测提供参考。

岛津应用云

