

Nexera LC-40 测定食品中乙基麦芽酚

LC-207

摘要：本文采用 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，建立了食品中乙基麦芽酚的测定方法。实验结果表明，0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液的 S/N 为 24.03 (ASTM 计算方式)。0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度对照品溶液，连续进样 6 次，保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 分别为 0.26% 和 2.59%，方法精密度良好。在 0.05-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，方法线性良好，线性判定系数 R^2 为 0.9998。曲线各标点准确度在 90.2-108.0% 之间。饮料基质中 1.25 mg/kg 加标浓度，平行三份样品的平均回收率为 94.9%，RSD 为 5.15%；面包基质中 5 mg/kg 加标浓度，平行三份样品的平均回收率为 85.3%，RSD 为 2.31%。该方法简单，灵敏，分离度高，稳定性好，回收率高，满足 GB 5009.250-2016 的要求，适用于食品中的乙基麦芽酚的检测。

关键词：Nexera LC-40 高效液相色谱仪 食品 乙基麦芽酚

乙基麦芽酚是一种具有芬芳香气的食品用合成香料，属于食品添加剂。它能使食品中原有香味得到调和、改良和提升，因此经常被作为香味改良剂。同时，乙基麦芽酚还具有延长食品储存期的功效。但是该物质过量食用对人肝脏有影响，引发骨骼和关节提前脆变癌变等疾病，还可能导致头痛、恶心、呕吐、呼吸困难，甚至能够损伤肝、肾，对人体有较大的危害。

GB 2760-2014(食品安全国家标准 食品添加剂使用标准)明确规定，食品用香精，香料在各类食品中按

照生产需要适量使用，植物油脂，水果，蔬菜，大米，生鲜肉等食品中不能添加乙基麦芽酚等香料。其他食品是否可以加香应按相关食品产品标准规定执行。

目前乙基麦芽酚的检测方法主要有高效液相色谱法，气相色谱法，液相色谱质谱联用法等，本文参考 GB 5009.250-2016(食品安全国家标准 食品中乙基麦芽酚的测定)，采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，建立了食品中乙基麦芽酚的分析方法，对饮料和面包等食品进行了分析，供相关检测人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用 Nexera LC-40 XR 液相色谱仪，包括 CBM-40A Lite 系统控制器，DGU-405 脱气机，LC-40B XR 输液泵，SIL-40C XR 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，SPD-M40 检测器，LabSolutions Ver. 5.97 色谱工作站。



图 1 岛津 Nexera LC-40 XR 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱: Inertsil ODS-SP (250 mm L. ×4.6 mm I.D., 5 μm, SGLC, P/N: 5020-02746)

流动相: A, 水 (每升含 3.9 g 磷酸二氢钠, 经磷酸调节 pH 至 4.0±0.1) ; B, 甲醇

流速: 1 mL/min

柱温: 30 °C

检测波长: 276 nm

进样体积: 10 μL

洗脱方式: 梯度洗脱, B 相起始浓度为 25%, 时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
16.00	Pumps	Pump B Conc.	25
16.10	Pumps	Pump B Conc.	100
20.00	Pumps	Pump B Conc.	100
20.10	Pumps	Pump B Conc.	25
25.00	Controller	Stop	

1.3. 准准品溶液制备

乙基麦芽酚标准储备液: 精密称取乙基麦芽酚标准品 100 mg, 用甲醇定容至 100 mL 容量瓶中, 制得 1 mg/mL 乙基麦芽酚标准储备液。

乙基麦芽酚标准系列工作溶液: 从上述储备液中移取适量, 用甲醇逐级稀释制成 0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、2 μg/mL、5 μg/mL、25 μg/mL、100 μg/mL 的标准系列工作溶液。

1.4 样品前处理

饮料: 准确称取 10 g 试样 (精确至 0.01 g) (碳酸饮料需先超声 2~3 min 以除去二氧化碳后取样) 于 25 mL 具塞刻度试管中, 用乙腈定容至刻度, 混匀, 超声 10 min, 10000 r/min 离心 10 min, 取上清液经 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 滤液进液相色谱仪分析。

面包, 糕点: 准确称取 2 g 粉碎均匀试样 (精确至 0.001 g) 至 25 mL 具塞刻度试管中, 加入 5 mL 水, 加塞, 涡旋 1 min, 使其分散均匀后, 再加 15 mL 甲醇, 加塞, 摇匀, 超声 20 min, 用甲醇定容至刻度, 10000 r/min 离心 10 min, 取上清液, 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 滤液进液相色谱仪分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

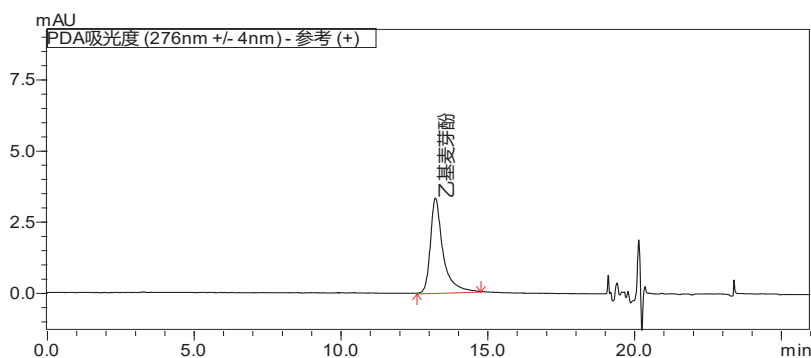


图 2 乙基麦芽酚标准品溶液色谱图 (2 μg/mL)

2.2 线性范围和灵敏度考察

将 1.3 中制备的 0.05、0.1、0.5、2、5、25、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列工作溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，使用外标法拟合工作曲线。标准曲线见图 3，线性判定系数 $R^2 = 0.9998$ 。标准曲线各浓度点的准确度、信噪比、定量限如表 2 所示。曲线各标点准确度在 90.2-108.0% 之间。0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液的 S/N 为 24.03（ASTM 计算方式）。

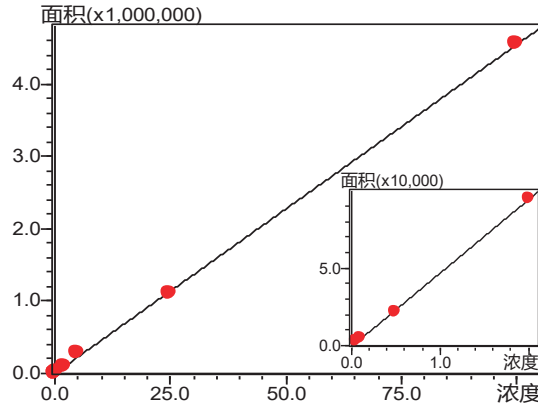


图 3 乙基麦芽酚工作曲线

表 2 乙基麦芽酚校准曲线准确度和定量限

Data#	数据文件名	保留时间	面积	浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	标准浓度	精确度%	S/N	定量限
1	级别1.lcd	13.301	2,711	0.049	0.05	97.1	24.03	0.02
2	级别2.lcd	13.275	5,504	0.106	0.1	106.1	29.65	0.04
3	级别3.lcd	13.246	23,898	0.485	0.5	97.0	153.31	0.03
4	级别4.lcd	13.240	99,645	2.046	2	102.3	676.40	0.03
5	级别5.lcd	13.217	262,500	5.401	5	108.0	1,754.80	0.03
6	级别6.lcd	13.181	1,095,172	22.555	25	90.2	8,441.36	0.03
7	级别7.lcd	13.149	4,817,922	99.248	100	99.2	39,806.87	0.02

2.3 精密度实验

0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度对照品溶液，连续进样 6 次，考察保留时间和峰面积的重复性，结果如下表 3 所示。保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 分别为 0.26% 和 2.59%。

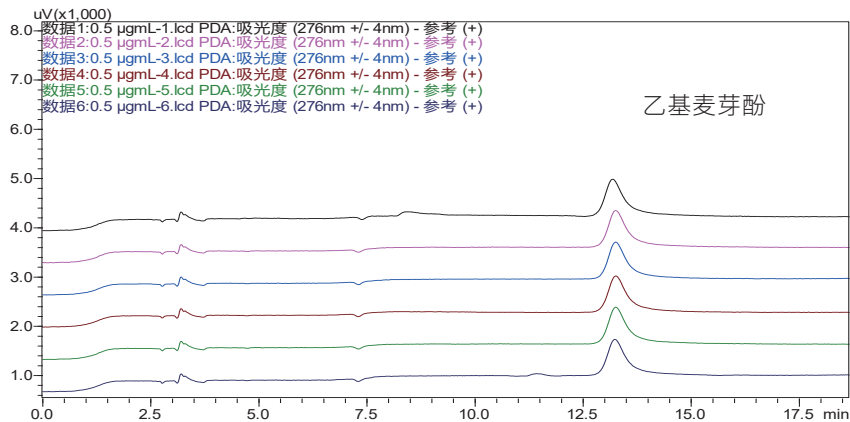


图 4 对照品溶液 6 针重复性色谱图

表 3 0.5 μg/mL 乙基麦芽酚标准溶液连续 6 针重复性结果

编号	峰面积	保留时间
1	22836	13.200
2	21882	13.264
3	22058	13.268
4	21903	13.272
5	21493	13.285
6	21169	13.301
平均值	21890	13.265
RSD%	2.59	0.26

2.4 加标回收率及重复性考察

分别将饮料空白样品和面包空白样品进行 1.25, 5 mg/kg 浓度加标, 按照 1.4 前处理方法处理后上机, 平行 3 份样品考察回收率和 RSD, 具体结果如下: 饮料基质中 1.25 mg/kg 加标浓度的平均回收率为 94.9%, RSD 为 5.15%; 面包基质中 5 mg/kg 加标浓度的平均回收率为 85.3%, RSD 为 2.31%。该方法回收率高, 重现性好。

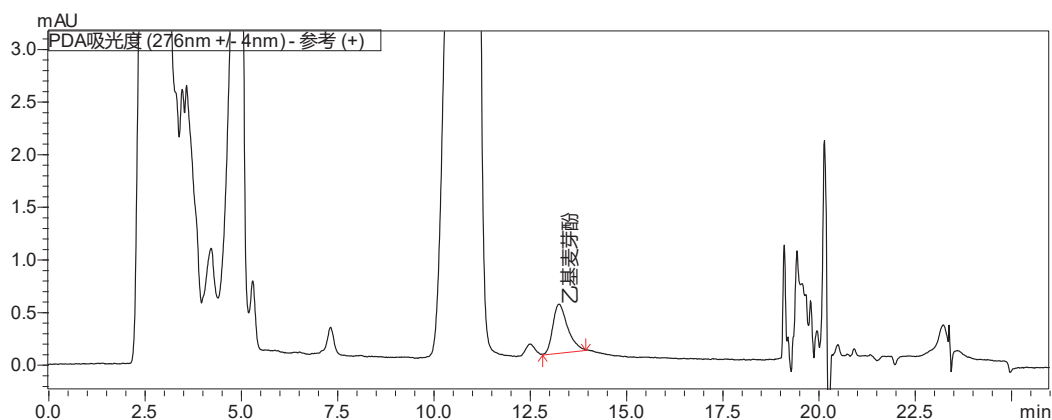


图 5 饮料空白样品加标溶液色谱图

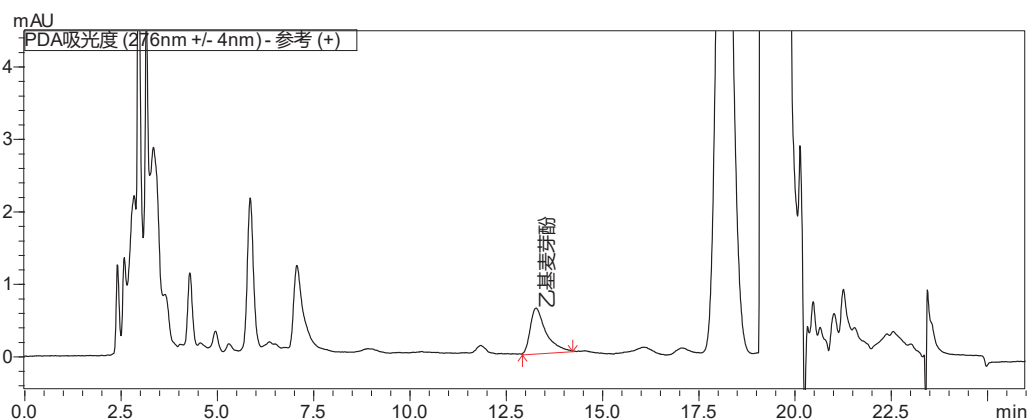


图 6 面包空白样品加标溶液色谱图

表 4 三浓度水平加标回收率及重复性计算结果 (n=3)

No.	饮料中 1.25 mg/kg 加标回收率 (%)	面包中 5 mg/kg 加标回收率 (%)
1	93.8	84.0
2	100.2	84.4
3	90.6	87.6
平均值	94.9	85.3
CV%	5.15	2.31

■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，建立了食品中乙基麦芽酚的测定方法。实验结果表明，0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液的 S/N 为 24.03 (ASTM 计算方式)。0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度对照品溶液，连续进样 6 次，保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 分别为 0.26% 和 2.59%，方法精密度良好。在 0.05-100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，方法线性良好，线性判定系数 R^2 为 0.9998。曲线各标点准确度在 90.2-108.0%。饮料基质中 1.25 mg/kg 加标浓度，平行三份样品的平均回收率为 94.9%，RSD 为 5.15%；面包基质中 5 mg/kg 加标浓度，平行三份样品的平均回收率为 85.3%，RSD 为 2.31%。该方法灵敏，准确，稳定性好，回收率高，适用于食品中的乙基麦芽酚的检测。

岛津应用云

