



液质联用测定可乐中的甜蜜素

No.LCMS-007

摘要：建立了液质联用（LCMS）测定甜蜜素的分析方法。与传统的气相色谱方法相比该方法可以直接进样，并且干扰少，分析速度快。配制了6个不同浓度的标样，分别为0.02,0.05,0.1,0.2,0.5,1mg/L，得到的校准曲线相关系数为0.9997，检测限为0.909 μg/L，定量限为2.76 μg/L。用1mg/L样品做重现性，连续5针峰面积RSD为1.06%。取样品云泽可乐稀释2000倍后进样，测得终浓度为0.169mg/L，说明样品中甜蜜素原始浓度为338mg/L。在该样品稀释液中添加浓度为0.2mg/L的标样，测得的结果为0.348mg/L，加样回收率为89.5%。

关键词：LCMS 液质联用 甜蜜素

甜蜜素(Sodium cyclamate)，化学名为环己基氨基磺酸钠，分子式 $C_6H_{12}NNaO_3S$ (无水品)，分子量201.22。甜蜜素是人工合成的甜味剂，可用于饮料、冷冻饮品、糕点、蜜饯、配制酒、酱菜和医药辅料等。传统的检测方法是先使环己基氨基磺酸钠在硫酸介质中与亚硝酸反应，生成环己醇亚硝酸酯，再采用气相色谱法或液相色谱法对其进行测定。此方法干扰大，操作繁琐，存在很多缺点。本文建立了液质联用直接测定甜蜜素含量的方法，并且检测了某品牌可乐中甜蜜素含量。

■ 仪器配置

LC-10ADvp × 2(流动相输液泵)，SIL-HTC(自动进样器)，CTO-10Avp(柱温箱)，SCL-10Avp(系统控制器)，LCMS-2010EV(质谱仪)，LCMSsolution(色谱工作站)。

■ 分析条件

流动相：甲醇：纯水 = 70:30

流速：0.2mL/min

进样体积：10 μL

色谱柱：2.0mm I.D. × 150mm，5 μm

柱温：40℃

质谱参数：SCAN模式下EVENT TIME 0.5S，Detector 1.5kV，Threshold 5000，SCAN RANGE 60-600m/z；

SIM模式下EVENT TIME 0.5S，Detector 1.5kV，监测离子178m/z。

■ 标样及样品处理

取1mg/mL标样原液用水稀释配制六个不同浓度的标样，分别为0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1mg/L。

取0.5mL可乐（已排气泡）添加到1000mL容量瓶中，用纯水定容，得到样品稀释液，稀释倍数2000。

■ 分析结果

1. 扫描模式下定性结果

配制10mg/L标样进样10 μL，结果如图1和图2所示。

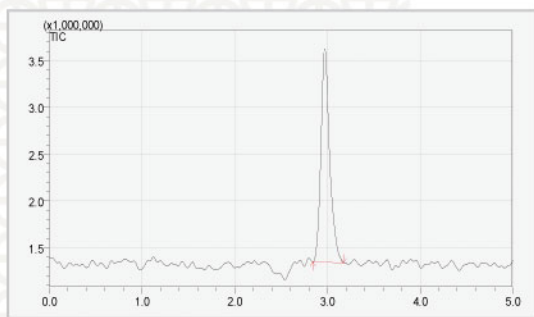


图 1 TIC图

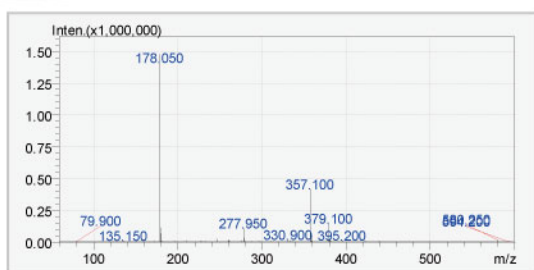


图 2 质谱图

理论上分子应失去一个钠离子后得到质荷比178m/z的离子，与图2完全吻合。

2. 校准曲线及检测线

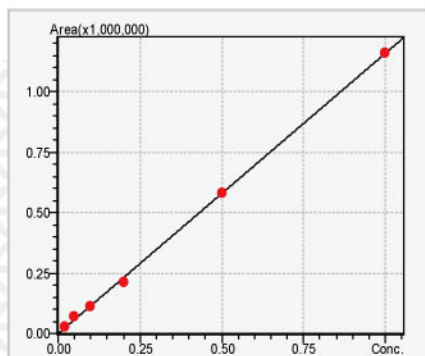


图 3 校准曲线

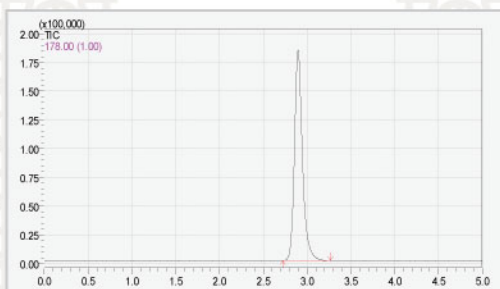


图 4 1mg/L标样SIM图谱

校准曲线如图3所示，得到校准曲线方程 $Y=1,159,411X-1,214.988$ ，相关系数 $R=0.9997$ 。LOD为 $0.909 \mu\text{g/L}$ ，LOQ为 $2.76 \mu\text{g/L}$ 。

3. 重现性和回收率

将1mg/L标样连续进样5次，分别计算保留时间和峰面积的重复性，结果见表1。

表1

编号	保留时间	峰高	峰面积
1	2.994	161,757	1,070,149
2	2.990	165,503	1,084,953
3	2.986	164,253	1,077,366
4	2.980	164,611	1,081,845
5	2.975	167,531	1,101,223
Average	2.985	164,731	1,083,107
RSD%	0.255	1.27	1.06

测得样品稀释后浓度为 0.169mg/L ，乘以稀释倍数2000，说明样品中甜蜜素原始浓度为 338mg/L 。而国标要求是 650mg/L 以下，说明该样品中甜蜜素含量符合国标要求。在该样品稀释液中添加浓度为 0.2mg/L 的标样，测得的结果为 0.348mg/L ，说明加样回收率为89.5%。

结论

建立了甜蜜素的液质联用检测方法。该方法操作简单，不需预处理，分析速度快，灵敏度好，重复性佳，适合用来快速检测可乐等饮料中的甜蜜素含量。