

顶空 - 气相色谱法测定高果糖浆中乙醛含量

GC-291

摘要： 本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-20 顶空进样器建立了高果糖浆中乙醛含量的检测方法。采用外标法定量，在 30~180 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，目标化合物乙醛的相关系数 $R > 0.999$ 。取浓度为 60 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液，进行 6 次平行测试，化合物峰面积 RSD 小于 5.0%。以某品牌高果糖浆为样品，添加标准溶液低中高三个浓度，加标回收率在 95.4~106.7% 之间。该方法操作简单，灵敏度高，可用于高果糖浆中乙醛含量的测定。

关键词： 气相色谱法 顶空进样器 高果糖浆 乙醛

技术特点：

- ❖ 顶空进样技术大大减小了样品对气相色谱仪产生的污染。
- ❖ 分析时间短 (7 min 内组分出峰)，有效提高了分析的效率。

乙醛 (Acetaldehyde) 别名醋醛，化学式 CH_3CHO ，可溶于水，混溶于乙醇、乙醚等溶剂，主要用作还原剂，工业上用于制造多聚乙醛、乙酸、合成橡胶等。2017 年 10 月 27 日，世界卫生组织国际癌症研究机构将乙醛列入 2B 类致癌物清单中。因此，对人体而言，乙醛具有一定的致癌隐性。不仅如此，乙醛还会导致人体急性、亚急性中毒，表现有体重减轻、贫血、谵妄、视

听幻觉、智力丧失和精神障碍；致畸性，可引起植物及低等动物染色体畸变；生殖毒性；生态环境危害性等。

作为糖果等食品的原料，对高果糖浆中乙醛的含量测定大有必要。本文采用岛津 GC-2010Pro+HS-20 顶空进样器进行分析，该方法灵敏度高、重复性好，可用于高果糖浆中乙醛的含量的测定，为糖浆类原料中乙醛的测定提供参考依据。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

顶空进样器：HS-20

1.2 分析条件：

顶空参数：

恒温炉温度：80 $^{\circ}\text{C}$

传输线温度：105 $^{\circ}\text{C}$

样品瓶恒温时间：30 min

样品瓶加压时间：0.5 min

加压平衡时间：0.1 min

导入时间：0.5 min

样品流路温度：100 $^{\circ}\text{C}$

加压气压：100 kpa

进样时间：0.5 min

进样针冲洗时间：1 min

GC 循环时间：17 min

GC 参数：

色谱柱：SH-Rtx-wax, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)_50 $^{\circ}\text{C}$ /min_200 $^{\circ}\text{C}$ (0.8 min)

载气： N_2

载气控制方式：恒线速, 39.2 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：10:1

检测器：FID

检测器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

氢气流量：40.0 mL/min

空气流量：400.0 mL/min

1.3 样品前处理

准确称量高果糖浆 1.0 g 于 20 mL 顶空瓶中，加纯水至 10 mL，加 1% 磷酸 0.5 mL，旋紧瓶盖，充分摇匀后，放入沸水浴锅中，加热 60 min，待测。

■ 结果与讨论

2.1 标准品溶液色谱图

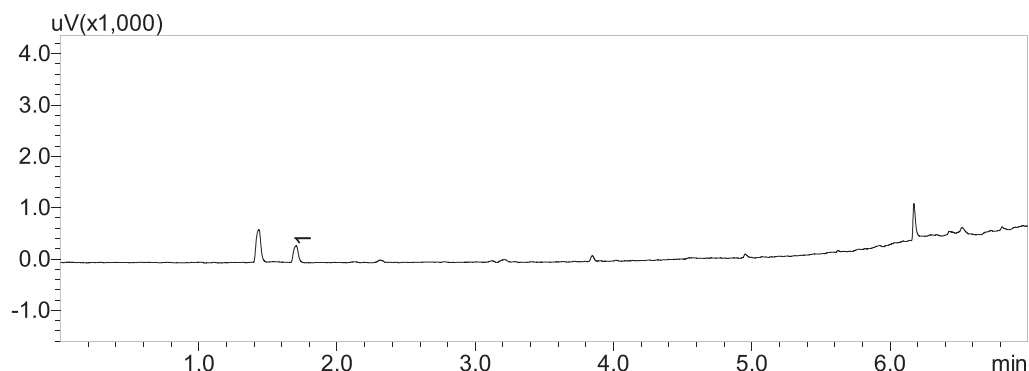


图 1 标准溶液色谱图（浓度：90 $\mu\text{g/L}$ ）

表 1 化合物信息表

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	乙醛	Acetaldehyde	75-07-0	1.706

2.2 标准曲线和检出限

配制 30.0、60.0、90.0、120、180 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，于上述 1.2 分析条件下分析。以浓度为横坐标，以化合物的峰面积值为纵坐标，建立标准曲线，如图 2 所示，并按照 3 倍 S/N 计算乙醛的仪器检出限，乙醛的相关系数、检出限见表 2。

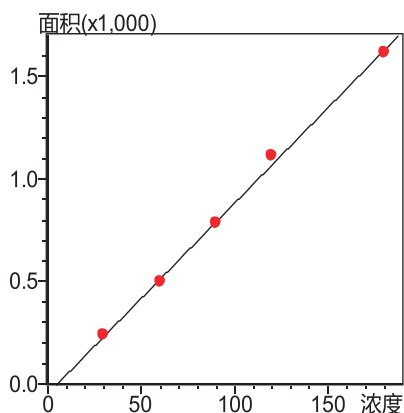


图 2 乙醛标准曲线

表 2 乙醛的相关系数、仪器检出限

No.	化合物	相关系数	检出限 ($\mu\text{g/L}$)
1	乙醛	0.9991	14.6

2.3 重复性测试

取浓度为 60.0 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，结果见表 3。从表 3 结果可以看出，乙醛在 60.0 $\mu\text{g/L}$ 浓度下峰面积 RSD 小于 5.0%，表示该方法具有良好的重复性。

表 3 峰面积重复性结果

No	化合物名称	峰面积						峰面积 RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	乙醛	499	492	505	446	477	494	4.43

2.4 实际样品测试与加标回收率测试

以某品牌高果糖浆作为样品，分别加入上述标准溶液，添加浓度为 90.0、120、160 $\mu\text{g/L}$ ，按照 1.3 前处理方法进行测定，计算其加标回收率，试样色谱图如下图 3 所示，加标回收结果见表 4。从表 4 可以看出，乙醛的加标回收率在 95.4~106.7%。

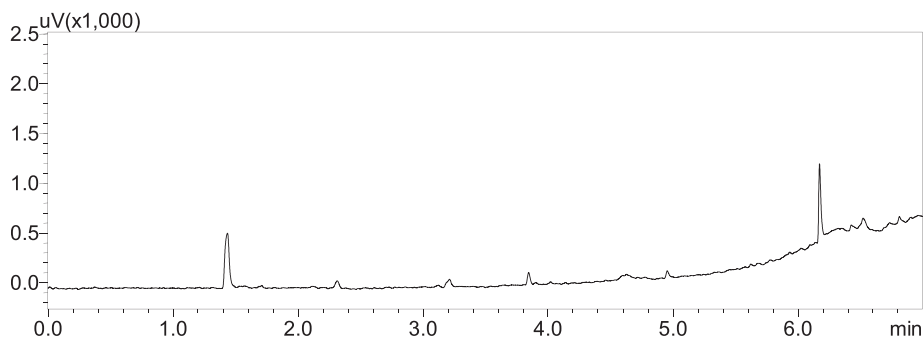


图 3 实际样品色谱图

表 4 加标回收测试结果

No.	化合物	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)		
			90.0 $\mu\text{g/L}$	120 $\mu\text{g/L}$	160 $\mu\text{g/L}$
1	乙醛	N.D.	95.4	106.7	99.8

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本方法利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪 +HS-20 顶空进样器建立了高果糖浆中乙醛含量的检测方法。实验结果表明，在 30~180 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，目标化合物乙醛的相关系数 $R > 0.999$ 。取浓度为 60 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液，进行 6 次平行测试，化合物峰面积 RSD 小于 5.0%。以某品牌高果糖浆为样品，添加标准溶液低中高三个浓度，加标回收率在 95.4~106.7% 之间。该方法操作简单、灵敏度高、重复性好，适用于高果糖浆中乙醛含量测定。

岛津应用云

