

# 高效液相色谱法测定食品中乙二胺四乙酸二钠的含量

LC-395

**摘要：** 本文使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，参考现行标准《SN/T 3885-2014 出口食品中乙二胺四乙酸二钠的测定》，建立了食品中乙二胺四乙酸二钠含量的测定方法。实验结果显示，乙二胺四乙酸二钠在 0~100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的浓度范围内线性相关系数  $r$  为 0.9998；标准品溶液重复进样 6 次，峰面积 RSD% 为 0.54%；加标回收率实验中，乙二胺四乙酸二钠的平均加标回收率在 92.9~96.4% 之间。该方法简单快捷，可有效检测食品中乙二胺四乙酸二钠的含量。

**关键词：** 高效液相色谱仪 食品 乙二胺四乙酸二钠

## 技术特点：

- ❖ 使用三氯化铁衍生、三氯甲烷净化，可有效去除样品中的杂质干扰；
- ❖ 使用 ShimNex HE SAX 色谱柱分析，相对于比色法、滴定法等。能有效将 EDTA-2Na 络合物和其他络合物区分开，有效的提高样品的分析效率及准确性。

乙二胺四乙酸二钠又叫做 EDTA-2Na，是一种常用的稳定剂、凝固剂、抗氧化剂和防腐剂。在食品中，由于金属离子的存在，使其性质不稳定，易发生变质。添加 EDTA-2Na 后，金属离子可与 EDTA-2Na 发生络合，形成稳定的化合物，从而使食品的性质保持稳定，所以 EDTA-2Na 广泛使用于饮料、乳制品、罐装及瓶装食品中。但长期食用过多的 EDTA-2Na，会导致人体微量元素的流失，影响身体健康。并且对粘膜和上呼吸道、眼睛、皮肤有刺激

作用，过多使用可能会引起严重的眼刺激现象。因此，在食品质量管控中，乙二胺四乙酸二钠的含量测定是十分必要的。

本文参考《SN/T 3885-2014 出口食品中乙二胺四乙酸二钠的测定》，使用岛津 Essentia LC-16 进行分析。所建方法准确度高、重复性好，可用于食品中乙二胺四乙酸二钠含量的测定，为食品质量保证提供准确的检测手段。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，具体配置为：

系统控制器：CBM-20Alite

输液泵：LC-16  $\times$  2

柱温箱：CTO-16

色谱工作站：LabSolutions Essentia V.5.98

脱气机：DGU-20A 3R

自动进样器：SIL-16

检测器：SPD-M40

### 1.2 分析条件

色谱柱：ShimNex HE SAX (150 mm $\times$ 3.0 mm I.D., 3 $\mu\text{m}$ )，

岛津（上海）实验器材有限公司，P/N：380-01245-03

流动相 A：甲醇；

进样体积：20  $\mu\text{L}$

流速：1.0 mL/min

洗脱方式：等度洗脱，B 相浓度为 90%

流动相 B：0.0075 mol/L 磷酸二氢钾溶液  
(用磷酸调节 pH 至 2.3)

检测波长：260 nm

柱温：25 $^{\circ}\text{C}$

## ■ 样品前处理

按照《SN/T 3885-2014 出口食品中乙二胺四乙酸二钠的测定》标准中的样品前处理步骤进行处理，具体如图 1 所示。

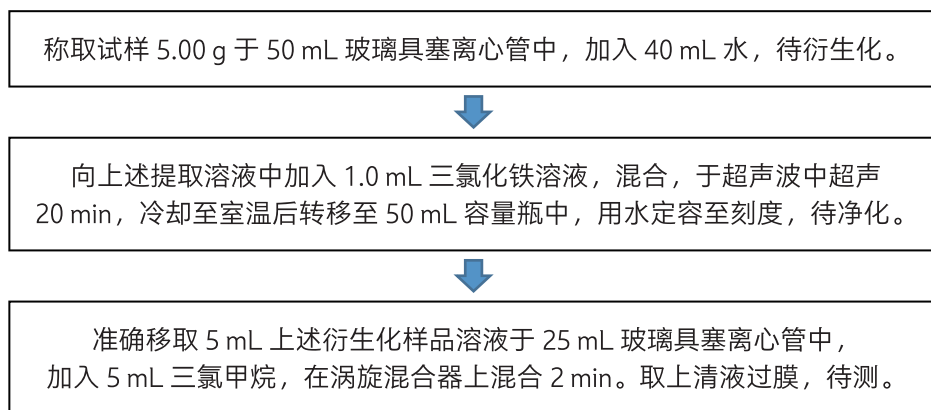


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标样色谱图

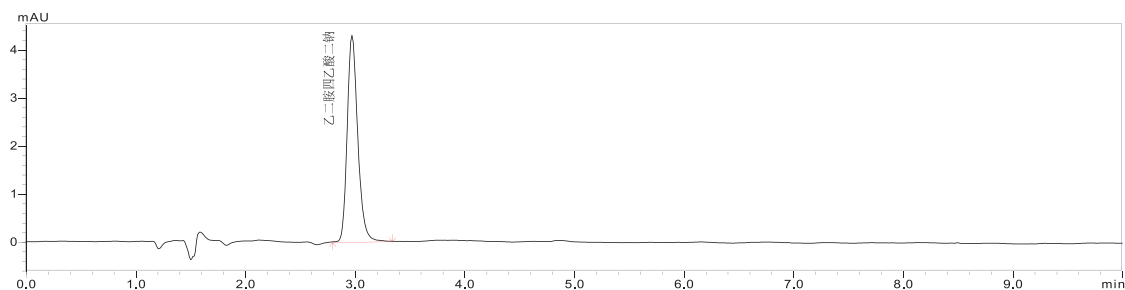


图 2 2.0 µg/mL 乙二胺四乙酸二钠标准品色谱图

表 1 化合物信息

化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
乙二胺四乙酸二钠	Ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt	139-33-3	2.912

### 3.2 校准曲线和检出限

分别配制 2、4、10、20、40、100 µg/mL 的乙二胺四乙酸二钠标准工作溶液，按 1.2 项下分析条件进样分析，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制校准曲线，其相关系数为 0.9998，准确度为 87.3%-102.8%，线性良好。所得校准曲线结果如图 3 所示。根据最低浓度点标样数据，以 3 倍信噪比计算方法检出限为 0.9 µg/kg，以 10 倍信噪比计算方法定量限 3.0 µg/kg。所得目标物校准曲线、检出限、定量限结果，如表 2 所示。

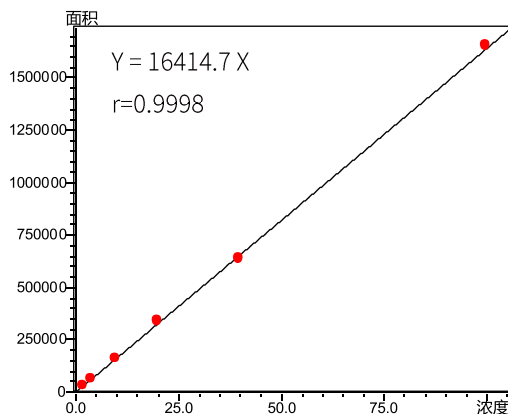


图3 乙二胺四乙酸二钠标准曲线图

### 3.3 重复性实验

按照 1.2 分析条件，取乙二胺四乙酸二钠 2 μg/mL 标准工作溶液，重复进样 6 次，考察仪器稳定性。结果表明，乙二胺四乙酸二钠 2 μg/mL 保留时间 RSD% 为 0.19%，峰面积 RSD% 为 0.53%，方法重复性、仪器精密度良好。

### 3.4 实际样品测试

取某食品样品，按 2 项下样品前处理步骤进行处理，上机检测。所得结果为样品中乙二胺四乙酸二钠为未检出。食品样品色谱图如下图 4 所示。

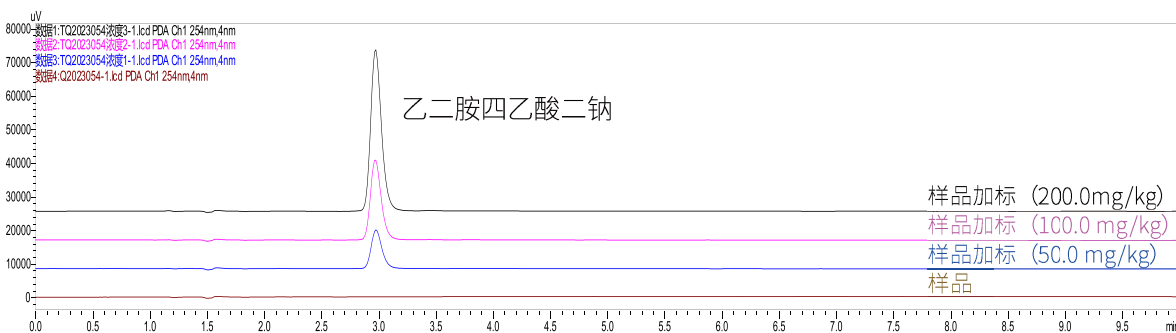


图4 样品与样品加标色谱图

### 3.5 加标回收测试

取某食品样品 5.00 g，按照 2 项下样品前处理步骤制备样品和加标样品，进行低、中、高浓度加标实验，乙二胺四乙酸二钠加标量分别为 50.0、100.0 和 200.0 mg/kg。结果显示，各水平的加标回收率在 92.9~96.4% 之间，相对标准偏差 RSD% 在 0.15~0.25% 之间，结果见表 2。

表 2 加标回收测试结果 (n=3)

化合物名称	含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	测定含量 (mg/kg)			RSD (%)	平均回收率 (%)
			1	2	3		
乙二胺四乙酸二钠	未检出	50.0	46.32	46.47	46.54	0.25	92.9
		100.0	95.78	96.06	96.05	0.17	96.0
		200.0	192.89	192.45	192.99	0.15	96.4

## ■ 结论

本文使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立一种简便、快速、准确的分析方法，用于检测食品中乙二胺四乙酸二钠的含量。该方法采用外标法定量，保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中，乙二胺四乙酸二钠的回收率在 92.9~96.4% 之间，回收及精密度良好。该方法操作简捷，所得检出限、线性、重复性等结果均优于标准相关要求。

岛津应用云

