

调味面制品中甜蜜素的测定

夏雪萍*

(靖江市产品质量监督检验所, 靖江 214500)

摘要: 目的 测定调味面制品中的环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)。方法 采用毛细管气相色谱法(氢火焰离子化检测器 FID)测定食品添加剂甜蜜素在调味面制品中的残留量。结果 该法定量线性关系良好, 回归方程为: $Y=0.489876X-1.12084$ ($r=0.99976$), 最低检测限为: 0.002 g/kg, 加标回收率为 85.2%~105.3%。结论 该方法灵敏度高、操作方便、准确、稳定性好, 适合调味面制品中甜蜜素的测定。

关键词: 调味面制品; 甜蜜素; 气相色谱法

Determination of sodium cyclamate in seasoned flour food

XIA Xue-Ping*

(Jingjiang Quality Supervision and Inspection Institute, Jingjiang 214500, China)

ABSTRACT: Objective To determine the content of sodium cyclamate in seasoned flour food. **Methods** The content of sodium cyclamate was determined by gas chromatography with FID detector. **Results** There was a good linear relation, and the regression equation was: $Y=0.489876X-1.12084$ ($r=0.99976$). The limit of quantification was 0.002 g/kg. The recovery was from 85.2% to 105.3%. **Conclusion** The method is sensitive, easy to operate, accurate and stable, therefore can be used for sodium cyclamate content determination.

KEY WORDS: seasoned flour food; sodium cyclamate; gas chromatography

1 引言

甜蜜素, 又名环己基氨基磺酸钠, 是食品中常用的添加剂, 其甜度是蔗糖的 30~40 倍, GB2760-2011《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》规定冷冻饮品、水果罐头、果酱、蜜饯、糕点、饮料、配制酒、果冻等产品允许限量添加。但摄入过量对人体的肝脏和神经系统会造成危害, 特别是对代谢能力较弱的老人、孕妇、儿童危害更为明显。但一些不法分子为了降低生产成本, 减小白砂糖的使用量, 滥用此类食品添加剂。

调味面制品是以面粉为主要原料调制而成的食品, 此类食品多以仿肉制品的面目出现, 味道比较鲜美, 在学校周边的小摊小贩大多都有销售, 价格比较

低廉, 名称繁多, 如素牛筋、棒棒牛, 吃得欢等等, 深得小朋友的喜爱。GB2760-2011 规定调味面制品中不允许添加甜蜜素, 而一些不法分子为了迎合小朋友的口味, 降低生产成本, 违规添加甜蜜素, 制造了“甜蜜”的口感。因此对调味面制品中甜蜜素的测量是必要的, 需要加强监管力度。本文建立了用气相色谱测定调味面制品中甜蜜素的定性定量方法。

2 材料和方法

2.1 仪器设备

GC7890A 气相色谱配 FID 检测器 (美国安捷伦公司); SPH-300 氢气发生器(北京中惠普分析技术研究所); TD/40B 离心机(上海安亭科学仪器厂); SHA-C 恒温振荡器(常州国华电器有限公司); SK-1 漩涡混匀

*通讯作者: 夏雪萍, 工程师, 靖江市产品质量监督检验所副所长, 研究领域: 食品检测技术、食品监管。Email: spaceward@sohu.com

器混匀(常州国华电器有限公司)。

2.2 材料与试剂

市场抽检的样品;重蒸的正己烷(天津百世化工有限公司),亚硝酸钠、纯硫酸、氯化钠(国药集团化学试剂有限公司),均为分析纯;去离子水;甜蜜素标准品 99.0%(德国 Dr.Ehrenstorfer 公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 色谱条件

色谱柱: ZB-FFAP(30 m×0.25 mm×0.25 μm)毛细管柱;进样量体积为 1.0 μL;汽化温度: 220 °C;分流比 10:1;流速: 氮气流速 0.6 L/min;氦气流速 50 mL/min;空气流速 450 mL/min;尾吹 50 mL/min;柱温 60 °C, 8 °C/min 升至 110 °C。

2.3.2 样品制备

取待测样品经 SQ2119N 多功能食品加工机绞碎混均后,称取 2.00~3.00 g 粉碎样品于研钵中,研磨均匀至流体粉末,转移至 100 mL 容量瓶中,加水(去离子水,以下操作没有特殊说明均为去离子水)冲洗研钵,并将洗液转移至容量瓶中,加水定容至刻度,在振荡器上摇匀,放置 1 小时(期间不时摇动容量瓶)后过滤。

准确吸取滤液 10 mL 于 50 mL 具塞比色管中,依次加入 5 mL 100 g/L 硫酸溶液和 5 mL 50 g/L 亚硫酸钠溶液,加水定容至 25 mL,经 SK-1 漩涡混匀器混匀,在冰浴中放置 15 min(期间不时手摇比色管达 80 次以上)。添加 5 g 氯化钠,经 SK-1 漩涡混匀器混匀,待氯化钠溶解后加入 10 mL 正己烷,充分混匀,待静止 15 分钟分层后,吸出上清液 10 mL 于具塞离心管中,在 3000 r/min 的转速条件下离心 10 分钟,将部分上层正己烷层移入 GC 自动进样器瓶中,供 GC 分析。

2.4 标准曲线的建立

准确称取甜蜜素标准品 1.0000 g,用水稀释并定容至刻度,摇匀,配制成浓度为 10.0 mg/mL 甜蜜素标准储备液。将 10.0 mg/mL 标准储备液逐级稀释成 5、10、20、40、100 μg/mL 的标准溶液,取上述标准溶液各 10 mL 于 50 mL 具塞比色管中,自“加入 5 mL 100 g/L 硫酸溶液”起,依 2.3.2 中方法进行提取,提取液供 GC 分析。

3 计算和结果

3.1 校正曲线

采用外标法定量,以峰面积对浓度绘制标准曲线,

结果见图 1。结果表明,甜蜜素在 5~100 μg/mL 浓度范围内线性较好,回归方程: $Y=0.489876 \cdot X-1.12084$,线性相关系数 $r=0.99976$,最低检测限为: 0.002 g/kg。

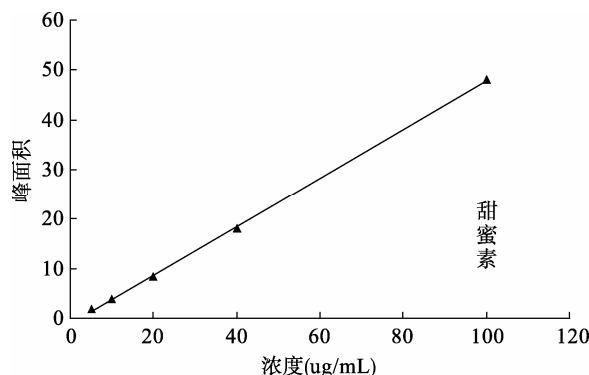


图 1 甜蜜素校正曲线

Fig. 1 The standard curve of sodium cyclamate

3.2 样品的测定

图 2 为调味面制品中的甜蜜素色谱图,图中横坐标为甜蜜素在(FID)检测器上的电流信号,纵坐标为采样时间,根据样品的峰面积,由甜蜜素校正曲线查出样品中甜蜜素的浓度。

3.3 计算公式

$$X = \frac{A \times 10 \times V_1}{m \times 1000 \times V_2}$$

X—试样中甜蜜素的含量 g/kg

A—从校正曲线得到的甜蜜素的浓度 μg/mL

V₁—试样定容的体积 mL

V₂—取样液体积 mL

m—试样质量 g

10—正己烷加入量 mL

3.4 方法回收率

分别向空白调味面制品中添加 10、20、40 μg/mL 3 个水平的甜蜜素标准溶液各 1 mL。按 2.3.2 对其进行处理测定,测得甜蜜素 3 个添加水平的回收率在 85.2%~105.3%,相对标准偏差 RSD 为 2.52~2.91%。(回收率越靠近 100%,说明测量的准确度就越高,相对标准偏差 RSD 越低,说明分析的精密度越高。本实验室内控标准:回收率为 80%~120%;相对标准偏差 RSD<5%)。

4 讨论

4.1 色谱条件的选择

国标法采用不锈钢柱,本法采用 ZB-FFAP 毛细

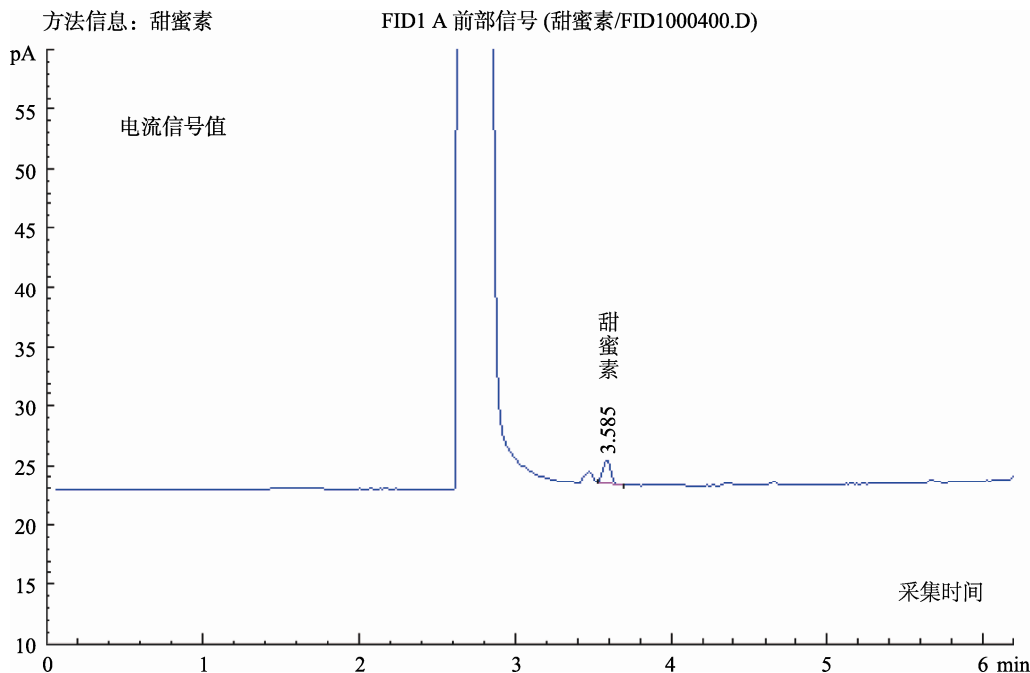


图2 调味面制品中的甜蜜素色谱图

Fig. 2 GC chromatograms of sodium cyclamate in seasoned flour food

管柱。气相色谱分析甜蜜素的基本原理: 在酸性条件下, 环己氨基磺酸钠与亚硝酸反应生成环乙醇亚硝酸酯。研究中发现柱温对峰高有很大的影响, 柱温升高, 保留时间缩短, 峰变窄, 柱温降低, 峰高变低, 峰变宽, 本实验柱温为 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, 并以 $8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升程序升温至 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 峰形和分离度都达到较好的效果。

4.2 标准曲线制作方式比较

国家标准采用单个标准, 进样 $1\sim 5\text{ }\mu\text{L}$, 根据进样量不同绘制标准曲线, 本次试验采用5个不同浓度的甜蜜素标系列同时进行酯化, 进样量均为 $1\text{ }\mu\text{L}$, 绘制标准曲线, 减少了酯化反应过程产生的误差, 结果更为准确。

4.3 反应条件的控制

本实验反应在冰浴中进行, 将放有适量自来水的不锈钢容器放进冷冻箱中冷冻半小时左右, 待上层刚结薄冰, 再加入适量的冰块, 将比色管放入其中。整个过程均保证不锈钢容器内冰块不全部融化, 这样保证了低温和酯化完全。

5 结论

甜蜜素作为调味面制品中重点检测项目, 研究和建立其残留量的分析是评价该类产品安全性的重要工作。本法对国家检测标准作了改进, 不同浓度的

甜蜜素标准系列同时酯化减少了反应误差; 将不锈钢柱改为毛细管柱, 以达到更好的分离效果; 整个过程在冰浴中进行, 保证了反应的低温。该法具有操作简便、重现性好、成本低等优点, 适合调味面制品中甜蜜素的测定。

参考文献

- [1] 余胜冰, 黄伟雄, 许瑛华, 等. 测定饮料中甜蜜素毛细管柱气相色谱方法研究[J]. 华南预防医学, 2010, 36(4): 67-71.
- [2] 中华人民共和国卫生部, 中国国家标准化管理委员会. GB2760-2011 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[M]. 北京: 中国标准出版社, 2011: 28-29.
- [3] 中华人民共和国卫生部, 中国国家标准化管理委员会. 食品卫生检验方法 理化部分(一)[M]. 北京: 中国标准出版社, 2003: 617-618.
- [4] 王秀萍, 王宪恩. 仪器分析技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 5-32.

(责任编辑: 孙媛媛)

作者简介



夏雪萍, 工程师, 靖江市产品质量监督检验所副所长, 研究领域: 食品检测技术、食品监管。

E-mail: spaceward@sohu.com