

# 离子色谱法测定食品中的安赛蜜含量

赵士权\*, 查河霞

(南京市疾病预防控制中心, 南京 210003)

**摘要:** **目的** 建立离子色谱法测定食品中安赛蜜的含量。**方法** 样品采用纯水超声浸提, 提取液经 C<sub>18</sub> 固相萃取小柱除杂后, 用戴安 AS-19(250 mm×4 mm, 7.5 μm) 色谱柱进行分离, 以 20 mmol/L KOH 作为淋洗液进行电导检测, 以外标法定量。**结果** 安赛蜜在 1.0~5.0 mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数 *r* 为 0.9992; 方法回收率为 95.0%~98.8%, 对阳性样品进行 6 次重复测定, 计算结果的相对标准偏差为 0.20%; 检出限为 0.5 mg/kg。食品中的常规阴离子如硫酸根离子、氯离子、乙酸根等以及样品的 pH 均不干扰安赛蜜的测定。**结论** 该方法准确灵敏且快速简便, 可以用于食品中安赛蜜的测定。

**关键词:** 离子色谱法; 食品; 安赛蜜

## Determination of acesulfame potassium in foodstuffs by ion chromatography

ZHAO Shi-Quan\*, ZHA He-Xia

(Nanjing Center for Disease Control and Prevention, Nanjing 210003, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the determination of acesulfame potassium in foodstuffs by ion chromatography. **Methods** The samples were extracted by ultrasonic with pure water. The extract was cleaned up by a C<sub>18</sub> solid phase column, separated with Dionex AS-19 (250 mm×4 mm, 7.5 μm), and then detected with conductivity detector using 20 mmol/L potassium hydroxide as mobile phase, and external standard method was used for quantification. **Results** Acesulfame potassium had a good linear relationship in the range of 1.0~5.0 mg/L with correlation coefficient of 0.9992. The recoveries were in the range of 95.0%~98.8%. The positive samples were detected for repeated 6 times and the relative standard deviation was 0.20%. The limit of detection was 0.5 mg/kg. The conventional anions such as sulfate ion, chloride ion and acetate ion and pH in foodstuffs did not interfere with the determination of acesulfame potassium. **Conclusion** The method is accurate, sensitive, rapid and simple, which can be used for the determination of acesulfame potassium in foodstuffs.

**KEY WORDS:** ion chromatography; foodstuffs; acesulfame potassium

## 1 引言

安赛蜜化学名为 6-甲基-1,2,3-氧噻嗪-4(3H)-酮-2,2-二氧化物钾盐, 又名阿尔适尔芳钾、乙酰磺胺酸钾, 也称 A-K 糖, 是一种人工合成的有机物, 被广泛作为甜味剂用于食品加工。它和糖精钠有类似理学性质, 易溶于水、对光和

热相对稳定, 能够耐受 225 °C 的高温, 在较大 pH 值变化范围内不发生变化, 是目前发现的稳定性最好的甜味剂之一。烘焙食品和酸性果汁饮料应用较多。它在使用时很少与其它食品成分或添加剂发生化学反应。安赛蜜作为目前世界上第 4 代合成甜味剂, 和其他甜味剂混用能产生很强的协同效应, 常规浓度下可增强甜度 30%~50%, 甜味纯正

\*通讯作者: 赵士权, 副主任技师, 主要从事理化检验研究。Email: 1030175201@qq.com

\*Corresponding author: ZHAO Shi-Quan, Associate Chief Technician, Nanjing Center for Disease Control and Prevention, Nanjing 210003, China. Email: 1030175201@qq.com

而浓烈, 优于蔗糖甜味且持续时间长, 与甜味素等量使用有明显增效作用<sup>[1-4]</sup>。

经联合国 FAO/WHO 食品添加剂专家委员会允许, 安赛蜜可用作食品添加剂, 但日均摄入量(acceptable daily intake, ADI)不得超过 15 mg/kg。1991 年我国也批准安赛蜜用于食品、饮料等加工领域, 但不得超范围和超量使用<sup>[5,6]</sup>。经常食用含有安赛蜜的食品会对人体健康产生不利影响, 为防止食品生产企业在食品加工过程中滥用安赛蜜, 有必要对食品中的安赛蜜含量进行检测<sup>[7-11]</sup>。

目前测定安赛蜜的国家标准方法是高效液相色谱法<sup>[12]</sup>。实验过程中使用了大量的有机溶剂, 对环境以及检测者的健康都有一定影响且仅限于饮料中的测定, 因此考虑利用安赛蜜在水中电离产生乙酰磺胺酸根离子的性质, 用纯水浸提食品中的安赛蜜, 经过 C<sub>18</sub> 小柱除杂后, 用 KOH 水溶液作为淋洗液进行离子色谱法检测<sup>[13-17]</sup>。本研究建立食品中安赛蜜的离子色谱法测定法, 该方法具有灵敏、准确、干扰少且简便快速等优点, 可以用于常规食品中安赛蜜的测定。

## 2 材料与方 法

### 2.1 试剂及仪器

甲醇(分析纯, 南京化学试剂厂); 安赛蜜(标准品, 购自国药集团化学试剂有限公司)。

ICS-2000 型离子谱仪(配备 KOH 淋洗液发生器、AS40 自动进样器以及电导检测器和色谱系统平台操作软件, 美国戴安公司); 半自动固相萃取仪(美国 Supelco 公司); P500H 型超声清洗器(南京叁君达超声设备有限公司); MilliQ 型纯水器(美国 Millipore 公司)。

### 2.2 材 料

随机抽样南京市售食品作为检测样品, 样品包含乳制品、果酱、蜜饯、糖果、果冻、饮料以及饼干等共 13 份。

### 2.3 实验方法

#### 2.3.1 标准曲线的绘制

安赛蜜标准储备溶液: 精确称取 0.1000 g 安赛蜜固体粉末于 100 mL 容量瓶中, 用超纯水溶解、稀释并定容至刻度, 摇匀。临用时用纯水稀释成 0.01 mg/mL 的安赛蜜标准工作液。

分别准确移取安赛蜜的标准工作液 0、1.00、2.00、3.00、4.00 和 5.00 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度, 摇匀。配制成质量浓度分别为 0、1.00、2.00、3.00、4.00 和 5.00 mg/L 的安赛蜜标准系列溶液, 经 0.2 μm 的微孔滤膜过滤后装入 AS40 自动进样器样品管中, 待测。以峰面积对标准溶液浓度进行线性拟合, 制作标准曲线。

#### 2.3.2 样品前处理

称取 1.00 g 固体样品或移取 1.00 mL 液体样品于 100

mL 烧杯中, 加纯水 50 mL, 用超声波浸提 15 min, 过滤后滤渣用纯水洗涤 3 次后弃去, 合并滤液于 100 mL 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度并摇匀。

对于鱼类、肉类等含有大量脂肪的食品, 采用称样后加少量纯水匀浆, 超声提取后以纯水定容, 常温下以 10000 r/min 离心 15 min, 常温下离心去除脂肪; 乳及其制品, 其蛋白质含量较高, 采用称样后加少量纯水摇匀, 超声提取 15 min, 加入 3% 乙酸溶液 2 mL, 于 4 °C 置 20 min 以便蛋白质沉淀完全, 取出至室温, 以纯水定容。将半自动固相萃取仪装上 C<sub>18</sub> 固相小柱, 用 5 mL 甲醇活化固相小柱, 用 10 mL 超纯水清洗并调节流速至 10 滴/min, 将定容后的样品溶液上柱, 弃去前 2 mL 流出液, 收集 5 mL 流出液, 经 0.2 μm 的微孔滤膜过滤后装入 AS40 自动进样器样品管中, 供离子色谱分析。

#### 2.3.3 仪器条件

进样体积: 50 μL; 柱温选择为 30 °C; 分析柱选用 AS-19 型阴离子柱, 保护柱型号为 AG-19 型; 淋洗液: 20 mmol/L KOH; 流速: 1.0 mL/min; 抑制器选用 ASRS-ULTRAII 4 mm 型抑制器, 采用自循环模式, 抑制电流选择 70 mA; 检测器采用电导检测器, 检测池温度选择为 30 °C。

## 3 结果与讨论

### 3.1 样品前处理优化

安赛蜜是一种弱酸钾盐, 其水溶液易电离产生乙酰磺胺酸根离子和钾离子, 电离达到平衡后, 乙酰磺胺酸根离子可以稳定存在于水溶液中, 所以采用纯水作为提取剂对食品中安赛蜜进行提取。试验表明, 用超声可以大大加快提取速度。由于大多数的食品中存在糖类、脂类、蛋白质等大分子物质, 这些大分子物质容易沾着在离子色谱柱, 使分析柱及保护柱的压力增加, 从而会缩短分析柱及保护柱的使用寿命, 因此有必要运用适当的方法去除这些大分子物质。试验发现, 选用 SPE 固相萃取小柱对提取液进行净化处理, 乙酰磺胺酸根在过 C<sub>18</sub> 小柱前后浓度无明显变化, 做了 5 次加标回收试验, 回收率均超过 95%。样品处理完毕应及时检测, 否则会吸收空气中的二氧化碳生成碳酸, 碳酸电离产生干扰离子, 会影响乙酰磺胺酸根的测定。

### 3.2 分析柱的选择

乙酰磺胺酸根离子在常用的几种阴离子交换色谱柱上都会有所保留(AS11~23)。实验初期, 选用疏水性比较强的 AS14 阴离子柱作为分析柱, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/NaHCO<sub>3</sub> 混合溶液作为淋洗液, 采用电导检测器对乙酰磺胺酸根离子标准溶液进行定量分析。但由于乙酰磺胺酸根离子在 AS14 阴离子柱上保留比较强, 很难用 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/NaHCO<sub>3</sub> 淋洗系统把乙酰磺胺酸根离子从分析柱上洗下来, 需要在淋洗液系统中加入乙腈作为改进剂, 而乙腈对环境以及操作者的健康

都有一定的不利影响,所以放弃该柱而选用亲水性较强的AS19阴离子柱。结果表明,AS19阴离子柱对乙酰磺胺酸根离子保留作用较弱,可以在较短时间内出峰,且峰形较好。以20 mmol/L KOH溶液作为淋洗液对食品提取液的乙酰磺胺酸根进行定量分析时,食品中常见阴离子如氟离子、氯离子、硝酸根、硫酸根以及食品中常添加的防腐剂如脱氢乙酸、山梨酸和苯甲酸等均与乙酰磺胺酸根离子之间能达到基线分离,且分离度均大于1.5。

### 3.3 色谱图结果

模拟配制了含有食品中常见4种阴离子(氟离子、氯离子、硝酸根、硫酸根,浓度分别为1、10、1、20 mg/L)与乙酰磺胺酸根离子(浓度为5 mg/L)的混合溶液,进行离子色谱测定,得到离子色谱图,见图1。

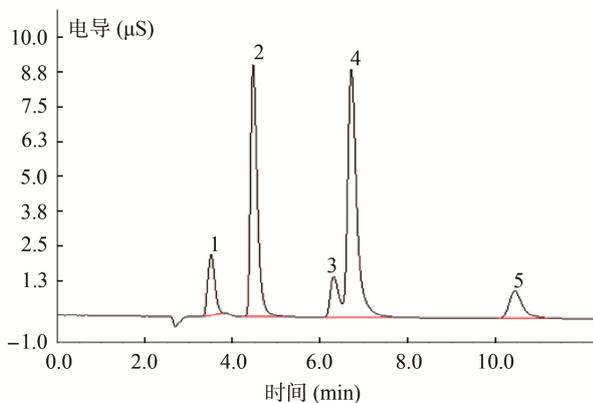


图1 食品中常见阴离子与乙酰磺胺酸根的离子色谱图

Fig. 1 Chromatogram of the conventional anions and acesulfame in foodstuffs

(1为氟离子、2为氯离子、3为硝酸根、4为硫酸根、5为乙酰磺胺酸根离子)

### 3.4 线性范围和检测限

准确配制分别含安赛蜜1.00、2.00、3.00、4.00、5.00

mg/L 5个浓度的标准溶液,放入离子色谱仪AS40自动进样器的样品架中,设置好色谱条件,进行离子色谱分析,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,得到标准曲线线性回归方程为 $Y=0.2070X-0.0679$ ,相关系数 $r$ 为0.9992。对0.1 mg/L安赛蜜溶液测定7次,以测定值的10倍标准偏差计算,方法定量检出限为0.5 mg/kg(以取样品1 g最终定容至100 mL计算)。

### 3.5 精密度和回收率

对检出安赛蜜的样品进行6次重复测定,计算结果的相对标准偏差为0.20%,低于5%。说明该方法精密度达到常规分析方法的要求,结果见表1。另取5份样品,每份样品均分留下本底后,加安赛蜜标液配成加标样品,按2.3.2处理样品,进行离子色谱分析,结果见表2。回收率在95.0%~98.8%之间,说明该方法有较高的准确度。

### 3.6 干扰试验

食品中的常见离子与乙酰磺胺酸根离子的保留时间最近的是硫酸根,为研究硫酸根对安赛蜜测定的影响情况,将一样品分成若干份,向其中加入不同量的硫酸钠,然后测定安赛蜜的含量,发现当样品中硫酸根的浓度达10%时,硫酸根离子与乙酰磺胺酸根离子仍然都能实现基线分离,分离度大于1.5。

考虑到有的食品在生产过程中会加入大量的食盐用来腌制食品,又做了氯离子的干扰实验,发现在氯离子浓度达10%时,氯离子与乙酰磺胺酸根离子也能实现基线分离,分离度大于1.5。食品中常添加的防腐剂如脱氢乙酸、山梨酸和苯甲酸等均与乙酰磺胺酸根离子之间能达到基线分离,分离度也大于1.5。同样考虑到食品pH变化可能影响安赛蜜在水溶液中的电离,又模拟食品中加乙酸,发现在乙酸根浓度达3%时也不干扰安赛蜜的测定。说明食品中的常见阴离子食品添加剂及食品的pH变化对安赛蜜的测定均不产生干扰。

表1 方法精密度

Table 1 Precision of the method

测定次数	1	2	3	4	5	6
测定值(mg/L)	0.4021	0.4020	0.3984	0.3995	0.3996	0.3984
RSD	0.20%					

表2 回收率试验结果

Table 2 Results of recoveries

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
本底值(mg/L)	未检出								
加标量(mg/L)	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	2.0	2.0	2.0
测定值(mg/L)	4.8236	4.8365	4.8263	4.8149	4.8249	4.8092	1.9755	1.9386	1.8999
回收率(%)	96.5	96.8	96.5	96.3	96.5	96.2	98.8	96.9	95.0

### 3.7 样品测定结果

对南京市售食品进行了抽样测定, 样品包含乳制品、果酱、蜜饯、糖果、果冻、饮料以及饼干等共 13 份, 其中有 3 份检出安赛蜜, 1 份为果酱, 另 2 份为糖果, 测定结果分别为 211、783 和 777 mg/kg, 均未超过标准。其他样品均未检出安赛蜜。

## 4 结 论

本研究采用离子色谱法测定食品中的安赛蜜, 直接针对乙酰磺胺根离子进行测定。该方法具有灵敏度高、精密度高、准确度好及干扰少等优点, 可以用于各类常规食品中安赛蜜的检测。

### 参考文献

- [1] Von Rymon, Lipinski GW, Huddert BE, *et al.* The new intense sweetener acesulfame K [J]. *Chem Ind*, 1983, (6): 427-432.
- [2] 田荣华. 几种新型甜味剂[J]. *中国调味品*, 1992, (10): 5-7.  
Tian RH. Some new sweeteners [J]. *J Chin Condiment*, 1992, (10): 5-7.
- [3] 李晔. 无糖烘焙食品的新型配料-AK 糖[J]. *食品科学*, 1997, 18(1): 51-54.  
Li Y. New ingredient for sugar free baked foods-AK sugar [J]. *J Food Sci*, 1997, 18(1): 51-54.
- [4] Von Rymon, Lipinski GW. The new intense sweetener acesulfame K [J]. *Food Chem*, 1985, = 16: 259-269.
- [5] GB 2760-2014 食品安全国家标准-食品添加剂使用标准[S].  
GB 2760-2014 National Food Safety Standard-Standards for uses of food additives [S].
- [6] 周宇, 余小林, 宋贤良, 等. 纽甜在青梅果脯中的应用研究[J]. *食品安全质量检测学报*, 2015, (3): 794-802.  
Zhou Y, Yu XL, Song XL, *et al.* Application of neotame in preserved greengages [J]. *J Food Saf Qual*, 2015, (3): 794-802.
- [7] 杨小玉, 王玉红, 王彦, 等. 核壳型色谱柱-反相高效液相色谱-蒸发光散射检测法同时测定饮料中 5 种人工合成甜味剂[J]. *食品工业科技*, 2016, (3): 312-316.  
Yang XY, Wang YH, Wang Y. Simultaneous determination of five intense sweeteners in beverages by core-shell column-HPLC-ELSD [J]. *J Sci Technol Food Ind*, 2016, (3): 312-316.
- [8] 刘利敏, 彭敬东. 5 种甜味添加剂的反相高效液相色谱法同时测定[J]. *分析测试学报*, 2008, 27(5): 549-552.  
Liu LM, Peng JD. Simultaneous determination of five sweeteners by reversed-phase high performance liquid chromatography [J]. *J Instrum Anal*, 2008, 27(5): 549-552.
- [9] 汪辉, 曹小彦, 李林, 等. 反相高效液相色谱法对果蔬汁饮料中 14 种常见食品添加剂的快速测定[J]. *分析测试学报*, 2009, 28(10): 1194-1197.  
Wang H, Cao XY, Li L, *et al.* Determination of fourteen familiar food additives in fruit and vegetable drink by fast reversed-phase high performance liquid chromatography [J]. *J Instrum Anal*, 2009, 28(10): 1194-1197.
- [10] 王震, 石丽珠. 超高效液相色谱-串联质谱测定饮料和酒中防腐剂与甜味剂[J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(4): 1179-1184.  
Wang Z, Shi LZ. Determination of preservative and sweetener in drink and wine by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(4): 1179-1184.
- [11] 尹江伟, 林春晓, 邹晓春, 等. 高效液相色谱法同时测定饮料中的多种添加剂[J]. *实用预防医学*, 2004, 11(3): 440-441.  
Yin JW, Lin CX, Zhou XC, *et al.* Simultaneous determination of additives in drink by high performance liquid chromatography [J]. *Prac Prev Med*, 2004, 11(3): 440-441.
- [12] GB/T 5009.140-2003 饮料中乙酰磺胺酸钾的测定[S].  
GB/T 5009.140-2003 Determination of acesulfame K in beverages [S].
- [13] 付晓伶, 周荣耀, 潘广文. 离子色谱法测定大肠癌患者尿液中的甘露醇和乳糖[J]. *分析化学*, 2012, 40(4): 608-611.  
Fu XL, Zhou RY, Pan GW. Ion chromatography to determine the urine of patients with colorectal cancer mannitol and lactulose [J]. *Anal Chem*, 2012, 40 (4): 608-611.
- [14] 马甲民, 崔鹤. 离子色谱法-积分安培检测器测定葡萄酒中的天然糖[J]. *食品科学*, 2015, 36(12): 139-142.  
Ma JM, Cui H. Ion chromatography-integral ampere detector for determination of natural sugars in wine [J]. *Food Sci*, 2015, 36(12): 139-142.
- [15] 王磊. 离子色谱在食品检测中的应用进展[J]. *食品工程*, 2013, (3): 10-13.  
Wang L. Application progresses in the determination of food samples by ion chromatography [J]. *Food Eng*, 2013, (3): 10-13.
- [16] Small H, Stevens T, Bauman W. Novel ion exchange chromatographic method using conductimetric detection [J]. *Anal Chem*, 1975, 47(11): 1801-1809.
- [17] 丁明玉, 田松柏. 离子色谱原理与应用[M]. 北京: 清华大学出版社, 2001.  
Ding MY, Tian SB. Ion chromatography principles and applications [M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2001.

(责任编辑: 姚菲)

### 作者简介



赵士权, 学士, 副主任技师, 主要研究方向为理化检验。

E-mail: 1030175201@qq.com