

番茄酱中纽甜的测定

实验背景:

纽甜的甜味与阿斯巴甜相近,无苦味及其它后味,纽甜的甜度为蔗糖的 8000-10000 倍,即在 5%的甜度时为蔗糖的 8000 倍,在 2%的甜度时可达蔗糖的 10000 倍。根据 GB2760-2011 食品添加剂卫生标准,纽甜的使用范围为各类食品饮料,使用量为按生产需要适量使用。

作为一种功能性甜味剂,纽甜对人体健康无不良影响,起有益的调节或促进作用。早在 1998 年 12 月纽甜作为食品甜味剂低温的申请已在美国提出。已于 2002 年 7 月 9 日通过美国 FDA 食品添加剂审核允许应用在所有食品及饮料。欧盟于 2010 年 1 月 12 日正式批准其应用,其指定代码为 E961。中华人民共和国卫生部 2003 年第 4 号公告也正式批准纽甜为新的食品添加剂品种,适用各类食品生产,本实验主要针对番茄酱中纽甜的测定。

参考标准: 《GB 5009.247-2016 食品安全国家标准 食品中纽甜的测定》

实验步骤:

混合提取液: 分别吸取 0.8mL 甲酸和 2.5mL 三乙胺,加水定容到 1000mL, pH 约 4.5

离子对试剂缓冲液: 称取 2.00g 辛烷磺酸钠,用 500mL 水溶解,加入 1.0mL 磷酸,加水定容到 1000mL

(1) 样品提取:

称取 10g 番茄酱试样于 50mL 离心管中,加入 30mL 混合提取液,涡旋 10min,超声 30min,8000r/min 离心 3min,收集上清液。

(2) 样品净化:

Welchrom® C18E, 500mg/6mL

活化: 甲醇 6mL,水 6mL。

上样: 吸取 10mL 上清液,以 1 滴/s 的速度通过 C18 柱,弃流出液。

淋洗: 先用 5mL 混合提取液淋洗,再用 5mL 水淋洗,弃流出液。

洗脱: 5mL 甲醇洗脱至鸡心瓶中,浓缩近干,用混合提取液定容到 2mL,过 0.45 μm 滤膜待 HPLC 分析。

(3) 仪器条件:

3.1 HPLC 条件

色谱柱: Ultimate AQ-C18 4.6×150mm, 5μm

流动相: A:乙腈 B:离子对试剂缓冲溶液 等度洗脱:A:B(35:65)

柱温: 35°C

流速: 0.8mL/min

检测波长: 218nm

仪器型号: Waters2695+PDA2998

进样体积: 10 μL

(4) 实验图谱及结果

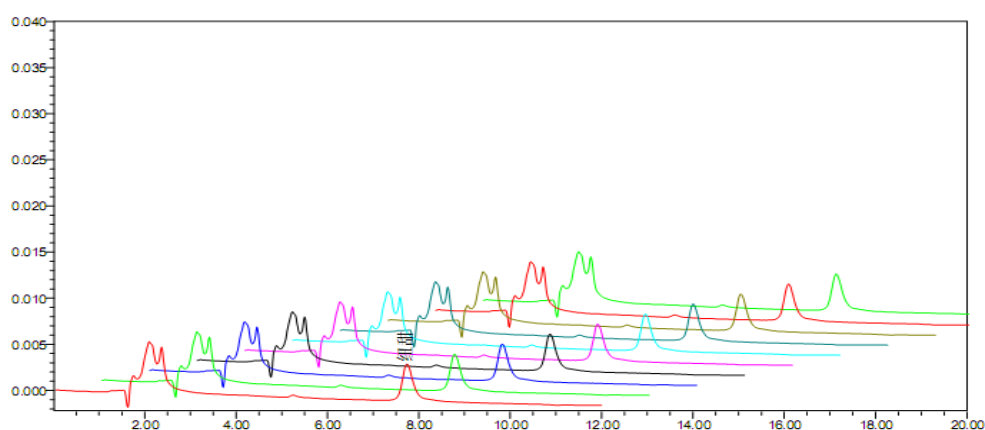


图 1 纽甜样品加标 1mg/kg 液相色谱图

Fig 1 liquid chromatogram of neotame samples at 1.0mg/kg

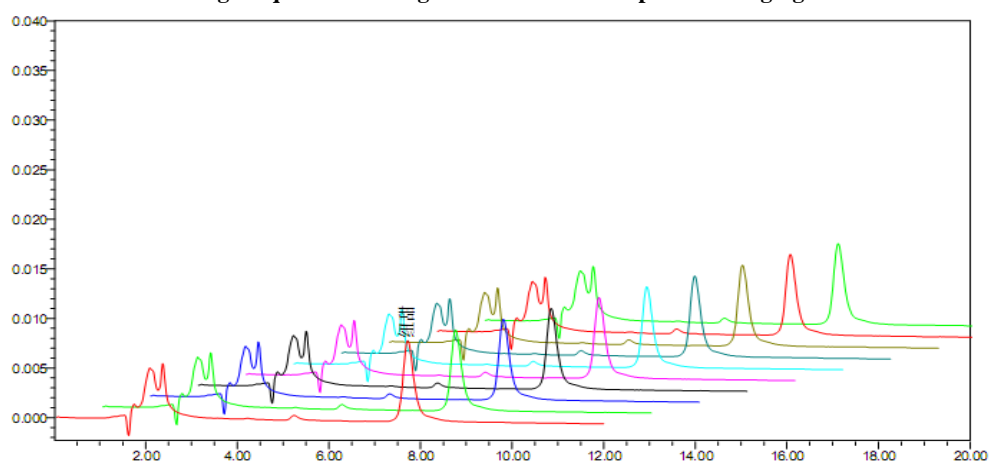


图 2 纽甜样品加标 2mg/kg 液相色谱图

Fig 2 liquid chromatogram of neotame samples at 2.0mg/kg

由表 3 可知，采用月旭 C18 固相萃取柱结合液相色谱法检测纽甜，加标量为 1.0mg/kg 和 2.0mg/kg 的样品进行了检测，回收率在 82.31%~96.34%，能够满足检测要求。由图 1 可看出经 C18 固相萃取柱净化，采用月旭 Ultimate AQ-C18 色谱柱检测峰形良好，保留时间稳定。

表 3 纽甜加标回收实验结果(n=10)

Tab.3 Results of recovery and precision of neotame

名称	加标量 (mg/kg)	加标回收率 (%)	RSD (%)	RT (min)
纽甜	1.0	86.97	3.82	7.751
	2.0	92.11	1.05	

(5) 实际样品检测：

为了保证番茄酱样品的代表性，从大润发、永辉、华联、家乐福、苏果、沃尔玛等超市以及菜场选择具有代表性的 10 个番茄酱样品进行检测，结果均为未检出。

(6) 结论

本实验建立了纽甜检测的 HPLC 检测方法,对于加标量为 1.0 和 2.0mg/kg 的样品进行了检测,回收率在 81.22%~105.34%,固相萃取柱方法稳定并且色谱柱重现性良好,说明本方法能够用于检测食品中的纽甜的含量。

(7) 订购指南

产品名称	包装规格	订货号
Welchrom® C18E,	500mg/6mL, 30pk	00559-11006
Ultimate AQ-C18	5.0um, 4.6×150mm	00207-31041