

双波长扫描法测定饮料中的糖精钠

王 燕 孙居民

(新疆石河子农学院中心实验室, 石河子, 832003)

摘要 本文采用双波长紫外扫描法测定饮料中糖精钠的含量。样品经乙醚提取, 用展开剂三氯甲烷:丙酮:甲酸(9:3:0.1)展开, 用岛津CS-930型双波长薄层扫描仪 $\lambda_s=225\text{ nm}$, $\lambda_r=350\text{ nm}$ 时进行扫描, 本法灵敏、准确、简便, 用样量少, 便于掌握, 回收率为93.7%~104.6%。

关键词 糖精钠; 高效薄层扫描

中图分类号 O658.64; TS202.8

糖精钠是一种人工合成的甜味剂, 学名邻磺酰苯甲酰亚胺, 味极甜, 在我国允许使用, 最大使用量每公斤不得超过0.15 g(GB2760-86)。关于其毒性问题目前尚无定论, 但由于它并无营养价值, 所以以不用或少用为宜。随着科学的发展, 人工合成甜味剂逐渐被无毒无害且对人体有一定裨益的天然甜味剂所取代, 如甜菊糖, 甘草甜素, 蛋白糖等, 但由于这些天然甜味剂的来源尚不充足, 且成本较糖精钠高, 故许多饮料中仍然使用糖精钠。

关于糖精钠的测定方法, 在文献中已见过一些报道, 如酚酞比色法(GB5009.28-85, 1986)薄层层析-紫外分光光度法(GB5009.28-85, 1986)、离子选择性电极法(李光等, 1992)等, 但过程均较复杂。采用高效薄层分离双波长扫描法, 可直接测定其含量, 快速、准确, 减化了步骤, 测定了十几种饮料, 效果较为满意。其测定原理为: 在酸性条件下, 用乙醚提取饮料中的糖精钠, 浓缩、点样、展开后, 在紫外灯下定位, 与标准品斑点对照进行扫描, 测定其含量, 下面就其实验方法, 进行探讨。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 岛津CS-930型双波长薄层扫描仪(日本)。

定量毛细管(美国 Druammond Sci Co)

TR-A型紫外线检测仪(上海)

10 cm×10 cm高效硅胶GF254预制板(山东)

1.1.2 试剂 乙醚、丙酮、甲酸、盐酸、三氯甲烷、无水硫酸钠、糖精钠均分析纯。

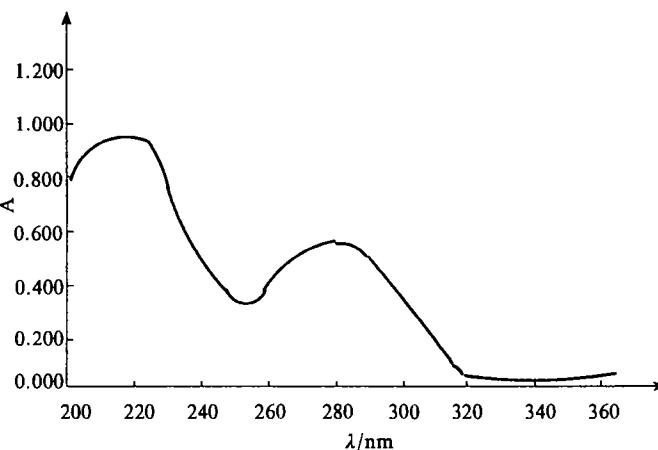


图1 糖精钠斑点紫外吸收光谱图

1993-04-10 收稿

1.2 实验条件

1.2.1 光谱测定结果 展开后的薄层板, 置254 nm紫外灯下观察, 在黄绿色荧光背景下糖精钠为淡紫色斑点, 在200~370 nm对斑点进行光谱测定, 由图1结果可知, $\lambda_{\text{max}} = 225 \text{ nm}$.

1.2.2 点样 用定量毛细管将样品及标准溶液分别点于高效硅胶 GF₂₅₄薄层板的下端1 cm时, 间距0.8 cm, 原点直径不大于1.5 mm.

1.2.3 展层 在高效板上径选择, 用三氯甲烷:丙酮:甲酸(9:3:0.1)为展开剂效果较好, 斑点规则, 比移值适中。展开剂深约0.5 cm, 并预先饱和约15 min, $R_f = 0.54$, 见图2。因使用GF₂₅₄薄层板, 糖精钠斑点使荧光猝灭, 故不需显色, 展开后的薄层板待展层剂挥发干后, 即可于254 nm紫外灯下定位, 然后进行定量扫描。

1.2.4 扫描条件 反射法线性扫描, $\lambda_s = 225 \text{ nm}$, $\lambda_r = 350 \text{ nm}$, 设定参数: $H = 7$, $W = 1$, 灵敏度: 中, $\Delta Y = 0.1$, $SX = 5$.

1.3 标准曲线的绘制

称取0.0851 g经120 ℃干燥的糖精钠于100 mL容量瓶中, 用乙醇溶解并定容, 制成1 mg/1mL的糖精钠标准溶液。

分别吸取上述标准溶液1, 2, 3, 4, 5 μL 按实验条件点位、展层、挥干、扫描, 以吸收峰面积对糖精钠浓度绘制标准曲线, 见图3。回归方程为 $Y = 1.76 \times 10^{-4} X - 1.24 \times 10^{-2}$, 相关系数 $r = 0.9972$.

1.4 样品的测定

准确移取饮料10 mL(饮料中若有CO₂需预先加热驱除)于125 mL分液漏斗中, 加6 mol/L盐酸2 mL酸化, 分别用15, 15, 25 mL乙醚提取3次, 然后通过无水硫酸钠除去水份, 将提取液倾入蒸发皿中, 挥去乙醚, 残渣用2 mL乙醇洗脱。点样时在同一板上点标准溶液1 μL , 5 μL 各两点, 样品溶液5 μL , 10 μL 两点, 按实验条件进行测定。

2 结果与讨论

2.1 稳定性实验

取糖精钠溶液点样、展开、挥干后, 每隔0.5 h测定一次吸收峰面积, 由表1可以看出, 糖精钠在3.5 h内是稳定的。

2.2 精密度实验

取4块薄层板, 每块板分别点4个含样品量为3 μg 的斑点, 测定其重复性, 测得板内

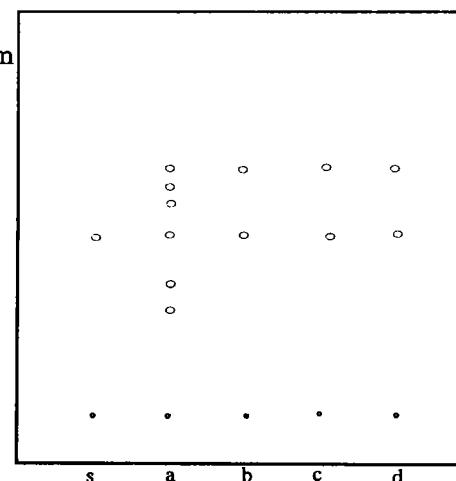


图2 饮料薄层层析图
s. 糖精钠标准品; a. 天府可乐;
b. 草莓汽水; c. 鲜桃口乐; d. 甜橙

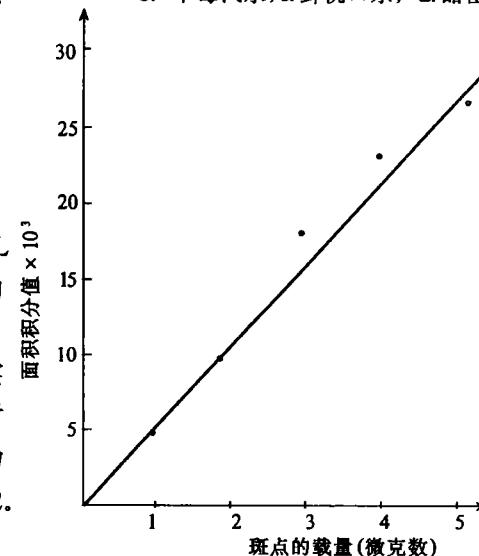


图3 糖精钠标准曲线

表 1 稳定性实验

| 点样量 / μ g | 吸 收 峰 面 积 | | | | | | | |
|---------------|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 0.5 h | 1 h | 1.5 h | 2 h | 2.5 h | 3 h | 3.5 h | 4 h |
| 1.00 | 3 815 | 3 806 | 3 791 | 3 763 | 3 737 | 3 733 | 3 724 | 3 641 |

变异系数为 2.30%，板间变异系数为 6.22%。精密度尚好。

2.3 回收率实验

加一定量的糖精钠标准品于样液中,按测定步骤进行测定,由表 2 可知,回收率在 93.7% ~ 104.6% 之间。

表 2 糖精钠回收实验

| 编号 | 糖精钠加入量 | 实际测出量 | 回收率/% | mg/L |
|----|--------|-------|-------|------|
| 1 | 130 | 136 | 104.6 | |
| 2 | 260 | 266 | 98.5 | |
| 3 | 390 | 390 | 100 | |
| 4 | 520 | 487 | 93.7 | |
| 5 | 650 | 635 | 97.7 | |

参 考 文 献

- 辽宁省卫生防疫站,卫生部食品卫生监督检验所,天津市卫生防疫站。1986.GB5009.28 - 85 中华人民共和国国家标准食品卫生检验方法理化部分.北京:中国标准出版社,105 ~ 108
李光,林明珠.1992.用标准加入法测定食品中的糖精.中国调味品, (5): 28 ~ 29

DUAL-WAVELENGTH SCANNING DETERMINATION OF SACCHARIN IN DRINKABLES

Wang Yan Sun Jumin

(Central Lab., Shihezi Agr. College, Xinjiang, Shihezi, 832003)

Abstract

A method is reported for the detection and analysis of saccharin concentration in drinkables by dual-wavelength UV scan. The samples were extracted with ether, developed with chloroform: acetone: formic acid(9 : 3 : 0.1), the plate was scanned at $\lambda_s=225$ nm, $\lambda_R=330$ nm in a Shimadzu dual wavelength thin-layer chromatograph model CS-930. The method was simple and accurate, easy to master, and the recovery was 93.7% ~ 104.6%.

Key words saccharin; HPTLC