



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.140—2003
代替 GB/T 16345—1996



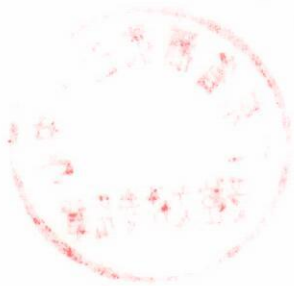
饮料中乙酰磺胺酸钾的测定

Determination of acesulfame K in beverages

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会



GB/T 5009.140—2003

前 言

本标准代替 GB/T 16345—1996《饮料中乙酰磺胺酸钾的测定》。

本标准按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位:卫生部食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站、中国预防医学科学院环境卫生监测所。

本标准主要起草人:杨祖英、张平伟、孙淳、姚孝元、郑兰波。

原标准于 1996 年首次发布,本次为第一次修订。

GB/T 5009.140—2003

饮料中乙酰磺胺酸钾的测定

1 范围

本标准规定了饮料中乙酰磺胺酸钾的测定方法。

本标准适用于汽水、可乐型饮料、果汁、果茶等食品中乙酰磺胺酸钾的测定。

本标准也适用于糖精钠的测定。

本标准检出限:乙酰磺胺酸钾、糖精钠各为 $4 \mu\text{g/mL(g)}$ 。线性范围乙酰磺胺酸钾、糖精钠各为 $4 \mu\text{g/mL} \sim 20 \mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

试样中乙酰磺胺酸钾、糖精钠经高效液相反相 C_{18} 柱分离后,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

3 试剂

3.1 甲醇。

3.2 乙腈。

3.3 0.02 mol/L 硫酸铵溶液:称取硫酸铵 2.642 g ,加水溶解至 1000 mL 。

3.4 10% 硫酸溶液。

3.5 中性氧化铝:层析用, $100 \text{ 目} \sim 200 \text{ 目}$ 。

3.6 乙酰磺胺酸钾,糖精钠标准储备液:精密称取乙酰磺胺酸钾、糖精钠各 0.1000 g ,用流动相溶解后移入 100 mL 容量瓶中,并用流动相稀释至刻度,即含乙酰磺胺酸钾、糖精钠各 1 mg/mL 的溶液。

3.7 乙酰磺胺酸钾、糖精钠标准使用液:吸取乙酰磺胺酸钾、糖精钠标准储备液 2 mL 于 50 mL 容量瓶,加流动相至刻度,然后分别吸取此液 1 mL 、 2 mL 、 3 mL 、 4 mL 、 5 mL 于 10 mL 容量瓶中,各加流动相至刻度,即得各含乙酰磺胺酸钾、糖精钠 $4 \mu\text{g/mL}$ 、 $8 \mu\text{g/mL}$ 、 $12 \mu\text{g/mL}$ 、 $16 \mu\text{g/mL}$ 、 $20 \mu\text{g/mL}$ 的混合标准液系列。

3.8 流动相: 0.02 mol/L 硫酸铵($740 \sim 800$) + 甲醇($170 \sim 150$) + 乙腈($90 \sim 50$) + $10\% \text{ H}_2\text{SO}_4$ (1 mL)。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪。

4.2 超声清洗仪(溶剂脱气用)。

4.3 离心机。

4.4 抽滤瓶。

4.5 G3 耐酸漏斗。

4.6 微孔滤膜 $0.45 \mu\text{m}$ 。

4.7 层析柱,可用 10 mL 注射器筒代替,内装 3 cm 高的中性氧化铝。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 汽水:将试样温热,搅拌除去二氧化碳或超声脱气。吸取试样 2.5 mL 于 25 mL 容量瓶中。加流动相至刻度,摇匀后,溶液通过微孔滤膜过滤,滤液作 HPLC 分析用。

5.1.2 可乐型饮料:将试样温热,搅拌除去二氧化碳或超声脱气,吸取已除去二氧化碳的试样 2.5 mL ,

GB/T 5009.140—2003

通过中性氧化铝柱,待试样液流至柱表面时,用流动相洗脱,收集 25 mL 洗脱液,摇匀后超声脱气,此液作 HPLC 分析用。

5.1.3 果茶、果汁类食品

吸取 2.5 mL 试样,加水约 20 mL 混匀后,离心 15 min(4000 r/min),上清液全部转入中性氧化铝柱,待水溶液流至柱表面时,用流动相洗脱。收集洗脱液 25 mL,混匀后,超声脱气,此液作 HPLC 分析用。

5.2 测定

5.2.1 HPLC 参考条件

分析柱:Spherisorb C₁₈, 4.6 mm×150 mm。粒度 5 μm。

流动相:0.02 mol/L 硫酸铵(740 mL~800 mL)+甲醇(170 mL~150 mL)+乙腈(90 mL~50 mL)+10% H₂SO₄(1 mL)。

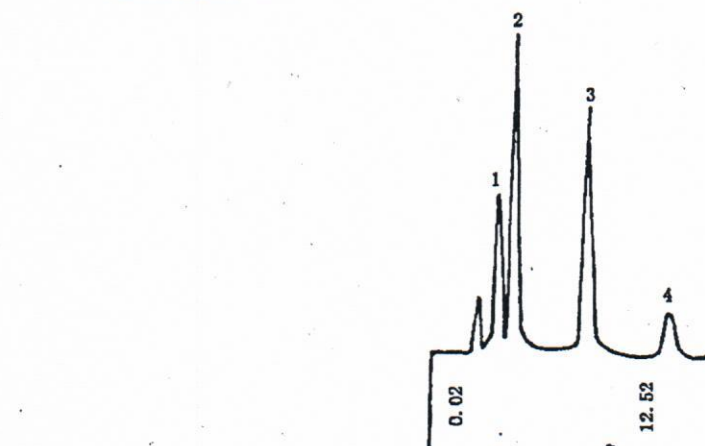
波长:214 nm。

流速:0.7 mL/min。

5.2.2 标准曲线:分别进样含乙酰磺胺酸钾、糖精钠 4 μg/mL、8 μg/mL、12 μg/mL、16 μg/mL、20 μg/mL 混合标准溶液各 10 μL,进行 HPLC 分析,然后以峰面积为纵坐标,以乙酰磺胺酸钾、糖精钠的含量为横坐标,绘制标准曲线。

5.2.3 试样测定:吸取 5.1 处理后的试样溶液 10 μL 进行 HPLC 分析,测定其峰面积,从标准曲线查得测定液中乙酰磺胺酸钾、糖精钠的含量。

HPLC 色谱图见图 1:



- 1——乙酰磺胺酸钾;
- 2——糖精钠;
- 3——咖啡因;
- 4——天门冬酰苯丙氨酸甲酯。

图 1

6 结果计算

试样中乙酰磺胺酸钾的含量按下式计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000}$$

式中:

X——试样中乙酰磺胺酸钾、糖精钠的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

c——由标准曲线上查得进样液中乙酰磺胺酸钾、糖精钠的量,单位为微克每毫升(μg/mL);

GB/T 5009.140—2003

V ——试样稀释液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。
