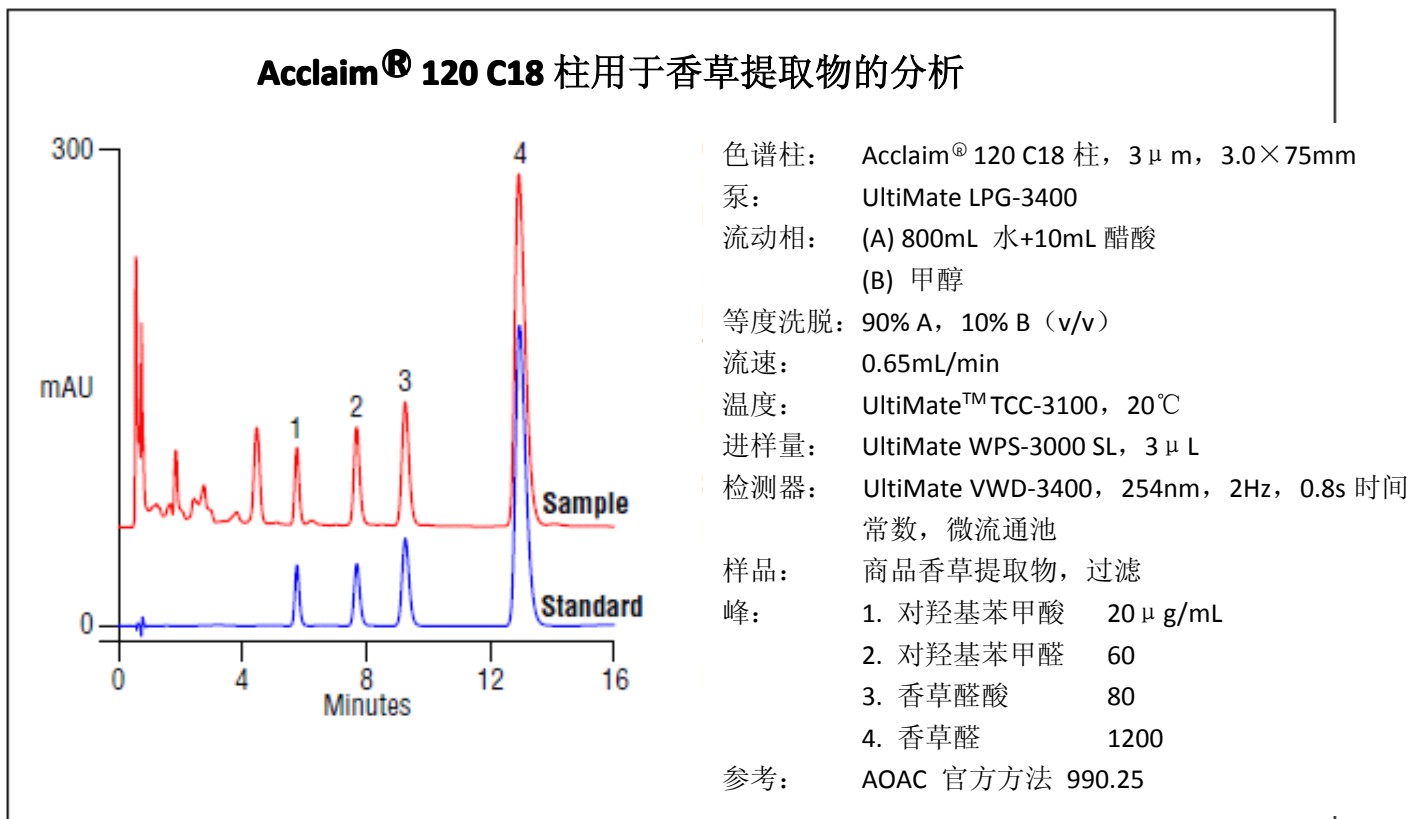


戴安应对食品中香精香料检测的液相色谱技术

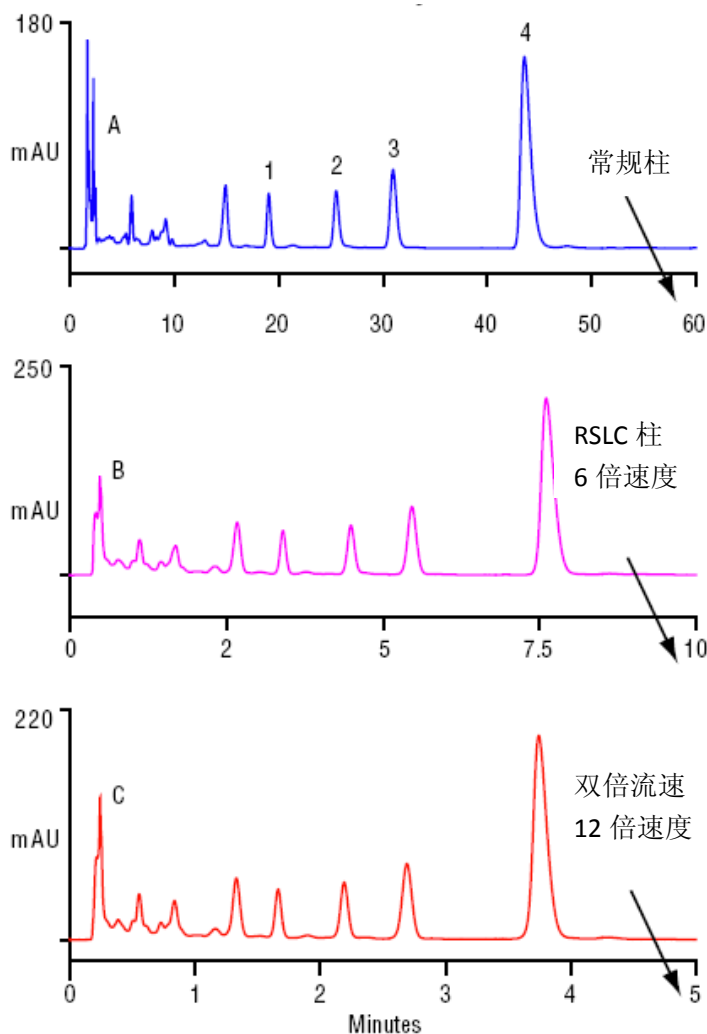
2010年7月底，卫生部公布《食品用香料、香精使用原则（征求意见稿）》，明确把纯乳、大米、蜂蜜、包装饮用水等20种食品列为禁加食用香料香精范围，其中婴儿配方食品、较大婴儿和幼儿配方食品也拟被“禁香”更是引发业内广泛关注，目前市面上多种国内外知名婴儿奶粉均加入“香草味食用料”、“乙基香兰素”等。随着生活质量的提高，食品添加剂之一——香精已被提上食品安全考量的日程。（附录1为意见稿中拟禁添加香料的食品）

戴安在香精香料的检测方面已有比较成熟的方法，以下列举根据美国AOAC方法对常用香料成分进行分析的色谱图。



天然香草是一种复杂的混合物，包含超过100种可识别的香味成分，其中只有4种成分经常用来分析以衡量香草的质量。AOAC官方方法990.25是鉴定香草香味成分普遍使用的标准方法。但是在此方法下使用色谱柱分离需要长达1个多小时的分析时间。使用Acclaim快速液相色谱柱，仅需约1/4的时间，即得到相同的分离效果以及更好的峰分辨率。

在 Acclaim 120 C18 柱上对香草提取物进行快速分析



色谱柱: Acclaim® 120 C18 柱
A: 5 μ m, 4.6 \times 150mm
B,C: 2.2 μ m, 2.1 \times 150mm

泵: UltiMate LPG-3400

流动相: 200mM 醋酸 10% 甲醇

流速: A: 1.00mL/min
B: 0.41 mL/min
C: 0.82mL/min

温度: 20°C

进样量: A: 10 μ L
B,C: 1.2 μ L

样品: 商品香草提取物, 过滤

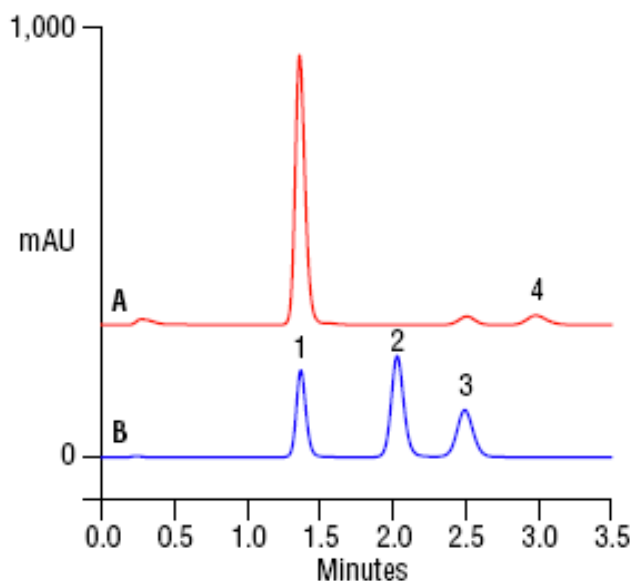
峰: 1. 对羟基苯甲酸
2. 对羟基苯甲醛
3. 香草醛酸
4. 香草醛

参考: AOAC 官方方法 990.25

25460

AOAC 官方方法 990.25 指定了装载 C8, 10 μ m 不规则粒子的 4.6 \times 250mm 色谱柱, 而这种柱子仅有 7000 的塔板数, 且需要超过 1 小时的分析时间。Acclaim RSLC C18 快速分离柱有同样的塔板数, 但提高了选择性并缩短分析时间。根据著名的几何缩放理论, 分析速度可加快六倍, 采用双倍流速可是分析速度提高 12 倍, 不损失分离的质量。

Acclaim PA2 色谱柱分析人工香草香精的组成



色谱柱: Acclaim PA2, 3 μ m, 3.0 \times 33mm
 泵: Summit P680A DGP
 流动相: 25:75:0.2 甲醇:水:磷酸
 流速: 1.00mL/min
 温度: TCC-100 30 $^{\circ}$ C
 进样量: ASI-100 进样器 4 μ L
 样品: (A)人工香草香精, 稀释 5 倍
 (B)标准品, 330 μ g/mL, 溶于 2%的乙醇溶液中

峰:

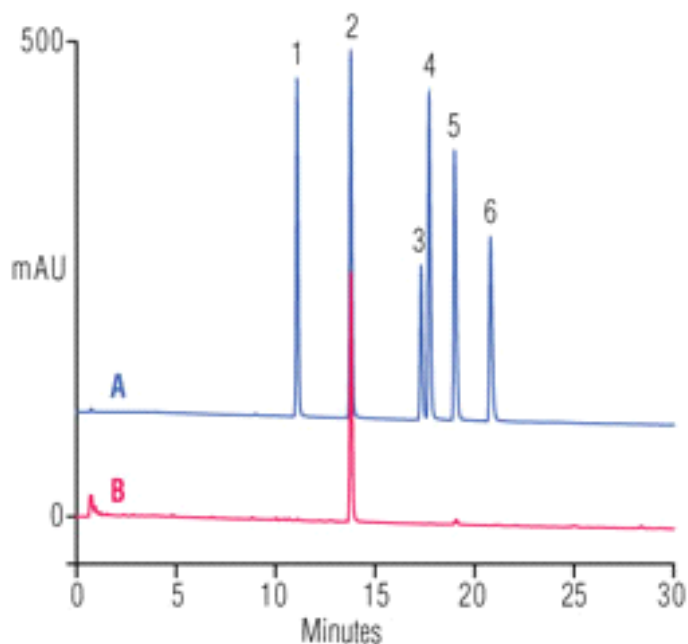
1. 香草醛
2. 香豆素
3. 乙基香草醛
4. 苯甲酸

注: 香豆素为一种非法添加剂
 苯甲酸为一种防腐剂

24326

人工香草香精对于生产加工来说明显比天然香草便宜。它的主要组成是香草醛和乙基香草醛。香豆素被认为是人工香草香精的残杂物，它在美国是不允许使用的。Acclaim PolarAdvantage II 色谱柱对于这些基体显示出非常出色的选择性，约 3.5 分钟即可完全分离和检测这些化合物。

在 Acclaim 120 C18 色谱柱上分析苦橙提取物中的生物碱类物质



色谱柱: Acclaim 120 C18, 3 μ m, 3.0 \times 150mm
 泵: Summit P680 DGP/6
 流动相: 缓冲液: 20mM 硼酸, 用 KOH 调节 pH 至 8.2
 (A)缓冲液+10mM 己烷磺酸钠
 (B)20:80 乙腈: 缓冲液+10mM 己烷磺酸钠

梯度:

时间	-10	0	30
A%	100	100	0
B%	0	0	100

流速: 0.85mL/min
 温度: TCC-100 35 $^{\circ}$ C
 进样体积: ASI-100 进样器 20 μ L
 检测器: UVD-340U; 224nm

峰:

1. 酚乙醇胺
2. 辛弗林
3. 苯福林
4. 酪胺
5. 甲基酪胺
6. 麦芽碱

样品: (A)标准品 50 μ g/mL 溶于缓冲盐中
 (B)苦橙提取物, 用缓冲盐稀释

附录 1 不得添加食用香料、香精的食品名单

食品分类号	食品名称
01.01.01	纯乳(全脂、部分脱脂、脱脂)
01.02.01	原味发酵乳(全脂、部分脱脂、脱脂)
01.05.01	稀奶油
02.01.01	植物油脂
02.01.02	动物油脂(猪油、牛油、鱼油和其他动物脂肪)
02.01.03	无水黄油、无水乳脂
04.01.01	新鲜水果
04.02.01	新鲜蔬菜
04.02.02.01	冷冻蔬菜
04.03.01	新鲜食用菌和藻类
04.03.02.01	冷冻食用菌和藻类
06.01	原粮
06.02.01	大米
06.03.01.01	自发粉
06.03.01.02	饺子粉
06.04.01	杂粮粉
06.05.01	食用淀粉
08.01	生、鲜肉
09.01	鲜水产品
10.01	鲜蛋
11.01	食糖
11.03.01	蜂蜜
12.01	盐及代盐制品
13.01	婴儿配方食品、较大婴儿和幼儿配方食品(法规有明确规定者除外)
14.01	包装饮用水