

Stanovenie acesulfamu K v nealkoholických nápojoch metódou HPLC

BORIS FERENČÍK – MILAN SUHAJ – MILAN KOVÁČ

Súhrn. Autori predkladajú vypracovanú metódu vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografie na stanovenie syntetického sladidla acesulfamu K v nealkoholických nápojoch.

Na analýzu sa použila kolóna Separon SGX NH₂ a mobilná fáza acetonitril–voda (70 : 30). Acesulfam K bol detegovaný UV detektorom pri 227 nm. Výťažnosť stanovenia sladidla sa pohybovala od 94,7 do 101,2 %.

Metóda HPLC sa ukázala vhodnou na rýchle a dostatočne presné stanovenie acesulfamu K v nealkoholických nápojoch.

V posledných rokoch sa v celom svete intenzívne rozširuje sortiment i ob-
jem výroby nealkoholických nápojov obsahujúcich nízkoenergetické sladidlá
v rámci snáh o zníženie príjmu rafinovaného cukru. Medzi súčasne používa-
nými syntetickými sladidlami na západnom trhu si vďaka svojej stabilite a ši-
rokej oblasti aplikácie získal svoje miesto acesulfam K. Uplatnenie nachádza
pri výrobe nealkoholických nápojov, suchých nápojových zmesí, marmelád,
džemov, žuvačiek, cukrovínok, výrobkov pre ústnu hygienu až po farmaceu-
tické prípravky [1].

Acesulfam K je draselná soľ 6-metyl-1,2,3-oxatiazinón-2,2-dioxidu. Je
150–200-krát sladší ako 3 % roztok sacharózy a ADI hodnota predstavuje
podľa FAO a WHO 9 mg na kilogram telesnej hmotnosti a deň. Kvalita jeho
sladkej chuti sa hodnotí ako príjemná a čistá [2].

Problematikou stanovenia acesulfamu K metódou HPLC sa zaoberali via-
cerí autori [3–5]. Vo všetkých prípadoch sa použil systém s nepolárnou re-
verznou fázou a čas analýzy sa pohyboval od 10 do 20 minút. V našej práci
sme použili kolónu s polárnou stacionárnou fázou a čas jednej analýzy sa po-
darilo skrátiť na 5 až 7 minút.

Ing. Boris Ferencík, Ing. Milan Suhaj, CSc., Ing. Milan Kováč, CSc., Výskumný ústav po-
travinársky, Trenčianska 53, 825 09 Bratislava.

Na stanovenie acesulfamu K sa vypracovala aj metóda kapilárnej izotachoforézy [6] a derivačnej spektrofotomerie [7]. Metóda kapilárnej izotachoforézy umožňuje stanoviť v nápojoch okrem acesulfamu K aj organické kyseliny, avšak citlivosť metódy pri stanovení sladidla je v porovnaní s metódou HPLC nižšia.

Materiál a metódy

Štandard acesulfamu K pripravila Katedra organickej chémie CHTF SVŠT v Bratislave. Ako mobilnú fázu sme použili acetonitril pre chromatografiu (Merck) a redestilovanú vodu. Ako vzorky nealkoholických nápojov sme vybrali Pepsicolu, Mirindu, Olympus a pomarančový džús Zeus. Nápoje sýtené CO_2 sme odplynili pomocou ultrazvuku.

Nealkoholické nápoje s prídavkom acesulfamu K (100, resp. 250 mg \cdot l⁻¹) sme 50 krát riedili destilovanou vodou a po filtrácii filtračným papierom sme takto pripravené vzorky analyzovali. Rovnako sme na porovnanie upravili nápoje bez prídavku sladidla.

Chromatografické podmienky:

kvapalinový chromatograf	Pye Unicam PU 4003 s UV VIS detektorom s poľom diód PU 4021 a integrátorom PU 4810
kolóna	Separon SGX NH_2 , $60 \times 3,3$ mm, $d_p = 5 \mu\text{m}$
mobilná fáza	acetonitril–voda (70 : 30)
prietok	0,4 ml \cdot min ⁻¹
detekcia	UV pri 227 nm (λ_{max} acesulfamu K)
nástrek	20 μl
teplota	26 °C

Výsledky a diskusia

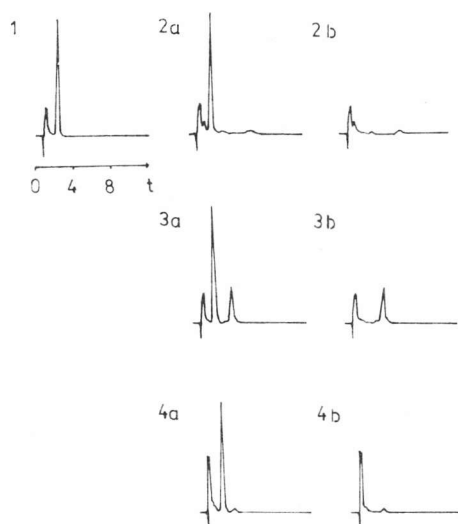
Na obrázku 1 sú chromatografické záznamy acesulfamu K v destilovanej vode a riedených nealkoholických nápojoch s prídavkom (a) a bez prídavku acesulfamu K (b). Analýzy nerušila prítomnosť iných zložiek nápojov. Tie sa buď vôbec nezadržiavali na kolóne, alebo je ich koncentrácia, resp. absorpcia UV žiarenia pri 227 nm oveľa menšia ako pri acesulfame K.

Tabuľka 1 uvádza pridané a stanovené množstvo acesulfamu K, výťažnosť stanovenia a relatívnu smerodajnú odchýlku. Výťažnosť stanovenia pri prí-

Tabuľka 1. Stanovenie acesulfamu K v nealkoholických nápojoch metódou HPLC
Table 1. Determination of acesulfam K in soft drinks by HPLC method

Nápoj ¹	Acesulfam K ²			Relat. smer. ⁶ odchýlka [%]
	pridané ³ [mg . l ⁻¹]	stanovené ⁴ [mg . l ⁻¹]	Výťažnosť ⁵ [%]	
Pepsi-Cola	100	101,2	101,2	1,25
	250	247,2	98,9	0,98
Mirinda	100	99,0	99,0	2,41
	250	245,4	98,2	0,48
Zeus	100	94,7	94,7	2,02
	250	242,7	97,1	0,32
Olympus	100	98,1	98,1	0,67
	250	247,7	99,1	1,33

¹Drink; ²Acesulfam K; ³Added; ⁴Determined; ⁵Recovery; ⁶Relative deviation.



Obr. 1. Stanovenie acesulfamu K v nealkoholických nápojoch metódou HPLC. 1 – acesulfam K (5 mg . l⁻¹), 2a – Zeus s prídavkom acesulfamu K, 2b – Zeus, 3a – Olympus s prídavkom acesulfamu K, 3b – Olympus, 4a – Mirinda s prídavkom acesulfamu K, 4b – Mirinda. *t* – čas (min).

Fig. 1. Determination acesulfam K in soft drinks by HPLC method. 1 – Acesulfam K (5 mg . l⁻¹), 2a – Zeus with addition of acesulfam K, 2b – Zeus, 3a – Olympus with addition of acesulfam K, 3b – Olympus, 4a – Mirinda with addition of acesulfam K, 4b – Mirinda. *t* – time (min).

davku sladidla 100 mg i 250 mg \cdot l⁻¹ v nápojoch Pepsi-Cola, Mirinda a Olympus sa pohybovala od 98,1 do 101,2 %. V prípade nápoja Zeus bola výťažnosť stanovenia nižšia, a to 94,7, resp. 97,1 %. Pravdepodobne dochádza k adsorpcii acesulfamu K na pevné dreňové súčasti nápoja. Výťažnosť stanovenia sladidla v nefiltrovanom nápoji Zeus bola o 4 % vyššia ako v prípade filtrovaného nápoja.

Na záver možno konštatovať, že stanovenie acesulfamu K v nelakoholických nápojoch metódou vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografie poskytuje rýchle a dostatočne presné výsledky pre rutinné analýzy.

Literatúra

1. AHLFELD, H.: Der Legale Status künstlicher Süsstoffe in Europa. F. O. Licht Eur. Zuckerj., 125, 1986, č. 18, s. 351.
2. LIPINSKY, W. R., Food Chem., 16, 1985, s. 259.
3. GROSSPIETSCH, H. – HACHENBERG, H., Z. Lebensm.-Unters. Forsch., 171, 1980, s. 41.
4. VEERABHADRARAO, M. – NARAYAN, M. S. – KAPUR, O., J. Assoc. Off. Anal. Chem., 70, 1987, č. 3, s. 578.
5. ZACHE, U. – GRÜNDING, H., Z. Lebensm.-Unters. Forsch., 184, 1987, s. 503.
6. BUBELÍNIOVÁ, E. – SUHAJ, M. – KOVÁČ, M., Bulletin PV (v tlači).
7. SUHAJ, M. – KOVÁČ, M., Bulletin PV (v tlači).

Do redakcie došlo 13. 12. 1988

Определение ацесульфам К в безалкогольных напитках методом высокоэффективной хроматографии

Резюме

В работе разработанный метод высокоэффективной хроматографии для определения синтетического сладкого вещества ацесульфам К в безалкогольных напитках.

Для анализа авторы применили колонку Separon SGX NH₂ и подвижную фазу ацетонитрил-вода (70 : 30). Ацесульфам К обнаружили УВ детектором при 227 нм. Выход определенного сладкого вещества был с 94,7 до 101,2 %.

Метод высокоэффективной хроматографии является подходящим к быстрому и достаточно точному определению этого сладкого вещества в безалкогольных напитках.

Determination of acesulfam K in soft drinks by HPLC

Summary

In the presented work the method of HPLC for determination of synthetic sweetener acesulfam K in soft drinks was elaborated.

Column Separon SGX NH₂ and mobile phase acetonitrile–water (70 : 30) were used for analysis. Acesulfam K was detected by UV detector at 227 nm. Recovery: 94,7–101,2 %.

The HPLC method proved itself to be effective for quick and reasonably precise determination of this sweetener in soft drinks.