

# 食品（白酒）中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定

陈卿卿, 金字雨, 陈宇洋

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 试样中三氯蔗糖用甲醇水溶液提取, 除蛋白、脂肪, 经固相萃取柱净化、富集后用高效液相色谱仪、反相 C18 色谱柱分离, 蒸发光散射检测器, 根据色谱峰的保留时间定性, 面积外标法定量。

**关键词:** 液相色谱; 三氯蔗糖; 检测

## 1 检测方法

依据国家标准: 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定 液相色谱法 (GB 22255-2014)。

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

- 1) 乙腈: 色谱纯。
- 2) 水: 娃哈哈纯净水。
- 3) 三氯蔗糖: 99.6%
- 4) 乙腈水溶液(11+89): 量取 11mL 乙腈, 加 89mL 水, 混匀。

### 2.2 仪器设备

- 1) 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 等度输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、ELSD 蒸发光检测器。
- 2) 色谱柱: Sunniest C18 色谱柱, 4.60 mm \* 150 mm, 粒径为 5.0  $\mu\text{m}$ 。
- 3) 天平: 精度为 0.0001g。
- 4) 蒸发皿
- 5) 水浴锅
- 6) 固相萃取柱
- 7) 针头过滤器: 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜。

### 2.3 仪器条件

- 1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5  $\mu\text{m}$ ;

- 2) 流动相：水+乙腈= 89+11；
- 3) 流速：1.0 mL/min；
- 4) 蒸发光散射器条件：  
雾化压力：3.5 Bar；流量：3.00 L/min；蒸发温度：40°C；
- 5) 柱温：30°C；
- 6) 进样量：20  $\mu$ L（满环进样）

### 3 溶液配制

#### 3.1 三氯蔗糖标准贮备液

准确称取 0.0099 g (精确至 $\pm 0.0001$  g) 三氯蔗糖 (3.3) 用水溶解后，全量转入 10mL 容量瓶中，用水稀释定容至刻度线，摇匀，配制成浓度为 0.99mg/mL 的三氯蔗糖标准储备液，于 4°C 以下冷藏、避光和密封可保存三个月，使用时应恢复至室温并摇匀。

#### 3.2 三氯蔗糖标准使用液

##### 1) 一级标准溶液 (0.3960 mg/mL)

准确移取标准储备液 (6.1) 4mL 至 10 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成三氯蔗糖浓度为 0.3960 mg/mL 的三氯蔗糖一级标准溶液。

##### 2) 二级标准溶液 (0.1980 mg/mL)

准确移取一级标准溶液 (6.2.1) 5 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成三氯蔗糖浓度为 0.1980 mg/mL 的三氯蔗糖二级标准溶液。

##### 3) 三级标准溶液 (0.0990mg/mL)

准确移取二级标准溶液 (6.2.2) 5 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成三氯蔗糖浓度为 0.0990 mg/mL 的三氯蔗糖三级标准溶液。

##### 4) 四级标准溶液 (0.0495mg/mL)

准确移取三级标准溶液 (6.2.3) 5 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成三氯蔗糖浓度为 0.0495 mg/mL 的三氯蔗糖四级标准溶液。

##### 5) 五级标准溶液 (0.0198mg/mL)

准确移取四级标准溶液 (6.2.4) 4 mL 至 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，配制成三氯蔗糖浓度为 0.0198 mg/mL 的三氯蔗糖五级标准溶液。

### 4 样品的制备

## 4.1 样品制备

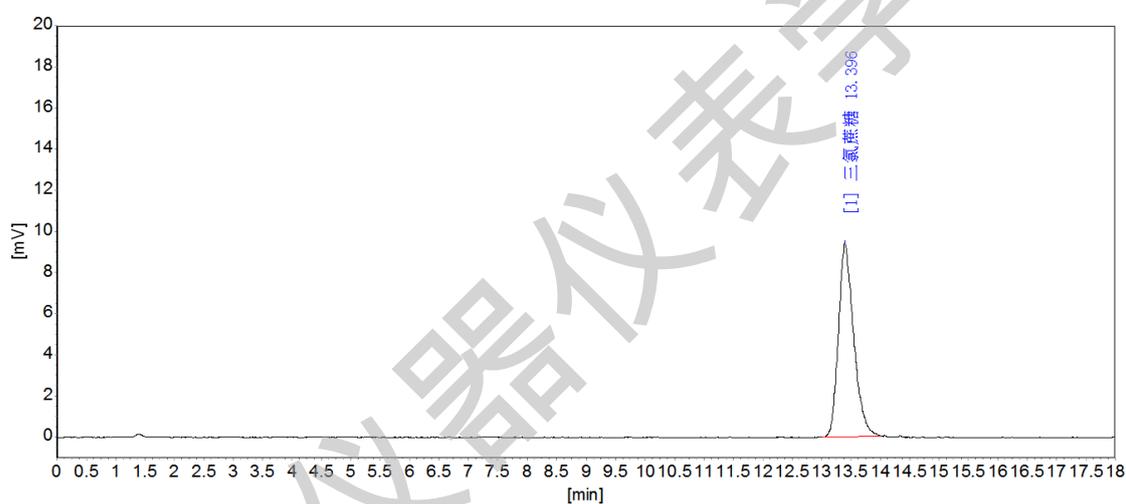
称取混匀后白酒试样 5.0101g，置于 50mL 蒸发皿中，将蒸发皿置于沸水浴上蒸干，残渣用 1.00mL 乙腈水溶液(11+89) 溶解，溶液过 0.45 $\mu$ m 滤膜，滤液为制备的试样溶液，备用。

## 4.2 加标样品制备

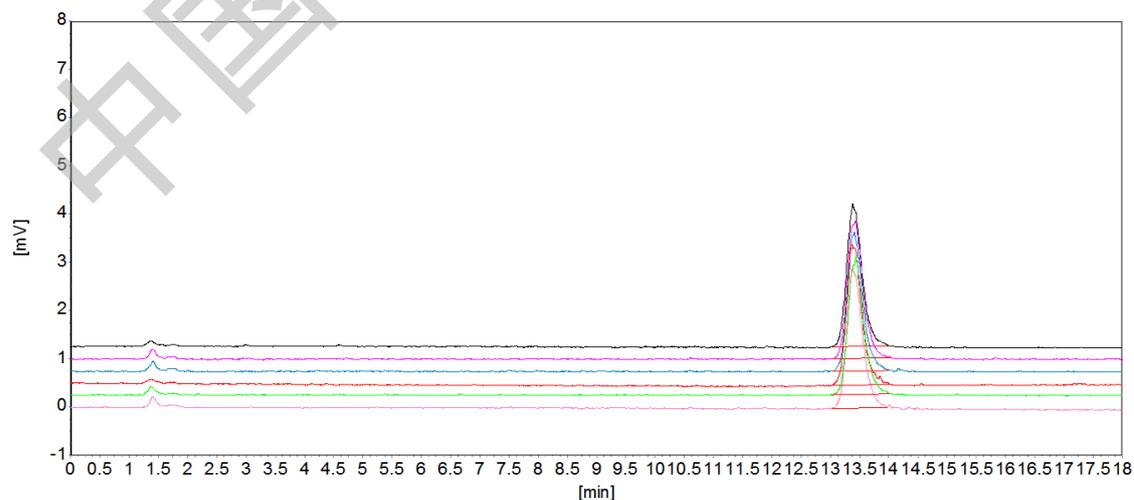
称取混匀后白酒试样 5.0070g、5.0097g、5.0113g，分别置于 50mL 蒸发皿中，再准确移取标准贮备液（6.1）100 $\mu$ L 于蒸发皿中，将蒸发皿置于沸水浴上蒸干，残渣用 1.00mL 乙腈水溶液(11+89) 溶解，溶液过 0.45 $\mu$ m 滤膜，滤液为制备的试样溶液，备用。

## 5 分析结果

### 5.1 三氯蔗糖标准溶液典型谱图及结果（二级标准溶液）



### 5.2 三氯蔗糖标准溶液六针重复性谱图及结果（三级标准溶液）

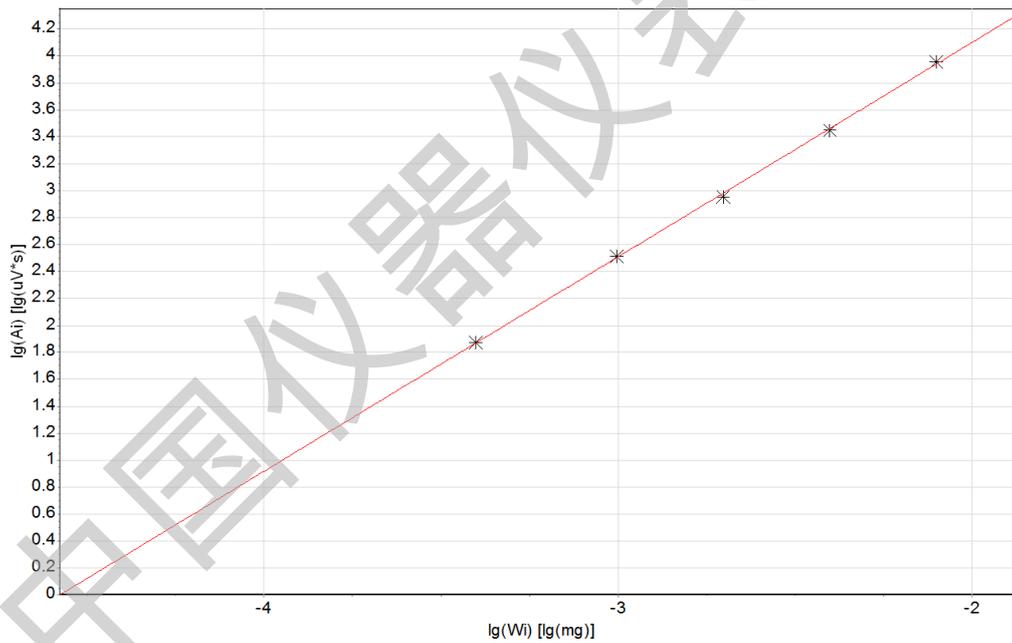


峰序	组分名	保留时间 平均值 /min	保留时 间 RSD/%	面积平均 值 /uAU*min	面积 RSD/%	峰高平 均值/uV	峰高 RSD/%	谱图数
1	三氯蔗糖	13.402	0.191	902	0.394	2893	1.543	6

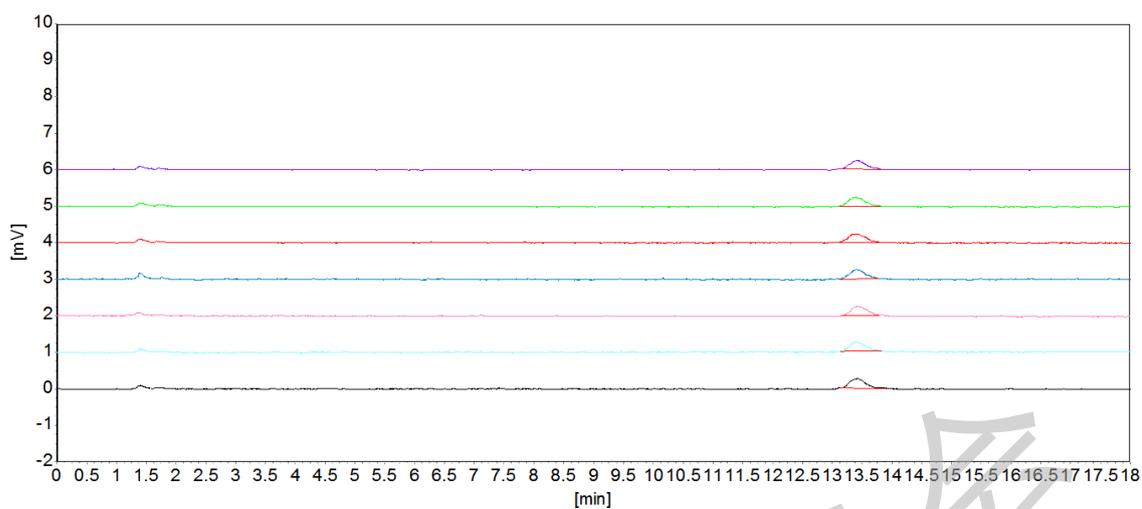
### 5.3 标准曲线

标准曲线的绘制进样浓度（以三氯蔗糖计）为 0.0198 mg/mL、0.0495 mg/mL、0.0990 mg/mL、0.1980mg/mL、0.3960mg/mL 的标准系列溶液各 20  $\mu$ L，进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标，以目标物的含量为横坐标，绘制标准曲线。

组分[三氯蔗糖]： 曲线方程：  $\lg(W_i) = -4.57672 + 0.628538 * \lg(A_i)$   
 校正因子：  $f_0 = -4.57672$ ,  $f_1 = 0.628538$  相关系数：  $r^2 = 0.99951$



### 5.4 检出限

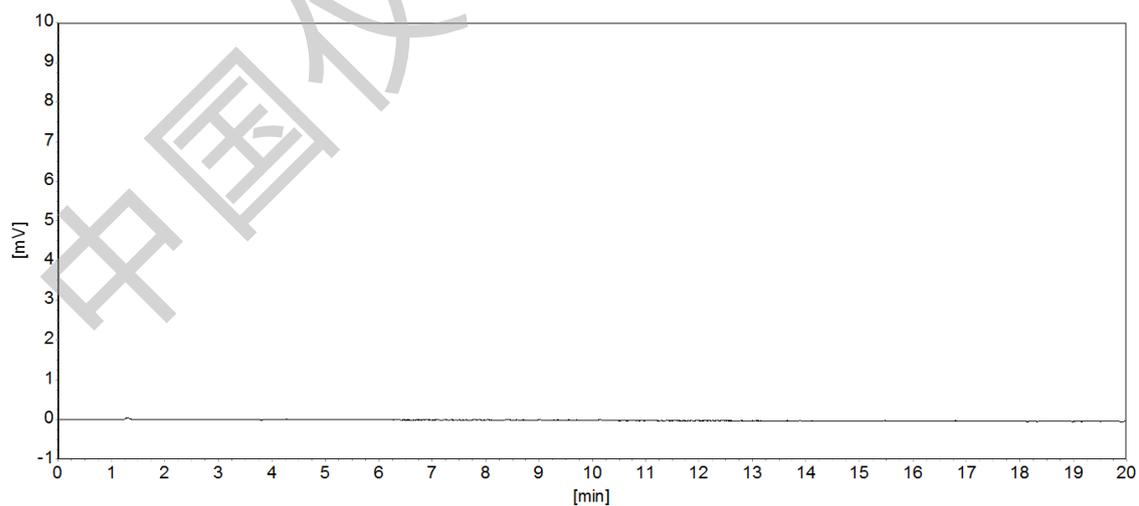


峰序	平行测定	1/ mg/mL	2/ mg/mL	3/ mg/mL	4/ mg/mL	5/ mg/mL	6/ mg/mL	7/ mg/mL	检出限/ g/kg	定量限/ g/kg
1	三氯蔗糖	0.0204	0.0205	0.0202	0.0201	0.0200	0.0208	0.0204	0.0005	0.0015

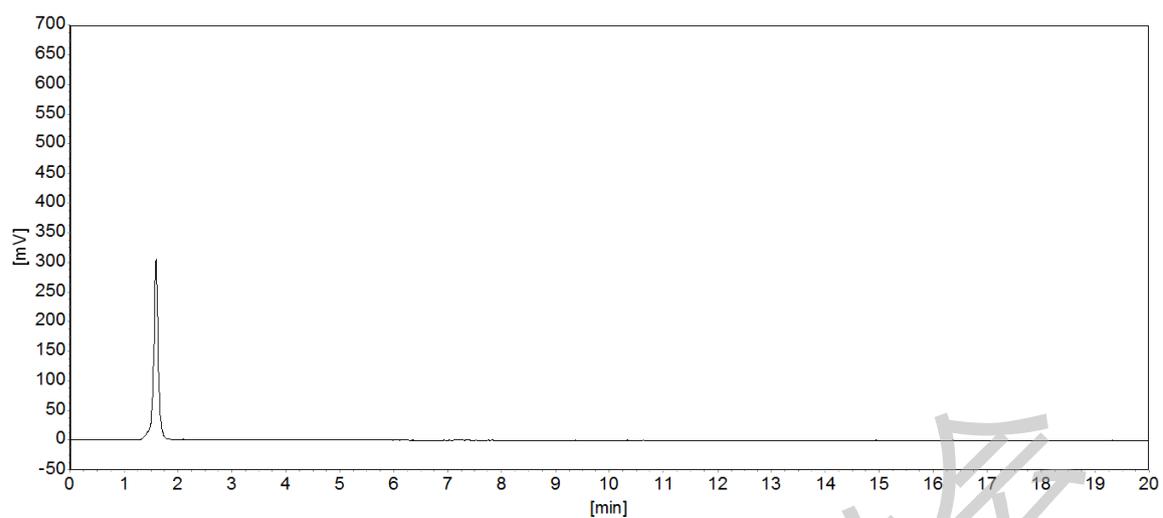
注：检出限按七针标准差得到。

### 8.5 样品典型谱图及结果

#### 1) 空白谱图

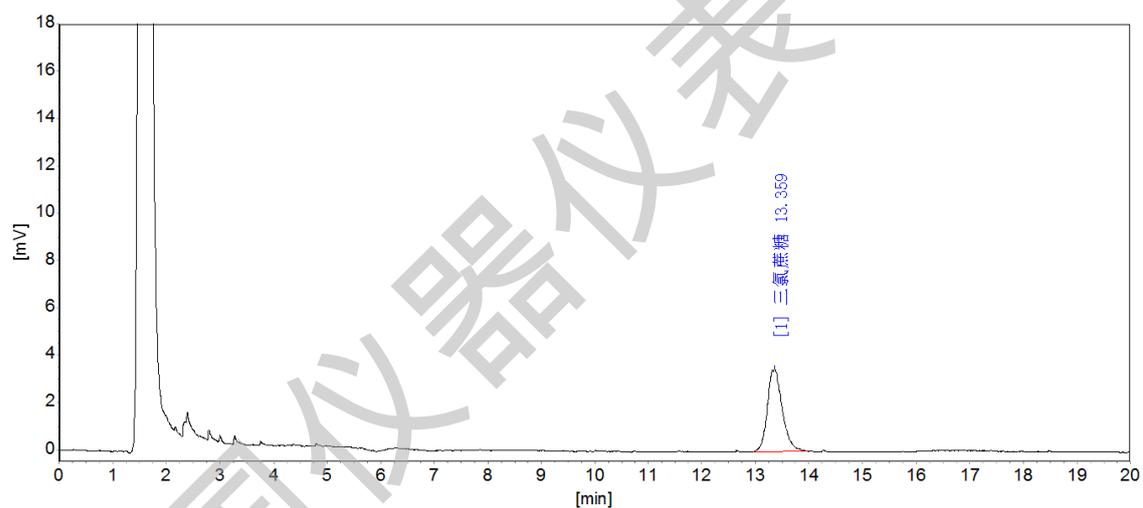


#### 2) 白酒典型谱图及测定结果



白酒中未检出三氯蔗糖。

### 3) 白酒加标典型谱图及回收率



组分名称	样品中三氯蔗糖含量 (g/kg)	加标量 (mg)	样品质量 (g)	测量值 (g/kg)	加标回收率 (%)	平均加标回收率范围 (%)
三氯蔗糖	未检出	0.0990	5.0113	0.0212	107.3	104.2-107.3
			5.0097	0.0206	104.2	
			5.0070	0.0209	105.8	

## 6 实验结果

方法验证结论：三氯蔗糖的精密度、线性相关系数、检出限、回收率结果汇总如下：

方法验证汇总表

化合物	保留时间 (min)	峰面积 RSD (%)	标准曲线线性相关 系数	检出限 (g/kg)	加标回收率范 围 (%)
三氯蔗糖	13.402	0.394	0.999	0.0005	104.2-107.3

由以上实验结果可知，采用福立 LC5090 测定食品中三氯蔗糖(蔗糖素)，方法稳定可靠，目标物线性范围良好，灵敏度较高，有很好的重现性，能够对样品进行准确定量。

中国仪器仪表学会