

食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定

1. 背景介绍

三氯蔗糖是以蔗糖为原料合成的一种蔗糖衍生物，外观为白色或近白色结晶粉末，无臭、无吸湿性、低热值，对光、热、酸碱值均很稳定，甜度为相同量蔗糖的 600 倍。三氯蔗糖被广泛应用于饮料、糖果、糕点等食品工业中，但对添加量有一定的限度，因人体可能会对三氯蔗糖产生一定的不良反应，所以有必要建立有效的检测方法来监测食品中三氯蔗糖的含量。本实验参照 GB 22255-2014 实现了食品中三氯蔗糖含量的测定，方法准确、灵敏度高、重现性好，可以满足日常分析要求。

2. 样品制备

三氯蔗糖标准贮备溶液（10.0 mg/mL）：称取三氯蔗糖标准品 0.25 g（精确至 0.0001 g）于 25 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀，其中三氯蔗糖浓度为 10.0 mg/mL。贮备液置于 4℃ 冰箱中保存，保存期为 6 个月。

三氯蔗糖标准中间液（1.00 mg/mL）：吸取 5.00 mL 三氯蔗糖标准贮备溶液于 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀，其中三氯蔗糖浓度为 1.00 mg/mL。置于 4℃ 冰箱中保存，保存期为 3 个月。

三氯蔗糖标准工作液：分别吸取 0.200 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 三氯蔗糖中间液于 10 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。其中三氯蔗糖工作液浓度分别为 0.0200 mg/mL、0.0500 mg/mL、0.100 mg/mL、0.200 mg/mL、0.400 mg/mL。

样品制备：称取混匀后试样 5 g（精确到 0.001 g），置于 50 mL 蒸发皿中，于沸水浴上蒸干，残渣用 1.00 mL 乙腈水溶液（11：89）溶解，溶液过 0.45 μm 滤膜，滤液为制备的试样溶液，备用。

3. 测试条件

仪器	EasySep®-1020 液相色谱系统，配备 ELSD-UM5000 检测器		
色谱柱	Inertsil ODS-SP C18, 150×4.6 mm, 5 μm		
流速	1.0 mL/min	柱温	35℃
流动相	水：乙腈=89：11		
漂移管温度	75℃	载气流量	2.5 L/min

4. 测试结果

1) 色谱图

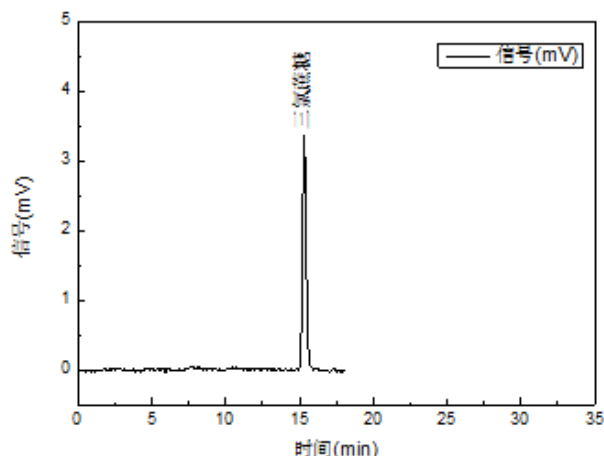


图 1 混合标准溶液色谱图

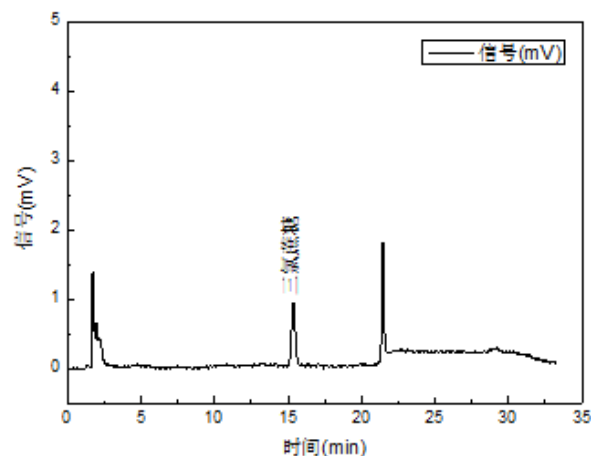


图 2 酒试样溶液色谱图

2) 线性关系考察

取三氯蔗糖标准工作液分别进样 20 μL ，在给定的色谱条件下测定峰面积，以标准工作液的浓度的以 10 为底的对数值为横坐标，以峰面积的以 10 为底的对数值为纵坐标，绘制标准曲线：

表 1 三氯蔗糖标准曲线

组份名称	标准曲线	R^2
三氯蔗糖	$y = 1.9097x + 6.5082$	0.9978

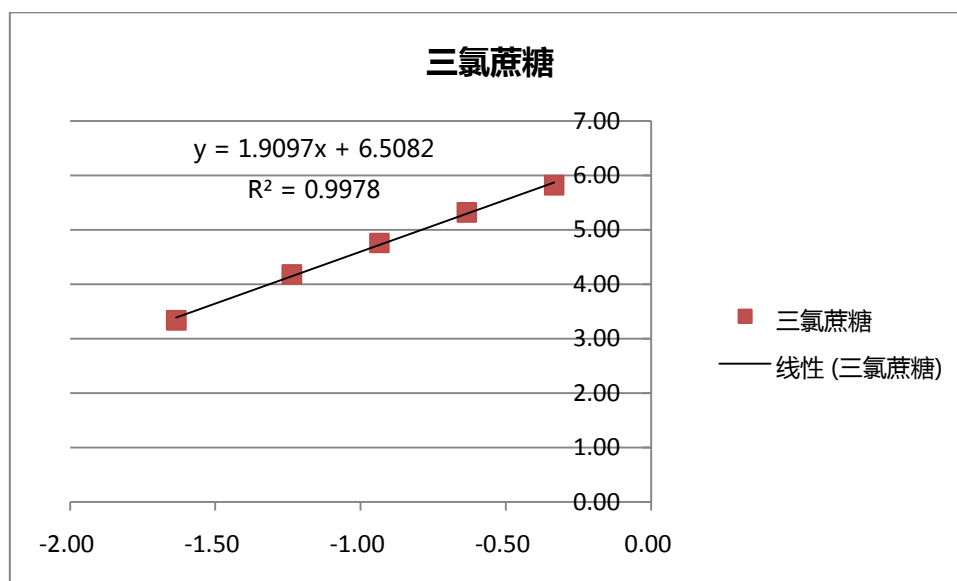


图 3 三氯蔗糖标准曲线

3) 重复性考察

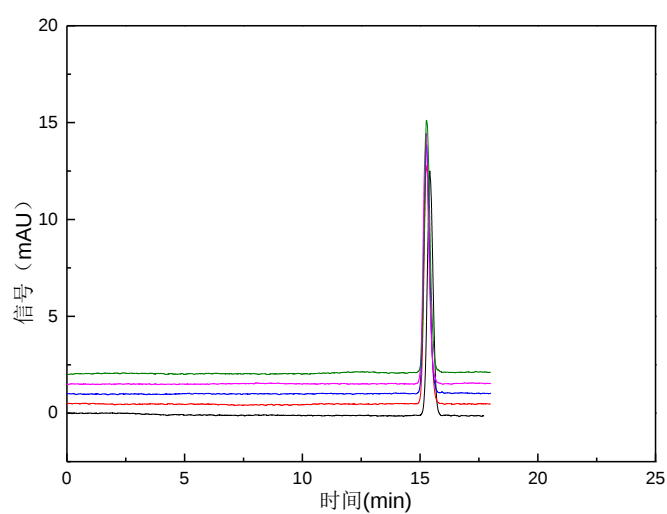


图 4 标准溶液分离重复性色谱图

精密吸取标准品溶液 20 μL ，进液相色谱测定，重复进样 5 次，计算得保留时间 $RSD \leq 0.5\%$ ，峰面积 $RSD \leq 2.0\%$ ，方法的定量重复性良好。

5.结论

采用 EasySep®-1020 液相色谱系统, 配备 ELSD 检测器, 可以实现食品中三氯蔗糖的测定, 方法准确、灵敏度高、重现性好, 可以满足日常分析要求。

6.配置列表

仪器配置	EasySep®-1020 二元梯度液相色谱仪
	AS1020 自动进样器
	AT-330 柱温箱
	ELSD-UM5000 检测器
	Unimicro 色谱工作站

