

食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的测定

1. 背景介绍

糖醇是糖类的醛基或酮基被还原后的物质。一般是由相应的糖经镍催化氢化而成的一种特殊甜味剂，具有甜度较蔗糖低，热值低以及可改善食品组织和口感的特点。因糖醇具有防龋齿、降低胆固醇、预防糖尿病、减肥、低能量等优点，所以被广泛用于制作糖尿病人食糖替代品，发展为无糖食品产业。目前得到广泛应用的糖醇类物质有赤藓糖醇、麦芽糖醇、山梨醇、木糖醇等。食品总各类糖醇的限量都有一定的标准，因此食品中糖醇的检测具有重要的实际意义。目前糖醇的检测方法有多种，GB 5009.279-2016 中规定了采用 HPLC-RI 和 HPLC-ELSD 检测食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的方法，其中 HPLC-ELSD 检测方法具有基线稳定、分离效果好、结果准确、样品前处理简单等诸多优点。本实验参照 GB 5009.279-2016 实现了无糖口香糖中糖醇的测定，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

本实验样品为购买的市售有证标准溶液，样品制备及处理方法如下：

标准储备液（40 mg/mL）：分别准确称取木糖醇 25 mg、山梨糖醇 25 mg、麦芽糖醇 25 mg、赤藓糖醇 35 mg，加水定容至 10 mL，每毫升溶液含相当于 3.5 mg 赤藓糖醇、2.5 mg 木糖醇、2.5 mg 山梨醇、2.5 mg 麦芽糖醇，放置 4℃ 密封可贮藏 1 个月。

标准工作液：分别准确移取各种糖醇标准储备液 40 μL、60 μL、80 μL、100 μL、120 μL、140 μL 加水定容至 1 mL，赤藓糖醇配制质量浓度分别为 0.14 mg/mL、0.21 mg/mL、0.28 mg/mL、0.35 mg/mL、0.42 mg/mL、0.49 mg/mL 的混合系列标准工作溶液，木糖醇、山梨醇和麦芽糖醇配制质量浓度分别为 0.10 mg/mL、0.15 mg/mL、0.20 mg/mL、0.25 mg/mL、0.30 mg/mL、0.35 mg/mL 的混合系列标准工作溶液。

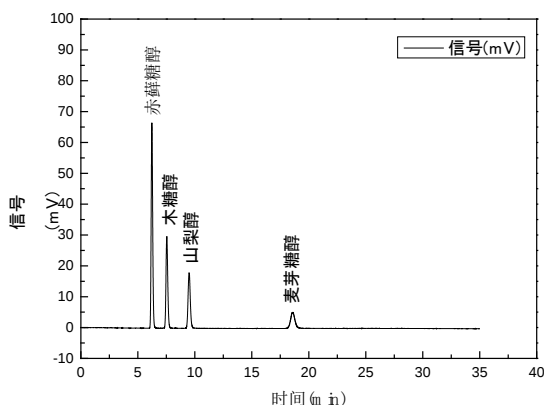
口香糖试样制备及前处理：取口香糖样品至少 20 g，用刀片切成小碎块，置于密闭的容器内混匀。准确称取 2 g 左右切碎的样品，置于 50 mL 离心管中，加入 40 mL 水，混匀后置于 80℃ 水浴锅中加热 20 min，每隔 5 min 振荡混匀，取出后 9000 r/min 离心 10 min。取 8 mL 上清液置于 10 mL 容量瓶中，加水定容、摇匀，0.22 μm 滤膜过滤后，稀释 50 倍上机测试。

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	Shodex Asahipak NH ₂ P-50 4E, 250×4.6 mm, 5 μm		
流速	1.0 mL/min	柱温	30℃
流动相	乙腈：水=75：25		
漂移管温度	35℃	载气流量	3.0 L/min

4. 测试结果

1) 色谱图



序号	保留时间	名称	峰面积	峰分离度	理论塔板数
1	6.228	赤藓糖醇	619457	4.89	10462
2	7.543	木糖醇	324023	6.00	11169
3	9.509	山梨醇	246223	17.05	11196
4	18.598	麦芽糖醇	136253	0.00	11611

图 1 糖醇混合标准溶液色谱图

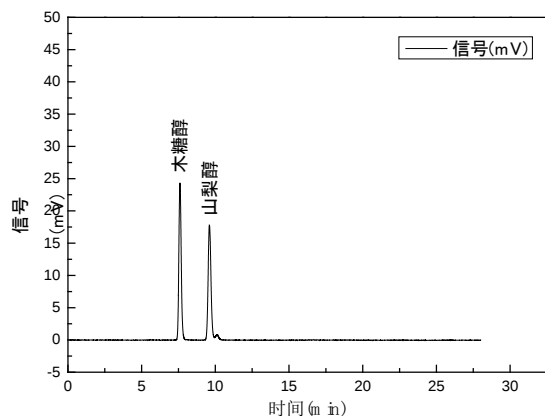


图2 口香糖试样溶液色谱图

序号	保留时间	名称	峰面积	峰分离度	理论塔板数
1	7.598	木糖醇	272382	6.13	10735
2	9.599	山梨醇	234973	0.00	12074

2) 线性关系考察

将 10 μL 标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中，在所述色谱条件下测定标准溶液的响应值（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，以响应值（峰面积）的以 10 为底的对数值为纵坐标，绘制标准曲线：

表1 糖醇标准曲线

组份名称	标准曲线	R^2
赤藓糖醇	$y = 1.6944x + 6.5192$	0.9989
木糖醇	$y = 1.7295x + 6.507$	0.9984
山梨醇	$y = 1.7858x + 6.4262$	0.9982
麦芽糖醇	$y = 1.7211x + 6.1363$	0.9974

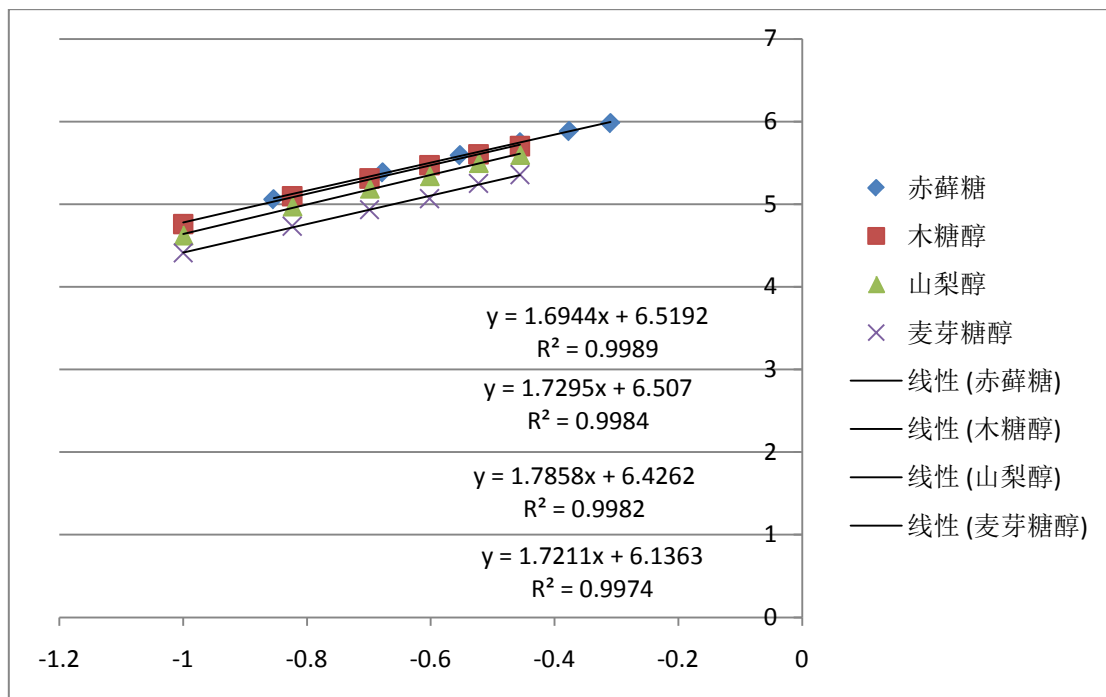


图3 糖醇标准曲线

3) 重复性考察

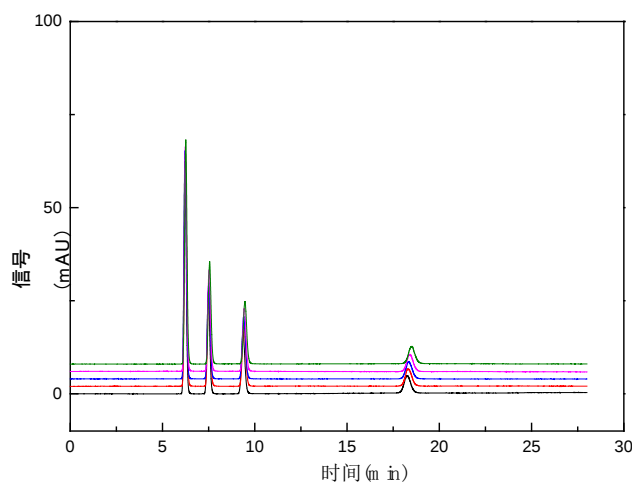


图 4 混合标准溶液分离重复性色谱图

精密吸取标准品溶液 10 μ L，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，可以实现食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的测定，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

