



食品中三氯蔗糖的分析方法

应用及技术服务部

摘要: 本实验重现了《食品中三氯蔗糖的测定》(GB/T 22255-2014), 样品经甲醇水(3:1, V/V)提取, Cleanert PEP-2 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18 (L)色谱柱(4.6 × 150 mm, 5 μm, 150 Å)分离, 水和乙腈为流动相进行洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 辣条基质三氯蔗糖添加量回收率在 80% ~ 110%之间, 能够满足检测要求。

关键词: 三氯蔗糖; Cleanert PEP-2 固相萃取柱; Venusil XBP C18 (L)色谱柱

前言

三氯蔗糖是以蔗糖为原料经氯代而制得的一种非营养型强力甜味剂, 是一种白色粉末状产品, 极易溶于水, 水溶液澄清透明, 其甜度是蔗糖的 400~800 倍。其中, 食品包装成分表中常能看到的蔗糖素(学名三氯蔗糖), 虽然所含热量少, 但吃多了也会胖, 而且还可能阻碍身体对一些药物的吸收。

因此通过有效的实验技术手段, 对食品中的有关三氯蔗糖残留进行监控, 以确保消费者对食品消费的安全具有重要意义。

本实验通过优化前处理方法建立了三氯蔗糖在食品中的高效液相色谱的方法。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪(蒸发光检测器);

博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

试剂材料

甲醇、乙腈、正己烷为色谱纯; 实验用水为超纯水;

三氯蔗糖标准品(纯度 99%);



甲醇水溶液：量取 75 mL 甲醇，加 25 mL 水，混匀；

乙腈水溶液：量取 11 mL 乙腈，加 89 mL 水，混匀。

一次性无菌注射器；尼龙针式过滤器(0.45 μm ，直径 13 mm)；

Cleanert PEP-2 固相萃取柱：200 mg/6 mL。

样品制备

样品提取

辣条

称取粉碎均匀后的 2 g 样品置于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 水，涡旋混匀振荡 3 min 后，加入 15 mL 甲醇，继续震荡 30 s，超声波提取 20 min，3000 r/min 离心 10 min，上清液移入 50 mL 离心管中，沉淀物加入 5.0 mL 甲醇水（3：1，V/V），涡旋 30 s，以 3000 r/min 离心 10 min，重复提取 2 次，将上清液合并于 150 mL 分液漏斗中。

在 150 mL 分液漏斗中，加入 30 mL 正己烷，振摇 2 min，静置分层，20 min 后，下层水相移至于 50 mL 蒸发皿。蒸发皿于沸水浴上蒸发，当液体在 1 mL 左右时，用 9 mL 水分 3 次冲洗蒸发皿，合并于 15 mL 离心管中，超声处理 5 min，3000 r/min 离心 10 min，待净化。

样品净化

先将 Cleanert PEP-2 (200 mg/6 mL)小柱分别用 4 mL 甲醇，4 mL 水溶液活化平衡；然后将待净化液过柱；用 1 mL 水洗柱，弃去全部流出液；最后用 3 mL 甲醇洗脱。收集洗脱液于 50 mL 蒸发皿中沸水浴蒸干，残渣用 1 mL 乙腈水（11：89，V/V）溶解残留物，过 0.45 μm 尼龙针式过滤器滤膜后待测。

实验条件

液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)，5 μm ，150 \AA ，4.6 \times 150 mm

流动相：乙腈：水=11：89

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

进样量：20 μL

ELSD蒸发温度：50 $^{\circ}\text{C}$



结果与讨论

实验结果

由表 2 可知，采用固相萃取结合液相色谱法检测三氯蔗糖，加标回收率在 80% ~ 110%之间，能够满足标准要求。

表 1.三氯蔗糖加标回收实验结果(n=3)

基质名称	添加水平/(mg/kg)	平均回收率	RSD
		/%	/%
辣条	50.0	86.5	0.5
辣条	500	84.1	4.2

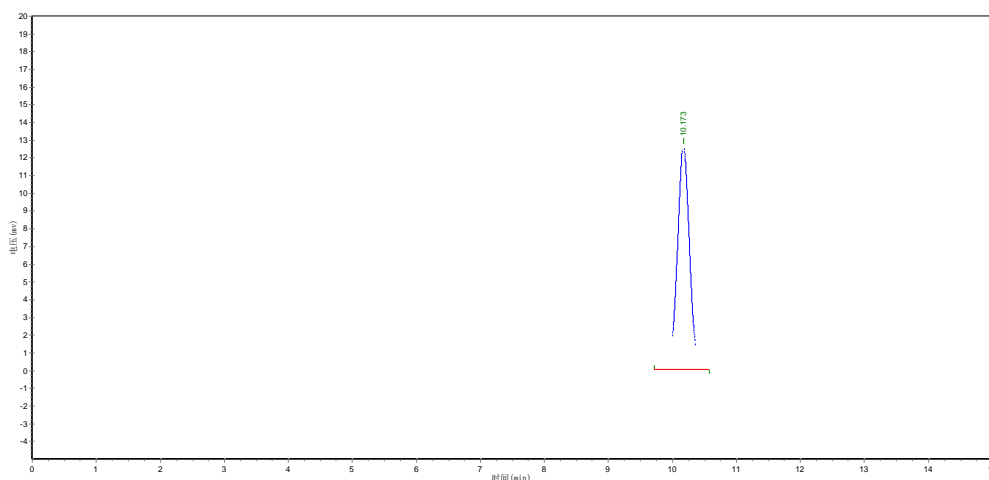


图1. 0.1 mg/mL混合标准溶液液相色谱图

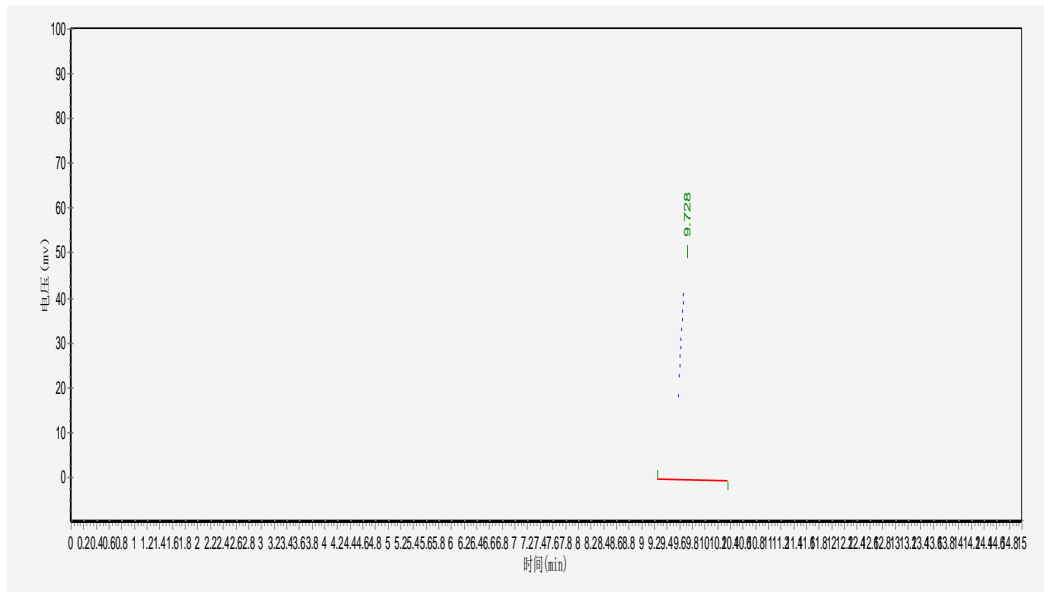


图2. 1.0 mg/mL混合标准溶液液相色谱图

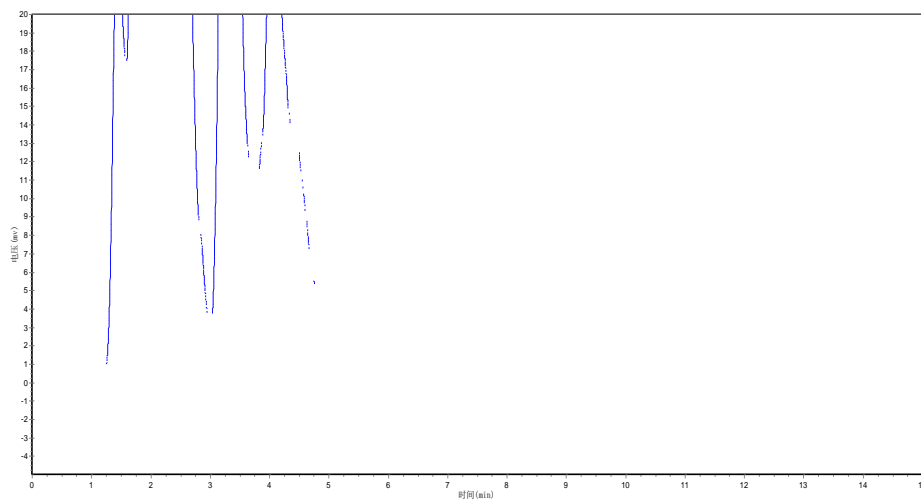


图3. 50 mg/kg辣条样品基质空白液相色谱图

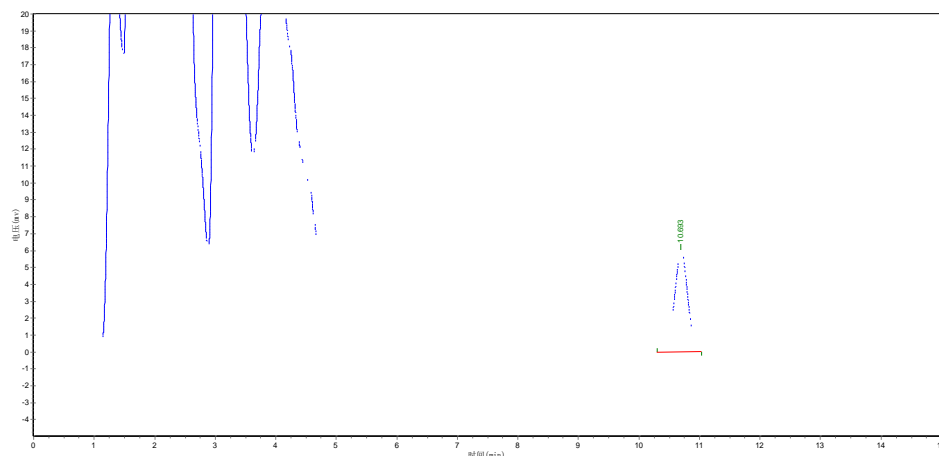


图4. 50 mg/kg辣条样品基质加标液相色谱图

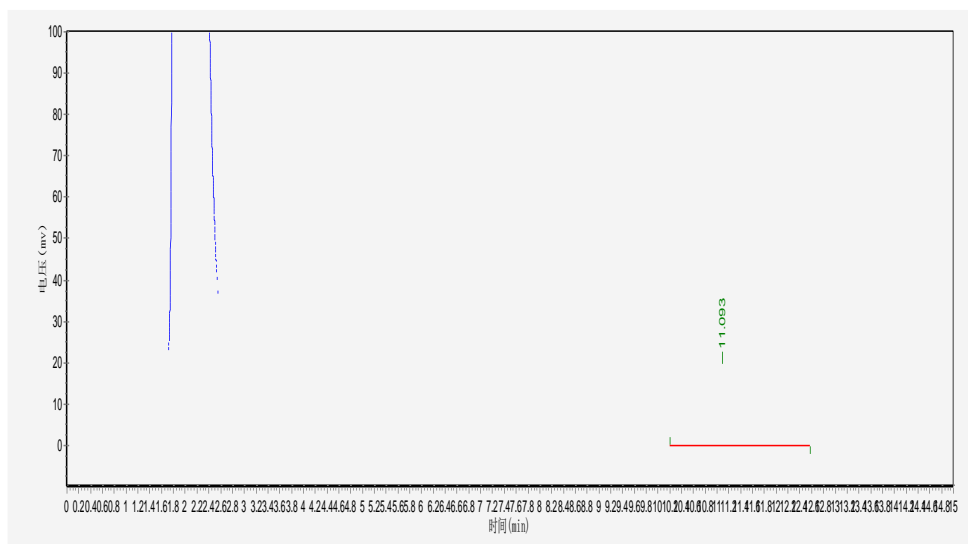


图5. 500 mg/kg辣条样品基质加标液相色谱图

结论

本实验依据《食品中三氯蔗糖的测定》(GB/T 22255-2014)建立了食品中三氯蔗糖残留量的检测方法,并结合高效液相色谱对食品中三氯蔗糖残留物的含量进行了测定。对于加标量 50 mg/kg、500 mg/kg 的辣条样品进行了检测,回收率在 80% ~ 110%之间,符合要求。



附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
Venusil XBP C18 (L)	5 μm , 150 \AA , 4.6 \times 150 mm	1 支	VX951505-L
Cleanert PEP-2	200 mg/6 mL	30 支/pk	PE2006-2
Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台	SPE-40
15 位氮吹仪	15 位	1 台	NV15-M
保护柱套	适用于 4.6 \times 10 mm 和 2.1 \times 10 mm	1 支	SH-100
直联式保护柱芯	5 μm , 150 \AA ; 2.1 \times 10 mm	4 支/包	VX950105-LS
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 \times 11.6 mm	100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819
针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.45 μm	200 个/包	AS081345
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML
甲醇	4 L/瓶, 色谱纯	4 \times 4 L/箱	AH230-4
乙腈	4 L/瓶, 色谱纯	4 \times 4 L/箱	AH015-4

关注微信，回复“315 专题”获取手机版

