

食品中三氯蔗糖的测定——HPLC 法解决方案

三氯蔗糖又名三氯半乳蔗糖，俗称蔗糖素，由英国泰莱公司(Tate&Lyie)与伦敦大学共同研制并于 1976 年申请专利的一种新型甜味剂。由于其具有甜度高(甜度为蔗糖的 600 倍)、甜味纯正等特点，被认为是目前最优秀的功能性甜味剂之一，代表了目前强力甜味剂研究的最高水平。虽然科学家们经过长期的毒理实验证明其具有较高的安全性，但也有三氯蔗糖可诱发偏头疼发作的报道。

建立食品中三氯蔗糖的测定方法，可为食品生产企业提供生产性指导，并为质量监督部门提供食品质量监管依据。我国国家标准《GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定》中制定了三氯蔗糖的 HPLC-ELSD 检测方法。

方法优势：

迪马科技在参考国家标准《GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定》基础上，进行了方法优化，推出《食品中三氯蔗糖的测定》方法，该方法：

- 1) 采用固相萃取-高效液相色谱法测定食品中的三氯蔗糖，使用 ProElut PLS 固相萃取柱净化样品，通过 HPLC-ELSD 检测；
- 2) 前处理步骤简单、净化效果好、重现性好，定量限 7.5 mg/kg，符合《GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定》对三氯蔗糖的限量规定；
- 3) 适用于各省市出入境、质检、疾控、食品药品检验所、第三方检测机构、食品检测机构、大型食品生产商、高校和科研院所等。

以下为详细解决方案，敬请参考！

食品中三氯蔗糖的测定——HPLC 法

1、适用范围

本方案适用于液态奶、酸奶、酱油、醋、饼干、奶酪、奶茶、可乐和果冻中三氯蔗糖的检测，方法定量限 7.5 mg/kg。

2、标准品配制

标准储备溶液：准确称取标准品，用水配制成 10 mg/mL 的储备液，吸取一定体积 10 mg/mL 储备液用水配成浓度为 1000 µg/mL 的储备液。

3、提取

3.1 含蛋白脂肪类液体：液态奶、酸奶、酱油和醋

10 mL 样品，加入 8 mL 水和 2 mL 200 g/L 乙酸铅溶液，振荡 2 min，超声提取 5 min，6000 rpm 离心 5 min，取 10 mL 上清液，待净化；

3.2 含蛋白脂肪类固体：饼干、奶酪和奶茶

5 g 样品，加入 8 mL 水和 2 mL 200 g/L 乙酸铅溶液，振荡 2 min，超声提取 5 min，6000 rpm 离心 5 min，取 10 mL 上清液，待净化；

3.3 饮料：可乐（量取前超声排气泡）

10 mL 样品，加入 10 mL 水，混匀，取 10 mL，待净化；

3.4 果冻

5 g 样品，加入 5 mL 水，热水超声溶解，混匀，趁热净化。

注：《GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定》中提取液为 75%甲醇水溶液，减压浓缩过程中暴沸严重，不易操作。

4、净化——ProElut 200 mg/6 mL PLS（Cat.#: 68012）

- (1)活化：依次向柱中加入 5 mL 甲醇、5 mL 水，弃去流出液；
- (2)上样：将待净化液加入柱中，弃去流出液（控制流速不超过每秒 1 滴）；
- (3)淋洗：向柱中加入 5 mL 20%甲醇水溶液，弃去流出液；
- (4)洗脱：向柱中加入 3 mL 甲醇，收集流出液；
- (5)定容：将洗脱液在 50 °C 下减压蒸干，用流动相定容至 1 mL，供 HPLC 分析。

5、色谱条件

色谱柱：Diamonsil C18(2) 150 × 4.6 mm, 5 µm（Cat.#: 99601）

流速：1.0 mL/min

进样量：20 µL

北京：400-608-7719

上海：021-61263966

天津：400-633-6606

广州：020-85593520

成都：028-86612625

沈阳：024-22943513

石家庄：0311-66686220

青岛：0532-83725230

济南：0531-83681355

重庆：023-62568657

柱温：35 °C

检测器：SEDEX LT-ELSD，温度：40°C，压力：3.5 bar，Gain：6

流动相：A：水；B：乙腈

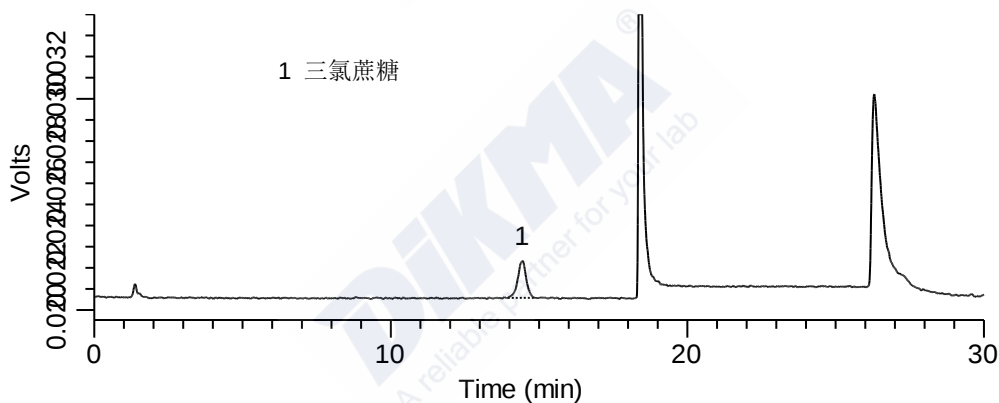
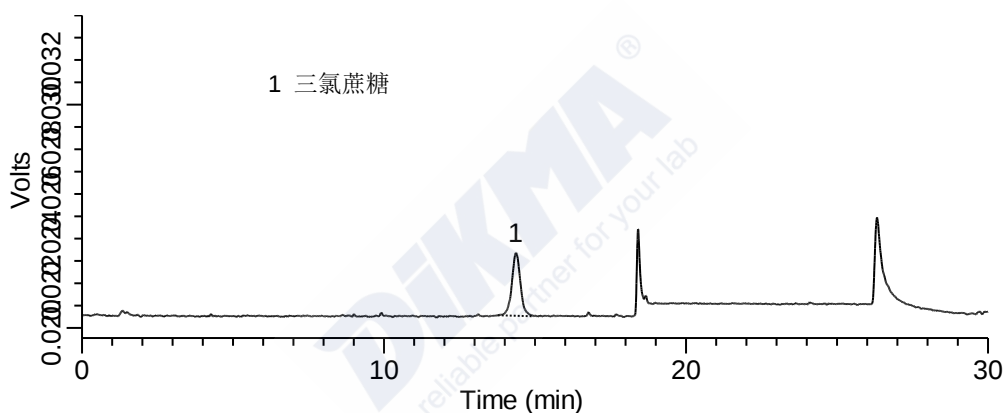
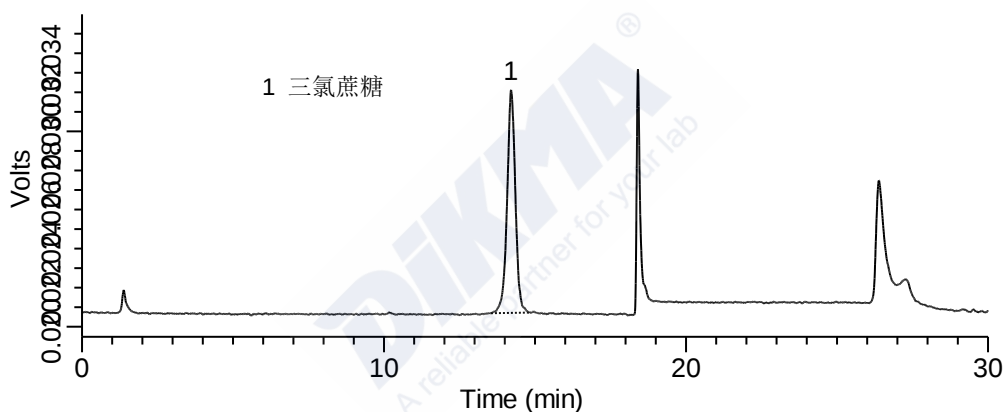
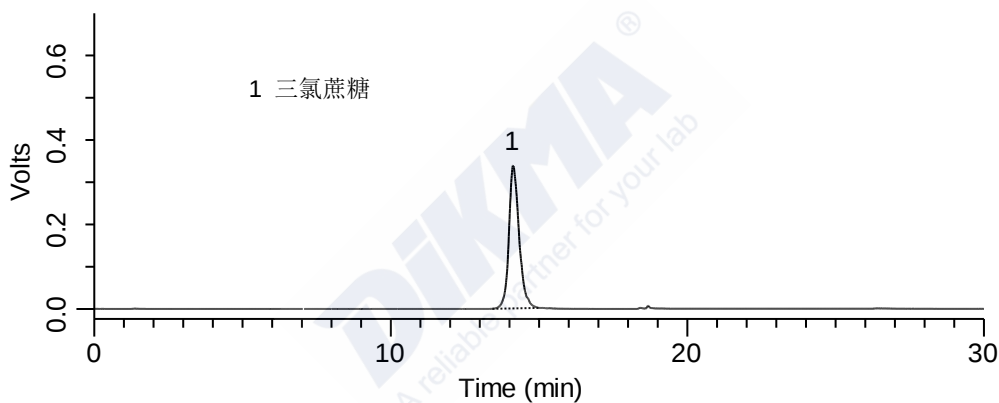
梯度设置

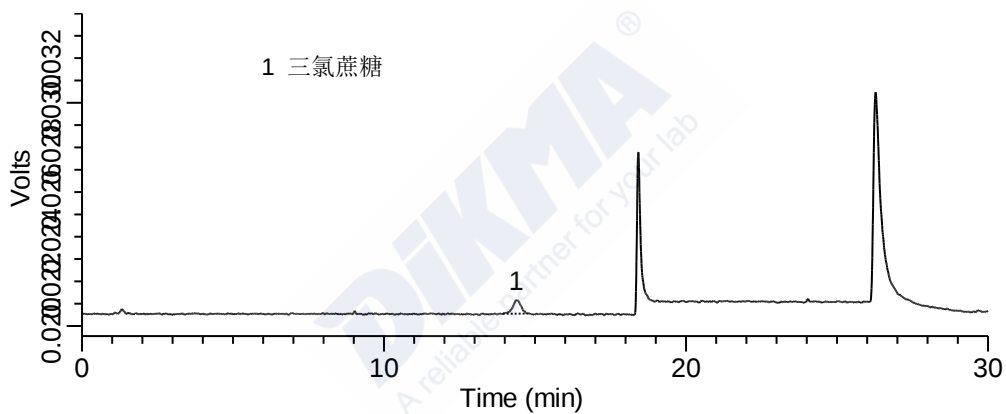
时间/Min.	0	14	15	22	23	30
A (%)	89	89	10	10	89	89
B (%)	11	11	90	90	11	11

6、添加回收结果

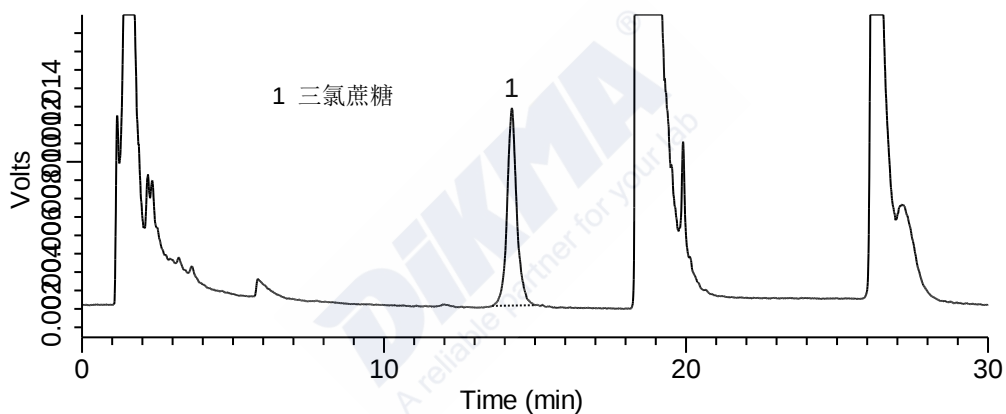
食品中三氯蔗糖的 HPLC 检测的添加回收结果

	添加水平 200 mg/kg		添加水平 20 mg/kg		添加水平 7.5 mg/kg		空白含量 (µg/mL)
	回收率(%)	加标量	回收率(%)	加标量	回收率(%)	加标量	
早餐奶	99.01	10 mg/mL 200 µL	109.82	1000 µg/mL 200 µL	96.52	1000 µg/mL 75 µL	—
巧克力奶	99.70	10 mg/mL 200 µL	100.91	1000 µg/mL 200 µL	95.88	1000 µg/mL 75 µL	—
咖啡奶	100.34	10 mg/mL 200 µL	112.34	1000 µg/mL 200 µL	126.00	1000 µg/mL 75 µL	—
养乐多	128.83	10 mg/mL 200 µL	—	—	—	—	130.8
酸奶	—	—	105.58	1000 µg/mL 200 µL	123.42	1000 µg/mL 75 µL	—
酱油	77.85	10 mg/mL 200 µL	—	—	—	—	113.48
醋	108.22	10 mg/mL 200 µL	143.64	1000 µg/mL 200 µL	205.47	1000 µg/mL 75 µL	—
饼干	—	—	102.64	1000 µg/mL 100 µL	103.28	1000 µg/mL 37.5 µL	—
奶酪	—	—	88.04	1000 µg/mL 100 µL	82.78	1000 µg/mL 37.5 µL	—
奶茶	—	—	101.48	1000 µg/mL 100 µL	169.05	1000 µg/mL 37.5 µL	—
可乐	—	—	103.97	1000 µg/mL 200 µL	98.49	1000 µg/mL 75 µL	—
果冻	—	—	93.89	1000 µg/mL 100 µL	96.27	1000 µg/mL 37.5 µL	—

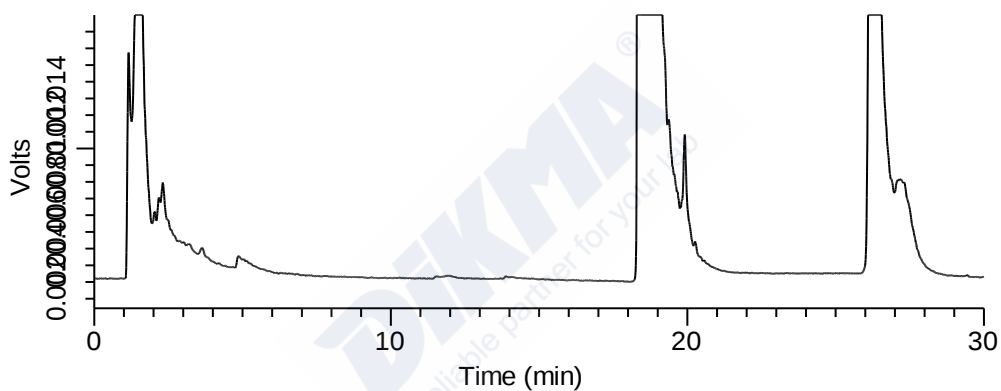




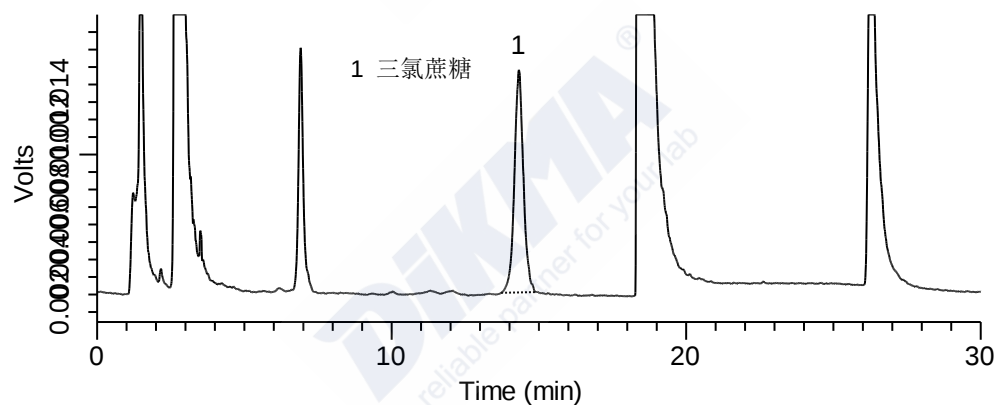
三氯蔗糖标准(18.75 µg/mL)液相色谱图



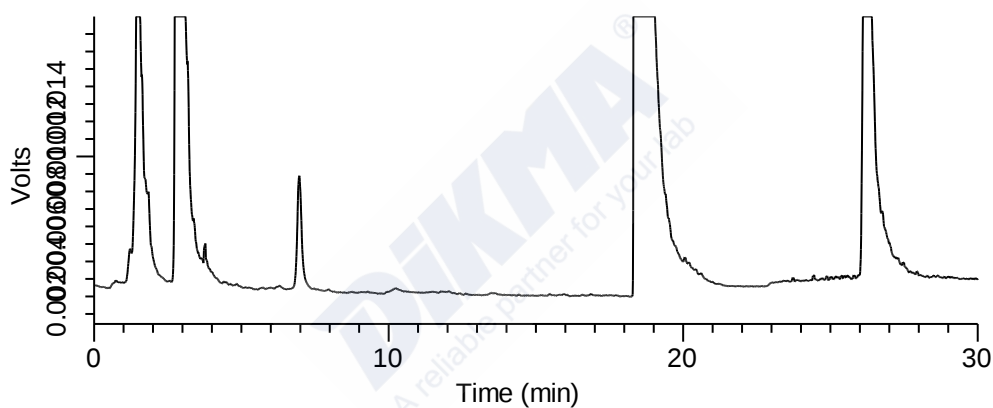
添加水平为(20 mg/kg)早餐奶中三氯蔗糖检测的液相色谱图



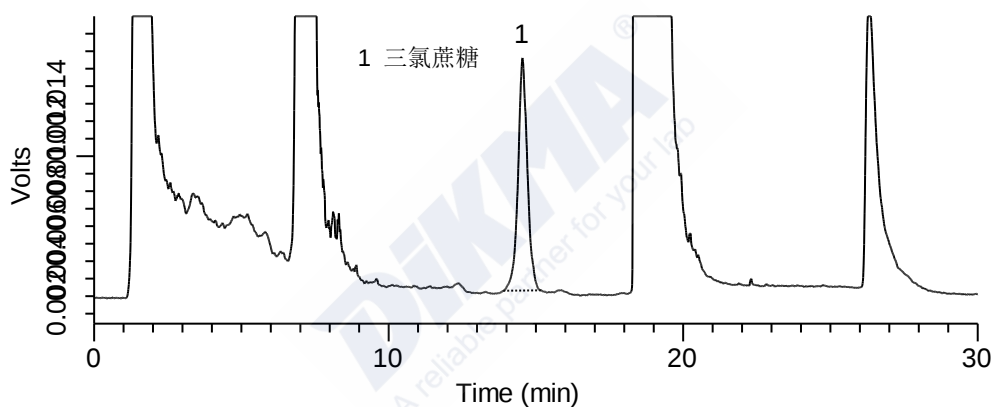
早餐奶中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



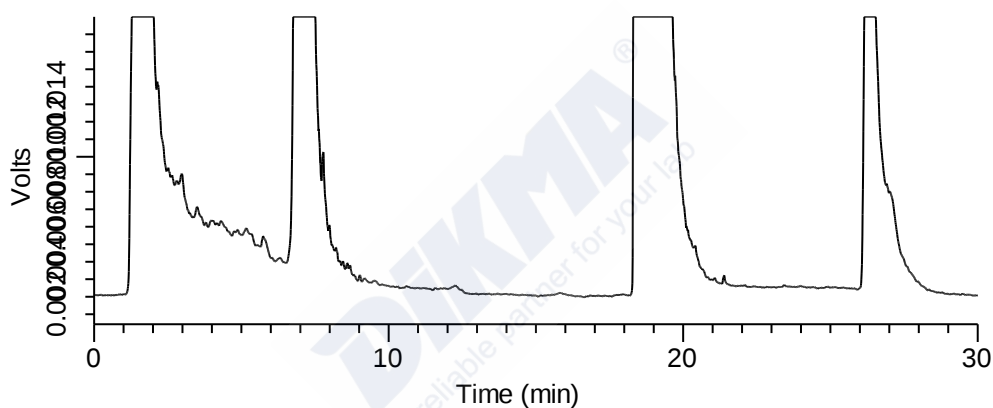
添加水平为(20 mg/kg)巧克力奶中三氯蔗糖检测的液相色谱图



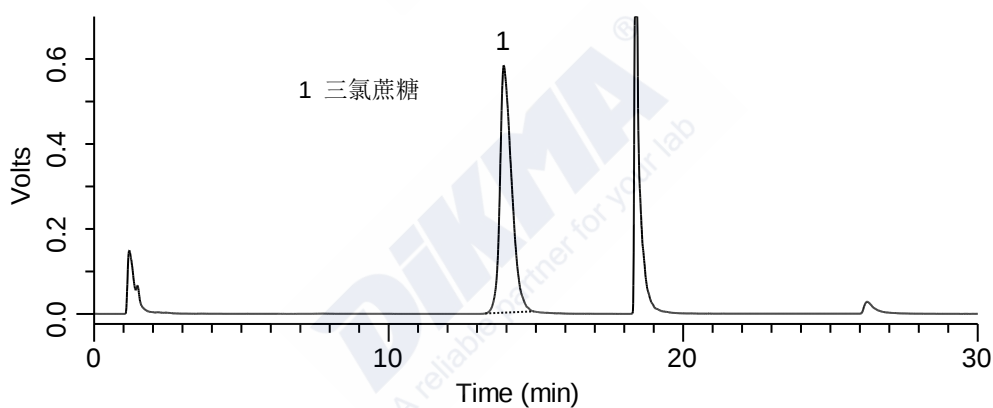
巧克力奶中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



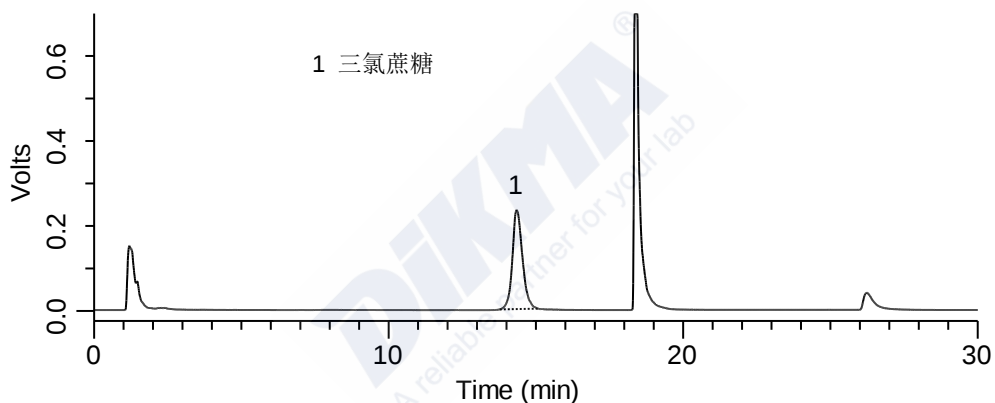
添加水平为(20 mg/kg)咖啡奶中三氯蔗糖检测的液相色谱图



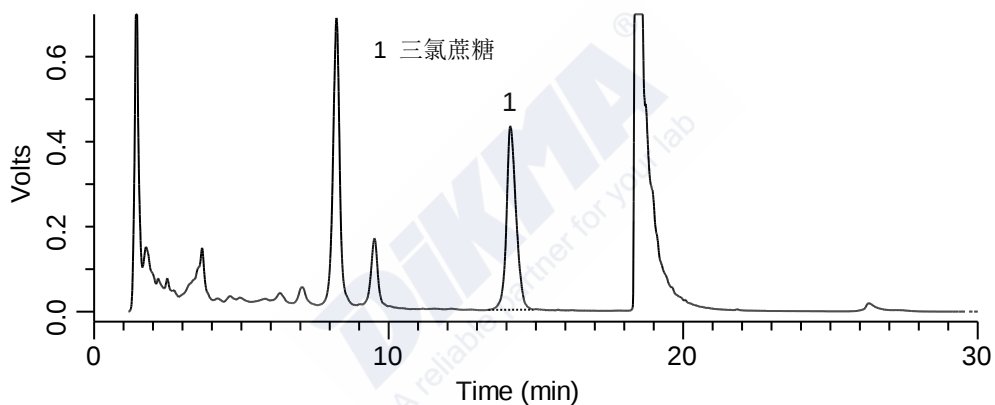
咖啡奶中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



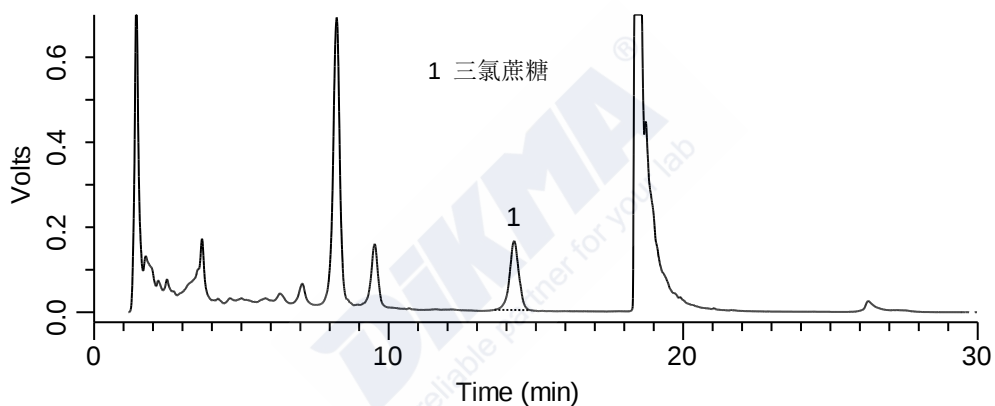
添加水平为(200 mg/kg)养乐多中三氯蔗糖检测的液相色谱图



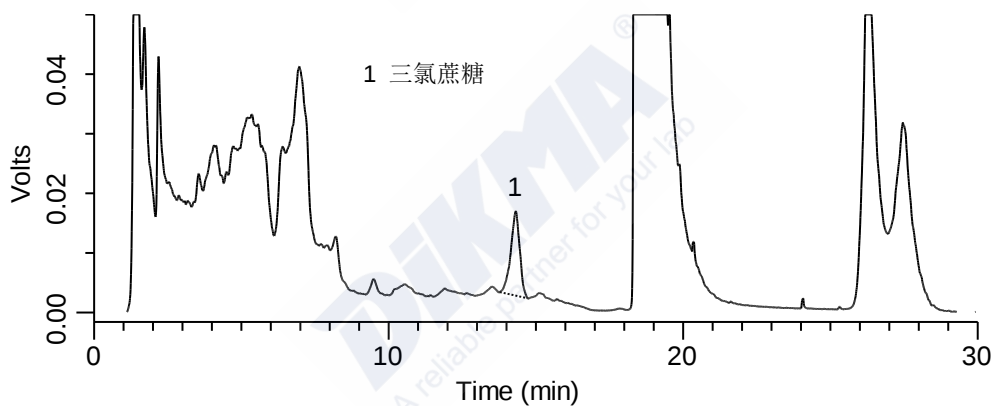
养乐多中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



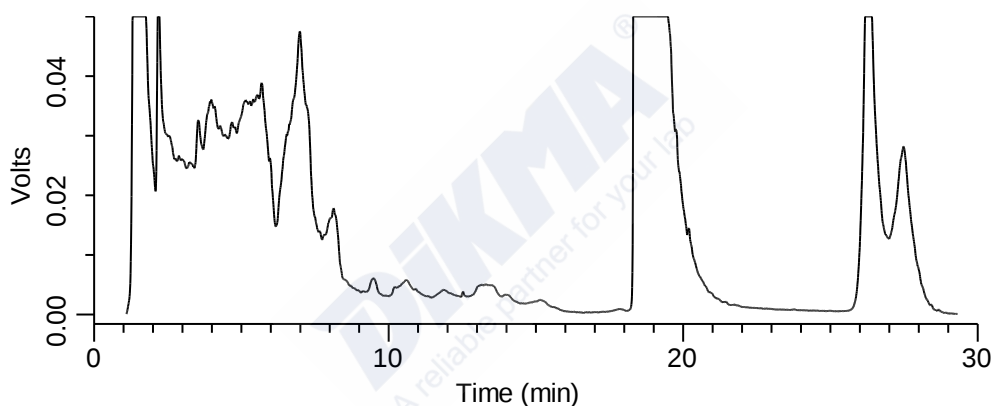
添加水平为(200 mg/kg)酱油中三氯蔗糖检测的液相色谱图



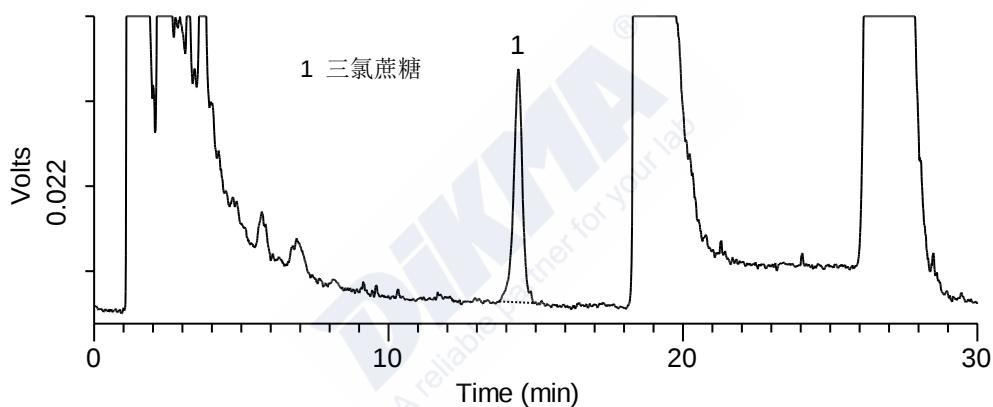
酱油中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



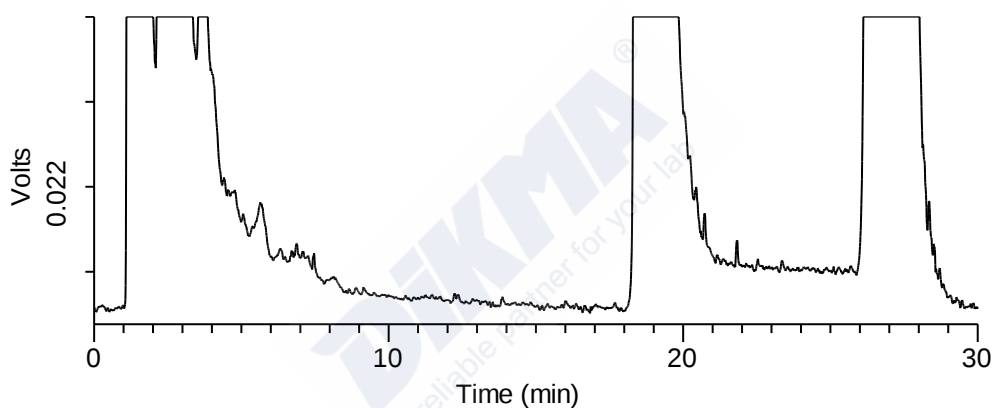
添加水平为(20 mg/kg)醋中三氯蔗糖检测的液相色谱图



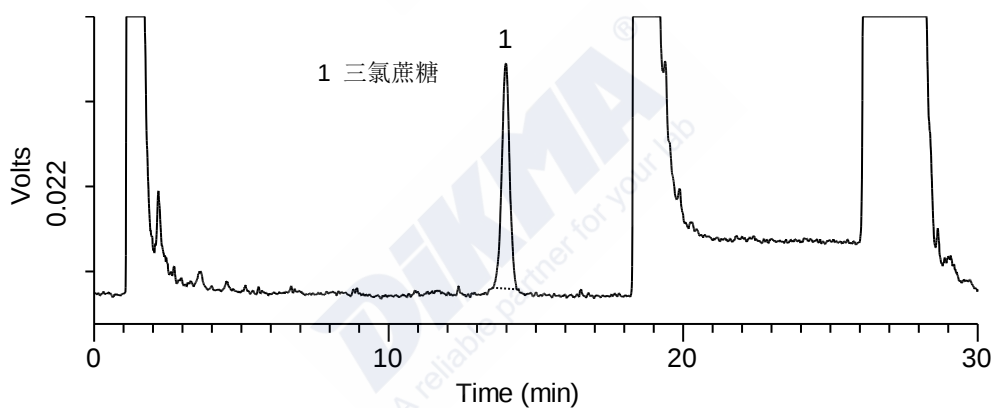
醋中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



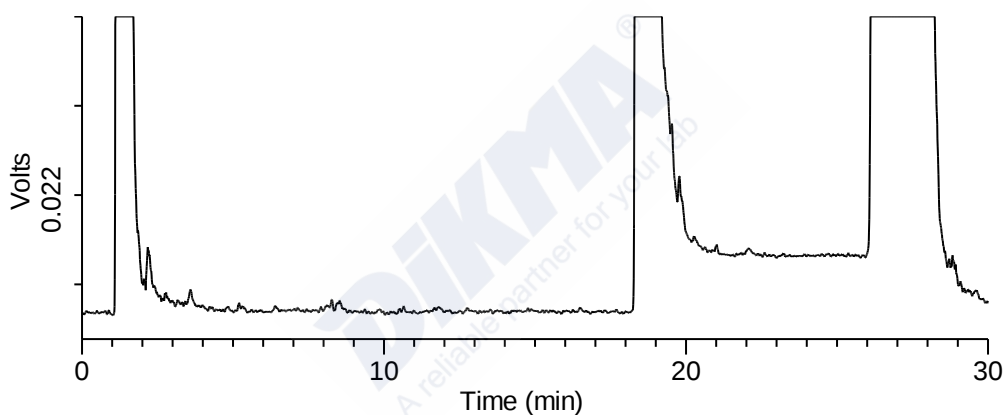
添加水平为(20 mg/kg)饼干中三氯蔗糖检测的液相色谱图



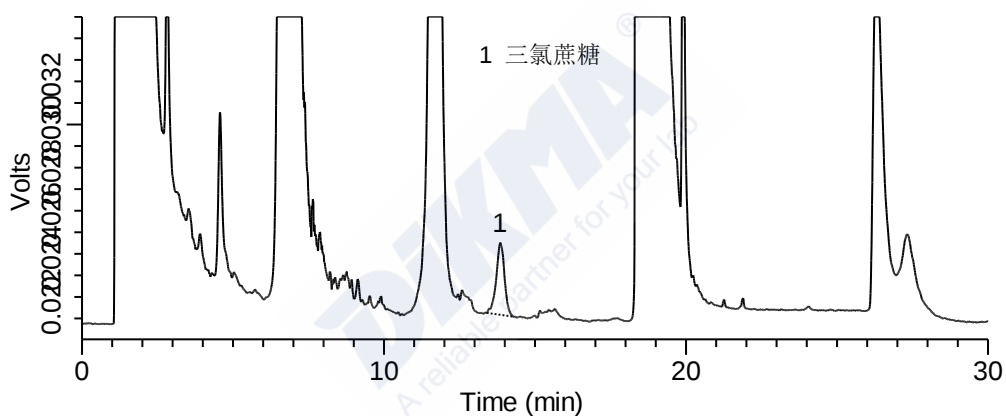
饼干中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



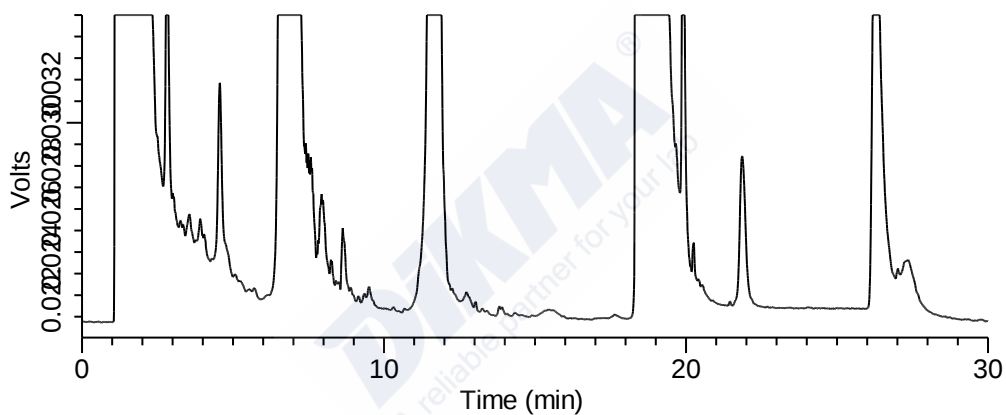
添加水平为(20 mg/kg)奶酪中三氯蔗糖检测的液相色谱图



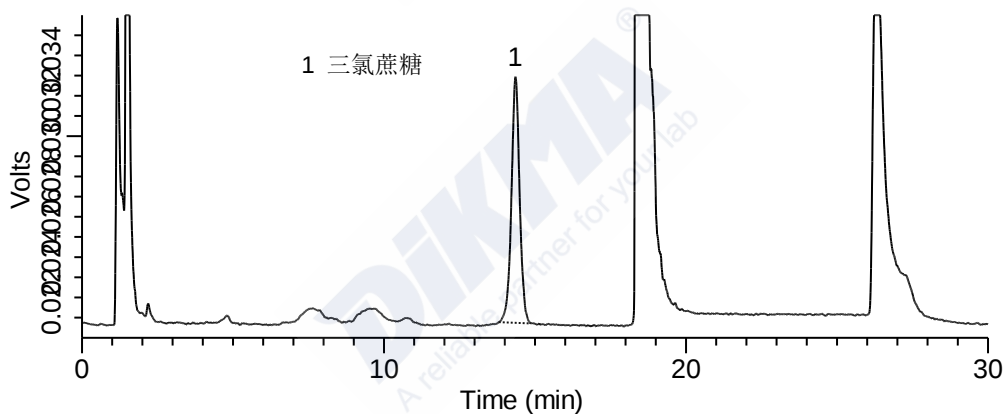
奶酪中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



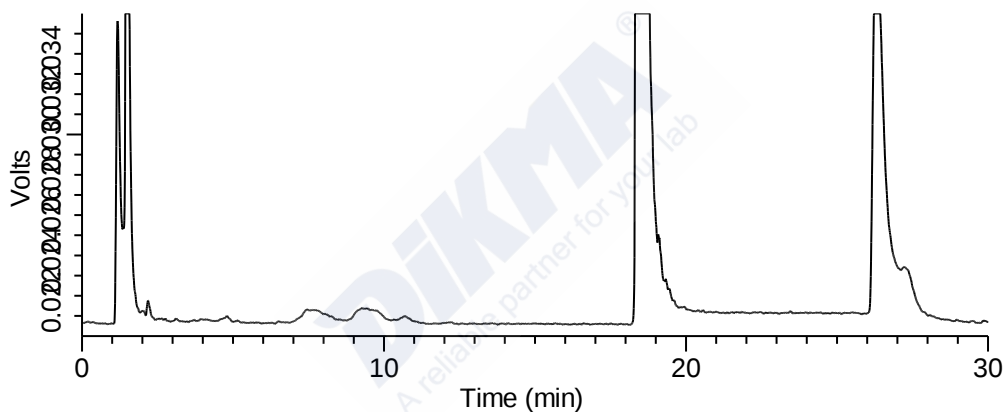
添加水平为(20 mg/kg)奶茶中三氯蔗糖检测的液相色谱图



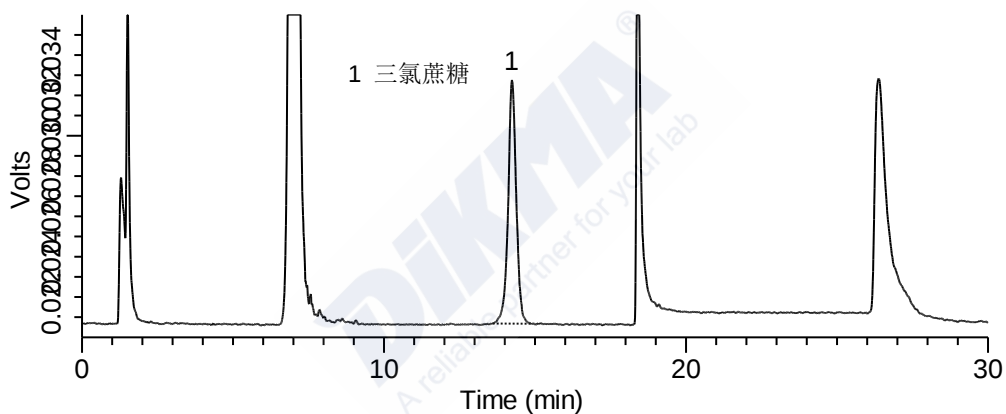
奶茶中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



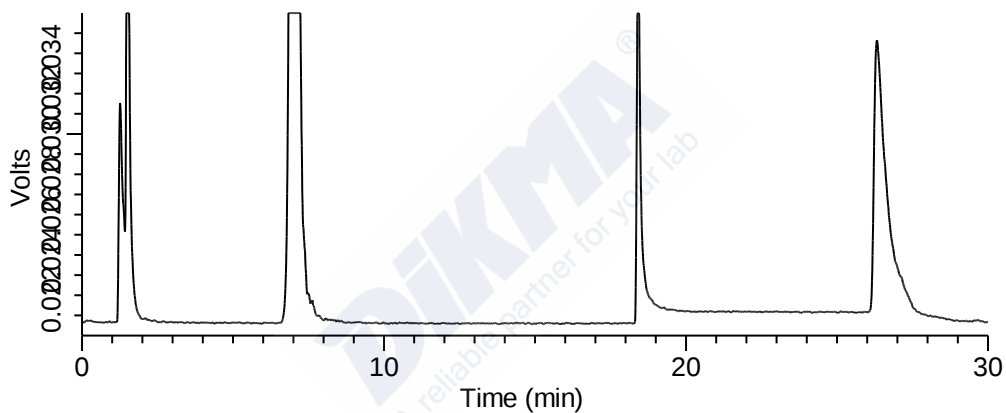
添加水平为(20 mg/kg)酸奶中三氯蔗糖检测的液相色谱图



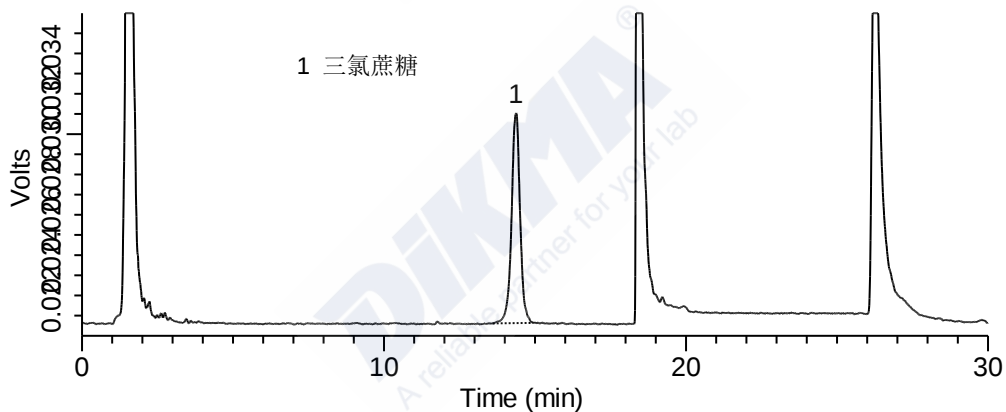
酸奶中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



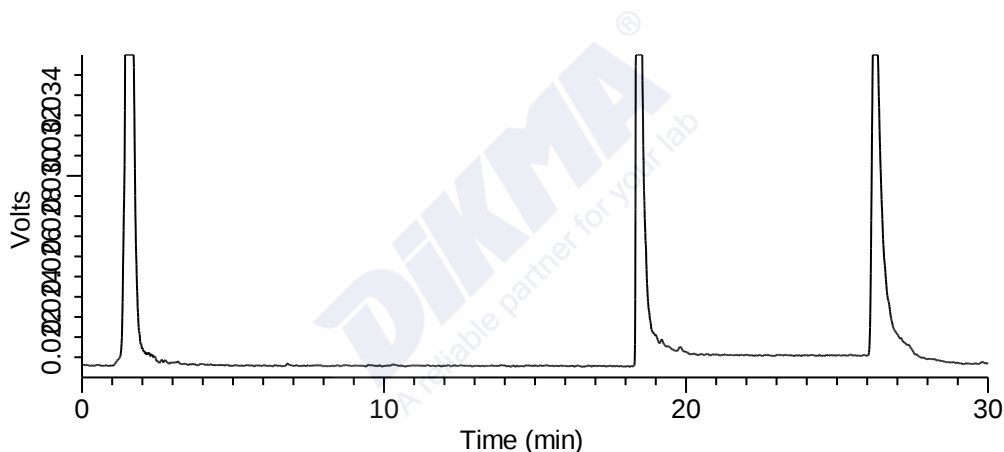
添加水平为(20 mg/kg)可乐中三氯蔗糖检测的液相色谱图



可乐中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图



添加水平为(20 mg/kg)果冻中三氯蔗糖检测的液相色谱图



果冻中三氯蔗糖检测(空白样品)的液相色谱图

食品中三氯蔗糖的测定——HPLC 法相关产品信息：

货号	名称	规格
样品前处理		
68012	ProElut PLS	200 mg/6 mL, 30/pk
244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1,3,6mL 柱管通用连接器	15/pk
4806	考克(控制流量)	15/pk
99011	真空/正压两用泵, 无油	1/pk
99013	抽滤瓶套装 (包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pk
30039	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 µm 100/pk
30040	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.45 µm 100/pk
标准品		
53-69293-100G	三氯蔗糖[56038-13-2]	100 g
色谱柱及保护柱		
99601	Diamonsil C18(2)	150 × 4.6 mm, 5 µm
HPLC 溶剂•缓冲盐•离子对试剂		
50101	乙腈 HPLC级	4 L
50102	甲醇 HPLC级	4 L
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色(现货)	50 孔
52401A	瓶架/白色(现货)	50 孔
1034	样品瓶(棕色/螺纹)	2 mL, 100/pk
1035	样品瓶盖/含垫(已经组装)	100/pk
H80465	HPLC 进样针	25 µL

红色产品货号#30039、#30040、#1034、#1035 火热促销中

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657