



中华人民共和国国家标准

GB/T 22255—2008

食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定

Determination of sucralose in foods

2008-07-31 发布

2008-11-01 实施



中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：上海市疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准主要起草人：熊丽蓓、戴承兵、何倩琼、杨大进。



食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定

1 范围

本标准规定了食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定方法。

本标准适用于食品中三氯蔗糖的测定。

本标准检出限:当取样量 5.00 g、定容至 5.00 mL、进样量 20 μ L 时,检出限为 0.004 g/kg;定量限为 0.014 g/kg。本标准的线性范围:0.100 mg/mL~0.800 mg/mL。

2 原理

三氯蔗糖是水溶性物质,易溶于水和甲醇。试样经 75% 甲醇水溶液处理使蛋白分离,用正己烷萃取除去脂肪,水相经水浴蒸干,加去离子水定容,高效液相色谱 C_{18} 反相色谱柱分离后,由蒸发光散射检测器检测,根据保留时间和峰面积进行定性和定量。

3 试剂和材料

3.1 甲醇(CH_3OH , AR 级)。

3.2 乙腈(CH_3CN , HPLC 级)。

3.3 正己烷(C_6H_{14} , AR 级)。

3.4 蒸馏水(0.5 mS/m)。

3.5 中性氧化铝固相萃取柱(2 g 装)。

3.6 三氯蔗糖标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

3.7 三氯蔗糖储备液(1.00 mg/mL):称取三氯蔗糖标准品 0.1 g(精确至 0.000 1 g),用水溶解并定容至 100 mL,混匀(置于 4 $^{\circ}C$ 冰箱保存 5 d)。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:附蒸发光散射检测器。

4.2 漩涡振荡器。

4.3 离心机:大于 3 000 r/min。

4.4 超声仪。

5 分析步骤

5.1 试样的制备

5.1.1 低脂、无脂及非酱色类试样的制备

5.1.1.1 准确称取均匀试样 1 g~5 g(精确至 0.001 g),置于 50 mL 的离心管中,加入 5 mL 蒸馏水,漩涡振荡器上振荡 3 min 后加入 15 mL 甲醇,继续振荡 30 s,超声波提取 20 min 后,以 3 000 r/min 离心 5 min,仔细将上清液移入 50 mL 玻璃蒸发皿内。

5.1.1.2 沉淀物加入 10 mL 75% 甲醇水溶液,玻棒搅拌均匀后,以 3 000 r/min 离心 5 min,上清液合并于蒸发皿中,置于水浴锅上,在沸水浴上蒸干,残渣用水溶解并定容至 5.00 mL 后过 0.45 μ m 滤膜,滤液备用。

5.1.2 含脂肪试样的制备

按 5.1.1.1 操作,上清液移入分液漏斗中,残渣按 5.1.1.2 操作,上清液合并于分液漏斗内,然后取

30 mL 正己烷加入分液漏斗中,振摇 2 min,静置 20 min 后分层,移出下层液置于蒸发皿内,于沸水浴上蒸干,残渣用水溶解并定容至 5.00 mL 后过 0.45 μm 滤膜,滤液备用。

5.1.3 酱色类试样的制备

甜味酱、豆瓣酱、酱油类试样经 5.1.1,或 5.1.2 处理后所得的 5.00 mL 水溶液通过中性氧化铝固相萃取柱,弃去最初 2 mL 滤液,接收余下滤液,再过 0.45 μm 滤膜,滤液备用。

5.2 液相色谱参考条件

5.2.1 色谱柱: C_{18} (4.6 mm \times 150 mm, 5 μm)。

5.2.2 流速: 1.0 mL/min。

5.2.3 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.4 进样量: 5.0 μL ~ 20.0 μL 。

5.2.5 流动相梯度洗脱条件: 见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间/min	超纯水(体积分数)/%	乙腈(体积分数)%
0	89	11
13	89	11
14	10	90
21	10	90
22	89	11
25	89	11

5.2.6 蒸发光散射检测器。

5.3 色谱分析

取制备的试样滤液 5.0 μL ~ 20.0 μL (视试样中三氯蔗糖含量多少而定) 进样,进行 HPLC 分析。以保留时间定性,以试样峰面积与标准比较定量。

5.4 标准曲线制备

准确移取标准储备液 (3.7) 配制成标准使用液,浓度为 0.100 mg/mL、0.300 mg/mL、0.500 mg/mL、0.800 mg/mL,进样 10 μL ,在上述色谱条件下进行 HPLC 测定,然后按质量 (μg) 与峰面积之间的关系绘制标准曲线,曲线方程见式(1):

$$y = bx^a \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

y ——峰面积;

b 、 a ——与蒸发室温度及流动相性质等试验条件有关的常数;

x ——三氯蔗糖的质量,单位为微克(μg)。

6 结果计算

试样中三氯蔗糖的含量按式(2)进行计算:

$$X = \frac{m_1 \times V_0}{m \times V_1} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中三氯蔗糖的含量,单位为克每千克(g/kg);

m_1 ——进柱样液中三氯蔗糖的质量,单位为微克(μg);

V_0 ——试样制备液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样称取质量,单位为克(g);

V_1 ——进柱样液的体积,单位为微升(μL)。

计算结果保留三位有效数字。

7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

8 色谱图

在上述色谱条件下,色谱图见图1~图2。

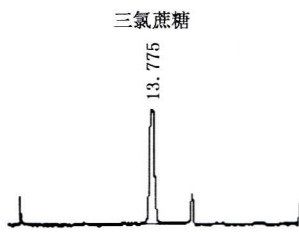


图1 标准色谱图

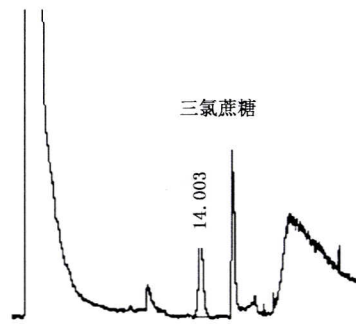


图2 试样色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 三 氯 蔗 糖 (蔗 糖 素) 的 测 定
GB/T 22255—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

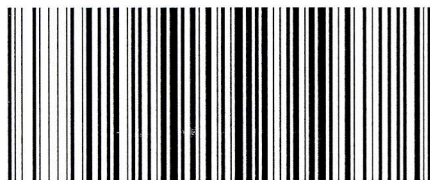
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34155 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 22255-2008