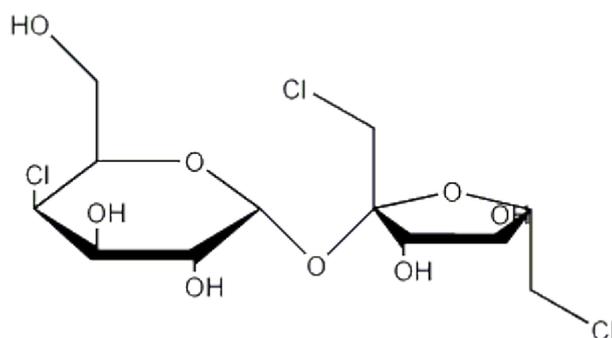


酱油和酸奶中三氯蔗糖的残留检测

背景

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，甜度为蔗糖的 600 倍，极易溶于水，具有甜味纯正，化学稳定性好，在人体内几乎不被吸收，是糖尿病人的甜味代用品等优点。因此，广泛应用于酱油、饮料、乳制品、饮料酒和果酱等加工食品中。我国 2011 版《食品添加剂使用卫生标准》中规定可以在调味乳、饮料、糖果等 27 种产品中使用三氯蔗糖，但均有限量规定。本试验参考 GB 22255-2014 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的检测方法，采用高效液相色谱-蒸发光散射检测法，对酱油和酸奶中三氯蔗糖的前处理方法及分析条件进行验证。



三氯蔗糖结构式

适用范围

本方法（参考 GB 22255--2014），适用于食品中三氯蔗糖含量的测定。

实验步骤

1、试剂准备

甲醇（CH₃OH）：色谱纯

乙腈（CH₃CN）：色谱纯

正己烷（C₆H₁₄）

水：超纯水

乙酸锌：Zn(CH₃COO)₂·2H₂O

亚铁氰化钾：K₄Fe(CN)₆·3H₂O

中性氧化铝（100-200 目）

溶液配制

乙酸锌溶液（219 g/L）：准确称取 21.9 g 乙酸锌，加入 3 mL 乙酸，加水溶解至 100 mL。

亚铁氰化钾溶液（106 g/L）：称取 10.6 g 亚铁氰化钾，加水溶解至 100 mL。

甲醇水（75+25）：准确量取 75 mL 甲醇，加 25 mL 水，混匀。

乙腈水溶液（11+89）：准确量取 11 mL 乙腈，加 89 mL 水，混匀。

2、样品提取

2.1 酱油基质

称取 2 g 试样（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 1 g 中性氧化铝，再加入 3 mL 水和 15 mL 甲醇，涡旋混合 30 s，在 3000 r/min 的条件下离心 10 min，移取上清液于另一离心管中，往沉淀物中加 5 mL 甲醇水，重复提取一次，合并上清液于 150 mL 分液漏斗中。往分液漏斗中加入 30 mL 的正己烷，摇晃 3 min 后静置分层，待分层结束后将下层水相 70℃氮吹至约 1 mL，再加入 9 mL 的水，离心 10 min，最后取上清液待净化。

2.2 酸奶基质

称取 2 g 试样（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 的水和 15 mL 的甲醇，混匀，再加入 0.5 mL 的乙酸锌和亚铁氰化钾溶液；后续步骤同酱油基质提取方法，最后上清液待净化。

3、净化

SPE 柱：SelectCore HLB 固相萃取柱（200 mg/6mL）

活化：依次用 5 mL 的甲醇和水活化；

上样：加入提取好的全部上清液；

淋洗：用 1 mL 的超纯水溶液进行淋洗；

洗脱：用 3 mL 甲醇溶液进行洗脱，收集洗脱液，在 50 °C 下用氮气吹至近干，用 1 mL 乙腈水复溶后，过 0.45 μm PES 滤膜后上机检测。

4、液相色谱仪器条件

Column: ChromCore C18, 5 μm

Dimension: 4.6 × 150 mm

Mobile Phase: H₂O:ACN=89:11 (v/v)

Flow Rate: 1.0 mL/min

Temperature: 35 °C

Injection: 20 μL

Detection: ELSD

Nebulizer Temperature: 60 °C

Evaporator Temperature: 80°C

Gas Flow Rate: 1.6 L/min

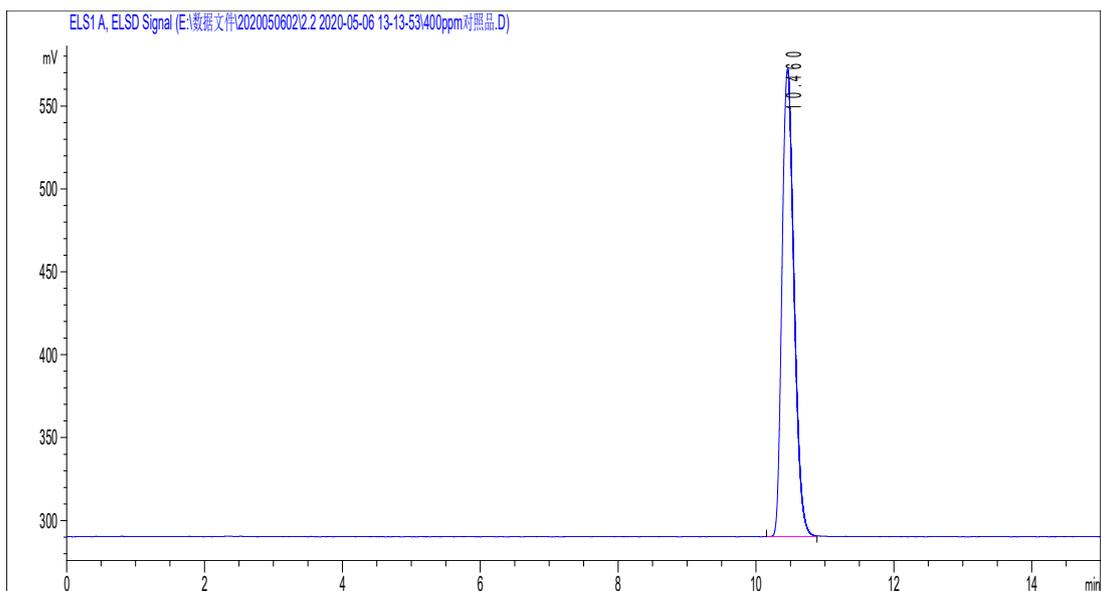


图 1: 400 ppm 三氯蔗糖对照品溶液色谱图

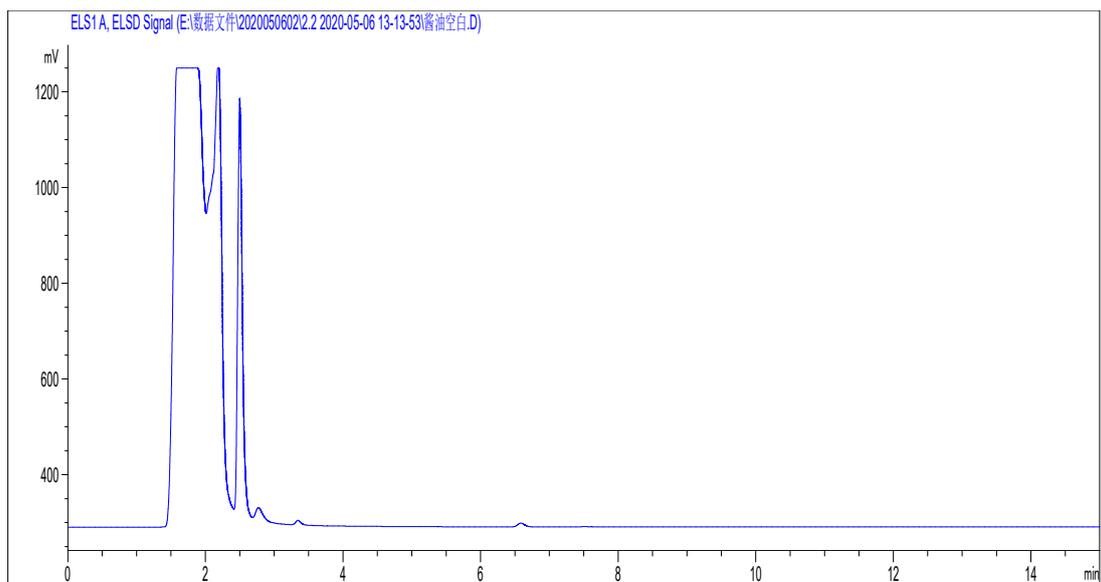


图 2: 酱油空白基质色谱图

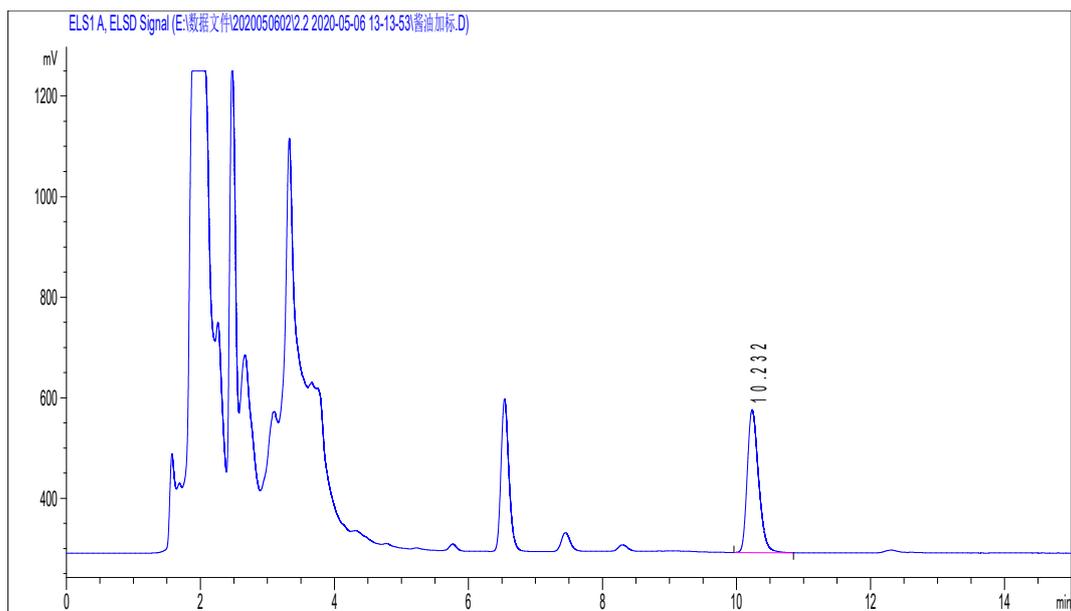


图 3: 添加水平 200 mg/kg 的酱油基质色谱图

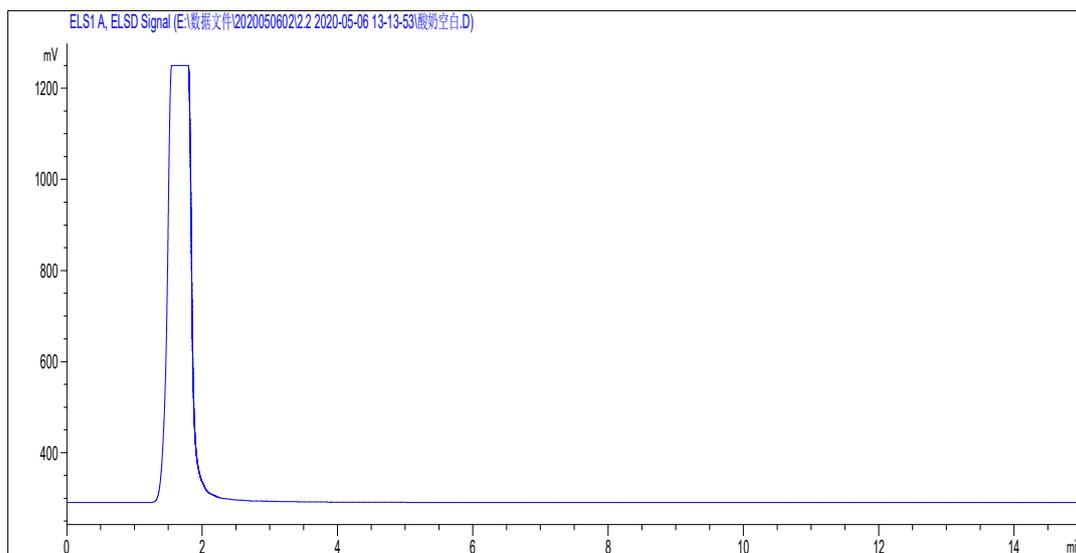


图 4: 酸奶空白基质色谱图

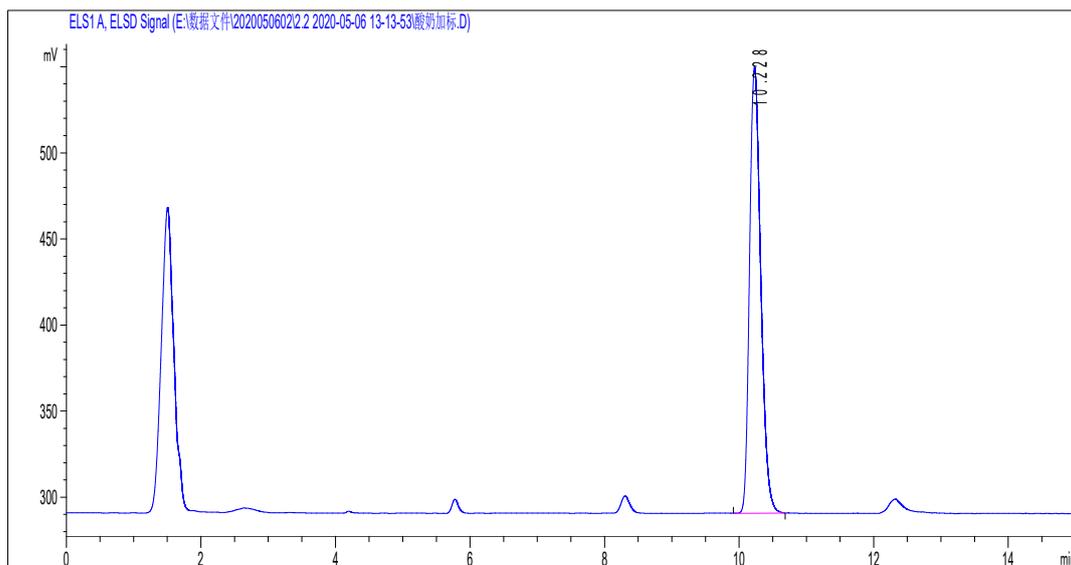


图 5: 添加水平 200 mg/kg 的酸奶基质色谱图

样品加标回收率实验结果

样品名称	化合物	加标量 (mg/kg)	平均回收率%
酱油	三氯蔗糖	200	97.98%
酸奶	三氯蔗糖	200	90.79%

6、实验结论

由以上实验数据可得，选择纳谱分析的 SelectCore HLB 200mg/6mL 固相萃取柱和 ChromCore C18 5 μ m, 4.6 \times 150 mm 分析柱，酱油和酸奶样品中三氯蔗糖的测定数据稳定、分离度良好、回收率较高，符合国标检测要求。