

食品添加剂三氯蔗糖的分析方法

摘要 开发了三氯蔗糖的 HPLC 分析方法，该方法简单而且重复性好，最低检出限为 2.1ppm，在 8ppm 至 5000ppm 的浓度范围内，相关系数可达到 0.9999 以上。该方法既可以作为三氯蔗糖质量检测方法，也可以作为三氯蔗糖在食品中添加量的控制检测方法。

关键词 HPLC 三氯蔗糖 食品添加剂

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，其化学名 4, 1', 6'-三氯-4, 1', 6'-三脱氧半乳型蔗糖，是一种白色粉末状产品，极易溶于水（溶解度 28.2 克，20℃），水溶液澄清透明，其甜度是蔗糖的 400~800 倍，三氯蔗糖具有如下优点：（1）水溶液化学稳定性好，高温下甜味不变，而且与食物中的蛋白质果胶等主要成分不起化学反应，在焙烤工艺中甜度更稳定。（2）无毒副作用，在人体内几乎不被吸收，热量值为零，是糖尿病人的甜味代用品。（3）甜味纯正，与蔗糖一样没有不愉快的苦后味和其他怪味，它不被龋齿病菌利用，所以不会引起龋齿。正是基于这些优点，三氯蔗糖是目前食品和医药领域研究开发的热点。

仪器配置

包括脱气机 DGU-20A₃；泵 LC-20AD；自动进样器 SIL-20AC；高压混合器；柱温箱 CTO-20AC；示差折光检测器 RID-10A；
系统控制器 CBM-20A；
LC-Solution 数据处理软件

分析条件

流动相:水/乙腈 85/15
流速: 1 mL/min
进样体积: 20 μL
色谱柱: Shim-pack VP-ODS (150 mmL x 4.6 mmid)
柱温: 40℃
检测池温度: 40℃

标样处理

称取标样 40mg，流动相稀释至 10mL，完全溶解后，0.45μm 膜过滤，取 20μL 进样。色谱图如下：

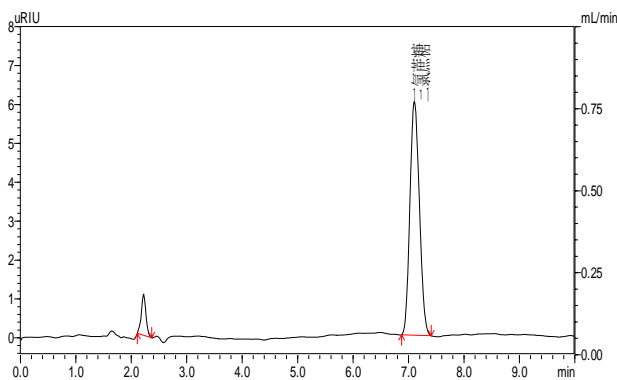


图 1 三氯蔗糖色谱图

重现性实验

将上述样品连续进样 6 次，分别计算保留时间和峰面积的重复性。结果见图 2 和表 1。

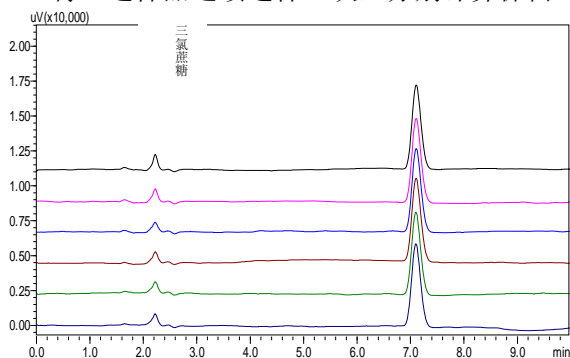


图 2 重复性实验色谱图

编号	保留时间	峰高	峰面积
1	7.095	5835	69441
2	7.094	5816	69509
3	7.093	5802	69302
4	7.093	5784	69052
5	7.093	5787	69166
6	7.094	5808	69605
RSD	0.012	0.328	0.304

表 1. 重复性实验结果

标准曲线制作

称取 50mg 的三氯蔗糖标准品，用纯水溶解后，定容至 10mL 的容量瓶中，配制成 5000ppm 的标准溶液，将其作为储备液。分别稀释成 1000ppm、200ppm、40ppm、8ppm 的标准溶液，0.45 μ m 膜过滤后，各取 20 μ L 进样，重复进样两次。绘制好的标准曲线见图 3。

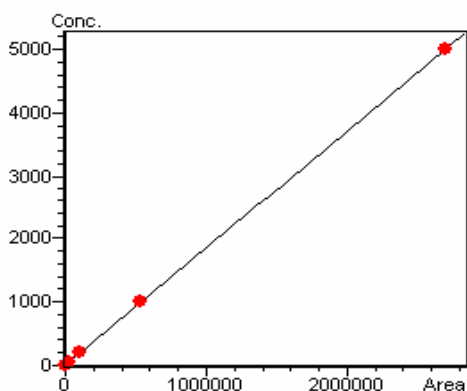


图 3 三氯蔗糖标准曲线

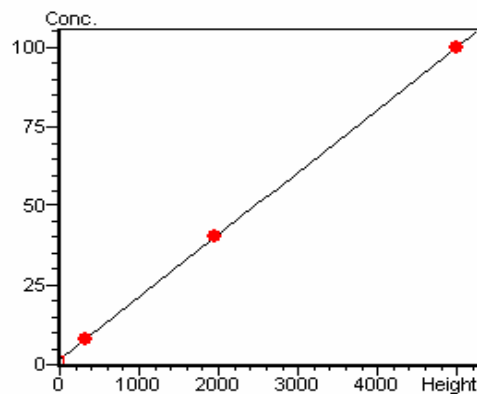


图 4 三氯蔗糖标准曲线
(峰高-浓度、用于检出限计算)

其曲线方程为 $Y=aX+b$ ，其中 $a=1.85279 \times 10^{-3}$ 、 $b=8.401712$ 。相关系数 $R^2=0.9999904$ 。

检出限

分别配制 8ppm、40ppm、100ppm 的三氯蔗糖稀溶液，0.45 μ m 膜过滤后，各取 20 μ L 进样，重复进样两次。

以峰高和峰面积制作标准曲线，其相关系数 $R^2=0.999998$ ，见图 4。以噪音的三倍高度计算最低检出限，结果为 2.1ppm。

结论

开发了三氯蔗糖的检测方法，实验证明该方法有良好的重复性，在 8ppm 至 5000ppm 的浓度范围内，相关系数可达到 0.9999 以上，且该方法的检出限可达到 2.1ppm。由于三氯蔗糖极易溶于水，实际样品的前处理也非常容易进行。因此，该方法既可以作为三氯蔗糖的质量控制方法，而且，该方法也可以作为食品中三氯蔗糖添加量的检测方法。