

舌尖守安：蒸馏酒中三氯蔗糖（违禁物）如何精准测定？

三氯蔗糖，也被称为蔗糖素或蔗糖精，被广泛应用于多种食品领域，包括饮料、酱菜、复合调味料、雪糕、糕点、面包等。《GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中规定白酒不允许添加任何甜味剂以保持传统工艺的纯正性。三氯蔗糖已成为白酒抽检中的必检项目。本应用参考 GB 5009.298-2023 《食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定》，采用科诺美 Leaps 超高效液相色谱仪和蒸发光检测器，建立了测定蒸馏酒中三氯蔗糖含量测定的方法。

1、实验部分

1.1 仪器

Leaps 高效液相色谱仪：四元低压梯度泵 P40，自动进样器 A10C，柱温箱 C10，蒸发光散射检测器 D30L

1.2 溶液配制

三氯蔗糖标准储备液 (10 mg/mL): 准确称取三氯蔗糖标准品 0.50 g 于 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

三氯蔗糖标准中间液 (1 mg/mL): 准确移取三氯蔗糖标准储备液 1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，4℃保存，有效期 3 个月。

三氯蔗糖标准工作液：准确量取三氯蔗糖标准中间液，加水稀释成浓度分别为 0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.4 mg/mL、0.8 mg/mL、1.0 mg/mL 的标准工作液。

样品前处理：准确称取某白酒 2 g 于蒸发皿中，沸水浴上蒸干，残渣用 1.00 mL 水溶解，经 0.45 μm 亲水针式滤膜过滤后，待测。



1.2 色谱条件

色谱柱: Lotus C18 4.6 mm*250 mm, 5 μ m

流动相: 乙腈: 水=11: 89 (体积比)

流速: 1.0 mL/min

柱温: 35 $^{\circ}$ C

进样体积: 20 μ L

喷雾器温度: 35 $^{\circ}$ C

漂移管温度: 60 $^{\circ}$ C

气体流速: 2.5 mL/min

2、结果与分析

2.1 线性关系

分别吸取三氯蔗糖标准系列工作液各 20 μ L 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积的 log10 的值为纵坐标, 以标准系列工作液质量浓度的 log10 的值为横坐标绘制标准曲线。在 20 μ g/mL~ 1000 μ g/mL 线性范围内, 线性相关系数大于 0.9999。

表 1 线性数据结果表

序号	质量浓度 μ g/mL	峰面积	log10 (质量浓度)	log10 (峰面积)
1	20	8.642	1.301	0.937
2	50	32.147	1.699	1.507
3	100	87.010	2.000	1.940
4	200	246.926	2.301	2.393
5	400	641.615	2.602	2.807
6	800	1817.578	2.903	3.259
7	1000	2419.787	3.000	3.384



2.2 精密度

准确吸取浓度为 400 $\mu\text{g/mL}$ 的三氯蔗糖标准工作液 20 μL ，重复进样 6 次。三氯蔗糖定性重复性为 0.12%，定量重复性为 0.22%。

2.3 检出限与定量限

将浓度为 20 $\mu\text{g/mL}$ 的三氯蔗糖标准工作溶液注入高效液相色谱仪，按上述色谱条件进行测定。本方法三氯蔗糖检出限为 0.0005g/kg，定量限为 0.0015g/kg，满足国标中规定的 0.0075g/kg 的检出限要求。

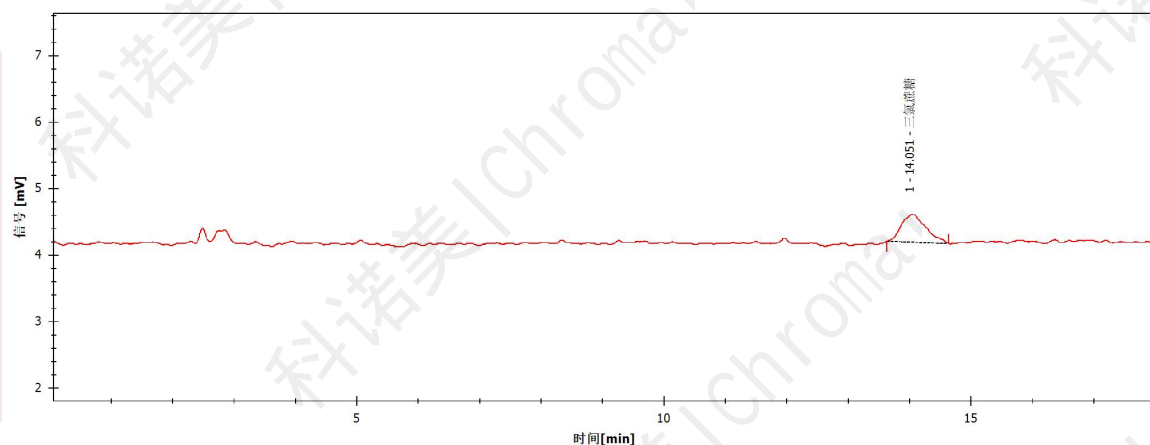


图 1 20 $\mu\text{g/mL}$ 三氯蔗糖标准溶液谱图

2.4 样品测试与加标回收率

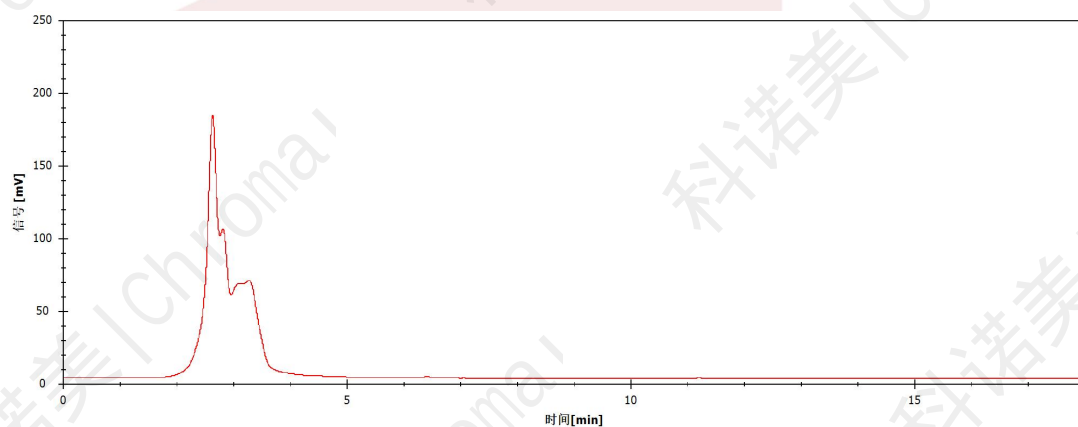


图 2 某白酒样品测试色谱图

平行称取两份白酒样品 2.0 g，加入浓度为 1.0 mg/mL 的三氯蔗糖标准中间液 200 μ L，按样品前处理步骤处理后得到加标回收率分别为 95.12%和 94.68%。

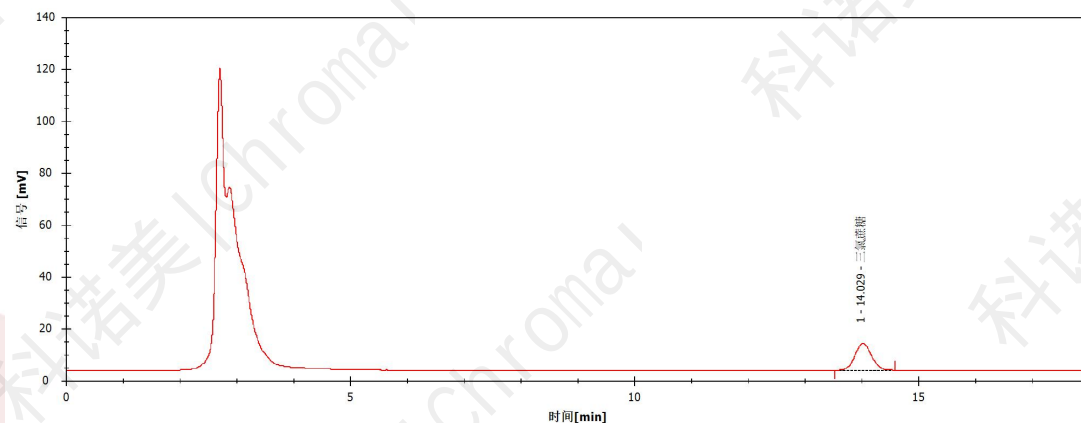


图 3 某白酒样品加标回收率测试色谱图

3、结论

本文采用科诺美 Leaps 超高效液相色谱仪，蒸发光散射检测器测定蒸馏酒中三氯蔗糖违禁物的含量，在线性范围内线性良好，线性相关系数大于 0.9999，方法检出限为 0.0005g/kg，远低于 GB 5009.298-2023 中规定的 0.0075g/kg，定性重复性 0.12%，定量重复性 0.22%，结果满足国标要求。本方案可以有效测定蒸馏酒中三氯蔗糖违禁物的含量，仪器性能稳定，灵敏度高。

