



中华人民共和国国家标准

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

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会  
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发 布

## 前　　言

本标准代替 GB 22255—2014《食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定》。

本标准与 GB 22255—2014 相比,主要变化如下:

- 增加了第二法“高效液相色谱-串联质谱法”;
- 修改了高效液相色谱示差检测器法流动相条件;
- 修改了高效液相色谱法试样前处理条件;
- 修改了高效液相色谱法检出限和定量限。

# 食品安全国家标准

## 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)的高效液相色谱和高效液相色谱-串联质谱测定方法。本标准适用于食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定。

### 第一法 高效液相色谱法

### 2 原理

试样中的三氯蔗糖用甲醇水提取,除去蛋白、脂肪,经固相萃取柱净化、蒸干复溶富集后,用高效液相色谱仪,反相 C<sub>18</sub> 色谱柱分离,采用示差检测器或蒸发光散射检测器检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### 3.1 试剂

- 3.1.1 甲醇(CH<sub>3</sub>OH)。
- 3.1.2 甲醇(CH<sub>3</sub>OH):色谱纯。
- 3.1.3 正己烷(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)。
- 3.1.4 磷酸氢二钾(K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> • 3H<sub>2</sub>O)。
- 3.1.5 乙酸锌[Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> • 2H<sub>2</sub>O)]。
- 3.1.6 亚铁氰化钾[K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> • 3H<sub>2</sub>O)]。
- 3.1.7 乙酸(CH<sub>3</sub>COOH)。
- 3.1.8 乙腈(CH<sub>3</sub>CN):色谱纯。
- 3.1.9 中性氧化铝:粒径 75 μm~150 μm(100 目~200 目)。

#### 3.2 试剂配制

- 3.2.1 乙酸锌溶液(219 g/L):称取 21.9 g 乙酸锌,加 3 mL 乙酸,加水溶解至 100 mL。
- 3.2.2 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。
- 3.2.3 磷酸氢二钾溶液(0.1%):称取 0.1 g 磷酸氢二钾,加水溶解至 100 mL。
- 3.2.4 甲醇-0.1% 磷酸氢二钾溶液(20+80):将甲醇和 0.1% 磷酸氢二钾溶液按 20 : 80 的体积比混合均匀。
- 3.2.5 甲醇-水溶液(75+25):将甲醇和水按 75 : 25 的体积比混合均匀。
- 3.2.6 水-乙腈溶液(89+11):将水和乙腈按 89 : 11 的体积比混合均匀。

### 3.3 标准品

三氯蔗糖标准品( $C_{12}H_{19}Cl_3O_8$ , CAS号:56038-13-2);纯度 $\geqslant 99\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

### 3.4 标准溶液配制

3.4.1 三氯蔗糖标准储备溶液(10.0 mg/mL):称取三氯蔗糖标准品0.25 g(精确至0.000 1 g),用水溶解并转移至25 mL容量瓶中,定容至刻度,混匀。储备液置于4 ℃冰箱中保存,保存期为6个月。

3.4.2 三氯蔗糖标准中间溶液(1.00 mg/mL):移取5.00 mL三氯蔗糖标准储备溶液(10.0 mg/mL)于50 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。置于4 ℃冰箱中保存,保存期为3个月。

3.4.3 三氯蔗糖标准系列工作溶液:移取适量三氯蔗糖标准中间溶液(1.00 mg/mL)用水稀释配制成质量浓度分别为0.020 0 mg/mL、0.050 0 mg/mL、0.100 mg/mL、0.200 mg/mL、0.400 mg/mL、0.800 mg/mL和1.00 mg/mL的标准系列工作溶液。临用现配。

### 3.5 材料

3.5.1 固相萃取柱(柱规格为200 mg/6 mL,N-乙烯基吡咯烷酮和二乙烯基苯亲水亲脂平衡型填料或等效柱)。

3.5.2 0.45  $\mu$ m亲水微孔滤膜和0.45  $\mu$ m疏水微孔滤膜。

## 4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:配示差检测器或蒸发光散射检测器。

4.2 天平:感量分别为0.1 mg和1 mg。

4.3 涡旋混合器。

4.4 水浴锅。

4.5 超声波发生器:50 kHz。

4.6 离心机:转速 $\geqslant 3\,000$  r/min。

4.7 高速离心机:转速 $\geqslant 10\,000$  r/min。

4.8 固相萃取装置。

4.9 匀浆机。

4.10 粉碎机。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

液态样品摇匀;基质均匀的半固态样品和粉状样品直接测定;其他样品需匀浆或粉碎均匀。

### 5.2 试样提取

#### 5.2.1 酒类试样

##### 5.2.1.1 液态酒类试样

称取混匀后酒类试样2 g~5 g(精确至0.001 g)于蒸发皿中,沸水浴上蒸干,残渣用1.00 mL水溶

解,经 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 亲水微孔滤膜过滤后,滤液为制备的试样溶液,待测。

#### 5.2.1.2 含有固体物质酒类试样

称取混匀后酒类试样 $2\text{ g}\sim 5\text{ g}$ (精确至 $0.001\text{ g}$ )于蒸发皿中, $60\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴上加热 $30\text{ min}$ ,用 $10\text{ mL}$ 水分 $3$ 次冲洗蒸发皿的残渣,冲洗液合并移至 $15\text{ mL}$ 离心管中,涡旋混合器上振荡 $3\text{ min}$ ,超声波提取 $20\text{ min}$ ,以 $8\ 500\text{ r/min}$ 离心 $5\text{ min}$ , $5\text{ mL}$ 水重复提取 $1$ 次,合并提取液,上清液待净化。

#### 5.2.2 醋、酱油、酱及酱制品类试样

5.2.2.1 称取混匀后试样 $2\text{ g}\sim 5\text{ g}$ (精确至 $0.001\text{ g}$ )于 $50\text{ mL}$ 离心管,加入 $1.0\text{ g}$ 中性氧化铝,加入 $5\text{ mL}$ 水,涡旋混合器上振荡 $3\text{ min}$ 后,加入 $15\text{ mL}$ 甲醇,继续振荡 $30\text{ s}$ ,超声波提取 $20\text{ min}$ ,以 $3\ 000\text{ r/min}$ 离心 $10\text{ min}$ ,将上清液移入 $50\text{ mL}$ 离心管中。沉淀物加入 $5.0\text{ mL}$ 甲醇水溶液( $75+25$ ),玻璃棒搅拌均匀后,涡旋混合器上振荡 $30\text{ s}$ ,以 $3\ 000\text{ r/min}$ 离心 $10\text{ min}$ ,重复提取 $2$ 次,合并上清液。

5.2.2.2 将全部上清液转移至分液漏斗中,加入 $30\text{ mL}$ 正己烷,振摇 $2\text{ min}$ ,静置分层 $20\text{ min}$ 后,下层水相移至蒸发皿,于沸水浴上蒸发,当蒸发皿中液体在 $1\text{ mL}$ 左右时用 $9\text{ mL}$ 水分 $3$ 次冲洗蒸发皿,冲洗液合并移至 $15\text{ mL}$ 离心管中,超声波处理 $5\text{ min}$ ,以 $3\ 000\text{ r/min}$ 离心 $10\text{ min}$ 待净化。

#### 5.2.3 果冻、糖果、蜜饯凉果类试样

称取粉碎混匀后试样 $2\text{ g}\sim 5\text{ g}$ (精确至 $0.001\text{ g}$ )于 $50\text{ mL}$ 离心管,加入 $5\text{ mL}$ 水,涡旋混合器上振荡 $3\text{ min}$ 后,加入 $15\text{ mL}$ 甲醇, $0.50\text{ mL}$ 乙酸锌溶液和 $0.50\text{ mL}$ 亚铁氰化钾溶液,继续振荡 $30\text{ s}$ ,经 $60\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴加热 $15\text{ min}$ ,水浴过程中加以振摇分散,以下步骤自5.2.2.1“超声波提取 $20\text{ min}$ ,以 $3\ 000\text{ r/min}$ 离心 $10\text{ min}$ ”开始,到5.2.2.2“超声波处理 $5\text{ min}$ ,以 $3\ 000\text{ r/min}$ 离心 $10\text{ min}$ 待净化”为止依次处理。

#### 5.2.4 其他试样

称取混匀后试样 $2\text{ g}\sim 5\text{ g}$ (精确至 $0.001\text{ g}$ )于 $50\text{ mL}$ 离心管,加入 $5\text{ mL}$ 水,涡旋混合器上振荡 $3\text{ min}$ 后,加入 $15\text{ mL}$ 甲醇, $0.50\text{ mL}$ 乙酸锌溶液和 $0.50\text{ mL}$ 亚铁氰化钾溶液,以下步骤自5.2.2.1“继续振荡 $30\text{ s}$ ,超声波提取 $20\text{ min}$ ,以 $3\ 000\text{ r/min}$ 离心 $10\text{ min}$ ”开始,到5.2.2.2“超声波处理 $5\text{ min}$ ,以 $3\ 000\text{ r/min}$ 离心 $10\text{ min}$ 待净化”为止依次处理。

### 5.3 试样净化

#### 5.3.1 示差检测器

固相萃取柱使用前依次用 $4\text{ mL}$ 甲醇、 $4\text{ mL}$ 水活化,保持柱体湿润。

将全部试样提取上清液移入已活化的固相萃取柱,控制液体流速不超过 $1\text{ 滴/s}$ ,柱上液面为 $2\text{ mm}$ 左右时加入 $1\text{ mL}$ 水,继续保持液体流速为 $1\text{ 滴/s}$ ,到柱中液体完全排出后,用 $3\text{ mL}$ 甲醇洗脱,收集全部洗脱液,于沸水浴上蒸干,残渣用 $1.00\text{ mL}$ 水溶解(如溶液有浑浊现象可将其移入离心管, $10\ 000\text{ r/min}$ 离心 $5\text{ min}$ ),经 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 亲水微孔滤膜过滤,滤液为制备的试样溶液,待测。

#### 5.3.2 蒸发光散射检测器

固相萃取柱使用前依次用 $4\text{ mL}$ 甲醇、 $4\text{ mL}$ 水活化,保持柱体湿润。

将全部试样提取上清液移入已活化的固相萃取柱,控制液体流速不超过 $1\text{ 滴/s}$ ,柱上液面为 $2\text{ mm}$ 左右时加入 $1\text{ mL}$ 水,继续保持液体流速为 $1\text{ 滴/s}$ ,到柱中液体完全排出后,用 $3\text{ mL}$ 甲醇洗脱,收集全部洗脱液,于沸水浴上蒸干,残渣用 $1.00\text{ mL}$ 水-乙腈溶液( $89+11$ )溶解(如溶液有浑浊现象可将其移入

离心管,10 000 r/min 离心 5 min),经 0.45 μm 疏水微孔滤膜过滤,滤液为制备的试样溶液,待测。

注: 果冻类样品经提取后的上清液需要 50 ℃ 水浴加热后趁热过柱,否则易堵塞萃取柱。

## 5.4 空白试验

不同试样的前处理需要同时做试样空白试验。

## 5.5 仪器参考条件

### 5.5.1 示差检测器

5.5.1.1 色谱柱:C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm,5 μm)或性能相当者。

5.5.1.2 流动相:甲醇-0.1%磷酸氢二钾溶液(20+80)。

5.5.1.3 流速:1.0 mL/min。

5.5.1.4 柱温:35 ℃。

5.5.1.5 检测池温度:35 ℃。

5.5.1.6 灵敏度:16。

5.5.1.7 进样量:20 μL。

### 5.5.2 蒸发光散射检测器

5.5.2.1 色谱柱:C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm,5 μm)或性能相当者。

5.5.2.2 流动相:A 为水,B 为乙腈,水+乙腈=89+11。

注:当检测样品基质复杂,强保留物质影响后续检测时,可采取梯度洗脱程序,参见附录 A。

5.5.2.3 流速:1.0 mL/min。

5.5.2.4 柱温:35 ℃。

5.5.2.5 蒸发光散射检测器条件:按不同品牌蒸发光散射检测器在高水相流动相条件下的要求设置。如雾化压力 0.137 MPa;增益 10;蒸发温度 60 ℃。或性能相当者。

5.5.2.6 进样量:20 μL。

## 5.6 标准曲线的制作

### 5.6.1 示差检测器

将三氯蔗糖标准系列工作溶液按仪器参考条件进行测定,得到相应的标准系列工作溶液的色谱峰面积。以标准系列工作溶液质量浓度为横坐标,以峰面积响应值为纵坐标,绘制工作曲线。三氯蔗糖标准溶液的色谱图参见附录 B 中图 B.1。

### 5.6.2 蒸发光散射检测器

将三氯蔗糖标准系列工作溶液按仪器参考条件进行测定,得到相应的标准系列工作溶液的色谱峰面积。以标准系列工作溶液质量浓度为横坐标,以峰面积响应值为纵坐标,绘制对数工作曲线。三氯蔗糖标准溶液的色谱图参见图 B.2。

## 5.7 试样溶液的测定

将试样溶液和空白试样溶液 20 μL 注入液相色谱仪中,得到峰面积,根据标准曲线得到待测液中三氯蔗糖的质量浓度。

注:试样溶液中三氯蔗糖浓度超过标准曲线线性范围时,稀释后测定。

## 6 分析结果的表述

试样中三氯蔗糖的含量按式(1)计算。

式中：

$X$  ——试样中三氯蔗糖的含量,单位为克每千克(g/kg);

由标准曲线得到的试样溶液中三氯蔗糖的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ<sub>0</sub> ——由标准曲线得到的试样空白中三氯蔗糖的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——试样定容的体积,单位为毫升(mL);

1 000——换算系数；

*m* ——试样质量, 单位为克(g);

$f$  ——稀释因子。

结果保留 3 位有效数字。

在主要性状上，不同的物种或生态类型的绝对值不同，但差异并不十分显著。

卷之三

其他食品取样量为 2,000 g, 是基于 1,000 mL 水的定容方法的检出限为 0.001 mg/g, 定量限为 0.03 mg/g。

其他食品：取样量为 2.000 g，定容至 1.00 mL 时，本方法的检出限为 0.01 g/kg，定量限为 0.03 g/kg。

## 第二法 高效波幅包谱 中取质谱法

原理

试样中的三氯蔗糖用水提取，除云蛋白、脂肪，经固相萃取柱净化，采用高效液相色谱-串联质谱仪检测，外标法定量。

## 10 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

## 10.1 试剂

- 10.1.1 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ )。
  - 10.1.2 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ )：色谱纯。
  - 10.1.3 正己烷( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ )。
  - 10.1.4 乙酸锌[ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ]。
  - 10.1.5 亚铁氰化钾[ $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ]。

## 10.2 试剂配制

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

10.2.2 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。

## 10.3 标准品

三氯蔗糖( $C_{12}H_{19}Cl_3O_8$ , CAS 号:56038-13-2):纯度 $\geqslant 99\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

## 10.4 标准溶液配制

10.4.1 三氯蔗糖标准储备溶液(10.0 mg/mL):称取三氯蔗糖标准品 0.25 g(精确至 0.000 1 g),用水溶解并转移至 25 mL 容量瓶中,定容至刻度,混匀。储备液置于 4 ℃冰箱中保存,保存期为 6 个月。

10.4.2 三氯蔗糖标准中间溶液(10 mg/L):移取 10.0  $\mu$ L 三氯蔗糖标准储备溶液(10.0 mg/mL)于 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。置于 4 ℃冰箱中保存,保存期为 3 个月。

10.4.3 三氯蔗糖标准系列工作溶液:分别移取三氯蔗糖标准中间溶液(10 mg/L)0.100 mL、0.200 mL、0.500 mL、1.00 mL 和 1.50 mL 于 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。配制成三氯蔗糖质量浓度分别为 0.100 mg/L、0.200 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L 和 1.50 mg/L 的标准系列工作溶液。临用现配。

## 10.5 材料

10.5.1 固相萃取柱(柱规格为 200 mg/6 mL,N-乙烯基吡咯烷酮和二乙烯基苯亲水亲脂平衡型填料或等效柱)。

10.5.2 0.22  $\mu$ m 亲水微孔滤膜和 0.22  $\mu$ m 疏水微孔滤膜。

## 11 仪器和设备

11.1 高效液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾离子源。

11.2 天平:感量分别为 0.1 mg 和 1 mg。

11.3 涡旋混合器。

11.4 水浴锅。

11.5 超声波发生器:50 kHz。

11.6 离心机:转速 $\geqslant 3\,000$  r/min。

11.7 固相萃取装置。

11.8 匀浆机。

11.9 粉碎机。

## 12 分析步骤

### 12.1 试样制备

液态样品摇匀;基质均匀的半固态样品和粉状样品直接测定;其他样品需匀浆或粉碎均匀。

## 12.2 试样提取

### 12.2.1 酒类试样

#### 12.2.1.1 蒸馏酒

称取混匀后蒸馏酒试样 2 g(精确至 0.001 g)至 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度摇匀,试样经 0.22 μm 亲水微孔滤膜过滤,滤液为制备的试样溶液,待测。

#### 12.2.1.2 发酵酒和配制酒

12.2.1.2.1 液态试样:称取混匀后试样 2 g(精确至 0.001 g)于蒸发皿中,60 ℃水浴上加热 30 min,用 10 mL 水分 3 次冲洗蒸发皿的残渣,冲洗液全部转移至 25 mL 容量瓶中,用水定容至刻度并摇匀,待净化。

12.2.1.2.2 含有固体物质酒类试样:称取混匀后酒类试样 2 g(精确至 0.001 g)于蒸发皿中,60 ℃水浴上加热 30 min,用 10 mL 水分 3 次冲洗蒸发皿的残渣,冲洗液合并移至 15 mL 离心管中,涡旋混合器上振荡 3 min,超声波提取 20 min,以 8 500 r/min 离心 5 min,上清液转移至 25 mL 容量瓶中,10 mL 水重复提取 1 次,合并提取液后,用水定容至刻度并摇匀,待净化。

### 12.2.2 果冻、糖果、蜜饯凉果类试样

称取 2 g 试样(精确至 0.001 g)于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 水,涡旋混合器上振荡 3 min,加入 1.00 mL 乙酸锌溶液、1.00 mL 亚铁氰化钾溶液,经 60 ℃水浴加热 15 min,水浴过程中注意摇散。超声波提取 20 min,8 500 r/min 离心 5 min,取上清液(必要时可用快速定量滤纸过滤)于 25 mL 容量瓶中,10 mL 水重复提取 1 次,合并提取液后,加水定容至刻度,混匀后转移至 50 mL 离心管,加入 15 mL 正己烷,涡旋混合器上振荡 3 min,8 500 r/min 离心 5 min,弃去上层正己烷层,下层清液待净化。

### 12.2.3 其他试样

称取 2 g 试样(精确至 0.001 g)于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 水,涡旋混合器上振荡 3 min,加入 1.00 mL 乙酸锌溶液和 1.00 mL 亚铁氰化钾溶液,超声波提取 20 min,8 500 r/min 离心 5 min,取上清液(必要时可用快速定量滤纸过滤)于 25 mL 容量瓶中,10 mL 水重复提取 1 次,合并提取液后,加水定容至刻度,混匀后转移至 50 mL 离心管,加入 15 mL 正己烷,涡旋混合器上振荡 3 min,8 500 r/min 离心 5 min,弃去上层正己烷层,下层清液待净化。

## 12.3 试样净化

固相萃取柱使用前依次用 4 mL 甲醇、4 mL 水活化,保持柱体湿润。

准确移取 10.00 mL 试样提取液加入已活化的固相萃取柱,控制液体流速不超过 1 滴/s,待柱中液体完全排出后,用 3 mL 甲醇洗脱,收集甲醇洗脱液于 10 mL 容量瓶中,加水定容,混匀,经 0.22 μm 疏水微孔滤膜过滤后,滤液为制备的试样溶液,待测。

注: 果冻类样品待净化液需要 50 ℃水浴加热后趁热过柱,否则易堵塞萃取柱。

## 12.4 空白试验

不同试样的前处理需要同时做试样空白试验。

## 12.5 仪器参考条件

### 12.5.1 液相色谱条件

- 12.5.1.1 色谱柱: $C_{18}$ (100 mm×4.6 mm, 2.5  $\mu\text{m}$ ),或性能相当者。
- 12.5.1.2 流动相:A为水,B为甲醇,梯度洗脱程序参见表1。
- 12.5.1.3 流速:0.6 mL/min。
- 12.5.1.4 柱温:40 ℃。
- 12.5.1.5 进样量:1  $\mu\text{L}$ 。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A 水(体积分数)/%	B 甲醇(体积分数)/%
0	85	15
3	10	90
5	10	90
5.1	85	15
7	85	15

### 12.5.2 质谱条件

- 12.5.2.1 电离方式:电喷雾负离子模式。
- 12.5.2.2 监测方式:多反应监测(MRM)。
- 12.5.2.3 毛细管电压:3.0 kV。
- 12.5.2.4 去溶剂气温度:550 ℃。
- 12.5.2.5 去溶剂气流量:1 000 L/h。
- 12.5.2.6 离子源温度:150 ℃。
- 12.5.2.7 定性离子对、定量离子对、锥孔电压和碰撞电压参见表2。

表 2 三氯蔗糖的定性离子对、定量离子对、锥孔电压和碰撞电压

中文名称	定性离子对( $m/z$ ) (母离子/子离子)	定量离子对( $m/z$ ) (母离子/子离子)	锥孔电压/V	碰撞电压/V
三氯蔗糖	394.8/359.0	394.8/359.0	-50	-7
	396.8/361.0		-50	-7

### 12.5.3 定性确证

按照仪器参考条件测定试样溶液和标准工作溶液,如果试样中的三氯蔗糖质量色谱峰保留时间与标准工作溶液一致(变化范围在±2.5%之内);且试样中所监测定性离子均出现,三氯蔗糖的两个子离子的相对丰度比( $k$ )与浓度相当标准工作溶液的三氯蔗糖的两个子离子的相对丰度比相比,其允许偏差不超过表3规定的范围,则可判定为试样中存在三氯蔗糖。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	$k > 50$	$20 < k \leq 50$	$10 < k \leq 20$	$k \leq 10$
允许的最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

三氯蔗糖标准溶液液相色谱-质谱图参见附录 C 中图 C.1。

#### 12.5.4 定量测定

##### 12.5.4.1 工作曲线的制作

将三氯蔗糖标准系列工作溶液按仪器参考条件进行测定,得到相应的标准系列工作溶液的质量色谱峰面积。以标准系列工作溶液的质量浓度为横坐标,以质量色谱峰的峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。

##### 12.5.4.2 试样溶液的测定

将试样溶液按仪器参考条件进行测定,得到相应的试样溶液的质量色谱峰面积。根据工作曲线得到试样溶液中三氯蔗糖的质量浓度。

注: 试样溶液中三氯蔗糖浓度超过标准曲线线性范围时,稀释后测定。

### 13 分析结果的表述

蒸馏酒试样中三氯蔗糖含量按式(2),其他试样按式(3)计算。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000} \times f \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中:

- $X$  ——试样中三氯蔗糖的含量,单位为克每千克(g/kg);
- $\rho$  ——由工作曲线得出的试样溶液中三氯蔗糖的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $\rho_0$  ——由工作曲线得到的试样空白中三氯蔗糖的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  ——试样定容体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数;
- $f$  ——稀释因子。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3}{m \times 1\,000 \times V_2} \times f \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中:

- $X$  ——试样中三氯蔗糖的含量,单位为克每千克(g/kg);
- $\rho$  ——由工作曲线得出的试样溶液中三氯蔗糖的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $\rho_0$  ——由工作曲线得到的试样空白中三氯蔗糖的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V_1$  ——试样提取液定容体积,单位为毫升(mL);
- $V_3$  ——试样经净化洗脱后的最终定容体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数;
- $V_2$  ——用于净化分取的试样体积,单位为毫升(mL);

$f$  ——稀释因子。  
结果保留 3 位有效数字。

#### 14 精密度

在重复性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%。

#### 15 其他

蒸馏酒:取样量为 2.000 g,定容至 10.00 mL 时,本方法的检出限为 0.000 3 g/kg,定量限为 0.000 6 g/kg。  
其他食品:取样量为 2.000 g,定容至 25.00 mL 时,本方法的检出限为 0.001 g/kg,定量限为 0.003 g/kg。

**附录 A**  
**液相色谱洗脱程序(蒸发光散射检测器适用)**

选择蒸发光散射检测器时液相色谱梯度洗脱程序参见表 A.1。

**表 A.1 液相色谱梯度洗脱程序**

时间/min	A 水(体积分数)/%	B 乙腈(体积分数)/%
0	89	11
14	89	11
15	10	90
22	10	90
23	89	11
26	89	11

附录 B  
三氯蔗糖标准溶液液相色谱图

B.1 三氯蔗糖标准溶液的液相色谱图(示差检测器)见图 B.1。

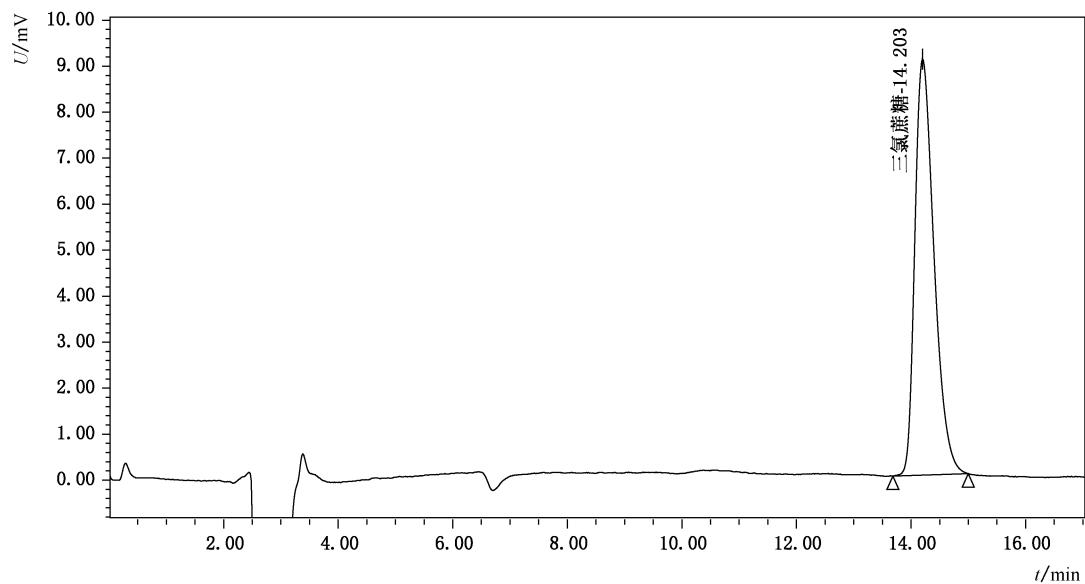


图 B.1 0.400 mg/mL 三氯蔗糖标准溶液的液相色谱图(示差检测器)

B.2 三氯蔗糖标准溶液的液相色谱图(蒸发光散射检测器)见图 B.2。

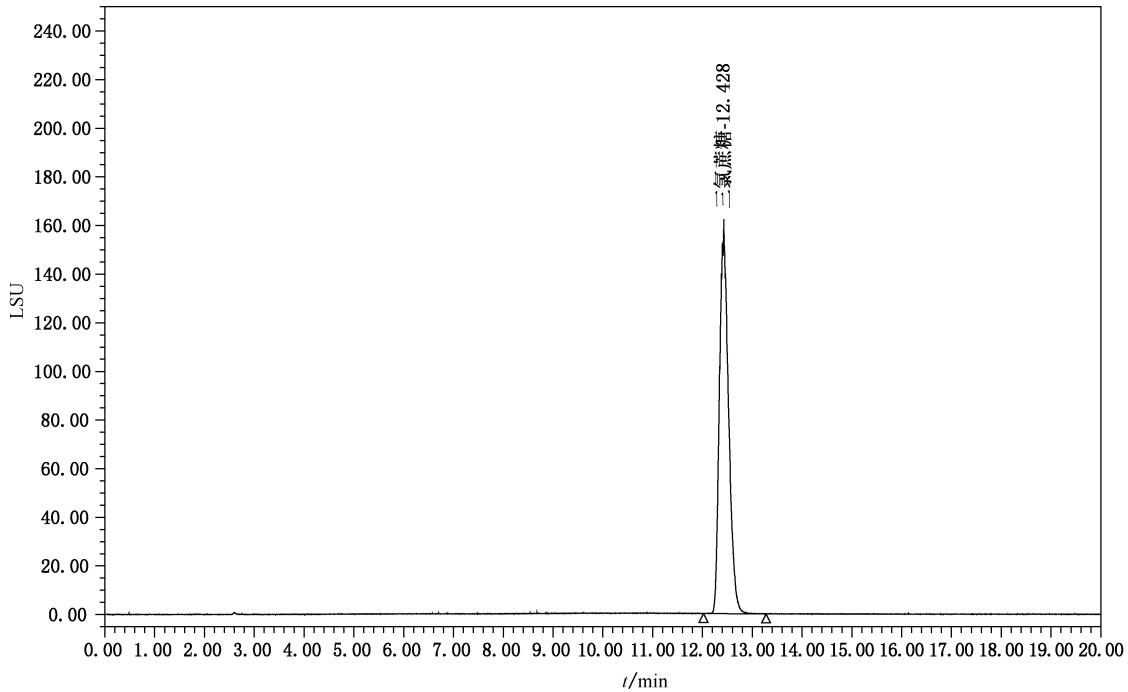


图 B.2 0.400 mg/mL 三氯蔗糖标准溶液的液相色谱图(蒸发光散射检测器)

附录 C  
三氯蔗糖标准溶液液相色谱-质谱图

三氯蔗糖标准溶液液相色谱-质谱图见图 C.1。

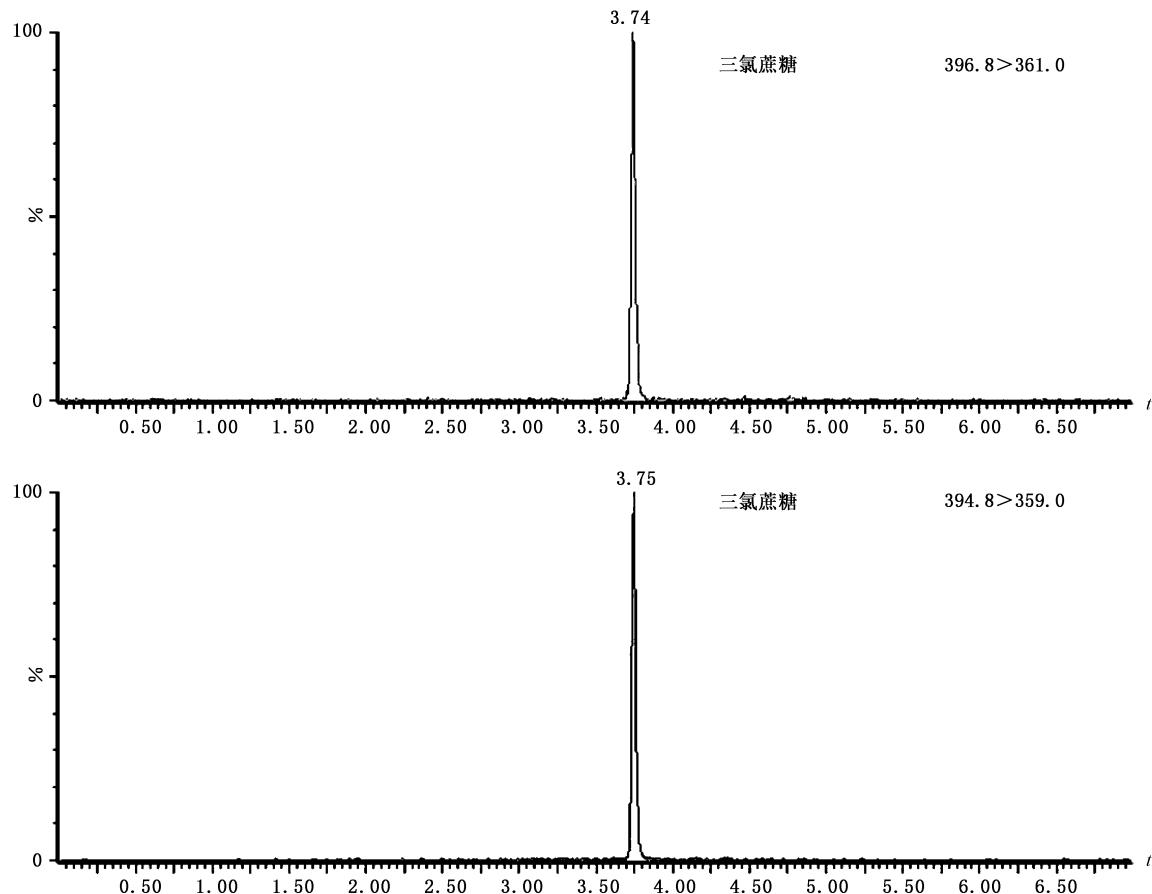


图 C.1 0.100 mg/L 三氯蔗糖标准溶液液相色谱-质谱图