

食品中木糖醇、山梨醇、赤藓糖醇的测定 GB 5009.279-2016

1、适用范围

适用于口香糖、饼干、糕点、面包饮料中木糖醇、山梨醇、赤藓糖醇的测定（该实验选用基质为木糖醇、百事可乐、仙贝）

参考标准：《GB 5009.279-2016 食品安全国家标准 食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别称取木糖醇、山梨醇、赤藓糖醇的标准品 400mg（精确至 0.1mg），用水溶解并定容至 10mL，溶度 40mg/mL。
- 2) 标准混合溶液：分别准确移取 2mL 标准贮备液，用水定容至 10mL，配置成浓度为 8mg/mL。
- 3) 标准工作液：准确移取标准混合溶液 200 μ L、300 μ L、400 μ L、500 μ L、600 μ L、700 μ L，加水定容至 1 mL,配制成质量浓度分别为 1.6 mg/mL、2.4 mg/mL、3.2 mg/mL、4.0mg/mL、4.8 mg/mL、6.0 mg/mL 的混合系列标准工作溶液。
- 4) 三氯乙酸水溶液：称取 10g 三氟乙酸，加水溶解并定容至 100mL。
- 5) 碳酸钠溶液：称取 2.12g 碳酸钠，加水溶解并定容至 100mL，现配现用。

3、溶液的配制

口香糖：

称取 2g 样品（用刀片切成小碎块）置于 50mL 离心管中，加入 40mL 水中，混匀后置于 80 $^{\circ}$ C 的水浴锅中加热 20min（每隔 5min 振荡混匀），取出后，离心 10min（9000r/min）。移取 8mL 上

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

清液并用水定容至 10mL，过水膜后，上机检测。

饮料：

称取饮料 10g 置于 50mL 容量瓶中，加水定容至 50mL，过水膜后，上机检测。

饼干、糕点、面包：

称取样品（经粉碎机粉碎后的样品）2g，加入 40mL 水，摇匀超声 30min（每隔 5min 振荡混匀），离心 10min（9000r/min）。

沉淀蛋白质：

方法一：上清液中加入三氯乙酸溶液 5mL，静置 30min，离心 5min（9000r/min），取 8mL 上清液于 10 mL 容量瓶中并加水定容，摇匀后取滤液 850 μ L，加入碳酸钠溶液 150 μ L，摇匀中和

方法二：上清液中加入三氯乙酸溶液 5mL，静置 30min，离心 5min（9000r/min），取 10 mL 上清液加入 20 mL 乙腈，摇匀后室温放置 30 min，9 500 r/min 离心 10 min，上清定容至 50 mL，摇匀过 0.22 μ m 有机滤头后，上机测试。

4、注意事项

- 1) 加标水平：10g 样中加入 1mL 8000 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 10mL，因此加标水平为 800mg/kg，最终机度数为 1.6 mg/mL。
- 2) 处理饼干类样品-沉淀蛋白质，我选择第二种方法，因为第一种基线不好。

5、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®] XB-NH₂, 4.6×250mm, 5 μ m

流动相：乙腈-水=80-20（混为一相）

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

流速: 1.000mL/min

柱温: 35°C

进样量: 20μL

检测池温度: 30°C

6、色谱图或者加标回收率结果

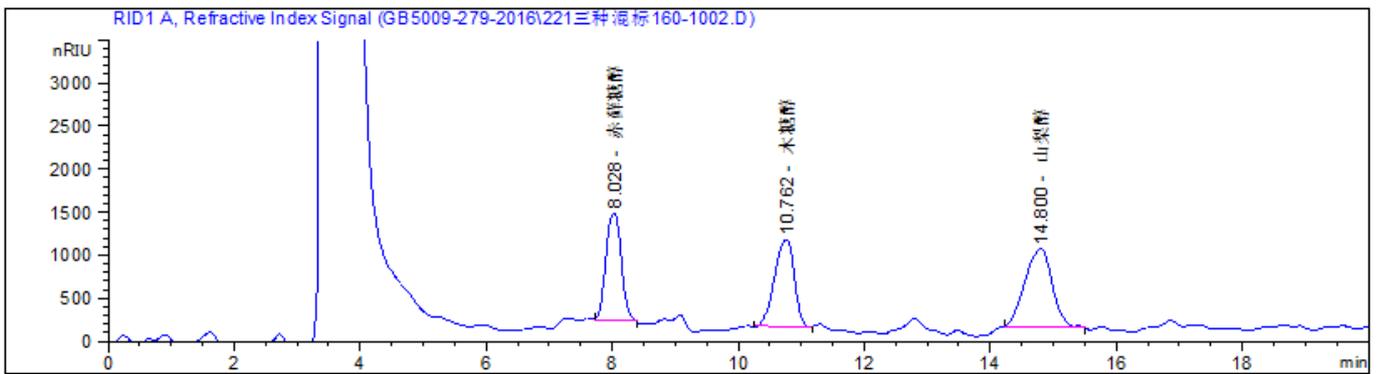


图 1. 赤藓糖醇、木糖醇、山梨醇混合对照品 1.6 mg/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
赤藓糖醇	8.028	23279.6	1301.9	29.044	1.018	--	4528
木糖醇	10.762	25665.3	1092.7	32.020	1.421	4.93	4669
山梨醇	14.8	31208.9	956.2	38.936	1.529	5.49	4986

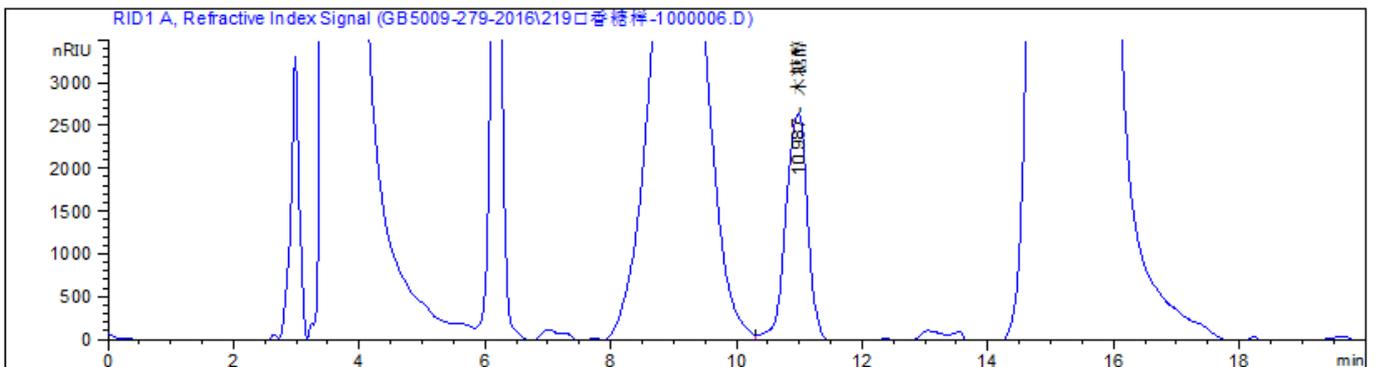


图 2. 口香糖样品空白图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

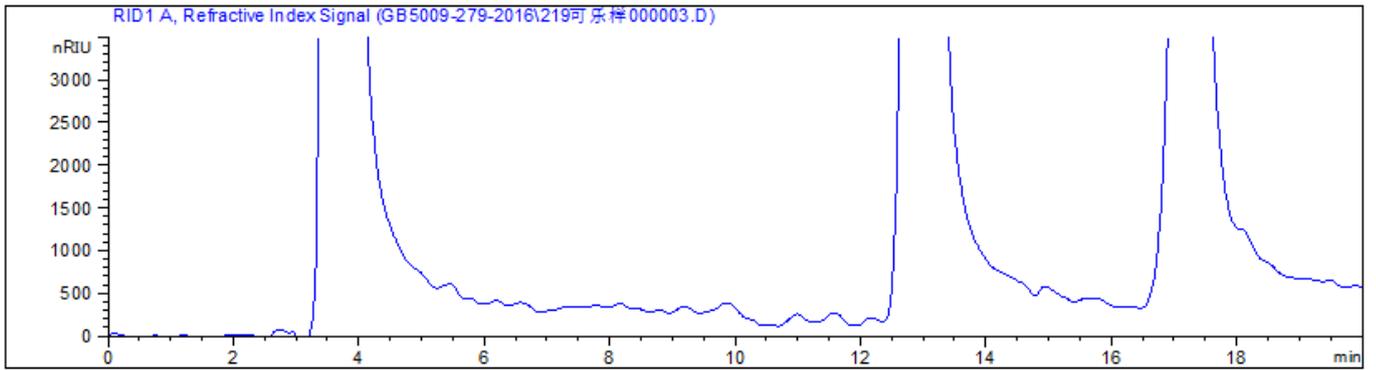


图 3.可乐样品空白图谱

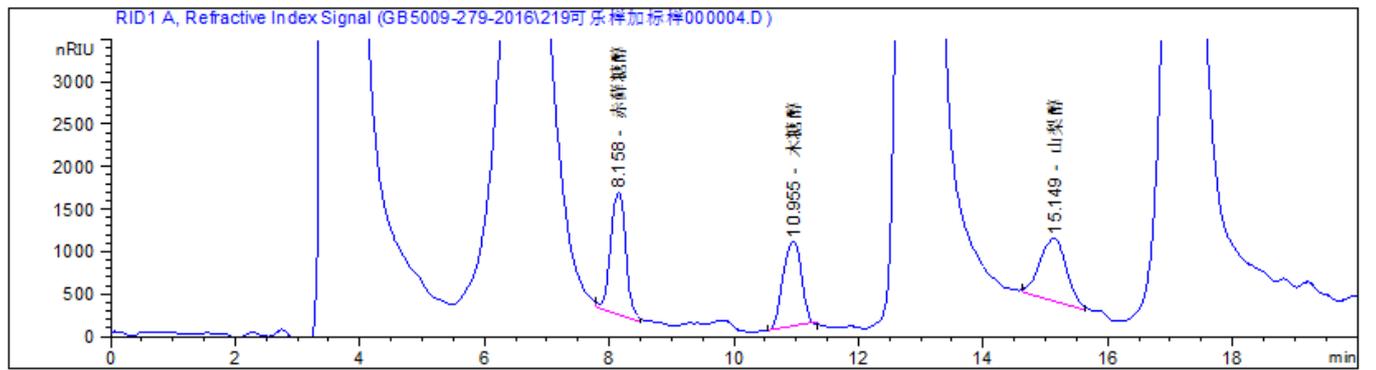


图 3. 可乐样加标 800mg/kg 图谱

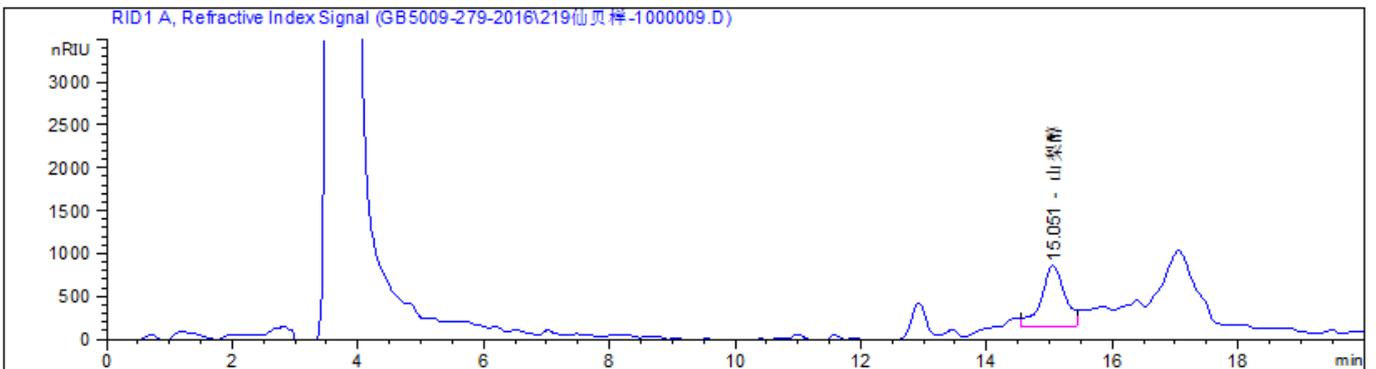


图 4.仙贝样品空白图谱

表 1.样品加标回收率表

物质	加标水平	目标物	平均回收率	RSD 值
可乐	800mg/kg	赤藓糖醇	103%	0.36%
		木糖醇	91%	2.41%
		山梨醇	103%	1.88%

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

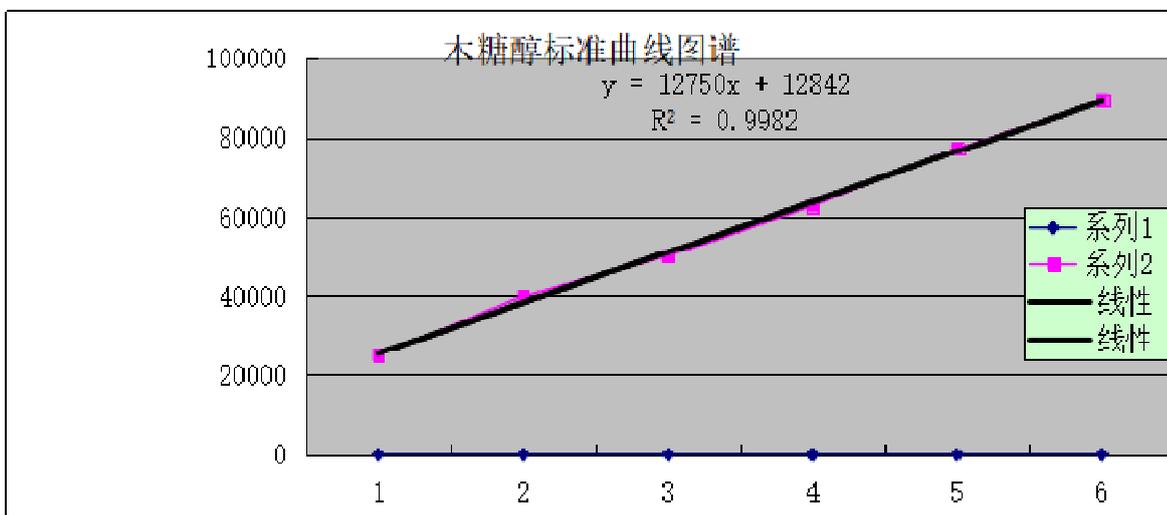
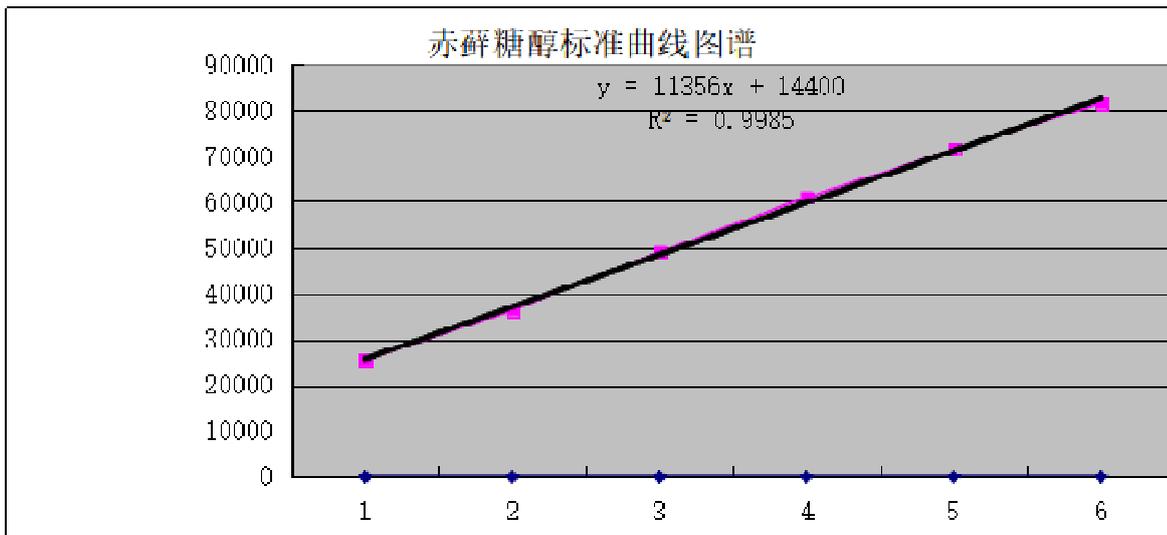
邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

表 2.物质含量表

物质	目标物	含量
旺旺-仙贝	赤藓糖醇	未检出
	木糖醇	未检出
	山梨醇	3.149g/kg
炫迈-口香糖	赤藓糖醇	未检出
	木糖醇	11.720g/kg
	山梨醇	未检出

7、标准曲线图谱

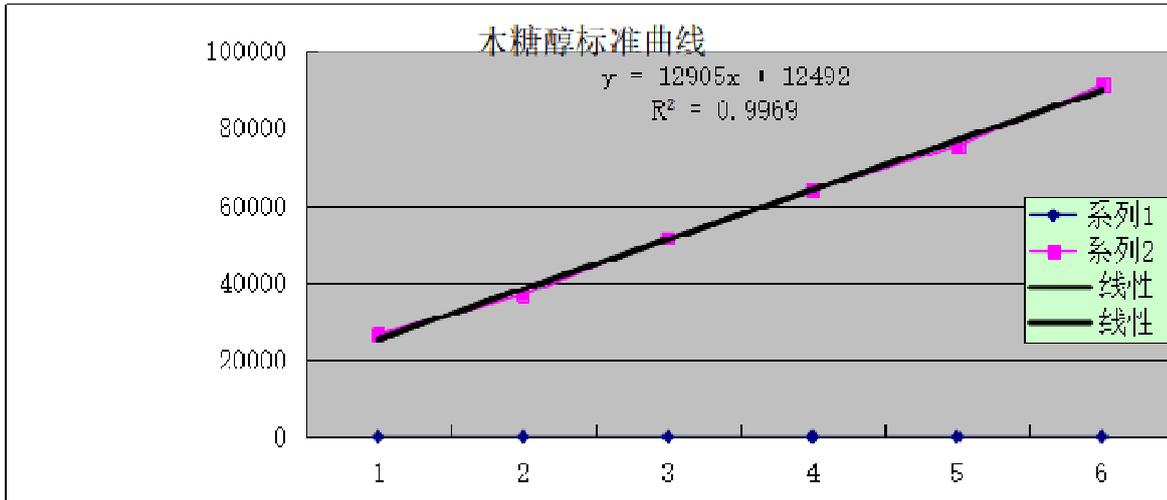


声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com



8、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50mL, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00204-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-NH ₂ , 4.6×250mm, 5μm
	山梨醇标准品	CAS No. 50-70-4
	木糖醇标准品	CAS No. 87-99-0
	赤藓糖醇标准品	CAS No. 149-32-6

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com