

纽甜的测定

1、适用范围

适用于糕点、蜜饯纽甜含量的检测。(本实验的样品为月饼和蜜枣)

参考标准《GB 5009.247-2016 食品安全国家标准 食品中纽甜的测定》

2、溶液的配制

纽甜标准储备液（1mg/mL）：称取纽甜标准品 100mg，置于 100ml 容量瓶中，用混合提取液定容至刻度。

纽甜标准工作液（20 μ g/mL）：量取 1mg/mL 纽甜标准储备液 1.0mL 至 50mL 容量瓶中，用混合提取液稀释至刻度。

混合提取液：分别吸取 0.8ml 甲酸和 2.5ml 三乙胺，加水定容至 1000ml。

离子对试剂缓冲液：称取 2.00g 辛烷磺酸钠，用 500ml 水溶解，加入 1.0ml 磷酸，加水定容至 1000ml。

3、提取步骤

糕点：称取 10g 样品于 50ml 离心管中，加入 30ml 混合提取液，涡旋混匀 5min，超声 30min，用混合提取液定容至刻度。若溶液浑浊，8000r/min 离心 10min，吸取 10ml 上清液待净化。

蜜枣：称取 10g 样品于 50ml 离心管中，加入 30ml 混合提取液，涡旋混匀 5min，超声 30min，用混合提取液定容至刻度。若溶液浑浊，8000r/min 离心 10min，吸取 10ml 上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® C18E，规格：500mg/6mL。

活化：5mL 甲醇，10mL 水，弃去

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

上样：10ml 待净化液全部上样，弃去

淋洗：5mL 混合提取液，弃去，抽干

洗脱：5mL 甲醇，收集于 15ml 离心管中，抽干

40℃氮吹至近干，用混合提取液定容至 2ml，经 0.45μm 滤膜过滤后，上 HPLC 检测。

5、注意事项

- 1) 上样速度不能过快，保持在 1ml/min；
- 2) 加标过程：10g 样品中，加入 20μg/mL 标准使用液 400μL，其加标水平即为 0.8mg/kg。其中机度数为 1mg/L。
- 3) 加标量需要根据前处理过程中，试样的最终定容体积来确定，此处定容体积为 40ml。
- 4) 流动相：乙腈/离子对试剂（4/6）需预先混合为一相，供上机测定。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Xtimate®C18（4.6 x 250 mm, 5 μm）

流动相：离子对试剂缓冲溶液/乙腈（梯度洗脱程序见下表）

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：218nm；

表 1：流动相洗脱程序

时间/min	乙腈/%	离子对试剂缓冲液/%
0.00	25.0	75.0

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

10.00	65.0	35.0
20.00	100.0	0.0
24.00	100.0	0.0
24.10	25.0	75.0
30	25.0	75.0

7、色谱图及加标回收率结果

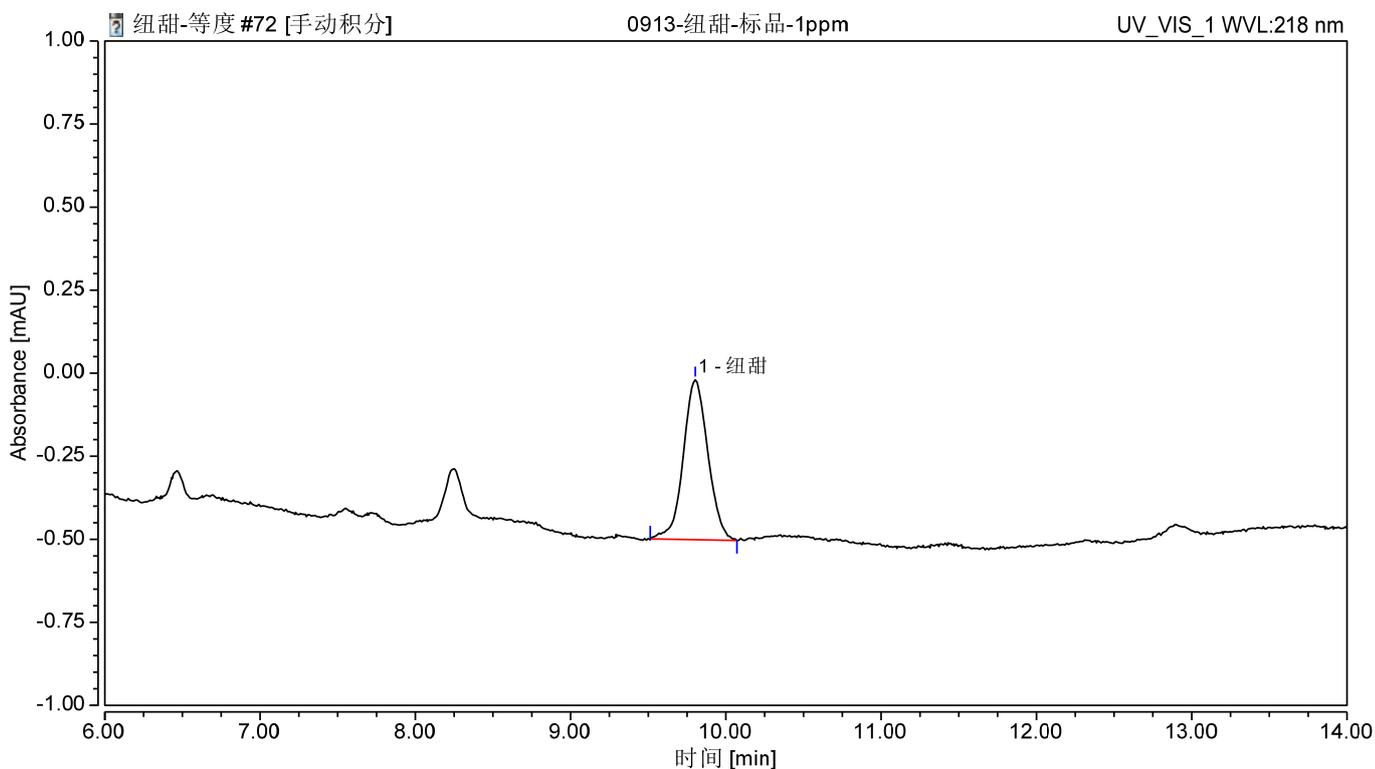


图 1.糕点纽甜标准品 1.0mg/L 谱图

表 2：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	纽甜	9.803	0.085	0.475	100	n. a.	1.06	19182

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

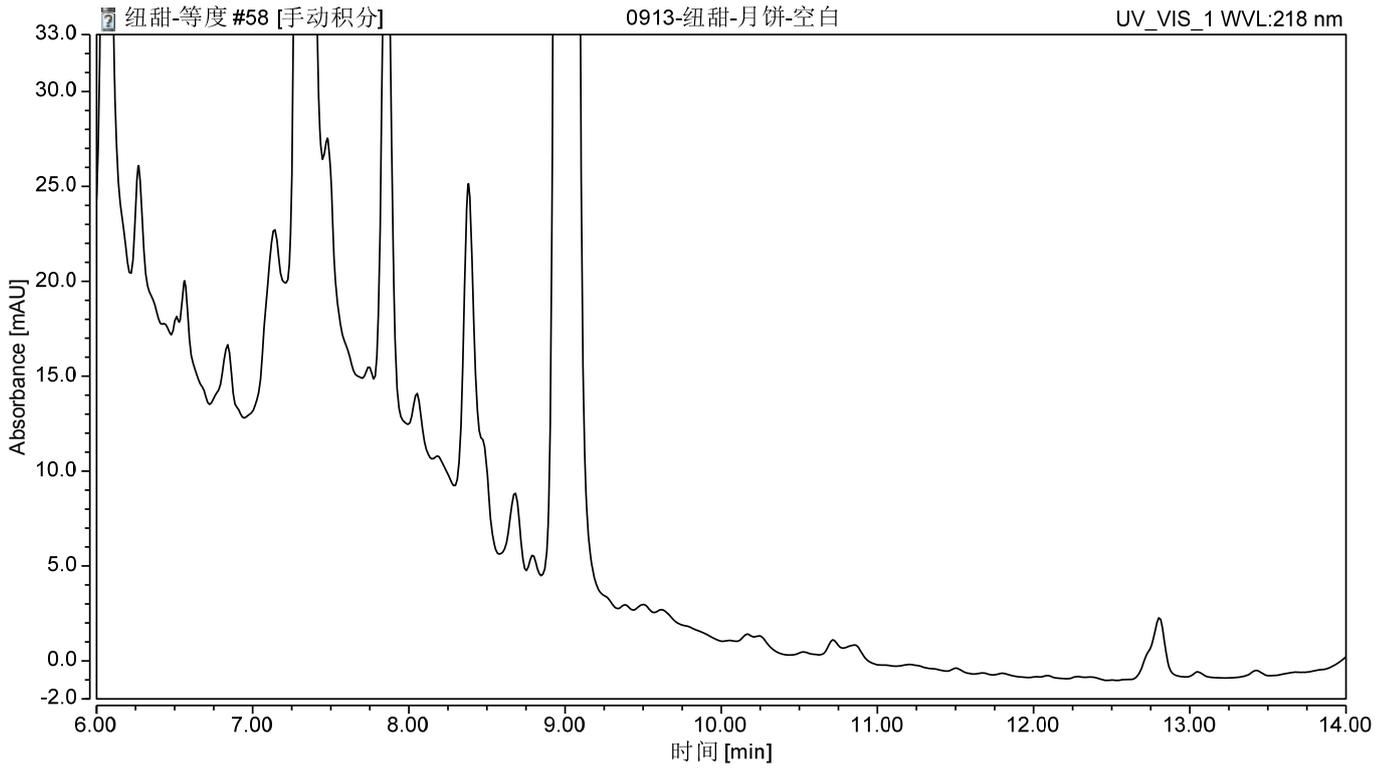


图 2.糕点样品空白谱图

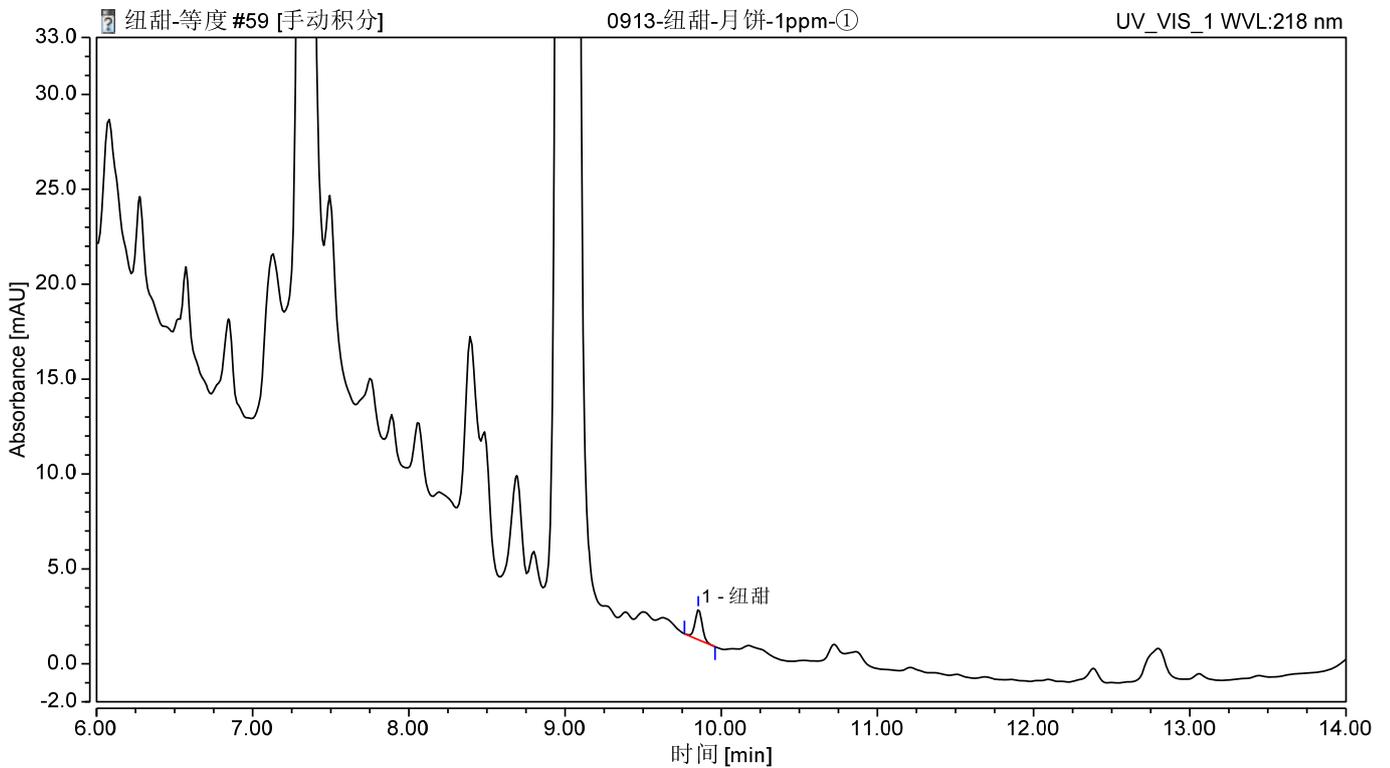


图 3.糕点样品加标 0.8mg/kg 谱图

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

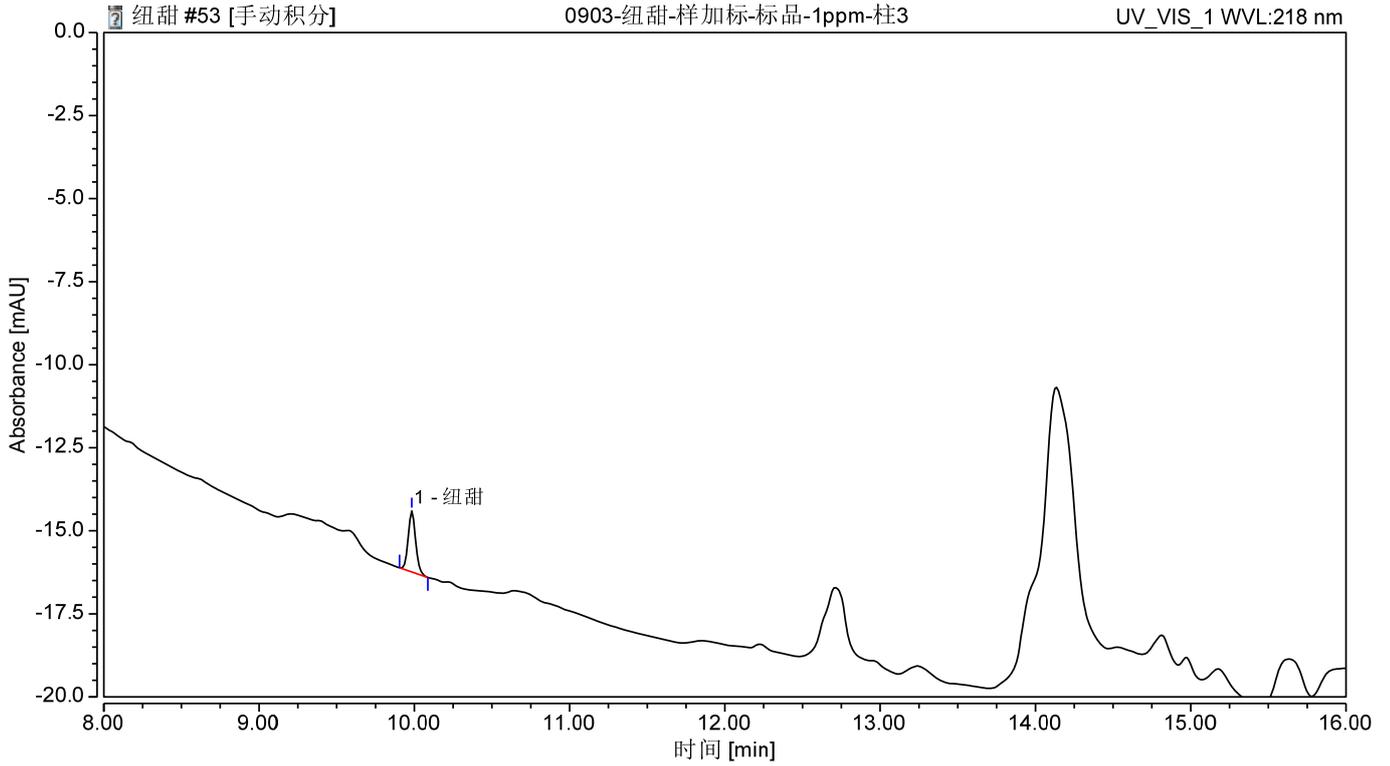


图 4.蜜饯纽甜标准品 1.0mg/L 谱图

表 3：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	纽甜	9.983	0.102	1.840	100	n. a.	1.11	215940

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

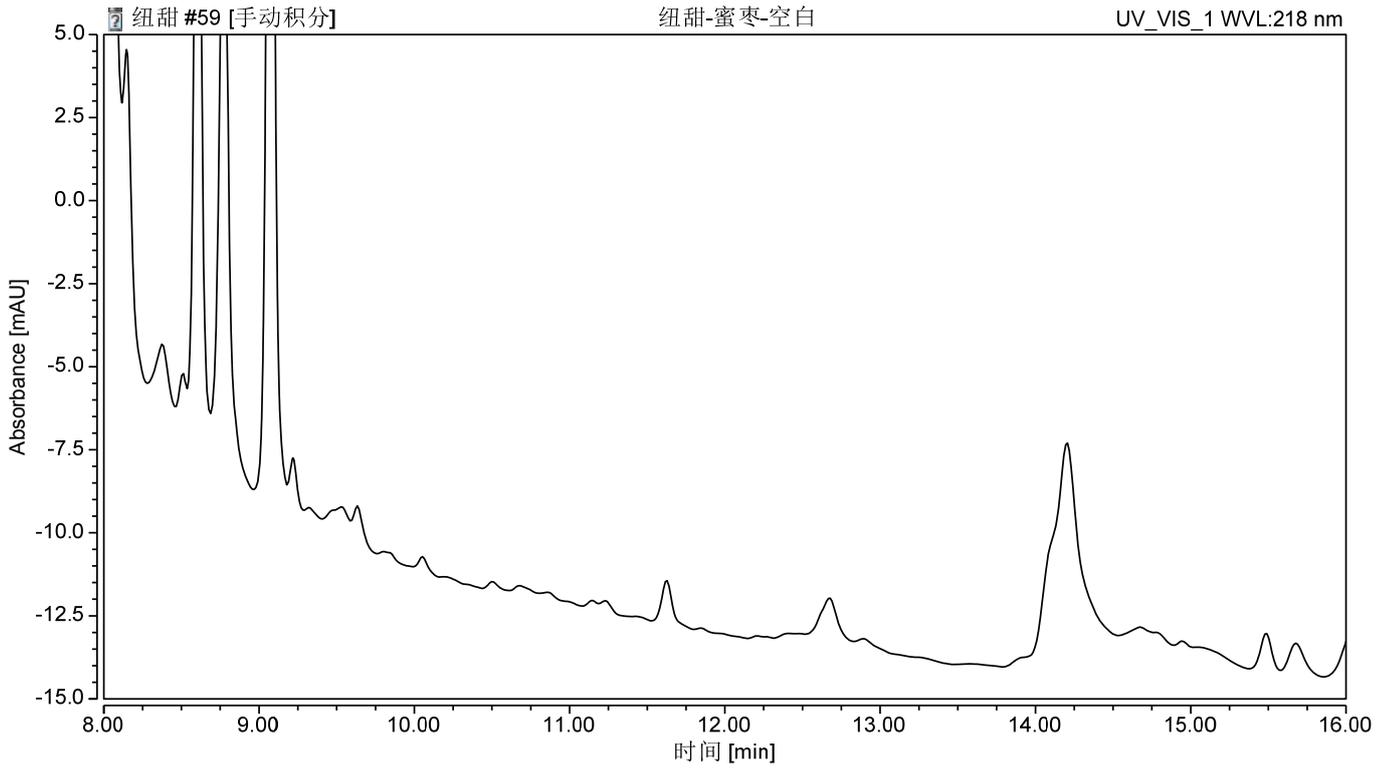


图 5.蜜饯样品空白谱图

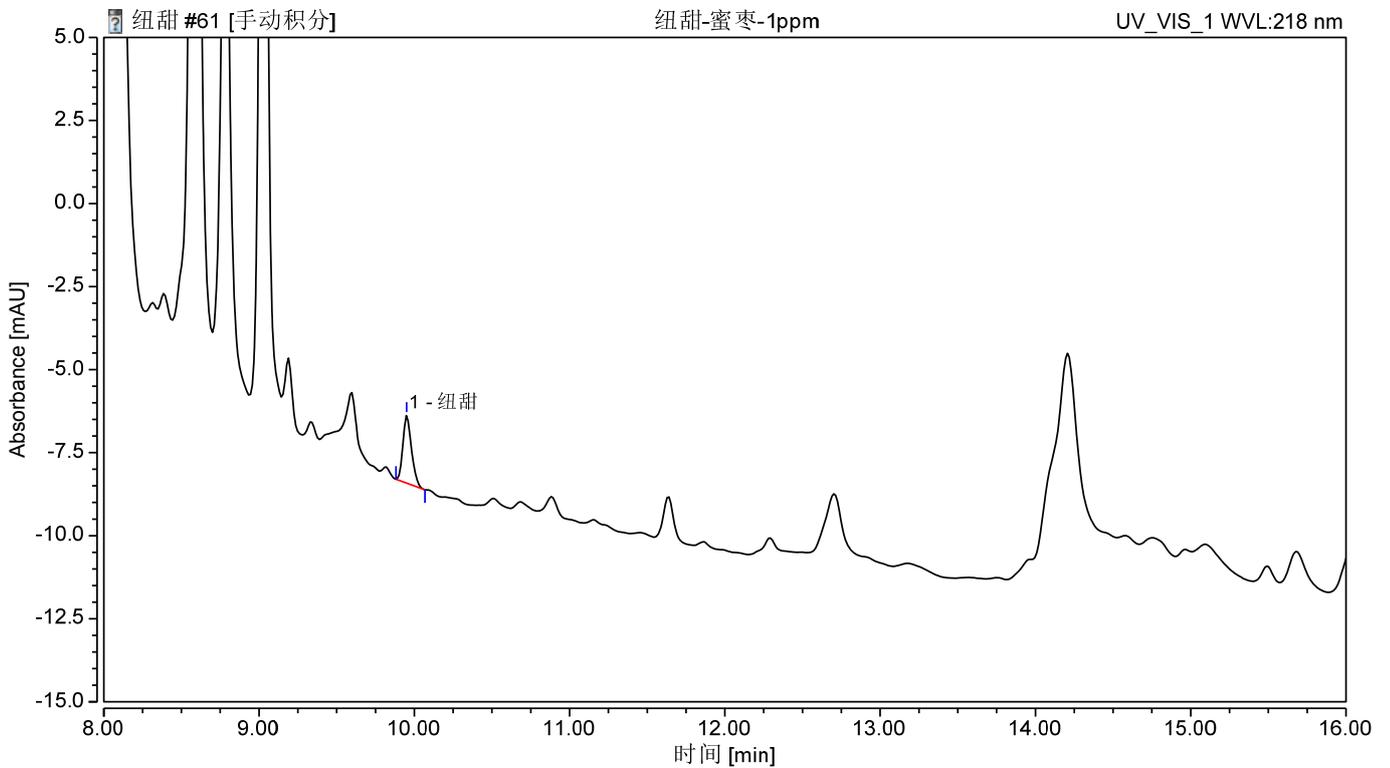


图 6.蜜饯样品加标 0.8mg/kg 谱图

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 4：糕点样品加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3
纽甜	0.8	99.32	2.60

表 5：蜜饯样品加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3
纽甜	0.8	87.74	1.48