



中华人民共和国国家标准

GB 25531—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 三氯蔗糖

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准的附录A为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 三氯蔗糖

1 范围

本标准适用于以蔗糖为原料，用氯原子选择性取代三个羟基而制得的食品添加剂三氯蔗糖。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

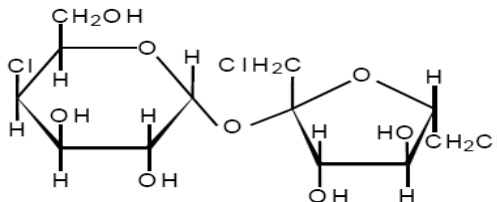
3.1 化学名称

1,6-二氯-1,6-二脱氧-β-D-呋喃果糖-4-氯-4-脱氧-α-D-呋喃半乳糖苷

3.2 分子式

$C_{12}H_{19}Cl_3O_8$

3.3 结构式



3.4 相对分子质量

397.63（按 2007 年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 感官要求：应符合表1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	白色至近白色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，并嗅其味。
气味	无臭	
组织状态	结晶性粉末	

4.2 理化指标：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
三氯蔗糖（以干基计），w/%	98.0~102.0	附录 A 中 A.3
比旋光度 $\alpha_m(20^\circ\text{C},D)/[(^\circ)\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1}]$	+84.0~+87.5	附录 A 中 A.4
水分，w/%	≤ 2.0	GB/T 6283
灼烧残渣，w/%	≤ 0.7	GB/T 9741 ^a
水解产物	通过检验	附录 A 中 A.5
相关物质	通过检验	附录 A 中 A.6
甲醇，w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.7
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 1	GB 5009.12
^a 称样量为 1 g~2g。		

附录 A

(规范性附录)

检验方法

A.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682—2008中规定的水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。本试验所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 在检测三氯蔗糖含量试验中,试样液在液相色谱图中的主峰保留时间应与标准溶液中三氯蔗糖的保留时间相同。

A.2.2 在检测相关物质试验中,试样液在薄层色谱图中主色斑的 R_f 值应与标准溶液主色斑的 R_f 值相同。

A.3 三氯蔗糖的测定

A.3.1 试剂和材料

- a) 乙腈: 色谱纯。
- b) 三氯蔗糖标准品: 质量分数 $\geq 98.0\%$ 。

A.3.2 仪器和设备

高效液相色谱仪: 配备示差折光检测器,或其他等效的检测器。

A.3.3 参考色谱条件

- a) 色谱柱: C_{18} 反相色谱柱, $8\text{mm}\times 10\text{cm}$, 粒度 $5\mu\text{m}$; 或其他等效的色谱柱。
- b) 流动相: 将 150mL 乙腈与 850mL 水混合均匀后,用 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤,超声脱气后备用。
- c) 柱温: 室温。
- d) 流动相流速: 1.5 mL/min 。
- e) 进样量: $20\ \mu\text{L}$ 。
- f) 三氯蔗糖保留时间: 9min 左右,为确保获得所需的保留时间,必要时可以调整流动相的比例。

注: 系统适用性为重复注入标准溶液两次,所得响应面积的相对误差小于 2.0% 。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 标准溶液的制备

称取约 0.025g 三氯蔗糖标准品(精确至 0.0001g),用流动相溶解,移入 25mL 容量瓶中,加流动相定容至刻度,所得溶液用 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤,滤液备用。

A.3.4.2 试样液的制备

称取约 0.025g 试样(精确至 0.0001g),用流动相溶解,移入 25mL 容量瓶中,加流动相定容至刻度,所得溶液用 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤,滤液备用。

A.3.5 测定

在 A.3.3 参考色谱条件下,分别对标准溶液和试样液进行测定,进样量为 $20\ \mu\text{L}$,重复进样一次,

计算出其主峰面积平均值。

A.3.6 结果计算

三氯蔗糖的含量 X_1 按公式 (A.1) 计算:

$$X_1 = \frac{A_U \times M_s \times P}{A_S \times M_U \times (1 - X_0)} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X_1 ——试样中三氯蔗糖的含量, %;

A_U ——试样液色谱主峰面积的平均值;

M_s ——称取的三氯蔗糖标准品质量, 单位为克 (g);

P ——三氯蔗糖标准品中标示的三氯蔗糖的含量, %;

A_S ——标准溶液色谱主峰面积的平均值;

M_U ——称取的试样质量, 单位为克 (g);

X_0 ——实测试样的水分含量, %。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 2 %。

A.4 比旋光度的测定

A.4.1 称取约 1 g 试样 (精确至 0.00 1g), 用水溶解, 转移至 100 mL 容量瓶中, 加水定容至刻度, 摇匀。测定温度为 $20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

比旋光度 $\alpha_m(20^\circ\text{C}, D)$ 数值以 $(^\circ) \cdot \text{dm}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ 表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$\alpha_m (20^\circ\text{C}, D) = \frac{\alpha}{l \rho_\alpha} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

α —— 测得的旋光角, 单位为度($^\circ$);

l —— 旋光管的长度, 单位为分米(dm);

ρ_α —— 溶液中有效组分的质量浓度, 单位为克每毫升(g/mL)。

A.4.2 其他按 GB/T 613-2007 的规定进行。

A.5 水解产物的测定

A.5.1 试剂和材料

- a) *p*-茴香胺。
- b) 邻苯二甲酸。
- c) 甲醇。
- d) 甘露糖醇。
- e) 果糖。

A.5.2 仪器和设备

薄层层析板: 涂有 0.25mm 厚度的 Merk 硅胶 60 或其他等效物质。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 显色剂的制备

将 1.23g *p*-茴香胺和 1.66 g 邻苯二甲酸溶于 100 mL 甲醇中。将溶液存放在暗处并冷藏，如果溶液褪色则已失效。

A.5.3.2 标准溶液A的制备

称取 10g 甘露糖醇（精确至 0.001g），用水溶解后，移入 100mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

A.5.3.3 标准溶液B的制备

分别称取 10g 甘露糖醇（精确至 0.001g）和 0.04g 果糖（精确至 0.0001g），移入 100mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

A.5.3.4 试样液的制备

称取 2.5g 试样（精确至 0.001g），用 5mL 甲醇溶解后，转移至 10mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度。

A.5.4 测定

取标准溶液 A、标准溶液 B 和试样液各 5 μ L，分别在同一块薄层层析板的不同位置进行点样，将每份溶液分 5 次(每次 1 μ L) 点于板上，每次点样之间要待样点干燥后再继续点，3 份样点的面积要基本相同，点样完毕后用显色剂喷雾后于 100 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C 烘箱中加热 15min，加热后立即在阴暗背景下观察层析板，试样液的色斑呈色不应深于标准溶液 B 的色斑呈色。

注意：如果标准溶液 A 的点样点变黑，说明层析板加热时间过长，需重新制备。

A.6 相关物质的测定

A.6.1 试剂和材料

- a) 三氯蔗糖标准品：质量分数 \geq 98.0%。
- b) 乙腈。
- c) 硫酸。
- d) 甲醇。
- e) 氯化钠溶液：50g/L。

A.6.2 仪器和设备

薄层层析板：涂有 0.2mm 厚度的 C₁₈ 烷基修饰的硅胶或其他等效物质。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 展开剂的制备

展开剂：氯化钠溶液：乙腈=70：30（体积比）。

A.6.3.2 显色剂的制备

配制 15%硫酸的甲醇溶液（体积分数）。

A.6.3.3 标准溶液的制备

称取 0.5g 三氯蔗糖标准品（精确至 0.001g），溶解于 5.0mL 甲醇中，此为溶液 C。吸取 0.5mL 的溶液 C，用甲醇定容至 100mL，此为溶液 D。

A.6.3.4 试样液的制备

称取 1.0g 试样（精确至 0.001g），溶解于 10.0mL 甲醇中。

A.6.4 测定

取溶液 C、溶液 D 和试样液各 5 μ L，点于薄层层析板底部，将层析板置于盛有展开剂的层析缸中，待展开的溶剂前沿移至 15cm 时后取出薄层层析板，放置，待展开剂挥发干净后用显色剂喷雾，然后于 125 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C 烘箱中加热 10min。试样液主色斑的 R_f 值应与溶液 C 主色斑的 R_f 值相同，且试样液中其他色斑的呈色应不深于溶液 D 主色斑的呈色。

R_f 值——试样展开后斑点到原点的距离与溶剂前沿到原点的距离的比值。

A.7 甲醇的测定

A.7.1 试剂和材料

- a) 甲醇标准品：色谱纯。
- b) 正丙醇：色谱纯。
- c) 吡啶：色谱纯。

A.7.2 仪器和设备

气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器。

A.7.3 参考色谱条件

- a) 色谱柱：2.1m \times 4mm（内径）玻璃柱，内填充 0.2mm~0.15mm 聚苯乙烯型色谱固定相；或其他等效色谱柱。
- b) 载气：氮气或氦气。
- c) 柱温：150 $^{\circ}$ C。
- d) 进样口温度：200 $^{\circ}$ C。
- e) 检测器温度：250 $^{\circ}$ C。
- f) 流速：20mL/min。
- g) 进样量：1 μ L。

注：系统适用性为重复注入标准溶液两次，所得响应面积的相对误差小于 2.0%。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 内标溶液的制备

准确吸取 1.0mL 正丙醇，置于 100mL 容量瓶中，用吡啶定容至刻度，摇匀。移取 5mL 该溶液，置于 500mL 容量瓶中，用吡啶定容至刻度，摇匀。

A.7.4.2 标准溶液的制备

准确吸取 2.0mL 甲醇，置于 100mL 容量瓶中，用内标溶液定容至刻度，摇匀。移取 1.0mL 该溶液，置于 100mL 容量瓶中，用内标溶液定容至刻度，摇匀。

A.7.4.3 试样液的制备

称取约 2g 试样（精确至 0.001g），用内标溶液溶解，移入 10mL 容量瓶中，用内标溶液定容至刻度，摇匀。

A.7.5 测定

在 A.7.3 参考色谱条件下，分别对标准溶液和试样液进行测定，进样量为 1 μ L，重复进样一次，计算出每次进样甲醇峰面积与内标物峰面积的比值。

A.7.6 结果计算

甲醇的含量 X_2 按公式 (A.3) 计算:

$$X_2 = \frac{R_U \times 0.00158}{R_S \times M_U} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

X_2 ——试样中甲醇的含量, %;

R_U ——两次进样试样液中甲醇与内标物(正丙醇)峰面积之比的平均值;

0.00158——标准溶液中甲醇的浓度×甲醇的密度×试样液的体积 ($2 \times 10^{-4} \times 0.79 \times 10$);

R_S ——两次进样标准溶液中甲醇与内标物(正丙醇)峰面积之比的平均值;

M_U ——称取的试样质量, 单位为克 (g)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。
