

高效液相色谱法测定保健品益生菌粉中三氯蔗糖的不确定度评估

黎小兰*, 黄成安, 潘拾朝, 吴斯燕, 郑桂丽

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519040)

摘 要: 目的 评定高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)测定保健品益生菌粉中三氯蔗糖含量的不确定度。**方法** 依据 CNAS-GL 006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》, 采用 HPLC 测定保健品益生菌粉中三氯蔗糖含量, 建立不确定度评定的数学模型, 通过对测量重复性、标准品溶液配制、样品溶液的配制、高效液相色谱仪以及标准曲线拟合测量偏差这 5 个方面引入的不确定度进行分析, 并确定各个不确定度分量, 得到扩展不确定度。**结果** 按置信区间为 95%, 保健品益生菌粉中三氯蔗糖含量为 (0.78 ± 0.0384) g/kg ($k=2$)。 **结论** 高效液相色谱法因素对测量不确定度影响显著, 由检验方法重复测量和标准品溶液配制体现。

关键词: 高效液相色谱法; 保健品; 益生菌粉; 三氯蔗糖; 不确定度

Uncertainty evaluation for the determination of sucralose in probiotic powder of health food by high performance liquid chromatography

LI Xiao-Lan*, HUANG Cheng-An, PAN Shi-Chao, WU Si-Yan, ZHENG Gui-Li

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for determination of sucralose in probiotic power of health food by high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** According to CNAS-GL 006:2019 *Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis* and JJF 1059.1-2012 *Evaluation and expression of measurement uncertainty*, the sucralose in probiotic power of health food was measured by HPLC, and the mathematical model of uncertainty was established. The uncertainty was analyzed from 5 aspects, including the repeatability of determination, the preparation of standard solution, the preparation of sample solution, high performance liquid chromatography and the measurement deviation of standard curve fitting. The extended uncertainty was obtained by determining each uncertainty component. **Results** The confidence interval was 95%, and the content of sucralose in probiotic power was (0.78 ± 0.0384) g/kg, ($k=2$). **Conclusion** The influence of the factors of high performance liquid chromatography on the measurement uncertainty is obvious, which is reflected by repeated measurement of test method and preparation of standard-solution.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; health food; probiotic powder; sucralose; uncertainty

*通讯作者: 黎小兰, 主要研究方向为保健食品的质量检测。E-mail: 475079345@qq.com

*Corresponding author: LI Xiao-Lan, By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China. E-mail: 475079345@qq.com

1 引言

随着经济的发展, 人们生活质量的提高, 国人健康意识不断提高, 保健品的需求量越来越大。据不完全统计, 青少年和儿童中, 大约有高达 91% 的人群会选择使用保健品, 老年人中有高达 73% 的群体会选择使用保健品^[1]。

而益生菌近年来也成为保健品行业的宠儿。20 世纪以来, 抗生素的大量使用, 导致大量耐药菌株的出现, 因此益生菌因为可以直接饲喂动物, 具有安全、可靠、性能优良等特点^[2,3]成为替代抗生素的重要选择对象。益生菌是一类对宿主有益的特殊菌群, 主要定殖在动物口腔、肠道、生殖道内, 有改善肠道生态环境、平衡菌群动态, 纠正肠内菌群紊乱、增强免疫功能、促进禽畜肠道有益菌的增殖, 阻止或抑制有害菌的繁殖等作用^[4]; 在疾病预防、治疗等方面发挥着重要的作用。

三氯蔗糖又称 4,1,6-三氯-4,1,6-三脱氧半乳型蔗糖^[5], 是一种甜味剂, 是一种重要的食品添加剂, 是一种人工合成的甜味剂^[6], 也是一种健康的甜味剂^[7], 会添加到保健品中, 在益生菌产品当中添加三氯蔗糖作为甜味剂也是保健品行业的一个手段。三氯蔗糖以蔗糖为原料经氯化制备, 甜度是蔗糖的 600 倍, 极易溶于水、乙醇和甲醇, 微溶于乙酸乙酯^[8]。由于它能量低, 是肥胖症、心血管病和糖尿病患者的理想甜味剂, 但其结构在环境中非常稳定, 已作为一种新型的持久污染物而引起关注, 因此食品中添加三氯蔗糖的含量是须要严格控制的^[9-11]。

目前, 三氯蔗糖的分析方法主要有液相色谱法^[12,13]、薄层色谱法、离子色谱法、毛细管电泳法、电化学方法及光谱分析方法; 而三氯蔗糖测定的现行国家标准为 GB 22255-2014《食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定》^[14], 但该方法检测样品中三氯蔗糖, 较繁琐复杂, 费时费力, 因此本研究主要根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[15]和 CNAS-GL 006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》^[16]建立模型, 系统地分析不确定度来源, 通过对方法的重复性、标准品、样品处理以及检测仪器对检测结果的不确定度进行评定, 以期提高检测结果的准确性。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

岛津 20A 高效液相色谱仪(带示差检测器, 日本岛津公司); EQ-500 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); Agilent Eclipse XDB-phenyl 色谱柱(4.6 mm×100 mm, 3.5 μm, 美国安捷伦公司); XP205 电子天平(精确 0.01 mg, 瑞士 Mettler Toledo 公司)。

乙腈、甲醇(色谱纯, 德国 CNW 公司); 三氯蔗糖(纯

度: 99.0%, 批号: BCBF8524V, 上海源叶生物科技有限公司); 固相萃取柱(200 mg, N-乙基吡咯烷酮和二乙烯基亲水亲酯平衡型填料, 深圳逗点生物技术有限公司); 一级用水(美国密理博公司)。

益生菌粉(汤臣倍健股份有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 仪器条件

液相条件: 色谱柱: C₁₈ 反相色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 柱温: 35 °C; 流动相: 15%乙腈水溶液; 等度洗脱, 流速:1.0 mL/min; 运行时间: 10 min。

2.2.2 标准曲线

精确称取三氯蔗糖对照品 12 mg 于 25 mL 棕色容量瓶中, 用 15%乙腈水溶液溶解, 室温超声使完全溶解, 冷却, 用 15%乙腈水溶液定容至刻度, 摇匀, 浓度约为 0.5 mg/mL。精密配制对照品溶液浓度为: 0.05、0.1、0.2、0.25、0.5 mg/mL, 注入高效液相色谱仪, 以浓度(C, mg/mL)为横坐标, 峰面积(A)为纵坐标, 建立标准曲线方程。

2.2.3 样品前处理

精密称取 0.1 g 研磨均匀的样品, 试样经过水超声溶解提取后, 离心, 取全部上清液移入已活化的固相萃取柱(使用前依次用 4 mL 甲醇、4 mL 水活化), 控制液体流速不超过每秒 1 滴, 柱上液面为 2 mm 左右时加入 1 mL 水, 继续保持液体流速为每秒 1 滴, 到柱中液体完全排出后, 用 3 mL 甲醇洗脱, 收集甲醇洗脱液。洗脱液置于蒸发皿中, 于沸水中水浴蒸干, 残渣用 3.0 mL 15%乙腈水溶解, 过滤, 即得试样溶液。供试品溶液进样量: 20 μL, 供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰定量。

2.3 建立数学模型

试样中三氯蔗糖的含量按如下公式计算:

$$X = \frac{C \times V \times K}{m}$$

式中: X—试样中三氯蔗糖的含量, g/kg; V—试样稀释的体积, mL; C—试样溶液中三氯蔗糖的浓度, mg/mL; m—试样的质量, g; K—单位转换系数, K=1。

3 结果与分析

3.1 不确定度的来源分析

根据整个实验过程, 通过高效液相色谱法测定三氯蔗糖, 主要由测量重复性引起的不确定度 $u_{\text{rel}}(x_1)$ 、标准物质引起的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(x_2)$ 、样品处理引起的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(x_3)$ 、仪器(液相色谱仪)引起的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(x_4)$ 、标准曲线拟合引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(x_5)$ 、样品在前处理萃取净化时带来的不确定度, 用回收率来考量 $u_{\text{rel}}(x_6)$ 。

3.2 各不确定度分量的评定

3.2.1 不确定度传播律

由于数学模型是线性模型, 采用相对标准不确定度合成公式:

$$u_{cr}(x)=[u_{rel}^2(x_1)+u_{rel}^2(x_2)+u_{rel}^2(x_3)+u_{rel}^2(x_4)+u_{rel}^2(x_5)+u_{rel}^2(x_6)]^{1/2}$$

3.2.2 标准不确定度各分量的评定

3.2.2.1 试样重复测定时总重复性引入的不确定度 $u_{rel}(x_1)$

$u(x_1)$ 包括: 人员、环境、仪器重复性等因素引起的不确定度, 标准物质、天平重复称量引起的不确定度等。本研究按照 GB 25531-2010《食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖》^[17]的要求, 通过对同一试样进行实验室内部比对实验, 得出一组数据, 见表 1。

按贝赛尔公式计算出实验标准差为:

$$S_1=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n(x_i-\bar{x})^2}{n-1}}=0.010189。$$

在实际测量工作过程中, 当测定样品中三氯蔗糖含量 2 个平行样时, 检测结果取平均值, 2 次重复性实验引入的标准不确定度为:

$$u(\bar{x})=S_1/\sqrt{n}=0.007205。$$

相对不确定度为:

$$u_{rel}(x_1)=u(\bar{x})/\bar{x}=0.009859/0.78=0.00924。$$

3.2.2.2 标准物质引入的不确定度 $u_{rel}(x_2)$

(1)标准物质含量引入的不确定度 $u_{rel}(P)$

根据三氯蔗糖标准物质证书中提供的信息以及标准品期间核查得出的结果, 标准品纯度所引入的相对不确定度为: 三氯蔗糖标准品纯度为(99±1)%。按 B 类不确定度评定按均匀分布处理, 包含因子为 $\sqrt{3}$:

$$u_{rel}(P)=1\%/\sqrt{3}=0.005773。$$

(2)标准物质称量引入的不确定度 $u_{rel}(m_1)$

用电子天平进行称量, 三氯蔗糖标准物质重量 $m=13.06$ mg; 所用天平精度为 0.01 mg, 根据天平的校准证书给出的测量结果, 当 $0 \leq m \leq 0.01$ g 时, 示值误

差为 0.05 mg, 最大重复性误差为 0.02 mg。采用矩阵分布, 包含因子为 $\sqrt{3}$, 按 B 类不确定度评定, 标准不确定度为:

$$u'_1=a/k=0.05/\sqrt{3}=0.0288 \text{ mg}, u'_2=a/k=0.02/\sqrt{3}=0.0115 \text{ mg};$$

合成不确定度: $u(m_1)=\sqrt{u_1'^2+u_2'^2}=\sqrt{0.0288^2+0.0115^2}=0.0310。$

标准品称量时的相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(m_1)=u(m_1)/m_1=0.0310/13.06=0.00237。$$

(3)标准溶液定容过程引入的不确定度 $u_{rel}(V_i)$

标准溶液定容过程引起的不确定度主要由 25 mL, 10 mL 单标线容量瓶(A 级), 5 mL 刻度移液管, 其中 10 mL 单标线容量瓶使用 4 次, 5 mL 刻度移液管使用 4 次, 共 9 次, 这些玻璃器具和室温对液体体积的影响, 可导致标准溶液配制的偏差。根据最大允许误差, 按均匀分布处理, 包含因子 k 为 $\sqrt{3}$, 计算标准不确定度分量为:

$$u(V_{ai})=\text{最大允许误差}/\sqrt{3}。$$

相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(V_{ai})=u(V_{ai})/V_{ai}。$$

标准品溶液配制时玻璃器具校准引入的不确定度见表 2。

合成玻璃器具校准引入的相对标准不确定度分量为:

$$U_{rel}(V_a)=(u_{rel}(V_{25})^2+u_{rel}(V_{10})^2+u_{rel}(V_5)^2)^{1/2}=0.00591。$$

实验室温度变化介于(20±5) °C, 乙腈的膨胀系数为 $1.37 \times 10^{-3}/^{\circ}\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.07 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$, 根据最大允许误差, 按照矩形分布, $k=\sqrt{3}$, 温度产生的标准不确定度为:

$$u(V_{ti})=V_{ti} \times 1.37 \times 10^{-3} \times 5/\sqrt{3}。$$

相对标准不确定度为:

$$U_{rel}(V_{ti})=u(V_{ti})/V_{ti}=1.37 \times 10^{-3} \times 5/\sqrt{3}=0.00395。$$

合成实验室温度变化引入的玻璃器具相对标准不确定度分量为:

$$U_{rel}(V_{ta})=\sqrt{9 \times u_{rel}(V_{ta})^2}=\sqrt{9 \times (0.00137 \times 5/\sqrt{3})^2}=0.01186。$$

表 1 样品中三氯蔗糖含量重复测定结果(n=12)
Table 1 Results of repeated determination of sucralose in samples(n=12)

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	平均
含量/(g/kg)	0.775	0.778	0.777	0.768	0.781	0.770	0.771	0.782	0.785	0.802	0.770	0.796	0.780

表 2 标准品溶液配制时玻璃量具校准引入的不确定度
Table 2 Uncertainties for measuring glasses' calibration in standard solution

使用玻璃器具	最大允许误差	不确定度	相对不确定度
25 mL 单标容量瓶	±0.03	0.0173	0.000692
10 mL 单标容量瓶	±0.02	0.0115	0.00115
5 mL 刻度移液管	±0.05	0.0288	0.00576

标准物质及标准溶液配制引入的相对标准不确定度的合成:

$$U_{\text{rel}}(x_2)=(u_{\text{rel}}(P))^2+u_{\text{rel}}(m_1)^2+u_{\text{rel}}(V_a)^2+u_{\text{rel}}(V_{\text{ta}})^2)^{1/2}=0.0146。$$

3.2.2.3 三氯蔗糖样品引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(x_3)$

(1)样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m_2)$

用电子天平进行称量, 三氯蔗糖试样重量 $m=0.5\text{ g}$, 即 500 mg 根据天平的校准证书给出的测量结果, 当 $0.01\leq m\leq 1\text{ g}$ 时, 示值误差为 0.05 mg , 最大重复性误差为 0.02 mg 。采用矩阵分布, 包含因子为 $\sqrt{3}$, 按 B 类不确定度评定, 标准不确定度为:

$$u'_{\text{3}}=a/k=0.05/\sqrt{3}=0.0288\text{ mg}, u'_{\text{4}}=a/k=0.02/\sqrt{3}=0.0115\text{ mg}。$$

合成标准不确定度:
$$u(m_2)=\sqrt{u_{\text{3}}^2+u_{\text{4}}^2}=\sqrt{0.0288^2+0.0115^2}=0.0310。$$

样品称量时的相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(m_2)=u(m_2)/m_2=0.0310/500=0.000062。$$

(2)样品稀释引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_b)$

样品前处理和稀释过程中使用了 3 mL 单标移液管, 其校准和室温对液体体积的影响, 可导致三氯蔗糖含量测定的偏差。根据最大允许误差, 按均匀分布处理, 包含因子 k 为 $\sqrt{3}$, 计算不确定度为:

$$u(V_{\text{bi}})=\text{最大允许误差}/\sqrt{3}。$$

相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{bi}})=u(V_{\text{bi}})/V_{\text{bi}}$$

样品配制时玻璃器具校准引入的不确定度见表 3。

表 3 样品配制时玻璃量具校准引入的不确定度
Table 3 Uncertainties for measuring glasses' calibration in sample

使用玻璃器具	最大允许误差	不确定度	相对不确定度
3 mL 单标移液管	± 0.015	0.00866	0.00288

合成玻璃器具校准引入的相对标准不确定度分量为:

$$u_{\text{rel}}(V_b)=\sqrt{u_{\text{rel}}(V_{\text{b3}})^2}=0.00288。$$

实验室温度变化介于 $(20\pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, 乙腈的膨胀系数为 $1.37\times 10^{-3}/^{\circ}\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.07\times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$, 根据最大允许误差, 按照矩形分布, $k=\sqrt{3}$, 温度产生的标准不确定度为:

$$u(V_{\text{ti}})=V_{\text{ti}}\times 1.37\times 10^{-3}\times 5/\sqrt{3}。$$

相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{ti}})=u(V_{\text{ti}})/V_{\text{ti}}=1.37\times 10^{-3}\times 5/\sqrt{3}=0.00395。$$

合成实验室温度变化引入的玻璃器具相对标准不确

定度分量为:

$$U_{\text{rel}}(V_{\text{tb}})=\sqrt{u_{\text{rel}}(V_{\text{ti}})^2}\times 1=((1.37\times 10^{-3}\times 5/\sqrt{3})^2)^{1/2}\times 1=0.00395。$$

标准物质及标准溶液配制引入的相对标准不确定度的合成:

$$u_{\text{rel}}(x_3)=(u_{\text{rel}}(m_2)^2+u_{\text{rel}}(V_b)^2+u_{\text{rel}}(V_{\text{tb}})^2)^{1/2}=0.00488。$$

3.2.2.4 液相色谱仪引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(x_4)$

依据检定证书, 高效液相色谱仪的定量重复性为 1.1% , k 为 $\sqrt{3}$, 按均匀分布分别处理, 由高效液相色谱仪测量偏差引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(x_4)=1.1\%/\sqrt{3}=0.00635。$$

3.2.2.5 标准曲线拟合引入的不确定度

按照 GB 22255-2014^[14], 标准系列 5 个三氯蔗糖含量点, 每个含量点做 3 个平行, 实验数据见下表 4:

表 4 标准曲线数据表($n=3$)
Table 4 Data sheet of standard curve($n=3$)

三氯蔗糖浓度/(mg/mL)	峰面积/mV		
0.05	2868	2917	2876
0.1	6032	6118	6231
0.2	12064	11982	12078
0.25	15068	15177	15273
0.5	32219	31804	31968

注: $Y=630399.9X-695.7569$, $a=63039.9$, $b=-695.7569$ 。

试样系列测试管中 2 个点, 测得各管峰面积, 依据标准曲线查得各试样测试管中三氯蔗糖浓度为下表 5:

由标准曲线引起的被测量的浓度 x 的变化的标准不确定可用以下公式计算:

$$u(x_5)=\frac{s_R}{b}\sqrt{\frac{1}{P}+\frac{1}{n}+\frac{(x-\bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n(x_i-\bar{c})^2}}; s_R=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n(A_i-(a+bx_i))^2}{n-2}}$$

式中:

P -样品液测量的次数; n --标准液测量的次数; x --样品测得的平均浓度, mg/mL ; $\bar{c}$ --标准液的平均浓度, mg/mL ; b --工作曲线斜率; a --工作曲线截距; s_R --工作曲线标准差; x_i --第 i 次测量时标准液的浓度, mg/mL ; A_i --第 i 次测量时标准液的峰面积。

表 5 试样测试管中三氯蔗糖含量
Table 5 Sucralose of sample testing tubes

试样稀释液梯度	三氯蔗糖浓度/(mg/mL)		平均
1	0.12077	0.12054	0.120655

则: $s_R=116.101$;
 $u(x_5)=0.00142$;
相对标准不确定度: $u_{rel}(x_5)=u(x_5)/X=0.0117$ 。

3.2.2.6 回收率及其相对标准引入的不确定度 $u_{rel}(x_6)$

按照 2.2.3 进行处理, 样品需要经过超声、过固相萃取柱、蒸干浓缩、定容等步骤。在这一过程中, 每一个步骤的操作都会带入不确定度。要逐步确定其对测量结果不确定度的贡献是相当困难的, 可采用检测方法制定过程中的有关数据, 采用回收率进行评定, 属 A

类不确定度评定, 本次评定共做了 9 个回收率测定, 见下表 6:

平均回收率是 97.0%, 标准偏差 S 为 3.0418%, 回收率相对标准不确定度为:

$$u(x_6)=S/\sqrt{9}=3.0418\%/3=1.0139\%;$$
$$u_{rel}(x_6)=u(x_6)/97.0\%=0.01045。$$

3.2.3 不确定度的合成

综上, 实验过程中, 影响检验结果的各个因素引入的相对不确定度, 见下表 7:

表 6 回收率测定结果(n=9)
Table 6 Recovery results(n=9)

加标级别	序号	称样量/g	加标量/mg	测得加标量/mg	回收率/%	平均回收率/%
80%	1	0.10185	0.062064	0.063334	102.04	97.0
	2	0.10143	0.062064	0.063217	101.85	
	3	0.10195	0.062064	0.060655	97.72	
	4	0.11337	0.07758	0.072908	93.97	
100%	5	0.11231	0.07758	0.074273	95.73	
	6	0.10735	0.07758	0.075085	96.78	
	7	0.10254	0.093096	0.088265	94.81	
120%	8	0.10613	0.093096	0.088879	95.47	
	9	0.10559	0.093096	0.087913	94.43	

表 7 相对标准不确定度一览表
Table 7 List of relative standard uncertainties

名称	不确定度来源	类型	相对标准不确定度值
$u_{rel}(x_1)$	测定重复性	A	0.00924
$u_{rel}(x_2)$	标准物质	A&B	0.0146
$u_{rel}(x_3)$	样品	A	0.00488
$u_{rel}(x_4)$	液相色谱仪	B	0.00635
$u_{rel}(x_5)$	标准曲线拟合	A	0.0117
$u_{rel}(x_6)$	回收率	A	0.01045

由表 7 中各相对标准不确定度合成:

$$u_{cr}(X)=[u_{rel}^2(x_1)+u_{rel}^2(x_2)+u_{rel}^2(x_3)+u_{rel}^2(x_4)+u_{rel}^2(x_5)+u_{rel}^2(x_6)]^{1/2}=[(0.00924)^2+(0.0146)^2+(0.00488)^2+(0.00635)^2+(0.0117)^2+(0.01045)^2]^{1/2}=0.0247。$$

各测量不确定度的统计直方图如图 1 所示:

样品测定平均值为 0.78 g/kg, 则三氯蔗糖定值样品益生菌粉测定的标准不确定度为: $u_c(X)=0.78\times0.0247=0.0192$ g/kg。

3.3 测量不确定度评定结果

将合成不确定度乘以给定概率的包含因子 k 就得到扩展不确定度, 在置信概率取 95%的情况下, 包含因子 $k=2$,

则相对扩展不确定度为 $U(X)=k\times u_c(X)=2\times0.0192$ g/kg $=0.0384$ g/kg。

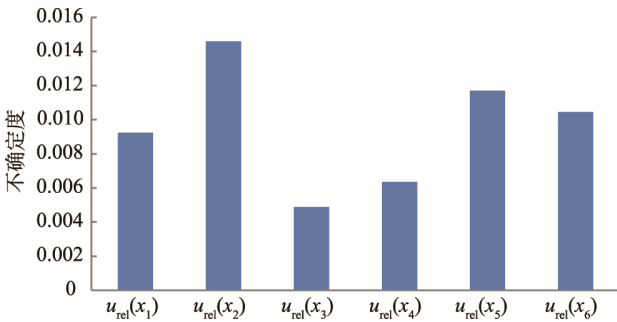


图 1 各测量不确定度的统计直方图

Fig.1 Statistical histogram of each measurement uncertainty

待测益生菌粉样品中三氯蔗糖的含量为 $X=0.78$ g/kg;

综上所述, 利用高效液相色谱法测定益生菌粉中三氯蔗糖含量的测定结果时给出不确定度值, 结果表示如下:

$$X(\text{三氯蔗糖})=X\pm U(X), k=2, \text{ 即 } X(\text{三氯蔗糖})=(0.78\pm0.0384) \text{ g/kg}。$$

4 结 论

从图 1 的相对不确定度一览表可以看出, 样品中三氯蔗糖含量的不确定度因素中, 影响最大的是标准溶液的配制、标准曲线拟合以及回收率, 影响较小为样品、方法重复性以及液相色谱仪所产生的不确定度。这一结果符合本实验操作过程, 因此提示今后的含量检测过程中, 要注意样品前处理部分的操作, 提高样品的回收率, 高效液相色谱仪进行定期的鉴定与维护保养。而且要求标准溶液的配制, 不仅要提高标准物质的称样量, 还要选用高校级别的容量瓶, 并且要求分析天平分析人员要熟练掌握样品的各项处理步骤, 以提高检测准确性。

参考文献

- [1] 梁旭荣. 我国保健品行业现状及发展趋势分析[J]. 中国盐业, 2018, 3(306): 31–35.
Liang XR. Analysis on present situation and development trend of health product industry [J]. Chin Salt Ind, 2018, 3(306): 31–35.
- [2] 李宏伟, 孟祥信, 杨晓洁, 等. 益生菌用途及其工艺化研究进展[J]. 微生物学杂志, 2020, 4: 1–8.
Li HW, Meng XX, Yang XJ, *et al.* Advance in probiotics application and technology [J]. J Microbiol, 2020, 4: 1–8.
- [3] 高璐, 于锋, 王坚. 益生菌制剂在慢性肝脏疾病中的应用进展[J]. 中国药房, 2016, 27(3): 426–429.
Gao L, Yu F, Wang J. Application of probiotics in chronic liver diseases [J]. Chin Pharm, 2016, 27(3): 426–429.
- [4] 郑双凤, 谭石勇, 谭武贵, 等. 生防芽孢杆菌高密度发酵技术研究技术进展[J]. 湖南农业科学, 2017, 34(4): 120–124.
Zheng SF, Tan SY, Tan WG, *et al.* Advances in high density fermentation technology of biocontrol bacillus [J]. Hunan Agric Sci, 2017, 34(4): 120–124.
- [5] 凌关庭. 食品添加剂手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003.
Ling GT. Food additives data book [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2003.
- [6] 唐吉旺, 袁列江, 肖泳, 等. 固相萃取-高效液相色谱-质谱联用法同时测定食品中 9 种人工合成甜味剂[J]. 色谱, 2019, 6(37): 619–625.
Tang JW, Yuan LJ, Xiao Y, *et al.* Simultaneous determination of nine artificial sweeteners in food by solid-phase extraction coupled with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2019, 6(37): 619–625.
- [7] 陈成, 陈宜武, 张升港, 等. 浅析三氯蔗糖的生产与应用[J]. 现代食品, 2019, 19(18): 54–55, 58.
Chen C, Chen YW, Zhang SG, *et al.* Analysis on the production and application of sucrose trichlorose [J]. Mod Food, 2019, 19(18): 54–55, 58.
- [8] 肖燕, 向秋平, 李慧敏. 食品中三氯蔗糖的测定方法改进[J]. 食品工业, 2019, 9(40): 249–252.
Xiao Y, Xiang QP, Li HP. Improved method for determination of sucralose in food [J]. Food Ind, 2019, 9(40): 249–252.
- [9] 董孝国, 张凯. 甜味剂三氯蔗糖的安全性研究进展[J]. 魅力中国, 2013, (7): 297–298.
Dong XG, Zhang K. Research progress on the safety of sucralose as sweetener [J]. Charm Chin, 2013, (7): 297–298.
- [10] 阮光锋. 三氯蔗糖的安全性解读[J]. 饮料工业, 2016, (1): 73.
Ruang GF. Safety interpretation of sucralose [J]. Bever Ind, 2016, (1): 73.
- [11] 杨婉霜, 高婷婷, 韩婉莹. 三氯蔗糖在食品中的应用[J]. 现代食品, 2016, (7): 5–6.
Yang WS, Gao TT, Han WY. Application of sucralose in food [J]. Mod Food, 2016, (7): 5–6.
- [12] Zhao YG, Cai AQ, Chen XH, *et al.* Analysis of nine food additives in wine by dispersive solid-phase extraction and reversed-phase high performance liquid chromatography [J]. Food Res Int, 2013, 52(1): 350–358.
- [13] 包懿, 石金娥, 刘斌, 等. 高效液相色谱/二极管阵列法快速测定白酒、配制酒与葡萄酒中 5 种人工合成甜味剂[J]. 分析测试学报, 2017, 36(5): 674–678.
Bao Y, Shi JE, Liu B, *et al.* Rapid determination of five artificial sweeteners in white spirit, mixed liquor and wine by high performance liquid chromatography/diodearray detector [J]. J Instrum Anal, 2017, 36(5): 674–678.
- [14] GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定[S].
GB 22255-2014 National food safety standards-Determination of sucralose in food [S].
- [15] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1-2012 Evaluation and expression of measurement uncertainty [S].
- [16] CNAS-GL 006:2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL 006:2019 Guidelines for the evaluation of uncertainty in chemical analysis [S].
- [17] GB 25531-2010 食品安全国家标准 食品添加剂 三氯蔗糖[S].
GB 25531-2010 National food safety standards-Food additive-Sucralose [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



黎小兰, 主要研究方向为保健食品的质量检测。

E-mail: 475079345@qq.com