

《食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定》(征求意见稿)

编制说明

一、标准起草基本情况

本标准制定任务来源于国家卫生健康委员会委托制定的食品安全国家标准项目,由广东省食品检验所、湖南省食品质量监督检验研究院和青岛海关技术中心负责起草修订 spaq-2019-036《食品国家安全标准 食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定》。2019年8月5日收到正式通知,2019年12月19-20日在广州召开标准项目启动会,启动会后项目组正式协调成立,在广泛调查研究和讨论的基础上,起草了本标准,并邀请五家以上专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作。2020年8月在方法验证的基础上,形成讨论稿,并通过信函的方式向有关机构和专家广泛征求意见,期间未收到重大分歧意见,经整理归纳后,形成送审稿。2021年3月30日经第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第六次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准适用于食品中三氯蔗糖(蔗糖素)的测定。相较于GB 22255-2014: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;修改了液相色谱法检出限和定量限。本标准实验室内和实验室间相关实验研究结果情况如下:

(一) 实验室内方法研究

1、第一法为高效液相色谱法,在原标准的基础上进行了流动相选择优化、方法线性、检出限、定量限等内容的研究,确定主要技术内容为:三氯蔗糖的浓度在0.020 mg/mL-1.00 mg/mL范围内时,线性关系良好。对蒸馏酒样品,取样量为2.000 g,定容为1.00 mL时,检出限为0.0075 g/kg,定量限为0.020 g/kg;其它食品取样量为2.000 g,定容为1.00 mL时,检出限为0.010 g/kg,定量限为0.030 g/kg。

示差检测器法当三氯蔗糖的浓度在0.020 g/kg-5.00 g/kg范围内时,实验平均加标回收率为88.3%-108.1%时,相对标准偏差为0.40%-7.09%;蒸发光检测器法当三氯蔗糖的浓度在0.03 g/kg-0.25 g/kg范围内时,实验平均加标回收率为93.8%-105.6%时,相对标准偏差为0.28%-3.83%。

2、第二法为高效液相色谱-串联质谱法,在原标准的基础上进行了色谱条件的选择、质谱条件的优化、方法线性、方法检出限、定量限等内容的研究,确定主要技术内容为:三氯蔗糖的浓度在0.1-1.5 mg/L范围内时,线性关系良好。对蒸馏酒样品,取样量为2.000 g,定容为10.00 mL时,检出限为0.0003 g/kg,定量限为0.0006 g/kg;其它食品取样量为2.000 g,定容为25.00 mL时,检出限为0.001 g/kg,定量限为

0.003 g/kg。当三氯蔗糖的浓度在0.0006 g/kg-5.00 g/kg范围内时，实验平均加标回收率为81.2%-109.7%时，相对标准偏差为0.43%-7.65%。

(二) 实验室间方法验证

第一法、第二法经过五家实验室间方法验证，验证内容为选择代表性基质，每种基质进行3浓度水平验证，验证方法了线性范围、定量限、准确性和重现性，验证结果均能满足GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中附录F规定的实验内检测方法确认的技术要求。

三、国内外相关法规标准情况

我国标准 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》和欧盟（EU）1333/2008 食品添加剂法规都规定了食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的使用范围、限量要求，主要区别为不同产品间允许添加限量差异较大，欧盟法规规定的产品适用范围较广。 国内外相关标准情况如表 1 所示。

表 1. 国内外相关检测标准

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/适用基质	与制修订标准的关系
1	中国	DBS52/007-2014	《食品安全地方标准 白酒中甜蜜素、糖精钠、安赛蜜和三氯蔗糖四种甜味剂的测定方法 液相色谱-串联质谱法》	液相色谱-串联质谱法	白酒	非等效
2	欧洲标准化委员会 (CEN)	EN 15911-2010	Foodstuffs-Simultaneous determination of nine sweeteners by high performance liquid chromatography and evaporative light scattering detection	液相色谱法 (ELSD)	饮料和包装水果	非等效
3	欧洲标准化委员会 (CEN)	EN 16155-2012	Foodstuffs. Determination of sucralose. High performance liquid chromatographic method	液相色谱法 (RI)	食品	非等效

4	美国分析化学家协会 (AOAC)	AOAC 969.27	Nonnutritive Sweeteners in Nonalcoholic Beverages Qualitative Thin-Layer Chromatographic Method	薄层色谱法	非酒精饮料	非等效
5	联合国粮农组织和世界卫生组织下的食品添加剂联合专家委员会 (JECFA)	41st JECFA (1993)	Sucralose	液相色谱法 (UV)	食品添加剂	非等效

四、其他需要说明的事项

无。