

### 白酒中四种甜味剂的测定—超高效液相色谱串联质谱法

Method for determination of the four kinds of sweetener in liquor - ultra high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

地方标准信息服务平台

2015 - 11 - 10 发布

2015 - 12 - 10 实施



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽省浓香型白酒标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：安徽瑞思威尔科技有限公司、安徽古井贡酒股份有限公司。

本标准主要起草人：李安军、周庆伍、汤有宏、王银辉、高江婧、马雷、刘国英、何宏魁、唐林、聂加燕。

地方标准信息服务平台



# 白酒中四种甜味剂的测定-超高效液相色谱串联质谱法

## 1 范围

本标准规定了白酒中安赛蜜、糖精钠、甜蜜素和阿斯巴甜四种甜味剂含量的超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱法分析方法。

本标准适用于白酒中安赛蜜、糖精钠、甜蜜素和阿斯巴甜四种甜味剂的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 原理

酒样除醇、净化后，经液质联用仪进行测定。采用外标法定量检测四种甜味剂的含量。

## 4 试剂与材料

4.1 本标准中所用的水，在未注明其他要求时，均指符合 GB/T 6682 中要求的一级水。所用试剂，在未注明其他规格时，均指分析纯（A.R）。

4.2 乙腈：色谱纯，高效液相色谱淋洗剂。

4.3 安赛蜜、糖精钠、甜蜜素、阿斯巴甜标准物质：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.4 乙酸铵：色谱纯。

4.5 乙酸：色谱纯。

4.6 微孔滤膜：0.22  $\mu\text{m}$ （水相）。

4.7 1 mmol/L 乙酸铵溶液：称取 0.0771 g（精确至 0.0001 g）乙酸铵，溶解于水中，加水至 950 mL，向其中加入 1 mL 乙酸，定容于 1000 mL 容量瓶中。用 0.22  $\mu\text{m}$  的水相微孔滤膜过滤。

4.8 甜味剂标准储备液：分别称取上述甜味剂标准品（4.2）100.0 mg（精确至 0.1 mg），分别置于 100 mL 容量瓶中，用超纯水溶液定容，即作为单标储备液；于 4℃ 冰箱中保存。

4.9 甜味剂混合标准使用液：根据酒样中甜味剂的含量，分别取一定量的单标储备液稀释到一系列浓度，配制成混合标准使用液。

## 5 仪器与设备

5.1 超高效液相色谱仪：配置三重四极杆串联质谱。

5.2 电子分析天平：感量 0.1 mg。

## 6 分析步骤

### 6.1 液相色谱条件

6.1.1 色谱柱：BEH C18 色谱柱（50 mm\*2.1 mm, 1.7 μm）。

6.1.2 柱温：40℃。

6.1.3 流动相：A：乙腈；B：1 mmol/L 乙酸铵水溶液。

6.1.4 流速：0.2 mL/min。

6.1.5 洗脱方式：梯度洗脱。

梯度洗脱条件如表1 所示。

表1 超高效液相色谱梯度洗脱条件

时间 /Time		0.0	3.0	3.1	7.5	8.0
流动相体积分数 /%	A	10	10	40	40	10
	B	90	90	60	60	90

6.1.6 进样量：2 μL。

6.1.7 分析时间：10 min。

### 6.2 质谱条件

6.2.1 离子化模式：ESI 负离子模式。

6.2.2 采集模式：多反应监测(MRM)。

6.2.3 脱溶剂气温度：500℃。

6.2.4 锥孔气流量：50 L/h。

6.2.5 脱溶剂气流量：1000 L/h。

6.2.6 毛细管电压：3.5 kV。

6.2.7 锥孔电压：38 V。

### 6.3 标准曲线的制作

在液相色谱条件(6.1)和质谱条件(6.2)下测定一系列浓度的甜味剂标准混合液(4.8)，以质量浓度为横坐标，峰面积或响应值为纵坐标，绘制标准曲线。

### 6.4 试样制备与测定

#### 6.4.1 试样的制备

移取 5 mL 待测白酒于比色管中，用氮吹仪进行处理，去除待测白酒中的醇类物质，直至待测白酒剩余 1~2 mL，用超纯水定容至 5 mL，经 0.22 μm 水系滤膜过滤后获得待测样品。

#### 6.4.2 试样的测定

本标准根据质荷比  $m/z$  定性，采用外标校准曲线法定量测定。在液相色谱条件(6.1)和质谱条件(6.2)下测定某一浓度的甜味剂标准混合液和试样溶液。标准混合液和试样溶液中甜味剂的响应值均应在标准曲线的检测范围内，超过检测范围则应稀释后再进样分析，并在试样溶液分析间适当穿插监测标准混合液，以确保定量的准确性。

同时做空白试验。

甜味剂的标准溶液的色谱图参见附录A。

## 7 结果计算与表述

试样中甜味剂的含量（mg/L）按公式（1）进行计算：

$$X = \frac{A \times n \times c_s}{A_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$  —— 试样中甜味剂的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

$A$  —— 试样中甜味剂的色谱峰面积或响应值；

$n$  —— 试样的稀释倍数；

$c_s$  —— 标准混合液中甜味剂的浓度，单位为：毫克每升（mg/L）；

$A_s$  —— 标准混合液中甜味剂的色谱峰面积或响应值。

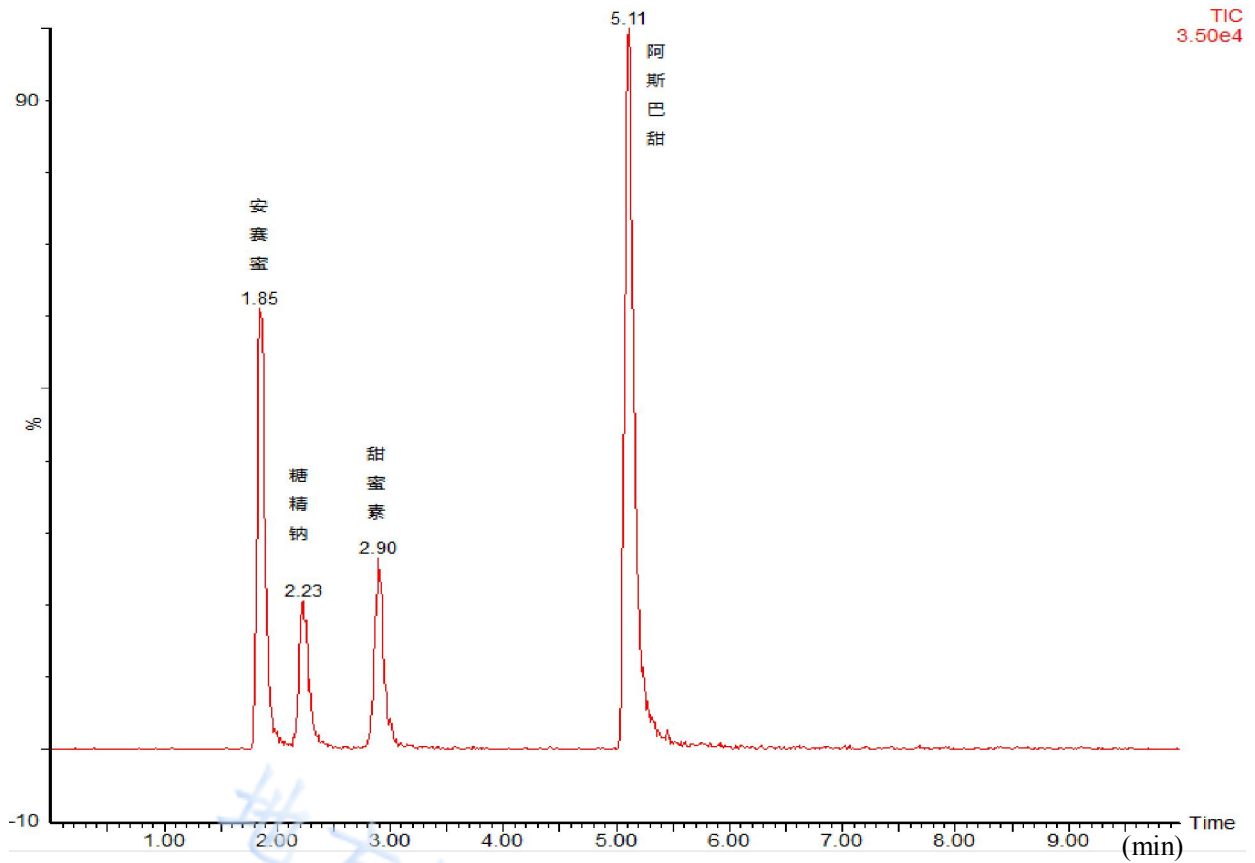
注：计算结果保留小数点后两位数字。

## 8 精密度

本标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得超过算术平均值的 10%。

地方标准信息服务平台

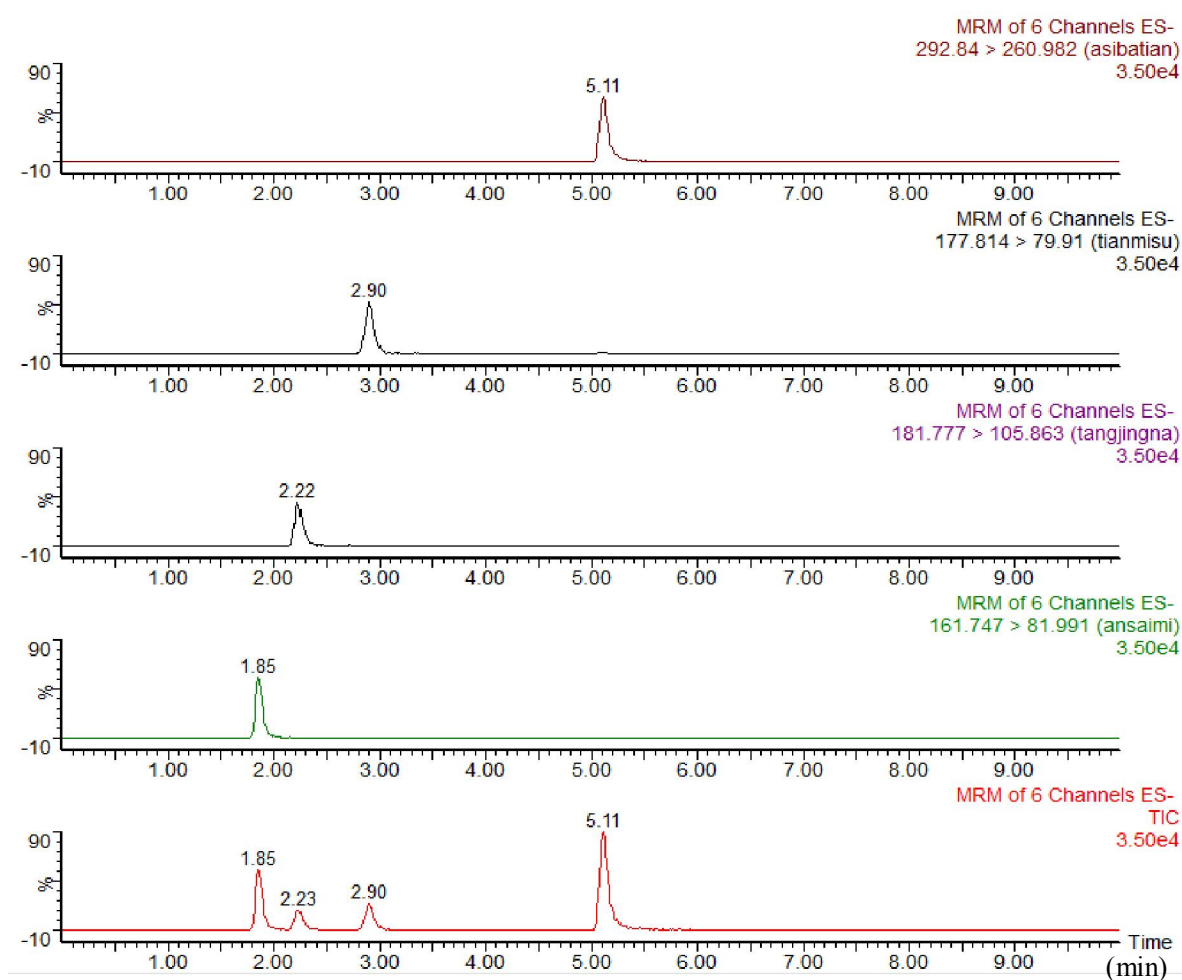
附录 A  
(资料性附录)  
甜味剂标准溶液色谱图



图A.1 4种甜味剂的TIC色谱图

Fig 1. TIC chromatogram of 4 sweeteners





图A.2 4种甜味剂标准品的MRM色谱图

Fig 2. MRM chromatograms of 4 sweeteners