《食品中13种甜菊糖苷测定 高效液相色谱法》团体标准制定的编制说明

1. **标准制定背景及任务来源**
   1. **标准制定背景**

甜菊糖苷是从菊科小灌木甜菊叶中提取出来的天然甜味剂，是一种新型的甜味剂，享誉“世界第三糖源”的称号。我国作为甜菊糖苷最大的生产国和出口国，其产量正在不断上升。由于甜菊糖苷热值低，且其甜度是蔗糖的250~300倍，因此常被用作蔗糖替代品，广泛应用在乳制品、水果制品、糕点、饮料、冷冻饮品、调味品、果冻、茶制品、酒类、保健食品等食品中，改善食品品质。甜菊糖苷也具有抗糖尿病、降血压、抗癌和抗菌等多种功效。但对于人们长期食用特定甜味剂的安全性依然存在一些担忧，如世界卫生组织发布的有关非糖甜味剂新指南中不建议使用非糖甜味剂来控制体重。因此，甜菊糖苷与人体健康的关系较为复杂，需要考虑食用量、食用次数、食用种类等因素。故而甜菊糖苷的食用需要适当控制。

目前已发现甜菊糖苷64种，主要成分包含有13种，分别是甜菊苷、瑞鲍迪苷A、瑞鲍迪苷B、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷D、瑞鲍迪苷F、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O。

GB 2760-2024《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》对甜菊糖苷的使用情况进行管控，其表A.1列举的食品类别允许其限量使用，但不得超过最大使用量(以甜菊醇当量计)。未在GB 2760-2024表A.1中列举出来的食品类别，不得使用甜菊糖苷(以甜菊醇当量计)。我国现有的的测定甜菊糖苷的方法较少，且方法中并未明确其转化为甜菊醇当量计结果。此外，甜菊糖苷所含组分较多，分子结构相近，使得检测准确度低，且检测分离难度大，试验成本显著提高。已有的方法均不能满足食品中13种甜菊糖苷的测试，且未有标准对甜菊糖苷转化为甜菊醇当量计算进行说明。

本方法通过逐个测定食品中13种甜菊糖苷的含量，并将其转化为甜菊醇当量，可以为食品加工和生产企业提供测试途径，定量管控原料投入；为监管部门监管各类食品中的甜菊糖苷使用情况提供科学依据，保障食品安全；为风险评估中心提供检测数据参考，评估项目风险程度。

* 1. **任务来源**

根据《深圳市分析测试协会团体标准管理办法》，深圳市分析测试协会于2023年6月面向全体会员单位征集团标标准，决定由华测检测认证集团股份有限公司牵头起草《食品中13种甜菊糖苷的高效液相色谱法测定》。

1. **主要工作过程**

## 成立标准编制小组

2023年7月，华测检验认证集团接到《食品中13种甜菊糖苷的高效液相色谱法测定》团体标准制定任务后，对该标准的具体工作进行了认真研究，确定了总体工作方案，并成立了标准制定工作组。

## 查询国内外相关标准和文献资料

2023年8月～2023年9月，本标准编制组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料，确立了标准制定的指导思想，形成了开题报告，并制定了初步的实验方案。

## 确定标准制定技术路线，制定原则

2023年10月～2023年11月，华测检测认证集团股份有限公司食品实验室召开了标准开题论证会，会上标准编制组介绍了目前现行有效的国家标准的现状，国内外相关分析方法的研究，标准制定的技术路线和技术难点，以及拟开展的主要工作等内容。

## 进行论证实验，确定方法主要试验技术内容制定的合理性

2023年12月～2024年1月，在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料的基础上，在参照目前现行标准的基础上，结合目前的实际情况，初步确定了标准的制定和相应的试验方法，形成了标准草案。之后，2024年2月～2025年5月，工作组对标准草案进行了多次讨论研究，同时对标准中采用的试验方法进行了方法验证工作，积累了实验数据。

## 编写标准征求意见稿

2025年6月～2025年9月，完善了方法的准确性和可靠性，在此基础上完成了标准文本及编制说明的征求意见稿。

1. **标准编制原则**

本文件依据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求，以参照国内外相关标准与文献为基础进行制定。制定后的方法性能够满足相关食品标准和食品质量安全监管工作的需要。制定后的方法性具科学性、可靠性及普遍适用性，易于推广使用。

1. **主要技术内容确定的依据**

## 与国内外相关标准的对比情况

国际标准、国家标准、省地方标准和团标中，未见关于能满足食品中13种甜菊糖苷组分的检测方法且未有标准对甜菊糖苷转化成以甜菊当量计的说明。目前，我国现有的的测定甜菊糖苷的方法较少且测不全。例如：GB 1886.355-2022《食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷》仅适用于食品添加剂的检测；QB/T 5600-2021《口腔清洁护理用品 牙膏中甜菊糖苷的测定 高效液相色谱法》仅适用于口腔用品；SN/T 3854-2014《出口食品中天然甜味剂甜菊糖苷、甜菊双糖苷、甘草酸、甘草次酸的测定 高效液相色谱法》仅适用于出口饮料、调味品、糕点、腌渍蔬菜、肉罐头、蜜饯、糖果中甜菊糖苷、甜菊双糖苷的测定，方法中甜菊糖苷为甜菊苷，甜菊双糖苷为瑞鲍迪苷A，检测种类仅为2种。

国外查询的关于甜菊糖苷的研究，主要集中在甜菊糖苷的代谢机制、药理学和毒理学、理化性质、功能作用、制备工艺等方面，鲜少有关于其测定方法的文献。其中，KIM等研究仅适用于牛奶中9种甜菊糖苷的测定，HOLLÁ等研究仅谈到甜味料中6种糖苷的检测。

据国内外相关文献报道，甜菊糖苷测定方法有流动注射化学发光法、分光光度法、毛细管电泳法、薄层色谱法、高效液相色谱法等。化学分析法、分光光度法、薄层色谱法受温度、加热时间影响，耗时较长，操作复杂等缺点。高效液相色谱法具有前处理方法简便、准确性、耗时短的优势。因此，本研究通过建立高效液相色谱法同时检测食品中13种甜菊糖苷的分析方法，以期为食品标准的制修订、监督抽检、风险监测、生产投料等提供技术支持和检验依据。

## 主要试验技术制定

## **4.2.1 测试原理**

1. 澄清液体样品经甲醇提取，45 ℃水浴超声提取20 min，再加甲醇10 mL提取，继续在45 ℃水浴超声提取10 min，氮吹至尽干，30%乙腈水溶液定容，PDA检测器在210 nm波长处检测，磷酸钠缓冲液和乙腈梯度洗脱，试样中保留时间与混合标准溶液相对应，峰面积外标法定量。
2. 其他复杂基质样品经乙腈提取，45 ℃水浴超声提取20 min，再加乙腈10 mL提取，继续在45 ℃水浴超声提取10 min，亚铁氰化钾和乙酸锌溶液沉淀蛋白，硅胶固相萃取柱净化，甲醇洗脱，30%乙腈水溶液定容，后续步骤同上。

## **4.2.2** 样品基质的选择

选择GB 2760-2024中有最大使用量要求的食品类别以及不得得用的食品类别进行研究。

## **4.2.3 LC-MS仪器基本参考条件**

液相色谱条件如下：

色谱柱：C18色谱柱(4.6 mm×250 mm，5 μm)

检测器：PDA检测器

柱温箱温度：40 ℃

检测波长：210 μm

流速：0.8 mL/min

进样量：20 μL

梯度洗脱程序见表1。

表1 流动相梯度洗脱条件

Table 1 Gradient elution condition of mobile phase

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间/min | 磷酸钠缓冲溶液/% | 乙腈/% |
| 0 | 80 | 20 |
| 8 | 75 | 25 |
| 12 | 65 | 35 |
| 30 | 65 | 35 |
| 30.1 | 80 | 20 |
| 40 | 80 | 20 |

#### 4.2.4 样品前处理方法的优化和确定

#### 4.2.4.1 提取溶液和提取方式的选择

甜菊糖苷类物质易溶于水、甲醇、乙腈，依次选用水、甲醇、乙腈为提取试剂。提取溶剂的极性水>甲醇>乙腈，不同物质极性与溶解性关系较大，需对前处理的提取过程进行分别处理。采用空白加标对13种甜菊糖苷进行实验，记录每种物质的回收率，从而计算平均回收率，发现甲醇的提取回收率>乙腈的提取回收率>水提取回收率，如图1。澄清样品中杂质干扰相对较小，选择甲醇提取时目标物质可充分提取且峰形完好。成分复杂的样品采用乙腈提取，可以降低杂质干扰，同时可以保证回收率，随后甲醇洗脱可以保证目标物从固相萃取柱中充分洗脱。

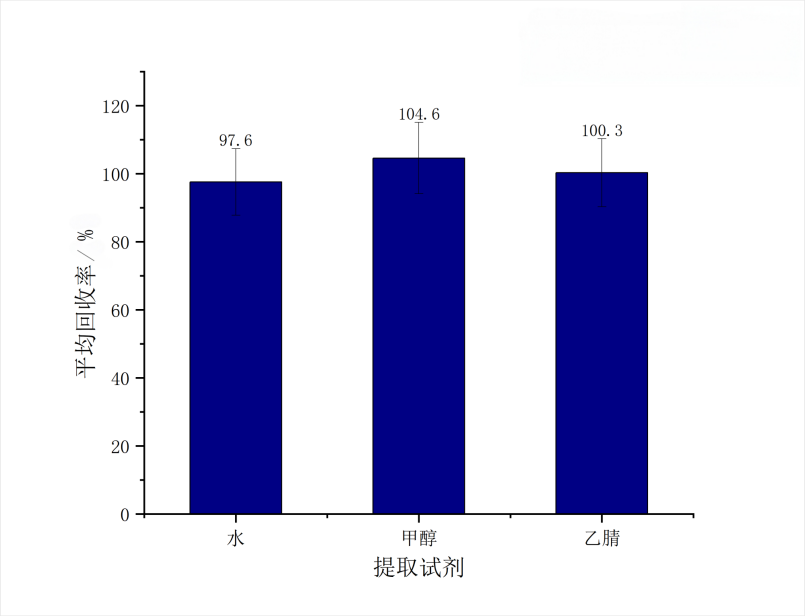


图1 三种提取试剂对空白加标试验中甜菊苷的平均回收率

Figure 1 Average recovery rates of steviol glycosides in spike about 3 kinds of reagents

此外，高脂肪样品经石油醚脱脂，高蛋白样品经蛋白沉淀剂沉淀蛋白，增加净化方式，以此准确定量出13种甜菊糖苷物质。对于甜菊糖苷D、甜菊糖苷M、甜菊双糖苷溶解性较弱的物质，可以采用45 ℃水浴超声溶解。

#### 4.2.4.2 液相条件的选择

本方法所用的13种甜菊糖苷的化合物名称、分子量、分子式、CAS号见表2。

表2 十三种糖苷的化合物名称、分子式、分子量、CAS号

Table 2 Compound names, molecular formulas, molecular weights, and CAS numbers of 13 kinds of glycosides

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 糖苷名称 | 英文名称 | 分子式 | 分子量 | CAS号 |
| 甜菊苷 | Stevioside | C38H60O18 | 804.38 | 57817-89-7 |
| 瑞鲍迪苷A | Rebaudioside A | C44H70O23 | 966.43 | 58543-16-1 |
| 瑞鲍迪苷B | Rebaudioside B | C38H60O18 | 804.38 | 58543-17-2 |
| 瑞鲍迪苷C | Rebaudioside C | C44H70O22 | 950.44 | 63550-99-2 |
| 瑞鲍迪苷D | Rebaudioside D | C50H80O28 | 1128.48 | 63279-13-0 |
| 瑞鲍迪苷F | Rebaudioside F | C43H68O22 | 936.42 | 438045-89-7 |
| 杜克苷A | Dulcoside A | C38H60O17 | 788.38 | 64432-06-0 |
| 甜茶苷 | Rubusoside | C32H50O13 | 642.33 | 64849-39-4 |
| 甜菊双糖苷 | Steviolbioside | C32H50O13 | 642.33 | 41093-60-1 |
| 瑞鲍迪苷 E | Rebaudioside E | C44H70O23 | 967.01 | 63279-14-1 |
| 瑞鲍迪苷 M | Rebaudioside M | C56H90O33 | 1291.29 | 1220616-44-3 |
| 瑞鲍迪苷 N | Rebaudioside N | C56H90O32 | 1275.29 | 1220616-46-5 |
| 瑞鲍迪苷 O | Rebaudioside O | C62H100O37 | 1437.44 | 1220616-48-7 |
| 甜菊醇 | Steviol | C20H30O3 | 318.45 | 471-80-7 |

固定流动相流速0.8 mL/min，配制磷酸钠缓冲液和乙腈不同体系的梯度洗脱条件见图2。

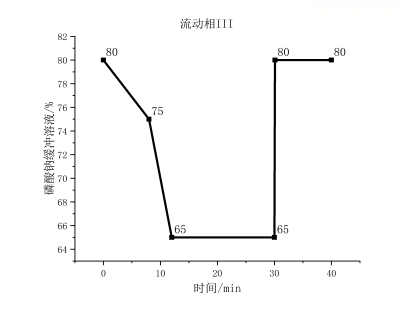
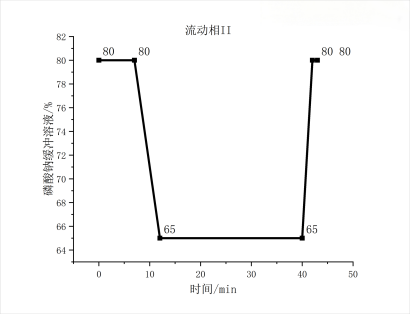
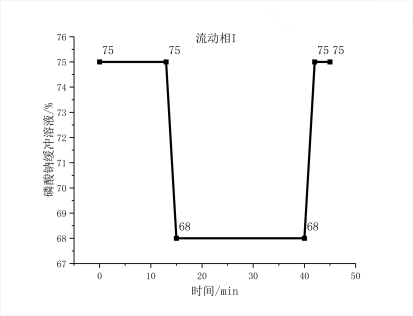


图2 不同的梯度洗脱条件

Figure 2 Different gradient elution conditions

以GB 1886.355—2022《食品添加剂 甜菊糖苷》中的流动相参考条件(图2中流动相I)进行洗脱，由图3可见，13种甜菊糖苷仅分离出9种，瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷O、瑞鲍迪苷D、瑞鲍迪苷N无法完全分离。改善流动相洗脱条件，降低乙腈比例，选择流动相Ⅱ的梯度洗脱程序，由图4可见，在13~15 min时，瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷O、瑞鲍迪苷D分离度较差。选择流动相Ⅲ的梯度洗脱程序，在第8 min时加大乙腈比例，由图5可见，30 min内13种甜菊糖苷能完成分离，峰形尖锐对称，分离度较好，30~40 min阶段平衡色谱柱，为下一次进样做好准备。改善后的梯度色谱条件可以保证40 min内完成13种甜菊糖苷类物质分离，耗时短，且在此色谱条件下可以准确定量。



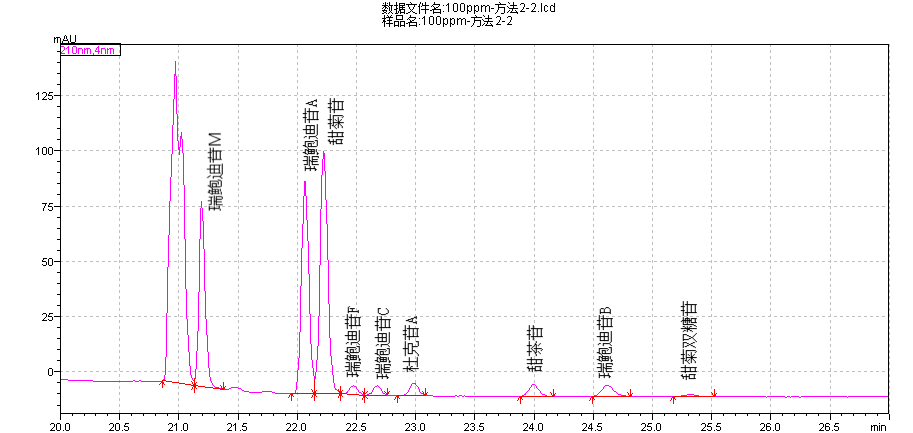


图3 流动相I下的甜菊糖苷色谱图

Figure 3 Chromatography of steviol glycosides in mobile phase I

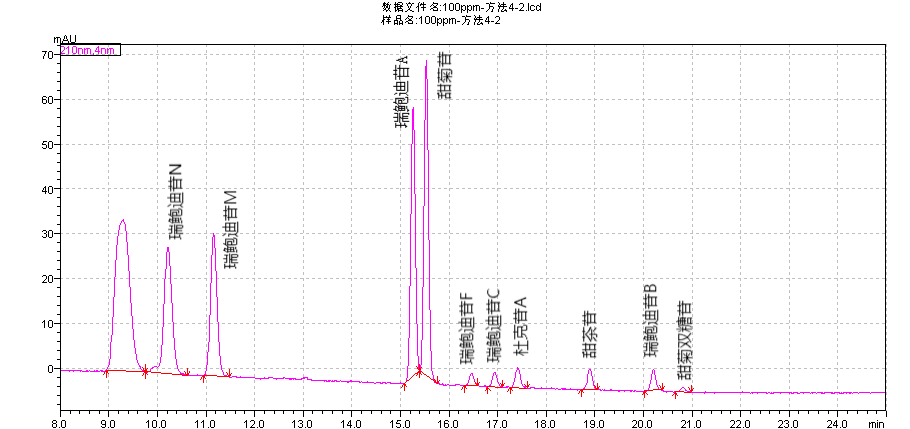
图4 流动相Ⅱ的甜菊糖苷色谱图

Figure 4 Chromatography of steviol glycosides in mobile phase II



图5 流动相Ⅲ对应13种甜菊糖苷色谱图

Figure 5 Chromatography of 13 kinds of steviol glycosides in mobile phase Ⅲ

通过比较不同流动相体系对甜菊糖苷色谱出峰的影响，发现流动相Ⅲ的13种甜菊糖苷的分离效果最佳。

通过单一标液保留时间确定目标的出峰顺序，从左到右依次为瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷O、瑞鲍迪苷D、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷A、甜菊苷、瑞鲍迪苷F、瑞鲍迪苷C、杜克苷A、甜茶苷、瑞鲍迪苷B、甜菊双糖苷，如图6。













图6 13种甜菊糖苷单一标液色谱图

Figure 6 Chromatograms of 13 kinds of Steviol Glycosides Individual Standard Solutions

#### 4.2.4.3 净化条件确定

将成分简单的样品直接甲醇提取后，即可以获得良好的提取效果，回收率可达80.2 %~109.7 %，如澄清的液体样品(风味果汁、生抽等)。而将成分复杂的样品直接用乙腈提取之后，获得的谱图中显示杂质干扰较多，因此需要采用净化操作。

在成分复杂的豆奶样品加入混合标准工作液100 μL，分别用C18粉、PSA粉、石墨烯、C18净化柱、硅胶柱净化，13种甜菊糖苷的回收率分别为64.4 %~107 %、58.5 %~110 %、5.7 %~20.2 %、62.8 %~106 %、90.1 %~109 %。可见C18粉和PSA粉对甜菊双糖苷、甜菊苷、瑞鲍迪苷A的吸附能力较强，降低其灵敏度。石墨烯对大部分目标物的吸附能力较强，不适用于13种甜菊糖苷的同时净化。吸附粉的净化效果弱于净化柱的净化效果，而C18净化柱的净化效果弱于硅胶柱的净化效果，因此确立采用硅胶柱作为最佳的净化方式，见表3。

表3 不同净化方式对豆奶中13种甜菊糖苷的平均回收率影响

Table 3 The average recovery rates of 13 Steviol Glycosides in soy milk about different purification methods

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 糖苷化合物 | C18粉 | PSA粉 | 石墨烯 | C18净化柱 | 硅胶柱 |
| 瑞鲍迪苷E | 81.0 | 110 | 5.7 | 86.7 | 101 |
| 瑞鲍迪苷O | 80.1 | 94.6 | 6.3 | 83.4 | 103 |
| 瑞鲍迪苷D | 107 | 87.2 | 7.0 | 92.7 | 99.6 |
| 瑞鲍迪苷N | 92.3 | 96.9 | 12.6 | 80.8 | 92.5 |
| 瑞鲍迪苷M | 98.5 | 87.7 | 15.8 | 83.3 | 104 |
| 瑞鲍迪苷A | 72.7 | 58.5 | 16.3 | 66.5 | 108 |
| 甜菊苷 | 69.1 | 70.3 | 15.2 | 83.8 | 109 |
| 瑞鲍迪苷F | 73.4 | 98.1 | 17.1 | 73.7 | 99.0 |
| 瑞鲍迪苷C | 81.5 | 90.8 | 10.0 | 62.8 | 90.1 |
| 杜克苷A | 99.8 | 88.9 | 10.5 | 106 | 108 |
| 甜茶苷 | 83.9 | 76.8 | 13.6 | 84.0 | 99.5 |
| 瑞鲍迪苷B | 82.7 | 67.6 | 20.2 | 87.9 | 106 |
| 甜菊双糖苷 | 64.4 | 63.4 | 16.9 | 87.2 | 101 |

豆奶和蚝油样品成分复杂，采用亚铁氰化钾溶液和乙酸锌溶液盐析，分别用加入0、40、80、160、200 μL的亚铁氰化钾溶液和乙酸锌溶液，发现80 μL和200 μL的净化效果相近，从降低成本和保证回收率80 %~110 %的角度考虑，80 μL亚铁氰化钾溶液和乙酸锌溶液即可满需求，详见表4~表5。

表4 豆奶中甜菊糖苷在不同体积盐析液中的平均回收率

Table 4 Average recovery rates of steviol glycosides in soy milk about different salting-out solution volumes

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 糖苷化合物 | 0 μL | 40 μL | 80 μL | 120 μL | 160 μL | 200 μL |
| 瑞鲍迪苷E | 77.2 | 89.6 | 106 | 96.2 | 96.2 | 106 |
| 瑞鲍迪苷O | 81.9 | 94.9 | 100 | 98.8 | 98.8 | 103 |
| 瑞鲍迪苷D | 82.9 | 100.1 | 102 | 93.8 | 93.8 | 98.9 |
| 瑞鲍迪苷N | 90.4 | 97.9 | 98.3 | 95.3 | 95.3 | 91.7 |
| 瑞鲍迪苷M | 75.7 | 110 | 106 | 101 | 100 | 104 |
| 瑞鲍迪苷A | 69.4 | 104 | 108 | 91.1 | 91.1 | 104 |
| 甜菊苷 | 70.6 | 113 | 108 | 108 | 107 | 106 |
| 瑞鲍迪苷F | 80.7 | 105 | 96.7 | 97.2 | 97.8 | 101 |
| 瑞鲍迪苷C | 79.7 | 102 | 102 | 99.4 | 99.0 | 96.2 |
| 杜克苷A | 98.7 | 103 | 96.7 | 97.2 | 97.2 | 108 |
| 甜茶苷 | 78.4 | 103 | 98.3 | 102 | 101 | 99.5 |
| 瑞鲍迪苷B | 67.0 | 102 | 109 | 103 | 103 | 106 |
| 甜菊双糖苷 | 70.8 | 84.1 | 95.5 | 107 | 107 | 107 |

表5 蚝油中甜菊糖苷在不同体积盐析液中的平均回收率

Table 5 Average recovery rates of steviol glycosides in oyster sauce about different salting-out solution volumes

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 糖苷化合物 | 0 μL | 40 μL | 80 μL | 120 μL | 160 μL | 200 μL |
| 瑞鲍迪苷E | 84.0 | 89.7 | 101 | 96.2 | 97.7 | 96.7 |
| 瑞鲍迪苷O | 87.9 | 88.9 | 101 | 94.8 | 94.0 | 94.8 |
| 瑞鲍迪苷D | 83.8 | 89.9 | 101 | 98.9 | 98.8 | 97.5 |
| 瑞鲍迪苷N | 86.1 | 86.6 | 98.5 | 97.0 | 98.6 | 94.4 |
| 瑞鲍迪苷M | 83.1 | 86.1 | 99.9 | 96.9 | 96.1 | 94.2 |
| 瑞鲍迪苷A | 73.4 | 76.7 | 98.3 | 108 | 109 | 120 |
| 甜菊苷 | 78.5 | 88.5 | 105 | 97.9 | 102 | 99.8 |
| 瑞鲍迪苷F | 81.5 | 91.0 | 101 | 98.6 | 100 | 99.3 |
| 瑞鲍迪苷C | 81.8 | 88.8 | 101 | 97.7 | 97.4 | 94.8 |
| 杜克苷A | 90.1 | 90.8 | 101 | 96.8 | 94.6 | 96.2 |
| 甜茶苷 | 77.0 | 95.2 | 100 | 100 | 101 | 105 |
| 瑞鲍迪苷B | 66.3 | 98.3 | 105 | 114.5 | 104 | 107 |
| 甜菊双糖苷 | 70.8 | 100.3 | 104 | 99.4 | 106 | 108 |

**4.2.4.4** **洗脱条件确立**

#### 提取液经硅胶净化柱净化后，分别采用甲醇、二氯甲烷：甲醇：水(2:6:2, *V*:*V*:*V*)三种洗脱液洗脱，结果显示，甜菊糖苷在甲醇、二氯甲烷：甲醇：水(2:6:2, *V*:*V*:*V*)三种洗脱液洗脱之后的回收率范围别在80.1 %~109 %、10.2 %~60.8 %之间，二氯甲烷：甲醇：水回收率弱于甲醇，因此最终采用甲醇作为最优洗脱液，以满足检测需求。

#### 4.2.4.5 样品前处理方法的确定

通过对提取液、净化条件、洗脱条件的确立，最终确认样品的提取方法。

4.2.4.5.1透明澄清液体样品，如风味果汁、生抽等：

称取2.0 g(精确至0.01 g)样品于50 mL离心管中，准确移取加入10 mL甲醇，加入适量无水硫酸钠，涡旋振荡2 min，45 ℃超声提取20 min，以4000 r/min离心5 min，取出上清液，残留物用10 mL甲醇再次提取，上清液合并于50 mL具塞离心管中，氮吹至近干，用30 %乙腈水定容至2 mL，经0.22 μm有机滤膜过滤，滤液待测。

4.2.4.5.2其他样品，如豆奶、牛奶、酿造酱、蚝油、陈皮、糕点、腌制蔬菜等：

称取混合均匀的样品2.0 g (精确至0.01 g)，置于50 mL具塞离心管中，加入10 mL乙腈，涡旋振荡2 min，45 ℃水浴超声提取20 min，以4000 r/min 离心5 min，取出上清液，残留物用10 mL乙腈再次提取，上清液合并于50 mL具塞离心管中，加入106 g/L 亚铁氰化钾溶液和219 g/L乙酸锌溶液各80 μL，涡旋振荡2 min，以4000 r/min 离心5 min，移取上清液至洁净具塞离心管中。

依次用5 mL甲醇、5 mL水活化Silica硅胶净化柱，将全部上清液转移至净化柱，用5 mL甲醇洗脱，收集洗脱液，氮吹仪吹干，用30 %乙腈水定容至2 mL，经0.22 μm有机滤膜过滤，滤液待测。

**4.2.4.6** **结果计算和表述**

采用岛津软件对仪器采集数据进行定性定量分析，依据保留时间与噪声比例，即S/N≥3的浓度为检出限，S/N≥10的浓度为定量限，确定了本方法的检出限和定量限。

分别对混合标准工作曲线和试样溶液进行色谱分析，将标准溶液保留时间与试样的谱图进行比对，以确定试样溶液色谱图中各组分对应的峰，记录各组分的浓度。准确度和精密度实验重复测定6次，其他实验重复测定3次。

试样中甜菊糖苷各组分的含量按公式(1)进行计算,计算结果需扣除空白值。

(1)

*X*—样品中相应的甜菊糖苷的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

*Cs*—标准曲线中得到的试样中相应甜菊糖苷的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

*C0*—标准曲线中得到的空白中相应甜菊糖苷的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

*V*—样品提取体积，单位为毫升(mL)；

*m*—样品质量的数值，单位为克(g)；

试样中13种甜菊糖苷含量以甜菊醇当量计以Y表示，单位以毫克每千克(mg/kg)表示，按式(2)、(3)计算。

 …(2)

 … …(3)

*Y*—样品中甜菊糖苷含量以甜菊醇当量计的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

*Xi*—样品中相应的甜菊糖苷转化成甜菊醇当量计的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

*X*—样品中相应的甜菊糖苷的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

*ki*—甜菊糖苷转化成甜菊醇的换算系数：甜菊苷、瑞鲍迪苷A、瑞鲍迪苷B、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷D、瑞鲍迪苷F、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O换算成甜菊苷的系数依次为0.395、0.329、0.395、0.334、0.282、0.340、0.404、0.496、0.496、0.329、0.246、0.249、0.221。

计算结果保留三位有效数字。

## 高效液相色谱法试验技术验证

**4.3.1 方法的线性验证**

甜菊苷储备液(1000 mg/L)、瑞鲍迪苷A储备液(1000 mg/L)、瑞鲍迪苷B储备液(1000 mg/L)、瑞鲍迪苷C储备液(1000 mg/L)、瑞鲍迪苷E储备液(1000 mg/L)、杜克苷A储备液(1000 mg/L)、甜茶苷储备液(1000 mg/L)、瑞鲍迪苷M储备液(1000 mg/L)、瑞鲍迪苷N储备液(1000 mg/L)：依次称取标准品 10.1、10.2、10.0、10.1、10.1、10.0、10.1、10.6、10.3 mg于10 mL容量瓶中，用30%乙腈水定容，摇匀备用，0~4 ℃避光保存3个月。

瑞鲍迪苷D储备液(2000 mg/L)、甜菊双糖苷储备液(2000 mg/L)、瑞鲍迪苷F储备液(2000 mg/L)：依次称取标准品 20.3、20.3、20.0 mg于10 mL容量瓶中，用30%乙腈水定容，摇匀备用，0~4 ℃避光保存3个月。

瑞鲍迪苷O储备液(5000 mg/L)：称取标准品 25.5 mg于5.0 mL容量瓶中，用30%乙腈水定容，摇匀备用，0~4 ℃避光保存3个月。

混合标准中间溶液：依次取上述浓度的甜菊苷、瑞鲍迪苷A、瑞鲍迪苷B、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷D、瑞鲍迪苷F、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O储备液250、250、500、500、125、500、500、500、250、250、500、500、100 μL，于5 mL容量瓶中，用30%乙腈水溶液定容至刻度，配成甜菊苷、瑞鲍迪苷A、瑞鲍迪苷D为50 mg/L，瑞鲍迪苷B、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷F、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O为100 mg/L的混合标准中间溶液，0~4 ℃避光保存3个月。

混合标准工作曲线的配制：分别移取混合标准中间溶液20、60、100、200、300、400 μL，定容至1 mL，配成甜菊苷、瑞鲍迪苷 A、瑞鲍迪苷 D工作液曲线浓度为1.0、3.0、5.0、10.0、15.0、20.0 mg/L，瑞鲍迪苷B、瑞鮑迪苷C、瑞鲍迪苷E、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷F、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O工作液曲线浓度为2.0、6.0、10.0、20.0、30.0、40.0 mg/L，现配现用，见表6。

磷酸钠缓冲液(pH 2.6)：称取1.50 g磷酸二氢钠(NaH2PO4)溶于1000 mL水中，用磷酸调节pH至2.6。

30%乙腈水溶液：乙腈和水的体积为30：70；亚铁氰化钾溶液(106 g/L)：称取122 g亚铁氰化钾溶于1 L水中；乙酸锌溶液(219 g/L)：称取262 g乙酸锌溶于1 L水中。

表6 配制的标准工作溶液梯度(mg/L)

Table 6 Gradient of Prepared Standard Working Solutions(mg/L)

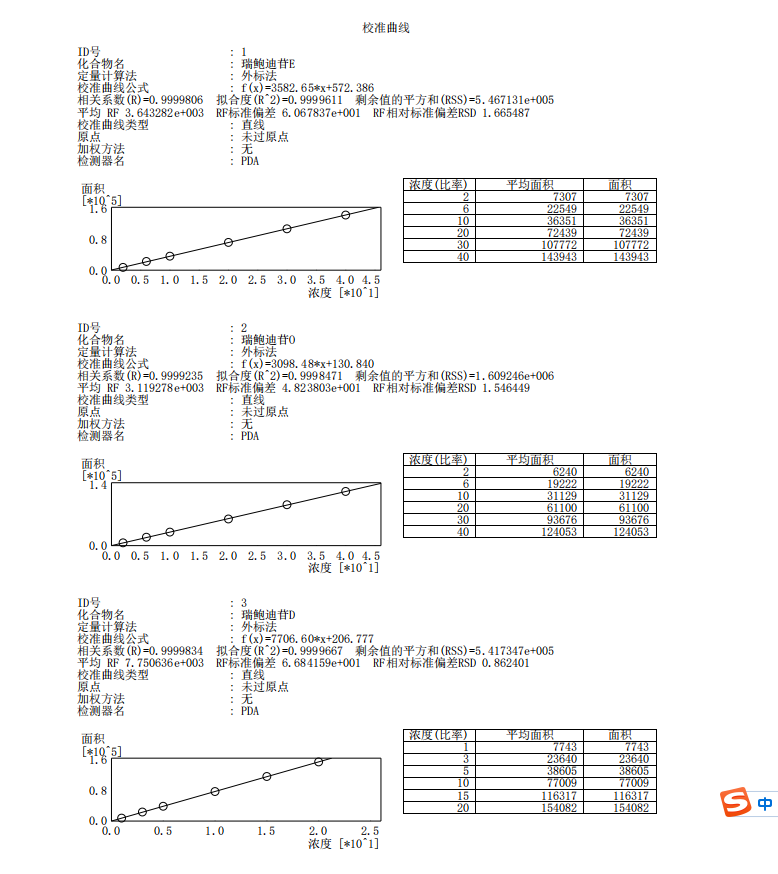
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 组分 | 标准系列1 | 标准系列2 | 标准系列3 | 标准系列4 | 标准系列5 | 标准系列6 | 标准系列7 |
| 甜菊苷 | 0 | 1 | 3 | 5 | 10 | 15 | 20 |
| 瑞鲍迪苷A | 0 | 1 | 3 | 5 | 10 | 15 | 20 |
| 瑞鲍迪苷B | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 瑞鲍迪苷C | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 瑞鲍迪苷D | 0 | 1 | 3 | 5 | 10 | 15 | 20 |
| 瑞鲍迪苷F | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 杜克苷A | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 甜茶苷 | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 甜菊双糖苷 | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 瑞鲍迪苷 E | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 瑞鲍迪苷 M | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 瑞鲍迪苷 N | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 瑞鲍迪苷 O | 0 | 2 | 6 | 10 | 20 | 30 | 40 |

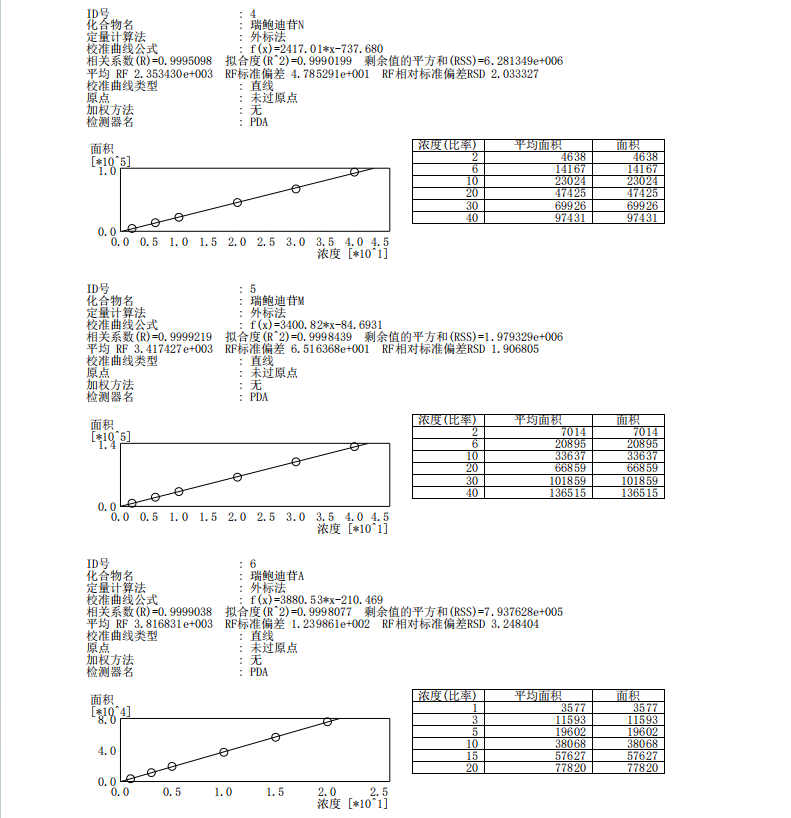
对该浓度范围标准工作液进行3次测定，记录线性相关系数，以GB/T 27404- 2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中标准曲线要求作为评定条件，线性验证结果如表7所示，对应谱图为图7-9。

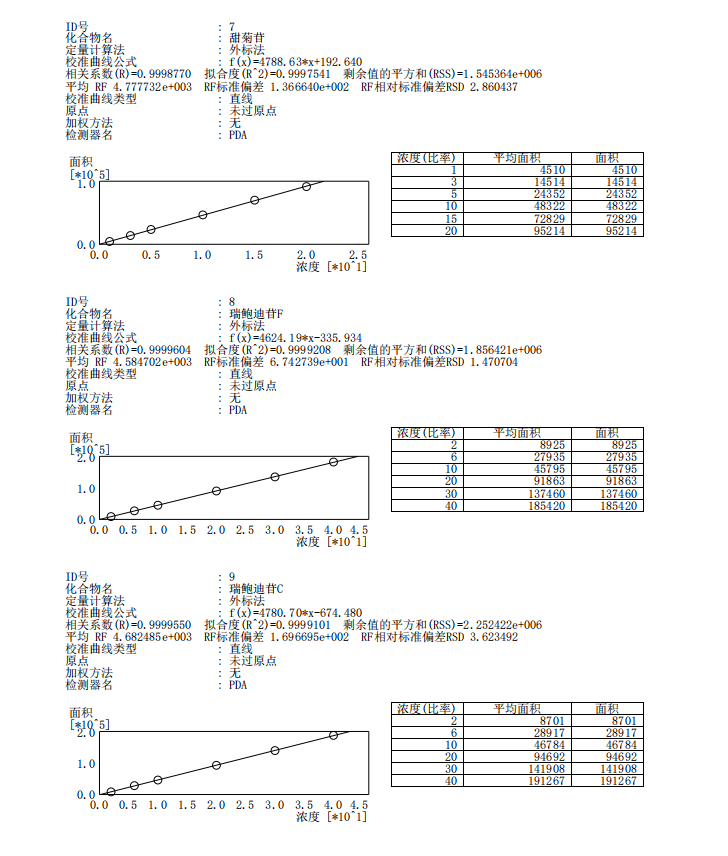
表7 13种甜菊糖苷线性验证结果

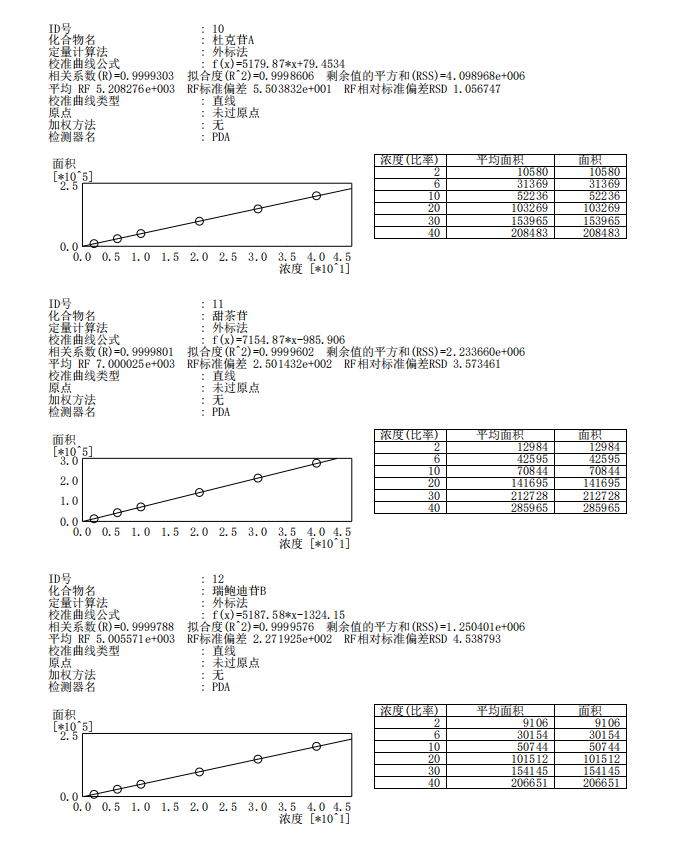
Table 7 Linearity Validation Results for 13 kinds of Steviol Glycosides

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 目标化合物 | 保留时间(min) | 线性相关系数R2 | 要求 | 是否符合标准要求 |
| 瑞鲍迪苷E | 16.01 | 0.9999611 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9995796 |
| 0.9993239 |
| 瑞鲍迪苷O | 16.20 | 0.9998471 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9986745 |
| 0.9996907 |
| 瑞鲍迪苷D | 16.45 | 0.9999667 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9971845 |
| 0.9998473 |
| 瑞鲍迪苷N | 16.60 | 0.9990199 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9982433 |
| 0.9992571 |
| 瑞鲍迪苷M | 17.07 | 0.9998439 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9988568 |
| 0.9999306 |
| 瑞鲍迪苷A | 19.24 | 0.9998077 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9991660 |
| 0.9996982 |
| 甜菊苷 | 19.48 | 0.9997541 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9991904 |
| 0.9998416 |
| 瑞鲍迪苷F | 20.21 | 0.9999208 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9995108 |
| 0.9998527 |
| 瑞鲍迪苷C | 20.65 | 0.9999101 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9986765 |
| 0.9999750 |
| 杜克苷A | 21.21 | 0.9998606 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9985912 |
| 0.9998610 |
| 甜茶苷 | 23.25 | 0.9999302 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9985113 |
| 0.9998656 |
| 瑞鲍迪苷B | 25.64 | 0.9999576 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9992360 |
| 0.9998412 |
| 甜菊双糖苷 | 26.81 | 0.9999282 | ≥0.99 | 符合 |
| 0.9997499 |
| 0.9989651 |









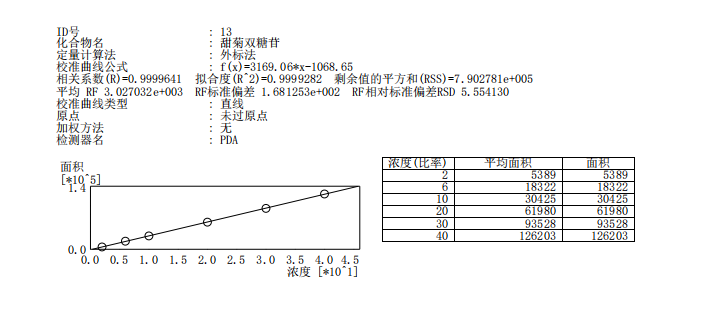
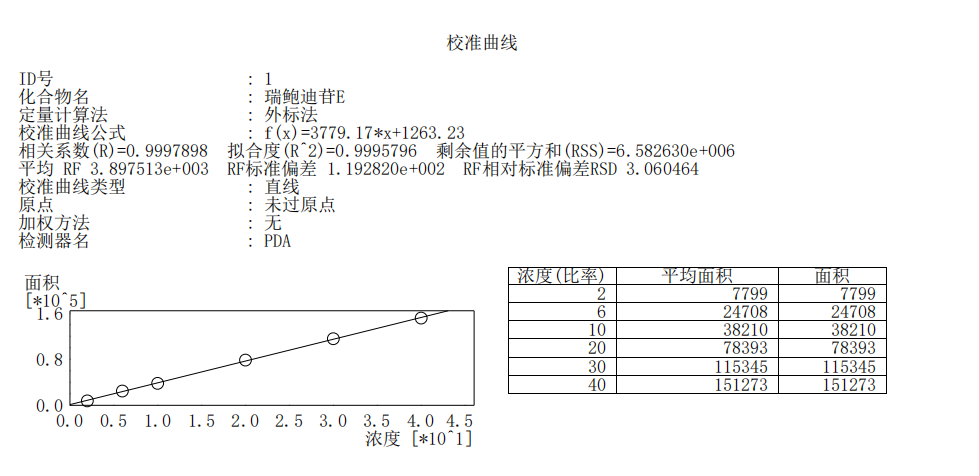
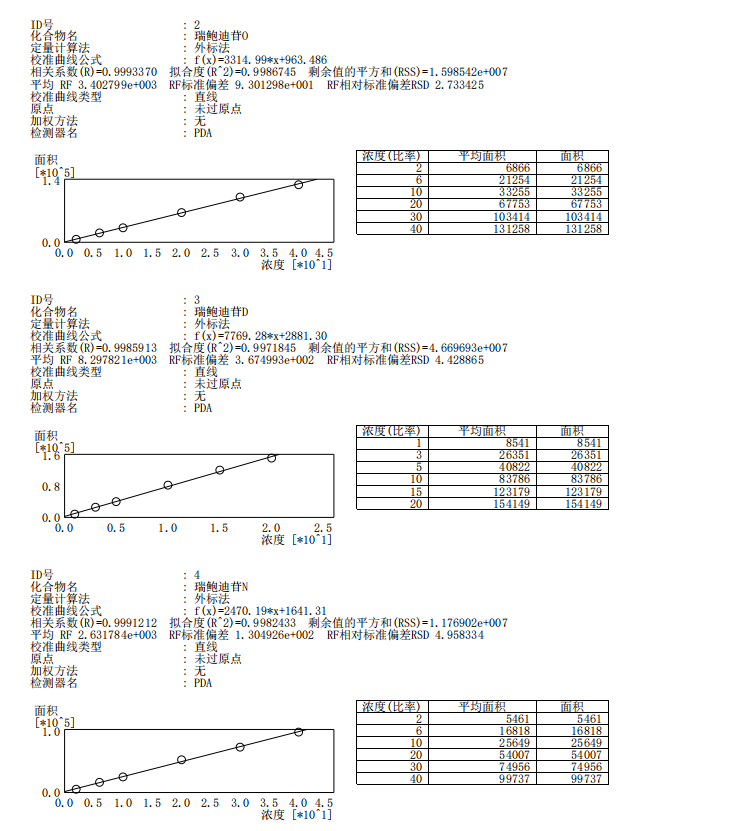
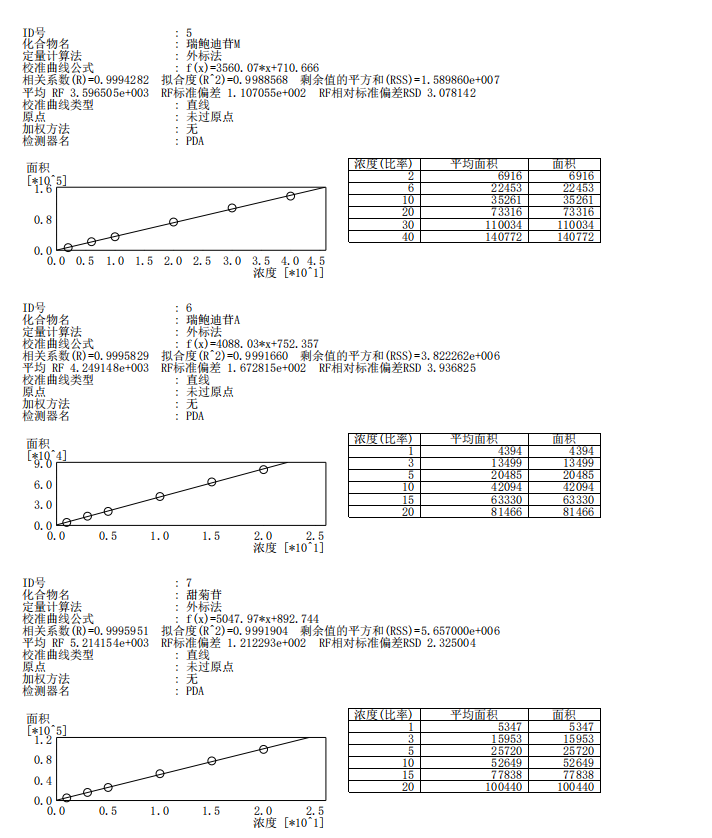


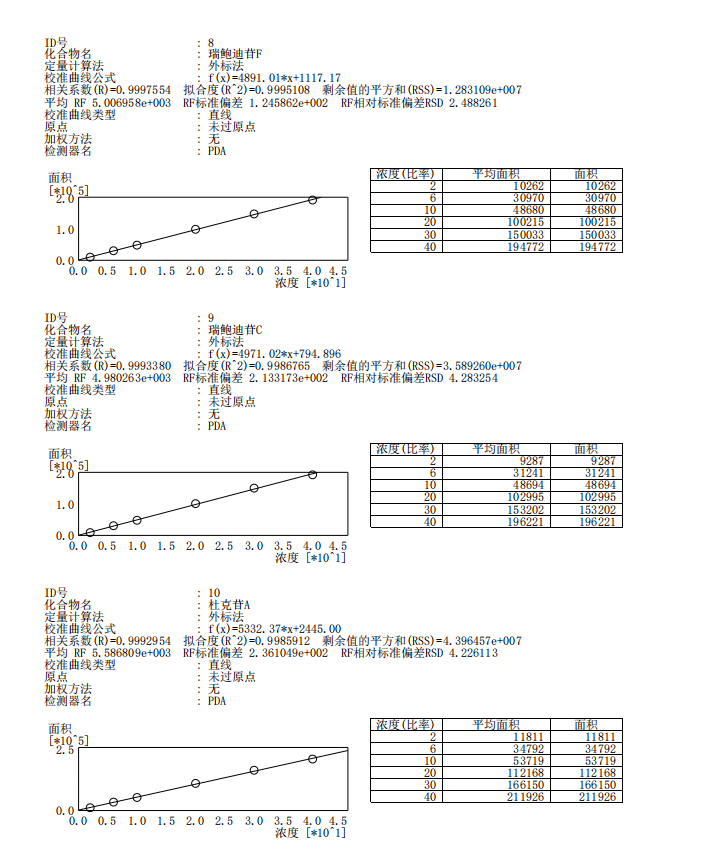
图7 13种甜菊糖苷曲线1的线性图

Figure 7 Curve 1 Linearity of 13 kinds of Steviol Glycosides









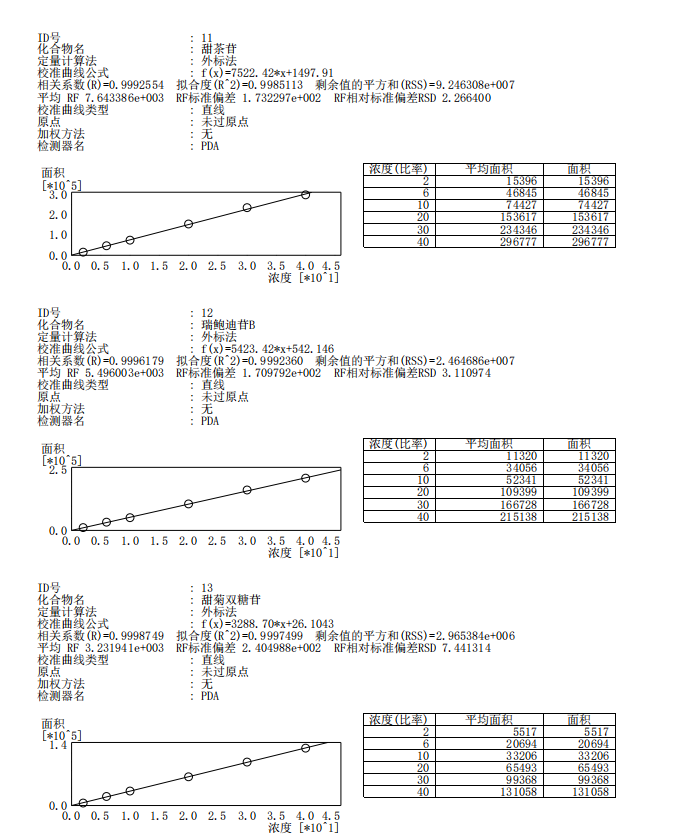
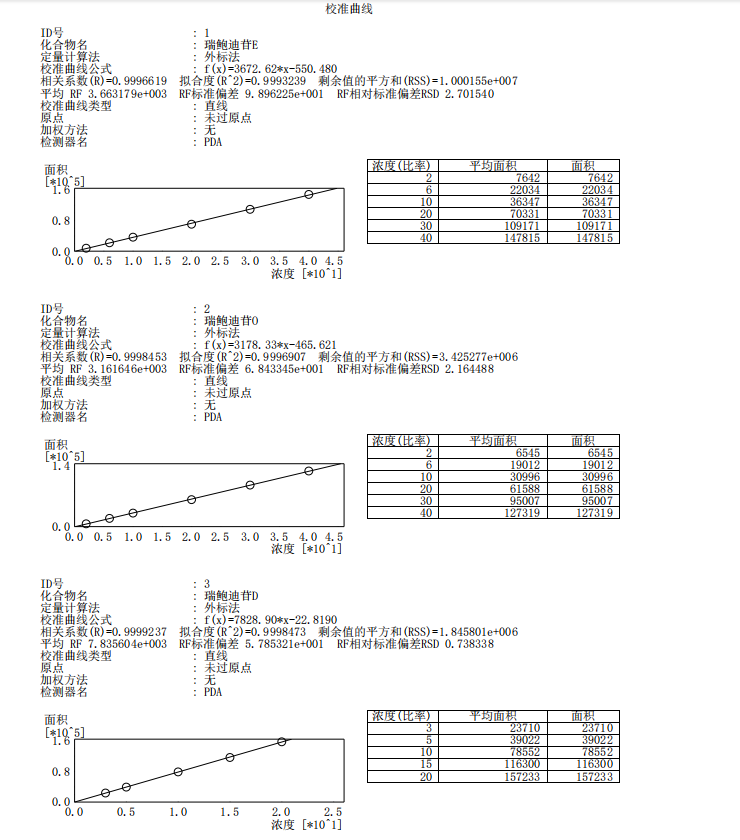
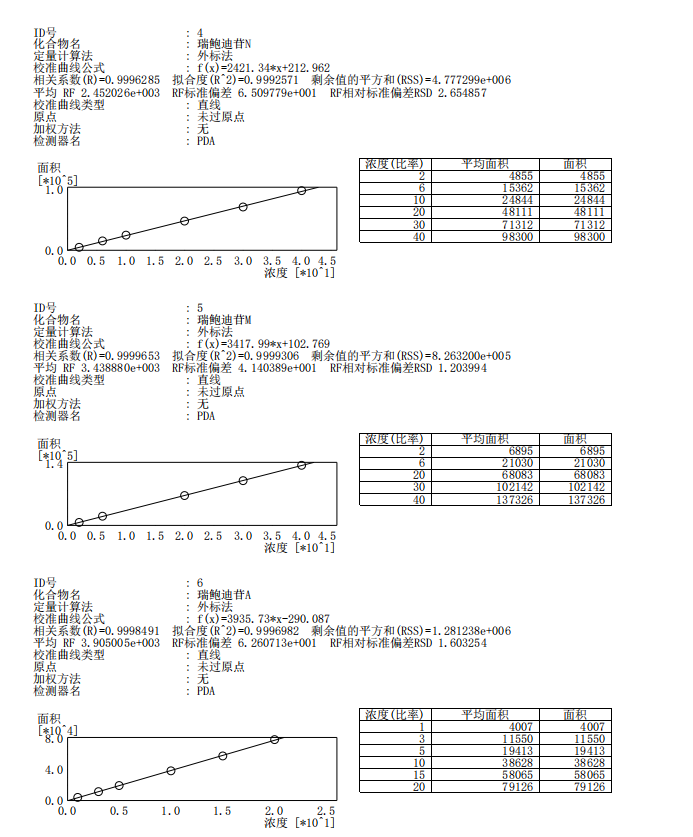
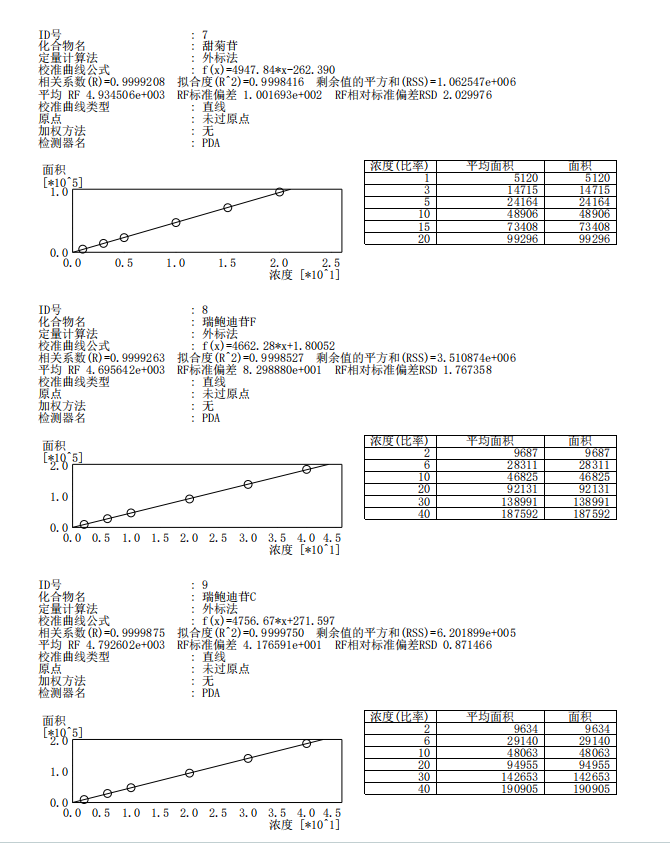


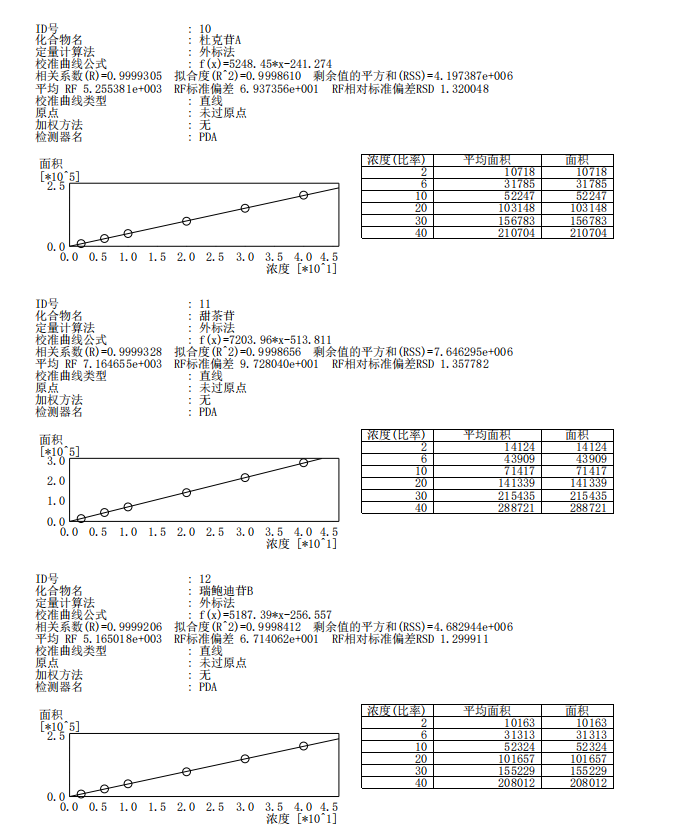
图8 13种甜菊糖苷曲线2的线性图

Figure 8 Curve 2 Linearity of 13 kinds ofSteviol Glycosides









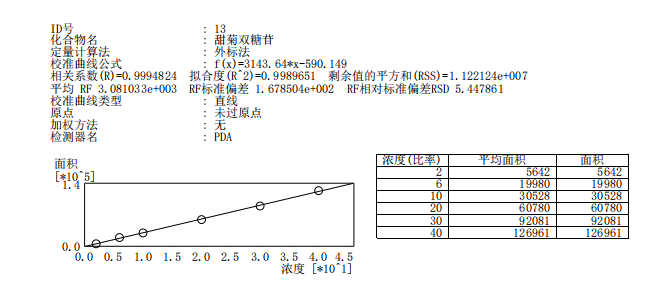


图9 13种甜菊糖苷曲线3的线性图

Figure 9 Curve 3 Linearity of 13 kinds of Steviol Glycosides

通过标准曲线范围及线性的验证，证明甜菊苷、瑞鲍迪苷 A、瑞鲍迪苷 D工作液曲线浓度在1.0、3.0、5.0、10.0、15.0、20.0 mg/L，瑞鲍迪苷 B、瑞鮑迪苷 C、瑞鲍迪苷 E、杜克苷 A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷 F、瑞鲍迪苷 M、瑞鲍迪苷 N、瑞鲍迪苷 O工作液曲线浓度在2.0、6.0、10.0、20.0、30.0、40.0 mg/L范围内，可保有稳定的线性关系，满足测试要求。

#### 4.3.2 检出限、定量限

称样量为2.0 g，提取液体积为2 mL时，采用上述方法对阴性样品进行测试。色谱仪最低响应值S=3N(N为仪器噪音水平)，检出限为最低响应值/标准曲线回归方程中的斜率。

按照甜菊糖苷各组分信噪比(S/N)≥3的规定，甜菊苷、瑞鲍迪苷A、瑞鲍迪苷D方法检出限为1.0 mg/kg，瑞鲍迪苷B、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷F、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O方法检出限为2.0 mg/kg。按照各组分信噪比(S/N)≥10的规定，甜菊苷、瑞鲍迪苷A、瑞鲍迪苷D方法定量限为3.0 mg/kg，瑞鲍迪苷B、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷F、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O方法定量限为6.0 mg/kg。本方法在质量浓度1.0 mg/L~40.0 mg/L有较好的线性关系，相关系数(R2)大于0.998。结果见表8。

表8 甜菊糖苷的保留时间、线性回归方程、相关系数、检出限与定量限

Table 8 Retention time,standard curve,correlation coefficient,detection limit and quantitative limit of steviol glycosides

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 目标化合物 | 保留时间(min) | 线性回归方程 | R2 | S/N≥3 | 检出限(mg/kg) | S/N≥10 | 定量限(mg/kg) |
| 瑞鲍迪苷E | 16.01 | f(x)=10217.6x+238.633 | 0.998 | 8.96 | 2 | 29.8 | 6 |
| 瑞鲍迪苷O | 16.20 | f(x)=7363.89x-590.837 | 0.998 | 5.06 | 2 | 16.8 | 6 |
| 瑞鲍迪苷D | 16.45 | f(x)=9770.57x-808.353 | 0.998 | 6.86 | 1 | 22.8 | 3 |
| 瑞鲍迪苷N | 16.60 | f(x)=7882.54x-996.626 | 0.998 | 4.94 | 2 | 16.5 | 6 |
| 瑞鲍迪苷M | 17.07 | f(x)=7604.17x-307.426 | 0.998 | 5.10 | 2 | 17.0 | 6 |
| 瑞鲍迪苷A | 19.24 | f(x)=5765.01x+10035.3 | 0.998 | 9.78 | 1 | 32.6 | 3 |
| 甜菊苷 | 19.48 | f(x)=6186.96x+20901.1 | 0.998 | 9.63 | 1 | 32.1 | 3 |
| 瑞鲍迪苷F | 20.21 | f(x)=9679.09x-734.511 | 0.998 | 9.50 | 2 | 31.6 | 6 |
| 瑞鲍迪苷C | 20.65 | f(x)=10482.8x+1081.15 | 0.998 | 9.84 | 2 | 32.8 | 6 |
| 杜克苷A | 21.21 | f(x)=14797.9x-3167.70 | 0.998 | 9.99 | 2 | 33.3 | 6 |
| 甜茶苷 | 23.25 | f(x)=14830.5x+2684.57 | 0.998 | 9.75 | 2 | 32.5 | 6 |
| 瑞鲍迪苷B | 25.64 | f(x)=13936.9x-760.200 | 0.998 | 8.04 | 2 | 26.8 | 6 |
| 甜菊双糖苷 | 26.81 | f(x)=16992.3x+1066.33 | 0.999 | 9.40 | 2 | 31.3 | 6 |

**4.3.3 方法的精密度和准确度**

#### 4.3.3.1 精密度

通过在方法的线性范围内检测18次(低、中、高三种浓度每种浓度重复进样6次)的方法确定精密度。方法精密度以三浓度点的变异系数(RSD)表示，精密度应符合标准要求参考GB/T 27404-2008附录F.3，结果如表9所示。

表9 13种甜菊糖苷的精密度

Table 9 Precision of 13 kinds of Steviol Glycosides

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 加标浓度 | 瑞鲍迪苷E | | 瑞鲍迪苷O | | 瑞鲍迪苷D | | 瑞鲍迪苷N | | 瑞鲍迪苷M | |
| 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） |
| 低浓度 | 1.954 | 1.33 | 2.036 | 1.29 | 0.985 | 1.86 | 2.083 | 0.32 | 2.060 | 1.54 |
| 1.938 | 2.107 | 0.977 | 1.946 | 2.010 |
| 1.832 | 1.924 | 0.974 | 1.897 | 2.064 |
| 1.942 | 2.040 | 1.010 | 2.000 | 2.119 |
| 1.906 | 1.991 | 0.976 | 1.852 | 2.003 |
| 1.918 | 2.073 | 1.011 | 2.074 | 2.105 |
| 中浓度 | 6.148 | 0.25 | 6.237 | 1.21 | 3.105 | 0.75 | 6.227 | 0.79 | 6.182 | 0.66 |
| 6.104 | 6.121 | 3.013 | 6.460 | 6.107 |
| 6.126 | 6.141 | 3.021 | 6.575 | 6.223 |
| 6.061 | 6.228 | 3.079 | 6.391 | 5.956 |
| 5.730 | 5.950 | 2.908 | 6.007 | 6.160 |
| 6.169 | 6.343 | 3.073 | 6.157 | 6.125 |
| 高浓度 | 20.067 | 2.90 | 20.224 | 0.69 | 9.984 | 1.28 | 20.467 | 0.30 | 19.826 | 0.61 |
| 20.035 | 20.410 | 9.936 | 20.588 | 19.829 |
| 20.068 | 19.990 | 10.019 | 19.753 | 19.840 |
| 20.110 | 20.258 | 9.760 | 18.335 | 19.694 |
| 19.740 | 20.212 | 9.982 | 20.457 | 19.741 |
| 19.253 | 20.028 | 9.805 | 20.383 | 19.998 |
| 加标浓度 | 瑞鲍迪苷A | | 甜菊苷 | | 瑞鲍迪苷F | | 瑞鲍迪苷C | | 杜克苷A | |
| 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） |
| 低浓度 | 1.008 | 5.94 | 0.936 | 5.54 | 2.217 | 5.07 | 2.139 | 2.08 | 1.953 | 1.88 |
| 1.103 | 0.991 | 2.079 | 2.103 | 1.931 |
| 1.000 | 0.993 | 1.999 | 2.088 | 2.063 |
| 1.127 | 0.986 | 2.053 | 2.134 | 1.998 |
| 1.096 | 0.974 | 2.137 | 2.112 | 2.031 |
| 1.098 | 1.013 | 2.067 | 2.077 | 2.006 |
| 中浓度 | 3.131 | 0.20 | 3.057 | 1.34 | 6.161 | 0.59 | 6.188 | 0.50 | 6.141 | 0.38 |
| 3.186 | 3.097 | 6.208 | 6.288 | 6.068 |
| 3.171 | 3.097 | 6.235 | 6.299 | 6.145 |
| 3.022 | 3.027 | 6.249 | 6.222 | 6.114 |
| 3.084 | 3.034 | 6.200 | 6.042 | 6.021 |
| 3.122 | 3.115 | 6.109 | 6.232 | 6.108 |
| 高浓度 | 9.843 | 2.52 | 9.986 | 1.01 | 20.044 | 0.66 | 19.822 | 0.35 | 19.831 | 0.19 |
| 9.891 | 10.131 | 19.920 | 19.941 | 19.842 |
| 9.867 | 10.036 | 20.093 | 19.862 | 19.787 |
| 9.937 | 9.956 | 19.874 | 20.046 | 19.917 |
| 9.750 | 10.119 | 20.088 | 19.757 | 19.927 |
| 10.196 | 10.130 | 19.857 | 19.723 | 19.885 |
| 加标浓度 | 甜茶苷 | | 瑞鲍迪苷B | | 甜菊双糖苷 | |  |  |  |  |
| 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） | 测试浓度(mg/L) | RSD（%） |  |  |  |  |
| 低浓度 | 2.049 | 3.38 | 2.220 | 1.03 | 2.133 | 1.38 |  |  |  |  |
| 2.159 |  | 2.076 | 1.966 |  |  |  |  |
| 2.064 |  | 2.243 | 2.060 |  |  |  |  |
| 2.117 |  | 2.241 | 2.015 |  |  |  |  |
| 2.120 |  | 2.206 | 2.039 |  |  |  |  |
| 2.150 |  | 2.252 | 2.093 |  |  |  |  |
| 中浓度 | 6.225 | 0.64 | 6.257 | 1.65 | 6.296 | 0.75 |  |  |  |  |
| 6.229 |  | 6.279 | 6.361 |  |  |  |  |
| 6.191 |  | 6.321 | 6.454 |  |  |  |  |
| 6.194 |  | 6.351 | 6.455 |  |  |  |  |
| 6.197 |  | 6.184 | 6.543 |  |  |  |  |
| 6.281 |  | 6.404 | 6.364 |  |  |  |  |
| 高浓度 | 19.967 | 0.02 | 20.256 | 0.29 | 19.915 | 0.57 |  |  |  |  |
| 19.773 |  | 19.953 | 19.538 |  |  |  |  |
| 19.899 |  | 19.913 | 20.024 |  |  |  |  |
| 19.979 |  | 19.705 | 19.825 |  |  |  |  |
| 20.018 |  | 19.790 | 19.964 |  |  |  |  |
| 19.972 |  | 20.174 | 19.754 |  |  |  |  |

#### 4.3.3.2 **准确度**

随机选取生抽、糕点阴性样品，按照4.2.4.5.1和4.2.4.5.2前处理，分别做出1倍检出限、1倍定量限、10倍检出限水平的加标，以验证方法的精密度(n=6)，具体结果见表10。从结果可以看出，各加标水平相对标准偏差均满足GB/T 27404-2008中精密度0.1 mg/kg~1 mg/kg变异系数≤11%和1 mg/kg~10 mg/kg变异系数≤7.5%的要求，精密度良好。

以生抽、糕点为基质做回收率实验，添加3个水平的标准溶液来考察回收率情况，分别添加不同质量浓度的甜菊糖苷标准溶液，进行加标回收率实验，分别平行测定6次。由表10可知，样品中甜菊糖苷添加量为1.0~20.0 mg/kg时，平均加标回收率为80.1%~109%，满足GB/T 27404-2008中0.1~1 mg/kg 回收率80%~110%和1~100 mg/kg回收率90%~110%的规定，回收率检测结果良好。

表10 回收率和精密度结果

Table 10 Recoverries and Precision for spiked samples

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 化合物 | 加标量(mg/kg) | 生抽 | | 糕点 | | GB/T 27404-2008 | |
| 回收率(%) | RSD(%) | 回收率(%) | RSD(%) | 回收率(%) | RSD(%) |
| 瑞鲍迪苷E | 2 | 90.7 | 5.90 | 101 | 1.41 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷O | 2 | 90.2 | 0.71 | 101 | 1.60 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷D | 1 | 81.7 | 7.12 | 85.7 | 1.50 | 80 ~110 | ≤11 |
| 瑞鲍迪苷N | 2 | 99.3 | 1.02 | 98.7 | 0.11 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷M | 2 | 99.5 | 1.03 | 96.2 | 4.29 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷A | 1 | 80.1 | 5.05 | 91.4 | 6.52 | 80 ~110 | ≤11 |
| 甜菊苷 | 1 | 92.1 | 7.03 | 93.4 | 5.03 | 80 ~110 | ≤11 |
| 瑞鲍迪苷F | 2 | 95.6 | 0.66 | 99.6 | 0.65 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷C | 2 | 94.9 | 5.05 | 96.5 | 3.25 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 杜克苷A | 2 | 95.7 | 0.36 | 98.7 | 1.02 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜茶苷 | 2 | 98.2 | 6.13 | 99.2 | 3.51 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷B | 2 | 95.2 | 5.12 | 106 | 3.10 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜菊双糖苷 | 2 | 90.2 | 0.10 | 100 | 0.92 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷E | 6 | 91.6 | 0.84 | 97.6 | 7.11 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷O | 6 | 98.8 | 6.63 | 95.5 | 7.10 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷D | 3 | 95.9 | 1.07 | 98.4 | 0.98 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷N | 6 | 98.8 | 0.85 | 91.1 | 0.64 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷M | 6 | 92.8 | 0.61 | 93.0 | 2.36 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷A | 3 | 96.6 | 7.01 | 94.2 | 0.68 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜菊苷 | 3 | 109.7 | 5.26 | 90.5 | 0.29 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷F | 6 | 90.7 | 5.27 | 101 | 7.01 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷C | 6 | 96.7 | 1.01 | 100 | 0.95 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 杜克苷A | 6 | 97.2 | 0.84 | 97.6 | 1.30 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜茶苷 | 6 | 98.3 | 4.59 | 96.6 | 3.00 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷B | 6 | 90.8 | 3.02 | 100 | 5.21 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜菊双糖苷 | 6 | 102 | 4.19 | 105 | 7.22 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷E | 20 | 101 | 1.09 | 104 | 5.14 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷O | 20 | 109 | 3.40 | 93.4 | 4.31 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷D | 10 | 104 | 1.02 | 90.1 | 1.05 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷N | 20 | 101 | 0.83 | 96.2 | 0.96 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷M | 20 | 97 | 5.45 | 90.1 | 5.73 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷A | 10 | 93.5 | 0.16 | 90.5 | 0.64 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜菊苷 | 10 | 99.3 | 0.97 | 90.1 | 0.85 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷F | 20 | 100 | 4.80 | 107 | 3.25 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷C | 20 | 91 | 1.75 | 107 | 2.36 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 杜克苷A | 20 | 93.3 | 6.33 | 106 | 1.47 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜茶苷 | 20 | 98.9 | 5.43 | 109 | 4.45 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 瑞鲍迪苷B | 20 | 91.6 | 3.36 | 100 | 4.22 | 90 ~110 | ≤7.5 |
| 甜菊双糖苷 | 20 | 104 | 4.59 | 92.7 | 6.60 | 90 ~110 | ≤7.5 |

随机选取果冻、调味品、水果制品、饮料、调味糖浆、冷冻饮品、谷物制品、膨化食品、巧克力、糖果、蔬菜制品、茶制品、白酒、籽类等21个不同种类型食品，采用本研究的方法进行检测，其中果冻、调味品、水果制品、饮料、调味糖浆5个样品类型中检出甜菊糖苷，含量为0.0034~0.1450 g/kg，符合GB 2760-2024中关于果冻、调味品、蜜饯、饮料、调味糖浆中使用量不得超过0.5、0.35、3.3、0.2、0.91 g/kg的规定，其余15个样品中均未检出目标分析物，见表11。将各甜菊糖苷转化为甜菊糖苷总量(以甜菊醇计)，与GB 2760-2024中最大使用量进行比较，即可判断出食品中甜菊糖苷总量(以甜菊醇计)是否满足GB 2760-2024最大使用量要求，从而对食品中甜菊糖苷总量(以甜菊醇计)做出符合性判断。

表11 食品中甜菊糖苷的检测结果

Table 11 Detection results of steviol glycosides in foods

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 样品类型 | 甜菊苷/(g/kg) | 瑞鲍迪苷A /(g/kg) | 其他糖苷/(g/kg) | 甜菊糖苷总量/(g/kg) | GB 2760-2024限量(以甜菊醇当量计)/(g/kg) | 结论 |
| 1 | 果冻 | 0.0949 | 未检出 | 未检出 | 0.0375 | 0.5 | 符合 |
| 2 | 蚝油 | 0.0309 | 0.0645 | 未检出 | 0.0334 | 0.35 | 符合 |
| 3 | 番茄调味料 | 0.0401 | 0.0269 | 未检出 | 0.0247 | 0.35 | 符合 |
| 4 | 沙拉酱 | 0.0085 | 未检出 | 未检出 | 0.0034 | 0.35 | 符合 |
| 5 | 甘梅粉 | 0.0379 | 0.0241 | 未检出 | 0.0229 | 3.3 | 符合 |
| 6 | 陈皮 | 0.1340 | 0.2950 | 未检出 | 0.1450 | 3.3 | 符合 |
| 7 | 青柠饮料 | 0.0270 | 未检出 | 未检出 | 0.0107 | 0.2 | 符合 |
| 8 | 白砂糖糖浆 | 0.0588 | 0.2730 | 未检出 | 0.1130 | 0.91 | 符合 |
| 9 | 雪糕 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 0.5 | 符合 |
| 10 | 荞麦粉 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 不得使用 | 符合 |
| 11 | 料酒 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 0.35 | 符合 |
| 12 | 膨化食品 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 0.17 | 符合 |
| 13 | 糖果 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 3.5 | 符合 |
| 14 | 巧克力 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 0.83 | 符合 |
| 15 | 酱腌菜 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 0.23 | 符合 |
| 16 | 袋泡调味茶 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 10 | 符合 |
| 17 | 菊花枸杞茶 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 10 | 符合 |
| 18 | 果酱 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 0.22 | 符合 |
| 19 | 白酒 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 不得使用 | 符合 |
| 20 | 黑瓜子 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 1 | 符合 |
| 21 | 保健食品 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 未检出 | 不得使用 | 符合 |

随机选取果汁、蚝油分别按照4.2.4.5.1和4.2.4.5.2进行前处理，上机测试结果及分析如表12～13所示。

表12 果汁中13种甜菊糖苷的测试结果及分析

Table 12 Testing Results and Analysis of 13 kinds of Steviol Glycosides in Juice

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷E | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 1.835 | 1 | 0 | 1.83 | 100 | 40 | 91.3 |
| 低浓度加标-2 | 2.02 | 2 | 2.092 | 1 | 0 | 2.08 | 104 |
| 低浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 2.157 | 1 | 0 | 2.14 | 107 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 2.160 | 1 | 0 | 2.13 | 106 |
| 低浓度加标-5 | 2.06 | 2 | 2.155 | 1 | 0 | 2.10 | 105 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 2.169 | 1 | 0 | 2.12 | 106 |
| 中浓度加标-1 | 2.02 | 2 | 6.310 | 1 | 0 | 6.25 | 100 | 120 | 104 |
| 中浓度加标-2 | 2.07 | 2 | 6.197 | 1 | 0 | 5.98 | 100 |
| 中浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 6.367 | 1 | 0 | 6.27 | 105 |
| 中浓度加标-4 | 2.06 | 2 | 6.231 | 1 | 0 | 6.06 | 101 |
| 中浓度加标-5 | 2.05 | 2 | 6.294 | 1 | 0 | 6.14 | 102 |
| 中浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 6.041 | 1 | 0 | 6.01 | 100 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 19.082 | 1 | 0 | 19.0 | 100 | 400 | 94.9 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 19.454 | 1 | 0 | 19.1 | 95.7 |
| 高浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 19.335 | 1 | 0 | 19.2 | 95.9 |
| 高浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 19.775 | 1 | 0 | 19.7 | 98.3 |
| 高浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 19.908 | 1 | 0 | 19.6 | 98.0 |
| 高浓度加标-6 | 2.06 | 2 | 20.131 | 1 | 0 | 19.5 | 97.7 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷O | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率 (%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 2.004 | 1 | 0 | 1.96 | 100 | 40 | 97.8 |
| 低浓度加标-2 | 2.02 | 2 | 2.063 | 1 | 0 | 2.05 | 102 |
| 低浓度加标-3 | 2.05 | 2 | 2.144 | 1 | 0 | 2.09 | 105 |
| 低浓度加标-4 | 2.04 | 2 | 2.176 | 1 | 0 | 2.14 | 107 |
| 低浓度加标-5 | 2.06 | 2 | 2.170 | 1 | 0 | 2.11 | 106 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 2.187 | 1 | 0 | 2.14 | 107 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.298 | 1 | 0 | 6.19 | 100 | 120 | 103 |
| 中浓度加标-2 | 2.07 | 2 | 6.149 | 1 | 0 | 5.93 | 98.8 |
| 中浓度加标-3 | 2.06 | 2 | 6.347 | 1 | 0 | 6.18 | 103 |
| 中浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 6.103 | 1 | 0 | 6.01 | 100 |
| 中浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 6.270 | 1 | 0 | 6.23 | 104 |
| 中浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 5.963 | 1 | 0 | 5.93 | 98.8 |
| 高浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 18.774 | 1 | 0 | 18.3 | 100 | 400 | 91.6 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 19.174 | 1 | 0 | 18.9 | 94.3 |
| 高浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 19.350 | 1 | 0 | 19.1 | 95.3 |
| 高浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 19.832 | 1 | 0 | 19.7 | 98.6 |
| 高浓度加标-5 | 1.99 | 2 | 18.168 | 1 | 0 | 18.3 | 91.3 |
| 高浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 20.256 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷D | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 1.95 | 2 | 0.781 | 1 | 0 | 0.801 | 50 | 40 | 80.1 |
| 低浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 1.049 | 1 | 0 | 1.02 | 102 |
| 低浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 0.973 | 1 | 0 | 0.963 | 96.3 |
| 低浓度加标-4 | 2.04 | 2 | 1.005 | 1 | 0 | 0.987 | 98.7 |
| 低浓度加标-5 | 2.06 | 2 | 1.031 | 1 | 0 | 1.00 | 100 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.034 | 1 | 0 | 1.01 | 101 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 3.068 | 1 | 0 | 3.02 | 50 | 120 | 101 |
| 中浓度加标-2 | 2.07 | 2 | 3.138 | 1 | 0 | 3.03 | 101 |
| 中浓度加标-3 | 2.06 | 2 | 3.076 | 1 | 0 | 2.99 | 99.8 |
| 中浓度加标-4 | 2.06 | 2 | 3.108 | 1 | 0 | 3.02 | 101 |
| 中浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 3.078 | 1 | 0 | 3.06 | 102 |
| 中浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 3.068 | 1 | 0 | 3.05 | 102 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 9.751 | 1 | 0 | 9.70 | 50 | 400 | 97.0 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 9.777 | 1 | 0 | 9.62 | 96.2 |
| 高浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 9.892 | 1 | 0 | 9.82 | 98.2 |
| 高浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 9.736 | 1 | 0 | 9.59 | 95.9 |
| 高浓度加标-5 | 2.05 | 2 | 9.850 | 1 | 0 | 9.61 | 96.1 |
| 高浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 9.584 | 1 | 0 | 9.33 | 93.3 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷N | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 1.832 | 1 | 0 | 1.83 | 100 | 40 | 91.6 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 1.932 | 1 | 0 | 1.89 | 94.7 |
| 低浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 1.827 | 1 | 0 | 1.80 | 90.0 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 1.828 | 1 | 0 | 1.81 | 90.3 |
| 低浓度加标-5 | 2.05 | 2 | 1.913 | 1 | 0 | 1.87 | 93.3 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.966 | 1 | 0 | 1.93 | 96.4 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.068 | 1 | 0 | 5.99 | 100 | 120 | 99.8 |
| 中浓度加标-2 | 2.10 | 2 | 6.306 | 1 | 0 | 6.01 | 100 |
| 中浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 6.178 | 1 | 0 | 6.09 | 101 |
| 中浓度加标-4 | 1.95 | 2 | 6.225 | 1 | 0 | 6.38 | 106 |
| 中浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 6.227 | 1 | 0 | 6.20 | 103 |
| 中浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 6.070 | 1 | 0 | 6.03 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.04 | 2 | 19.691 | 1 | 0 | 19.3 | 100 | 400 | 96.5 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 19.630 | 1 | 0 | 19.3 | 96.7 |
| 高浓度加标-3 | 2.01 | 2 | 19.602 | 1 | 0 | 19.5 | 97.5 |
| 高浓度加标-4 | 2.00 | 2 | 19.468 | 1 | 0 | 19.5 | 97.3 |
| 高浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 19.905 | 1 | 0 | 19.9 | 99.7 |
| 高浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 21.199 | 1 | 0 | 20.9 | 104 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷M | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 2.019 | 1 | 0 | 1.99 | 100 | 40 | 99.5 |
| 低浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 1.941 | 1 | 0 | 1.89 | 94.7 |
| 低浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 1.903 | 1 | 0 | 1.88 | 94.0 |
| 低浓度加标-4 | 2.02 | 2 | 2.065 | 1 | 0 | 2.04 | 102 |
| 低浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 1.910 | 1 | 0 | 1.88 | 94.1 |
| 低浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 2.011 | 1 | 0 | 1.97 | 98.3 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.098 | 1 | 0 | 6.01 | 100 | 120 | 100 |
| 中浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 6.076 | 1 | 0 | 6.04 | 101 |
| 中浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 6.052 | 1 | 0 | 5.98 | 99.7 |
| 中浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 6.021 | 1 | 0 | 6.00 | 100 |
| 中浓度加标-5 | 1.98 | 2 | 5.985 | 1 | 0 | 6.05 | 101 |
| 中浓度加标-6 | 1.96 | 2 | 6.062 | 1 | 0 | 6.17 | 103 |
| 高浓度加标-1 | 1.95 | 2 | 19.936 | 1 | 0 | 20.4 | 100 | 400 | 102 |
| 高浓度加标-2 | 1.98 | 2 | 19.650 | 1 | 0 | 19.8 | 99.1 |
| 高浓度加标-3 | 1.95 | 2 | 19.731 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 高浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 19.699 | 1 | 0 | 19.6 | 98.0 |
| 高浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 19.794 | 1 | 0 | 19.5 | 97.7 |
| 高浓度加标-6 | 2.00 | 2 | 19.741 | 1 | 0 | 19.7 | 98.7 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷A | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 1.060 | 1 | 0 | 1.04 | 50 | 40 | 104 |
| 低浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 1.098 | 1 | 0 | 1.08 | 108 |
| 低浓度加标-3 | 2.05 | 2 | 1.076 | 1 | 0 | 1.05 | 105 |
| 低浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 1.076 | 1 | 0 | 1.05 | 105 |
| 低浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 1.065 | 1 | 0 | 1.06 | 106 |
| 低浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 1.029 | 1 | 0 | 1.01 | 101 |
| 中浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 3.056 | 1 | 0 | 2.99 | 50 | 120 | 99.6 |
| 中浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 3.058 | 1 | 0 | 3.01 | 100 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 3.049 | 1 | 0 | 2.99 | 99.6 |
| 中浓度加标-4 | 2.02 | 2 | 3.041 | 1 | 0 | 3.01 | 100 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 3.116 | 1 | 0 | 3.09 | 103 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 3.123 | 1 | 0 | 3.08 | 103 |
| 高浓度加标-1 | 2.02 | 2 | 9.904 | 1 | 0 | 9.83 | 50 | 400 | 98.3 |
| 高浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 9.861 | 1 | 0 | 9.62 | 96.2 |
| 高浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 9.814 | 1 | 0 | 9.72 | 97.2 |
| 高浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 9.975 | 1 | 0 | 9.83 | 98.3 |
| 高浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 9.071 | 1 | 0 | 9.03 | 90.3 |
| 高浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 9.951 | 1 | 0 | 9.85 | 98.5 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：甜菊苷 | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.02 | 2 | 1.103 | 1 | 0 | 1.09 | 50 | 40 | 109 |
| 低浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 1.056 | 1 | 0 | 1.05 | 105 |
| 低浓度加标-3 | 1.97 | 2 | 1.061 | 1 | 0 | 1.08 | 108 |
| 低浓度加标-4 | 1.95 | 2 | 1.047 | 1 | 0 | 1.07 | 107 |
| 低浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 1.062 | 1 | 0 | 1.05 | 105 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.070 | 1 | 0 | 1.05 | 105 |
| 中浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 3.076 | 1 | 0 | 3.06 | 50 | 120 | 102 |
| 中浓度加标-2 | 2.00 | 2 | 3.029 | 1 | 0 | 3.03 | 101 |
| 中浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 2.993 | 1 | 0 | 2.97 | 99.0 |
| 中浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 3.155 | 1 | 0 | 3.13 | 104 |
| 中浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 3.116 | 1 | 0 | 3.06 | 102 |
| 中浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 3.121 | 1 | 0 | 3.08 | 103 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 9.963 | 1 | 0 | 9.91 | 50 | 400 | 99.1 |
| 高浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 9.925 | 1 | 0 | 9.73 | 97.3 |
| 高浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 9.946 | 1 | 0 | 9.80 | 98.0 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 9.719 | 1 | 0 | 9.48 | 94.8 |
| 高浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 9.910 | 1 | 0 | 9.86 | 98.6 |
| 高浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 9.984 | 1 | 0 | 9.84 | 98.4 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷F | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 2.113 | 1 | 0 | 2.06 | 100 | 40 | 103 |
| 低浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 2.106 | 1 | 0 | 2.10 | 105 |
| 低浓度加标-3 | 2.01 | 2 | 2.070 | 1 | 0 | 2.06 | 103 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 2.120 | 1 | 0 | 2.09 | 104 |
| 低浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 2.060 | 1 | 0 | 2.06 | 103 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.998 | 1 | 0 | 1.96 | 97.9 |
| 中浓度加标-1 | 1.99 | 2 | 6.121 | 1 | 0 | 6.15 | 100 | 120 | 103 |
| 中浓度加标-2 | 2.00 | 2 | 6.104 | 1 | 0 | 6.11 | 102 |
| 中浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 6.083 | 1 | 0 | 5.99 | 99.9 |
| 中浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 6.219 | 1 | 0 | 6.18 | 103 |
| 中浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 6.242 | 1 | 0 | 6.12 | 102 |
| 中浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 6.148 | 1 | 0 | 6.07 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 19.752 | 1 | 0 | 19.7 | 100 | 400 | 98.3 |
| 高浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 19.798 | 1 | 0 | 19.3 | 96.6 |
| 高浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 19.840 | 1 | 0 | 19.5 | 97.7 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 19.739 | 1 | 0 | 19.3 | 96.3 |
| 高浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 19.921 | 1 | 0 | 19.9 | 99.6 |
| 高浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 19.939 | 1 | 0 | 19.8 | 99.2 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷C | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 2.040 | 1 | 0 | 1.99 | 100 | 40 | 99.5 |
| 低浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 1.946 | 1 | 0 | 1.92 | 95.9 |
| 低浓度加标-3 | 2.00 | 2 | 1.873 | 1 | 0 | 1.87 | 93.7 |
| 低浓度加标-4 | 2.04 | 2 | 2.093 | 1 | 0 | 2.05 | 103 |
| 低浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 2.075 | 1 | 0 | 2.04 | 102 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 2.014 | 1 | 0 | 1.97 | 98.7 |
| 中浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 6.158 | 1 | 0 | 6.16 | 100 | 120 | 103 |
| 中浓度加标-2 | 2.00 | 2 | 6.158 | 1 | 0 | 6.17 | 103 |
| 中浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 6.156 | 1 | 0 | 6.11 | 102 |
| 中浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 6.213 | 1 | 0 | 6.17 | 103 |
| 中浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 6.148 | 1 | 0 | 6.03 | 101 |
| 中浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 6.120 | 1 | 0 | 6.05 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 19.837 | 1 | 0 | 19.7 | 100 | 400 | 98.7 |
| 高浓度加标-2 | 1.97 | 2 | 19.904 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 高浓度加标-3 | 1.95 | 2 | 19.984 | 1 | 0 | 20.5 | 102 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 20.058 | 1 | 0 | 19.6 | 97.8 |
| 高浓度加标-5 | 1.95 | 2 | 19.844 | 1 | 0 | 20.3 | 102 |
| 高浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 19.799 | 1 | 0 | 19.5 | 97.5 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：杜克苷A | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 2.200 | 1 | 0 | 2.17 | 100 | 40 | 108 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 1.901 | 1 | 0 | 1.86 | 93.2 |
| 低浓度加标-3 | 1.98 | 2 | 2.073 | 1 | 0 | 2.10 | 105 |
| 低浓度加标-4 | 1.98 | 2 | 2.129 | 1 | 0 | 2.15 | 107 |
| 低浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 2.199 | 1 | 0 | 2.19 | 109 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 2.222 | 1 | 0 | 2.18 | 109 |
| 中浓度加标-1 | 1.99 | 2 | 6.138 | 1 | 0 | 6.17 | 100 | 120 | 103 |
| 中浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 6.187 | 1 | 0 | 6.10 | 102 |
| 中浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 6.061 | 1 | 0 | 5.97 | 99.5 |
| 中浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 6.211 | 1 | 0 | 6.11 | 102 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.142 | 1 | 0 | 6.07 | 101 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.149 | 1 | 0 | 6.06 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 19.666 | 1 | 0 | 19.5 | 100 | 400 | 97.7 |
| 高浓度加标-2 | 1.97 | 2 | 19.806 | 1 | 0 | 20.1 | 101 |
| 高浓度加标-3 | 1.96 | 2 | 19.902 | 1 | 0 | 20.3 | 101 |
| 高浓度加标-4 | 1.98 | 2 | 19.828 | 1 | 0 | 20.1 | 100 |
| 高浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 19.794 | 1 | 0 | 19.7 | 98.5 |
| 高浓度加标-6 | 2.00 | 2 | 19.337 | 1 | 0 | 19.3 | 96.7 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：甜茶苷 | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 1.99 | 2 | 2.118 | 1 | 0 | 2.13 | 100 | 40 | 106 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 1.965 | 1 | 0 | 1.93 | 96.3 |
| 低浓度加标-3 | 1.98 | 2 | 2.098 | 1 | 0 | 2.12 | 106 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 2.145 | 1 | 0 | 2.11 | 106 |
| 低浓度加标-5 | 1.97 | 2 | 2.069 | 1 | 0 | 2.10 | 105 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 2.083 | 1 | 0 | 2.04 | 102 |
| 中浓度加标-1 | 1.99 | 2 | 6.257 | 1 | 0 | 6.29 | 100 | 120 | 105 |
| 中浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 6.290 | 1 | 0 | 6.20 | 103 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 6.329 | 1 | 0 | 6.20 | 103 |
| 中浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 6.100 | 1 | 0 | 6.00 | 100 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.224 | 1 | 0 | 6.15 | 103 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.176 | 1 | 0 | 6.08 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 19.810 | 1 | 0 | 19.7 | 100 | 400 | 98.4 |
| 高浓度加标-2 | 1.97 | 2 | 19.865 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 高浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 19.925 | 1 | 0 | 19.6 | 98.2 |
| 高浓度加标-4 | 1.98 | 2 | 19.708 | 1 | 0 | 19.9 | 99.7 |
| 高浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 19.861 | 1 | 0 | 19.8 | 98.9 |
| 高浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 19.600 | 1 | 0 | 19.5 | 97.5 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷B | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.02 | 2 | 1.975 | 1 | 0 | 1.96 | 100 | 40 | 97.8 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 1.915 | 1 | 0 | 1.88 | 93.9 |
| 低浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 2.025 | 1 | 0 | 2.00 | 99.8 |
| 低浓度加标-4 | 2.04 | 2 | 2.050 | 1 | 0 | 2.01 | 100 |
| 低浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 2.142 | 1 | 0 | 2.11 | 106 |
| 低浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 2.100 | 1 | 0 | 2.05 | 102 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.124 | 1 | 0 | 6.03 | 100 | 120 | 101 |
| 中浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 6.282 | 1 | 0 | 6.25 | 104 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 6.233 | 1 | 0 | 6.10 | 102 |
| 中浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 6.219 | 1 | 0 | 6.11 | 102 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.249 | 1 | 0 | 6.18 | 103 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.125 | 1 | 0 | 6.03 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 19.730 | 1 | 0 | 19.6 | 100 | 400 | 98.0 |
| 高浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 19.992 | 1 | 0 | 19.6 | 98.0 |
| 高浓度加标-3 | 1.96 | 2 | 19.697 | 1 | 0 | 20.1 | 100 |
| 高浓度加标-4 | 2.00 | 2 | 19.909 | 1 | 0 | 19.9 | 99.5 |
| 高浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 19.851 | 1 | 0 | 19.8 | 98.8 |
| 高浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 20.004 | 1 | 0 | 19.8 | 99.0 |
| 样品名称： | 果汁 | | | | 测试组分名称：甜菊双糖苷 | | | | |
|  | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | 2.00 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | 2.01 | 2 | 1 | | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 2.085 | 1 | 0 | 2.07 | 100 | 40 | 104 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 2.110 | 1 | 0 | 2.07 | 103 |
| 低浓度加标-3 | 2.05 | 2 | 2.058 | 1 | 0 | 2.01 | 100 |
| 低浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 2.045 | 1 | 0 | 2.03 | 102 |
| 低浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 2.193 | 1 | 0 | 2.15 | 108 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.912 | 1 | 0 | 1.88 | 93.8 |
| 中浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 6.340 | 1 | 0 | 6.34 | 100 | 120 | 106 |
| 中浓度加标-2 | 2.02 | 2 | 6.097 | 1 | 0 | 6.04 | 101 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 5.788 | 1 | 0 | 5.67 | 94.4 |
| 中浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 6.455 | 1 | 0 | 6.35 | 106 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.092 | 1 | 0 | 6.02 | 100 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.233 | 1 | 0 | 6.14 | 102 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 20.188 | 1 | 0 | 20.0 | 100 | 400 | 100 |
| 高浓度加标-2 | 2.00 | 2 | 20.259 | 1 | 0 | 20.3 | 101 |
| 高浓度加标-3 | 2.00 | 2 | 19.969 | 1 | 0 | 20.0 | 99.8 |
| 高浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 20.003 | 1 | 0 | 19.7 | 98.5 |
| 高浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 20.090 | 1 | 0 | 19.7 | 98.5 |
| 高浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 19.670 | 1 | 0 | 19.4 | 96.9 |

表13 蚝油13种甜菊糖苷的测试结果及分析

Table 13 Testing Results and Analysis of 13 kinds of Steviol Glycosides in Oyster Sauce

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷E | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.04 | 2 | 1.881 | 1 | 0 | 1.84 | 100 | 40 | 92.2 |
| 低浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 1.854 | 1 | 0 | 1.83 | 91.3 |
| 低浓度加标-3 | 2.05 | 2 | 1.875 | 1 | 0 | 1.83 | 91.5 |
| 低浓度加标-4 | 2.00 | 2 | 1.877 | 1 | 0 | 1.88 | 93.9 |
| 低浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 1.811 | 1 | 0 | 1.81 | 90.6 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.854 | 1 | 0 | 1.82 | 90.8 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.108 | 1 | 0 | 6.01 | 100 | 120 | 100 |
| 中浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 6.132 | 1 | 0 | 5.98 | 99.7 |
| 中浓度加标-3 | 2.06 | 2 | 6.202 | 1 | 0 | 6.04 | 101 |
| 中浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 6.169 | 1 | 0 | 6.02 | 100 |
| 中浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 6.158 | 1 | 0 | 6.12 | 102 |
| 中浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 6.197 | 1 | 0 | 6.16 | 103 |
| 高浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 21.132 | 1 | 0 | 20.8 | 100 | 400 | 104 |
| 高浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 20.781 | 1 | 0 | 20.7 | 103 |
| 高浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 20.814 | 1 | 0 | 20.7 | 103 |
| 高浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 20.284 | 1 | 0 | 20.0 | 99.9 |
| 高浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 20.726 | 1 | 0 | 20.4 | 102 |
| 高浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 21.033 | 1 | 0 | 20.8 | 104 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷O | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.04 | 2 | 1.854 | 1 | 0 | 1.82 | 100 | 40 | 90.9 |
| 低浓度加标-2 | 1.99 | 2 | 1.824 | 1 | 0 | 1.83 | 91.7 |
| 低浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 1.859 | 1 | 0 | 1.82 | 91.1 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 1.827 | 1 | 0 | 1.80 | 90.0 |
| 低浓度加标-5 | 2.05 | 2 | 2.039 | 1 | 0 | 1.99 | 99.5 |
| 低浓度加标-6 | 2.00 | 2 | 1.821 | 1 | 0 | 1.82 | 91.1 |
| 中浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 6.153 | 1 | 0 | 6.12 | 100 | 120 | 102 |
| 中浓度加标-2 | 2.07 | 2 | 6.211 | 1 | 0 | 5.99 | 99.8 |
| 中浓度加标-3 | 2.06 | 2 | 6.180 | 1 | 0 | 6.01 | 100 |
| 中浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 6.210 | 1 | 0 | 6.06 | 101 |
| 中浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 6.116 | 1 | 0 | 6.08 | 101 |
| 中浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 6.188 | 1 | 0 | 6.04 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 21.055 | 1 | 0 | 20.9 | 100 | 400 | 105 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 20.805 | 1 | 0 | 20.5 | 102 |
| 高浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 21.011 | 1 | 0 | 20.9 | 104 |
| 高浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 19.709 | 1 | 0 | 19.6 | 98.0 |
| 高浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 20.970 | 1 | 0 | 20.6 | 103 |
| 高浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 20.712 | 1 | 0 | 20.5 | 103 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷D | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 0.859 | 1 | 0 | 0.855 | 50 | 40 | 85.5 |
| 低浓度加标-2 | 1.96 | 2 | 0.836 | 1 | 0 | 0.853 | 85.3 |
| 低浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 0.836 | 1 | 0 | 0.824 | 82.4 |
| 低浓度加标-4 | 1.96 | 2 | 0.971 | 1 | 0 | 0.991 | 99.1 |
| 低浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 0.926 | 1 | 0 | 0.921 | 92.1 |
| 低浓度加标-6 | 1.95 | 2 | 0.827 | 1 | 0 | 0.848 | 84.8 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 3.062 | 1 | 0 | 3.01 | 50 | 120 | 100 |
| 中浓度加标-2 | 2.07 | 2 | 3.070 | 1 | 0 | 2.96 | 98.7 |
| 中浓度加标-3 | 2.06 | 2 | 3.025 | 1 | 0 | 2.94 | 98.1 |
| 中浓度加标-4 | 2.06 | 2 | 3.002 | 1 | 0 | 2.92 | 97.4 |
| 中浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 3.082 | 1 | 0 | 3.06 | 102 |
| 中浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 2.991 | 1 | 0 | 2.92 | 97.3 |
| 高浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 10.890 | 1 | 0 | 10.7 | 50 | 400 | 107 |
| 高浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 10.803 | 1 | 0 | 10.5 | 105 |
| 高浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 10.623 | 1 | 0 | 10.4 | 104 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 10.822 | 1 | 0 | 10.6 | 106 |
| 高浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 10.598 | 1 | 0 | 10.4 | 104 |
| 高浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 10.573 | 1 | 0 | 10.4 | 104 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷N | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积 (μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 1.848 | 1 | 0 | 1.84 | 100 | 40 | 91.9 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 1.885 | 1 | 0 | 1.85 | 92.4 |
| 低浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 1.871 | 1 | 0 | 1.84 | 92.2 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 1.829 | 1 | 0 | 1.81 | 90.3 |
| 低浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 1.833 | 1 | 0 | 1.80 | 90.1 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.985 | 1 | 0 | 1.95 | 97.3 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.173 | 1 | 0 | 6.09 | 100 | 120 | 102 |
| 中浓度加标-2 | 2.10 | 2 | 6.139 | 1 | 0 | 5.85 | 97.6 |
| 中浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 5.991 | 1 | 0 | 5.90 | 98.4 |
| 中浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 5.845 | 1 | 0 | 5.70 | 95.0 |
| 中浓度加标-5 | 1.99 | 2 | 6.401 | 1 | 0 | 6.44 | 107 |
| 中浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 6.305 | 1 | 0 | 6.27 | 104 |
| 高浓度加标-1 | 2.04 | 2 | 19.309 | 1 | 0 | 18.9 | 100 | 400 | 94.7 |
| 高浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 22.006 | 1 | 0 | 21.5 | 107 |
| 高浓度加标-3 | 2.05 | 2 | 21.753 | 1 | 0 | 21.2 | 106 |
| 高浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 22.174 | 1 | 0 | 21.8 | 109 |
| 高浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 21.676 | 1 | 0 | 21.4 | 107 |
| 高浓度加标-6 | 2.00 | 2 | 21.466 | 1 | 0 | 21.5 | 107 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷M | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 1.835 | 1 | 0 | 1.83 | 100 | 40 | 91.3 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 2.020 | 1 | 0 | 1.98 | 99.2 |
| 低浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 1.948 | 1 | 0 | 1.92 | 96.2 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 1.859 | 1 | 0 | 1.83 | 91.6 |
| 低浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 1.806 | 1 | 0 | 1.81 | 90.3 |
| 低浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 1.923 | 1 | 0 | 1.88 | 94.0 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.089 | 1 | 0 | 6.00 | 100 | 120 | 100 |
| 中浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 6.116 | 1 | 0 | 6.08 | 101 |
| 中浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 6.248 | 1 | 0 | 6.17 | 103 |
| 中浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 6.236 | 1 | 0 | 6.21 | 104 |
| 中浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 6.191 | 1 | 0 | 6.19 | 103 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.185 | 1 | 0 | 6.09 | 102 |
| 高浓度加标-1 | 1.95 | 2 | 20.948 | 1 | 0 | 21.4 | 100 | 400 | 107 |
| 高浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 20.694 | 1 | 0 | 20.3 | 101 |
| 高浓度加标-3 | 1.95 | 2 | 20.561 | 1 | 0 | 21.1 | 105 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 20.702 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 高浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 20.804 | 1 | 0 | 20.4 | 102 |
| 高浓度加标-6 | 2.01 | 2 | 20.904 | 1 | 0 | 20.8 | 104 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷A | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 0.845 | 1 | 0 | 0.85 | 50 | 40 | 84.5 |
| 低浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 0.912 | 1 | 0 | 0.91 | 90.7 |
| 低浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 0.881 | 1 | 0 | 0.87 | 87.1 |
| 低浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 0.925 | 1 | 0 | 0.90 | 90.2 |
| 低浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 0.855 | 1 | 0 | 0.85 | 85.3 |
| 低浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 0.857 | 1 | 0 | 0.84 | 84.4 |
| 中浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 3.045 | 1 | 0 | 2.98 | 50 | 120 | 99.3 |
| 中浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 3.019 | 1 | 0 | 2.97 | 98.9 |
| 中浓度加标-3 | 1.98 | 2 | 3.069 | 1 | 0 | 3.10 | 103 |
| 中浓度加标-4 | 2.02 | 2 | 2.965 | 1 | 0 | 2.94 | 98.0 |
| 中浓度加标-5 | 2.06 | 2 | 3.033 | 1 | 0 | 2.94 | 98.2 |
| 中浓度加标-6 | 2.00 | 2 | 3.010 | 1 | 0 | 3.01 | 100 |
| 高浓度加标-1 | 2.02 | 2 | 10.162 | 1 | 0 | 10.1 | 50 | 400 | 101 |
| 高浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 10.094 | 1 | 0 | 9.85 | 98.5 |
| 高浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 10.259 | 1 | 0 | 10.1 | 101 |
| 高浓度加标-4 | 2.06 | 2 | 10.441 | 1 | 0 | 10.1 | 101 |
| 高浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 10.113 | 1 | 0 | 10.0 | 100 |
| 高浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 10.171 | 1 | 0 | 9.92 | 99.2 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：甜菊苷 | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 0.858 | 1 | 0 | 0.837 | 50 | 40 | 83.7 |
| 低浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 0.866 | 1 | 0 | 0.845 | 84.5 |
| 低浓度加标-3 | 2.01 | 2 | 0.849 | 1 | 0 | 0.845 | 84.5 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 0.897 | 1 | 0 | 0.884 | 88.4 |
| 低浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 0.824 | 1 | 0 | 0.820 | 82.0 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 0.899 | 1 | 0 | 0.881 | 88.1 |
| 中浓度加标-1 | 1.98 | 2 | 3.074 | 1 | 0 | 3.11 | 50 | 120 | 104 |
| 中浓度加标-2 | 2.00 | 2 | 3.026 | 1 | 0 | 3.03 | 101 |
| 中浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 3.000 | 1 | 0 | 2.98 | 99.2 |
| 中浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 2.964 | 1 | 0 | 2.95 | 98.2 |
| 中浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 3.084 | 1 | 0 | 3.03 | 101 |
| 中浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 3.027 | 1 | 0 | 2.99 | 99.7 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 10.460 | 1 | 0 | 10.4 | 50 | 400 | 104 |
| 高浓度加标-2 | 1.97 | 2 | 10.295 | 1 | 0 | 10.5 | 105 |
| 高浓度加标-3 | 1.97 | 2 | 10.469 | 1 | 0 | 10.6 | 106 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 10.475 | 1 | 0 | 10.2 | 102 |
| 高浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 10.361 | 1 | 0 | 10.4 | 104 |
| 高浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 10.350 | 1 | 0 | 10.2 | 102 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷F | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 1.807 | 1 | 0 | 1.81 | 100 | 40 | 90.4 |
| 低浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 1.915 | 1 | 0 | 1.91 | 95.3 |
| 低浓度加标-3 | 2.00 | 2 | 1.913 | 1 | 0 | 1.91 | 95.7 |
| 低浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 1.896 | 1 | 0 | 1.87 | 93.4 |
| 低浓度加标-5 | 2.00 | 2 | 1.927 | 1 | 0 | 1.93 | 96.4 |
| 低浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 1.930 | 1 | 0 | 1.90 | 95.1 |
| 中浓度加标-1 | 2.05 | 2 | 6.160 | 1 | 0 | 6.01 | 100 | 120 | 100 |
| 中浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 6.137 | 1 | 0 | 6.11 | 102 |
| 中浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 6.147 | 1 | 0 | 6.10 | 102 |
| 中浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 6.175 | 1 | 0 | 6.14 | 102 |
| 中浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 6.107 | 1 | 0 | 5.99 | 100 |
| 中浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 6.155 | 1 | 0 | 6.08 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 20.584 | 1 | 0 | 20.5 | 100 | 400 | 102 |
| 高浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 20.790 | 1 | 0 | 20.7 | 103 |
| 高浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 20.778 | 1 | 0 | 20.5 | 102 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 20.925 | 1 | 0 | 20.4 | 102 |
| 高浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 20.750 | 1 | 0 | 20.3 | 102 |
| 高浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 20.720 | 1 | 0 | 20.4 | 102 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷C | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 1.980 | 1 | 0 | 1.98 | 100 | 40 | 99.0 |
| 低浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 1.924 | 1 | 0 | 1.91 | 95.7 |
| 低浓度加标-3 | 1.98 | 2 | 1.999 | 1 | 0 | 2.02 | 101 |
| 低浓度加标-4 | 1.96 | 2 | 1.900 | 1 | 0 | 1.94 | 96.9 |
| 低浓度加标-5 | 1.99 | 2 | 1.824 | 1 | 0 | 1.83 | 91.4 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.936 | 1 | 0 | 1.90 | 94.9 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.160 | 1 | 0 | 6.07 | 100 | 120 | 101 |
| 中浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 6.271 | 1 | 0 | 6.15 | 102 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 6.290 | 1 | 0 | 6.17 | 103 |
| 中浓度加标-4 | 2.04 | 2 | 6.239 | 1 | 0 | 6.12 | 102 |
| 中浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 6.161 | 1 | 0 | 6.04 | 101 |
| 中浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 6.301 | 1 | 0 | 6.22 | 104 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 20.844 | 1 | 0 | 20.7 | 100 | 400 | 104 |
| 高浓度加标-2 | 2.06 | 2 | 20.833 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 高浓度加标-3 | 2.01 | 2 | 20.907 | 1 | 0 | 20.8 | 104 |
| 高浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 20.851 | 1 | 0 | 20.3 | 102 |
| 高浓度加标-5 | 1.95 | 2 | 20.709 | 1 | 0 | 21.2 | 106 |
| 高浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 21.054 | 1 | 0 | 20.5 | 103 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：杜克苷A | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.02 | 2 | 1.840 | 1 | 0 | 1.82 | 100 | 40 | 91.1 |
| 低浓度加标-2 | 2.04 | 2 | 1.863 | 1 | 0 | 1.83 | 91.3 |
| 低浓度加标-3 | 2.03 | 2 | 1.845 | 1 | 0 | 1.82 | 90.9 |
| 低浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 1.894 | 1 | 0 | 1.88 | 94.2 |
| 低浓度加标-5 | 2.05 | 2 | 1.908 | 1 | 0 | 1.86 | 93.1 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 1.910 | 1 | 0 | 1.87 | 93.7 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.127 | 1 | 0 | 6.04 | 100 | 120 | 101 |
| 中浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 6.048 | 1 | 0 | 6.02 | 100 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 6.091 | 1 | 0 | 5.96 | 99.4 |
| 中浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 6.107 | 1 | 0 | 6.00 | 100 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.114 | 1 | 0 | 6.04 | 101 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 5.994 | 1 | 0 | 5.90 | 98.4 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 20.948 | 1 | 0 | 20.8 | 100 | 400 | 104 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 20.822 | 1 | 0 | 20.5 | 103 |
| 高浓度加标-3 | 2.05 | 2 | 20.904 | 1 | 0 | 20.4 | 102 |
| 高浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 20.833 | 1 | 0 | 20.5 | 103 |
| 高浓度加标-5 | 2.05 | 2 | 21.090 | 1 | 0 | 20.6 | 103 |
| 高浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 20.956 | 1 | 0 | 20.6 | 103 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：甜茶苷 | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 1.805 | 1 | 0 | 1.81 | 100 | 40 | 90.3 |
| 低浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 1.897 | 1 | 0 | 1.87 | 93.4 |
| 低浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 1.872 | 1 | 0 | 1.84 | 91.8 |
| 低浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 1.899 | 1 | 0 | 1.89 | 94.5 |
| 低浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 2.003 | 1 | 0 | 1.97 | 98.7 |
| 低浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 1.874 | 1 | 0 | 1.83 | 91.4 |
| 中浓度加标-1 | 2.00 | 2 | 6.101 | 1 | 0 | 6.10 | 100 | 120 | 102 |
| 中浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 6.109 | 1 | 0 | 6.08 | 101 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 6.183 | 1 | 0 | 6.05 | 101 |
| 中浓度加标-4 | 2.03 | 2 | 6.174 | 1 | 0 | 6.07 | 101 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.093 | 1 | 0 | 6.02 | 100 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.225 | 1 | 0 | 6.13 | 102 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 20.705 | 1 | 0 | 20.6 | 100 | 400 | 103 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 20.529 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 高浓度加标-3 | 2.00 | 2 | 20.574 | 1 | 0 | 20.6 | 103 |
| 高浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 20.749 | 1 | 0 | 20.6 | 103 |
| 高浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 20.714 | 1 | 0 | 20.5 | 103 |
| 高浓度加标-6 | 2.02 | 2 | 21.049 | 1 | 0 | 20.8 | 104 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：瑞鲍迪苷B | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 1.811 | 1 | 0 | 1.80 | 100 | 40 | 90.1 |
| 低浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 1.851 | 1 | 0 | 1.82 | 91.2 |
| 低浓度加标-3 | 2.02 | 2 | 1.835 | 1 | 0 | 1.82 | 90.8 |
| 低浓度加标-4 | 2.04 | 2 | 1.846 | 1 | 0 | 1.81 | 90.5 |
| 低浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 1.891 | 1 | 0 | 1.88 | 94.1 |
| 低浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 1.922 | 1 | 0 | 1.88 | 93.8 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.119 | 1 | 0 | 6.03 | 100 | 120 | 100 |
| 中浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 6.079 | 1 | 0 | 5.93 | 98.8 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 6.065 | 1 | 0 | 5.94 | 99.0 |
| 中浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 6.181 | 1 | 0 | 6.03 | 101 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.014 | 1 | 0 | 5.94 | 99.1 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.145 | 1 | 0 | 6.05 | 101 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 20.702 | 1 | 0 | 20.6 | 100 | 400 | 103 |
| 高浓度加标-2 | 2.07 | 2 | 20.453 | 1 | 0 | 19.8 | 98.8 |
| 高浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 20.554 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 高浓度加标-4 | 2.00 | 2 | 20.671 | 1 | 0 | 20.7 | 103 |
| 高浓度加标-5 | 2.03 | 2 | 20.885 | 1 | 0 | 20.6 | 103 |
| 高浓度加标-6 | 2.05 | 2 | 20.732 | 1 | 0 | 20.2 | 101 |
| 样品名称： | 蚝油 | | | | 测试组分名称：甜菊双糖苷 | | | | |
|  | | 取样量(g) | 定容体积(mL) | 稀释倍数 | 测试浓度(mg/L) | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 均值(mg/kg) | RD(%) |
| 阴性样品-1 | | 2.00 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 阴性样品-1-P | | 2.01 | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 |  |  |
| 样品名称 | 加标样质量(g) | 定容体积(mL) | 测试浓度(mg/L) | 稀释倍数 | 空白浓度(mg/L) | 样品含量(mg/kg) | 标品浓度(mg/L) | 移取体积(μL) | 回收率(%) |
|
| 低浓度加标-1 | 1.99 | 2 | 1.867 | 1 | 0 | 1.88 | 100 | 40 | 93.8 |
| 低浓度加标-2 | 2.05 | 2 | 1.854 | 1 | 0 | 1.81 | 90.4 |
| 低浓度加标-3 | 1.99 | 2 | 1.812 | 1 | 0 | 1.82 | 91.1 |
| 低浓度加标-4 | 2.01 | 2 | 1.924 | 1 | 0 | 1.91 | 95.7 |
| 低浓度加标-5 | 2.04 | 2 | 2.030 | 1 | 0 | 1.99 | 99.5 |
| 低浓度加标-6 | 2.04 | 2 | 2.080 | 1 | 0 | 2.04 | 102 |
| 中浓度加标-1 | 2.03 | 2 | 6.430 | 1 | 0 | 6.33 | 100 | 120 | 106 |
| 中浓度加标-2 | 2.01 | 2 | 6.393 | 1 | 0 | 6.36 | 106 |
| 中浓度加标-3 | 2.04 | 2 | 6.431 | 1 | 0 | 6.30 | 105 |
| 中浓度加标-4 | 2.05 | 2 | 6.454 | 1 | 0 | 6.30 | 105 |
| 中浓度加标-5 | 2.02 | 2 | 6.412 | 1 | 0 | 6.34 | 106 |
| 中浓度加标-6 | 2.03 | 2 | 6.336 | 1 | 0 | 6.24 | 104 |
| 高浓度加标-1 | 2.01 | 2 | 20.680 | 1 | 0 | 20.5 | 100 | 400 | 103 |
| 高浓度加标-2 | 2.03 | 2 | 20.803 | 1 | 0 | 20.5 | 102 |
| 高浓度加标-3 | 2.01 | 2 | 21.347 | 1 | 0 | 21.2 | 106 |
| 高浓度加标-4 | 2.04 | 2 | 20.771 | 1 | 0 | 20.4 | 102 |
| 高浓度加标-5 | 2.01 | 2 | 21.252 | 1 | 0 | 21.2 | 106 |
| 高浓度加标-6 | 2.00 | 2 | 21.041 | 1 | 0 | 21.0 | 105 |

综上，加标回收率范围均符合GB/T 27404-2008附录F.1要求。

## **验证机构的验证结果**

选取果汁、蚝油2种基质，每一种基质制备样品三份，分配给三家机构进行验证结果和比对结果，三家机构的《方法性能验证报告》和《实验室间方法确认实验报告》表明，0.1 mg/kg~1 mg/kg含量回收率在80%~110%，变异系数≤11%；1 mg/kg~ 10 mg/kg含量回收率在90%~110%，变异系数≤7.5%。符合GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中实验室间回收率和精密度的要求，详见表14。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 项目名称 | 理论  浓度 | 第一家 | | | 第二家 | | 第三家 | |
| 平均回收率 | | 变异系数RSD | 平均回收率 | 变异系数RSD | 平均回收率 | 变异系数RSD |
| (mg/kg) | (%) | (%) | | (%) | (%) | (%) | (%) |
| 果汁 | 瑞鲍迪苷E | 2.0 | 102 | 0.14 | | 93.0 | 0.57 | 98.7 | 3.51 |
| 瑞鲍迪苷O | 2.0 | 109 | 1.20 | | 95.0 | 6.46 | 98.4 | 1.76 |
| 瑞鲍迪苷D | 1.0 | 109 | 0.84 | | 84.9 | 1.50 | 84.0 | 2.61 |
| 瑞鲍迪苷N | 2.0 | 91.6 | 4.02 | | 94.7 | 1.94 | 95.4 | 1.22 |
| 瑞鲍迪苷M | 2.0 | 102 | 0.21 | | 91.7 | 0.19 | 98.3 | 5.18 |
| 瑞鲍迪苷A | 1.0 | 107 | 6.07 | | 89.0 | 6.75 | 84.2 | 1.60 |
| 甜菊苷 | 1.0 | 104 | 2.38 | | 83.8 | 2.87 | 87.6 | 3.96 |
| 瑞鲍迪苷F | 2.0 | 102 | 1.84 | | 92.1 | 1.46 | 96.3 | 5.21 |
| 瑞鲍迪苷C | 2.0 | 104 | 4.00 | | 94.8 | 0.82 | 95.4 | 4.82 |
| 杜克苷A | 2.0 | 108 | 0.82 | | 95.5 | 3.07 | 97.5 | 0.87 |
| 甜茶苷 | 2.0 | 102 | 5.67 | | 91.1 | 0.16 | 94.3 | 0.75 |
| 瑞鲍迪苷B | 2.0 | 107 | 5.01 | | 93.2 | 0.11 | 95.6 | 0.18 |
| 甜菊双糖苷 | 2.0 | 104 | 7.21 | | 100 | 0.84 | 96.5 | 0.37 |
| 瑞鲍迪苷E | 6.0 | 103 | 0.32 | | 102 | 0.16 | 99.9 | 0.06 |
| 瑞鲍迪苷O | 6.0 | 93.6 | 0.91 | | 103 | 1.74 | 101 | 2.32 |
| 瑞鲍迪苷D | 3.0 | 105 | 0.65 | | 102 | 0.72 | 99.6 | 1.14 |
| 瑞鲍迪苷N | 6.0 | 99.2 | 1.35 | | 104 | 3.40 | 100 | 1.87 |
| 瑞鲍迪苷M | 6.0 | 102 | 1.36 | | 104 | 0.91 | 101 | 1.91 |
| 瑞鲍迪苷A | 3.0 | 104 | 1.11 | | 102 | 3.25 | 99.1 | 4.49 |
| 甜菊苷 | 3.0 | 103 | 0.78 | | 102 | 0.21 | 95.6 | 1.16 |
| 瑞鲍迪苷F | 6.0 | 103 | 0.95 | | 102 | 0.27 | 102 | 1.41 |
| 瑞鲍迪苷C | 6.0 | 103 | 0.50 | | 104 | 1.99 | 103 | 0.29 |
| 杜克苷A | 6.0 | 104 | 0.85 | | 102 | 0.91 | 101 | 1.69 |
| 甜茶苷 | 6.0 | 103 | 1.80 | | 103 | 3.28 | 102 | 2.63 |
| 瑞鲍迪苷B | 6.0 | 103 | 0.16 | | 103 | 3.46 | 102 | 1.71 |
| 甜菊双糖苷 | 6.0 | 104 | 0.08 | | 104 | 0.18 | 102 | 5.06 |
| 瑞鲍迪苷E | 20.0 | 90.8 | 0.46 | | 95.9 | 3.60 | 97.2 | 0.20 |
| 瑞鲍迪苷O | 20.0 | 90.3 | 0.56 | | 93.3 | 1.32 | 94.9 | 0.12 |
| 瑞鲍迪苷D | 10.0 | 90.6 | 3.93 | | 97.9 | 3.29 | 99.1 | 0.90 |
| 瑞鲍迪苷N | 20.0 | 94.4 | 5.53 | | 94.5 | 2.70 | 95.4 | 0.87 |
| 瑞鲍迪苷M | 20.0 | 90.5 | 1.10 | | 91.7 | 1.96 | 95.3 | 3.74 |
| 瑞鲍迪苷A | 10.0 | 91.1 | 4.06 | | 95.8 | 1.87 | 97.1 | 1.88 |
| 甜菊苷 | 10.0 | 90.9 | 3.63 | | 96.3 | 0.73 | 96.8 | 1.73 |
| 瑞鲍迪苷F | 20.0 | 90.4 | 1.12 | | 91.9 | 0.93 | 92.4 | 2.77 |
| 瑞鲍迪苷C | 20.0 | 90.5 | 2.23 | | 99.1 | 4.19 | 95.6 | 3.93 |
| 杜克苷A | 20.0 | 91.1 | 5.30 | | 96.3 | 4.19 | 95.4 | 2.02 |
| 甜茶苷 | 20.0 | 90.3 | 5.71 | | 98.0 | 0.15 | 97.9 | 2.97 |
| 瑞鲍迪苷B | 20.0 | 90.0 | 0.68 | | 96.7 | 1.60 | 94.1 | 0.00 |
| 甜菊双糖苷 | 20.0 | 90.5 | 0.60 | | 97.4 | 0.74 | 95.2 | 1.55 |
| 蚝油 | 瑞鲍迪苷E | 2.0 | 106 | 5.26 | | 95.6 | 6.62 | 97.2 | 0.55 |
| 瑞鲍迪苷O | 2.0 | 108 | 0.49 | | 98.3 | 3.85 | 97.2 | 0.29 |
| 瑞鲍迪苷D | 1.0 | 101 | 3.70 | | 92.2 | 7.21 | 84.8 | 5.92 |
| 瑞鲍迪苷N | 2.0 | 94.2 | 5.03 | | 98.3 | 2.45 | 97.9 | 3.14 |
| 瑞鲍迪苷M | 2.0 | 98.7 | 0.29 | | 95.7 | 0.89 | 97.7 | 3.66 |
| 瑞鲍迪苷A | 1.0 | 108 | 2.02 | | 92.0 | 6.00 | 86.0 | 0.41 |
| 甜菊苷 | 1.0 | 107 | 2.19 | | 86.3 | 5.98 | 82.6 | 0.86 |
| 瑞鲍迪苷F | 2.0 | 104 | 3.91 | | 96.8 | 2.15 | 94.5 | 2.66 |
| 瑞鲍迪苷C | 2.0 | 100 | 0.92 | | 95.2 | 0.07 | 98.8 | 0.64 |
| 杜克苷A | 2.0 | 106 | 0.73 | | 95.1 | 1.00 | 97.3 | 2.54 |
| 甜茶苷 | 2.0 | 104 | 1.19 | | 95.3 | 1.37 | 94.5 | 3.59 |
| 瑞鲍迪苷B | 2.0 | 102 | 4.34 | | 96.0 | 2.58 | 97.0 | 2.33 |
| 甜菊双糖苷 | 2.0 | 105 | 5.82 | | 99.5 | 4.41 | 99.6 | 3.34 |
| 瑞鲍迪苷E | 6.0 | 104 | 3.05 | | 102 | 0.40 | 100 | 0.43 |
| 瑞鲍迪苷O | 6.0 | 103 | 3.83 | | 99.5 | 1.47 | 100 | 0.40 |
| 瑞鲍迪苷D | 3.0 | 103 | 0.00 | | 99.6 | 2.08 | 98.7 | 2.46 |
| 瑞鲍迪苷N | 6.0 | 103 | 0.02 | | 97.3 | 2.80 | 101 | 1.85 |
| 瑞鲍迪苷M | 6.0 | 101 | 0.42 | | 98.1 | 3.99 | 101 | 2.10 |
| 瑞鲍迪苷A | 3.0 | 102 | 1.54 | | 99.0 | 0.57 | 100 | 1.53 |
| 甜菊苷 | 3.0 | 103 | 1.03 | | 99.9 | 1.58 | 99.0 | 1.07 |
| 瑞鲍迪苷F | 6.0 | 103 | 0.31 | | 99.9 | 0.01 | 102 | 3.22 |
| 瑞鲍迪苷C | 6.0 | 103 | 0.44 | | 101 | 3.82 | 101 | 0.68 |
| 杜克苷A | 6.0 | 102 | 0.13 | | 101 | 1.43 | 102 | 2.79 |
| 甜茶苷 | 6.0 | 104 | 0.92 | | 99.5 | 0.10 | 93.5 | 3.13 |
| 瑞鲍迪苷B | 6.0 | 103 | 0.01 | | 100 | 0.15 | 101 | 0.71 |
| 甜菊双糖苷 | 6.0 | 103 | 1.23 | | 103 | 0.09 | 103 | 1.85 |
| 瑞鲍迪苷E | 20.0 | 97.5 | 0.62 | | 96.7 | 7.41 | 97.5 | 0.46 |
| 瑞鲍迪苷O | 20.0 | 98.2 | 4.53 | | 94.1 | 0.94 | 98.3 | 3.44 |
| 瑞鲍迪苷D | 10.0 | 98.3 | 0.39 | | 97.5 | 0.17 | 93.2 | 4.64 |
| 瑞鲍迪苷N | 20.0 | 98.5 | 2.48 | | 95.8 | 3.44 | 96.6 | 1.12 |
| 瑞鲍迪苷M | 20.0 | 99.0 | 0.22 | | 91.8 | 0.55 | 97.6 | 3.13 |
| 瑞鲍迪苷A | 10.0 | 99.4 | 2.08 | | 97.3 | 1.16 | 97.5 | 2.23 |
| 甜菊苷 | 10.0 | 100 | 1.10 | | 97.1 | 0.76 | 94.3 | 1.63 |
| 瑞鲍迪苷F | 20.0 | 99.3 | 1.20 | | 91.3 | 2.69 | 95.7 | 3.83 |
| 瑞鲍迪苷C | 20.0 | 99.4 | 0.41 | | 96.7 | 7.35 | 96.3 | 5.56 |
| 杜克苷A | 20.0 | 99.3 | 0.78 | | 96.4 | 3.80 | 98.4 | 4.26 |
| 甜茶苷 | 20.0 | 99.6 | 0.74 | | 97.2 | 3.32 | 98.5 | 3.57 |
| 瑞鲍迪苷B | 20.0 | 99.2 | 1.58 | | 95.0 | 0.77 | 97.5 | 1.43 |
| 甜菊双糖苷 | 20.0 | 100 | 1.54 | | 96.4 | 6.63 | 97.9 | 1.43 |

## 结论

本研究建立了基于高效液相色谱法测定食品中13种甜菊糖苷的方法。用甲醇或乙腈提取食品中甜菊糖苷，45 ℃水浴超声提取20 min，再加甲醇或乙腈10 mL，继续在45 ℃水浴超声提取10 min，亚铁氰化钾和乙酸锌溶液盐析，硅胶固相萃取柱净化，PDA检测器在210 nm波长处检测，磷酸钠缓冲液和乙腈梯度洗脱。当称样量为2.0g，定容体积为2 mL时，质量浓度在1.0~40.0 mg/L内有较好的线性关系，甜菊苷、瑞鲍迪苷A、瑞鲍迪苷D方法检出限为1.0 mg/kg，定量限为3.0 mg/kg。瑞鲍迪苷B、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷F、杜克苷A、甜茶苷、甜菊双糖苷、瑞鲍迪苷E、瑞鲍迪苷M、瑞鲍迪苷N、瑞鲍迪苷O方法检出限为2.0 mg/kg，定量限为6.0 mg/kg。

## 当甜菊糖苷的添加量在1.0~20.0 mg/kg时，通过低、中、高浓度水平加标试验，加标回收率为80.1%~109%，RSD≤7.22%。符合GB/T 27404-2008中变异系数和回收率的要求。

## 采用本方法对乳制品、豆制品、调味品、蜜饯、果酱、饮料、调味糖浆、冷冻饮品、谷物制品、膨化食品、巧克力、糖果、果冻、蔬菜制品、糕点、茶制品、白酒、籽类、餐桌甜味料、配制酒、保健食品21个不同种类型食品进行检测，能准确检测出添加的甜菊糖苷含量，且检测结果满足GB 2760-2024对食品种类的最大使用量的要求。该方法具有快速、准确、稳定性好、灵敏度高等优点，可用于食品中13种甜菊糖苷含量的检测。

1. **采用国际标准**

无。

1. **与有关现行法律、法规和强制性标准的关系**

在标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章。与相关的各种基础标准相衔接，遵循政策性和协调统一性的原则。

1. **团体标准征求意见汇总处理表**

附件1

深圳市分析测试协会团体标准技术审查专家意见汇总表

标准名称：食品中13种甜菊糖苷的测定 高效液相色谱法

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见及理由 |
|  | 标题 | 建议修改成英文翻译，两段式。 | 深圳航天食品分析测试有限公司 | 采纳 |
|  | 目次、前言 | 建议此处增加希腊数字页码编号，正文用阿拉伯数字编号，方便区分。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 前言 | 建议“本文件由深圳市分析测试协会归口”修改为“本文件由深圳市分析测试协会提出并归口”，以符合GB/T 1.1-2020的规范化表述要求。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 1 | 建议修改“本文件规定了食品中13种甜菊糖苷液相色谱联法的测定方法”为“本文件规定了测定食品中13种甜菊糖苷含量的高效液相色谱法”。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 2 | 删除“GB/T 1.1 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写”、“GB/T 20001.4 标准编写规则 第4部分：试验方法标准”、“GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测”，不是标准正文的引用文件。 | 深圳航天食品分析测试有限公司 | 采纳 |
|  | 3 | 建议对“甜菊糖苷”进行定义。 | 深圳航天食品分析测试有限公司 | 未采纳，在GB 1886.355-2022中有定义。 |
|  | 4 | 建议“澄清液体样品样品经甲醇提取”，修改为“澄清液体样品经甲醇提取”，原文中出现了重复词。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 5.4 | 删除“水(H2O)：GB/T 6682规定的一级水。”规范性引用文件已列明。 | 深圳市计量质量检测研究院 | 采纳 |
|  | 5.9 | “PuriTest Silica”建议改为成分或柱容量。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 5.11-5.12 | 试剂章节需调整顺序，试剂应全部放材料的前面。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 6、7 | 标准品和标准溶液配制建议合并到章节5。 | 深圳市计量质量检测研究院 | 采纳 |
|  | 6 | 不同供应商纯度是不一样的，一般规定的最低纯度而不是准确值。 | 深圳航天食品分析测试有限公司 | 未采纳，将标准品纯度挪至附录A。标准溶液的配制与纯度相关，保留了准确值。配制标准溶液时可根据纯度进行调整。 |
|  | 7.2 | 补充混合标准中间液的有效期。 | 深圳中检联检测有限公司 | 采纳 |
|  | 9 | 建议增加空白试验测试过程的描述，使实验开展符合“一致性原则”，以符合GB/T 1.1-2020的要求。 | 深圳海关食品检验检疫技术中心 | 采纳 |
|  | 9.1 | 建议增加制样量要求。 | 深圳市计量质量检测研究院 | 采纳 |
|  | 9.2.1 | “放置”改成“静置” | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 9.2.2 | “不锈钢高速均质器均质”与9.1重复，删除。 | 深圳市计量质量检测研究院 | 采纳 |
|  | 10.2 | 建议增加线性要求。 | 深圳中检联检测有限公司 | 采纳 |
|  | 10.3 | 精密度有平行样要求，建议第九章规定平行样。 | 深圳海关食品检验检疫技术中心 | 采纳 |
|  | 10.3.1 | 空白溶液制备过程未做陈述，建议增加表述。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 10.4 | 如果是两种并列的表述方式，则建议增加条标题，“10.4.1试样中13种甜菊糖苷的含量”。“10.4.2 试样中13种甜菊糖苷总量，以甜菊醇当量计”更清晰。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |
|  | 10.4 | 建议用Y 代表总量，更清晰。 | 深圳市中鼎检测技术有限公司 | 采纳 |

技术审查日期：2025年09月10日

1. **参考文献**
2. 韩羽彤. 甜菊糖苷的性质、提取、分离与结构鉴定研究现状[J]. 现代食品, 2023(7): 39-41, 52.

HAN YT. Current status of research on the properties, extraction, separation and structure identification of stevioside [J]. Modern Food, 2023(7): 39-41, 52.

1. 於荣荣, 孙欣燕, 周頔, 等. 基于混料设计研究代糖配比及其对炼乳品质的影响[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(15): 147-157.

YU RR, SUN XY, ZHOU D, *et al*. Effects of sugar substitute ratios on the quality of condensed milk based on mixture design study [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2024, 15(15): 147-157.

1. 闫利萍, 王能军, 陈博文, 等. 低糖草莓风味酸奶研制[J]. 蚌埠学院学报, 2022, 11(2): 1-6.

YAN LP, WANG NJ, CHEN BW, *et al*. Development of low-sugar strawberry flavored yogurt [J]. Journal of Bengbu University, 2022, 11(2): 1-6.

1. 闫利萍, 陈博文, 王能军, 等. 苹果酱低糖风味酸奶研制及贮藏品质评价[J]. 蚌埠学院学报, 2023, 12(5):

15-19.

YAN LP, CHEN BW, WANG NJ, *et al*. Preparation and storage quality evaluation of low sugar yogurt with apple sauce [J]. Journal of Bengbu University, 2023, 12(5): 15-19.

1. 沈彤, 杨莹莹, 张烨, 等. 低糖老式蛋糕研制及其升糖指数测定[J]. 科技创新与应用, 2023(23): 80-83.

SHEN T, YANG YY, ZHANG Y, *et al*. Development of low-sugar traditional cake and determination of its glycemic index [J]. Technology Innovation and Application, 2023(23): 80-83.

1. 朱小聪. 甜菊糖苷的功能特性及其在饮料工业中的应用[J]. 现代食品, 2021(6): 50-54.

ZHU XC. The functional properties of steviol glycosides and their applications in the beverage industry [J]. Modern Food, 2021(6): 50-54.

1. 边照辉, 温红瑞, 侯文举, 等. 一种含复配甜味剂的冷冻饮品及其制备方法: 202111439689.4[P]. 2021-11-30.

BIAN ZH, WEN HR, HOU WJ, *et al*. A frozen drink containing compound sweeteners and its preparation method: 202111439689.4 [P]. 2021-11-30.

1. 李松阳, 林跃华, 董海龙. 一种浓香复合调味料及其制备方法: 201911367675.9[P]. 2019-12-26.

LI SY, LIN YH, DONG HL. A rich and aromatic compound seasoning and its preparation method: 201911367675.9 [P]. 2019-12-26.

1. 朱晋誉, 徐丽芝, 叶田田, 等. 羌活果冻产品加工工艺及配方研究[J]. 保鲜与加工, 2023, 23(4): 20-27.

ZHU JY, XU LZ, YE TT, *et al*. Processing technology and formula of *Notopterygium incisium* jelly product [J]. Storage and Process, 2023, 23(4): 20-27.

1. 尚芳红, 李隆云, 谭均, 等. 一种机制槐米炒制茶加工方法:201910041471.X[P]. 2019-01-16.

SHANG FH, LI LY, TAN J, *et al*. A mechanized processing method for roasted *Sophora japonica* bud tea (Huaimi tea): 201910041471.X [P]. 2019-01-16.

1. 李丽萍, 范赛, 刘伟, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测白酒中9种甜味剂含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(7): 2216-2222.

LI LP, FAN S, LIU W, *et al*. Simultaneous determination of 9 kinds of sweeteners in liquor by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2020, 11(7): 2216-2222.

1. 郭雪霞, 赵仁邦. 甜菊糖苷的保健功能及其在食品中的应用[J]. 中国食物与营养, 2012, 18(1): 32-35.

GUO XY, ZHAO RB. Health function of stevioside and its application in food [J]. Food and Nutrition in China, 2012, 18(1): 32-35.

1. 王路宽, 贾娟. 甜菊糖苷在食品中的应用及发展趋势分析[J]. 现代食品, 2023(14): 38-42.

WANG LK, JIA J. Analysis on application and development trend of steviol glycosides in the food industry [J]. Modern Food, 2023(14): 38-42.

1. 王思睿, 仝涛. 甜味剂与人体健康的研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2024, 50(17): 371-379.

WANG SR, TONG T. Progress of research on sweeteners and human health [J]. Food and Fermentation Industries, 2024, 50(17): 371-379.

1. 韩仁娇, 蓝航莲, 王彩云, 等. 天然甜味剂-甜菊糖苷及其在食品中的应用[J]. 食品与发酵工业, 2021, 47(21): 312-319.

HAN RJ, LAN HL, WANG CY, *et al*. Advances on natural sweetener stevioside and its application in food [J]. Food and Fermentation Industries, 2021, 47(21): 312-319.

1. 何振涛, 熊云霞, 王丽, 等. 甜菊糖苷的生物学功能及其在畜禽生产中的应用研究进展[J]. 动物营养学报, 2024, 36(2): 779-788.

HE ZT, XIONG YX, WANG L, *et al*. Research progress on biological function of steviol glycosides and its application in livestock and poultry feeds [J]. Chinese Jouranl of Animal Nutrition, 2024, 36(2): 779-788.

1. World Health Organization. Use of Non-Sugar Sweeteners: WHO Guideline [Z]. Geneva: World Health Organization, 2023.
2. CHATSUDTHIPONG V, MUANPRASAT C. Stevioside and related compounds: Therapeutic benefits beyond sweetness [J]. Pharmacology & Therapeutics, 2009, 121(1): 41-54.
3. DEBRAS C, CHAZELAS E, SROUR B, *et al*. Artificial sweeteners and eancer risk: Results from the nutrinet-santé population-based cohort study [J]. PLoS Medicine, 2022, 19(3): e1003950.
4. KIM JM, KOH JH, PARK JM. Validation of an HPLC method for pretreatment of steviol glycosides in fermented milk [J]. Foods, 2021, 10(10): 2445.
5. HOLLÁ M, ŠATÍNSKÝ D, ŠVEC F. UHPLC coupled with charged aerosol detector for rapid separation of steviol glycosides in commercial sweeteners and extract of *Stevia rebaudiana* [J]. Journal of Pharmaceutical & Biomedical Analysis, 2022, 207: 114398.
6. 郑江歌, 王华丽, 张霁月, 等. 食品添加剂甜菊糖苷质量规格标准修订研究[J]. 中国食品添加剂, 2022, 033(005): 36-42.

ZHENG JG, WANG HL, ZHANG JY, *et al*. Revision of specifications for food additive steviol glycosides [J]. China Food Additives, 2022, 033(005): 36-42.

1. 刘卫新. 甜菊糖苷的制备提纯以及定量测定研究[J]. 中国医药指南, 2011, 9(35): 48-49.

LIU WX. Research on the preparation, purification, and quantitative determination of steviol glycosides [J]. Guide of China Medicine, 2011, 9(35): 48-49.

1. 常丽娟, 王竹天, 杨大进. 045甜菊糖苷化学分析法研究概况[J]. 国外医学(卫生学分册), 2007, 34(3): 197-200.

CHANG LJ, WANG ZT, YANG DJ. 045 Research overview on chemical analytical methods for steviol glycosides [J]. Foreign Medical Sciences (Section Hygiene), 2007, 34(3): 197-200.

1. 杨大进, 方从容, 陈波. 甜味剂和防腐剂液相色谱多组分同时检测[J]. 中国公共卫生, 2008, 24(7): 891-892.

YANG DJ, FANG CR, CHEN B. Simultaneous determination of multiple sweeteners and preservatives by liquid chromatography [J]. Chinese Journal of Public Health, 2008, 24(7): 891-892.

1. 岳虹, 唐烁, 宁月莲, 等. 高效液相色谱法测定发酵乳中甜菊糖苷[J]. 乳业科学与技术, 2023, 46(5): 27-32.

YUE H, TANG S, NING YL, *et al*. Determination of steviol glycosides in fermented milk by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Dairy Science and Technology, 2023, 46(5): 27-32.

1. 周文清. 高效液相色谱法检测运动饮料中甜菊糖苷[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(1): 161-164.

ZHOU WQ. Analysis steviol glycosides in sports drink by high performance liquid chromatography [J]. Food Research and Development, 2017, 38(1): 161-164.

1. 邱宇, 王亮亮, 孙逸清, 等. 高效液相色谱法同时快速测定调味品等中的9种甜菊糖苷类化合物[J]. 食品与发酵科技, 2023, 59(6): 142-149.

QIU Y, WANG LL, SUN YQ, *et al*. Simultaneous and rapid determination of nine stevia glycosides compounds in condiments by HPLC [J]. Food and Fermentation Science and Technology, 2023, 59(6): 142-149.

1. 张苹苹, 王立勋, 吉桂珍, 等. 高效液相色谱法同时测定甜叶菊中9种甜菊糖苷类化合物[J]. 中国食品添加剂, 2020, 31(6): 105-111.

ZHANG PP, WANG LX, JI GZ, *et al*. A Simultaneous determination of nine steviosides in stevia by high performance liquid chromatography [J]. China Food Additives, 2020, 31(6): 105-111.

1. 赵昕, 张静, 李东辉, 等. 高效液相色谱法同时检测水果加工品中18种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(20): 297-306.

ZHAO X, ZHANG J, LI DH, *et al*. Simultaneous determination of 18 kinds of food additives in processed fruits by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2024, 15(20): 297-306.