

高效液相色谱串联质谱法同时检测预制菜中14种甜味剂

王晓艳, 李 成, 闫 茜, 王佳新, 刘子夜, 刘美玉, 田思诺

Simultaneous Detection of 14 Sweeteners in Pre-Prepared Meals Using High-Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

WANG Xiaoyan, LI Cheng, YAN Xi, WANG Jiaxin, LIU Ziye, LIU Meiyu, and TIAN Sinuo

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024070005>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

王晓艳,李成,闫茜,等. 高效液相色谱串联质谱法同时检测预制菜中 14 种甜味剂 [J]. 食品工业科技, 2025, 46(10): 291–300. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024070005

WANG Xiaoyan, LI Cheng, YAN Xi, et al. Simultaneous Detection of 14 Sweeteners in Pre-prepared Dishes Using High-performance Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(10): 291–300. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024070005

· 分析检测 ·

高效液相色谱串联质谱法同时检测预制菜中 14 种甜味剂

王晓艳^{1,2}, 李 成², 闫 茜^{1,2}, 王佳新^{1,2}, 刘子夜^{1,2}, 刘美玉^{1,*}, 田思诺^{2,*}

(1. 河北工程大学生命科学与食品工程学院, 河北邯郸 056000;

2. 北京市农林科学院质量标准与检测技术研究所, 农业部农产品质量安全风险评估实验室(北京),
农产品产地环境监测北京市重点实验室, 北京 100097)

摘 要: 鉴于当前缺乏直接检测预制菜中甜味剂的有效方法, 本研究建立了一种高效液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)同时检测预制菜中 14 种甜味剂的分析方法。样品经 80% 甲醇水(pH3)超声提取 10 min, 以 4 ℃、8000 r/min 离心 5 min, 重复提取一次, 合并提取液进行旋蒸, 将旋蒸后的液体定容至 100 mL, 加入 5 mL 正己烷并混匀, 涡旋 2 min, 净化后上机, 经 ACQUITY HSS T3 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱分离, 以(A) 5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水溶液和(B) 5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇溶液为流动相进行梯度洗脱, 检测采用电喷雾负离子多反应检测模式。结果表明, 14 种甜味剂在各自线性浓度范围内, 线性关系良好, R^2 均大于 0.999, 检出限为 0.02~4.30 mg/kg, 定量限为 0.07~14.33 mg/kg。样品在三个添加水平(1、50.0、125.0 mg/kg)下的回收率在 86.2%~107.1% 之间, 且各水平的相对标准偏差(RSD)均小于 10% (n=6)。该方法高效便捷, 灵敏度高, 可用于预制菜中 14 种甜味剂的快速检测。

关键词: 液相色谱-串联质谱法, 预制菜, 甜味剂

中图分类号: TS202.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2025)10-0291-10

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2024070005

本文网刊:



Simultaneous Detection of 14 Sweeteners in Pre-prepared Dishes Using High-performance Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry

WANG Xiaoyan^{1,2}, LI Cheng², YAN Xi^{1,2}, WANG Jiaxin^{1,2}, LIU Ziye^{1,2}, LIU Meiyu^{1,*}, TIAN Sinuo^{2,*}

(1. School of Life Science and Food Engineering, Hengbei University of Engineering, Handan 056000, China;

2. Institute of Quality Standard and Testing Technology, Beijing Academy of Agriculture and Forestry Sciences, Risk Assessment Laboratory for Agro-products (Beijing), Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Beijing
Municipal Key Laboratory of Agriculture Environment Monitoring, Beijing 100097, China)

Abstract: In response to the existing methodological gap in direct analysis of sweeteners in ready-to-eat dishes, a novel HPLC-MS/MS-based analytical platform was systematically developed for simultaneous determination of 14 synthetic sweeteners (including acesulfame-K, saccharin, sucralose, etc.) in complex food matrices. This methodology was validated through multi-phase optimization involving matrix-matched calibration, gradient elution protocols, and triple quadrupole mass spectrometric detection. The samples were extracted with 80% methanol-water solution (pH3) under ultrasonic

收稿日期: 2024-07-02

基金项目: 北京市农林科学院科技创新能力建设专项(KJCX20240510)。

作者简介: 王晓艳(2000-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品加工与安全, E-mail: 2507734012@qq.com。

* 通信作者: 刘美玉(1968-), 女, 博士, 教授, 研究方向: 农产品精深加工, E-mail: lmy200751@163.com。

田思诺(1995-), 女, 博士, 助理研究员, 研究方向: 农产品质量安全与风险评估, E-mail: tiansn@iqstt.cn。

conditions for 10 minutes, followed by centrifugation at 8000 r/min for 5 minutes at 4 °C. The extraction process was repeated once, and the combined extract was concentrated by rotary evaporation. The concentrated liquid was then diluted to 100 mL, and 5 mL of n-hexane was added. After vortexing for 2 min and purification, the sample was analyzed. The separation process was facilitated by an ACQUITY HSS T3 chromatography column (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm), employing a gradient elution technique with two mobile phases: (A) 5 mmol ammonium acetate in 0.1% formic acid aqueous solution and (B) 5 mmol ammonium acetate in 0.1% formic acid methanol solution. For detection, the electrospray negative ion multiple reaction monitoring mode was utilized. The analysis revealed that the 14 sweeteners exhibited strong linear correlations within their respective concentration ranges, with R^2 values consistently exceeding 0.999. The detection limits spanned from 0.02 to 4.30 mg/kg, while quantification limits ranged between 0.07 and 14.33 mg/kg. During spiking tests conducted at concentrations of 1.0, 50.0, and 125.0 mg/kg, the recovery rates of the samples fell within the range of 86.2% to 107.1%, accompanied by relative standard deviations (RSD) of less than 10% (n=6). This method demonstrates effective purification, straightforward operation, and high sensitivity, ideal for rapid detection of 14 sweeteners in pre-prepared dishes.

Key words: liquid chromatography-tandem mass spectrometry; pre-prepared dishes; sweeteners

随着生活节奏的加快,消费者花费在食材准备上的时间变得越来越少,因此,方便食品行业在世界范围内实现了快速增长^[1]。在方便食品市场中,预制菜作为一种新兴的品类,逐渐受到消费者的青睐,其市场前景广阔^[2]。预制菜也称预制菜肴,是以一种或多种食用农产品及其制品为原料,使用或不使用调味料等辅料,不添加防腐剂,经工业化预加工(如搅拌、腌制、滚揉、成型、炒、炸、烤、煮、蒸等)制成,配以或不配以调味料包,符合产品标签标明的贮存、运输及销售条件,加热或熟制后方可食用的预包装菜肴^[3],具有方便快捷、营养丰富、样式繁多等特点^[4]。据统计,2022 年我国预制菜企业高达 6.4 万家,市场规模达到 4151.5 亿元人民币^[5]。并且销售预测表明,预制菜市场将在未来三到五年内继续以每年约 20% 的高增长率增长,预计到 2026 年将达到惊人的 10720 亿元人民币^[6]。市场监管总局等六部门于 2024 年 3 月共同发布通知,强化预制菜食品安全管理,以高标准推动产业健康发展^[7]。根据食品药品监管总局发布的 2019 年至 2020 年不合格样品检测数据来看,其中因食品添加剂的不当使用导致的不合格样品,在整体不合格样品中的占比高达 21%^[8]。甜味剂、着色剂和防腐剂是预制菜中使用较为普遍的几种添加剂^[9]。研究结果显示,预制菜中使用甜味剂的占比达 16.49%^[10]。一些研究表明,长期大量摄入甜味剂会对身体健康产生负面影响^[11],例如,甜味剂的使用与代谢综合征^[12]、心血管疾病^[13-14]和肾损伤^[15]等问题有关,此外,部分消费者对甜味剂过敏或对其成分不耐受^[16-17],这可能导致消化不良、头痛、过敏反应等症状^[18]。因此,甜味剂对消费者的危害不可忽视,但是目前未见关于预制菜中甜味剂的检测方法的报道。

由于甜味剂市场庞大且复杂,监管和执法部门在对甜味剂的检测和追溯方面面临一定的挑战^[19]。为了解决这些问题,需要加强相关技术研究和标准制定,提升检测方法的灵敏度和准确性,加强监管和执法力度,以确保甜味剂的安全性和合规性。目前,我

国甜味剂检测方法主要依赖于化学分析技术,如高效液相色谱法^[20-22]、气相色谱法^[23-25]等。这些方法存在一些局限性,如对特定甜味剂的检测灵敏度不高、抗干扰能力差、仅可测定一种或者几种简单的甜味剂混合物,很难满足多组分测定的需求等缺点,液相色谱-串联质谱具有高通量、高灵敏度、抗干扰能力强等优点,更适用于复杂基质的定性和定量检测。

本研究基于固相萃取-高效液相色谱串联质谱法,首次建立了对预制菜中 14 种常用甜味剂同时测定的分析方法,包括三氯蔗糖、安赛蜜、纽甜、甜菊糖苷、阿斯巴甜、罗汉果苷 V、甜蜜素、阿力甜、糖精钠、爱德万甜、柚皮甙二氢查尔酮、新橙皮苷二氢查尔酮和莱鲍迪甙 A、甘草酸。本方法在精密度高、准确度好的同时也兼具方便高效,具有较好的应用价值。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

16 批次的预制菜样品 北京本地市售,包括传统即烹热菜类(梅菜扣肉、鱼香肉丝、宫保鸡丁、糖醋里脊、卤肉、香菇滑鸡、茶树菇老鸭、锅包肉、麻辣小龙虾尾、蒜蓉小龙虾等)和轻食低脂类(日式黑椒、劲爽藤椒、粤式鸡汤、虾仁时蔬等);甜菊糖苷、甘草酸、罗汉果苷 V、糖精钠、安赛蜜、阿斯巴甜、三氯蔗糖、甜蜜素、纽甜、阿力甜、爱德万甜、柚皮甙二氢查耳酮、新橙皮苷二氢查耳酮、莱鲍迪甙 A 标准品 纯度>98%,均购自上海安谱实验科技股份有限公司;甲醇、乙腈、甲酸、乙酸铵 色谱纯,上海安谱实验科技股份有限公司。

LCMS-8060NX 高效液相色谱-串联质谱仪 日本岛津实验器材有限公司;Acquity UPLC HSS T3 柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm)、Waters Oasis HLB 固相萃取小柱 美国 Waters 公司;聚四氟乙烯(PTFE)滤膜 天津市津腾实验设备有限公司;3 K15 高速冷冻离心机 德国 SIGMA 离心机有限公司;VORTEX-5 漩涡混合器 海门市其林贝尔仪器

制造有限公司;KQ-300DE 超声振荡器 昆山市超声仪器有限公司;BCE223-1CCN 电子天平 赛多利斯科学仪器有限公司;R-300 旋转蒸发仪 瑞士步琦有限公司;Visiprep DL24 真空固相萃取装置、Milli-Q Direct8/16 超纯水机 上海默克化工技术有限公司;GM-1.0A 隔膜真空泵 天津市津腾试验设备有限公司;一次性注射器 上海安谱实验科技股份有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液配制 准确称量安赛蜜 10 mg、纽甜 10 mg、甜菊糖苷 10 mg、甘草酸 10 mg、阿斯巴甜 10 mg、罗汉果苷 V10 mg、甜蜜素 10 mg、阿力甜 10 mg、糖精钠 10 mg、爱德万甜 10 mg、三氯蔗糖 10 mg、柚皮甙二氢查耳酮 10 mg、莱鲍迪甙 A10 mg、新橙皮苷二氢查耳酮 10 mg 分别溶于 10 mL 纯水中配制成质量浓度为 1 mg/mL 的单标储备液,于-20 ℃ 避光保存。根据需要用流动相(5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水:5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇=9:1)逐级稀释,现配现用。

1.2.2 预制菜样品前处理 提取:准确称取 2 g 混合均匀的样品,加入 20 mL(pH3)的 80% 甲醇(甲醇:水=8:2)超声提取 10 min,以 4 ℃ 8000 r/min 离心 5 min,将上清液转移至 100 mL 容量瓶中,重复提取一次,合并提取液进行旋蒸,用纯水定容,另取一 50 mL 离心管,准确吸取定容液 10 mL,加入 5 mL 正己烷,涡旋 2 min,静置分层,待净化。

净化:依次用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱,准确移取下层提取液 5.0 mL 过柱,10 mL 甲醇洗脱,用离心管收集洗脱液并定容至 10 mL,准确吸取 0.1 mL 洗脱液定容至 1 mL,过 0.22 μm 滤膜后待上机测定。

1.2.3 液相色谱条件 柱温:40 ℃;流动相:(A) 5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水,(B)5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇;流速:0.30 mL/min;进样体积:2 μL;梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序
Table 1 Gradient elution program

时间(min)	流速(mL/min)	A(%)	B(%)
起始	0.3	90	10
1.00	0.3	50	50
1.01	0.3	20	80
3.00	0.3	20	80
3.01	0.3	0	100
4.00	0.3	0	100
4.50	0.3	90	10
5.50	0.3	90	10

1.2.4 质谱条件 采用电喷雾离子源(ESI)在负离子模式下进行扫描,设置离子源接口电压为-1 kV。雾化气使用氮气,流速设定为 3.0 L/min,干燥气同样使用氮气,流速为 10 L/min。碰撞气选择氦气。设置

表 2 优化的 14 种甜味剂的多反应监测参数
Table 2 Optimized multi-reaction monitoring parameters for 14 sweeteners

序号	化合物名称	保留时间 (min)	前体离子 (m/z)	产物离子 (m/z)	Q1Pre Bias(V)	CE (V)	Q3 Pre Bias(V)
1	甜菊糖苷	3.175	803.3	317.4*	20	61	22
				640.8	20	46	32
2	甘草酸	3.107	821.4	351.0*	32	39	25
				193.1	20	43	23
3	罗汉果苷V	2.642	1285.3	1285.5*	36	30	30
				1123.3	36	55	30
4	糖精钠	2.106	182.1	42.1*	30	24	15
				106.0	30	18	12
5	安赛蜜	1.819	162.1	82.1*	29	13	19
				78.0	27	30	26
6	阿斯巴甜	2.590	293.1	261.2*	16	12	24
				200.2	14	17	28
7	三氯蔗糖	2.544	394.9	358.9*	20	47	25
				35.0	29	13	10
8	甜蜜素	2.459	178.2	80.0*	29	25	18
				81.0	30	20	27
9	纽甜	3.036	377.2	200.0*	18	19	21
				230.3	18	21	25
10	阿力甜	2.711	330.1	312.0*	22	13	21
				295.3	16	18	14
11	爱德万甜	2.715	457.0	200.1*	16	20	21
				135.0	16	42	25
12	柚皮甙二氢查耳酮	2.602	581.0	167.0*	22	43	20
				273.1	22	32	19
13	新橙皮苷二氢查耳酮	2.617	611.1	303.1*	30	35	27
				124.9	30	43	25
14	莱鲍迪甙A	3.131	965.5	803.5*	22	36	40
				317.2	22	55	11

注: *为定量离子。

DL 温度为 250 ℃,加热模块温度为 400 ℃。在扫描过程中,应用多反应监测模式,并设定驻留时间为 15 ms,延迟时间为 3 ms。详细质谱分析参数见表 2。

1.2.5 方法学验证

1.2.5.1 线性范围、最低检出限、最低定量限 以 14 种甜味剂标准溶液的质量浓度(1~500 μg/L)为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线并通过 R² 值来评估标准曲线是否满足定量要求。以定量离子的 3 倍信噪比(S/N=3)为检出限(Limit of Detection, LOD),10 倍信噪比(S/N=10)为定量限(Limit of Quantitation, LOQ),测定各组分的检出限和定量限质量浓度^[26]。

1.2.5.2 精密度及回收率测试 为了验证本方法在

检测预制菜中甜味剂的可行性,选取空白样品做回收率实验,参考14种化合物定量限和国家标准,样品加入低、中、高三个浓度水平的14种人工及天然甜味剂混合标准溶液,按上述实验步骤进行处理和测定,连续3 d,每天选用不同预制菜,第一天所使用的预制菜样品为鱼香肉丝,第二天所使用的预制菜样品为卤肉,第三天所使用的预制菜样品为虾仁时蔬,每天进行6次重复实验,按照式(1)~式(3)计算其回收率及相对标准偏差(RSD)^[27]。

$$\text{回收率}(\%) = \frac{\text{加标后测量值}}{\text{加标量}} \times 100 \quad \text{式(1)}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad \text{式(2)}$$

$$\text{相对标准偏差}(\%) = \frac{\text{标准偏差}}{\text{平均值}} \times 100 \quad \text{式(3)}$$

式中: S 为样本标准偏差; x 为每个样品回收率; \bar{x} 为样品回收率均值; n 为实验重复次数。

1.2.5.3 基质效应 针对传统即烹热菜类和轻食低脂类两种预制菜类型,随机选择代表性预制菜样品香菇滑鸡、鱼香肉丝、卤肉、虾仁时蔬,按照上述样品前处理方法配制基质标准曲线,重复测定6次相应的空白基质标准工作液和对应浓度的标准品溶液的峰面积^[28-29],根据其标准曲线的斜率来计算基质效应,公式为:

$$\text{基质效应}(\%) = \frac{B}{A} \times 100 \quad \text{式(4)}$$

式中: A 为纯溶剂曲线斜率, B 为基质曲线斜率。

1.3 数据处理

LC-MS/MS 产生的原始数据首先通过设备配套的 Labsolution 软件进行处理,通过该软件自动识别和计算出各化学物质的峰面积,进而支持后续的定性与定量分析工作。将这些峰面积数据从原始结果中导出,并利用 Microsoft Excel 进行进一步的数值处理与计算。为了更直观地展示分析结果,采用 Origin 8.0 专业绘图软件对数据进行图形化呈现。为确保结果的准确性和可靠性,在样品的前处理优化过程中,回收率的计算均采用三个样品的平均值。评估回收率及实验的精密性,连续三天进行数据采集,每天均进行六次测量,并计算这些测量数据的峰面积相对标准偏差,以此来全面评估实验的稳定性和可靠性。

2 结果与分析

2.1 仪器条件优化

2.1.1 质谱条件的优化 在质谱参数优化过程中,采用直接进样的方式,对浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的 14 种甜味剂标准溶液分别进行全扫描。首先,在正、负离子模式下分别对各待测化合物进行初步分析,以确定最佳的电离方式和前体离子。随后,针对这些选定的前体离子,进行电压的精细调整,确保特征碎片离子信号达到最大化。基于优化结果,进一步筛选出信号强度

高、干扰小的两个离子对,作为最终的定性与定量依据。优化的质谱条件见表 2。

2.1.2 流动相优化 本研究对流动相进行了考察和优化。对比了 0.2% 甲酸水-甲醇、0.2% 甲酸水-乙腈、10 mmol 乙酸铵水-甲醇、10 mmol 乙酸铵水-乙腈、5 mmol 乙酸铵水-5 mmol 乙酸铵甲醇、10 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水-10 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇、5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水-5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇作为流动相时的分离效果和出峰效果,当 0.2% 甲酸水-乙腈、10 mmol 乙酸铵水-乙腈、0.2% 甲酸水-甲醇作为流动相时罗汉果苷 V、三氯蔗糖不出峰;当 10 mmol 乙酸铵水-甲醇作为流动相时三氯蔗糖不出峰;当 5 mmol 乙酸铵水-5 mmol 乙酸铵甲醇作为流动相时罗汉果苷 V 不出峰,三氯蔗糖、阿斯巴甜出峰效果较差;当 10 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水-10 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇作为流动相时 14 种化合物均有峰值出现,但糖精钠、安赛蜜、甜蜜素的响应较低。结果表明当使用乙腈作为有机溶剂时,罗汉果苷 V 和三氯蔗糖的出峰受到明显抑制。这可能是因为乙腈对罗汉果苷 V 和三氯蔗糖的溶解度或离子化状态不利,导致它们在质谱中的检测灵敏度降低。相比之下,使用甲醇作为有机溶剂时,虽然也存在三氯蔗糖不出现峰值的情况,但总体上出峰效



图1 14种甜味剂定量离子对的提取离子色谱图
Fig.1 Extracted ion chromatograms of 14 quantitative ion-pairing sweeteners

果优于乙腈。甲酸作为添加剂时,其浓度为 0.1% 的出峰效果优于其浓度为 0.2 时的出峰效果,主要是由于在负离子下模式高浓度的甲酸含量会抑制负离子的形成,低浓度的甲酸能够优化流动相的离子化环境和溶液性质,从而改善 14 种甜味剂的出峰效果。乙酸铵作为添加剂时,其高浓度对糖精钠、安赛蜜、甜蜜素出峰效果有显著影响,这可能是因为乙酸铵改变了溶液的离子强度和 pH,从而影响了甜味剂的离子化效率^[30],且乙酸铵浓度较大,长期使用会对仪器造成影响。实验最终采用 5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水-5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇作为流动相,此时,14 种甜味剂的分离度和响应最好,最佳流动相比比例和梯度条件见表 1。在此条件下化合物峰形尖锐,灵敏度较高,能够满足检测需求,结果见图 1。

2.2 样品前处理条件优化

2.2.1 提取溶剂的优化 通过查阅文献,本试验对比了 40% 甲醇水、60% 甲醇水、80% 甲醇水、50% 乙腈水^[31]、70% 乙醇水^[32] 作为提取溶剂时对回收率的影响,在预制菜样品(鱼香肉丝、香菇滑鸡、茶树菇老鸭)中加入质量浓度为 1 mg/L 的混合标准工作液,提取结果如图 2 所示,80% 甲醇水作为提取溶剂时整体回收率优于 40% 甲醇水、60% 甲醇水、50% 乙腈水、70% 乙醇水。有机溶剂能降低溶液的介电常数,减小溶剂的极性,从而削弱了溶剂分子与蛋白质分子间的相互作用力,导致蛋白质溶解度降低而沉淀^[33-34]。高浓度的有机溶剂能更有效地促进蛋白沉淀,避免絮状物的产生,从而提高后续检测的准确性和可靠性^[35],故选择 80% 甲醇水溶液作为化合物的提取液。

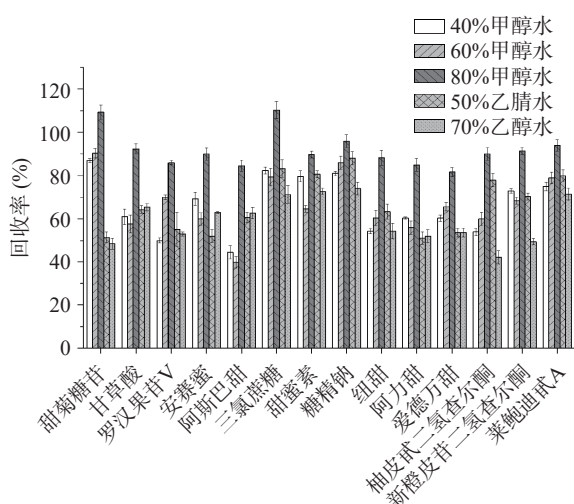


图 2 不同提取剂对 14 种甜味剂回收率的影响

Fig.2 Effect of different extraction agents on the recovery rate of 14 sweeteners

2.2.2 蛋白沉淀剂的优化 本试验对比了亚铁氰化钾与乙酸锌、乙酸锌、80% 甲醇作为蛋白沉淀剂对 14 种甜味剂回收率的影响,结果如图 3 所示,由

图 3 可以看出亚铁氰化钾与乙酸锌作为蛋白沉淀剂时对甘草酸、爱德万甜、新橙皮甙二氢查耳酮的回收率影响较大;当乙酸锌作为蛋白沉淀剂时甘草酸的回收率极差,据调查乙酸锌会与甘草酸发生反应,并可以通过特定的制备流程得到甘草锌^[35]。样品在 80% 甲醇水 4 ℃ 低温离心条件下,其蛋白质的沉淀效果最佳,14 种甜味剂回收率均高于 80%。由于使用的有机溶剂与水互溶,甲醇在溶解于水的同时从蛋白质分子周围的水化层中夺走水分子,破坏蛋白质分子的水膜,导致蛋白质发生沉淀^[33-34]。因此,选择 80% 甲醇水作为本试验蛋白沉淀剂。

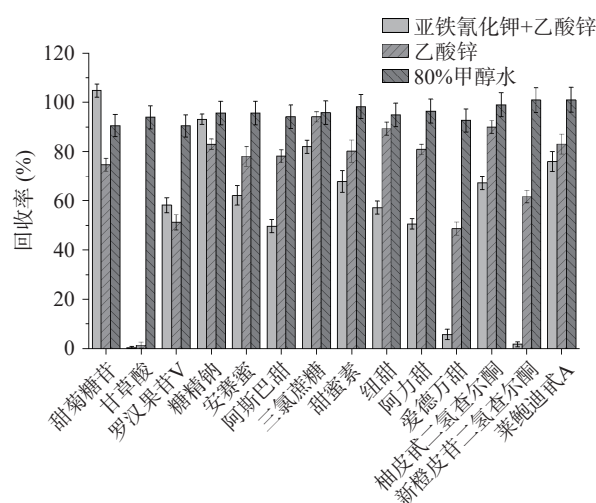


图 3 不同蛋白沉淀剂对 14 种甜味剂回收率的影响

Fig.3 Effect of different protein precipitants on the recoveries of 14 sweeteners

2.2.3 固相萃取小柱的优化 本试验对比了两种不同小柱对 14 种甜味剂回收率的影响,分别将 10 mL 浓度为 100 μg/L 的水溶液以流速小于 5 mL/min 通过 Agilent Captiva EMR 固相萃取小柱和 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱,使用甲醇洗脱,经上机检测后结果如图 4 所示,由图 4 可以看出,用 Waters HLB 固相萃取小柱的回收率整体优于

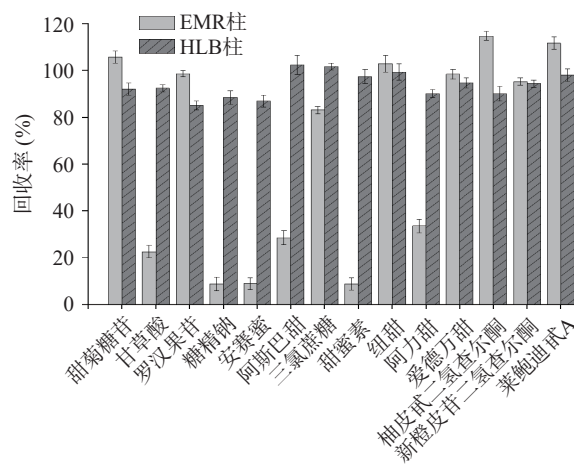


图 4 不同固相萃取小柱对 14 种甜味剂回收率的影响

Fig.4 Effect of different clean-up cartridges on the recoveries of 14 sweeteners

Agilent Captiva EMR 固相萃取小柱的回收率, Agilent Captiva EMR 固相萃取小柱甘草酸、糖精钠、安赛蜜、甜蜜素、阿斯巴甜和阿力甜的回收率均低于 50%。由于 Agilent Captiva EMR 固相萃取小柱的吸附机理主要基于疏水相互作用, 它对于极性化合物的吸附能力相对有限, 甘草酸、糖精钠、安赛蜜、甜蜜素、阿斯巴甜和阿力甜可能无法被有效地保留在吸附剂上, 导致保留效果不佳^[36-37]。Waters Oasis HLB 固相萃取小柱对 14 种甜味剂的良好保留效果得益于其高吸附容量、良好的化学稳定性、反相保留机理与极性捕获基团以及水浸润性等特点^[38-39]。因此, 最终选择 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱作为本试验的固相萃取小柱。

2.2.4 固相萃取方法的优化 设置三组不同实验对比提取液旋蒸处理和洗脱液用量对 14 种甜味剂回收率的影响。一组将浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的 80% 甲醇水溶液(pH3)旋蒸后以流速小于 5 mL/min 通过已活化过的 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱, 抽干后用 5 mL 甲醇洗脱; 二组将浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的 80% 甲醇水溶液(pH3)不经旋蒸直接以小于 5 mL/min 的流速通过活化过的 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱, 抽干后用 10 mL 甲醇洗脱; 三组将浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的 80% 甲醇水溶液(pH3)旋蒸后以流速小于 5 mL/min 通过活化过的 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱, 抽干后用 10 mL 甲醇洗脱; 经上机检测后结果如图 5 所示, 由图 5 可以看出, 用 10 mL 甲醇洗脱的回收率优于 5 mL, 旋蒸后的回收率优于不旋蒸的。当样品溶液中含有高比例的甲醇时, 甜味剂在溶液中的溶解度可能会增加, 导致其在通过固相萃取小柱时与填料的接触时间减少, 吸附能力下降。即使甜味剂被吸附在填料上, 由于甲醇的强极性, 甲醇可能会干扰洗脱溶剂与甜味剂之间的相互作用, 使得甜味剂难以从填料上完全解吸附下来^[40]。因此, 最终选择提取液旋蒸后用 10 mL 甲醇洗脱。

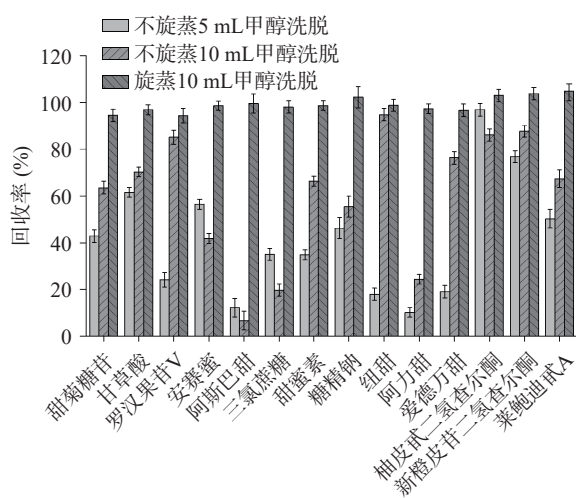


图5 旋蒸处理和洗脱液的量对 14 种甜味剂回收率的影响
Fig.5 Effect of spin evaporation and amount of eluent on the recoveries of 14 sweeteners

2.3 基质效应

基质效应(ME)是分析化学中的一个关键概念, 它描述了在分析过程中, 除目标分析物外, 样品中的其他成分对检测过程产生的干扰和影响。当基质效应(ME)的数值低于 80% 时, 表明存在基质抑制效应, 即样品中的非目标成分抑制了目标分析物的检测。相反, 当 ME 值介于 80%~120% 之间时, 表明基质效应相对不明显, 对目标分析物的检测影响较小。然而, 当 ME 值超过 120% 时, 这意味着存在基质增强效应, 即样品中的其他成分可能增强了目标分析物的检测信号^[41]。

预制菜样品作为一种复杂的基质, 其内部含有多种成分, 如油脂、蛋白质、色素、维生素及矿物质等。这些成分在检测过程中可能会对目标分析物产生不同程度的干扰, 从而影响分析结果的准确性。因此, 在进行预制菜样品的分析时, 需要充分考虑到基质效应的影响, 并采取相应的措施来减少其干扰, 确保分析结果的可靠性和准确性。实验中所使用预制菜样品(香菇滑鸡、鱼香肉丝、卤肉、虾仁时蔬)包含高糖、高油脂、高盐、高蛋白、高色素、高膳食纤维等食品基质, 可以代表预制菜的复杂基质。本研究预制菜样品经过前处理后基质效应明显降低, 基质效应见图 6。14 种甜味剂的基质效应均在 80%~120% 范围内。因此, 本实验选用溶剂标准溶液外标法进行定量分析。

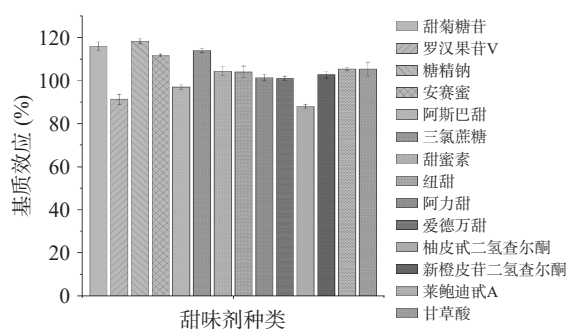


图6 14 种甜味剂的基质效应
Fig.6 Matrix effects of 14 sweeteners

2.4 方法学验证

2.4.1 方法线性范围、检出限、定量限 如表 3 所示, 14 种化合物在各自线性范围内的线性关系良好, 决定系数均大于 0.999, 检出限在 0.02~4.30 mg/kg 之间, 定量限在 0.07~14.33 mg/kg 之间, 结果表明该方法具有较高的灵敏度。

2.4.2 回收率与精密度 样品在三个添加水平(1.0、50.0、125.0 mg/kg)下的回收率在 86.2%~107.1% 之间, 相对标准偏差(RSD)均小于 10%, 详见表 4。以上结果表明本研究建立的 LC-MS/MS 定量分析方法有良好的准确性和精密度。

2.5 方法对比

将本文建立的方法与国标进行对比, 详见

表 3 14 种甜味剂的线性范围、回归方程、决定系数、检出限和定量限

Table 3 Linear ranges, regression equations, determination coefficient, limit of detection, and limits of quantification for 14 sweeteners

序号	化合物名称	标准曲线	决定系数(R^2)	线性范围($\mu\text{g/L}$)	LOD(mg/kg)	LOQ(mg/kg)
1	甜菊糖苷	$y=473.17x-909.94$	0.9998	5~500	0.20	0.70
2	甘草酸	$y=961.74x+353.66$	1.0000	1~500	0.11	0.37
3	罗汉果苷V	$y=154.95x+1007.6$	0.9996	10~500	4.30	14.33
4	糖精钠	$y=634.42x+2152.6$	0.9992	10~500	0.07	0.23
5	安赛蜜	$y=5825.5x+12438$	0.9997	1~500	0.01	0.03
6	阿斯巴甜	$y=3147.6x+5707.4$	0.9997	5~500	0.42	1.39
7	三氯蔗糖	$y=64.954x+105.44$	0.9992	5~100	0.58	1.94
8	甜蜜素	$y=3913.4x+12697$	0.9995	1~500	0.10	0.34
9	纽甜	$y=5512.9x+634.81$	0.9997	1~500	0.05	0.15
10	阿力甜	$y=30233x+12080$	0.9991	1~500	0.34	1.13
11	爱德万甜	$y=1584.8x+861.84$	0.9993	10~500	0.97	3.33
12	柚皮甙二氢查耳酮	$y=208.29x+1131$	0.9998	25~500	1.03	3.47
13	新橙皮苷二氢查耳酮	$y=14739x+6313$	0.9997	10~500	0.02	0.07
14	莱鲍迪甙A	$y=299.53x+217.45$	0.9995	10~500	0.17	0.57

表 4 14 种甜味剂的回收率和精密度($n=6$)

Table 4 Recovery and precision of 14 sweeteners ($n=6$)

化合物名称	添加质量浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	日内 RSD(%)	日间 RSD(%)
甜菊糖苷	1.0	93.56	8.13	9.68
	50.0	96.96	3.20	3.01
	125.0	102.42	2.53	2.63
甘草酸	1.0	95.34	8.87	8.49
	50.0	93.20	5.95	5.73
	125.0	95.29	9.83	6.11
罗汉果苷V	1.0	94.21	8.49	3.59
	50.0	102.50	1.83	8.01
	125.0	101.09	0.39	3.66
糖精钠	1.0	96.33	8.27	6.16
	50.0	96.08	6.59	5.55
	125.0	95.12	4.17	1.80
安赛蜜	1.0	99.66	6.81	6.16
	50.0	96.44	6.71	6.05
	125.0	91.88	6.99	1.19
阿斯巴甜	1.0	96.83	8.35	8.93
	50.0	90.89	4.56	3.91
	125.0	86.16	2.93	2.46
三氯蔗糖	1.0	92.42	9.68	5.13
	50.0	89.45	9.63	3.77
	125.0	99.68	3.66	3.12
甜蜜素	1.0	96.44	6.84	6.54
	50.0	94.58	8.41	7.27
	125.0	94.40	6.70	1.59
纽甜	1.0	90.64	9.76	7.57
	50.0	98.68	9.77	0.32
	125.0	101.25	4.47	4.48
阿力甜	1.0	94.47	9.97	6.68
	50.0	93.80	6.77	3.42
	125.0	96.45	2.19	5.32
爱德万甜	1.0	95.51	4.71	6.89
	50.0	95.66	7.38	5.73
	125.0	98.65	1.45	3.96
柚皮甙二氢查耳酮	1.0	96.42	9.46	6.19
	50.0	98.43	4.77	2.40
	125.0	88.58	3.00	5.77
新橙皮苷二氢查耳酮	1.0	95.00	6.59	8.29
	50.0	94.88	4.60	3.00
	125.0	92.99	3.81	5.18
莱鲍迪甙A	1.0	93.24	7.82	6.89
	50.0	102.92	8.87	5.49
	125.0	107.08	1.94	2.99

表 5 甜味剂检测方法标准与本方法对比

Table 5 Comparison between standards for sweetener testing methods and this method

参考方法	检测甜味剂种类	方法	检测时间 (min)	检出限 (mg/kg)
GB/T 22248-2008	甘草酸	液相色谱法	15	1.00
GB 5009.28-2016	糖精钠	液相色谱法	20	5.00
GB 5009.140-2023	安赛蜜	液相色谱法	20	0.60
		气相色谱法	10	10.00
GB 5009.97-2023	甜蜜素	液相色谱法	10	10.00
		液相色谱串联质谱法	10	0.03
		液相色谱法	26	7.50~10.0
GB 5009.298-2023	三氯蔗糖	液相色谱串联质谱法	7	0.30~1.00
GB 5009.263-2016	阿斯巴甜、阿力甜	液相色谱法	14	1.00~5.00
GB 5009.247-2016	纽甜	液相色谱法	30	0.20
SN/T 3538-2013	安赛蜜、糖精钠、甜蜜素、阿斯巴甜、阿力甜、纽甜	液相色谱串联质谱法	15	0.01~1.00
本方法	甜菊糖苷、甘草酸、罗汉果苷V、糖精钠、安赛蜜、阿斯巴甜、三氯蔗糖、甜蜜素、纽甜、阿力甜、爱德万甜、柚皮甙二氢查耳酮、新橙皮苷二氢查耳酮、莱鲍迪甙A	液相色谱串联质谱法	5.5	0.02~4.30

表 5。由表 5 可以看出,本方法在 5.5 min 内同时检测出样品中 14 种甜味剂,相较于国标在较长时间内检测出样品中 1~6 种甜味剂具有明显优势,且检出限水平明显低于多数国标,表明本方法具有高效、灵敏度高的特点。同时本方法所采用的基质为当前国家标准中尚未涵盖的预制菜,因此,本方法在基质选择层面上更有优势。

2.6 实际样品检测

在市场上随机抽检具有代表性的预制菜样品,

表 6 实际样品的测定结果

Table 6 Measurement results of actual samples

样品 序号	甜菊糖苷 (mg/kg)	甘草酸 (mg/kg)	罗汉果苷V (mg/kg)	糖精钠 (mg/kg)	安赛蜜 (mg/kg)	阿斯巴甜 (mg/kg)	三氯蔗糖 (mg/kg)	甜蜜素 (mg/kg)	纽甜 (mg/kg)	阿力甜 (mg/kg)	爱德万甜 (mg/kg)	柚皮甙 二氢查尔酮 (mg/kg)	新橙皮苷 二氢查尔酮 (mg/kg)	莱鲍迪武A (mg/kg)
1	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
2	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
3	<0.20	18.02	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
4	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	37.52	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
5	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
6	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
7	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	4.05	204.55	<0.58	11.29	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
8	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
9	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	39.57	<0.58	10.45	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
10	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	40.27	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
11	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
12	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	3.53	197.08	<0.58	9.61	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
13	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
14	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
15	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17
16	<0.20	<0.11	<4.30	<0.07	<0.01	<0.42	<0.58	<0.10	<0.05	<0.34	<0.97	<1.03	<0.02	<0.17

包括传统即烹热菜类和轻食低脂类,共计 16 份。检测结果显示,普通预制菜中甘草酸的检出率为 8.33%,含量为 18.02 mg/kg;安赛蜜的检出率为 16.67%,含量为 3.53~4.05 mg/kg;阿斯巴甜的检出率为 41.6%,含量为 37.52~204.55 mg/kg;甜蜜素的检出率为 25.0%,含量为 9.61~40.27 mg/kg;轻食低脂预制菜中均未检出,详见表 6。实际样品分析结果显示,预制菜中存在安赛蜜、甜蜜素、阿斯巴甜和甘草酸的检出,然而,现行的技术标准或法规体系中,并未就该甜味剂在预制菜中的具体检出限量或允许浓度范围设定明确的界定标准。因此,本方法在基质选择层面上更全面。

3 结论

目前甜味剂检测方法存在对特定甜味剂的检测灵敏度不高、无法同时检测多种甜味剂的局限性。本研究首次建立了固相萃取结合液相色谱串联质谱法同时检测预制菜中 14 中甜味剂的分析测定方法,本实验的最佳前处理条件为:流动相为 5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸水-5 mmol 乙酸铵 0.1% 甲酸甲醇;萃取溶剂为 80% 甲醇水;提取液旋蒸后过柱,萃取小柱为 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱;洗脱剂用量为 10 mL;沉淀蛋白采用有机溶剂低温离心。在最优条件下,14 种化合物在其线性范围内线性关系良好,决定系数均大于 0.999,检出限为 0.02~4.30 mg/kg,定量限为 0.07~14.33 mg/kg,在 1.0、50.0、125.0 mg/kg 添加水平下,样品的回收率在 86.2%~107.1%,RSD 均小于 10%。以上结果表明本研究建立的 LC-MS/MS 定量分析方法有良好的准确性和精密度,可用于预制菜中 14 种甜味剂的快速检测。与国标相比本方法在检测时间和检测甜味剂种类方面具有明显的优势。本研究有助于监管部门更全面地掌握食品中的甜味剂情况,从而更好地监督和管理食品市场,确保食品安全和合规。

© The Author(s) 2025. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

参考文献

- [1] XIONG Y L, LIN X X, WEN X W, et al. The analysis of residents' intention to consume pre-made dishes in China: A grounded theory[J]. *Foods*, 2023, 12(20): 3798.
- [2] 李泽坤, 李林强, 刘永峰. 肉类预制菜研究现状及其化学安全性的控制策略[J]. *肉类研究*, 2022, 36(9): 58-64. [LI Z K, LI L Q, LIU Y F. Status quo of prepared meat dishes and their chemical safety control strategies[J]. *Meat Research*, 2022, 36(9): 58-64.]
- [3] 张一鸣, 王志波, 贾俊杰, 等. 以社会共治促进预制菜产业健康发展的策略研究[J/OL]. *粮油食品科技*: 1-8[2024-08-29]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3863.TS.20240827.1627.038.html>. [ZHANG Y M, WANG Z B, JIA J J, et al. Research on the strategy of promoting the healthy development of prefabricated food industry through social co-governance[J/OL]. *Science and Technology of Cereals, Oils and Foods*: 1-8[2024-08-29]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3863.TS.20240827.1627.038.html>.]
- [4] 徐兴利, 黄家伟. 加强预制菜食品安全监管 促进产业高质量发展[J]. *食品界*, 2024(5): 16-18. [XU X L, HUANG J W. Strengthening the food safety supervision of prefabricated dishes and promoting the high-quality development of the industry[J]. *Food Industry*, 2024(5): 16-18.]
- [5] 赵超凡, 陈树俊, 李文兵, 等. 预制菜产业发展问题分析[J]. *现代食品科技*, 2023, 39(2): 104-109. [ZHAO C F, CHEN S J, LI W B, et al. Analysis of Issues in the development of the pre-prepared dishes sector[J]. *Modern Food Science and Technology*, 2023, 39(2): 104-109.]
- [6] YI B, XU H Y. Research and development status of prepared foods in China: A review[J]. *Applied Sciences*, 2023, 13(14): 7998.
- [7] 孙永立. 关注预制菜新规: 市场监管解读详情[J]. *中国食品工业*, 2024(6): 18-20. [SUN Y L. Paying attention to the new regulations on prefabricated dishes: interpretation of market supervision details[J]. *China Food Industry*, 2024(6): 18-20.]
- [8] 王琳, 田恒旗, 吴佳蓓, 等. 2019 年—2020 年全国食品安全监督抽检情况分析[J]. *中国卫生检验杂志*, 2022, 32(8): 897-900.

- [WANG L, TIAN H Q, WU J B, et al. Analysis of national food safety supervision and sampling inspection from 2019 to 2020[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Science, 2022, 32(8): 897–900.]
- [9] 王警, 郑娟梅, 王海波, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时检测非蛋白饮料中 30 种食品添加剂[J]. 食品工业科技, 2020, 41(18): 204–211. [WANG J, ZHENG J M, WANG H B, et al. Simultaneous determination of 30 food additives in non-protein beverages by High Performance Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry[J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(18): 204–211.]
- [10] 杨娜莉. 食品添加剂在预制菜中的规范使用[J]. 保鲜与加工, 2024, 24(5): 118–123. [YANG N L. Regulated use of food additives in prepared dishes[J]. Storage and Process, 2024, 24(5): 118–123.]
- [11] 王思睿, 全涛. 甜味剂与人体健康的研究进展[J/OL]. 食品与发酵工业: 1–10[2024-08-27]. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.039359>. [WANG S R, TONG T. Progress of research on sweeteners and human health[J/OL]. Food and Fermentation Industries: 1–10[2024-08-27]. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.039359>.]
- [12] GÓMEZ-FERNÁNDEZ A R, SANTACRUZ A, JACOBO VELÁZQUEZ D A. The complex relationship between metabolic syndrome and sweeteners[J]. Journal of Food Science, 2021, 86(5): 1511–1531.
- [13] SHIL A, ZHANG J, CHICHGER H. Investigating the use and awareness of artificial sweeteners among diabetic patients in Bangladesh[J]. PLoS One, 2023, 18(12): e0295272.
- [14] FERNÁNDEZ-RUIZ I. Artificial sweetener linked to higher CVD risk[J]. Nature Reviews Cardiology, 2023, 20(5): 283.
- [15] LIU M Y, YANG S S, YE Z L, et al. Tea consumption and new-onset acute kidney injury: The effects of milk or sweeteners addition and caffeine/coffee[J]. Nutrients, 2023, 15(9): 2201.
- [16] BARBERIS N. Anaphylaxis; Idiopathic no more, bittersweet, a rare food allergy to an artificial sweetener[J]. Annals of Allergy, Asthma & Immunology, 2023, 131(5): S170.
- [17] YAMASHITA H, MATSUHARA H, MIOTANI S, et al. Artificial sweeteners and mixture of food additives cause to break oral tolerance and induce food allergy in murine oral tolerance model for food allergy[J]. Clinical & Experimental Allergy, 2017, 47(9): 1204–1213.
- [18] 吴鹏, 张成云, 朱旭丽, 等. 人工甜味剂对人体的影响及国内外标准现状探讨[J]. 食品科学, 2024, 45(15): 383–392. [WU P, ZHANG C Y, ZHU X L, et al. The influence of artificial sweetener on human body and the status quo of domestic and foreign standards[J]. Food Science, 2024, 45(15): 383–392.]
- [19] 张莉莉, 张玉玉, 聂少平, 等. 食品功能性配料产业现状与发展趋势[J]. 中国食品学报, 2024, 24(5): 41–57. [ZHANG L L, ZHANG Y Y, NIE S P, et al. The current status and trends in the functional food ingredients industry[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2024, 24(5): 41–57.]
- [20] KOKOTOU M G, THOMAIDIS N S. Characterization of the retention of artificial sweeteners by hydrophilic interaction liquid chromatography[J]. Analytical Letters, 2017, 51(12): 49–72.
- [21] 薛昆鹏, 俞灵钰, 任兴发, 等. 基于新型亲水型 C₁₈ 色谱柱的高效液相色谱法测定食品中 3 种防腐剂及 2 种甜味剂[J]. 中国食品卫生杂志, 2023, 35(10): 1448–1453. [XUE K P, YU L Y, REN X F, et al. Determination of three preservatives and two sweeteners in food by highperformance liquid chromatography based on a new hydrophilic C18 column[J]. China Journal of Food Hygiene, 2023, 35(10): 1448–1453.]
- [22] 钟菲菲, 雷德卿, 周金沙, 等. 高效液相色谱法检测药品糖浆剂中 4 种人工合成甜味剂[J]. 食品与机械, 2022, 38(7): 75–79.
- [ZHONG F F, LEI D Q, ZHOU J S, et al. Determination of four kinds of illegally-added artificial sweeteners in syrups by high performance liquid chromatography[J]. Food & Machinery, 2022, 38(7): 75–79.]
- [23] 何亚芬, 徐明生, 黄道明, 等. 气相色谱法同时检测食品中 9 种常见食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(14): 5684–5692. [HE Y F, XU M S, HUANG D M, et al. Detection of 9 kinds of common food additives in food by gas chromatography[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2021, 12(14): 5684–5692.]
- [24] 何亚芬. 气相色谱法同时检测食品中 9 种常见食品添加剂方法的建立与应用[D]. 南昌: 江西农业大学, 2020. [HE Y F. Establishment and application of gas chromatography method for simultaneous detection of nine common food additives in food[D]. Nanchang: Jiangxi Agricultural University, 2020.]
- [25] HASHEMI M, HABIBI A, JAHANSHAH N. Determination of cyclamate in artificial sweeteners and beverages using headspace single-drop microextraction and gas chromatography flame-ionisation detection[J]. Food Chemistry, 2010, 124(3): 1258–1263.
- [26] 蒋舒帆, 何燕, 李备, 等. UPLC-MS/MS 法测定 22 种农产品中杀螺胺乙醇胺盐残留[J]. 分析测试学报, 2024, 43(2): 278–284. [JIANG S F, HE Y, LI B, et al. Determination of niclosamide-olamine residue in 22 kinds of agricultural products by UPLC-MS/MS[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2024, 43(2): 278–284.]
- [27] 李海霞, 陈克云, 鞠香, 等. 分散固相萃取-气相色谱-三重四级杆串联质谱法测定肉制品中 15 种有机磷酸酯[J/OL]. 现代食品科技: 1–9[2024-08-29]. <https://doi.org/10.13982/j.mfst.1673-9078.2024.10.1096>. [LI H X, CHEN K Y, JU X, et al. Determination of 15 organophosphate esters in meat products by dispersive solid phase extraction-gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry[J]. Modern Food Science and Technology: 1–9[2024-08-29]. <https://doi.org/10.13982/j.mfst.1673-9078.2024.10.1096>.]
- [28] 刘彤彤, 梁瑞强, 韩伟娜, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定肉制品中的虾过敏原[J]. 食品工业科技, 2023, 44(6): 292–299. [LIU T T, LIANG R Q, HAN W N, et al. Determination of shrimp allergens in meat products by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(6): 292–299.]
- [29] 龚蕾, 韩智, 彭青枝, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时检测肉制品中 17 种合成色素的含量[J]. 食品工业科技, 2023, 44(21): 309–315. [GONG L, HAN Z, PENG Q Z, et al. Determination of 17 kinds of synthetic colorants in meat products by UPLC-MS/MS[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(21): 309–315.]
- [30] 万娜, 潘永波, 梁晓涵, 等. 快速过滤型净化结合超高效液相色谱-串联质谱法同时测定鸡蛋中 38 种杀菌剂类农药残留[J]. 食品工业科技, 2023, 44(17): 324–333. [WAN Na, PAN Yongbo, LIANG Xiaohan, et al. Simultaneous determination of 38 fungicide pesticide residues in eggs by rapid filtration purification combined with ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(17): 324–333.]
- [31] 郑娟梅, 莫紫梅, 王警, 等. 液相色谱-串联质谱法同时检测

- 糕点中 31 种食品添加剂[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(4): 70–80. [ZHENG J M, MO Z M, WANG J, et al. Simultaneous determination of 31 food additives in pastries with liquid performance chromatography-tandem mass spectrometry[J]. China Food Additives, 2021, 32(4): 70–80.]
- [32] 赖明芝. 焙烤食品中甘草酸和单辛酸甘油酯检测方法的研究[D]. 湛江: 广东海洋大学, 2021. [LAI M Z. Research on the determination of glycyrrhizinate and glycerin monocaprylate in bakery products[D]. Zhanjiang: Guangdong Ocean University, 2021.]
- [33] 刘彤, 秦伟捷, 杨洪军. 基于蛋白质沉淀的药物靶点筛选方法的研究进展[J]. 色谱, 2024, 42(7): 613–622. [LIU T, QIN W J, YANG H J. Research progress on drug target screening methods based on protein precipitation[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2024, 42(7): 613–622.]
- [34] 董睿方, 夏元铮, 孔令义. 基于蛋白质组学无修饰天然产物靶点鉴定技术[J]. 药学学报, 2023, 58(8): 2000–2015. [DONG Ruifang, XIA Yuanzheng, KONG Lingyi. Proteomics-based target identification of unmodified natural products[J]. Acta Pharmaceutica Sinica, 2023, 58(8): 2000–2015.]
- [35] 季浩, 李正阳, 刘佳, 等. 一种利用甘草酸粉制备甘草锌的方法[P]. 江苏省: CN202111651694.1, 2022-05-06. [JI H, LI Z Y, LIU J, et al. Method for preparing zinc with licorice by using glycyrrhizic acid powder[P]. Jiangsu Province: CN202111651694.1, 2022-05-06.]
- [36] 邱巧丽, 潘胜东, 王立, 等. 基于 EMR-Lipid 分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定牛肉中 17 种全氟烷基化合物[J]. 色谱, 2024, 42(11): 1032–1041. [QIU Q L, PAN S D, WANG L, et al. Simultaneous determination of 17 perfluoroalkyl compounds in beef based on EMR-lipid dispersive solid phase extraction-ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2024, 42(11): 1032–1041.]
- [37] 李海霞, 陈克云, 鞠香, 等. 分散固相萃取-气相色谱-三重四级杆串联质谱法测定肉制品中 15 种有机磷酸酯[J]. 现代食品科技, 2024, 40(10): 379–388. [LI H X, CHEN K Y, JU X, et al. Determination of 15 organophosphates in meat products by dispersive solid-phase extraction-gas chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry[J]. Modern Food Science and Technology, 2024, 40(10): 379–388.]
- [38] 李榕, 闫芋君, 刘隆兴, 等. 固相萃取技术应用于检测保健食品中非法添加化学药的研究进展[J]. 核农学报, 2024, 38(7): 1343–1354. [LI R, YAN Y J, LIU X L, et al. Research progress on the application of solid-phase extraction technology in the detection of illegally added chemical drugs in health foods[J]. Journal of Nuclear Agricultural Sciences, 2024, 38(7): 1343–1354.]
- [39] RIGI M R, FARAHBAKHS M, REZAEI K. Use of solid phase extraction with hydrophilic-lipophilic balance (HLB) cartridge as the appropriate option for metribuzin extraction from contaminated soils[J]. Journal of the Brazilian Chemical Society, 2015, 26(1): 156–164.
- [40] RAEKE J, LECHTENFELD O J, WAGNER M, et al. Selectivity of solid phase extraction of freshwater dissolved organic matter and its effect on ultrahigh resolution mass spectra[J]. Environmental Science: Processes & Impacts, 2016, 18(7): 918–927.
- [41] 戴尽波, 沈洁, 董文静, 等. 微量 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法检测凉茶中 59 种非法添加化学药物[J]. 食品工业科技, 2024, 45(6): 242–253. [DAI J B, SHEN J, DONG W J, et al. Determining the 59 chemical drugs illegally added in herbal tea by a Micro-QuEChERS-based UPLC-MS/MIS[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(6): 242–253.]