Application News

No. C121

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

使用三重四极杆 LC/MS/MS 同时分析九种甜味剂

Simultaneous Analysis of Nine Sweeteners Using Triple Quadrupole LC/MS/MS (LCMS-8040)

日本食品卫生法中将糖精钠、阿斯巴甜、三氯蔗糖、安赛蜜等人工合成甜味剂作为指定添加物，并且对允许使用甜味剂的食品及使用量规定了使用标准。

而对于日本以外的地区生产的食品中添加的甜蜜素等物质，因为在日本国内属于非指定添加物，所以需要对特定的进口食品进行检查。

根据当前需要，在多种甜味剂的分析中，不仅要对法律指定的甜味剂进行定量分析，对于非指定添加物也要进行测定。

本文向您介绍使用高效液相色谱-三重四极杆质谱联用仪 LCMS-8040 同时分析九种属于指定添加物及非指定添加物的人工合成甜味剂的示例。

标准溶液的分析

Analysis of a Standard Mixture

图 1 为分别注入 10 ng/mL 九种混合标准溶液 5 µL 后得到的色谱图；图 2 为定量下限附近的色谱图；表 1 为分析条件；表 2 为各化合物的保留时间、标准曲线范围以及相关系数。

由此可知，标准点采用准确度在 100 ± 20 %以内、峰面积重复性（%RSD）为 20 %以内的点时，所有化合物的相关系数均在 0.997 以上，说明线性良好。

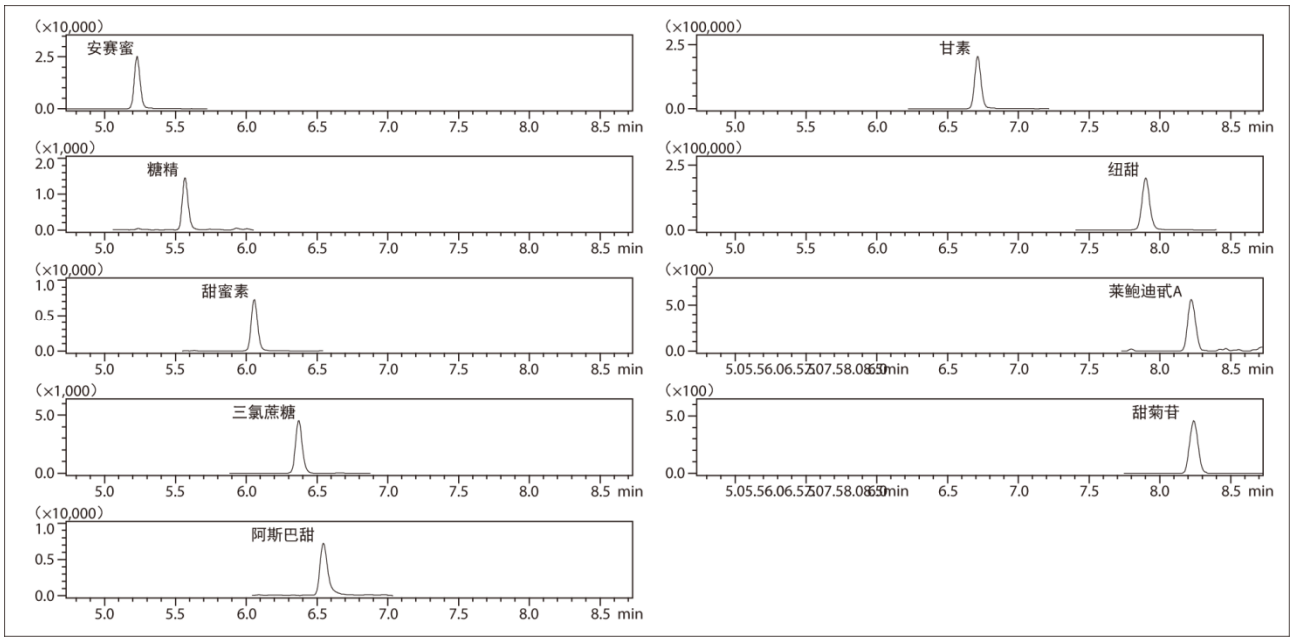

图 1　10 ng/mL 九种甜味剂混合标准样品的色谱图
Chromatograms from a 10 ng/mL Standard Mixture of Nine Sweeteners

表 1　分析条件
Analytical Conditions

色谱柱	:	Unison UK-C18 (150 mmL. × 3.0 mm I.D., 3.0 µm)
流动相	:	A 5 mmol/L 甲酸铵- 水
	:	B 甲醇
时间程序	:	B conc 0 % (0.0-2.0 min) → 70 % (4.5 min) → 90 % (8.0-12.0 min) → 0 % (12.01-15.0 min)
流速	:	0.2 mL/min
柱温	:	40 ˚C
进样体积	:	5 µL
离子源电压	:	+ 4.5 kV (ESI-正离子模式) / - 3.5 kV (ESI-负离子模式)
DL 温度	:	300 ˚C
加热模块温度	:	500 ˚C
雾化气流速	:	3 L/min
干燥气流速	:	15 L/min

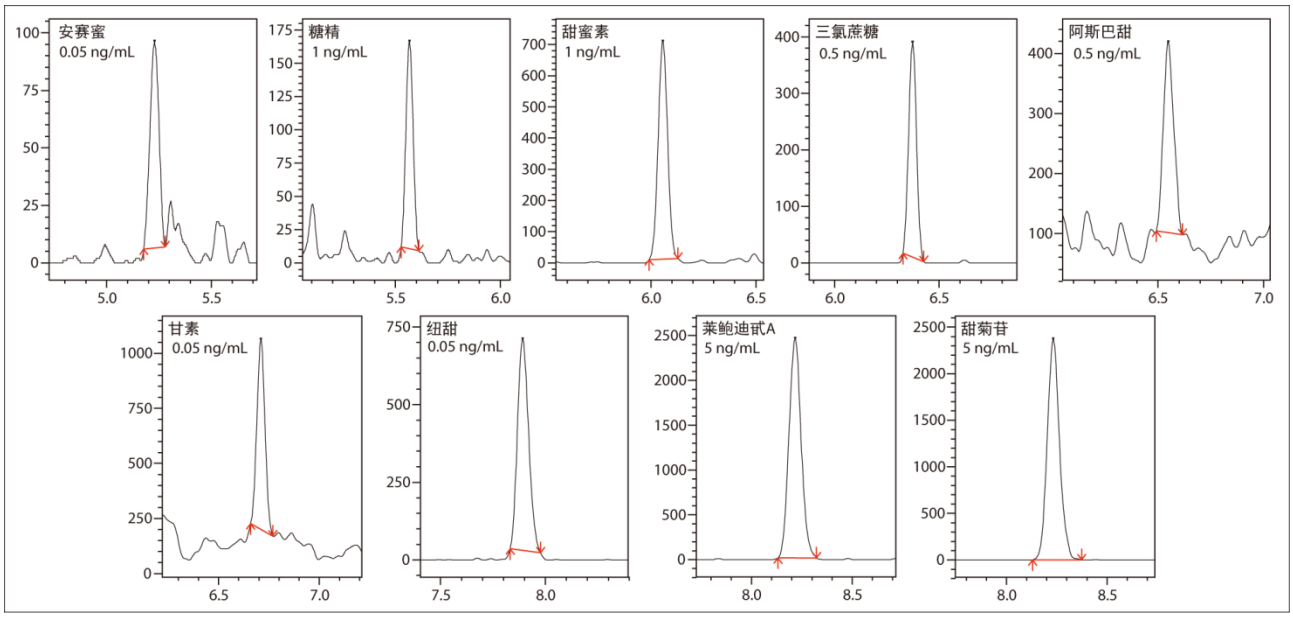

图 2　九种甜味剂定量下限附近的色谱图
Chromatograms of Nine Sweeteners at Around LLOQ

表 2　九种甜味剂成分的线性
Linearity of Nine Sweeteners

化合物名称	极性	离子对	保留时间（min）	标准曲线范围（ng/mL）	相关系数
安赛蜜	-	162.00 > 82.10	5.228	0.05 - 100	0.997
糖精	-	182.00 > 42.00	5.561	1 - 100	0.999
甜蜜素	-	178.00 > 80.00	6.057	1 - 100	0.998
三氯蔗糖	+	413.90 > 199.00	6.370	0.5 - 500	0.999
阿斯巴甜	-	293.10 > 261.10	6.543	0.5 - 1000	0.999
甘素	+	181.20 > 108.10	6.712	0.05 - 10	0.999
纽甜	+	379.10 > 172.20	7.898	0.05 - 1000	0.999
莱鲍迪甙 A	-	965.30 > 803.40	8.220	5 - 1000	0.999
甜菊苷	+	822.30 > 319.20	8.238	5 - 1000	0.999

实测样品的回收率
Recovery from Actual Samples

向使用透析法进行了预处理（图 3）的食品（咖喱酱、艾糕、软蛋糕）添加七种甜味剂，确认基质效应。表 3 为各样品的加样回收率。仅甘素是将透析外液稀释 1000 倍后计算加样回收率，其他化合物是将透析外液稀释 100 倍后计算加样回收率。由表可知，所有样品均得到了 82～125 %的良好回收率。

表 3　七种甜味剂的加样回收率
Recovery of Seven Added Sweeteners

化合物名称	添加浓度	回收率（%）		
		咖喱酱	艾糕	巧克力蛋糕
安赛蜜	5 μg/mL	100.8	94.2	93.7
糖精		97.0	87.7	88.3
甜蜜素		99.6	89.3	92.0
三氯蔗糖		96.2	89.6	82.6
阿斯巴甜		94.0	89.4	87.2
甘素		110.2	99.5	99.5
纽甜		122.5	106.9	110.0

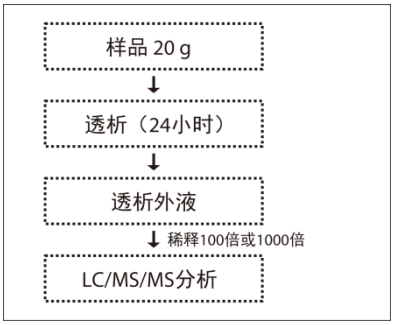

图 3　预处理的操作流程
Workflow of Pretreatment

在编写本应用报告之际，承蒙一般社团法人东京都食品卫生协会提供的样品及给予的大力协助，在此深表感谢。

岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司
http://www.shimadzu.com.cn
用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明:
＊本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
＊本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2016 年 3 月