

# LC-MS/MS 法测定食品中爱德万甜含量

LCMSMS-691

**摘要：**本文参照 BJS 202201《食品补充检验方法 食品中爱德万甜的测定》，建立了食品中爱德万甜含量测定的方法。在优化后的色谱及质谱条件下，采用正离子模式扫描，通过多反应监测模式对目标化合物进行测定。结果表明：爱德万甜在 0.5 ~ 250 ng/mL 的范围内线性良好，所得校准曲线相关系数在 0.9993 以上，各校准点准确度在 93.29%~105.88% 之间，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.02% 和 3.24% 以内，加标回收率在 89.4%~109.8% 之间。

**关键词：**LC-MS/MS 果冻 发酵乳 爱德万甜

爱德万甜 (Advantame) 是由氨基酸合成的新一代甜味剂，是阿斯巴甜、纽甜的衍生物，甜度是蔗糖的 20000 倍。2014 年，美国 FDA 发布最终法规，批准高倍甜味剂爱德万甜作为非营养甜味剂和增味剂用于除肉类及家禽之外的食品中。2017 年，国家卫生和计划生育委员会发布第 8 号公告，爱德万甜作为食品添加剂新品种，可用于食品、饮料等，同时给出了不同种类基质中爱德万甜的限量标准，如风味发酵乳中，最大使用量为 0.006 g/kg，果冻中，

最大使用量为 0.0004 g/kg。为了更好地监测食品及饮料中爱德万甜的含量，2022 年 2 月，国家市场监督管理总局发布了食品补充检验方法 BJS 202201《食品中爱德万甜的测定》。

本文采用岛津三重四极杆液质联用仪，参照食品补充检验方法 BJS 202201《食品中爱德万甜的测定》第一法，对食品中的爱德万甜进行测定，本方法灵敏度高、重现性好，可为食品行业相关人员提供參考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用系统。配置信息如下：

系统控制器：SCL-40

输液泵：LC-40B X3

自动进样器：SIL-40C X3

柱温箱：CTO-40C

质谱：LCMS-8050

工作站：Labsolutions Ver. 5.99

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 液相条件

色谱柱：Shim-pack XR-ODS II 75 mm×2.0 mm I.D., 2.2 μm;

岛津（上海）实验器材有限公司；P/N：228-41623-91

流速：0.3 mL/min

柱温：30°C

进样量：1 μL

流动相：A 相 - 水，B 相 - 乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 25%，洗脱程序见表 1

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
2.00	Pumps	B.Conc	25
4.00	Pumps	B.Conc	80
6.00	Pumps	B.Conc	80
6.10	Pumps	B.Conc	25
8.00	Controller	Stop	

### 1.2.2 质谱条件

分析仪器：LCMS-8050	接口温度：300°C
离子源：ESI (+)	DL 温度：200°C
雾化气流速：3.0 L/min	加热模块温度：400°C
干燥气流速：10.0 L/min	扫描模式：多反应监测 (MRM)
加热气流速：10.0 L/min	MRM 参数：见表 2

表 2 MRM 参数

名称	CAS#	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias (V)	CE (V)	Q3 Pre Bias (V)
爱德万甜	714229-20-6	459.2	102.1*	-10	-29	-42
			84.1	-10	-38	-14

注：\* 表示定量离子对

### 1.3 标准中间溶液的制备

称取爱德万甜标准物质 10 mg，用甲醇溶解并稀释，得到浓度为 1 mg/mL 的爱德万甜储备液。吸取适量的爱德万甜储备液，用甲醇稀释，得到浓度为 10 µg/mL 的爱德万甜标准中间溶液。

## ■ 样品前处理

### 2.1 提取

#### 2.1.1 果冻类食品

称取 2 g 样品，置于 50 mL 聚丙烯离心管中，加入 3 mL 水，涡旋振荡 30 s，加入 2 g 的 NaCl 后，加入 20 mL 乙腈溶液（含氯化钠水溶液），加入 0.2 mL 甲酸，涡旋提取 1 min，4000 r/min 离心 5 min，上清液待净化。

#### 2.1.2 风味发酵乳类食品

称取 1 g 样品，置于 100 mL 聚丙烯离心管中，加入 5 mL 水，涡旋振荡 30 s，加入 2 g 的 NaCl 后，加入 50 mL 乙腈溶液（含氯化钠水溶液），加入 0.2 mL 甲酸，涡旋提取 1 min，4000 r/min 离心 5 min，上清液待净化。

### 2.2 净化

取 2.1.1 和 2.1.2 待净化液 2 mL 转移至装有 40 mg 的 C18 吸附剂的离心管中，振摇 2 min，以 4000 r/min 离心 5 min，取 1 mL 上层清液，0.22 µm 滤膜过滤后，上机分析。

### 2.3 基质匹配标准工作溶液的制备

取经质谱确认不含爱德万甜的果冻样品和发酵乳样品，分别按照“2.1 提取”和“2.2 净化”进行处理，得到空白基质样品溶液，吸取适量的“1.3 标准中间溶液”，用空白基质样品溶液分别稀释，配制成浓度分别为 0.500 ng/mL、1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、5.00 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100 ng/mL 和 250 ng/mL 的爱德万甜基质匹配标准工作溶液。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 MRM 色谱图

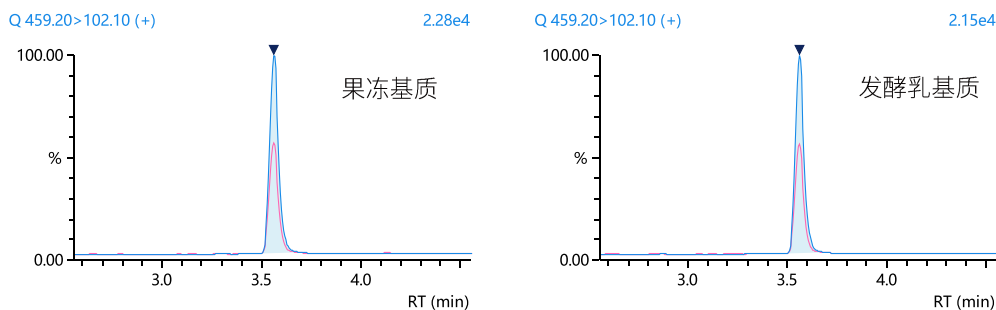


图1 爱德万甜基质匹配标准溶液色谱图 (0.5 ng/mL)

### 3.2 校准曲线、检出限及定量限

将“2.3 基质匹配标准工作溶液”按“1.2 分析条件”进行测定，以定量离子峰面积为纵坐标，标准工作溶液浓度为横坐标，绘制校准曲线，如图2所示。所得校准曲线相关系数大于0.9993，准确度在93.29%~105.88%之间，Labsolutions软件依据信噪比自动计算检出限 (S/N=3) 及定量限 (S/N=10)。线性方程、检出限及定量限结果见表3。

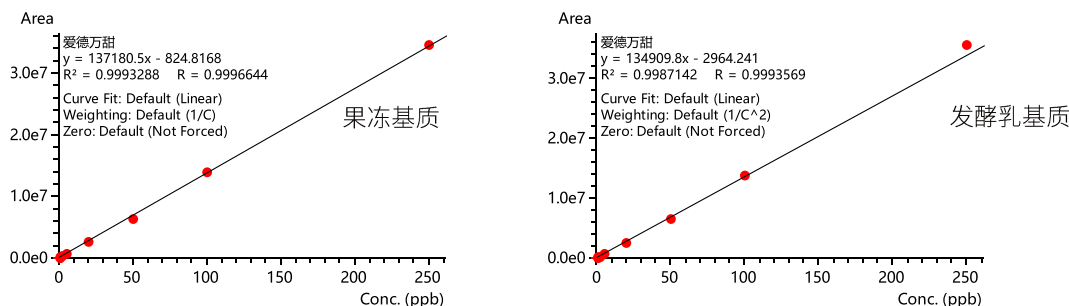


图2 校准曲线

表3 线性方程、检出限及定量限

目标物	基质类别	校准曲线	相关系数 R	准确度 %	检出限 (ng/mL)	定量限 (ng/mL)
爱德万甜	果冻	$Y = 137180.5X - 824.8168$	0.9996	93.29~105.46	0.005	0.016
	发酵乳	$Y = 134909.8X - 2964.241$	0.9993	95.93~105.88	0.004	0.013

### 3.3 精密度结果

采用浓度为0.5 ng/mL的基质匹配标准工作溶液连续测定6次，考察仪器的精密度。结果如表4所示，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在0.02%和3.24%以内，显示仪器精密度良好。

表4 保留时间和峰面积精密度结果 (n=6)

目标物	基质类别	理论浓度 (ng/mL)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
爱德万甜	果冻	0.5	0.02	1.38
	发酵乳	0.5	0.02	3.24

### 3.4 加标回收率

准确称取经质谱确认不含爱德万甜的果冻样品和发酵乳样品，加入低、中和高三个浓度的爱德万甜的标准中间溶液，按照“2.1 提取”和“2.2 净化”方法处理后上机分析，加标回收率结果见表5。结果显示：不同基质，低、中和高三个加标浓度下，爱德万甜的加标回收率在89.4%~109.8%之间。

表 5 加标回收率结果 (n=3)

目标物	基质类别	添加浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	实测浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	平均回收率 (%)	RSD (%)
爱德万甜	果冻	10.00	9.18	91.8	0.95
		200.0	190.1	95.0	0.66
		1200	1218	101.5	1.32
	发酵乳	50.00	44.72	89.4	0.10
		1000	1098	109.8	3.17
		6000	6556	109.3	0.92

### 3.5 样品测定结果

取市售某品牌果冻样品和发酵乳样品，每批次 6 样品，按照“2.1 提取”和“2.2 净化”方法处理及“1.2 分析条件”进行测定，样品中均未检出爱德万甜。

表 6 样品测定结果 (n=6)

目标物	基质类别	1	2	3	4	5	6
爱德万甜	果冻	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
	发酵乳	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本应用采用岛津三重四极杆液质联用仪，参照 BJS 202201《食品补充检验方法 食品中爱德万甜的测定》，建立了食品中爱德万甜含量测定的方法，本方法灵敏度较高、重现性较好，可为食品行业相关人员提供参考。

岛津应用云

