

LC-MS/MS 法测定食品中的纽甜

LCMSMS-1086

摘要： 本文使用岛津三重四极杆液质联用仪，建立了食品中纽甜的测定方法。食品经提取后上机，固相萃取柱净化，外标法定量。在指定的条件下，纽甜在 5.0-500 ng/mL 浓度范围内线性良好，曲线浓度点的准确度在 92.4%-104.3%。10 ng/mL 浓度对照品溶液，连续进样 6 次，纽甜的保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 分别在 0.09% 和 1.71%，0.1、1 和 5 mg/kg 三个不同浓度加标回收率在 89.5%-95.5% 之间。本方法快速、有效，准确，可用于食品中纽甜含量的测定。

关键词： 三重四极杆液质联用仪 食品 纽甜

技术特点：

- ❖ 标准方法纽甜测定时间为 15 min，本方法 10 min 内可实现检测，效率更高。
- ❖ 使用 LCMS-8045 检测，检出限 0.13 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，远低于标准的 30 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，优于国标要求。

纽甜是一种新型高倍甜味剂化学名称是 N-[N-(3, 3-二甲基丁基)-L- α -天门冬氨]-L-苯丙氨酸 1-甲酯。在 GB2760-2024《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中规定，纽甜可以添加在包括焙烤食品、饮料、乳制品等在内的许多食品中。除蜜饯、糖果、餐桌甜味料和即食谷物食品的最大允许添加量高于 0.1 g/kg 以外，其他食品中纽甜的允许添加量均不超过 0.1 g/kg，最低为 0.01 g/kg。

岛津 LCMS-8045 采用超高效率加热离子源，具有出色的脱溶剂能力和离子化效率。搭载岛津久经考验的离子光路系统，分析性能高、数据质量稳定性强，在食品安全检测方面一直发挥重要的作用。

本文参照国标 GB 5009.247-2025《食品中纽甜的测定》第二法，利用液相色谱串联质谱检测饮料中纽甜的含量，方法简单易行，回收率高，可供相关人员参考。

实验部分

1.1 仪器

岛津超高效液相色谱仪 LC-40 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为：

系统控制器：	CBM-40lite	脱气机：	DGU-40A _{5R}
输液泵：	LC-40B XR×2	自动进样器：	SIL-40C XR
柱温箱：	CTO-40S	色谱工作站：	LabSolutions Ver.5.128

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：	Shim-pack GISS HP C18 柱 (100 mm × 2.1 mm I.D., 3 μm , P/N: 227-30084-02, 岛津(上海)实验器材有限公司)		
流动相：	A-5mM 乙酸铵溶液; B- 甲醇		
流速：	0.3 mL/min	柱温：	40°C
进样体积：	5 μL		
洗脱方式：	梯度洗脱，B 相初始浓度为 10%，时间程序见表 1。		

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.50	Pump	B.Conc	90
6.00	Pump	B.Conc	90
6.10	Pump	B.Conc	10
10.00	Control	Stop	

质谱条件

离子化模式：	ESI ⁻	接口电压：	-4 kV
雾化气流速：	3.0 L/min	接口温度：	300 °C
加热模块温度：	400 °C	干燥气流速：	10 L/min
D L 温度：	150 °C	加热气流速：	10 L/min
MRM 参数：	见表 2	扫描模式：	多反应监测 (MRM)

表 2 MRM 参数

名称	保留时间 (min)	前体离子	产物离子	Q ₁ Pre Bias(V)	CE(V)	Q ₃ Pre Bias(V)
纽甜	3.58	377.25	200.05*	19	18	20
			345.35	20	11	24

* 代表定量离子对。

1.3 标准品及样品制备

标准储备液 (1.0 mg/mL, 甲酸 - 三乙胺缓冲液配制)：购自坛墨质检科技股份有限公司, 于 4°C 下避光保存, 有效期 3 个月。

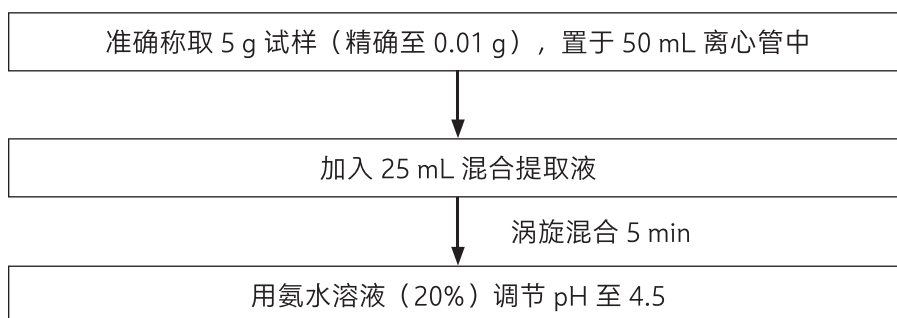
标准中间液 (10.0 µg/mL)：吸取适量标准储备液 (1.0 mg/mL), 用甲酸 - 三乙胺缓冲液配制成质量浓度 10.0 µg/mL 的标准中间液, 临用现配。

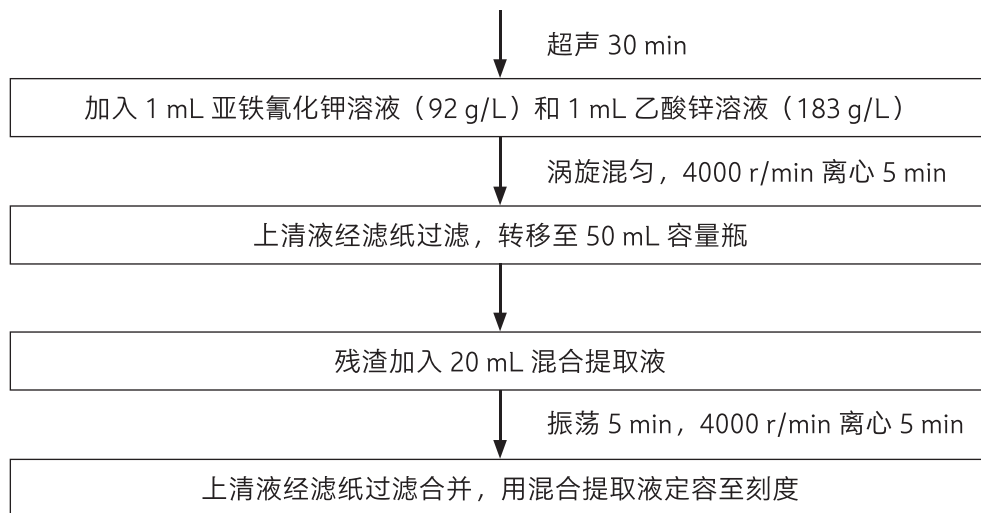
标准中间液 (1.0 µg/mL)：吸取适量标准中间液 (10.0 µg/mL), 用空白样品基质液配制成质量浓度 1.0 µg/mL 的标准中间液, 临用现配。

标准工作溶液：分别吸取适量标准中间液 (1.0 µg/mL), 用空白基质提取液为溶剂, 配制浓度为 5.0、10.0、20.0、50.0、100、200 和 500 ng/mL 的系列基质匹配标准工作溶液, 临用现配。

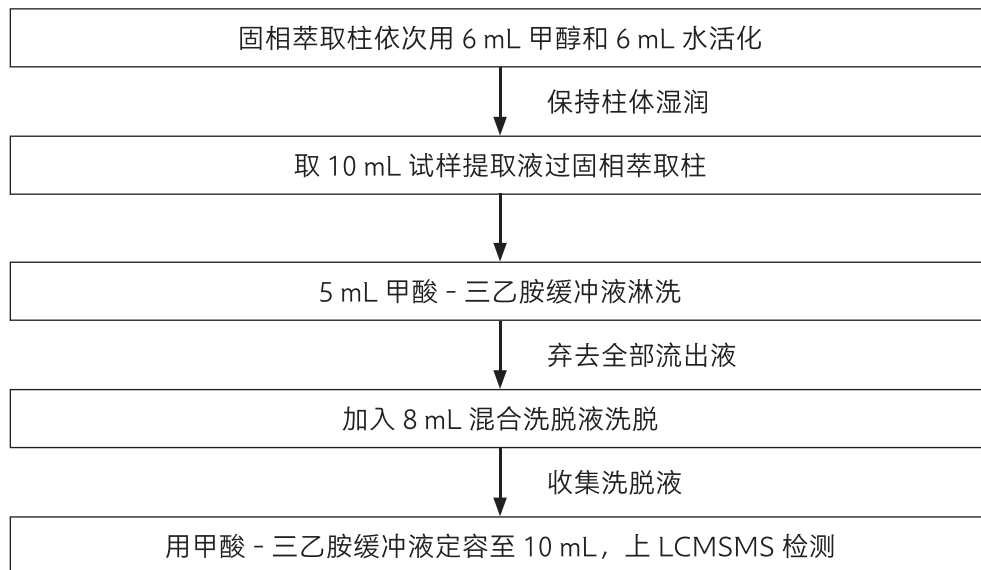
样品制备：饮料样品摇匀待提取, 0°C ~5°C 保存待检测。

样品提取：





样品净化:



■ 结果与讨论

2.1 灵敏度和专属性

本方法在 10 min 内可对纽甜目标物进行确证, 检测效率优于标准 15 min 的分析时间。5 ng/mL 的标准品溶液, S/N 为 1197, 基线噪音值小, 信噪比高, 可以实现更高灵敏度的检测需求。

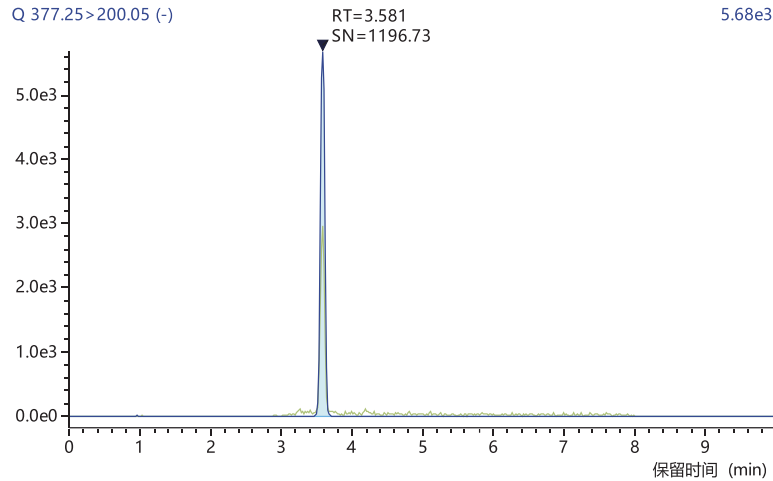


图 1 纽甜标准品溶液 MRM 色谱图 (5 ng/mL)

2.2 校准曲线与检出限

将纽甜标准系列工作溶液按照 1.2 分析条件进行测定，采用外标法以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制校准曲线如图 2 所示。结果如表 3 所示。纽甜在指定浓度范围内线性良好，相关系数大于 0.9999。采用 ASTM 的计算方式，以信噪比 $S/N=3$ 计算仪器检出限，纽甜检出限见表 3。

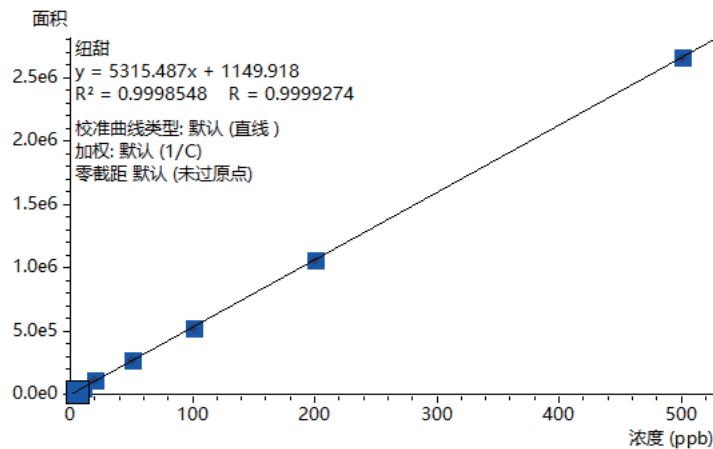


图 2 纽甜化合物校准曲线

表 3 化合物校准曲线信息

化合物	线性范围 (ng/mL)	准确度 (%)	相关系数 r	检出限 (ng/mL)
纽甜	5.0~500	92.4-104.3	0.9999	0.01

2.3 精密度实验

对 10 ng/mL 浓度的纽甜标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 4 所示。结果显示：纽甜的保留时间和峰面积相对标准偏差分别为 0.09% 和 1.71%，显示仪器精密度良好。

表 4 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

化合物名称	10 ng/mL	
	R. T. RSD/%	Aera RSD/%
纽甜	0.09	1.71

2.4 加标回收率测试

按照 1.2 中的分析条件和 1.3 中前处理方法，对空白饮料进行加标回收测试，结果如表 5 所示。纽甜进行三个水平浓度的加标回收测试，平行 3 次，回收率为 89.5~95.5%，重复性为 0.51~4.91%。

表 5 加标回收测试结果 (n=3)

化合物	添加浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD%
纽甜	0.1	95.5	4.91
	1.0	93.4	0.51
	5.0	89.5	0.98

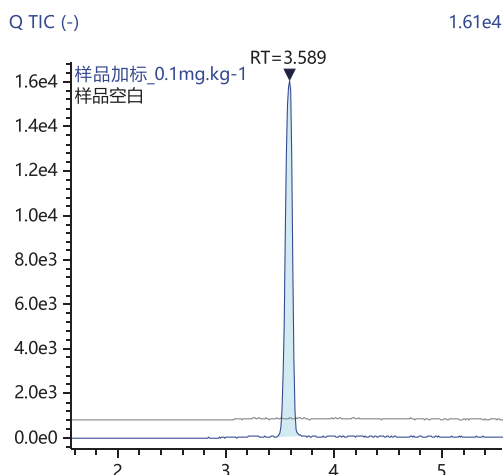


图 3 空白样品和样品加标色谱图

■ 结论

本文使用岛津超高效液相色谱仪 LC-40 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统，建立了食品中纽甜的测定方法。纽甜在指定浓度范围内，相关系数大于 0.9999，分析效率和灵敏度都优于标准；重复性、回收率的考察均满足标准 GB 5009.247-2025《食品中纽甜的测定》要求；可用于食品中甜味剂纽甜检测的参考。

岛津应用云

