

超高效液相色谱-串联质谱法测定食用油脂中辣椒素

闵盛, 刘蓉, 汪洋*, 王德玉, 王硕

(成都市食品药品检验研究院, 成都 610045)

摘要: 目的 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)测定食用油脂中辣椒素的分析方法。**方法** 试样经正己烷溶解, 氢氧化钠水溶液提取, 碱性提取液经硫酸酸化后, 过 PEP-2 固相萃取小柱净化, 采用超高效液相色谱-串联质谱仪检测, 外标法定量。以 ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(3.0 mm×100 mm, 1.7 μm)为固定相, 以 0.1%甲酸水溶液和 0.1%甲酸乙腈溶液为流动相进行梯度洗脱, 串联质谱分析中采用电喷雾离子源正离子模式和多反应监测模式。**结果** 天然辣椒素、二氢辣椒素、合成辣椒素的质量浓度在 0.1~100 μg/L 内与其对应的峰面积呈线性关系, 检出限合成辣椒素为 0.01 μg/kg, 天然辣椒素为 0.006 μg/kg, 二氢辣椒素为 0.005 μg/kg。以空白样品为基体进行加标回收实验, 回收率在 80.3%~96.2%, 测定值的相对标准偏差($n=6$)为 4.48%~7.25%。**结论** 该方法快速、准确, 能满足食用油脂中辣椒素的快速筛查和检测要求。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 天然辣椒素; 二氢辣椒素; 合成辣椒素

Determination of capsaicin in edible oils by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

MIN Sheng, LIU Rong, WANG Yang*, WANG De-Yu, WANG Shuo

(Chengdu Institute for Food and Drug Control, Chengdu 610045, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of capsaicin in edible oils by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were dissolved in n-hexane, extracted with sodium hydroxide aqueous solution, and the basic extract was acidified by sulfuric acid and purified by PEP-2 solid-phase extraction column. The samples were detected by UPLC-MS/MS, and quantified by external standard method. ACQUITY UPLC BEH C₁₈ column (3.0 mm×100 mm, 1.7 μm) was used as stationary phase, and 0.1% formic acid aqueous solution and 0.1% formic acid acetonitrile solution were used as mobile phase for gradient elution. Electrospray ion source positive ion mode and multi-reaction monitoring mode were used in tandem mass spectrometry. **Results** The mass concentrations of natural capsaicin, dihydrocapsaicin and nonivamide were in a linear relationship with their corresponding peak areas within the range of 0.1–100 μg/L. The limits of detection of nonivamide were 0.01 μg/kg, natural capsaicin 0.006 μg/kg and dihydrocapsaicin 0.005 μg/kg. The recovery experiments were carried out using the blank sample as the matrix. The recoveries were 80.3%–96.2%, and the relative standard deviations ($n=6$) of the measured values were 4.48%–7.25%. **Conclusion** This method is rapid and accurate, and can meet the requirements of rapid screening and detection of capsaicin in edible oils.

*通信作者: 汪洋, 副主任药师, 主要研究方向为药品安全检测。E-mail: 1069234318@qq.com

*Corresponding author: WANG Yang, Associate Chief Pharmacist, Chengdu Institute for Food and Drug Control, No.10, Wuxing 2nd Road, Chengdu 610045, China. E-mail: 1069234318@qq.com

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; natural capsaicin; dihydrocapsaicin; nonivamide

0 引言

辣椒碱为广泛存在于辣椒中一类结构为 N-香草基酰胺类生物碱的物质^[1], 它是由 14 种以上的辣椒碱同系物构成, 又称辣椒碱类物质^[2]。辣椒碱类物质中含量最高的 2 种化合物为天然辣椒素及二氢辣椒素, 含量约占辣椒碱类物质的 90% 以上^[3-4]。合成辣椒素为人工合成的具有类似天然辣椒素生物学功能的化合物, 因其在价格和辣度上占有绝对优势, 而得到不法分子的青睐^[5]。

地沟油, 泛指在生活中存在的各类劣质油, 而来自餐饮业的泔水油为其主要来源之一^[6]。食用油中的必需脂肪酸以及植物甾醇等营养物质在提炼加工过程中大量丧失, 且真菌毒素等有害成分残留于地沟油中, 经常食用地沟油会对人体健康造成严重危害。目前, 对地沟油的鉴别检验方法有以胆固醇^[7]及脂肪酸组成含量分析^[8]、电导率检测^[9]、外来污染物的检测(十二烷基苯磺酸钠、黄曲霉毒素)^[10]等。但是不法分子的地沟油精制工艺也在不断提高, 导致现有的各种地沟油检测方法存在特征指标专一性不强、检测灵敏度不高、检测准确性不高等问题; 进而导致所建立的方法仅能在一定范围内适用于特定类型的废弃食用油脂的检测判定。辣椒碱类物质具有热稳定性好、脂溶性好、沸点高的特点^[11], 接触过辣椒的餐饮用废弃油脂不可避免含有这些物质^[12], 并且废弃食用油脂经过地沟油处理工艺如水洗、脱胶、脱色、脱酸、精滤、除臭很难完全去除辣椒碱, 而正常的食用植物油中不存在辣椒碱, 故辣椒碱类物质也成为鉴别餐厨废弃油脂的特征指标^[13-14]。因此实现对食用油脂中辣椒碱类物质高效准确的识别及定量对于地沟油的鉴别有重要意义。

目前, 检测地沟油中辣椒碱类物质的方法主要有检测低限为 mg/kg 级别的高效液相色谱法^[15-19]及分光光度法^[20-21], 这些方法很难将按比例掺入或加工处理过的地沟油分辨出来。而检测低限为 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 级别的高效液相色谱-串联质谱法^[22-24]则更适于地沟油的鉴别及分析。但是在实际检测过程中, 发现按照当前的方法部分样品在进行提取时会出现乳化的情况, 导致碱性提取液收集不完全, 甚至完全收集不到的情况, 此外在净化时会出现上固相萃取小柱过程耗时较长, 甚至堵塞固相萃取小柱的情况, 辣椒素的回收率也不理想。本研究针对上述情况对食用油中辣椒素的检测方法的提取和净化过程进行了研究, 优化提取净化条件, 以此作为食用油脂中辣椒素的测定检验方法的补充。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

AB Sciex Q-trap 5500/Waters ACQUITYUPLCI CL ASS

型超高效液相色谱-串联质谱仪(美国应用生物系统公司/美国沃特世科技); Mettler-Toledo ME204 型分析天平(瑞士梅特勒-托利多集团); Milli-Q 型超纯水仪(德国默克集团); Eppendorf Centrifuge 5810 R 型高速冷冻离心机(德国艾本德股份公司)。

天然辣椒素(纯度 98.7%)、合成辣椒素(纯度 99.7%)、二氢辣椒素(纯度 98.5%)(北京曼哈格生物科技有限公司)。

甲醇、乙腈、正己烷、二氯甲烷(色谱纯, 德国默克集团); 甲酸(色谱纯, 美国赛默飞世尔科技公司); 实验用水为超纯水(Milli-Q 型超纯水仪制备); 氢氧化钠、硫酸、石油醚(30~60 °C)(分析纯, 天津科密欧试剂有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液配制

标准储备液: 分别取天然辣椒素、合成辣椒素、二氢辣椒素标准品 10 mg, 精密称定, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 标准储备液质量浓度为 1 mg/mL。贮存于 4 °C 冰箱中, 有效期 3 个月。

混合标准系列工作液: 分别准确吸取标准储备液适量于容量瓶中, 用甲醇将其稀释成含量分别为 0.1、0.2、0.5、1、5、10、50 和 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准系列混合工作液。

1.2.2 试样制备

(1) 提取

准确称取混匀样品 1 g 于 50 mL 具塞塑料试管中, 加入 2 mL 正己烷, 再加入 6 mL 2% 氢氧化钠溶液, 涡旋提取 10 min, 8000 r/min 离心 5 min, 取上层水相; 残留有机相再用 6 mL 2% 氢氧化钠溶液重复提取 1 次, 合并水相, 再用稀硫酸溶液(1:15, V:V), 调节 pH 至 2~3 之间, 备用。

(2) 净化

PEP-2 小柱(200 mg, 6 mL)预先用 9 mL 乙腈淋洗, 再用 6 mL 纯水淋洗进行活化, 然后将调节完 pH 值的水相提取液加入小柱, 控制流速至每秒 1~2 滴, 待全部溶液通过固相萃取柱(200 mg, 6 mL)后, 以 6 mL 超纯水淋洗, 弃去流出液, 最终以 6 mL 乙腈洗脱。乙腈洗脱液 50 °C 氮吹近干, 用 0.5 mL 甲醇溶解后过微孔滤膜, 过滤液置于进样小瓶内衬管中供超高效液相色谱-串联质谱测定。

1.2.3 液相色谱-串联质谱条件

(1) 液相色谱条件

色谱柱: ACQUITY UPLC BEH C_{18} (3.0 mm \times 100 mm, 1.7 μm); 柱温: 40 °C; 流速: 0.3 mL/min; 进样量: 2 μL ; 流动相: A 为 0.1% 甲酸水溶液, B 为 0.1% 甲酸乙腈溶液; 梯度洗脱程序见表 1。

(2) 质谱条件

帘气流速: 30 L/min; 雾化气流速: 55 L/min; 辅助气

流速: 50 L/min; 离子源温度: 550 °C; 电喷雾电压: 4000 V; 扫描模式: 多反应监测模式。

辣椒素的定性离子、定量离子、去簇电压和碰撞能量见表 2。

2 结果与分析

2.1 试样提取过程优化

BJS 201801《食用油脂中辣椒素的测定》采用的提取溶剂为二氯甲烷, 而二氯甲烷污染大、毒性高。因此本研究考察了极性相近的, 相对比较安全的溶剂正己烷和石油醚(30~60 °C)。分别称取 6 份 1 g 样品于 50 mL 具塞塑料试管中, 准确加入 50 μg/L 对照品溶液 50 μL, 分别加入表 3 的不同体积的二氯甲烷、正己烷、石油醚(30~60 °C)溶解样品, 按前述试样制备方法处理, 回收率结果见表 3。由表 3 可见采用正己烷作为提取溶剂比二氯甲烷回收率要高, 并且 2 mL 的溶剂要比 1 mL 的溶剂回收率高, 所以采用 2 mL 正己烷作为溶解食用油的溶剂。

BJS 201801 测定方法中的提取溶剂氢氧化钠溶液的加入量为 3 mL, 但是在实际操作过程中发现, 由于部分食用油脂含有动物油, 在气温较低时会凝固, 在加入少量氢氧化钠溶液涡旋后会产生严重的乳化现象, 高速离心以后也不能破乳。将氢氧化钠溶液的体积加大至 6 mL/次后, 乳化现象得到了有效缓解, 离心以后有机相和水相分层清晰, 保证了辣椒素的提取效率。

2.2 固相萃取柱选择

BJS 201801 采用的净化方式是过固相萃取(SPE)小柱, 使用的小柱填料为 C₁₈。而在实际操作中发现 C₁₈(1000 mg/6 mL)小柱上样体积较小, 活化、上样、洗脱需要多次反复加液, 操作烦琐, 并且部分浑浊的试样提取溶液

通过速度较低, 非常耗时, 影响实验效率。近年来, 固相萃取技术日新月异, 新的固相萃取小柱层出不穷, 高分子聚合物是以吡咯烷酮和苯乙烯共聚得到的高分子材料, 由于吡咯烷酮极性官能团的引入, 使其对各类极性、非极性化合物具有均衡的吸附作用, 与 C₁₈ 柱比较具有以下优势: 可在 pH 为 0~14 下使用, 无需严格控制活化过程, 小柱抽干不影响使用; 对不同极性的化合物可实现同时吸附; 对含碱性基团化合物不会因硅羟基作用发生洗脱差, 回收率低的现象。本研究比较了 Agela Cleanert C₁₈(1000 mg/6 mL)小柱、Waters Oasis HLB(500 mg/6 mL)小柱、Agela Cleanert 的 PEP(200 mg/6 mL)、PEP-2(200 mg/6 mL)、PEP-plus(60 mg/3 mL)小柱对辣椒素的净化效果。分别称取样品 1 g, 准确加入 50 μg/L 对照品溶液 50 μL, 共 6 份, 分置 50 mL 具塞塑料试管中, 按照前述试样制备方法, 分别采用上述固相萃取小柱净化回收率结果见表 4。由表 4 可见采用 PEP-2(200 mg/6 mL)的净化效率比较好。并且在上柱过程中 PEP、PEP-2、PEP-plus 小柱的通过性比 C₁₈ 和 HLB 小柱要好, 试样提取溶液可快速通过小柱, 不容易堵塞小柱, 节约了实验的时间。因此本研究最终采用 PEP-2(200 mg/6 mL)作为净化的固相萃取小柱。

表 1 梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution procedures

时间/min	A/%	B/%
0.0	90	10
1.0	90	10
3.0	10	90
5.5	10	90
5.6	90	10
7.5	90	10

表 2 辣椒素的定性离子、定量离子、去簇电压和碰撞能量

Table 2 Qualitative ions, quantitative ions, cluster removal voltage and collision energy of capsaicin

中文名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压/V	碰撞能量/eV
合成辣椒素	294.1	137.1*; 170.1	120	25/13
天然辣椒素	306.2	137.1*; 182.1	100	25/15
二氢辣椒素	308.1	137.1*; 184.1	90	20/15

注: *指定量离子。

表 3 溶剂选择

Table 3 Solvent selection

	二氯甲烷		正己烷		石油醚(30~60 °C)	
	1 mL	2 mL	1 mL	2 mL	1 mL	2 mL
合成辣椒素回收率/%	68	73	86	91	81	92
天然辣椒素回收率/%	65	71	93	101	86	99
二氢辣椒素回收率/%	60	66	74	80	68	78

2.3 方法的线性范围及检出限

标准溶液配制见前文,按仪器工作条件对混合标准溶液系列进行测定,并以质量浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线。合成辣椒素、天然辣椒素、二氢辣椒素的线性回归方程和相关系数见表5。

以3倍信噪比计算方法的检出限(S/N),以10倍信噪

比计算方法的定量限(S/N),得到合成辣椒素的检出限为0.01 μg/kg、定量限为0.03 μg/kg;天然辣椒素的检出限为0.006 μg/kg、定量限为0.02 μg/kg;二氢辣椒素的检出限为0.005 μg/kg、定量限为0.01 μg/kg。灵敏度完全可满足《食品安全风险监测项目参考值(2020年版)》中规定的1.0 μg/kg的参考值的需要。

表4 固相萃取柱选择
Table 4 Solid phase extraction column selection

	C ₁₈	Oasis HLB	PEP	PEP-2	PEP-plus
小柱填料	高纯球形硅胶为基质的反相C ₁₈ 萃取柱。	改性的苯乙烯-乙烯基苯共聚物,对于水中极性、非极性的化合物均有很好的保留。	官能化聚苯乙烯/乙烯苯,同时具有亲水性和憎水性基团。	聚乙烯-乙烯苯表面键合有吡咯烷酮和微量的脲基官能团。	填料同PEP,经粒径优化的填料,新型筛板材料和设计以及独特的预活化工艺。
合成辣椒素回收率/%	62	80	82	91	88
天然辣椒素回收率/%	65	84	87	101	95
二氢辣椒素回收率/%	58	70	70	80	77

表5 线性回归方程和相关系数
Table 5 Linear regression equations and correlation coefficient

化合物	线性范围/(μg/L)	线性回归方程	相关系数
合成辣椒素	0.1~100	$Y=2.17 \times 105X+1.74 \times 104$	$r=0.9996$
天然辣椒素	0.1~100	$Y=2.53 \times 105X+3.9 \times 104$	$r=0.9993$
二氢辣椒素	0.1~100	$Y=3.07 \times 105X+3.5 \times 104$	$r=0.9987$

2.4 回收率及精密度实验

分别称取6份1g样品置50mL具塞塑料试管中,分别准确加入50 μg/L对照品溶液50 μL,按照前述试样制备方法,测定回收率,得日内回收率,结果见表6,连续3d进行相同的回收率实验,得日间回收率,其相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)均小于10%,可以满足检测需要,结果见表6,回收率图谱见图1。

表6 精密度实验
Table 6 Precision tests

化合物	回收率/(n=6)	日内RSD/%	日间RSD/%
合成辣椒素	92.6	4.48	6.02
天然辣椒素	96.2	5.16	5.41
二氢辣椒素	80.3	5.62	7.25

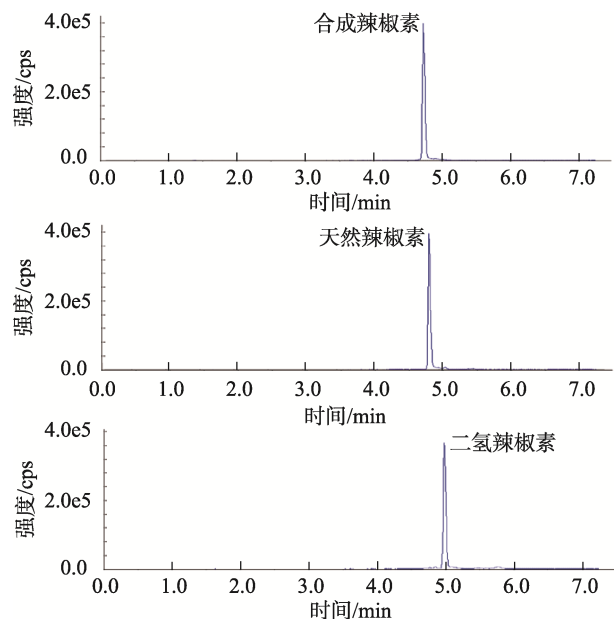


图1 加标食用油脂基质溶液中辣椒素(5 μg/L)的提取离子流色谱图
Fig.1 Extraction ion chromatograms of capsaicin (5 μg/L) in edible oils matrix solution

2.5 实际样品分析

按照前述试样制备方法对 60 批常见食用油和 1 批辣椒油进行分析, 参照《食品安全风险监测项目参考值(2020 年版)》, 共有 6 批食用油辣椒素总量超过 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 因国内外无具体限量依据, 参考补充检验方法 BJS 201801 中判定规则“本方法所测定的样品中辣椒素(合成辣椒素、天然辣椒素和二氢辣椒素)总含量大于或等于 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时, 该油脂样品可能存在异常, 提示存在使用餐厨回收油脂的可能”。其抽样地点均在县级的餐馆、火锅店, 说明县级的餐饮用油还需要加强监管。测定结果见表 7、8。

3 结论与讨论

本研究通过对 BJS 201801 测定方法中的样品提取溶剂系统地优化, 有效提高了方法的提取效率, 增加了实验的可操作性, 使步骤更加便捷。通过对样品净化小柱的选择优化, 缩短了操作时间, 减少了样品中辣椒素的损失, 减少了操作的误差, 提高了方法的回收率。改进后的方法学指标符合食品理化检测质量控制规范, 在实际食用油脂检测中展现了良好的应用前景, 提高了检测效率。经过对 60 批常见食用油的分析, 发现有 6 批样品的辣椒素含量超过了风险研判值, 但是并不能判定是添加了地沟油还是在加工生产存放过程中被污染的, 这也是该方法的局限性。

表 7 阳性样品分析
Table 7 Positive sample analysis

品种	抽样地点	天然辣椒素/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	合成辣椒素/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	二氢辣椒素/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	辣椒素总量(天然辣椒素、二氢辣椒素、合成辣椒素)/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$
大豆油(散装)	中餐馆	3.030	0.407	2.100	5.537
大豆油(散装)	汤锅店	0.437	ND	0.578	1.015
食用植物调和油(预包装)	火锅店	2.080	0.560	0.678	3.318
菜籽油(预包装)	火锅店	0.588	0.404	0.101	1.093
食用植物调和油(散装)	中餐馆	0.825	ND	0.265	1.090
菜籽油(散装)	火锅店	3.890	0.767	1.550	6.207
辣椒油	自制	90.51	326.0	425.0	841.5

注: ND 为未检出。

表 8 样品种类分布
Table 8 Sample type distribution

编号	种类	数量
1	芝麻油	2
2	菜籽油	15
3	大豆油	25
4	火锅油碟	2
5	食用植物调和油	16
6	辣椒油	1
共计		61

参考文献

- [1] SRINIVASAN K. Biological activities of red pepper (*Capsicum annuum*) and its pungent principle Capsaicin: A review [J]. Crit Rev Food Sci Nutr, 2016, 56(9): 1488.
- [2] 国振, 李秀琴, 高方园, 等. 液相色谱-同位素稀释质谱法检测食用油中辣椒碱类化合物[J]. 化学试剂, 2016, 38(6): 491-495.
GUO Z, LI XQ, GAO FY, et al. Determination of capsaicin compounds in edible oil by liquid chromatography-isotope dilution mass spectrometry [J].

Chem Reagent, 2016, 38(6): 491-495.

- [3] 李如华, 韩振泰. 辣椒中辣椒素的高效液相色谱法测定[J]. 现代科学仪器, 2008, (6): 67-69.
LI RH, HAN ZT. Determination of capsaicin in capsicum by high performance liquid chromatography [J]. Mod Sci Instrum, 2008, (6): 67-69.
- [4] 韩超, 叶丽如, 蔡小军, 等. 微波辅助萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定辣椒中 3 种辣椒素[J]. 药物分析杂志, 2012, 32(8): 1365-1369.
HAN C, YE LR, CAI XJ, et al. Determination of three capsaicins in pepper by microwave-assisted extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Pharm Anal, 2012, 32(8): 1365-1369.
- [5] 赵琴, 胡艺凡, 许静, 等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱快速检测食用油和地沟油中辣椒素和二氢辣椒素[J]. 分析科学学报, 2014, 30(6): 777-782.
ZHAO Q, HU YF, XU J, et al. Rapid determination of capsaicin and dihydrocapsaicin in edible oil and waste oil by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Acta Anal Sci, 2014, 30(6): 777-782.
- [6] 薛瑾, 孙彦敏, 张金秋, 等. 液相色谱-串联质谱法检测食用油中辣椒碱类化合物[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(22): 5893-5898.
XUE J, SUN YM, ZHANG JQ, et al. Determination of capsaicinoids in edible oil by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food

- Saf Qual, 2018, 9(22): 5893-5898.
- [7] 王乐. 餐饮业废油脂掺伪可食用油的鉴别检测研究[D]. 武汉: 武汉工业学院, 2008.
- WANG L. Study on discrimination and determination of the waste cooking oils adulterating the edible oils [D]. Wuhan: Wuhan Polytechnic University, 2008.
- [8] 池源, 刘玉玲, 孙辉, 等. 基于气相色谱法构建葡萄籽油脂肪酸指纹图谱[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, (9): 2020-2025.
- CHI Y, LIU YL, SUN H, *et al.* Establishment of fatty acid fingerprint of grape seed oil based on gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, (9): 2020-2025.
- [9] 周智慧, 陈志华, 毛飞君, 等. 电导率法快速鉴别食用油品质[J]. 中国油脂, 2011, 36(10): 64-67.
- ZHOU ZH, CHEN ZH, MAO FJ, *et al.* Discrimination of edible oil's quality by electrical conductivity [J]. China Oils Fats, 2011, 36(10): 64-67.
- [10] 刘薇, 尹平河, 赵玲. 荧光法测定十二烷基苯磺酸钠鉴别泔水油的研究[J]. 中国油脂, 2005, (5): 24-26.
- LIU W, YIN PH, ZHAO L. Distinguishing hogwash fat by determination of sodium dodecyl benzene sulfonate with fluorescence spectrum analysis [J]. China Oils Fats, 2005, (5): 24-26.
- [11] 赵灿方, 邓志芬, 李琳, 等. 地沟油中辣椒素的检测方法研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, 24(18): 2630-2633, 2636.
- ZHAO CF, DENG ZF, LI L, *et al.* Study on the detection method of capsaicin in cooking oil [J]. Chin J Health Lab Technol, 2014, 24(18): 2630-2633, 2636.
- [12] 苏文, 陈德经, 孙敬媛. 地沟油鉴别方法研究进展[J]. 粮食与油脂, 2015, 28(10): 10-12.
- SU W, CHEN DJ, SUN JY. Research progress on identification methods of cooking oil [J]. J Cere Oils, 2015, 28(10): 10-12.
- [13] 毛丽莎, 仲岳桐, 卢紫燕, 等. 泔水油中辣椒素检测技术研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2013, 23(3): 544-546, 550.
- MAO LS, ZHONG YT, LU ZY, *et al.* Study on detection technology of capsaicin in swill oil [J]. Chin J Health Lab Technol, 2013, 23(3): 544-546, 550.
- [14] 毛丽莎, 刘红河, 康莉, 等. 基于辣椒碱鉴别“地沟油”的有效性评估[J]. 卫生研究, 2014, 43(4): 614-619.
- MAO LS, LIU HH, KANG L, *et al.* Evaluation of the effectiveness of identifying "waste oil" based on capsaicin [J]. J Hyg Res, 2014, 43(4): 614-619.
- [15] 吴娟, 汤见平, 薛元强, 等. 高效液相色谱-荧光检测法快速检测植物油中的辣椒素和二氢辣椒素[J]. 中国油脂, 2020, 45(12): 118-121.
- WU J, TANG JP, XUE YQ, *et al.* Rapid detection of capsaicin and dihydrocapsaicin in vegetable oil by high performance liquid chromatography with fluorescence detection [J]. China Oils Fats, 2020, 45(12): 118-121.
- [16] 王燕, 夏延斌, 熊科, 等. 高效液相色谱法-紫外检测器测定辣椒制品中辣椒素的含量[J]. 食品科学, 2006, 27(9): 193-196.
- WANG Y, XIA YB, XIONG K, *et al.* Determination of capsaicin in pepper products by high performance liquid chromatography-ultraviolet detector [J]. Food Sci, 2006, 27(9): 193-196.
- [17] 赵春华, 侯倩慧, 余季金. 超高效液相色谱法快速测定辣椒素类物质[J]. 化学分析计量, 2011, 20(5): 38-40.
- ZHAO CH, HOU QH, YU JJ. Rapid determination of capsaicinoids by ultra performance liquid chromatography [J]. Chem Anal Meter, 2011, 20(5): 38-40.
- [18] 张海利, 李焕秀, 刘为国, 等. 高效液相色谱法测定不同品种辣椒中的辣椒素[J]. 四川农业大学学报, 2008, 26(2): 131-134.
- ZHANG HL, LI HX, LIU WG, *et al.* Determination of capsaicin in different varieties of pepper by high performance liquid chromatography [J]. J Sichuan Agric Univ, 2008, 26(2): 131-134.
- [19] 王旭, 王富华, 钟红舰, 等. 高效液相色谱法测定食品中的辣椒素、二氢辣椒素[J]. 食品科学, 2008, 29(7): 378.
- WANG X, WANG FH, ZHONG HJ, *et al.* Determination of capsaicin and dihydrocapsaicin in food by high performance liquid chromatography [J]. Food Sci, 2008, 29(7): 378.
- [20] 刘散兰, 陈连文. 减压柱层析-分光光度法分离和测定辣椒色素中的辣椒素[J]. 化学研究与应用, 1995, 7(3): 318-320.
- LIU SL, CHEN LW. Separation and determination of capsaicin in capsicum pigment by reduced pressure column chromatography-spectrophotometry [J]. Chem Res Appl, 1995, 7(3): 318-320.
- [21] 杨玉珍. 香兰素-亚硝酸钠比色法对辣椒素的测定[J]. 分析实验室, 1994, 13(3): 46-48.
- YANG YZ. Determination of capsaicin by vanillin-sodium nitrite colorimetric [J]. Chin J Anal Lab, 1994, 13(3): 46-48.
- [22] 吴惠勤, 罗辉泰, 黄晓兰, 等. LC-MS/MS 鉴别地沟油新方法[J]. 分析测试学报, 2012, 31(9): 1031-1036.
- WU HQ, LUO HT, HUANG XL, *et al.* A new method for identification of waste oil by LC-MS/MS [J]. J Instrum Anal, 2012, 31(9): 1031-1036.
- [23] 徐彦辉, 刘燕, 丁磊. GPC-HPLC-MS/MS法测定食用油中天然辣椒素、二氢辣椒素和合成辣椒素含量[J]. 化学分析计量, 2016, 25(5): 72-76.
- XU YH, LIU Y, DING L. Determination of natural capsaicin, dihydrocapsaicin and synthetic capsaicin in edible oil by GPC-HPLC-MS/MS [J]. Chem Anal Meter, 2016, 25(5): 72-76.
- [24] 梁桂娟, 寻思颖, 张琼, 等. LC-MS/MS法测定食用油中的辣椒素和二氢辣椒素[J]. 中国酿造, 2016, 35(7): 175-179.
- LIANG GJ, XUN SY, ZHANG Q, *et al.* Determination of capsaicin and dihydrocapsaicin in edible oil by LC-MS/MS method [J]. China Brew, 2016, 35(7): 175-179.

(责任编辑: 张晓寒 郑 丽)

作者简介



闵 盛, 副主任技师, 主要研究方向为食品药品质量检测。

E-mail: 1727758242@qq.com



汪 洋, 副主任药师, 主要研究方向为药品安全检测。

E-mail: 1069234318@qq.com