

超高效液相色谱-串联质谱法测定功能饮料中的牛磺酸和赖氨酸

王耀楠¹, 貌 达², 王梦婷³, 金绍明^{4*}

(1. 首都医科大学中心实验室, 北京 100069; 2. 中国计量科学研究院, 北京 100029;
3. 中国营养保健食品协会, 北京 100028; 4. 中国食品药品检定研究院, 北京 100050)

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法测定功能饮料中牛磺酸和赖氨酸的检测方法。**方法** 采用衍生化的方法, 将稀释之后的饮料样品中的牛磺酸和赖氨酸与苯甲氧羰酰琥珀酰亚胺在碱性条件下进行反应, 之后采用超高效液相色谱-串联质谱法测定衍生化后的化合物含量。**结果** 牛磺酸和赖氨酸分别衍生之后的化合物在1~200 ng/mL的范围内线性良好, 牛磺酸的检出限为20 pg/mL, 定量限为50 pg/mL; 赖氨酸的检出限为100 pg/mL, 定量限为250 pg/mL。2种物质在低、中、高3个浓度的加标回收率为92.77%~107.59%, 相对标准偏差均小于10% ($n=6$)。**结论** 本方法样品制备步骤简便、检测灵敏度高、重复性好, 可用于快速准确的测定饮料中的牛磺酸和赖氨酸的含量。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 牛磺酸; 赖氨酸; 功能饮料; 苯甲氧羰酰琥珀酰亚胺

Determination of taurine and lysine in functional drinks by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Yao-Nan¹, MAO Da², WANG Meng-Ting³, JIN Shao-Ming^{4*}

(1. Core Facilities Center, Capital Medical University, Beijing 100069, China; 2. National Institute of Metrology, Beijing 100029, China; 3. China Nutrition and Health Food Association, Beijing 100028, China; 4. National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of taurine and lysine in functional drinks by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Taurine and lysine in diluted beverage samples were reacted with benzoxycarbonyl succinimide under alkaline conditions by derivatization method, and then the content of derivatized compounds was determined by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Results** The compounds derived from taurine and lysine had good linearities in the range of 1–200 ng/mL, the limit of detection of taurine was 20 pg/mL, and its limit of quantification was 50 pg/mL; the limit of detection of lysine was 100 pg/mL, and its limit of quantification was 250 pg/mL. The recoveries of the 2 kinds of substances at low, medium and high concentrations were 92.77%–107.59%, and the relative standard deviations were less than 10% ($n=6$). **Conclusion** This method has the advantages of simple sample preparation steps, high detection sensitivity and good repeatability, which can be used for the rapid and accurate determination of taurine and lysine in functional drinks

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; taurine; lysine; functional

*通信作者: 金绍明, 副研究员, 主要研究方向为食品检测新技术。E-mail: myjackyming@126.com

*Corresponding author: JIN Shao-Ming, Associate Professor, National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China. E-mail: myjackyming@126.com

drinks; benzoxycarbonyl succinimide

0 引言

随着居民消费水平和健康意识的提高, 人们对于饮料的需求不再仅限于补充水分和体验丰富的口感, 一些能够缓解疲劳和补充能量的饮料越来越受到人们的青睐。以红牛维生素功能饮料为代表的能量饮品主打“抗疲劳”和“增加动力”的功能, 在过去的 10 年中迅速扩张, 也带动了国内一大批饮料品牌的发展, 如乐虎和东鹏特饮^[1]。这些饮料中添加了牛磺酸(taurine, Tau)、赖氨酸(lysine, Lys)、咖啡因以及碳水化合物等物质, 其中牛磺酸可以提高人体免疫力^[2-3], 赖氨酸和咖啡因可以刺激并兴奋中枢神经系统, 达到暂时恢复精力的目的^[4-5]。虽然这些功能因子具备提升免疫力、恢复精力的功能, 但如果同时摄入的过多, 超过机体代谢的能力, 也会给机体造成负担, 危害健康。鉴于此, 建立快速准确的测定牛磺酸和赖氨酸的测定方法, 对于规范饮料中的添加量、指导人们合理的消费功能饮料、维护机体的健康均有重要的意义。

牛磺酸和赖氨酸作为食品中常用的添加物质, 在 GB 5009.169—2016《食品安全国家标准 食品中牛磺酸的测定》和 GB 5009.124—2016《食品安全国家标准 食品中氨基酸的测定》中有成熟的检测方法, 其中食品中牛磺酸的测定方法有 2 种, 邻苯二甲醛(O-phthalaldehyde, OPA)柱后衍生和丹磺酰氯柱前衍生法。这 2 种方法都是用液相色谱仪进行分析, 紫外检测器进行检测, 在实际样本检测中, 可能会出现干扰影响测定准确性。此外, 这些标准中, 采用柱后衍生测定的方法均需要使用离子交换色谱柱, 色谱柱的平衡及样本分析时间较长, 批次之间的重复性不好控制。采用柱前衍生的丹磺酰氯法虽然可以使用 C₁₈ 反相色谱柱进行分析, 但衍生试剂的稳定性不好, 对光和湿敏感, 实验过程需严格控制衍生化反应和实验室环境条件。

近年来, 随着分析技术的发展, 液相色谱的分离能力及检测器的灵敏度得到极大的提升, 越来越多的研究者开发出同时测定多种氨基化合物的方法, 这些方法大多借助于衍生化的技术, 使用各种衍生剂, 如异硫氰酸苯酯(phenyl isothiocyanate, PITC)^[6]、2,4-二硝基氟苯(2,4-dinitrofluorobenzene, DNFB)^[7]、OPA^[8]、丹磺酰氯(dansyl chloride, Dansyl-Cl)^[9]、6-氨基喹啉基-N-羧基-琥珀酰亚氨基甲酸酯(6-aminoquinolyl-N-hydroxysuccinimidyl carbamate, AQC)^[10]等与氨基化合物的氨基反应, 将极性大的氨基酸类分子转化为极性小、适合于 C₁₈ 色谱柱分离的化合物, 在一次分析中实现多种物质的同时测定。这些方法的检测手段均是紫外或者荧光等光谱学技术, 在测定过程中不可避免的会受到样本中其他物质的干扰, 测定的准确性有待提高。

液相色谱-质谱联用技术的发展促进了食品分析行业

的繁荣, 不同于国家标准或者其他液相色谱分析方法, 该技术可以同时分析多种化合物, 并能最大限度去除背景及衍生副产物对测定的干扰^[11-14]。对于牛磺酸和赖氨酸这 2 种功能小分子, 已经有研究者使用液相色谱-质谱联用技术进行测定^[15-16]。限于这 2 种分子较大的极性, 这些方法采用的液相色谱柱为离子交换色谱或亲水作用色谱, 离子交换色谱柱分析时牛磺酸的保留时间及色谱柱的平衡时间均较长, 而亲水作用色谱分析时, 氨基酸的保留时间又普遍较短, 易和样本中的极性物质一起被洗脱, 基质效应较强。基于以上分析, 本研究使用衍生化的方法处理样本, 之后再用超高效液相色谱-串联质谱法进行定量分析, 以期实现对牛磺酸和赖氨酸的准确快速测定, 为功能饮料的安全保障提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

乙腈(质谱级, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 赖氨酸(纯度 99%, 美国 Sigma 公司); 牛磺酸(纯度 99%, 天津阿尔塔科技有限公司); 苯甲氧羰酰琥珀酰亚胺(Z-OSu)(纯度 99%, 吉尔生化上海有限公司); 氢氧化钠(分析纯, 北京化工厂)。

乐虎牛磺酸肌醇饮料、红牛维生素功能饮料、东鹏特饮维生素功能饮料、战马能量型维生素饮料、魔爪能量风味饮料均购自永辉超市。

1.2 仪器与设备

1290 Infinity II 超高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); Triple Quad 6500+三重串联四极杆质谱仪(美国 SCIEX 公司); 5430R 高速离心机(德国 Eppendorf 公司); MS3 漩涡混合器(德国 IKA 公司); BS124 S 精密天平(德国 Sartorius 公司); Milli-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液制备

标准储备溶液: 分别准确称量赖氨酸和牛磺酸的标准品 10.0 mg 于 10 mL 容量瓶中, 加水定容至刻度, 制备质量浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液。

标准工作溶液: 将以上 2 种标准储备液稀释, 制成混合标准溶液, 使用前逐级稀释至两种组分的质量浓度均为 1、5、10、25、50、100、200 ng/mL 的系列标准工作液, 待用。

1.3.2 样本处理

准确移取待测样本溶液 10 mL, 用水逐级稀释 5000 倍之后测试。

1.3.3 衍生

衍生化溶液制备: 准确称量 100 mg Z-OSu 固体, 加

入 20 mL 乙腈溶解, 制备质量浓度为 5 mg/mL 的溶液, 制备好之后储存在 -20 °C 冰箱中, 7 d 之内使用不影响衍生化效果。准确称量 NaOH 固体 4 mg, 加入 10 mL 去离子水溶解, 制备质量浓度为 0.4 mg/mL 的溶液, 制备好之后密封储存在 4 °C 冰箱中, 7 d 之内使用不影响衍生化效果。

衍生样品或标准溶液: 移取 800 μ L 标准工作溶液或样品稀释液, 加入 100 μ L 质量浓度为 0.4 mg/mL NaOH 溶液, 以 3500 r/min 的转速涡旋 10 s, 然后加入 100 μ L 质量浓度为 5 mg/mL 的 Z-OSu 溶液, 以 3500 r/min 的转速涡旋 30 s, 过 0.22 μ m 滤膜后转移至液相色谱进样小瓶中上机测试。

1.3.4 液相色谱条件

色谱柱: SB-C8 (100 mm \times 2.1 mm, 3.5 μ m, 美国 Agilent 公司); 流动相: A. 0.05% (V:V) 甲酸水溶液, B. 乙腈; 进样体积 2 μ L; 流速: 0.4 mL/min; 柱温: 30 °C; 运行时间 4.5 min; 流动相梯度洗脱程序如表 1 所示。

表 1 液相色谱采集的梯度变化参数
Table 1 Gradient variation parameters of liquid chromatography

时间/min	流动相体积分数/%	
	A	B
0	85	15
1.0	85	15
2.0	50	50
3.0	50	50
3.1	0	100
4.0	0	100

1.3.5 质谱条件

离子源模式: 电喷雾离子源, 负离子模式; 离子化电

压, -4500 V; 气帘气压力, 35 psi; 喷雾气压力 55 psi, 加热气温度 550 °C, 辅助加热气压力 55 psi; 质谱采集模式: 多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)。MRM 条件如表 2 所示。

2 结果与分析

2.1 前处理方法的优化

本研究测定的样本为功能饮料, 饮料中还含有其他的糖、维生素、肌醇、咖啡因等物质, 这些物质的浓度较高, 在进质谱测试之前需要进行稀释。本研究选用 3 种稀释剂对样本进行稀释, 分别为乙腈、50%乙腈水溶液和去离子水。从稀释之后的质谱响应结果看, 用去离子水进行稀释的样本, 响应值最高, 如图 1 所示。所以在本研究中选用去离子水对样本进行稀释之后测试。

2.2 仪器方法优化

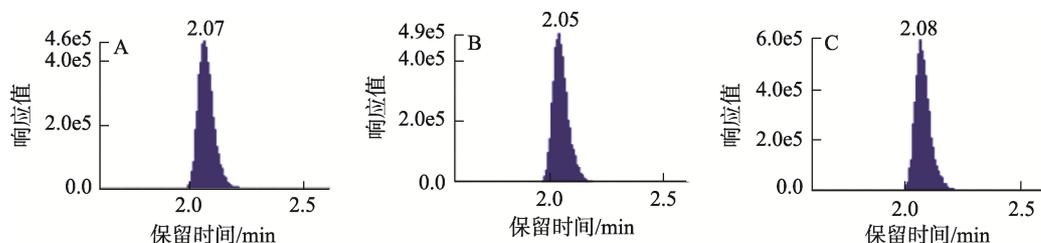
2.2.1 流动相选择

本研究最初选用乙腈和 0.1% 甲酸的水溶液作为流动相。在这种条件下, Z-Tau-OH(牛磺酸衍生化合物)的保留时间为 3.372 min, Z-Lys(Z)-OH(赖氨酸衍生化合物)的保留时间为 3.974 min, 二者保留时间接近, 且 Z-Lys(Z)-OH 的色谱峰形较差, 前延及拖尾都比较严重。另一方面, 由于甲酸的引入, 在负离子模式下, 化合物的信号响应较差。当降低甲酸的浓度至 0.05% (V:V) 时, Z-Tau-OH 的保留时间为 2.073 min, 而 Z-Lys(Z)-OH 的保留时间为 3.718 min, 2 种化合物的保留时间区分明显, 且色谱峰形明显改善, 无前延及拖尾现象, 同时化合物的响应值也分别提升了 4 和 10 倍, 故最终流动相中甲酸的浓度确定为 0.05%。2 种不同的流动相的离子流图如图 2 所示。

表 2 2 种化合物在多反应监测模式下质谱采集的主要参数

Table 2 Main acquisition parameters of mass spectrometry for 2 kinds of compounds in MRM

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	驻留时间/ms	碰撞能量/V	保留时间/min
Z-Tau-OH	258.0	150.0	75	30	2.073
	258.0	107.0	75	35	
Z-Lys(Z)-OH	413.0	197.0	75	30	3.718
	413.0	305.0	75	35	



注: A 乙腈; B 50%乙腈水溶液; C 去离子水。

图 1 不同稀释溶剂稀释之后的离子流图

Fig.1 Ion flow diagrams after dilution with different dilution solvents

2.2.2 质谱条件优化

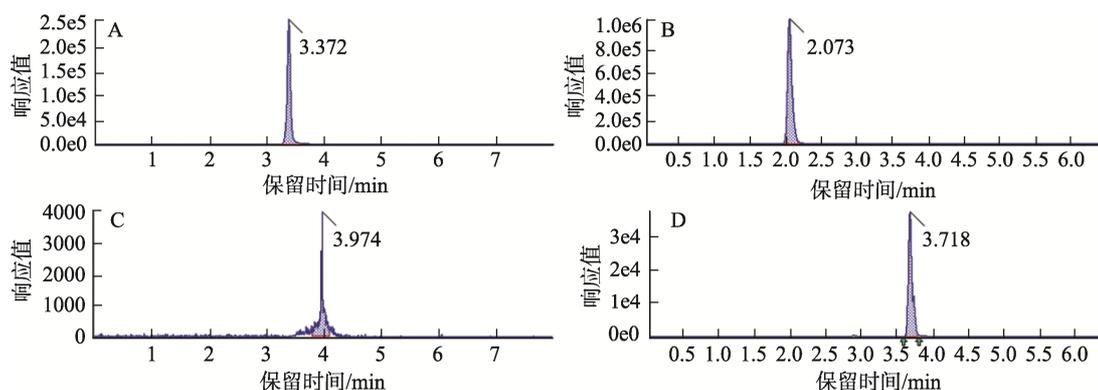
取衍生化之后的混合标准溶液, 此溶液中 Tau 和 Lys 的初始质量浓度为 100 ng/mL, 使用注射泵直接进样的方式优化 2 种化合物的质谱采集参数, 在负离子模式下先用全扫描的模式, 采集 2 种化合物的一级质谱, 从中找出分子离子峰, 以此为母离子进行碎片离子扫描, 优化碰撞能量, 去簇电压, 碰撞池入口电压及出口电压, 确定响应最优的两个碎片离子的参数信息, 建立 MRM 方法。Z-Tau-OH 和 Z-Lys(Z)-OH 的二级碎片离子质谱图如图 3 所示。

2.3 衍生化条件的优化

本研究选用 Z-OSu 作为衍生化试剂, 在牛磺酸和赖氨酸的氨基上连接上苯甲氧羰基的基团, 以降低牛磺酸和

赖氨酸的极性, 使其可以用反相色谱进行分离测试。衍生化之后的分子结构如图 4 所示, 在牛磺酸的主链氨基上连接上一个苯甲氧羰基, 在赖氨酸的主链和侧链的氨基上共连接上了 2 个苯甲氧羰基。

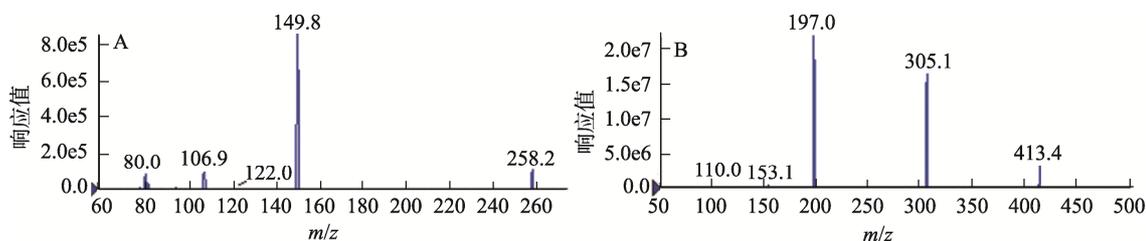
由于参与反应的是结构中的氨基, 在反应过程中需保持氨基游离, 反应溶液须保持碱性条件, 在最初设计的衍生化条件中, 选用的是 1.68 mg/mL 的碳酸氢钠溶液, 衍生的速度较慢, 在 5、10、20、40 min 的时间点取样测试, 发现衍生化反应没有结束。选用 0.4 mg/mL 的氢氧化钠溶液做为碱性条件后, 衍生化反应在 30 s 之内即可完成, 故本研究选用 0.4 mg/mL 的氢氧化钠溶液做为衍生化反应的碱性调节溶液。



注: A 流动相水相为 0.1%甲酸水溶液时的 Z-Tau-OH; B 流动相水相为 0.05%水相时的 Z-Tau-OH; C 流动相水相为 0.1%甲酸水溶液时的 Z-Lys(Z)-OH; D 流动相水相为 0.05%水相时的 Z-Lys(Z)-OH。

图 2 2 种不同的流动相的离子流图

Fig.2 Ion flow diagrams of 2 kinds of different mobile phases



注: A: Z-Tau-OH; B: Z-Lys(Z)-OH。

图 3 Z-Tau-OH 和 Z-Lys(Z)-OH 的二级碎片离子质谱图

Fig.3 Secondary fragment ion mass spectrums of Z-Tau-OH and Z-Lys(Z)-OH

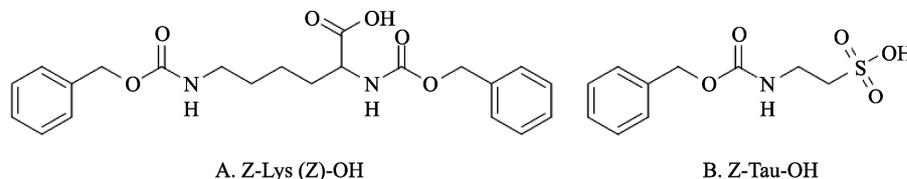


图 4 赖氨酸衍生化之后的化合物(A)和牛磺酸衍生化之后的化合物(B)的分子结构式

Fig.4 Molecular structure formulas of lysine derivatization compound (A) and taurine derivatization compound (B)

2.4 线性关系, 检出限和定量限

以衍生化完成的标准工作溶液上机测定, 结果制备标准曲线, 得出 2 种化合物的线性范围、回归方程和相关系数, 见表 3。并将实际样本衍生化之后的溶液进行稀释, 计算方法的

检出限($S/N=3$)和定量限($S/N=10$)。2 种化合物在标准溶液衍生之后的浓度范围线性良好。Z-Tau-OH 的检出限为 20 pg/mL, 定量限为 50 pg/mL。Z-Lys(Z)-OH 的检出限为 100 pg/mL, 定量限为 250 pg/mL, 方法灵敏度高。

表 3 2 种化合物的线性范围、线性方程、相关系数、检出限和定量限

化合物	线性范围/(ng/mL)	回归方程	相关系数(r^2)	检出限/(pg/mL)	定量限/(pg/mL)
Z-Tau-OH	1~200	$Y=18750.01967X+1814.94657$	0.9998	20	50
Z-Lys(Z)-OH	1~200	$Y=641.62478X-322.75083$	0.9988	100	250

2.5 添加回收率和精密度

分别向同一种不含牛磺酸和赖氨酸的电解质饮料中添加 100、250 和 500 $\mu\text{g/mL}$ 3 种浓度水平的 Tau 和 Lys, 按照样品前处理的方法稀释之后进行衍生化, 制备 6 个平行样品, 计算添加的回收率以及相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs), 结果见表 4。2 种化合物的添加回收率为 92.77%~107.59%, RSDs 均小于 10%, 符合测试标准的要求。说明添加的标准物质在不同的浓度水平均能够被准确定量, 不受饮料中其他物质的干扰。

表 4 2 种化合物加标的回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 4 Recoveries and RSDs of 2 kinds of compounds ($n=6$)

化合物	添加量/ $(\mu\text{g/mL})$	平均回收率/%	RSDs/%
Tau	100	97.58	8.95
	250	96.09	3.54
	500	107.59	6.11
Lys	100	95.93	6.24
	250	92.77	2.85
	500	96.28	4.19

2.6 衍生方法比较

本研究选用 Z-OSu 作为衍生化试剂, 与牛磺酸和赖氨酸进行反应, 反应条件温和, 反应速率较快, 相比其他的衍生化试剂在效率上有较大的优势。几种常用的衍生化试剂的反应条件及反应时间见表 5 所示。

表 5 不同衍生化试剂的反应条件对比
Table 5 Comparison of reaction conditions of different derivatization reagents

试剂	温度	时间	特殊要求	参考文献
Z-OSu	室温	30 s	无	
AQC	55 $^{\circ}\text{C}$	10 min	密封	[10,17]
OPA	室温	20 min	无	[8,18]
PITC	室温	60 min	无	[6,19]
DNFB	60 $^{\circ}\text{C}$	60 min	无	[7,20]
Dansyl-C	40 $^{\circ}\text{C}$	30 min	密封	[9,21]

如表 5 所示, 使用 Z-OSu 作为衍生化试剂, 反应时间仅需 30 s, 室温下即可完成反应, 无其他特殊要求, 是一种简便、快速且友好的衍生化试剂, 值得在氨基酸检测领域大力推广。

2.7 实际样品测试

利用本研究建立的测定方法, 购置了 5 种常见的功能饮料进行测定, 按照上述方法将每种饮料平行制备 3 个样品进行测定, 结果如表 6 所示。

表 6 5 种功能饮料的测定结果($n=3$)
Table 6 Determination results of 5 kinds of functional drinks ($n=3$)

样品编号	标示量/(mg/L)		平均检出量/(mg/L)		比值/%	
	Tau	Lys	Tau	Lys	Tau	Lys
LH1-3	280	300	282.1	296.4	100.7	98.8
HN1-3	500	200	501.2	196.2	100.2	98.1
DP1-3	500	200	499.7	201.1	99.9	100.5
ZM1-3	400	-	395.7	-	98.9	-
MZ1-3	570	-	586.5	-	102.9	-

结果显示, 5 种功能饮料中赖氨酸和牛磺酸的测定量均在标示量的 98%~103%, 说明本研究建立的方法能够准确测定功能饮料中的赖氨酸和牛磺酸的含量。

3 结论

本研究利用衍生化的技术建立了功能饮料中牛磺酸和赖氨酸的超高效液相色谱-串联质谱法的测定方法, 样品中的牛磺酸和赖氨酸的衍生化反应简单迅速且不受饮料中其他物质的干扰, 标准物质添加的回收率和精密度均满足测试标准的要求。分析方法简便、快速, 与国家标准中牛磺酸和氨基酸的检测方法相比, 可操作性强, 仪器试剂方便易得, 非常有利于在检测机构中推广应用。本方法可为功能饮料的安全保障提供技术支持。

参考文献

- [1] 师雯, 李洲. 中国功能饮料市场现状及发展趋势分析[J]. 食品与发酵科技, 2020, 56(5): 97-100.
SHI W, LI Z. Analysis of the market situation and development trends of functional beverages in China [J]. Food Ferment Sci Technol, 2020, 56(5): 97-100.
- [2] 赵玉星, 郭俊霞, 陈文. 牛磺酸改善糖代谢的量效分析[J]. 食品工业科技, 2017, 38(21): 295-301.
ZHAO YX, GUO JX, CHEN W. Dose-effect analysis of taurine in improving glucose metabolism [J]. Sci Technol Food Ind, 2017, 38(21): 295-301.
- [3] 应一帆. 牛磺酸对人体代谢水平及运动成绩的影响[J]. 长春大学学报, 2017, 27(10): 28-32.
YING YF. Effects of taurine beverage on human metabolism capacity and sports performance [J]. J Changchun Univ, 2017, 27(10): 28-32.
- [4] 陆壮, 吕武兴, 舒剑成, 等. 牛磺酸的生物学功能及其在动物生产中的应用[J]. 饲料工业, 2021, 42(6): 15-20.
LU Z, LV WX, SHU JC, *et al.* The biological functions and application in animal production of taurine [J]. Feed Ind, 2021, 42(6): 15-20.
- [5] 瞿东杨, 史润东东, 姜欣, 等. 牛磺酸和咖啡因在抗疲劳饮料中的作用[J]. 饮料工业, 2018, 21(4): 16-19.
QU DY, SHI RDD, JIANG X, *et al.* The role of taurine and caffeine in anti-fatigue beverages [J]. Beverage Ind, 2018, 21(4): 16-19.
- [6] 冯盛斌, 胡海娥. PTC 柱前衍生反相高效液相色谱法测定维生素功能饮料中 L-赖氨酸和牛磺酸的含量[J]. 饮料工业, 2014, 17(4): 38-40.
FENG SB, HU HE. Simultaneous determination of taurine and L-lysine in vitamin functional drinks by RP-HPLC with pre-column derivatization [J]. Beverage Ind, 2014, 17(4): 38-40.
- [7] 赵英莲, 牟德华, 李艳. 2,4-二硝基氟苯柱前衍生 HPLC 检测树莓中游离子氨基酸[J]. 食品科学, 2015, 36(6): 178-182.
ZHAO YL, MOU DH, LI Y. High performance liquid chromatographic analysis of free amino acids in raspberry using pre-column derivatization with 2,4-dinitrofluorobenzene [J]. Food Sci, 2015, 36(6): 178-182.
- [8] 魏永涛, 林娣, 曹广生. 柱后衍生 HPLC 法测定功能饮料中的牛磺酸[J]. 化学分析计量, 2017, 26(6): 41-44.
WEI YT, LIN D, CAO GS. Determination of taurine in functional drinks by HPLC with post-column derivatization [J]. Chem Anal Meter, 2017, 26(6): 41-44.
- [9] 赵超敏, 蒋颖婕, 曾静, 等. 高效液相色谱法测定乳粉及液态奶中牛磺酸含量[J]. 现代食品科技, 2019, 35(1): 252-256.
ZHAO CM, JIANG YJ, ZENG J, *et al.* Determination of taurine content in milk powder and liquid milk by high performance liquid chromatography [J]. Mod Food Sci Technol, 2019, 35(1): 252-256.
- [10] 别梅, 孙立臻, 王骏, 等. 液相色谱内标法测定婴幼儿配方食品中色氨酸含量[J]. 食品与发酵工艺, 2021, 17: 272-276.
BIE M, SUN LZ, WANG J, *et al.* Determination of tryptophan in infant formula by HPLC internal standard method [J]. Food Ferment Ind, 2021, 17: 272-276.
- [11] 姜楠, 刘思洁, 崔勇, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定植物源性食品中 18 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(7): 2919-2928.
JIANG N, LIU SJ, CUI Y, *et al.* Determination of 18 kinds of pesticide residues in plant-derived food by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(7): 2919-2928.
- [12] 魏玉霞, 王芳, 左郡, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定淡水鱼和淡水虾中的 11 种喹诺酮类兽药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(7): 2906-2912.
WEI YX, WANG F, ZUO J, *et al.* Simultaneous determination of 11 quinolone residues in fresh water fish and shrimp by QuEChERS purification coupled with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(7): 2906-2912.
- [13] 崔悦, 刘墨一, 曹冬, 等. 液相色谱-串联质谱法检测蜂蜜中氟苯尼考及其代谢物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(7): 2695-2700.
CUI Y, LIU MY, CAO D, *et al.* Determination of florfenicol and its metabolite residues in honey by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(7): 2695-2700.
- [14] 王建山, 宋莉, 王一欣, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定桑叶茶中 1-脱氧野尻霉素的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(7): 2569-2574.
WANG JS, SONG L, WANG YX, *et al.* Determination of 1-deoxyojirimycin in mulberry leaf tea by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(7): 2569-2574.
- [15] 陈贵兰, 徐坤, 周远明, 等. 液质联用仪分析氨基酸方法的建立及其在枸杞中的应用[J]. 青岛农业大学学报(自然科学版), 2021, 38(1): 57-64.
CHEN GL, XU K, ZHOU YM, *et al.* Establishment and application of a new assay method for detection of amino acids of wolfberry based on liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Qingdao Agric Univ (Nat Sci Ed), 2021, 38(1): 57-64.
- [16] 林琳, 林毅侃, 庞贝妮, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定特殊医学用途婴儿乳粉中牛磺酸的含量[J]. 乳业科学与技术, 2020, 43(1): 5-8.
LIN L, LIN YK, PANG BN, *et al.* Determination of taurine content in infant formula for special medical purposes by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Dairy Sci Technol, 2020, 43(1): 5-8.
- [17] ZHOU P, ZHAO F, CHEN M, *et al.* Determination of 21 free amino acids in 5 types of tea by ultra-high performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry (UHPLC-MS/MS) using a modified 6-aminoquinolyl-N-hydroxysuccinimidyl carbamate (AQC) method [J]. J

Food Compos Anal, 2019, 81: 46–54.

[18] FARAG AS, KLIKAROVÁ J, ČESLOVÁ L, *et al.* Voltammetric determination of taurine in energy drinks after o-phthalaldehyde-ethanethiol derivatization [J]. Talanta, 2019, 202: 486–493.

[19] 郭晓晗, 程显隆, 柳温曦, 等. 柱前衍生化-HPLC法同时测定不同商品规格鹿茸片中 15 种氨基酸的含量[J]. 药物分析杂志, 2020, 40(10): 1780–1789.

GUO XH, CHENG XL, LIU WX, *et al.* HPLC with pre-column derivatization for simultaneous determination of 15 amino acids in deer velvet slices of different specifications [J]. Chin J Pharm Anal, 2020, 40(10): 1780–1789.

[20] CHEN L, CHEN Q, ZHANG Z, *et al.* A novel colorimetric determination of free amino acids content in tea infusions with 2,4-dinitrofluorobenzene [J]. J Food Compos Anal, 2009, 22(2): 137–141.

[21] JANSONS M, PUGAJEVA I, BARTKEVICS V, *et al.* LC-MS/MS characterisation and determination of dansyl chloride derivatised

glyphosate, aminomethylphosphonic acid (AMPA), and glufosinate in foods of plant and animal origin [J]. J Chromatogr B, 2021, 1177: 122779.

(责任编辑: 郑丽于梦娇)

作者简介



王耀楠, 主管技师, 主要研究方向为仪器分析。

E-mail: wangyaonan@ccmu.edu.cn



金绍明, 副研究员, 主要研究方向为食品检测新技术。

E-mail: myjackyming@126.com