

超高效液相色谱-串联质谱法测定蛋白胨中 6 种脂溶性维生素

莫日根¹, 辛 慧¹, 张晓东², 杜 艳¹, 朱叶青^{1*}

(1. 呼和浩特市食品检验所, 呼和浩特 010090; 2. 内蒙古自治区药品检验研究院, 呼和浩特 010010)

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)同时测定蛋白胨中 6 种脂溶性维生素的分析方法。**方法** 样品经甲醇-正己烷(8:2, *V/V*)混合溶液提取, Synchronis C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm)分离, 以 0.1%(*V/V*)甲酸甲醇溶液(含 10 mmol/L 甲酸铵)为流动相进行洗脱, 流速为 0.2 mL/min。采用电喷雾电离源、正离子扫描、多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)进行检测。**结果** 6 种脂溶性维生素在各自质量浓度范围内相关系数(r^2)均大于 0.999, 线性关系良好, 检出限为 0.026~1.109 mg/kg, 定量限为 0.085~3.696 mg/kg, 相对标准偏差均 <3%($n=6$), 且在不同添加水平下的回收率为 81.5%~114.8%。**结论** 该方法操作简单, 重现性好, 准确度高, 适用于蛋白胨中 6 种脂溶性维生素的测定。

关键词: 脂溶性维生素; 蛋白胨; 超高效液相色谱-串联质谱法

Determination of 6 kinds of fat-soluble vitamins in peptone using ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

MO Ri-Gen¹, XIN Hui¹, ZHANG Xiao-Dong², DU Yan¹, ZHU Ye-Qing^{1*}

(1. Hohhot Food Inspection Institute, Hohhot 010090, China;

2. Inner Mongolia Autonomous Region Institute of Drug Inspection, Hohhot 010010, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 6 kinds of fat-soluble vitamins in peptone using ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted by methanol hexane (8:2, *V/V*) solution, separated by Synchronis C₁₈ column (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm), eluted with 0.1% (*V/V*) formic acid methanol solution (containing 10 mmol/L ammonium formate) as mobile phase, and the flow rate was 0.2 mL/min. Positive electrospray ionization (ESI⁺) and multiple reaction monitoring mode were used for detection. **Results** The correlation coefficients (r^2) of the 6 fat-soluble vitamins in their linear ranges were greater than 0.999. The limits of detection were in the range of 0.026–1.109 mg/kg, and the limits of quantitation were 0.085–3.696 mg/kg. The relative standard deviations of the method were less than 3% ($n=6$), and the average recoveries were 81.5%–114.8% at different spiked levels. **Conclusion** This

基金项目: 科技部重点专项 (2017YFC1601400)

Fund: Supported by the Ministry of Science and Technology of the People's Republic of China (2017YFC1601400)

*通讯作者: 朱叶青, 主任药师, 主要研究方向为营养与食品安全。E-mail: hhhtzyq@sina.com

*Corresponding author: ZHU Ye-Qing, Chief Pharmacist, Hohhot Food Inspection Institute, Hohhot International Student Pioneer Park B, Hohhot 010090, China. E-mail: hhhtzyq@sina.com

method is simple, sensitive and accurate, which is suitable for the determination of 6 fat-soluble vitamins in peptone.

KEY WORDS: fat-soluble vitamins; peptone; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

1 引言

维生素是维持人体正常物质代谢和某些特殊生理功能不可缺少的低分子有机化合物^[1]。根据其溶解性差异, 维生素分为水溶性维生素和脂溶性维生素 2 大类, 其中脂溶性维生素包括维生素 A、D、E、K 等^[2]。蛋白胨是培养基的主要成分之一, 含有胨、肽和多种氨基酸的水溶性混合物, 是微生物生长、发育、繁衍所需要的主要营养氮源^[3,4]。蛋白胨正广泛应用于食品、医药、微生物培养、生物发酵等多种领域^[5], 但是当前对天然来源蛋白胨中的脂溶性维生素研究较少。另外, 目前我国培养基产量在全球市场的占比较低, 产品质量参差不齐, 为打破国外技术壁垒, 规范我国培养基质量评价体系, 对各种天然培养基的组成进行分析研究尤为重要^[6,7]。

目前, 脂溶性维生素的测定主要有液相色谱-串联质谱法^[8-10]、高效液相色谱法^[11-14]、在线二维液相色谱法^[15,16]、微乳液相色谱法^[17]等。与其他方法相比, 液相色谱-串联质谱法具有高效的分离能力、较短的分析时间以及高的分辨率和灵敏度等优势。本研究建立了超高效液相色谱-串联质谱法 (ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 同时测定蛋白胨中 6 种脂溶性维生素, 通过优化流动相的比例以获取更好的分离效果, 旨在剖析蛋白胨的生物组分, 为建立由纯化学成分组成的微生物培养基提供基础数据, 并且为今后其他种类培养基中的脂溶性维生素测定和培养基评价规范提供理论依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Ultimate 3000 超高效液相色谱仪、TSQ Endura 三重四极杆质谱仪 (美国 Thermo Fisher 公司); MS 3 digital 旋涡混合器 (德国 IKA 公司); Sartorius 万分之一电子天平 (北京赛多利斯公司)。

甲醇、甲酸铵、二氯甲烷 (色谱纯, 德国 CNW 公司); 甲酸、异丙醇 (色谱纯, 天津市福晨化学试剂厂); 正己烷 (色谱纯, 北京迪科马科技有限公司); 抗坏血酸 (分析纯, 天津市北联精细化学品开发有限公司); 维生素 A (98.3%, 德国 HPC Standards GmbH 公司); 维生素 D₂ (99.0%, 中国食品药品检定研究院); 维生素 D₃ (99.9%)、维生素

K₁ (99.6%, 德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 维生素 K₂ (99.9%)、维生素 E (96.8%, 美国 Sigma-Alorich 公司)。

牛肉蛋白胨、酪蛋白胨 (北京联利生物制剂厂); 大豆蛋白胨 (法国 Solabia 公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液的配制

准确称取适量标准品, 维生素 A、维生素 E、维生素 D₂ 和维生素 D₃ 用 10 g/L 的抗坏血酸甲醇溶液溶解并定容至 25 mL, 维生素 K₁ 和维生素 K₂ 用甲醇溶解并定容至 25 mL, 均置于棕色容量瓶, 配制成标准储备液。移取适量各标准储备液, 用甲醇稀释, 得到维生素 A、维生素 E、维生素 D₂、维生素 D₃、维生素 K₁ 和维生素 K₂ 的浓度分别为 9.52、15.30、12.32、8.92、14.69、14.17 μg/mL 的混合标准中间液, 于 -20 °C 避光保存。

2.2.2 样品前处理

准确称取牛肉蛋白胨、酪蛋白胨和大豆蛋白胨各 0.2 g (精确到 0.0001 g) 样品于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 甲醇-正己烷 (8:2, V/V) 混合溶液进行提取, 涡旋混合 20 min, 溶液过 0.22 μm 微孔滤膜。以上操作均避光进行。

2.2.3 仪器条件

(1) 色谱条件

色谱柱: Thermo Synchronis C₁₈ 色谱柱 (100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm); 柱温: 25 °C; 样品室温度: 10 °C; 流速: 0.20 mL/min; 流动相: 0.1% (V/V) 甲酸甲醇溶液 (含 10 mmol/L 甲酸铵); 进样量 2 μL。

(2) 质谱条件

离子源: 电喷雾电离 (electrospray ionization, ESI) 源; 扫描方式: 正离子扫描; 检测方式: 多反应监测 (multiple reaction monitoring, MRM) 模式; 离子源温度: 350 °C; 离子传输管温度: 350 °C; 离子喷雾电压: 4500 V; 鞘气流速: 9.0 L/min; 辅助气流速: 6.0 L/min; 碰撞气: 氩气。MRM 检测离子对参数见表 1。

3 结果与分析

3.1 流动相的选择

由于脂溶性维生素都是非极性化合物, 疏水性强, 缺少质子化作用位点^[18], 因此流动相中加入 0.1% (V/V) 甲酸和 10 mmol/L 甲酸铵, 不仅可以改善峰形, 还能促进脂溶性维生素的离子化, 增加响应强度。

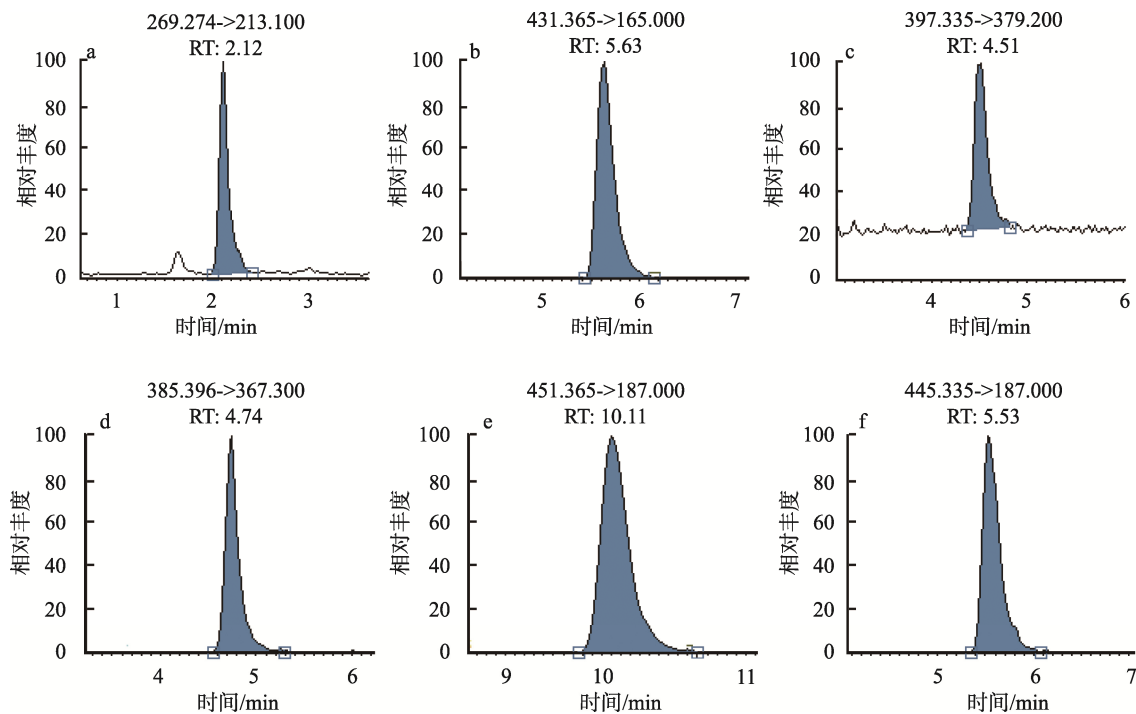
此外, 实验还通过调节流动相的比例以获得最佳条件, 结果表明, 流动相中水的比例越大, 响应越低, 峰形

越差, 出峰时间越晚, 当选用 0.1%(V/V)甲酸甲醇溶液(含 10 mmol/L 甲酸铵)为流动相, 各组分分离效果良好, 峰形对称, 响应值最高, 无杂质峰干扰。6 种脂溶性维生素的 MRM 色谱图见图 1。

表 1 MRM 扫描模式下 6 种脂溶性维生素的质谱参数
Table 1 MS parameters of the 6 fat-soluble vitamins in MRM scan mode

编号	化合物	扫描模式	保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞电压/V
1	维生素 A (retinol)	[M-OH] ⁺	2.12	269.3	213.1*	12.7
					157.0	18.5
2	维生素 E (α-tocopherol)	[M+H] ⁺	5.63	431.4	165.0*	18.5
					137.1	37.5
3	维生素 D ₂ (vitamin D ₂)	[M+H] ⁺	4.51	397.3	379.2*	10.3
					271.2	10.3
4	维生素 D ₃ (vitamin D ₃)	[M+H] ⁺	4.74	385.4	367.3*	10.3
					259.2	12.4
5	维生素 K ₁ (vitamin K ₁)	[M+H] ⁺	10.11	451.4	187.0*	21.8
					197.1	22.8
6	维生素 K ₂ (vitamin K ₂)	[M+H] ⁺	5.53	445.3	187.0*	18.9
					427.2	12.2

注: *为定量离子。



注: a. 维生素 A; b. 维生素 E; c. 维生素 D₂; d. 维生素 D₃; e. 维生素 K₁; f. 维生素 K₂。

图 1 6 种脂溶性维生素混合标准溶液的 MRM 色谱图

Fig.1 MRM Chromatograms of the 6 fat-soluble vitamins mixed standard solution

3.2 质谱条件的优化

本研究使用蠕动针泵, 以 10 $\mu\text{L}/\text{min}$ 的流速, 依次将单一标准品溶液(1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)与流速为 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ 的流动相通过三通接头混合后直接注入质谱, 在质荷比 m/z 为 100~1000 扫描范围内以 ESI^+ 模式进行一级质谱扫描, 调节离子源温度、喷雾电压、离子传输管温度和气体流速等质谱参数, 确定 6 种脂溶性维生素的母离子。其中维生素 A $[\text{M}-\text{OH}]^+$ 峰较强, 其余 5 种脂溶性维生素均为 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 峰。确定母离子后, 分别对其进行二级质谱扫描, 选择合适的轰击能量, 确定定量离子和定性离子。优化后 6 种脂溶性维生素的 MRM 参数见表 1。

3.3 样品提取溶剂的优化

由于脂溶性维生素不溶于水, 易溶于醇、烃、卤代烃等有机溶剂, 因此, 本研究选用甲醇-异丙醇-二氯甲烷(8:1:1, $V:V:V$)^[19]和甲醇-正己烷(8:2, $V:V$)分别对 6 种脂溶性维生素进行提取, 实验结果显示, 甲醇-正己烷(8:2, $V:V$)提取的脂溶性维生素有更高的响应, 具有更好的提取效果。

本研究还比较了不同比例正己烷的提取效果, 结果表明, 增大正己烷比例有利于脂溶性维生素的提取, 但是会造成峰变宽, 峰形变差, 甚至会使峰出现分叉现象, 因

此, 综合来看, 选用甲醇-正己烷(8:2, $V:V$)为本研究的提取溶剂。

3.4 方法学评估

3.4.1 线性范围和检出限

将 6 种脂溶性维生素的系列混合标准溶液按上述色谱及质谱条件进行测定, 以各物质的峰面积为纵坐标(Y)、质量浓度为横坐标(X , $\mu\text{g}/\text{L}$)绘制标准曲线。数据结果表明, 6 种脂溶性维生素在各自质量浓度范围内相关系数(r^2)均大于 0.999, 线性关系良好。当取样量为 0.2 g 时, 以信噪比为 3 和 10 时的进样浓度为最低检出含量和最低定量含量, 最终计算得出该方法的检出限为 0.026~1.109 mg/kg , 定量限为 0.085~3.696 mg/kg , 方法灵敏度高。相关数据见表 2。

3.4.2 方法的精密度

取空白样品 6 份, 为了减少基质效应, 回收实验取样量照样品前处理取样量减半, 每份 0.1 g, 精密称定, 分别加入 300 μL 维生素混标溶液, 按本研究所述方法进行测定, 计算相对标准偏差。结果表明, 6 种脂溶性维生素含量的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)均小于 3%, 表明该方法精密度高, 重现性好(见表 3)。

表 2 6 种脂溶性维生素的线性范围、回归方程、相关系数(r^2)、检出限和定量限
Table 2 Linear ranges, regression equations, correlation coefficients (r^2), limits of detection and limits of quantitation of the 6 fat-soluble vitamins

编号	化合物	线性范围/ $(\mu\text{g}/\text{L})$	回归方程	r^2	检出限/ (mg/kg)	定量限/ (mg/kg)
1	维生素 A	4.76~380.93	$Y=2.745\times10^2X+2.366\times10^3$	0.9991	0.220	0.733
2	维生素 E	1.53~612.09	$Y=9.761\times10^2X-2.349\times10^3$	0.9997	0.026	0.085
3	维生素 D ₂	61.6~615.99	$Y=8.053\times10^2X-1.272\times10^4$	0.9995	1.109	3.696
4	维生素 D ₃	1.78~356.66	$Y=1.834\times10^3X+3.405\times10^3$	0.9993	0.050	0.166
5	维生素 K ₁	1.47~587.40	$Y=1.907\times10^3X-4.059\times10^3$	0.9999	0.045	0.150
6	维生素 K ₂	1.42~566.79	$Y=1.853\times10^3X+7.029\times10^2$	0.9995	0.033	0.111

表 3 6 种脂溶性维生素的精密度($n=6$)
Table 3 Precisions of the 6 fat-soluble vitamins ($n=6$)

编号	化合物	加标量/ $(\mu\text{g}/\text{L})$	均值/ $(\mu\text{g}/\text{L})$	回收率/%	相对标准偏差/%
1	维生素 A	142.9	117.3	82.1	1.4
2	维生素 E	229.5	211.0	92.0	1.1
3	维生素 D ₂	184.8	177.6	96.1	1.8
4	维生素 D ₃	133.8	119.8	89.6	2.2
5	维生素 K ₁	220.3	210.5	95.5	1.7
6	维生素 K ₂	212.6	205.9	96.8	2.0

3.4.3 方法的回收率

在空白样品中分别添加 3 个水平的混合标准溶液，每个水平取样 3 次，分别测定，以评价不同添加水平的可靠性。由表 4 可知，样品的加标回收率为 81.5%~114.8%，相对标准偏差均小于 3%，方法回收率满足要求。

3.5 实际样品的测定

选取 3 个不同种类的蛋白胨样品，即牛肉蛋白胨、

酪蛋白胨和大豆蛋白胨，按本研究所述方法处理样品并测定，计算待测样品中 6 种脂溶性维生素的含量。测定结果表明，在该 3 种蛋白胨中均未有脂溶性维生素的检出，这可能和蛋白胨的生产工艺有关。在蛋白胨的生产过程中，经过一系列复杂的生产工序，最后得到的蛋白胨具有较低的脂肪含量^[20]，因此在这 3 种蛋白胨中均未有脂溶性维生素的检出。

表 4 6 种脂溶性维生素的回收率(n=3)
Table 4 Spiked recoveries of the 6 fat-soluble vitamins (n=3)

编号	化合物	加标量/(μg/L)	均值/(μg/L)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
1	维生素 A	14.3	12.6	88.1	0.8
		100.0	81.5	81.5	0.7
		185.7	169.3	91.1	0.5
		23.0	21.8	94.8	1.0
2	维生素 E	160.7	147.7	91.9	2.2
		298.4	296.0	99.2	1.4
		18.5	17.6	95.1	1.1
		129.4	111.9	86.5	0.4
3	维生素 D ₂	240.2	247.4	103.0	0.6
		13.4	12.3	91.8	1.4
		93.6	87.3	93.2	2.5
		173.9	181.5	104.4	1.5
4	维生素 D ₃	22.0	20.9	95.0	0.4
		154.2	156.5	101.5	0.4
		286.4	306.0	106.8	0.6
		21.3	20.6	96.7	2.2
5	维生素 K ₁	148.8	135.0	90.7	2.4
		276.3	317.2	114.8	1.8

4 结论与讨论

本研究建立了同时测定蛋白胨中 6 种脂溶性维生素的超高效液相色谱-串联质谱法，对比脂溶性维生素测定的相关国家标准^[11,12]和文献，本方法简化了前处理步骤，不需要繁琐的皂化过程，提高了检测效率，同时该方法具有良好的稳定性和准确度，可为其他种类蛋白胨和培养基中的脂溶性维生素测定提供参考，同时为培养基评价规范提供理论支撑。

参考文献

[1] 吴宏星, 郑艾妮, 苏草茵, 等. 微乳液相色谱法同时分离 7 种水溶性维生素[J]. 色谱, 2017, 35(4): 439-444.

Wu HX, Zheng AN, Su CY, *et al.* Simultaneous separation of seven water-soluble vitamins with microemulsion liquid chromatography [J]. Chin J Chromatogr, 2017, 35(4): 439-444.

[2] 王聪, 梁瑞强, 曹进, 等. 液相色谱-质谱联用法测定保健食品中 9 种脂溶性维生素[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(3): 991-999.

Wang C, Liang RQ, Cao J, *et al.* Determination of 9 kinds of fat-soluble vitamins in healthy foods by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(3): 991-999.

[3] 满洋, 陈舜胜, 曲映红. 南极磷虾副产物酶解蛋白胨工艺优化及实际应用[J]. 食品工业科技, 2019, 40(21): 198-202, 224.

Man Y, Chen SS, Qu YH. Optimization and practical application of enzymatic hydrolysis of peptone Antarctic krill by-products [J]. Sci Technol Food Ind, 2019, 40(21): 198-202, 224.

[4] 李润娇. 花生粕制备生化试剂蛋白胨的工艺研究[D]. 济南: 山东师范大学, 2014.

- Li RJ. Biochemical reagents peptone of peanut meal preparation technology research [D]. Jinan: Shandong Normal University, 2014.
- [5] 高海燕, 石丹, 王彩云, 等. 利用复合酶技术制备乳清蛋白胨的工艺研究[J]. 中国食品学报, 2013, 13(2): 97–100.
- Gao HY, Shi D, Wang CY, *et al.* Study on the preparation of lactalbumin hydrolysate by composite proteases [J]. J Chin Inst Food Sci Technol, 2013, 13(2): 97–100.
- [6] 朱叶青, 吕娟, 王婷婷, 等. 离子色谱法同时测定蛋白胨中葡萄糖、果糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4624–4628.
- Zhu YQ, Lv J, Wang TT, *et al.* Simultaneous determination of glucose, fructose, sucrose, maltose and lactose in peptone by ion chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(14): 4624–4628.
- [7] 姜莎, 辛慧, 莫日根, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定蛋白胨中 9 种 B 族维生素[J]. 色谱, 2019, 37(11): 1157–1161.
- Jiang S, Xin H, Mo RG, *et al.* Determination of nine B vitamins in peptone using ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2019, 37(11): 1157–1161.
- [8] 严丽娟, 李文斌, 洪煜琛, 等. 液相色谱-大气压化学电离串联质谱法测定婴幼儿配方奶粉中的维生素 D[J]. 色谱, 2017, 35(4): 427–431.
- Yan LJ, Li WB, Hong YC, *et al.* Determination of vitamin D in infant formula using liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2017, 35(4): 427–431.
- [9] 张鹏, 朱姜, 周元元, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定保健食品中的维生素 A、D、E[J]. 中国食品卫生杂志, 2016, 28(3): 322–326.
- Zhang P, Zhu J, Zhou YY, *et al.* Determination of vitamin A, D and E in function foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Food Hyg, 2016, 28(3): 322–326.
- [10] 严华, 崔凤云, 别玮, 等. 稳定同位素稀释/液相色谱-串联质谱法同时测定婴幼儿配方奶粉中 5 种脂溶性维生素[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(23): 6130–6139.
- Yan H, Cui FY, Bie W, *et al.* Simultaneous determination of 5 kinds of fat soluble vitamins in infant formula milk powder by stable isotope dilution/liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(23): 6130–6139.
- [11] GB 5009.82-2016 食品安全国家标准 食品中维生素 A、D、E 的测定[S].
- GB 5009.82-2016 National food safety standard-Determination of vitamin A, D and E in foods [S].
- [12] GB 5009.158-2016 食品安全国家标准 食品中维生素 K₁ 的测定[S].
- GB 5009.158-2016 National food safety standard-Determination of vitamin K₁ in foods [S].
- [13] 王瑶, 张敏, 马晓冲, 等. 高效液相色谱法测定乳粉中 VK₂(七烯甲萘醌)含量[J]. 乳业科学与技术, 2019, 42(6): 30–33.
- Wang Y, Zhang M, Ma XC, *et al.* Determination of vitamin K₂ (menaquinone-7) in milk powder by high performance liquid chromatography [J]. J Dairy Sci Technol, 2019, 42(6): 30–33.
- [14] 陈万勤, 王瑾, 黄丽英, 等. 高效液相色谱法同时测定配方乳粉中 7 种脂溶性维生素[J]. 分析科学学报, 2013, 29(1): 109–112.
- Chen WQ, Wang J, Huang LY, *et al.* Simultaneous determination of seven fat-soluble vitamins in infant formula using high performance liquid chromatography [J]. J Anal Sci, 2013, 29(1): 109–112.
- [15] 张艳海, 其布勒哈斯, 金燕, 等. 在线二维液相色谱法同时测定婴幼儿和成人配方营养品中的维生素 A、D₃ 和 E[J]. 色谱, 2015, 33(3): 291–297.
- Zhang YH, Qibule H, Jin Y, *et al.* Simultaneous determination of vitamins A, D₃ and E in infant formula and adult nutritions by online two-dimensional liquid chromatography [J]. Chin J Chromatogr, 2015, 33(3): 291–297.
- [16] 张艳海, 朱晓艳, 曹国洲, 等. 在线二维柱切换-高效液相色谱法同时测定婴幼儿强化奶粉中维生素 A、D₃ 和 E 的含量[J]. 分析化学, 2013, 41(5): 771–775.
- Zhang YH, Zhu XY, Cao GZ, *et al.* Simultaneous qualification of vitamins A, D₃ and E in fortified infant formulae by liquid chromatography coupled with fully automated online two-dimensional column switching method [J]. Chin J Anal Chem, 2013, 41(5): 771–775.
- [17] 杨建锐, 黄丽娜, 黄光亮, 等. 微乳液相色谱法同时测定 4 种脂溶性维生素[J]. 色谱, 2011, 29(10): 995–999.
- Yang JR, Huang LN, Huang GL, *et al.* Simultaneous determination of four fat-soluble vitamins by microemulsion liquid chromatography [J]. Chin J Chromatogr, 2011, 29(10): 995–999.
- [18] 全思思. 超高效液相色谱/超临界流体色谱—串联质谱联用技术同时测定婴幼儿配方乳粉中多种维生素的研究[D]. 广州: 广东药科大学, 2017.
- Quan SS. Simultaneous determination of multiple vitamins in infant formula by ultra-performance liquid chromatography/supercritical fluid chromatography-tandem mass spectrometry [D]. Guangzhou: Guangdong Pharmaceutical University, 2017.
- [19] 宁霄, 高文超, 罗娇依, 等. 液相串联质谱法测定保健食品中脂溶性维生素方法建立及其应用[J]. 中国药师, 2017, 20(10): 1768–1772, 1780.
- Ning X, Gao WC, Luo JY, *et al.* Simultaneous detection of fat-soluble vitamins in health foods by UPLC-MS/MS and its application [J]. China Pharm, 2017, 20(10): 1768–1772, 1780.
- [20] 赵贵明. 微生物培养基及其原材料质量控制[M]. 北京: 中国标准出版社, 2018.
- Zhao GM. Quality control for microbiological culture media and raw material [M]. Beijing: Standards Press of China, 2018.

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



莫日根, 硕士, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: hp520mrg@126.com



朱叶青, 主任药师, 主要研究方向为营养与食品安全。

E-mail: hhhtzyq@sina.com