

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20241217001

引用格式: 尹彦洋, 林枫翔, 张慧, 等. 高效液相色谱-紫外检测器法测定食品中低聚木糖含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(4): 272-278.

YIN YY, LIN FX, ZHANG H, *et al.* Determination of xylo-oligosaccharides content in food by high performance liquid chromatography-ultraviolet detector [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(4): 272-278. (in Chinese with English abstract).

高效液相色谱-紫外检测器法测定食品中 低聚木糖含量

尹彦洋¹, 林枫翔¹, 张慧², 单万亭³, 秦琦^{1*}

(1. 哈尔滨美华生物技术股份有限公司, 哈尔滨 150010; 2. 黑龙江省药品审核查验中心, 哈尔滨 150001; 3. 黑龙江省药品检验研究院, 哈尔滨 150088)

摘要: 目的 建立高效液相色谱-紫外检测器法测定食品中低聚木糖含量的方法。**方法** 前处理方法中考察称样量, 水解时间, 衍生时间, 净化次数; 色谱条件对梯度洗脱和等度洗脱进行了比较, 同时考察了柱温和检测波长。**结果** 最佳的称样量为 2.0 g, 最佳的水解时间为 100 min, 最佳的衍生时间为 100 min, 最佳净化次数为 3 次, 流动相采取梯度洗脱方法最佳, 最佳的柱温为 30 °C, 最佳的检测波长为 250 nm。**结论** 该方法测定食品中低聚木糖具有良好的准确性和灵敏度, 本研究为食品中开发低聚木糖含量测定方法提供数据支持。

关键词: 高效液相色谱-紫外检测器法; 低聚木糖; 前处理方法; 色谱条件

Determination of xylo-oligosaccharides content in food by high performance liquid chromatography-ultraviolet detector

YIN Yan-Yang¹, LIN Feng-Xiang¹, ZHANG Hui², SHAN Wan-Ting³, QIN Qi^{1*}

(1. Harbin Meihua Biotechnology Co., Ltd., Harbin 150010, China; 2. Heilongjiang Drug Audit and Inspection Center, Harbin 150001, China; 3. Heilongjiang Institute for Drug Control, Harbin 150088, China)

ABSTRACT: Objective To establish a high performance liquid chromatography-ultraviolet detector method for the determination of xylo-oligosaccharide content in food. **Methods** The sample size, hydrolysis time, derivatization time and purification times in the pre-treatment method were investigated. Gradient elution was compared with isocratic elution to fix the chromatographic conditions. Moreover, the detection wavelength and column temperature were obtained at the same time. **Results** The optimized condition was as follows: Weighing sample 2.0 g; hydrolysis time 100 min; derivation time 100 min; purification for 3 times; mobile gradient elution was employed, column temperature 30 °C; detection wavelength 250 nm. **Conclusion** This method has good accuracy

收稿日期: 2024-12-17

第一作者: 尹彦洋(1983—), 男, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全。E-mail: yanyangtian5092@163.com

*通信作者: 秦琦(1990—), 女, 博士, 工程师, 主要研究方向为微生物。E-mail: 279097790@qq.com

and sensitivity for the determination of xylo-oligosaccharides in food. This study provides data support for the development of a method for the determination of xylo-oligosaccharides in food.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-ultraviolet detector; xylo-oligosaccharide; pretreatment method; chromatographic condition

0 引言

低聚木糖(xylo-oligosaccharide, XOS)^[1]是由 2~10 个木糖通过 β -1,4 糖苷键聚合而成的功能性聚合糖^[2-3]。天然 XOS 主要存在在牛奶、竹笋、蜂蜜、水果和蔬菜中,且含量较少;人工合成 XOS 主要通过水解玉米芯、橄榄、稻壳、甘蔗渣、麦麸和棉籽壳等富含木聚糖的材料而得^[4]。XOS 具有良好的稳定性^[5-6],其甜度和热量值都很低^[7-8],同时其具有多种功能,如:可促进肠道内益生菌增殖,促进肠道功能,影响肠道对脂质及矿物质的吸收^[9-11];除此之外,XOS 还具有保护肝脏,调节血糖血脂、降胆固醇、抗龋齿、抗炎症、抗癌症、抗氧化和提高免疫^[12-15]等方面的功能,另外,其对肥胖、心血管疾病有预防作用^[16]。XOS 因其稳定性高、生理功能多样,已大范围用于各种食品、保健品中^[17]。

测定食品中 XOS 含量对市场及产品质量都极具意义^[18]。现有的 XOS 测定的 GB/T 35545—2017《低聚木糖》、QB/T 5716—2022《食品中低聚木糖的测定 高效液相色谱法》和 QB/T 2984—2008《低聚木糖》,3 个标准为检测 XOS 的方法均用到高效液相色谱-示差检测器,但示差检测器存在检测灵敏度低且不能梯度洗脱^[19]的缺点,且部分方法所用标准品较多,检测成本高。

XOS 在紫外区无吸收,直接采用紫外法或高效液相色谱-紫外检测器无法直接测定,但可采用衍生化方法对将 XOS 衍生后进行测定。高效液相色谱-紫外检测器具有应用广泛,噪音低、测定范围大、稳定、可梯度洗脱等特点^[20]。利用高效液相色谱-紫外检测器测定 XOS 的方法报道较少,张超然等^[21]采用高效液相色谱法-紫外检测器测定 XOS 仅对流动相进行了筛选,未对其他色谱条件和样品前处理条件进行筛选;高畅等^[22]仅对内标进行了筛选,未对色谱条件和样品前处理条件进行筛选;林钦恒等^[23]对仅对前处理条件中木糖衍生化试剂、衍生条件和色谱条件中流动相进行了优化;并未对其他前处理条件和色谱条件进行优化。

本研究为弥补以上不足,使用高效液相色谱-紫外检测器法检测食品中 XOS 的含量;并对前处理条件中称样量、水解时间、衍生化时间、净化次数和色谱条件中流动相比例、柱温、检测波长进行优化,旨在为开发食品中 XOS 的检测方法提供理论依据和数据支持。

1 材料与方 法

1.1 材料、试剂与仪器

1.1.1 材 料

含 XOS 食品: 益生菌粉(保健食品,哈尔滨美华生物技术股份有限公司); 豆浆粉、口服液、小分子蛋白肽(固体饮料)、XOS 醋饮(山东龙力生物科技股份有限公司)。

1.1.2 试 剂

木糖标准品(纯度为 99.5%)、D-盐酸氨基葡萄糖标准品(纯度为 99%)(坛墨质检科技股份有限公司); 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮(1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolinone, PMP)(分析纯)、乙酸铵(优级纯)(天津市科密欧化学试剂有限公司); 冰乙酸(优级纯,西陇化工股份有限公司); 三乙胺(优级纯,天津市天力化学试剂有限公司); 乙腈、甲醇(色谱纯,美国费希尔公司); 氢氧化钠(分析纯,天津市大陆化学试剂厂); 盐酸(分析纯,哈尔滨新春化工产品有限公司); 硫酸、三氯甲烷(分析纯,佛山西陇化工有限公司)。

1.1.3 仪器与设备

Ultimate 3000 高效液相色谱仪(配紫外检测器,美国 Thermo Fisher Scientific 科技有限公司); SYG-2-4 电热恒温水浴锅(天津市泰斯特仪器有限公司); SK8300BT 型超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司); FA2104 电子分析天平(精度 0.0001 g,上海良平仪器仪表有限公司); SK-1 快速混匀器(金坛市中大仪器厂)。

1.2 试验方法

1.2.1 标准溶液系列的配制

(1)内标溶液制备

称取适量 D-盐酸氨基葡萄糖用水配制成质量浓度为 10 mg/mL 的溶液。

(2)标准工作液溶液配制

称取适量木糖标准品,用水配制成质量浓度为 10 mg/mL 的溶液,再将此溶液用水稀释成质量浓度为 20.0、50.0、100.0、200.0、500.0 和 1000.0 μ g/mL 的系列工作溶液。

1.2.2 样品前处理

(1)XOS 的提取及水解

称取样品 2.0 g(精确度为 0.0001 g),用 0.005 mol/L 硫酸溶液溶解,超声 30 min,用 0.005 mol/L 硫酸定容至 10 mL,混匀,取 0.5 mL 样品溶液,准确加入 0.5 mL 内标

溶液, 加入 120 μL 4.0 mol/L 硫酸溶液, 盖好盖子, 沸水浴中水解 100 min, 取出, 冷却, 加入 240 μL 4.0 mol/L 氢氧化钠溶液, 用水定容至 50 mL, 混匀。

(2) 衍生化反应

取水解液 400 μL 于离心管中, 加入 400 μL 0.5 mol/L PMP 甲醇溶液、400 μL 0.3 mol/L 氢氧化钠溶液, 盖好盖子, 混匀, 70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴衍生 100 min。取出, 冷却, 加入 500 μL 0.3 mol/L 的盐酸溶液, 混匀, 用三氯甲烷洗涤 3 次, 弃去下层三氯甲烷溶液, 水层过 0.45 μm 有机滤膜, 待高效液相色谱仪测定。

1.2.3 色谱条件

色谱柱: Hypersil GOLD C_{18} 分析柱(250 mm \times 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈:0.05 mol/L 的乙酸铵溶液=80:20 (V:V); 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$; 波长: 250 nm; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 20 μL 。

1.2.4 不同前处理条件的影响

(1) 称样量的影响

选取称样量为 0.5、1.0、1.5、2.0 g, 水解时间 100 min, 衍生化时间 100 min, 净化次数 3 次, 测定样品中 XOS 的含量, 考察不同称样量对结果的影响。

(2) 水解时间的影响

选取水解时间为 60、70、80、90、100、110 min, 称样量 2.0 g, 衍生化时间 100 min, 净化次数 3 次, 测定样品中 XOS 的含量, 考察不同水解时间对结果的影响。

(3) 衍生化时间的影响

选取衍生时间为 70、80、90、100、110、120 min, 称样量 2.0 g, 水解时间 100 min, 净化次数 3 次, 测定样品中 XOS 的含量, 考察不同衍生化时间对结果的影响。

(4) 净化次数的影响

选取净化次数为 1、2、3、4、5 次, 称样量 2.0g, 水解时间 100 min, 衍生化时间 100 min, 测定 PMP 在色谱图中峰面积的变化, 考察不同净化次数对结果的影响。

1.2.5 色谱条件的影响

(1) 流动相比例的影响

分别设置流动相 A(含 1v%冰醋酸和 0.2v%三乙胺的 0.02 mol/L 乙酸铵水溶液), 流动相 B(体积比为 1:2 的乙腈/甲醇), 分别采取梯度洗脱方法(梯度洗脱程序见表 1), 和等度洗脱(A:B=80:20)的方法测定 XOS 的含量, 考察不同流动相比例对结果的影响。

表 1 梯度洗脱程序

Table 1 Program of gradient elution

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	85	15
10	60	40
25	40	60
30	20	80
35	85	15

(2) 柱温的影响

分别设置色谱柱柱温为 25.0、27.5、30.0、32.5、35.0 $^{\circ}\text{C}$, 其他条件不变, 测定 XOS 的含量, 考察不同柱温对结果的影响。

(3) 不同检测波长的影响

分别设置紫外检测器波长为 220、230、240、250、260、270、280 nm, 其他条件不变, 测定 XOS 的含量, 考察不同检测波长对结果的影响。

1.3 方法学试验

1.3.1 专属性

溶剂测定: 取溶解标准品所用试剂, 即纯化水, 按照含量测定方法 1.2 进行测试; 空白试验: 除不加样品外, 按照含量测定方法 1.2 进行测试。

1.3.2 精密度

同一均匀供试品, 取 6 个平行样品, 按照含量测定试验方法测定。

1.3.3 准确度

分别称取 9 份样品, 分别加入木糖对照品 110、138、166 mg, 即加入量与样品中待测定成分量之比分别为 0.8:1、1:1、1.2:1, 每个水平分别做 3 个平行试样, 按照含量测定方法 1.2 进行测试, 同时测定未加标样品的含量, 计算样品回收率, 回收率计算见公式(1)。

$$\text{回收率}/\% = \frac{\text{测得量} - \text{样品本底量}}{\text{加标量}} \times 100\% \quad (1)$$

1.3.4 检出限

用于能显示基线噪声的分析方法, 即把已知低浓度标样按方法注入色谱仪中, 以信噪比为 3:1 时注入仪器的量为检出限, 信噪比为 3:1 时, 根据仪器检出限计算方法检出限。

1.3.5 耐用性

样品溶液稳定性试验按照上述方法制备样品溶液, 连续进样 6 次, 考察其稳定性。

1.4 数据处理

试验每个处理均设置 3 个平行, 用 WPS、Office (12.1.0.17150) 进行数据统计分析, 结果以平均值 \pm 标准偏差表示, 用 SPSS (29.0.1.0) 做显著性分析, 显著水平为 $P < 0.05$ 。

2 结果与分析

2.1 不同前处理条件对结果的影响

因 PMP 出峰时间与内标相近, 见图 1, 若不对 PMP 进行洗脱, PMP 将对内标造成干扰, 从而影响定量结果故前处理时应选用三氯甲烷对样品进行净化。

不同的前处理条件对试验结果的影响见图 2, 图 2A 可见, 当称样量为 0.5~2.0 g 时, 样品结果呈缓慢增大, 这是因为当称样量逐渐增加时, 最终上机溶液的浓度增大,

其结果越相对偏差变小; 故称样量 2.0 g 为最佳称样量。图 2B 可见, 水解时间为 60~100 min 时, XOS 含量随水解时间的延长而增大, 这是由于随着水解时间的延长, 样品中 XOS 在酸性条件下被水解为单体木糖, 从而使测定结果变大; 水解时间为 100~110 min 时, 样品中 XOS 含量测定值有所降低, 这是由于长时间的酸水解使产生的部分木糖发生副反应, 脱水生成糠醛, 糠醛再进一步降解生成甲酸、乙酞丙酸等^[24-25], 使结果降低; 故水解时间为 100 min 为宜。图 2C 可见, 衍生时间在 70~100 min 时, XOS 的含量随时间的增加而增大, 这时由于时间的增加, 溶液中木糖衍生物逐渐增多, 结果随之增大; 时间在 100~120 min 时, XOS 的含量无明显变化, 这时由于 100 min 后水解液中木糖全部转化为衍生物, 随时间的增加, 无新的木糖衍生物

产生, 故结果无明显变化。故选择水解时间为 100 min。不同的净化次数影响 PMP 的色谱峰大小, PMP 色谱图的峰值面见图 2D, 由图 2D 可见, PMP 色谱图的峰面积随净化次数的增多显著减小, 当净化次数为 3 次时, 峰面积仅为未净化峰面积的 0.44%, 峰面积大小仅为 27.1855 mAu · min, 其大小以对 XOS 检测结果无影响, 这与黄强等^[28]结论一致, 故选择净化次数 3 次为宜。

2.2 不同色谱条件对结果的影响

2.2.1 流动相比例

不同的流动相比例外标对 XOS 及内标出峰时间的影响见图 3, 由图 3 可见, 等度洗脱内标峰与样品峰出峰时间较早, 分别为 9.363 min 和 16.060 min, 但内标峰与溶剂峰

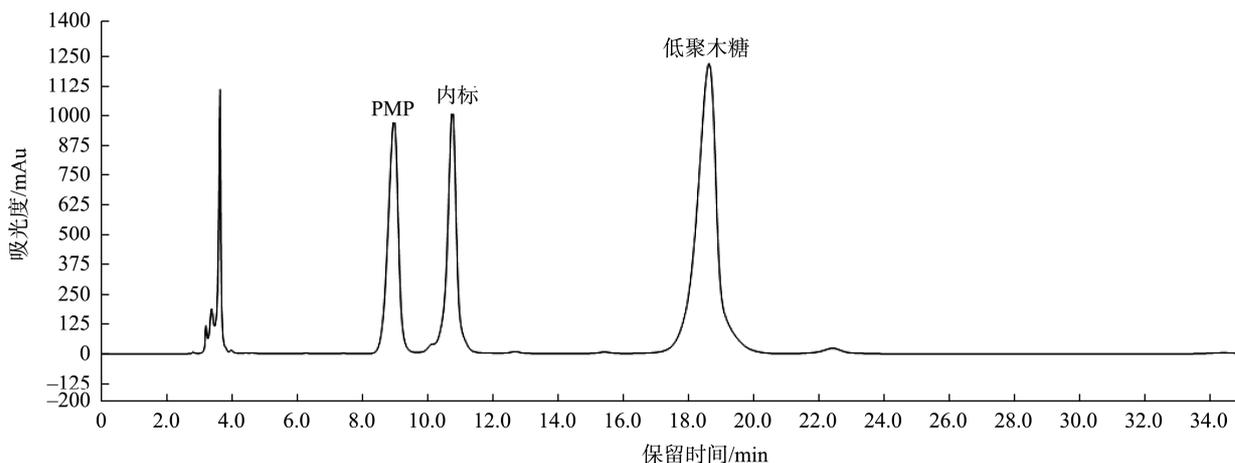
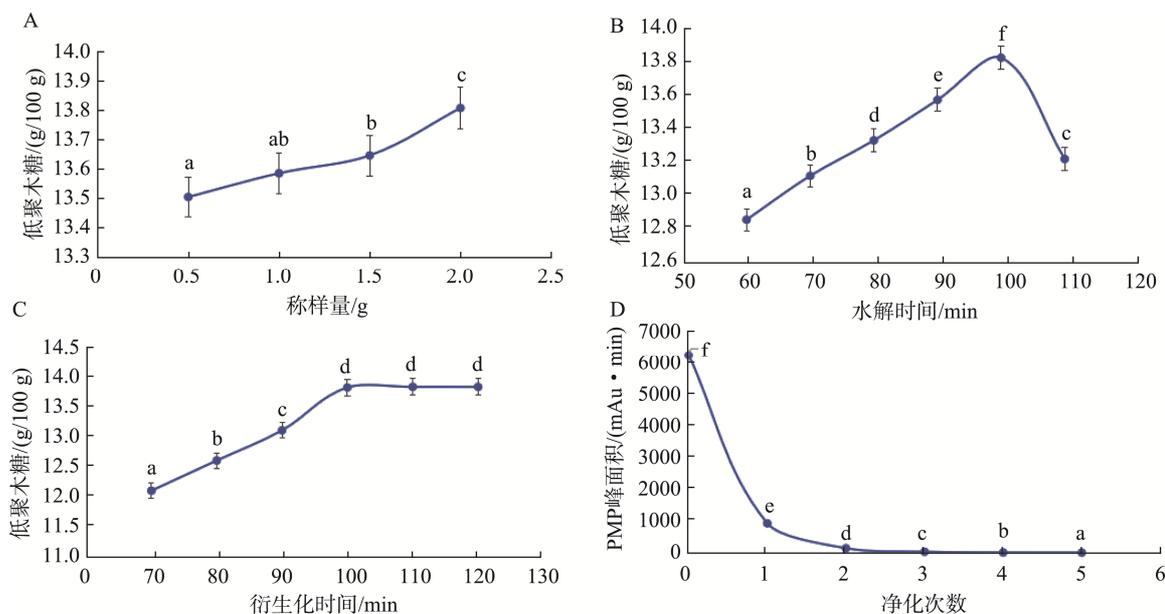


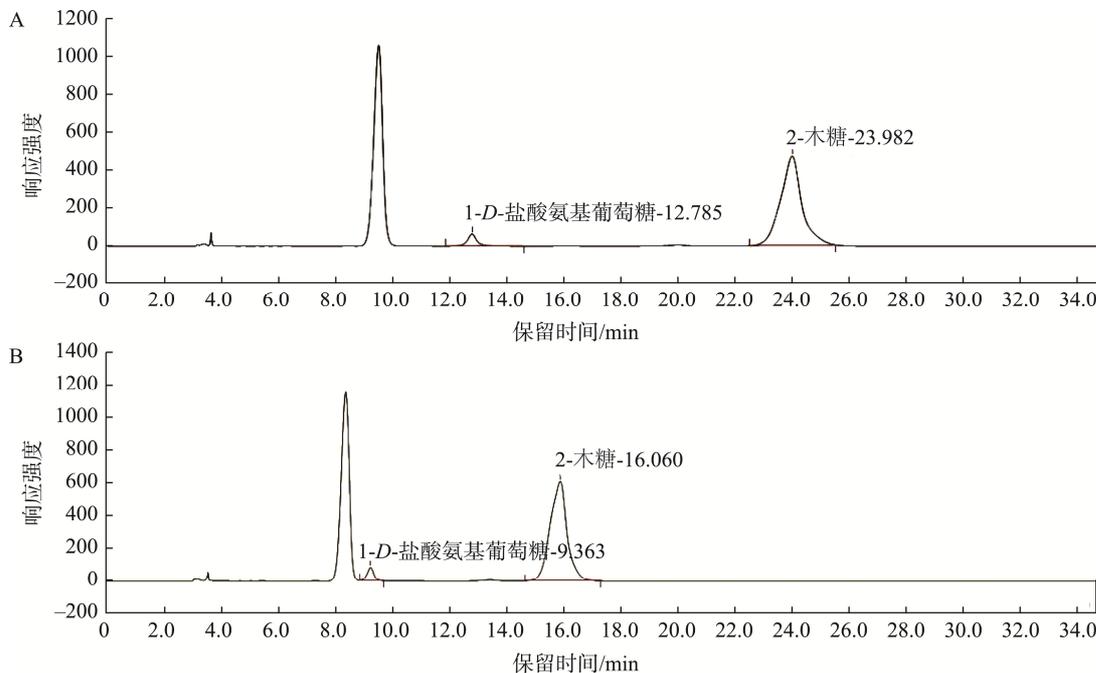
图 1 PMP、内标、XOS 色谱图
Fig.1 Chromatographic of PMP, internal standard and XOS samples



注: 图中不同小写字母代表差异显著, $P < 0.05$, 下图 4 同。

图 2 不同前处理条件对结果的影响

Fig.2 Effects of different pretreatment conditions on results



注: A. 梯度洗脱色谱图; B. 等度洗脱色谱图。

图 3 不同的流动相比例对 XOS 及内标出峰时间的影响

Fig.3 Effects of different flow ratios on oligoxylan and internal standard peak time

分离度仅为 1.11, 分离效果不佳; 梯度洗脱内标峰与样品峰出峰时间稍延后, 分别为 12.785 min 和 23.982 min, 内标峰与溶剂峰分离度为 3.25, 分离效果良好, 这是因为梯度洗脱过程中流动相中有机溶剂的比例减小, 使峰与峰的分度增大^[26-27], 从而达到试验要求, 故选择梯度洗脱方法。

2.2.2 柱温

在不同的柱温下测定同一样品中 XOS 的浓度, 结果见图 4A, 如图 4A 可见, 在不同柱温下 XOS 的结果相差不大, 30 °C 时结果率高于其他温度的结果, 这是因为随柱温的升高改变了色谱柱中流动性与固定相之间的相互作用, 有利于提高柱效^[29-30], 但温度过高, 会导致生成的衍生物分解, 同时仪器的灵敏度下降, 使检测结果受到影响, 故柱温选择 30 °C 为宜。

2.2.3 检测波长

PMP 酸性条件下与木糖还原端发生衍发生缩合反应, 生成的衍具有紫外吸收的双-PMP 衍生物, 可用高效液相色谱-紫外检测器进行检测^[31]。选用不同的检测波长测定同

一样品中 XOS 的浓度, 结果见图 4B, 如图 4B 可见, 当检测波长为 250 nm 时, 同一样品的测定结果明显大于其他波长的检测结果, 这与 LATTOVA 等^[32]结论相符, 故选择检测波长为 250 nm。

2.3 方法学试验结果

2.3.1 专属性试验结果

在该测定方法条件下, 溶剂、空白试验在 250 nm 处均无吸收峰, 无干扰峰, 不影响含量测定, 专属性良好。

2.3.2 标准曲线

以木糖标准品的质量浓度为横坐标, 衍生产物的响应值与内标物响应值的比值为纵坐标绘制标准曲线, 结果表明, 得到的线性方程 $Y=17.99X+0.1946$, 相关系数为 0.9997, 表明 XOS 质量浓度在 20~1000 $\mu\text{g/mL}$ 的范围线性关系良好, 并以 3 倍信噪比计算方法检出限, 10 倍信噪比计算方法定量限得到方法检出限为 0.016 g/100 g, 证明该方法的线性关系良好, 定量准确。

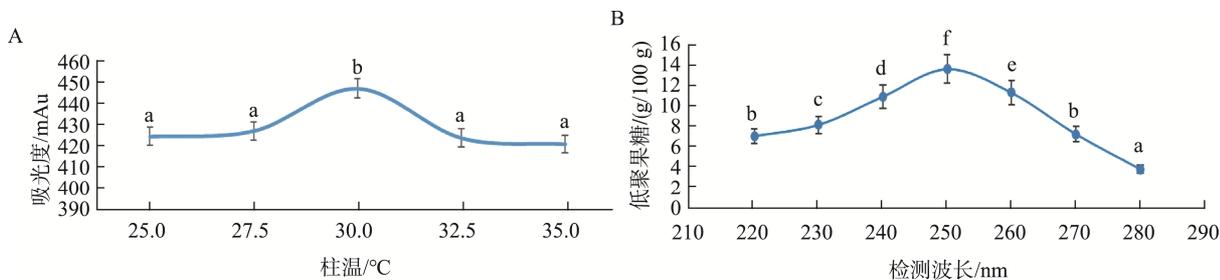


图 4 不同柱温(A)和检测波长(B)对试验结果的影响

Fig.4 Effects of different column temperatures (A) and detection wavelength (B) on results

2.3.3 精密度试验与准确度试验结果

重复性试验与准确度试验测定结果见表2。由表2可知,在精密度试验中,6次含量测定结果均值为13.8 g/100 g,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为0.99%,方法重复性良好。准确度试验中,回收率在97.8%~100.4%范围内,且RSDs均小于1.5%;本研究可以准确测定样品中XOS含量。

表2 精密度与准确度测定结果
Table 2 Results of precision and accuracy test

重复性试验 平均值 (g/100 g)	重复性 试验 RSD/%	准确度试验 加标量/mg	准确度试验 平均回收率/%	准确度 试验 RSDs/%
13.8	0.99	109.67	97.8	0.82
		137.59	99.9	0.66
		165.50	100.4	0.77

2.3.4 检出限和耐用性试验结果

信噪比为3:1时,样品质量浓度为0.0125 mg/mL。当取样量为2 g,系数倍数为1000 mL,根据仪器检出限计算方法检出限。按照含量测定方法配制标准溶液,以信噪比为3:1时,注入液相色谱仪中标准溶液浓度为0.0125 mg/mL,即为仪器检出限,当取样量为2 g,稀释倍数为1000 mL时,方法检出限为0.6 g/100 g。

在该方法下,同一供试品溶液,连续进样6次,平均值为13.8 g/100 g, RSD较小,为1.30%。

2.4 优化后方法与已有方法的比较

目前已有方法中,称样量为1.5 g,水解时间100 min,衍生化时间120 min,柱温30℃,检测波长250 nm,但并未有文献对这些数据进行优化;净化次数为3次,林钦恒等^[23]考察洗脱次数为3~6次,确定最佳净化次数为4次,但并未给出净化次数对结果影响的具体数值;流动相为梯度洗脱或等度洗脱,但并未有文献对梯度洗脱和等度洗脱进行对比,张超然等^[21]采用了梯度洗脱,但并未给出具体的梯度洗脱条件及色谱图。本研究考察了称样量分为0.5、1.0、1.5、2.0 g对结果的影响,确定最佳的称样量为2.0 g;考察了水解时间为60、70、80、90、100、110 min对结果的影响,确定最佳的水解时间为100 min;考察了衍生化时间为70、80、90、100、110、120 min对结果的影响,确定最佳的水解时间为100 min;考察了柱温为25.0、27.5、30.0、32.5、35.0℃对结果的影响,确定最佳的柱温为30.0℃;考察了检测波长为220、230、240、250、260、270、280 nm对结果的影响,确定最佳的检测波长为250 nm。考察了净化次数1~5次,结合具体数据确定最佳净化次数为3次;本研究对流动相梯度洗脱和等度洗脱进行了对比,并给出色谱图,根据峰分离度确定最佳条件为梯度洗脱,并给出了梯度洗脱的具体方法。

2.5 不同类型食品中 XOS 检测结果

选取不同类型,不同状态的含XOS食品,采用该方法测定其XOS的含量,结果见表3,如表3所示,益生菌粉含量为13.80 g/100 g,豆浆粉为1.32 g/100 g,口服液为16.50 g/100 g,小分子蛋白肽为2.63 g/100 g, XOS醋饮为3.32 g/100 g,均略高于标示值或于标示值相符。

表3 不同类型食品中 XOS 检测结果
Table 3 Results of XOS in different foods

序号	样品名称	XOS 含量/(g/100 g)	RSDs/%
1	益生菌粉(保健食品)	13.80	0.99
2	豆浆粉	1.32	2.03
3	口服液	16.50	1.23
4	小分子蛋白肽(固体饮料)	2.63	1.52
5	XOS醋饮	3.32	0.87

3 结论

本研究对PMP柱前衍生高效液相色谱-紫外检测器法检测食品中XOS的方法进行优化,结果表明:最佳的称样量为2.0 g,水解时间为100 min,衍生时间为100 min,净化次数为3次,流动相选择梯度洗脱方法,最佳的柱温为30℃,检测波长为250 nm,对5种不同类型食品进行了XOS含量的检测,表明此方法可以检测不同类型食品中XOS含量,为食品中XOS含量测定的方法开发提供数据支持,具有应用价值和现实意义。

参考文献

- [1] DE-MATTOS PBG, DE-SOUZA VLP, VALLADARES-DIESTRA KK, *et al.* Recent developments in xylooligosaccharides: Sustainable production, characterization, beneficial properties and applications [J]. Food Research International, 2024, 1: 115206.
- [2] DEL-RÍO PG, GULLÓN B, WU J, *et al.* Current breakthroughs in the hardwood biorefineries: Hydrothermal processing for the co-production of xylooligosaccharides and bioethanol [J]. Bioresource Technology, 2022, 343: 126100.
- [3] AACHARY AA, PRAPULLA SG. Xylooligosaccharides (XOS) as an emerging prebiotic: Microbial synthesis, utilization, structural characterization, bioactive properties, and applications [J]. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 2011, 10(1): 2-16.
- [4] FAN X, REN M, ZHOU C, *et al.* Total utilization of lignocellulosic biomass with xylooligosaccharides production priority: A review [J]. Biomass and Bioenergy, 2024, 181: 107038.
- [5] VALLADARES-DIESTRA KK, DE-SOUZA-VANDENBERGHE LP, VIEIRA S, *et al.* The potential of xylooligosaccharides as prebiotics and their sustainable production from agro-industrial by-products [J]. Foods, 2023, 12(14): 2681.
- [6] TIAN S, YANG Z, YAN F, *et al.* Effect of xylooligosaccharides from rice husks on the pasting and rheological properties of dough and biscuit quality [J]. LWT-Food Science and Technology, 2024, 205: 116547.
- [7] LIN Y, DONG Y, LI X, *et al.* Enzymatic production of

- xylooligosaccharide from lignocellulosic and marine biomass: A review of current progress, challenges, and its applications in food sectors [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2024, 1: 134014.
- [8] LI T, XU L, YAN Q, *et al.* Sucrose-free hawthorn leathers formulated with fructooligosaccharides and xylooligosaccharides ameliorate high-fat diet induced inflammation, glucose and lipid metabolism in liver of mice [J]. *Food Science and Human Wellness*, 2022, 11(4): 1064–1075.
- [9] DENG J, YUN J, GU Y, *et al.* Evaluating the *in vitro* and *in vivo* prebiotic effects of different xylo-oligosaccharides obtained from bamboo shoots by hydrothermal pretreatment combined with endo-xylanase hydrolysis [J]. *International Journal of Molecular Sciences*, 2023, 24(17): 13422.
- [10] LI C, LI D, LIU H, *et al.* Synbiotic supplementation with xylooligosaccharide derived probiotic *Lactobacillus gasseri* and prebiotic mixture exerts antidiabetic effects via collaborative action [J]. *Food Bioscience*, 2024, 61: 104948.
- [11] YI W, WANG Q, XUE Y, *et al.* Xylo-oligosaccharides improve functional constipation by targeted enrichment of *Bifidobacterium* [J]. *Food Science & Nutrition*, 2024, 12(2): 1119–1132.
- [12] GUERREIRO I, OLIVA-TELES A, ENES P. Improved glucose and lipid metabolism in European sea bass (*Dicentrarchus labrax*) fed short-chain fructooligosaccharides and xylooligosaccharides [J]. *Aquaculture*, 2015, 441: 57–63.
- [13] OTIENO DO, AHRING B K. The potential for oligosaccharide production from the hemicellulose fraction of biomasses through pretreatment processes: Xylooligosaccharides (XOS), arabinooligosaccharides (AOS), and mannoooligosaccharides (MOS) [J]. *Carbohydrate Research*, 2012, 360: 84–92.
- [14] FAN Y, PEDERSEN O. Gut microbiota in human metabolic health and disease [J]. *Natural Review Microbiol*, 2021, 19(1): 55–71.
- [15] BRIENZO M, CARVALHO W, MILAGRES AM. Xylooligosaccharides production from alkali-pretreated sugarcane bagasse using xylanases from *Thermoascus aurantiacus* [J]. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 2010, 162(4): 1195–1220.
- [16] 滕超, 查沛娜, 曲玲玉, 等. 功能性寡糖研究及其在食品中的应用进展[J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(1): 123–130.
- TENG C, ZHA PN, QU LY, *et al.* Progress of research and application in food industry of functional oligosaccharides [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2014, 5(1): 123–130.
- [17] 王炳英, 丁玉珍, 刘钢, 等. 特医食品中植物源新食品原料测定方法研究进展[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(2): 740–745.
- WANG BY, DING YZ, LIU G, *et al.* Research progress on method of determination of the plant-novel food in food for special medical purpose [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2021, 12(2): 740–745.
- [18] 叶少文. 保健食品中低聚木糖含量测定[J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(11): 4683–4686.
- YE SW. Determination of the content of low poly xylose in health food [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2016, 7(11): 4683–4686.
- [19] 尹利端, 王立志, 董远超. 低聚木糖在保健食品中的应用[J]. *农业工程技术*, 2008, 3(6): 29–31.
- YIN LD, WANG LZ, DONG CC. Application of xylooligosaccharides in health food [J]. *Agricultural Engineering Technology*, 2008, 3(6): 29–31.
- [20] 巫志君, 王智辉. 液相色谱仪紫外检测器性能的验证[J]. *计量与测试技术*, 2019, 46(2): 35–40.
- WU ZJ, WANG ZH. Verification of the performance of liquid chromatograph ultraviolet detectors [J]. *Metrology & Measurement Technique*, 2019, 46(2): 35–40.
- [21] 张超然, 王墨阳, 林林. 利用 HPLC 内标法测定益生菌类保健食品中低聚木糖的含量[J]. *食品安全导刊*, 2021(28): 86–88.
- ZHANG CR, WANG MY, LIN L. Determination of the content of xylooligosaccharides in probiotic health foods using HPLC internal standard method [J]. *China Food Safety Magazine*, 2021(28): 86–88.
- [22] 高畅, 姜文月, 廉淑梅, 等. PMP 衍生测定低聚木糖含量[J]. *亚太传统医药*, 2019, 15(3): 47–49.
- GAO C, JIANG WY, LIAN SM, *et al.* Determination of oligosaccharide content by PMP derivative method [J]. *Asia-Pacific Traditional Medicine*, 2019, 15(3): 47–49.
- [23] 林钦恒, 郑家概, 张飞, 等. 柱前衍生化 HPLC 法测定润肠通便类保健食品中低聚木糖[J]. *食品工业*, 2018, 39(12): 269–272.
- LIN QH, ZHENG JG, ZHANG F, *et al.* Determination of oligosaccharides in health foods for moistening intestines and promoting defecation by pre-column derivatization HPLC method [J]. *Food Industry*, 2018, 39(12): 269–272.
- [24] 赵耿, 刘明, 夏新奎, 等. 离子液体中生物质基木糖制备糠醛的研究[J]. *信阳师范学院学报(自然科学版)*, 2019, 32(3): 469–472.
- ZHAO G, LIU M, XIA XK, *et al.* Study on the preparation of furfural from biomass xylose in ionic liquids [J]. *Journal of Xinyang Normal University (Natural Science Edition)*, 2019, 32(3): 469–472.
- [25] 许苗苗, 刘巧玲, 姜孝丰, 等. 木糖在甲酸体系中的糠醛转化及控制[J]. *中华纸业*, 2018, 39(2): 6–10.
- XU MM, LIU QL, JIANG XF, *et al.* Conversion and control of furfural from xylose in formic acid system [J]. *China Pulp & Paper Industry*, 2018, 39(2): 6–10.
- [26] 李秀川. 高效液相色谱的流动相极性对保留时间的影响[J]. *环境与发展*, 2017, 29(3): 196–197.
- LI XC. The Effect of mobile phase polarity on retention time in high-performance liquid chromatography [J]. *Environment and Development*, 2017, 29(3): 196–197.
- [27] 黄强, 李华勇, 刘新国. 反相液相色谱中调整流动相组分比例对分离效果的影响[J]. *江西化工*, 2015(1): 39–41.
- HUANG Q, LI HY, LIU XG. The effect of adjusting the composition ratio of the mobile phase on the separation effect in reversed-phase liquid chromatography [J]. *Jiangxi Chemical Industry*, 2015(1): 39–41.
- [28] 朱照武, 庄洋, 向春林, 等. 单糖柱前 PMP 衍生 HPLC 测定方法探讨[J]. *湖北民族学院学报(自然科学版)*, 2015, 33(3): 337–341.
- ZHU ZW, ZHUANG Y, XIANG CL, *et al.* Discussion on the HPLC determination method of monosaccharides with pre-column PMP derivatization [J]. *Journal of Hubei University for Nationalities (Natural Science Edition)*, 2015, 33(3): 337–341.
- [29] 成洪达, 邢占芬, 李彤, 等. 温度对高效液相色谱分离选择性的影响[J]. *福建分析测试*, 2009, 18(1): 16–19.
- CHENG HD, XING ZF, LI T, *et al.* The effect of temperature on the separation selectivity of high-performance liquid chromatography [J]. *Fujian Analytical & Testing*, 2009, 18(1): 16–19.
- [30] 邢占芬, 成洪达, 张维冰. 温度对液相色谱分离性能的影响[J]. *化学工程师*, 2008(10): 26–28, 32.
- XING ZF, CHENG HD, ZHANG WB. The effect of temperature on the separation performance of liquid chromatography [J]. *Chemical Engineer*, 2008(10): 26–28, 32.
- [31] 符梦凡, 赵一帆, 阎卫东. 柱前衍生化 HPLC 法分析枸杞多糖中单糖组成[J]. *食品科学*, 2018, 39(18): 186–191.
- FU MF, ZHAO YF, YAN WD. Analysis of monosaccharide composition of polysaccharides from *Lycium barbarum* L. by HPLC with precolumn derivatization [J]. *Food Science*, 2018, 39(18): 186–191.
- [32] LATTOVA E, SNOVIDA S, PERREAUH H, *et al.* Influence of the labeling group on ionization and fragmentation of carbohydrates in mass spectrometry mass spectrum [J]. 2005, 16(5): 683–696.

(责任编辑: 蔡世佳 安香玉)