

高效液相色谱 - 质谱法同时测定食品中 5种单、双糖的含量

徐虹, 张海静, 宋焕禄

(北京工商大学 食品添加剂与配料北京高校工程研究中心, 食品风味化学北京市重点实验室, 北京 100048)

摘要: 建立同时定性和定量分析食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的检测方法——高效液相色谱 - 质谱法。样品经纯水旋转涡流提取, 加入 100 mL 乙腈去蛋白, 过滤定容。采用 ACQUITY BEH Amide 色谱柱, 以乙腈 - 水溶液(各含体积分数 0.1% 氨水)为流动相, 在雾化气压力为 0.69 MPa、干燥气温度 200 °C、干燥气流速 8 mL/min 条件下, 应用电喷雾离子化四极杆串联质谱, 选择负离子采集模式以反应离子监测(SIM)方式进行测定分析。结果表明, 5 种糖的检出限依次为果糖 32 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、葡萄糖 32 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、蔗糖 9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、麦芽糖 21 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、乳糖 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。在添加水平为 2 ~ 10 g/kg 范围内, 回收率为 98.5% ~ 102.2%、相对标准偏差为 0.2% ~ 1.4%。该方法操作简单、灵敏度高、重现性好、结果准确可靠, 可用于低糖或无糖食品中单、双糖含量的快速检测。

关键词: 高效液相色谱 - 质谱法; 单糖; 双糖; 食品

Simultaneous Determination of Monosaccharide and Disaccharide Contents in Foods by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

XU Hong, ZHANG Hai-jing, SONG Huan-lu

(Beijing Key Laboratory of Food Flavor Chemistry, Beijing Higher Institution Engineering Research Center of Food Additives and Ingredients, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China)

Abstract: A high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) method was developed for the simultaneous determination of five saccharides such as fructose, glucose, sucrose, maltose and lactose in foods. Samples were extracted with water under rotating vortex field, and protein was removed by using 100 mL of acetonitrile. The extract was separated on an ACQUITY BEH Amide HPLC column using acetonitrile-water (both containing 0.1% ammonia) as mobile phase. The electrospray ionization tandem quadrupole mass spectrometric analysis was carried out in the negative ion mode using selective reaction-monitoring (SIM) under the conditions: 10 MPa nebulizer pressure, 200 °C drying gas temperature, and 8 mL/min flow rate. The limits of detection were 32 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for fructose, 32 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for glucose, 9 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for sucrose, 21 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for maltose and 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for lactose. The average recovery rates were 98.5% - 102.2% at 10 g/kg and 2 g/kg spike levels with a relative standard deviation of 0.2% - 1.4%. This developed method is characteristics of rapidity, high sensitivity, precision and convenient operation, thereby providing a promising approach for simultaneous determination of trace sugars in foods.

Key words: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS); monosaccharide; disaccharide; foods

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)12-0234-05

随着人们生活水平的提高和消费意识逐渐增强, 食品安全和健康受到世界各国的广泛关注^[1]。鉴于无糖食品中的糖醇对肥胖和龋齿人群的保健作用, 无糖食品越来越受到了广大消费者的欢迎, 在我国关注健康美丽的年轻群体及中老年糖尿病患者等一些特殊人群成为低糖

和无糖产品市场的主要消费人群^[2]。按照国际惯例, 无糖食品是指不含蔗糖(甘蔗糖和甜菜糖)和淀粉糖(葡萄糖、麦芽糖、果糖), 而必须含有作为食糖替代品的糖醇(包括木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、甘露醇)等的一类食品^[3]。美国对于标注无糖、无添加糖或低热等标识

收稿日期: 2010-11-14

基金项目: 北京工商大学青年教师科研启动基金项目(校级科技 09-10)

作者简介: 徐虹(1977—), 女, 讲师, 博士, 研究方向为食品营养与安全。E-mail: xuhong@th.btbu.edu.cn

的食品有十分细致和严格的规定,其中无糖食品的含糖量必须小于0.5g/日常参考量^[4]。但在我国,低糖和无糖食品尚无专门的国家标准或行业标准可循,这样一方面造成无糖食品市场的混乱,一些不法厂商跟消费者大玩文字游戏,无蔗糖产品就堂而皇之在包装上标注“无糖”字样欺骗消费者。而无蔗糖不等于无其他单糖如葡萄糖、果糖、半乳糖、核糖等或双糖如乳糖、麦芽糖等。因此,这些产品算不上无糖产品,对糖尿病、乳糖不耐症病人及某些特殊人群仍有危害^[5-8]。另一方面执法部门的无法可依也使无糖食品市场开发陷入困境。因此尽快建立可靠、有效、快速且针对性强的低糖和无糖食品中糖含量的分析方法不仅有利于支持法律法规的制定,而且可以有效地控制无糖食品质量,规范无糖食品市场^[3,5-8]。

目前用于检测食品中还原糖、蔗糖的方法主要有化学法^[9]、毛细管电泳法(capillary electrophoresis, CE)^[10-12]、气相色谱法^[13]、高效液相色谱法^[14-15]等,分析对象大都为蜂蜜、糕点、蔬菜等高糖类食品,操作比较复杂且灵敏度低,上述方法中检测最为常用的高效液相色谱法其最低检出限为20 $\mu\text{g}/\text{mL}$,远没有达到低糖或无糖食品中糖含量的检测要求。因此,本研究在高效液相色谱法的基础上,采用液相色谱串联质谱法,以期建立一种能同时快速准确测定食品中痕量果糖、葡萄糖、蔗糖、乳糖、麦芽糖的新方法。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

100%橙汁、纯牛奶、纯净水 市售。根据国家标准GB 2760—2007《食品添加剂使用卫生标准》中食品的分类方法并结合市场特点,选择了10种具有代表性的无糖食品,其中包括茶饮料、碳酸饮料、果蔬汁、饼干及中西式糕点等购于北京。

果糖(>99.0%)、葡萄糖(>99.5%)、蔗糖(>99.5%)、一水合麦芽糖(99%)、一水合乳糖(99.9%)均为色谱纯 美国西格玛奥德里奇化学试剂公司;乙腈(>99.9%,色谱纯)、氨水(25%,优级纯) 德国默克化学试剂公司。

1.2 仪器与设备

KQ-250DB数控超声清洗器 昆山市超声仪器有限公司;1200液相色谱-6410质谱仪 美国安捷伦科技有限公司;ACQUITY BEH Amide(2.1mm \times 150mm,1.7 μm)色谱柱 美国Waters科技有限公司;Sorvall Legend23R离心机 美国赛默飞世尔科技有限公司;MilliPure A10纯水机 美国密理博公司;204VF便携式真空抽滤系统 美国圣斯特国际集团;JB/T6412-1999通风橱 上海德卡

实验室装备制造有限公司;Eppendorf Research 可调量程控制按钮移液器 德国Eppendorf公司;JA2003型数字电子分析天平 上海舜宇衡平科学仪器有限公司;DT100A(5)电子天平 东莞市塘厦宏星仪器厂;DKB-501A 超级恒温水浴锅 上海精宏实验设备有限公司;KS260 基本型圆周振荡器、RCT 基本型磁力搅拌器、A11 分析研磨机 德国IKA公司。

1.3 标准溶液的制备

1.3.1 标准储备溶液的制备

精确称取10.00g果糖、10.00g葡糖糖、10.00g蔗糖、10.10g麦芽糖及10.10g乳糖标准品于100mL容量瓶中,配制成质量浓度为0.10g/mL的混合标准储备溶液。定容超声处理10min后在置4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中存放。

1.3.2 标准工作溶液的制备

取0.10g/mL的标准储备液添加适量流动相稀释成一系列质量浓度(0.05、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$)的标准工作溶液。

1.4 样品处理

1.4.1 未加标样品溶液的制备

固体样品用磨碎机打磨成粉状,称取5.00g粉状固体于100mL容量瓶定容后70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴1h,同时进行磁力搅拌,溶液取出后置室温冷却。液体样品可直接使用。准确称取0.20g样品溶液加入80mL纯水后在旋转涡流器内旋转30s,然后在70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中进行糖的提取,提取总时间为20min,期间每隔5min旋转涡流30s。糖提取完成后待液体冷却至室温,再加入100mL纯水。若样品中含有蛋白质则需加入100mL乙腈以降解蛋白质。然后将上述溶液充分混合,静置片刻,以纯水定容至200mL,再将溶液充分混匀后过0.22 μm 的滤膜待测。

1.4.2 加标样品溶液的制备

先取部分0.1g/mL的标准储备溶液稀释成0.02g/mL标准液,用移液器分别吸取1mL标准液(0.1g/mL与0.02g/mL)于不同的10mL容量瓶中,用被测样品溶液(1.4.1节)定容至刻度线。再准确称取0.20g样品溶液,按1.4.1节未加标样品溶液的制备步骤同样处理。

1.5 液相色谱-质谱分析

1.5.1 色谱条件

色谱柱:ACQUITY BEH Amide(2.1mm \times 150mm,1.7 μm);流动相:含体积分数0.1%氨水的水溶液(流动相A)和含体积分数0.1%氨水的乙腈溶液(流动相B);梯度洗脱程序见表1;流速:0.2mL/min;进样量:2.0 μL ;柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;运行时间:20min。

表 1 梯度洗脱程序

Table 1 Gradient elution program used in this study

时间/min	0	10	10.01	25
流动相体	A	22	45	22
积分数/%	B	78	55	78

1.5.2 质谱条件

仪器模式：负模式；离子源温度：200；干燥器流速：8mL/min；喷雾器压力：0.69MPa；MS1 四级杆温度：100；MS2 四级杆温度：100；初级真空度：2.31Torr；高真空度：2.35 × 10⁻⁵Torr。

2 结果与分析

2.1 测定条件的选择及优化

2.1.1 流动相的选择

在溶液中，还原性糖会产生旋光改变现象，与异构体同时存在，而这些异构体在某些色谱情形会被分离从而使得糖的鉴定与定量更为复杂，这种现象在酸性或者自然条件下很容易被出现。而当流动相加入碱性调节剂时，糖的旋光异构体的消失，与此同时，由于糖本身带有多个羟基(—OH)，在强碱性的环境下，羟基可以脱去一个氢带上负电荷，所以在流动相中加入碱性调节剂(例如氨水)会有助于糖的离子化。这些因素使得色谱图更加简单而有利于糖的定量与定性。本研究确定含体积分数 0.1% 氨水为最佳的流动相比。

2.1.2 去蛋白试剂的选择

采用与流动相一致的乙腈来沉淀去除样品中的蛋白，操作简便。本研究考察乙腈用量对沉淀蛋白的效果，确定 100mL 乙腈沉淀蛋白效果好，回收率高，而且色谱峰形较好，无内源性杂质干扰。

2.1.3 色谱柱的选择

碳水化合物的色谱分析通常采用氨基或者聚胺柱在亲水作用色谱(hydrophilic interaction chromatography, HILIC)模式下进行，而还原糖在色谱柱中分离时会与固定相氨基或者聚胺基作用生成席夫碱或者烯胺，从而降低色谱柱使用寿命。而离子色谱中使用的离子交换柱由于大量的引入盐作为缓冲液与质谱很难兼容。本实验采用 ACQUITY BEH Amide(2.1mm × 150mm, 1.7μm)为分离柱，柱效高，分离效果好，分析时间短(每一样品只需要 20min)，提高了样品的分析效率。同时 BEH Amide 柱在碱性条件下其固定相具有良好的稳定性，可以保证糖在碱性流动相中良好的分离与质谱信号强度。

2.1.4 质谱采集模式的选择

果糖、葡萄糖的分子式均为 C₆H₁₂O₆，相对分子质量为 180.16。蔗糖、麦芽糖、乳糖分子式均为 C₁₂H₂₂O₁₁，

相对分子质量为 342.31。在质谱测定中 5 种糖均适合负离子采集模式，从理论上推测果糖、葡萄糖准离子分子峰荷质比为 179.16，蔗糖、麦芽糖、乳糖准离子分子峰荷质比(*m/z*)为 341.31。本研究分别取 5 种糖的 1 μg/mL 质量浓度标准品，依次进样进行离子扫描模式检测测定其荷质比。结果确认果糖和葡萄糖的选择监控荷质比为 179.16，蔗糖、麦芽糖和乳糖的选择监控荷质比为 341.31。

2.1.5 干燥气温度、干燥气流速和雾化气压力的选择及优化

干燥气温度：研究中发现干燥气温度对葡萄糖、果糖、乳糖和麦芽糖的响应影响很大，随着温度的升高这 4 个糖的响应值越来越低，而蔗糖则随着温度的升高，响应值越来越高。在干燥气温度 350 条件下，5 种糖的色谱图中，只出现蔗糖的峰，其他 4 种糖的峰没有检测到。而将干燥气温度降低到 200 的时候，葡萄糖、果糖、乳糖和麦芽糖得到最大的响应值，虽然蔗糖的灵敏度会相应的降低，但是为了不影响其他糖的检测，200 可以作为干燥气的温度。

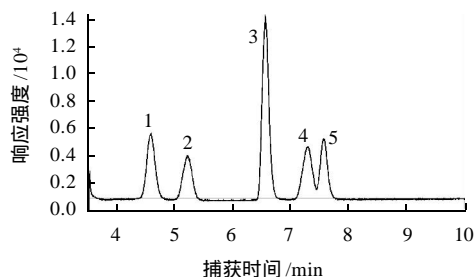
干燥气流速：干燥气的流速如果过快会影响分析物质进入质谱的毛细管，进而影响进入质谱检测器的量，流速过低则会有大量的溶剂颗粒一起进入检测器，从而增加噪声水平，因此选择一个合适的流速对提高信噪比非常重要。比较干燥气流速分别为 8mL/min 和 6mL/min 的色谱图，5 种糖的峰高没有太大的变化，但当流速为 8mL/min 时信噪比较高。

雾化气压力：雾化气的作用是将流入离子源的液体雾化成气雾状的小颗粒，这样小颗粒能在离子源内更好地脱去溶剂。雾化气的压力大小与流动相的流速有关系，一般来说当流动相流速确定的情况下，雾化气的压力越高，雾化的效果就会越好。本研究比较雾化气压力在 0.58MPa 和 0.69MPa 时的色谱图，结果显示雾化气压力在 0.69MPa 时检测的灵敏度更高。

在单因素试验基础上，对影响 5 种糖检测灵敏度的干燥气温度、干燥气流速和雾化气压力进行三因素四水平正交试验。正交试验中，以 0.1mg/mL 质量浓度的 5 种糖混合标准溶液为测试溶液，以各糖的信噪比为指标。根据正交试验结果并结合不同糖组分的分析需求以及实际操作的可行性，最后确定雾化气压力 0.69MPa，雾化气温度 200，雾化气流速 8mL/min 为本法质谱离子源的使用参数。

2.1.6 LC-MS/MS 总离子流图

从图 1 可以看出，混合标准溶液中的 5 种糖具有良好的分离度，可以满足色谱分离要求。



1~5. 分别为果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖。

图1 HPLC-MS-MS总离子流图

Fig.1 HPLC-MS/MS total ion chromatogram of mixed fructose, glucose, sucrose, maltose and lactose standards

2.2 方法的验证

2.2.1 检出限及定量限

配制3个水平的5种糖混合标准溶液,每个水平的标准溶液分析3次,以3倍信噪比($R_{SN}=3$)条件确定检测限,以10倍信噪比($R_{SN}=10$)条件确定定量限,结果见表2。

表2 5种糖的检出限及定量限

糖	检出限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
果糖	32	52
葡萄糖	32	46
蔗糖	9	11
麦芽糖	21	43
乳糖	20	48

2.2.2 工作曲线与线性范围

表3 5种糖的标准曲线方程及相关系数

Table 3 Standard curve equations and correlation coefficients of five saccharides

糖分	低质量浓度级标准曲线(0.05 ~ 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$)		高质量浓度级标准曲线(1.00 ~ 10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$)	
	标准曲线	R^2	标准曲线	R^2
果糖	$y=25.5391x - 587.1250$	0.9999	$y=20.7401x + 6483.2434$	0.9986
葡萄糖	$y=24.4573x + 117.6250$	0.9993	$y=22.7510x + 2402.2921$	0.9990
蔗糖	$y=34.3956x + 12.1807$	0.9999	$y=17.2451x + 24336.2703$	0.9977
麦芽糖	$y=13.2987x + 312.4167$	0.9997	$y=8.6131x + 4614.8345$	0.9996
乳糖	$y=10.0402x + 196.5417$	0.9998	$y=6.3536x + 6372.9155$	0.9994

表4 样品加标回收率

Table 4 Recovery rates of five saccharides from spiked liquid food samples

样品	加标水平/ (g/kg)	果糖		葡萄糖		蔗糖		麦芽糖		乳糖	
		回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
纯净水	2	98.5	1.4	101.0	0.5	102.0	1.2	102.2	1.3	101.3	0.7
	10	99.6	0.5	99.8	0.3	99.6	0.4	100.5	0.6	100.2	0.2
纯牛奶	2	99.0	1.0	100.7	1.0	102.2	1.2	102.4	1.3	NA	NA
	10	99.5	0.7	99.2	0.4	99.5	0.4	101.8	1.0	NA	NA
100% 橙汁	2	NA	NA	NA	NA	NA	NA	102.0	0.9	100.9	0.5
	10	NA	NA	NA	NA	NA	NA	100.2	0.3	100.4	0.2

注: NA 表示样品中该种组分的浓度超出标准曲线上限。下同。

在实验中发现质谱检测器对于糖的动态线性响应范围小于1000,为了在较大的浓度范围内准确定量5种糖组分,分别绘制低质量浓度标准曲线(0.05 ~ 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$)与高质量浓度标准曲线(1 ~ 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。按照1.3.2节配制的混合标准液,每次进样2.0 μL ,每个重复进样3次,所得图谱经色谱工作站处理,结果如表3所示,其中 y 为峰面积、 x 为质量浓度。

本研究中采用的液相色谱-质谱联用技术主要用于解决含微量糖组分的食品或者生物样品。在实际应用中,当样品中糖组分含量较高,样品制备液的糖组分高于标准曲线上限时,虽然可以通过在样品的制备过程中采取更高的稀释因子的方法来实现准确定量,但是实验室普遍采用的高效液相色谱法也能便捷地满足这些样品定量需求。

2.2.3 加标回收率

按照1.4.2节的步骤,取矿泉水、纯牛奶、100%橙汁样品溶液制备待测溶液,每种样品取1份,每份测定2次,连续测定6d,测得各种糖的加标回收率见表4。

2.2.4 重复性及重现性

取0.2g配制好的不同加标水平的纯净水、纯牛奶、100%橙汁样品溶液,按照1.4.2节步骤制备待测溶液,每种样品各取1份,每份测定2次,连续测定6d,评估该方法的重复性 RSD_r 和重现性 RSD_R ,其日内及日间精密密度结果分别见表5。

2.3 未知样品中5种糖的含量测定

表5 重复性(RSD_r)和重现性(RSD_R)实验结果
Table 5 Repeatability (RSD_r) and reproducibility (RSD_R) of the developed method

样品	加标水平 / (g/kg)	果糖		葡萄糖		蔗糖		麦芽糖		乳糖	
		RSD _r /%	RSD _R /%	RSD _r /%	RSD _R /%	RSD _r /%	RSD _R /%	RSD _r /%	RSD _R /%	RSD _r /%	RSD _R /%
纯净水	2	0.4	3.4	1.1	1.4	2.8	2.6	1.3	2.0	0.9	1.9
	10	0.6	1.3	0.1	0.7	0.1	1.1	0.3	1.5	0.2	0.5
纯牛奶	2	0.6	2.5	1.0	2.6	1.5	1.5	1.0	1.4	NA	NA
	10	0.2	1.8	0.4	1.0	0.3	1.0	2.2	2.9	NA	NA
100% 橙汁	2	NA	NA	NA	NA	NA	NA	0.6	2.3	0.7	0.9
	10	NA	NA	NA	NA	NA	NA	0.1	0.7	0.4	0.3

选择市售的10种无糖食品样品(A~J),按照1.4.1节方法制备样品待测液,上机检测,每种样品取2份平行测试,样品中5种糖分的含量见表6。由分析结果可知,所检测的10种无糖食品中有5种产品的含糖量超过了0.5%(即5g/kg)的国家标准^[14]。

表6 未知样品中5种糖的含量

Table 6 Contents of five saccharides in unknown commercial samples g/kg

样品	果糖	葡萄糖	蔗糖	麦芽糖	乳糖
A	ND	< 0.050	0.089	ND	ND
B	ND	0.096	< 0.050	ND	ND
C	ND	ND	0.211	ND	ND
D	ND	0.278	0.193	0.151	ND
E	3.322	0.291	< 0.050	1.240	ND
F	0.512	14.565	0.234	0.732	0.456
G	ND	5.632	0.468	0.102	ND
H	1.112	6.786	10.140	ND	ND
I	10.230	0.256	0.798	< 0.050	ND
J	6.324	0.145	0.320	3.850	< 0.050

注:ND. 低于方法检出限。

3 结论

本研究建立的高效液相色谱串联质谱法可同时定量检测食品中的痕量果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖和乳糖。样品经纯水旋转涡流提取,加入100mL乙腈去蛋白,过滤定容。采用ACQUITY BEH Amide 色谱柱,以乙腈-水溶液(各含体积分数0.1%氨水)为流动相,在雾化气压力0.69MPa、干燥气温度200、干燥气流速8mL/min条件下,应用电喷雾离子化四级杆串联质谱,选择负离子采集模式以反应离子监测(SIM)方式进行测定分析。该方法与高效液相色谱法示差检测器法^[15-16]等已有方法相比,具有专属性强、前处理简单、准确可靠、灵敏度高、重复性佳、重现性好、更快速、更高效的优点,并将传统上测定食品中单双、糖含量局限于

大剂量、高浓度的视野转移至小剂量、低浓度、高精度的检测方向上来,是一种更为精确的质量分析方法。此种方法可测定总糖及糖组分的含量,较国家标准方法^[9]测定还原糖的含量,更具准确性和针对性。由于该方法的检测限最低可达到9μg/kg,因此该方法不仅适用于定性及定量检测低糖或无糖食品中的单、双糖,也可作为医药或生物技术领域中的生物代谢样品中糖及衍生物的测定方法。

参考文献:

- [1] 刘忠义,王霞. 无糖食品市场看好[J]. 食品与发酵工业, 2004, 30(5): 10.
- [2] 王关斌,赵光辉. 无糖食品真无糖[J]. 食品与生活, 2005(8): 47.
- [3] 唐坤甜,林立,梁丽娜,等. 无糖和低糖食品中的糖和糖醇同时分析的阴离子交换色谱-脉冲安培检测法研究[J]. 食品科学, 2008, 29(6): 327-331.
- [4] U.S. Food and Drug Administration. A food labeling guide[S]. 2009-10.
- [5] 桑司文. 无糖食品别乱吃[N]. 中国消费者报, 2001-08-03(6).
- [6] 吕斌. “无糖食品”是否真“无糖”[N]. 中国医药报, 2008-01-10(7).
- [7] 冉颖卓. 别被“无糖食品”忽悠[N]. 大众卫生报, 2008-11-18(4).
- [8] 邓宏鹰,钟少鸿. 无糖食品须慎重选用[N]. 中国食品报, 2009-10-07(1).
- [9] GB/T 5009.7—1985 食品中还原糖的测定[S]. 北京: 中国国家标准化管理委员会, 2003.
- [10] 傅崇岗,单瑞峰,苏昌华. 毛细管电泳电化学检测法测定枣中糖类物质[J]. 食品科学, 2003, 24(12): 91-94.
- [11] 陈义. 毛细管电泳技术及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 267-282.
- [12] 刘少民,宋立楠,张太森,等. 烟草中糖类物质的高效毛细管电泳-安培检测研究[J]. 分析化学, 2000, 28(10): 1233-1236.
- [13] 王静,王晴,向文胜,等. 色谱法在糖类化合物分析中的应用[J]. 分析化学, 2001, 29(2): 222-227.
- [14] GB 13432—2004 预包装特殊膳食食用食品标签通则[S].
- [15] 杨俊,刘江生,蔡继宝,等. 高效液相色谱-蒸发光散射检测法测定烟草中的水溶性糖[J]. 分析化学研究报, 2005, 11(33): 1596-1598.
- [16] 牛乐,李建科. 高效液相色谱技术(HPLC)在食品营养及安全性分析中的应用[J]. 食品研究与发展, 2005, 26(2): 120-122.