

【论著】

5 种动物源食品中氟啶虫酰胺残留量的气相色谱法检测及液质联用方法确证

谢建军, 王岚, 陈捷, 林海丹*, 吴映璇, 徐娟, 叶弘毅

(广东出入境检验检疫局技术中心, 广州 510623)

[摘要] 目的: 建立 5 种动物源食品中氟啶虫酰胺残留量的气相色谱检测及液相色谱-质谱联用确证方法。方法: 4 种肉和水产品样品经乙酸乙酯均质提取, 提取液经凝胶渗透色谱仪和氨基固相萃取柱净化, 蜂蜜经 CHROMABOND XTR 固相萃取柱和氨基固相萃取柱净化, 气相色谱仪带电子捕获(ECD)检测器和液相色谱-串联质谱仪带电喷雾(ESI 源)进行氟啶虫酰胺残留量的分析和确证分析。结果: 气相色谱法中氟啶虫酰胺在 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~ 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 呈线性关系($r \geq 0.999$)。5 种动物源食品添加氟啶虫酰胺浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~ 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时, 回收率为 74.5% ~ 98.2%, 相对标准偏差为 1.02% ~ 7.98%。检出限(LOD)为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 定量限(LOQ)为 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。液质联用法作为氟啶虫酰胺的确证方法, 检测低限为 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。结论: 该方法简便、快速、准确。

[关键词] 氟啶虫酰胺; 动物源食品; 气相色谱法; 液相色谱-串联质谱法; 残留分析

[中图分类号] O657.7⁺1

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-8685(2011)11-2604-05

Determination and confirmation of flonicamid residue in five kinds of animal-derived foods by GC and LC/MS-MS

XIE Jian-jun, WANG Lan, CHEN Jie, LIN Hai-dan*, WU Ying-xuan, XU Juan, YE Hong-yi

(Guangdong Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau Technology Center, Guangzhou 510623, China)

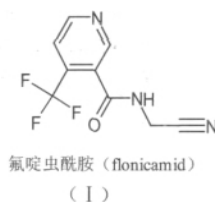
[Abstract] **Objective:** To establish a method for determination and confirmation of flonicamid residue in five kinds of animal-derived foods by gas chromatography (GC) and liquid chromatography mass-mass spectrometry (LC/MS-MS). **Methods:** The samples of meat and aquatic products were extracted by ethyl acetate, then the extract was cleaned up by gel permeation chromatography (GPC) and NH_2SPE cartridge, while honey was cleaned up by CHROMABOND XTR and NH_2SPE cartridges. The concentration of flonicamid residue was analyzed by GC with ECD and confirmed by LC/MS-MS with EI. **Results:** For GC-ECD, there was a good linear relationship between the peak area and the concentration of flonicamid within range of 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ to 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (correlation coefficient ≥ 0.999). When the spiked level of flonicamid ranged from 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ to 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the mean recoveries of the method varied from 74.5% to 98.2% and the relative standard deviations (RSD) ranged from 1.02% to 7.98%. The results showed that the limit of detection (LOD) was 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and the limit of quantification (LOQ) was 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$. The flonicamid was confirmed by LC/MS-MS and the limit of detection was 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$. **Conclusion:** The method was simple, fast and accurate.

[Key words] Flonicamid; Animal-derived foods; GC; LC/MS-MS; Residue analysis

氟啶虫酰胺 (flonicamid, 结构式见 I) 是日本石原产业株式会社开发的新型吡啶酰胺类内吸性杀虫剂。由于其低毒、高效、渗透性强、对环境友好, 且与目前所有蚜虫防治剂无交互抗性, 已经在 23 个国家获得农药登记, 其中就包括中国^[1-3]。氟啶虫酰胺主要用于防治棉花、果树、蔬菜、观赏植物防治各类蚜虫、粉虱、蓟马和盲蝽等刺吸式害虫^[4-6]。

随着氟啶虫酰胺的使用日益推广, 其在食品中的残留问题也越来越受到关注。日本、美国和欧盟各国都相应制定了多种农畜产品中氟啶虫酰胺的最大残留限量。2006 年, 日本

厚生劳动省发布文件规定了几十种农畜产品中氟啶虫酰胺的最大残留限量, 如牛肉中残留限量为 0.5 mg/kg ; 鸡肉中残留限量为 0.02 mg/kg ; 罗非鱼残留限量按照日本肯定列表制度一律标准即 0.01 mg/kg 执行。美国规定牛肉中残留限量为 0.08 mg/kg ; 鸡肉中残留限量为 0.02 mg/kg 。欧盟规定蜂蜜中残留限量 0.05 mg/kg ; 牛肉、羊肝和鸡肉中残留限量均为 0.03 mg/kg ^[7-10]。我国尚未制定农畜产品中使用氟啶虫酰胺的最大残留限量。



[基金项目] 应对“日本肯定列表制度”关键技术研究和应用 (2006Z1-E0121)

[作者简介] 谢建军 (1972-), 男, 博士, 高级工程师, 主要从事农药残留分析。

* 通讯联系人, E-mail: linhaidanz@yahoo.com.cn

目前,对农畜产品中氟啶虫酰胺的残留检测方法的研究也有多篇文献报道。2003 年,Diane 等^[11]用液相色谱质谱联用方法同时测定水果和蔬菜中烟碱类农药残留,其中就包含对氟啶虫酰胺的残留检测。2007 年,Hengel 等^[12]研究了液相色谱质谱联用测定干啤酒花中氟啶虫酰胺及其代谢物的残留量方法,方法的检测低限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。2007 年,日本厚生劳动省修订的“食品中农用化学品残留检测方法”增加了农产品和畜产品中氟啶虫酰胺及其代谢物的液相色谱质谱联用检测方法,该方法的检测低限为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ^[13]。2009 年和 2010 年,韩国的文献报道了釜山和首尔的农产品中农药残留情况,其中也包括了用气相色谱法(ECD 检测器)检测氟啶虫酰胺的残留情况^[14,15]。2011 年,谢建军等报道了用气相色谱法检测植物性食品中氟啶虫酰胺残留量的方法^[16];2011 年 7 月 1 日我国已有行业标准 SN/T 2796-2011 正式颁布实施^[17]。在国际上,尚未发现用凝胶渗透色谱技术进行动物源基质中氟啶虫酰胺残留量检测净化处理方法的研究。

本研究通过对 5 种动物源食品中氟啶虫酰胺的添加回收试验,采用高速匀浆提取、凝胶渗透色谱技术结合固相萃取净化技术,气相色谱仪分析和液相色谱质谱联用仪确证,建立了快速、简便、经济的动物源性食品中氟啶虫酰胺残留量的分析和确证方法。本方法既可满足氟啶虫酰胺进出口检验检疫及国内市场食品监管的技术要求,亦可填补国内对动物源性食品中氟啶虫酰胺残留分析方法的空白。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

气相色谱仪:带 ECD 检测器,Agilent 7890 A (美国 Agilent 公司)。液相色谱-串联质谱仪:液相色谱 Agilent 1100 (美国 Agilent 公司);串联质谱仪 API3000 (美国 Applied Biosystems 公司) 配有 ESI 源;凝胶渗透色谱仪:带有在线浓缩系统 (美国 J 2 Scientific 公司);高速低温冷冻离心机 (德国 Eppendorf 公司);均质器 (美国 Ultra Turrax 公司);涡旋振荡器 (德国 IKA 公司);超声波震荡器 Yamato8210 型 (Branson 公司);氮气吹干浓缩仪 (美国 Zymark 公司);固相萃取装置 (美国 Supelco 公司)。

环己烷为分析纯,乙酸乙酯、乙腈和甲醇为色谱纯。无水硫酸钠,分析纯,650℃灼烧 4 h 后贮存于干燥器中备用。氟啶虫酰胺标准品纯度 98.8%,购自德国 Dr. Ehrenstorfer-schäfers 公司。氟啶虫酰胺标准储备液,由乙酸乙酯和乙腈分别配制,浓度为 1.0 mg/ml,置于 -18℃ 冰箱中保存。根据需要再用乙酸乙酯或乙腈配制标准工作溶液制作校正曲线。

氨基固相萃取柱 (NH_2 SPE): 200 mg, 3 ml 和 500 mg, 3 ml, 购自美国 PESTANAL 公司。CHROMABOND XTR 固相萃取柱 (XTR SPE): 3000 mg, 15 ml, 购自德国 MN 公司。

1.2 样品提取净化

1.2.1 提取 称取肉类样品 10 g (精确至 0.01 g) 于 50 ml 离心管中,加入 15.0 ml 乙酸乙酯,匀质提取 1 min;另取一 50 ml 离心管,加入 10 ml 乙酸乙酯,润洗匀质器刀头,倒入第一支离心管中。加入 10 g 无水硫酸钠于该离心管中,盖好,振荡 10 min。将离心管置于离心机中 10000 r/min 离心 5 min,吸取上清液 10 ml,过 0.45 μm 有机相滤膜,待凝胶渗透色谱仪净化。

称取蜂蜜 (若有结晶则在 60℃ 的水浴中预先温热后进行) 约 2.0 g (精确至 0.01 g) 于 50 ml 离心管中,加 3 ml 蒸馏水,

0.5 g 氯化钠,震荡混匀,过 XTR SPE。上样后,静置 5 min,用 35 ml 乙酸乙酯淋洗,控制流速为 1.0 ml/min,收集滤液于 50 ml 鸡心瓶中,40℃ 水浴条件下用旋转蒸发浓缩仪浓缩至约 1.0 ml,待净化。

1.2.2 净化 取 10 ml 肉类样品的提取液过凝胶渗透色谱仪净化,收集 7 min ~ 14 min 的流出液,2 ml 乙酸乙酯定容,作为初净化液。安装固相萃取装置,乙酸乙酯 4 ml 分两次预淋洗 NH_2 SPE。将初净化液上样于 NH_2 SPE 中,流速控制为 1 ml/min,用 3 ml 乙酸乙酯分 3 次润洗初净化液试管,洗液同样过氨基柱,收集全部洗脱液。在 45℃ 下用氮吹浓缩仪浓缩至近干,用乙酸乙酯定容至 1.0 ml;液质联用确证样品用甲醇-水 (90+10, 体积比) 定容至 2.0 ml,过 0.45 μm 有机相滤膜后上机。蜂蜜样品的提取液不需过 GPC 净化,只过 NH_2 SPE 即可,其柱活化和过柱方法同肉类样品。

1.3 色谱条件

1.3.1 凝胶渗透色谱仪 (GPC) 条件 凝胶色谱净化柱: 300 mm $\times$ 25 mm (i. d.); 填料: Bio-Beads, S-X3, 38 μm ~ 75 μm ; 浓缩温度: 45℃; 流动相: 环己烷-乙酸乙酯 (50+50, 体积比); 定容试剂: 乙酸乙酯; 流速: 5 ml/min; 进样量: 5.0 ml。

1.3.2 气相色谱 (GC) 条件 色谱柱, Agilent DB-1701 毛细管柱, 30 m $\times$ 0.32 mm (i. d.) $\times$ 0.25 μm ; 进样口温度: 260℃; 检测器温度 320℃; 载气流速: 氮气 (纯度 99.999%), 流量 2.5 ml/min; 进样模式: 不分流进样; 升温程序: 80℃ 保持 1 min, 15℃/min 升温至 240℃ 保持 1 min, 10℃/min 升温至 260℃ 保持 10 min; 进样量 1.0 μl 。

1.3.3 液质联用 (LC/MS-MS) 色谱条件 色谱柱: Waters Atlantis HILIC Silica 柱, 3 μm , 3.0 mm (i. d.) $\times$ 50 mm 柱; 柱温: 40℃; 流动相: 甲醇-水 (90+10, 体积比); 流速: 0.30 ml/min; 进样量: 10 μl 。离子源: 电喷雾离子源 (ESI); 质谱条件: 负离子扫描; 多反应选择离子检测 (MRM); 电喷雾电压 (IS): 4500 V; 辅助气温度 (TEM): 350℃。

2 结果与讨论

2.1 提取溶剂的选择

氟啶虫酰胺易溶于丙酮、乙腈和乙酸乙酯等有机溶剂,在正辛醇、甲苯和己烷中溶解度很低。在提取动物源性食品中氟啶虫酰胺残留时,若用丙酮做提取溶剂,则提取液中杂质较多,不利于后续的净化处理。乙腈提取动物源性食品中氟啶虫酰胺残留较好,提取液中带入的脂肪少,但是乙腈沸点较高,用氮气吹干浓缩仪浓缩时耗时长^[17]。而且,凝胶渗透色谱仪不能使用丙酮、乙腈溶剂过凝胶色谱柱,需要进行溶剂转换,费时费力。因此,本试验选择乙酸乙酯作为提取溶剂。试验结果也表明乙酸乙酯作为提取溶剂可以满足方法要求。

2.2 SPE 小柱的选择

用 GPC 处理完提取液后,可以除去提取液中分子量较大的脂肪、蛋白质和部分色素。但是,对于小分子的杂质等影响分析的干扰物质还需要进一步的净化^[19]。因此,选用固相萃取技术对提取液再次净化。

选用石墨化碳黑固相萃取柱、氟罗里硅土固相萃取柱和氨基固相萃取柱进行试验,氟啶虫酰胺标准品 100 ng/ml 淋洗曲线见图 1。试验结果表明石墨化碳黑固相萃取柱、氟罗里硅土固相萃取柱对氟啶虫酰胺标准品有部分吸附。而用 NH_2 SPE 则用 2 ml 乙酸乙酯淋洗液几乎就可以将氟啶虫酰胺完全

洗脱下来 4 ml 乙酸乙酯氟啞虫酰胺的回收率可达 99.88%。而且, NH_2 SPE 可有效去除动物源食品提取液中的脂肪酸、有机酸和极性色素以及糖类。试验结果也表明,通过 GPC 和 NH_2 SPE 的净化,选取的有代表性的 5 种动物源性食品的净化液完全可以满足仪器分析的要求。

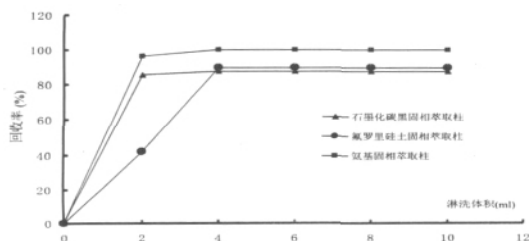


图 1 氟啞虫酰胺标准品淋洗曲线

用氟啞虫酰胺标准品 100 ng/ml 过 XTR SPE, 结果发现 XTR SPE 对其没有吸附 20 ml 乙酸乙酯淋洗氟啞虫酰胺标准品回收率可达 100%。XTR SPE 的性能是去除基质中的水分和糖类, 蜂蜜样品含糖量高、粘稠, 可先加入适量的水让其充分溶解, 使用 XTR SPE 除去蜂蜜中的糖类及水后, 洗脱液再用 NH_2 SPE 净化即可达到净化的目的。

2.3 LC-MS/MS 条件的优化

液质联用蠕动泵以 10 $\mu\text{l}/\text{min}$ 的流速连续注射 0.1 mg/L 的氟啞虫酰胺标准溶液入 Turbolonspray 电离源中, 在负离子检测方式下对氟啞虫酰胺进行一级质谱分析 (Q1 扫描), 得到分子离子峰; 对分子离子峰进行二级质谱分析 (子离子扫描), 得到碎片离子信息。氟啞虫酰胺二级质谱见图 2, 由此确定定性用的离子对。采用 MRM 模式采集数据, 选择驻留时间为 200 ms, 优化各离子对的去簇电压 (DP), 碰撞气能量 (CE), 聚焦电压 (FP), 入口电压 (EP), 碰撞池出口电压 (CXP)。优化后的定性离子对、定量离子对、采集时间、去簇电压及碰撞能量见表 1。结合实测样品, 经过优化, 选择了基质干扰小的特征碎片峰为监控离子, 得到氟啞虫酰胺质谱图和选择离子流色谱图 (见图 2、图 3)。

表 1 监测、定量离子对、去簇电压及碰撞能量

名称	监测离子对 (m/z)	定量离子对 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
氟啞虫酰胺	228.0/81.1	228.0/81.1	-64	-14
		228.0/146.0		-30

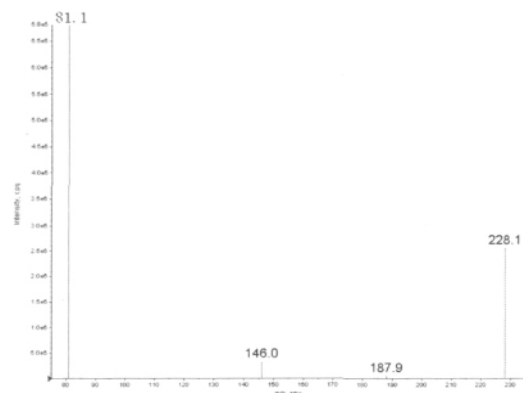


图 2 氟啞虫酰胺标准品子离子全扫描质谱图

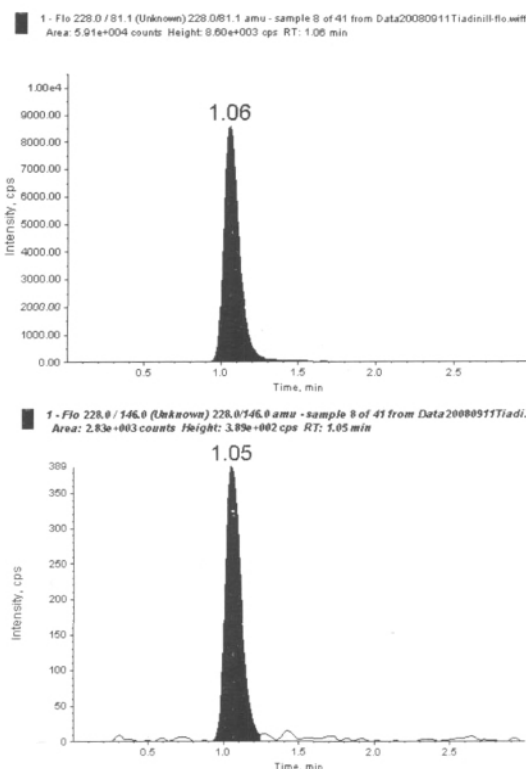


图 3 氟啞虫酰胺标准品 (5 $\mu\text{g}/\text{L}$) 多反应监测 (MRM) 色谱图

2.4 氟啞虫酰胺标准品气相色谱图、线性范围及检测限

在 1.3.2 气相色谱条件下, 取一系列不同质量浓度的氟啞虫酰胺标准溶液, 以仪器响应峰面积对氟啞虫酰胺的质量浓度进行线性回归, 氟啞虫酰胺的浓度在 10 $\mu\text{g}/\text{L}$ ~ 500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内其浓度和响应峰面积线性显著。氟啞虫酰胺线性方程: $y = 206000x - 831.02$ 相关系数: $r \geq 0.999$ 。氟啞虫酰胺的保留时间为 13.129 min, 标准品色谱图见图 4。

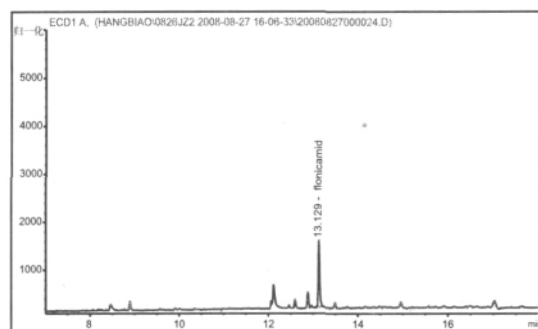


图 4 氟啞虫酰胺的标准品 (10 $\mu\text{g}/\text{L}$) 的气相色谱图

2.5 气相色谱法回收率、精密度

在 5 种动物源食品的空白基质添加氟啞虫酰胺回收试验中, 当添加浓度在 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、40.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、80.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、200.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时, 添加回收率分别在 76.2% ~ 110.0% 之间, 精密度用标准偏差表示, 见表 2 (表中结果为 6 次重复的平均值)。氟啞虫酰胺在牛肉、羊肝、鸡肉、罗非鱼和蜂蜜中根据 $S/N = 3$ 计算检出限 (LOD) 约为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 根据 $S/N = 10$ 计算定量限 (LOQ) 约为 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。以罗非鱼空白样品和添加回收试验的气相色谱图为例, 见图 5 和图 6。

表 2 气相色谱检测方法的回收率、标准偏差 (n=6)

样品	添加水平 ($\mu\text{g/kg}$)	平均值 ($\mu\text{g/kg}$)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
牛肉	20	16.9	74.5 ~ 92.5	7.98
	50	42.9	80.2 ~ 95.4	7.44
	100	89.4	87.2 ~ 92.6	2.33
羊肝	20	16.6	78.5 ~ 86.5	3.50
	80	69.2	82.8 ~ 91.4	4.41
	200	180.1	83.7 ~ 98.2	6.55
鸡肉	20	16.8	80.5 ~ 91.0	5.10
	40	34.1	80.3 ~ 91.8	5.54
	100	88.6	87.5 ~ 89.6	1.02
罗非鱼	10	9.2	89.0 ~ 97.0	4.12
	20	16.5	80.0 ~ 85.0	2.17
	100	89.9	84.4 ~ 93.5	4.55
蜂蜜	10	9.1	87.0 ~ 91.0	4.30
	20	18.0	83.0 ~ 96.5	6.74
	100	86.9	85.0 ~ 91.4	4.07

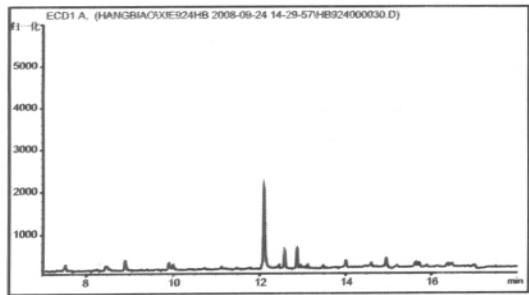


图 5 罗非鱼样品空白的气相色谱图

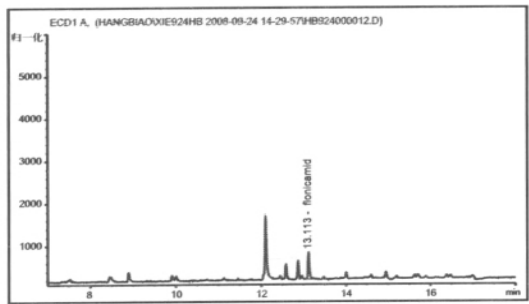


图 6 罗非鱼样品加标 (10 $\mu\text{g/kg}$) 的气相色谱图

2.6 LC-MS/MS 定性确证

由于用 GC-MS 的检测低限大于 10 $\mu\text{g/kg}$, 不能满足日本肯定列表中对氟啶虫酰胺残留限量的检测要求; LC-MS/MS 的检测低限为 5.0 $\mu\text{g/kg}$, 所以, 选择 LC-MS/MS 进行氟啶虫酰胺定性确证。当用气相色谱检出试样中氟啶虫酰胺残留量大于仪器检测低限时, 取适量气相色谱上机测定溶液, 用氮气吹干浓缩仪吹干, 甲醇定容, 过 0.22 μm 有机相滤膜, 以 LC-MS/MS 法可定性确证。在 1.3.3 质谱条件下, 罗非鱼空白的多反应监测 (MRM) 色谱图和罗非鱼加标样品 (10 $\mu\text{g/kg}$) 的多反应监测 (MRM) 色谱图见图 7 和图 8。

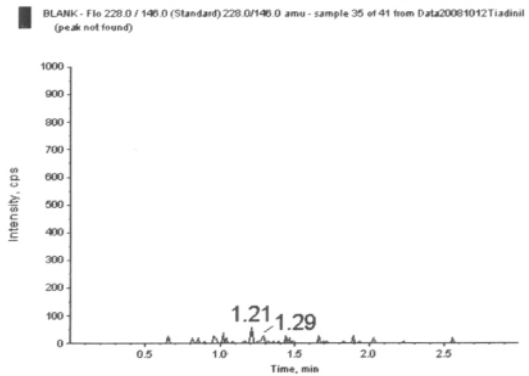
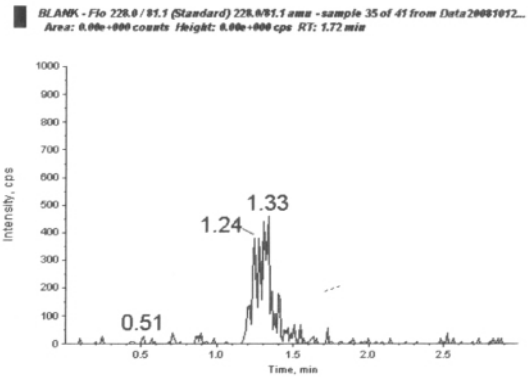


图 7 罗非鱼空白的多反应监测 (MRM) 色谱图

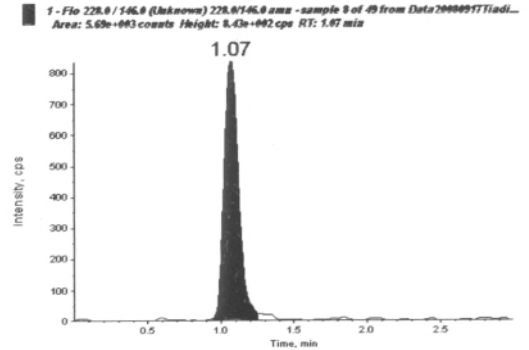
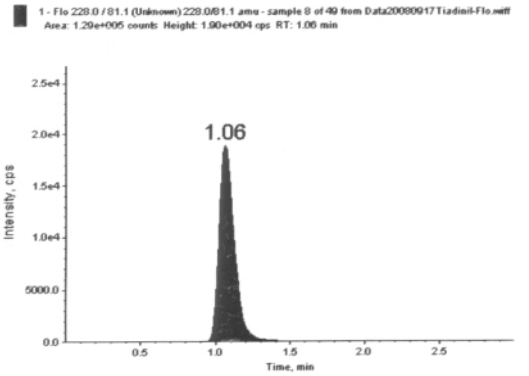


图 8 罗非鱼加标样品 (10 $\mu\text{g/kg}$) 的多反应监测 (MRM) 色谱图

3 小结

本试验选取了 5 种有代表性的牛肉、羊肝、鸡肉、罗非鱼和蜂蜜作为研究材料, 前处理采用高速匀浆提取、GPC 和 SPE 小柱净化, 建立了一种气相色谱方法快速检测、液质联用方法确证的通用方法。结果标明: 该方法提取快速、净化简便、灵敏度高、回收率好, 适合于动物源食品中氟啶虫酰胺的残留检测。

[参考文献]

- [1] 张亦冰. 新穎杀虫剂—氟啶虫酰胺[J]. 世界农药, 2010, 32(1): 54-56.
- [2] Morita M, Ueda Y, Yoneda T, et al. Flonicamid, a novel insecticide with a rapid inhibitory effect on aphid feeding[J]. Pest Man Sci, 2007, 63(10): 969-973.
- [3] 杨吉春, 刁杰, 葛童, 等. 吡啶类农药最新研究进展[J]. 农药, 2007, 46(1): 1-17.
- [4] 刘秀春, 范业宏, 王宝申, 等. 氟啶虫酰胺防治苹果黄蚜药效试验[J]. 农药, 2008, 47(5): 370-374.
- [5] Mohammad A J, Thomas V L, Luc T, et al. Toxicity of selected insecticides to the two-spot ladybird *Adalia bipunctata* [J]. Phytoparasitica, 2009, 37: 323-326.
- [6] Goodell P B, Ellsworth P C. Second International Lygus Symposium Asilomar[C]. 27pp. J Insect Sci, 2008(8): 49.
- [7] European Food Safety Authority. Modification of the existing MRLs for flonicamid in various crops[J]. Sum EFSA J, 2010, 8(5): 1610-1612.
- [8] The Foreign Agricultural Service(FAS) [DB/OL]. <http://www.mrl-database.com>.
- [9] The Chemicals Regulation Directorate(CRD) [DB/OL]. <http://secure.pesticides.gov.uk/MRLs/main.asp>.
- [10] 倪新, 张艺兵, 白兴月, 等. 日本氟啶虫酰胺拟订最大残留限量分析[J]. 检验检疫科学, 2007, 17(4): 69-70.
- [11] Diane Z, Michelangelo A, Ellen S. Simultaneous determination of neonicotinoid insecticides in fruits and vegetables by LC-MS and LC-MS-MS: Methodology and residue data [J]. Deut Leb Run, 2003, 99(5): 188-196.
- [12] Hengel M J, Miller M. Analysis of flonicamid and its metabolites in dried hops by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Agri Food Chem, 2007, 55(20): 8033-8039.
- [13] 国家质量监督检验检疫总局食品安全局, 中国检验检疫科学研究院编译. 日本厚生劳动省食品中农用化学品残留检测方法增补本 1(M). 北京: 中国出版社, 2007.
- [14] LEE J H, KU P T, NA Y R. Study on the Pesticide Residues of Circulating Agricultural Products in Busan Area(2009) [J]. Ann Rep Busan Metr City Inst Health & Environ, 2009, 19(1): 52-63.
- [15] Moon J M, Kim H, Yuk T. Dietary Risk Assessment for Pesticide Residues of Vegetables in Seoul, Korea [J]. Korean J Nutr, 2010, 43(4): 404-412.
- [16] 谢建军, 陈捷, 王岚, 等. 气相色谱检测植物性食品中氟啶虫酰胺残留量的方法[J]. 西北农林科技大学学报(自然科学版), 2011, 39(3): 82-86.
- [17] SN/T 2796-2011. 进出口食品中氟啶虫酰胺残留量的检测方法[S].
- [18] 张卫国, 章晓麟. 残留农药分析中提取溶剂的选择方法[J]. 公安大学学报(自然科学版), 2001, 23(3): 9-11.
- [19] 刘咏梅, 王志华, 储晓刚. 凝胶渗透色谱技术在农药残留分析中的应用[J]. 分析测试学报, 2005, 24(2): 123-127.

(收稿日期: 2011-05-16)

(上接第 2603 页)

比较见表 3, 从表中测定结果可见厂家实际添加的维生素 C 一般比标示的维生素 C 高, 可能考虑使用过程中维生素 C 的降解。

表 2 实际样品中维生素 C 的测定

样品 编号	罐标值 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	样品 编号	罐标值 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)
1	1.00×10^3	1.53×10^3	2	1.3×10^3	1.35×10^3
3	875	922	4	760	848
5	658	1.38×10^3	6	649	730

3 结论

该方法测定乳粉中维生素 C, 在添加 5 mg/kg ~ 100 mg/kg 水平范围内, 回收率在 80% ~ 110% 之间, 相对标准偏差小于 10%。方法的回收率和精密度符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中检测方法确认对回收率和精密度的技术要求。本方法准确、实用、适合乳粉中维生素 C 的检测。

[参考文献]

- [1] 张静华, 吴婉坡, 张举, 等. 应用 2,6-二氯酚靛酚法测定草莓还原型抗坏血酸含量[J]. 哈尔滨师范大学自然科学学报, 1991, 5(3):

96-101.

- [2] GB14754-2010. 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 C(抗坏血酸) [S].
- [3] 库尔班江, 赛丽曼. 碘量法测定水果蔬菜中维生素含量[J]. 伊犁师范学院学报(自然科学版), 2007, 3(3): 28-32.
- [4] GB/T 5009.86-2003. 蔬菜水果中总抗坏血酸的测定(荧光法和 2,6-二硝基苯吡法) [S].
- [5] SN/T 0869-2000. 进口饮料中维生素 C 的测定方法[S].
- [6] GB/T 9695.29-2008. 肉制品中维生素 C 的含量测定[S].
- [7] GB/T 17816-1999. 饲料中总抗坏血酸的测定 邻苯二胺荧光法[S].
- [8] GB/T 5009.159-2003. 食品中还原型抗坏血酸测定[S].
- [9] SN/T 0744-1999. 出口饮料中维生素 C 和咖啡因检验方法[S].
- [10] 冯德明, 周晓霞. 用高效液相色谱(HPLC)法测定饮料中维生素 C 的含量[J]. 饮料工业, 2003, 6(1): 43-46.
- [11] 金黎明, 姜波, 赫苗. 高效液相色谱法测定果珍中维生素 C 含量[J]. 化学分析计量, 2008, 17(3): 19-20.
- [12] GB 5413.18-2010. 婴幼儿食品和乳品中维生素 C 的测定[S].
- [13] 马丽, 郭春景. 高效液相色谱法测定乳粉中维生素 C [J]. 生命科学仪器, 2010, 8(6): 55-57.
- [14] 闫龙宝, 刘艳琴, 王浩, 等. HPLC 法测定婴幼儿配方奶粉中维生素 C [J]. 食品科技, 2008(6): 184-185.

(收稿日期: 2011-06-15)