

茶叶和婴幼儿配方奶粉中氯酸盐和高氯酸盐 LC-MS/MS 测定 (Copure®HLB Lim)

《BJS 201706 食品中氯酸盐和高氯酸盐的测定》

近年来，食品中氯酸盐和高氯酸盐作为一类新型污染物，能抑制人体甲状腺对碘的吸收，进而影响代谢和发育，危害人的健康，尤其是孕妇、胚胎、婴儿最容易受到危害，也因此引起了广泛关注。

逗点生物采用 HLB Lim 固相萃取柱，建立了 LC-MS/MS 检测茶叶和婴幼儿配方奶粉中氯酸盐和高氯酸盐残留量的方法，该法样品处理简单，检测灵敏度高，可获得出色的回收率（90%~110%）及较低的 RSD（< 5%），适合于食品中氯酸盐和高氯酸盐的定性定量分析。

一、实验过程

1.1 样品提取

1.1.1 茶叶

准确称取粉碎后的茶叶 1 g（精确至 0.001g）试样置于 50 mL 具塞离心管中，加入混合同位素内标液，准确加入 7.0 mL 超纯水，涡旋振荡 5 min，再准确加入 13.0 mL 甲醇，混匀，超声提取 10 min，振荡提取 30 min，10000 r/min 离心 10 min，取上清液待净化。

1.1.2 婴幼儿配方奶粉

准确称取 2 g（精确至 0.001 g）试样置于 50mL 具塞离心管中，加入混合同位素内标液，准确加入 5.0 mL 0.1% 甲酸水溶液，迅速混匀，置于 45 °C 水浴超声 20 min，涡旋振荡 5 min，再准确加入 10.0 mL 甲醇，混匀，10000 r/min 离心 10 min，取上清液待净化。

1.2 样品净化

吸取约 3.0 mL 上述上清液，过 HLB Lim 固相萃取柱，弃去约 1 mL 流出液，收集续滤液，供液相色谱-串联质谱仪测定。

二、仪器条件

2.1 色谱条件

仪器：液相色谱-串联质谱仪，配有电喷雾离子源（ESI 源）

色谱柱：Acclaim Trinity P1 3.0 μ m 2.1 \times 50mm Column

流动相：A：20mmol/L 甲酸铵溶液 B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.5 mL/min 柱温：室温 进样量：4 μ L

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
Initial	30	70
3.00	10	90
7.00	10	90
8.00	30	70
10.0	30	70

2.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI 源）

检测方式：多反应监测（MRM）

气帘气（CUR）：35.0 psi 碰撞气（CAD）：9 psi

离子化电压（IS）：-4500 V 离子源温度：500 °C

喷雾气（GS1）：55.0 psi 辅助加热器（GS2）：55.0 psi

表 2 组分名称、特征离子及质谱参数一览表（* 为定量离子）

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量 eV	去簇电压 eV	离子化方式
氯酸根	83.000	67.000*	-28.040	-59.310	ESI-
	85.000	69.000	-26.030	-64.430	ESI-
高氯酸根	99.000	83.000*	-33.370	-48.740	ESI-
	101.000	85.000	-48.540	-52.940	ESI-
氯酸根内标	89.000	71.000*	-33.190	-29.160	ESI-
高氯酸根内标	107.000	89.000*	-37.860	-12.140	ESI-

三、实验结果

表 3 茶叶和婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐实验结果

基质	化合物名称	添加水平 (μ g/kg)	回收率 (%)	RSD(n=3)/%
茶叶	氯酸盐	400	99.5	0.714
	高氯酸盐	200	99.7	0.713
婴幼儿配方奶粉	氯酸盐	150	110	2.53
	高氯酸盐	75.0	104	0.681

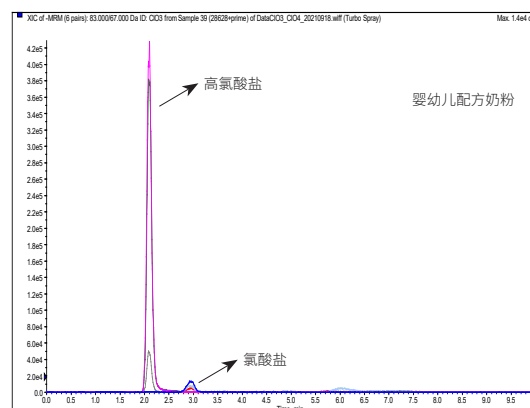
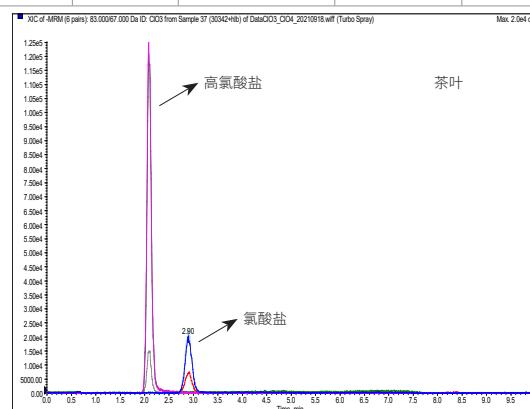


图 1 茶叶和婴幼儿配方奶粉中氯酸盐与高氯酸盐总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 净化柱, 200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μ m, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6 \times 32 mm, 9-425	100 个 / 盒