

食品中 4- 甲基咪唑的固相萃取法 (Copure® MCX)

(参照 GB 5009.282-2020 食品安全国家标准 食品中 1- 甲基咪唑、2- 甲基咪唑及 4- 甲基咪唑的测定)

4- 甲基咪唑 (4-MI) 是一种有致癌风险的污染物, 常作为生产焦糖色素的副产物出现在食品中。本方案参照国标 GB 5009.282-2020, 采用 Copure®MCX 柱, 以百香果汁及蜂蜜为基质样品, 建立了不同基质中 4- 甲基咪唑的液相色谱-串联质谱测定法, 低、中、高三水平的加标都能获得满意结果。

一、样品提取

准确称取均匀的样品 2.0 g (精确至 0.001 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 2 % 甲酸水溶液至 20 mL, 混匀, 10000 r/min 离心 5 min, 上清液待净化。

样品净化 (Copure®MCX, 200mg/6mL)

活化: 依次用 5 mL 甲醇, 5 mL 水活化固相萃取小柱。

上样: 取待净化样品 10 mL 过柱, 弃掉流出的液体。

淋洗和洗脱: 分别加入 2 mL 2 % 甲酸水、5 mL 水、5 mL 甲醇淋洗固相萃取小柱, 弃去流出的液体; 加入 8 mL 5 % 氨水甲醇洗脱固相萃取小柱, 收集洗脱液。

重新溶解: 45 °C 下氮吹至近干, 加入乙腈-5 mmol/L 乙酸铵 (9+1) 溶液 1 mL 复溶, 涡旋 30s, 过 0.22µm 有机系滤膜, 上机测试。

标准曲线溶液的制备

取适量标液, 用乙腈-5 mmol/L 乙酸铵 (9+1) 溶液稀释成浓度分别为 10 µg/L、20 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L、400 µg/L 的标准上机溶液。

二、仪器条件

色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱: GOWON HILIC (2.1 mm×100 mm, 2.7 µm)

流动相: A: 5 mmol/L 乙酸铵 B: 乙腈

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

流速: 0.6 mL/min

柱温: 35°C

进样量: 5 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	5	95
3.00	5	95
3.50	40	60
4.50	40	60
5.00	5	95
6.00	5	95

质谱条件

离子源: HESI 电喷雾电压: 3500 V

鞘气压力: 35 arb 辅气压力: 5 arb

离子传输管: 380 °C 辅气温度: 350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	保留时间/min	母离子	子离子
4- 甲基咪唑	2.24	83.1	42.1、56.2*

三、实验结果

表 3 4- 甲基咪唑加标回收实验结果

基质	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
百香果汁	91.6	6.95	102	4.02	93.4	4.21
蜂蜜	104	4.41	92.2	4.23	88.9	2.25

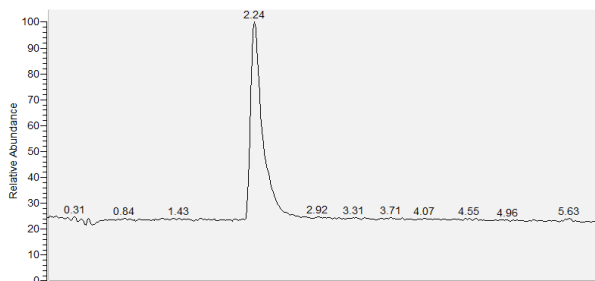


图 1 百香果汁中添加水平为 100.0 µg/kg 时 4- 甲基咪唑的离子流图

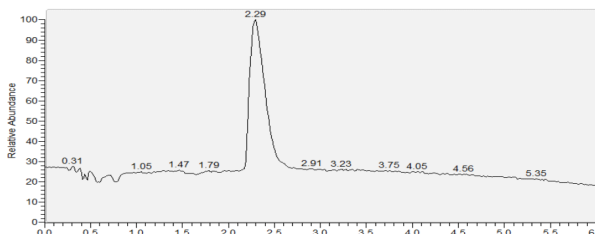


图 2 蜂蜜中添加水平为 100.0 µg/kg 时 4- 甲基咪唑的离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COMX6200	Copure®MCX6200 净化柱, 200mg/6mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	biocomma® 智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 µm, 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*32 mm, 9-425	100 个 / 盒