

液相色谱

——质谱联用技术测定食品中乌洛托品残留分析方法

羊 银¹ 夏孝飞²

(1. 天津市食品安全检测技术研究院 天津 300308; 2. 浙江方圆检测集团股份有限公司 浙江杭州 310018)

摘 要: 乌洛托品是典型的固化剂, 主要应用于树脂和塑料固化过程中。现阶段也作为防腐剂和杀菌剂制作时的辅助原材料。此种物质的防腐性能与杀菌性能优越, 同时, 也能在一定程度上优化食品外观。主要利用水解释放甲醛的方式保证食品的光泽度, 从而延长其保存时间。但这种物质的过量应用会对人体造成较大的危害, 应用科学的方法测定食品中乌洛托品的含量, 对于合理发挥这一物质的作用, 减低过量应用的危害有重要作用。应用液相色谱与质谱联用的技术准确测定食品中的乌洛托品量, 需把握配制标液、合理调整设备仪器参数、通过稀释对照的方式进行残留物验证几方面要点, 以便充分发挥出液相色谱与质谱联用这一先进技术的作用。

关键词: 液相色谱; 质谱; 乌洛托品; 检测

引言:

随着 2010 年我国第四批《食品中可能违法添加的非食用物质添加剂名单》的公布, 乌洛托品被明令禁止用于食品生产中。但因乌洛托品在酸性条件下会分解释放甲醛和氨, 具有一定的杀菌作用, 近年来被滥用的情况时有发生。因此, 准确测定食品中乌洛托品的残留量对保障人民舌尖安全存在着重要意义。在乌洛托品残留分析中, 液相色谱与质谱联用的技术具有一定的稳定性和先进性, 需要技术人员严格按检测流程落实检测操作, 以便发挥出此种联用技术在测定食品中乌洛托品残留方面的积极作用。

一、液相色谱-质谱联用技术测定食品中乌洛托品残留的基本原理

液相色谱-质谱联用技术是一种结合了液相色谱的高分离能力和质谱的高灵敏度检测性能的分析方法, 被广泛应用于食品添加剂、农兽药残留、非法添加物筛查、生物毒素等物质的定性和定量分析。乌洛托品是一种常见的防腐剂和杀菌剂, 常常被不法商贩用于食品加工之中。为了确保食品的安全性, 需要对其在食品中的残留量进行严格的监管和控制。具体来说, 液相色谱-质谱联用技术测定食品中乌洛托品残留的基本原理是要点包括以下几方面内容: 一是样品中的乌洛托品以及其他待测物质通过液相色谱进行分离。液相色谱能够有效地将复杂的样品混合物分离成单个组分。其次, 通过质谱仪对分离后的乌洛托品进行鉴定和定量。质谱仪在启动后, 能够产生高能电子束, 将乌洛托品离子化并破碎成碎片离子。上述碎片离子的质荷比 (m/z) 能够实现精确地测量、记录, 从而得到乌洛托品的分子量和结构信息^[1]。通过比较标准品和待测样品峰的保留时间和

质谱图, 进一步确定样品中乌洛托品的存在与否以及其含量。

二、食品中乌洛托品残留检测工作的重要性

(一) 保障食品安全

食品中乌洛托品的残留会对人体造成一定的伤害。因此, 对食品中的乌洛托品残留进行检测, 能够有效地保障食品的安全性, 保护消费者的健康。具体来说, 通过乌洛托品残留监测主要可从以下几方面入手保障食品安全。一是残留量监控。乌洛托品在食品中的残留量应符合相关法规标准, 保证不影响人体健康。通过定期对各类食品中的乌洛托品残留量进行检测和监控, 能够及时发现并处理超标或非法添加乌洛托品的情况, 从源头上保障食品安全。二是应用更为先进的技术落实检测工作, 保障食品安全^[2]。针对不同食品基质和乌洛托品的特性, 可开发更高效、准确的检测方法。合理应用本文所采用的色谱-质谱联用技术对乌洛托品进行定性和定量分析, 就能够提高检测的灵敏度和特异性, 以便及时、准确地检测出食品中的乌洛托品残留。

(二) 监控添加剂违规应用

乌洛托品主要应用在树脂和塑料的固化过程中。同时, 也作为橡胶硫化促进剂发挥作用。在化工领域和纺织品领域有重要的应用价值。通过对食品中乌洛托品残留的检测, 能够有效地监控食品添加剂的使用情况, 防止滥用添加剂的现象发生。具体来说, 只要检测人员能够在检测工作落实时做好前期检测流程的规划, 并做好检测工作过程的监控力度, 就能够及时发现违规使用食品添加剂的问题。在建立乌洛托品残留检测体系时, 应当制定严格的检测标准、操作规程和质控措施。通过对各类食品中的乌洛托品残留进行定期

检测和抽查,全面掌握食品中乌洛托品的残留情况,及时发现并处理非法添加乌洛托品的情况。在加强监管力度方面,应当通过加强现场检查、督促企业自检和抽检等方式,确保食品中乌洛托品的使用符合法规要求,防止违规添加和滥用现象。

(三) 优化检测技术的应用效果

新技术的发展需要以现阶段的成熟技术做基础。在食品中,乌洛托品残留物测定工作中,新技术的研发应用也具有重要的意义。首先,液相色谱-质谱联用技术的应用效果十分显著,能够促进食品中乌洛托品的检测更加准确有效。另外,该技术还能够提供有关乌洛托品分子量和化学结构的信息,从而有助于研发更有效的乌洛托品分析方法。其次,液相色谱-质谱技术能够提供有关乌洛托品残留分析方法的研究思路,从而有助于研发更先进的技术。

三、液相色谱-质谱联用技术测定食品中乌洛托品残留的方法研究

(一) 合理配制标液工作曲线

合理配制标液是检测工作的重要基础条件。在标准品配制过程中,应当把握以下几个要点。一是保证标准品的纯度,选择合适的有证标准物质,避免对检验结果造成影响。二是在配制过程中,应当对实验器具的洁净度进行检验。避免由于器皿污染导致被测物品出现污染,进一步影响检测结果。三是配制标准储备液和标准工作液时,应当精准控制浓度指标,保证浓度符合检验工作要求。四是在进行液相色谱-质谱联用分析时,要注意仪器的参数设置和实验条件的选择,以保证分析结果的准确性和可靠性。在明确上述注意事项后,方可进一步结合具体检测要求配制标液。具体配制步骤如下。下文将以定量的方式分析乌洛托品标液配置的流程。具体流程内容如下。①准确称取 100mg 的乌洛托品标准品,转移至已计量的 100mL 容量瓶中,用乙腈溶解并准确定容至刻度,得到浓度为 1mg/mL 的标准储备液。②吸取 1mL,放置于 100mL 已计量的容量瓶中,用乙腈稀释定容至刻度,得到浓度为 10 μ g/mL 的中间液,避光保存。③称取空白试样于离心管内,加入无水硫酸钠 2g、乙腈 10mL 进行涡旋混匀,离心后将上清液转移至 50mL 具塞刻度管中,用 10mL 乙腈重复提取一次,合并上清液后氮吹至干,用 2mL 浓度为 0.02mol/L 的醋酸铵溶液溶解残渣,溶解液加载至已活化的阳离子固相萃取小柱,用 2mL 浓度为 0.02mol/L 的醋酸铵溶液洗涤具塞刻度管,洗涤液过柱,后经 3mL 水、3mL 甲醇淋洗小柱,3mL 5%氨水洗脱,洗脱液于 45 $^{\circ}$ C 氮吹至近干,用 0.1%醋酸-乙腈定容至 1mL。④移取适量

的标准工作中间液,用已制备得到的空白试样提取液稀释成标准工作曲线。只有按照上述步骤首先合理配制乌洛托品标准液,才能够进一步为利用液相色谱-质谱联用的技术测定食品中的乌洛托品残留量提供保障。

(二) 通过稀释对照的方式进行残留物验证

稀释对照验证是检验乌洛托品残留情况的有效方法,在应用这种方法验证残留物的含量时,需按如下流程进行操作。①制备稀释对照溶液。将标准溶液进行稀释,制备成不同浓度的稀释对照溶液。②添加稀释对照溶液。将稀释对照溶液添加到待测样品中,使样品中乌洛托品的浓度与稀释对照溶液的浓度一致。③进行液相色谱-质谱联用分析。将添加了稀释对照溶液的样品进行液相色谱-质谱联用分析,记录分析结果^[4]。④验证结果。将分析结果与实际添加的乌洛托品浓度进行比较,验证液相色谱-质谱联用技术的准确性和可靠性。应用稀释对照的方式进行验证,是测定食品中乌洛托品残留情况的重要步骤。能够有效验证液相色谱-质谱联用技术的准确性和可靠性。在实际操作中,要严格按照要求进行操作,避免误差,确保分析结果准确可靠。

四、结束语

综合本文分析可知,应用液相色谱-质谱联用技术在测定食品中的乌洛托品残留量时,应优化相关的液相参数和质谱参数,使得乌洛托品与其他杂质成分成功分离,同时,通过质谱确证,实现乌洛托品的定性定量分析。此外,通过液相色谱-质谱联用技术测定乌洛托品的残留量,对于食品添加过量或添加违规的现象进行精准检验,并及时采取处理措施进行处理,为保障食品安全,发挥出此种测定技术的积极作用提供支持。

参考文献:

- [1]李雯雯,杜蒙,王晓军,孙允超.超高效液相色谱质谱联用技术测定动物源食品中的 11 种磺胺类兽药残留[J].食品安全导刊,2023,(24):45-48.
- [2]季宝成,杨澜瑞,韩雨,白艳红,许旭.动物源性食品兽药多残留检测中基质净化与液相色谱-质谱联用技术研究进展[J].轻工学报,2023,38(05):8-16.
- [3]黎才婷,雷紫依,丁胜华,蒋立文,刘霞,李跑.基于色谱-质谱联用技术的食品中农药残留高通量非靶向检测技术研究进展[J].食品科学,2023,44(05):231-240.