

食用油中叶绿素铜钠的液质检测方法

Determination of sodium copper chlorophyllin in edible oil by LC-MS/MS

张小刚¹, 管卓龙², 杨总¹, 刘冰洁¹, 郭立海¹

Zhang Xiaogang¹, Guan Zhuolong², Yang Zong¹, Liu Bingjie¹, Guo Lihai¹

SCIEX (中国)¹, 武汉食品化妆品检验所²

SCIEX China¹, Wuhan Institute for Food and Cosmetic Control²

Keywords: LC-MS/MS, sodium copper chlorophyllin

柱温: 40°C

梯度洗脱条件: 见表1

引言

叶绿素铜钠是一种叶绿素类衍生物, 其通过采用铜离子取代叶绿素中心的镁离子并进行皂化制得。GB 2760-2014中规定叶绿素铜钠可当作着色剂添至糖果、罐头、饮料等食品中, 但其允许使用的范围并不包括食用油。某些不法商家通过在食用油中添加叶绿素铜钠来改变油的色泽, 冒充高端油品牟取暴利。然而当前国家食品安全标准(GB 5009.260-2016)中叶绿素铜钠的检测方法为分光光度法, 应用此法进行检测可能存在其他叶绿素干扰检测结果的情况。相比之下液质联用方法进行该化合物的检测具有更好的专属性和灵敏度, 因此基于SCIEX Triple Quad™液质联用系统建立了食用油中叶绿素铜钠的定性定量方法, 为食用油中叶绿素铜钠的准确测定提供了简单快速的解决方案。

1 实验方法

1.1 前处理条件

取1g样品于15 mL离心管中, 加入2 mL甲醇, 涡旋振荡10 min, 5000 r/min离心5 min, 取上清液至另一离心管中, 下层再用2 mL甲醇重复提取一次, 合并上清液, 用甲醇定容至5 mL, 过0.22 μm滤膜, 待测。

1.2 液相色谱条件

色谱柱: C18 (100 × 2.1 mm, 1.8 μm)

流动相: 0.1%甲酸-水(水相)和0.05%甲酸-乙腈(有机相)

流速: 0.4 mL/min

表1. 液相梯度洗脱

时间(min)	水相 %	有机相 %
0	80	20
1	80	20
4	2	98
7	2	98
7.1	80	20
10	80	20

1.3 质谱条件

扫描模式: ESI源, 正离子模式; 化合物参数见表2

离子源参数:

气帘气CUR (psi): 35

温度TEM (°C): 650

碰撞气CAD (psi): 8

雾化气GS1 (psi): 50

喷雾电压IS (V): 5500

辅助雾化气GS2 (psi): 50

表2. 离子对参数

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能 (eV)
叶绿素铜钠 1	613.2	481.1	135	53
叶绿素铜钠 2	613.2	540.2	135	43

2 实验结果

2.1 色谱质谱条件优化

通过比较甲醇、乙腈、甲酸浓度等流动相组合，确定0.1%甲酸-水和0.05%甲酸-乙腈作为本实验的流动相具有较好的灵敏度；并对源参数用流动注射分析（FIA）优化，得到合适的源参数。叶绿素铜钠的提取离子流图见图1。

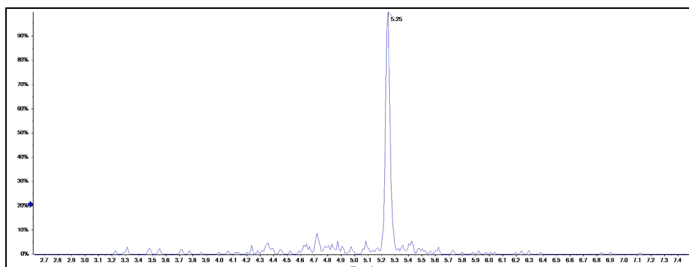


图1. 叶绿素铜钠的提取离子流图

2.2 线性回归方程

该方法采用基质匹配（食用油）做标准曲线，在5-200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内线性良好，回归系数达到0.999以上，见图2。

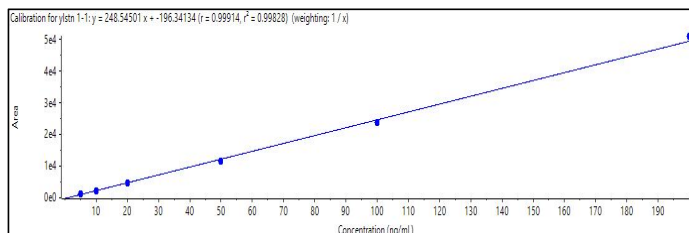


图2. 叶绿素铜钠的基质匹配标准曲线

2.3 回收率与精密度

在空白食用油基质上分别添加10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 三个浓度，每个浓度6次平行，提取回收率及相对标准偏差如表3所示。

表3. 叶绿素铜钠回收率与精密度

浓度 ($\mu\text{g/L}$)	回收率(%)	相对标准偏差(%) (n=6)
10	85.1	6.9
20	71.5	3.0
50	79.7	8.9

3 小结

本文建立了食用油中叶绿素铜钠的液质测定方法。前处理简单快捷，节省了样品处理时间和人员成本。叶绿素铜钠在5-200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内线性良好，回归系数达到0.999以上，加标回收在70%以上，6次平行样的精密度在10%以内，满足检验需求，为食用油中叶绿素铜钠的测定提供参考。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15944-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)