辣酱与火锅底料中碱性嫩黄的测定方法

（朱春燕、伍华雯、刘驰）

1. 问题背景

药检所送检样品（辣椒酱、火锅底料），指定检测方法DB33/T 703-2008 食品和农产品中多种碱性工业染料的测定液相色谱-串联质谱法

1. DB33/T 703-2008方法提要：

样品用无水乙醇提取后，HLB柱净化、浓缩、定容后，液相串联质谱仪测定，外标法定量.方法检出限为

1. DB33/T 703-2008方法验证情况（7月中、下旬由伍彩花完成的）：

验证样品：辣椒酱（李锦记辣椒酱，样品几乎完全是水溶性的，几乎不含辣椒油）

验证项目：碱性嫩黄

验证结果详情：

1. 样品经无水乙醇提取杂质较多，经HLB柱净化后，提取液依然较浑浊、颜色较深;
2. 添加浓度在0.5 μg/kg~2.0 μg/kg时，回收率在35%~40.0%.
3. 方法偏离（7月中、下旬由朱春燕完成的）：
4. 方法偏离：

称取2.00 g样品

经20 mL乙腈水（90+10，V+V）超声提取30min,

7830 rpm离心5 min

取上清液10 mL，吹至1 mL 左右,

用10 mL 0.02mol/L乙酸胺溶解,超声均匀待净化

过X-AW柱 （6 mL甲醇、 6 mL 0.02mol/L乙酸胺活化）,

用6 mL 0.02mol/L乙酸胺淋洗

6 mL80%甲醇洗脱，氮吹至1 mL左右，

用水定容至2 mL，离心后上机



图6为碱性嫩黄多反应监测（MRM）色谱图。

1. 方法评价：

以不含碱性嫩黄的辣椒酱为基质，进行0.5μg/kg、1.0μg/kg、2.0 μg/kg三水平六平行的添加回收实验，回收率范围在 79.48%~104.32%,相对标准偏差为1.85%~7.0%。

满足SN/T 0001-1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》中规定“添加浓度”、“变异系数”等都能够满足残留分析的要求。

1. 样品（8批辣椒酱、8批火锅底料）检测（11月中旬）（伍华雯、刘驰）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 时间 | 线性 | 添加回收范围 | 检测结果（μg/kg） | | 备注 |
| 11月13日初检  (刘驰) | 以201418898（火锅底料）做基质液配置线性 | 火锅底料样品添加回收率为33.7%~52.1% | 201418897 | 2.56 | a.发现原标液单位误将“μg/mL”写成“ng/mL”;  b.实验过程可能存在偶然的污染. |
| 有几个样品出现目标峰 | |
| 11月17日 | 以201418885（辣椒酱）做基质配置线性 | 火锅底料样品添加没有回收 | 201418897 | 2.26 | 将实验方法拆分分成提取、净化等步骤逐步进行原因分析,结果均正常；故初步判断是实验试剂配错导致的 |
| 11月19日 | 以201418885（辣椒酱）做基质配置线性 | 辣椒酱样品添加回收率为62.3%-74.7% | 201418897 | 2.80 |  |
| 11月21日 | 以阴性样品201418898（火锅底料）做基质液配置线性 | 基质添加回收率为94.7%；  阳性样品201418897（添加浓度为2.0μg/kg ~3.0μg/kg）添加回收率为121%%-123% | 201418897 | 2.05 |  |

1. 结论：
2. 不同样品基质差异较大;
3. 计划将该偏离方法进一步形成SOP文本。