

基于四级杆/静电场轨道高分辨质谱技术的葡萄酒鉴别研究

宓捷波¹, 王飞¹, 赵孔祥¹, 刘旻¹, 常春艳¹, 郑文杰²

(1. 天津海关动植物与食品检测中心, 天津 300461; 2. 天津师范大学 生命科学学院, 天津 300387)

摘要: 借助高效液相色谱-四级杆/静电场轨道高分辨质谱技术和多元统计分析技术建立葡萄酒中 13 种多酚类物质的检测方法和葡萄酒鉴别的研究模型。样品中的多酚类物质经酸化后乙酸乙酯提取, ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱分离, 全扫描和目标离子二级扫描定性, 外标法定量, 然后结合产区、成分、国别等信息, 用主成分分析、偏最小二乘法-判别分析法对数据进行分析。结果显示, 龙胆酸和香草酸含量是干红、干白判别的重要指标, 龙胆酸和白藜芦醇含量是洲产区判别的典型指标, 相应模型的准确率分别为 96.2 % 和 55.3 %, 可以初步实现葡萄酒品质和产区的鉴别。
关键词: 高分辨质谱; 多酚; 品质; 产区; 多元统计

Studies on Wine Identification Base on Quadrupole/Electrostatic Field Orbitrap High Resolution Mass Spectrum

MI Jie-bo¹, WANG Fei¹, ZHAO Kong-xiang¹, LIU Yang¹, CHANG Chun-yan¹, ZHENG Wen-jie²

(1. Animals, Plants and Food Inspection Center of Tianjin Custom, Tianjin 300461, China;
2. College of Life Sciences, Tianjin Normal University, Tianjin 300387, China)

Abstract: A method to detect 13 polyphenols in wine and research models of wine identification was established by high pressure liquid chromatograph-quadrupole/electrostatic field orbitrap high resolution mass spectrometry and multivariate statistical analysis technology. The samples were extracted with ethyl acetate after acidizing. The qualitative confirmation was carried out by full scan and target MS2 spectra after separated on a ACQUITY UPLC BEH C₁₈ column. An external standard method was used for quantitative analysis. The obtained data were analyzed by principal component analysis and partial least-squares discriminant analysis based on information of production area, composition and country. The results showed that 2,5-dihydroxybenzoic acid and vanillic acid were important indicators to distinguish red wine and white wine, while trans-resveratrol and 2,5-dihydroxybenzoic acid were important indicators of different production area. The accuracy of the corresponding models was 96.2 % and 55.3 %, respectively. It could preliminarily realize the identification of wine quality and producing area.

Key words: high resolution mass spectrometry; polyphenols; quality; production area; multivariate statistics analysis

引文格式:

宓捷波, 王飞, 赵孔祥, 等. 基于四级杆/静电场轨道高分辨质谱技术的葡萄酒鉴别研究[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(5): 173-178

MI Jiebo, WANG Fei, ZHAO Kongxiang, et al. Studies on Wine Identification Base on Quadrupole/Electrostatic Field Orbitrap High Resolution Mass Spectrum[J]. Food Research and Development, 2019, 40(5): 173-178

自 20 世纪 90 年代开始,葡萄酒作为一种承载文化和健康养生理念的载体逐渐受到全世界人们的青睐^[1]。近年来,我国的葡萄酒消费也呈逐年上升趋势,据海关统计,我国的进口葡萄酒数量几乎以每年 50 % 的速度飞速增长。然而,随着大量葡萄酒的涌入,品牌混乱,价格虚高,原产地造假和品质参差不齐等问题也不断出现^[2]。而葡萄酒作为直接饮用的食品,其品质质量必然会直接影响饮用者的健康和体验,因此,如何对葡萄酒进行品质产区鉴别一直是国内外学术界研究的热点^[3]。

葡萄酒的鉴别技术目前主要集中于矿质元素^[2,4]、稳定同位素^[5-8]、香气成分^[9-10]和多酚类^[11-12]物质的分析。其中,多酚类物质是决定葡萄酒色泽、苦味和收敛性等感官特性的重要物质^[13-15],同时其含量差异也具有品种、工艺和地区的特征,因此,多酚类物质的检测分析对葡萄酒鉴别具有重要的意义。目前,葡萄酒中多酚类物质的检测大多采用液相色谱法(high pressure liquid chromatograph, HPLC)^[16-19]和液相色谱质谱法^[20-23],HPLC 法灵敏度高、稳定性好,但对于结构相近的多酚类物质定性和区分能力稍差,而液相色谱质谱方法定性区分能力强,应用更为广泛。本研究借助四级杆/静电场轨道高分辨质谱技术建立葡萄酒中 13 种多酚类物质的检测方法,同时结合多元分析统计技术对来自不同产区国家的 54 批次葡萄酒的多酚类物质进行检测和分析,通过构建判别分析模型完成了龙胆酸、香草酸、白藜芦醇等关键指标函数的确立,初步实现了葡萄酒品质产区的鉴别,为有效监管和分析葡萄酒产品提供借鉴。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

超高压液相色谱-四极杆/静电场轨道阱质谱仪(配有 VIM 阀切换和多柱切换模块):美国 Thermo-fisher 公司;Avanti J-30I 高速冷冻离心机:美国 Beckerman Coulter 公司;MS3 basic 涡旋混合器、HS 501 振荡反应器:美国 IKA Weake 公司;Xcel VapTM 自动氮吹浓缩仪:美国 Horizon 公司;乙酸乙酯、甲醇、冰乙酸:色谱纯,德国 Merck 公司;儿茶素、槲皮素二水合物、没食子酸、龙胆酸、对羟基苯甲酸、香草酸、咖啡酸、丁香酸、阿魏酸、P-香豆素、芥子酸、白藜芦醇等标准品:美国 Sigma-Aldrich 公司;浓盐酸(36 %~38 %):分析纯,利安隆博华(天津)医药化学有限公司;试验一般用水为去离子水。

1.2 样品前处理

取 1 mL 葡萄酒与 9 mL 去离子水混合,用浓盐酸调节 pH=2,加入 3 mL 乙酸乙酯,振荡提取 10 min,3 500 r/min 离心 5 min,取上清液至 15 mL 离心管中,重复提取 3 次,合并提取液,于 30 ℃ 水浴中氮吹至干,用 10 mL 含 50 % 甲醇水溶液复溶。取 100 μ L 复溶液,与 900 μ L 含 50 % 甲醇水溶液混合,过 0.22 μ m 尼龙滤膜后进样检测。

1.3 色谱质谱条件

色谱条件:ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.7 μ m),流速 0.3 mL/min,进样量 10 μ L,流动相 A 为含 0.5 % 乙酸水溶液,流动相 B 为甲醇,洗脱程序:0~1 min, A 保持 95 %,1 min~10 min, A 由 95 % 变化为 10 %,10 min~14 min, A 保持 95 %。

质谱条件:采用全扫描(full scan)和目标离子二级扫描(Target MS2)结合方式,负离子模式,全扫描离子范围:100 m/z ~500 m/z,分辨率 35 000,质量偏差 0.000 5 %。鞘气流速:0.72 L/min,辅助气流速:3.3 L/min,喷雾电压:2.75 kV,毛细管温度:280 ℃,离子源加热温度:350 ℃,总碰撞能量(normalized collision energy, NCE):35 eV。高分辨质谱离子信息及碰撞能量见表 1。利用全扫描结果外标法定量,Target MS2 结果定性。

表 1 13 种多酚类物质的 HPLC-QE HRMS 质谱参数
Table 1 Mass spectral parameters of HPLC-QE HRMS for 13 polyphenols

化合物	分子式	保留时间/min	前体离子/(m/z)	碎片离子/(m/z)	碰撞能量/eV
没食子酸	C ₇ H ₆ O ₅	5.32	169.013 2	125.023 3	7.0
儿茶素	C ₁₅ H ₁₄ O ₆	5.48	289.071 8	245.080 8	7.7
对羟基苯甲酸	C ₇ H ₆ O ₃	5.63	137.023 3	93.033 5	7.4
香草酸	C ₈ H ₈ O ₄	6.17	167.033 9	152.010 4	7.0
咖啡酸	C ₉ H ₈ O ₄	6.24	179.033 9	135.044 1	7.0
丁香酸	C ₉ H ₁₀ O ₅	6.41	197.044 5	182.021 0	7.4
P-香豆素	C ₉ H ₈ O ₃	7.18	163.039 0	119.049 1	7.0
阿魏酸	C ₁₀ H ₁₀ O ₄	7.34	193.049 5	134.034 2	7.0
白藜芦醇	C ₁₄ H ₁₂ O ₃	8.07	227.070 3	185.059 7	14.0
槲皮素	C ₁₅ H ₁₀ O ₇	9.09	301.034 3	151.002 6	7.7
芥子酸	C ₁₁ H ₁₂ O ₅	7.93	223.060 1	208.036 6	7.0
绿原酸	C ₁₆ H ₁₈ O ₉	5.70	353.087 8	191.055 0	6.3
龙胆酸	C ₇ H ₆ O ₄	5.36	153.018 2	109.028 4	7.0

1.4 统计分析

将得到的多酚类物质的数据通过 SPSS 软件进行数据处理,根据若干因素对待预测对象进行分类,通过分析构建用于定性预报的数学模型,再利用构建模型之外的派生数据进行交叉验证。

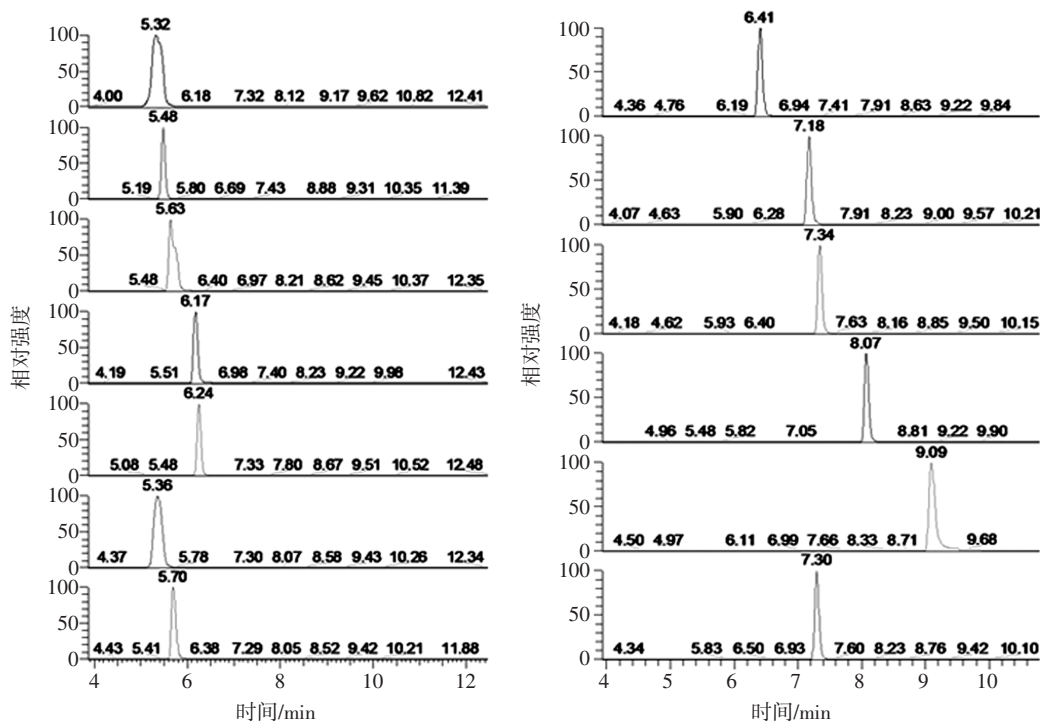
首先确立干红-干白,新旧世界通常将欧洲等采用传统技术酿制葡萄酒的产区称为旧世界葡萄酒产区,而美洲、亚洲等采用新技术酿制葡萄酒的产区则被称为新世界产区。欧美亚不同洲别和不同国别 4 个待预测类别组,利用主成分分析、偏最小二乘法等判别分析方法,以所有 13 种多酚成分的相对浓度含量为自变量,研究这些化合物相对含量对上述 4 个待预测类型组的判别能力,从中获得表征类别差异的化合物组;借助差异化学成分构建判别模型,对数据进行模型验证和交叉验证。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的优化

多酚类物质通常是具有带一个或多个羟基的芳环

结构,在负离子模式下检测可获得较强的质谱信号^[24-25]。依据负离子模式检测时物质离子化的特点,若流动相中含酸会抑制目标物的离子化,所以一般以水为流动相。但以甲醇和水为流动相时,多酚类物质在色谱柱上有严重的拖尾,而加入少量的乙酸后,多酚类物质的峰形有了明显改善。所以为了同时兼顾多酚类物质的峰形和响应值,分别在流动相中添加 0.1 %、0.2 %、0.5 %、1.0 % 的乙酸进行测定,结果表明,含 0.5 % 乙酸的水溶液与甲醇为流动相时多酚类物质的响应最佳。故最终以 0.5 % 乙酸水与甲醇作为多酚类物质的流动相。图 1 为 0.5 % 乙酸水溶液与甲醇作为流动相时 13 种多酚类物质的提取离子色谱图,峰形和响应值均可满足分析的需要。



从上到下,从左至右依次为没食子酸、儿茶素、对羟基苯甲酸、香草酸、咖啡酸、龙胆酸、绿原酸、丁香酸、p-香豆素、阿魏酸、白藜芦醇、槲皮素、芥子酸。

图 1 葡萄酒中 13 种多酚类物质的全扫描提取离子色谱图

Fig.1 Full scan chromatograms of 13 polyphenols in wine

2.2 方法学验证

试验结果显示,13 种多酚类物质在 0.001 mg/L~10 mg/L 浓度范围内线性关系良好,相关系数均大于 0.999。以不同水平稀释后分析化合物响应的信噪比(S/N)大于 10 计算方法的定量下限,得到各物质的定量下限为 0.000 5 mg/L~0.002 5 mg/L。文献^[16-17]研究表明,每升葡萄酒中上述多酚类物质的含量一般为 mg 级,所以,本方法的灵敏度可以满足葡萄酒中多酚类

物质稀释 100 倍后的检测需要。同时,方法在低、中、高添加水平的加标回收率为 78.7 %~109.1 %,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 1.8 %~9.5 %。

2.3 多酚指标对干白和干红的判别

采用四级杆/静电场轨道高分辨质谱技术对来自美洲、欧洲、非洲、亚洲和大洋洲的 12 个国家共 54 批次的干红和干白葡萄酒进行 13 种多酚类物质的测定,对所获得的数据以预测“干白-干红”为目标进行分

表 2 干红、干白的判别分析结果

Table 2 Results of squares discriminant analysis based on red wine and white wine

化合物	组内平方和与总平方和的 比值(Wilks' Lambda 值)	F 值	Sig 值
没食子酸	0.858	8.28	0.006
儿茶素	0.821	10.911	0.002
龙胆酸	0.699	21.514	0
对羟基苯甲酸	1	0.018	0.895
香草酸	0.704	21.042	0
咖啡酸	0.939	3.255	0.077
丁香酸	0.948	2.756	0.103
p-香豆素	0.916	4.592	0.037
阿魏酸	0.997	0.127	0.723
白藜芦醇	0.91	4.935	0.031
槲皮素	0.955	2.336	0.133
芥子酸	0.997	0.132	0.718
绿原酸	0.92	3.241	0.072

析。表 2 为各酚酸指标对于“干白-干红”类别组的均值差异情况。

从表 2 中可以看出没食子酸、儿茶素、龙胆酸和香草酸在不同类型的葡萄酒样品中差异很显著 (F 值较大), 因此在利用这些成分辨别葡萄酒的不同类型 (干白或干红) 时, 它们是重要的参数。

一般而言, 判别分析中 sig 值小于 0.05 即可判断为显著水平, 故本试验中以龙胆酸和香草酸构建进一步的 Fisher 判别函数。

$$f_1=0.092\times[\text{龙胆酸}]+1.990\times[\text{香草酸}]-3.481$$

$$f_2=0.369\times[\text{龙胆酸}]+0.059\times[\text{香草酸}]-7.326$$

将原始数据代回上述公式中, 实际样品数据的确率为 96.2 %。可见, 利用该函数模型对干白和干红的类别分析较为有效, 与直观的结果分析也十分一致。

2.4 多酚指标对新世界产区和旧世界产区的判别

本试验对所获得的数据以预测“新旧世界产区”为目标进行分析, 结果见表 3。

表 3 新世界、旧世界产区的判别分析结果

Table 3 Results of squares discriminant analysis based on new world wine and old world wine

化合物	组内平方和与总平方和的 比值(Wilks' Lambda 值)	F 值	Sig 值
没食子酸	0.999	0.033	0.856
儿茶素	0.995	0.213	0.647
龙胆酸	0.986	0.62	0.435
对羟基苯甲酸	0.995	0.204	0.654
香草酸	1	0.022	0.883

续表 3 新世界、旧世界产区的判别分析结果

Continue table 3 Results of squares discriminant analysis based on new world wine and old world wine

化合物	组内平方和与总平方和的 比值(Wilks' Lambda 值)	F 值	Sig 值
咖啡酸	0.989	0.483	0.491
丁香酸	0.931	3.319	0.075
p-香豆素	0.993	0.339	0.563
阿魏酸	0.986	0.656	0.422
白藜芦醇	0.992	0.369	0.547
槲皮素	1	0.001	0.971
芥子酸	0.984	0.709	0.404
绿原酸	0.979	0.672	0.399

结果发现这些指标在葡萄酒样品中差异都不显著 (Sig 值都大于 0.05), 因此不能够利用这些多酚数据辨别葡萄酒的新旧世界产区。

2.5 多酚指标对洲别的判别

鉴于通常欧洲、美洲、大洋洲和其他洲之间的葡萄酒也会存在工艺、品种上的差异, 因此本试验将“洲别”也作为一个预测组, 分析结果见表 4。

表 4 不同洲别产区的判别分析结果

Table 4 Results of squares discriminant analysis based on different continents

化合物	组内平方和与总平方和的 比值(Wilks' Lambda 值)	F 值	Sig 值
没食子酸	0.934	1.016	0.395
儿茶素	0.991	0.135	0.939
龙胆酸	0.764	4.435	0.008
对羟基苯甲酸	0.932	1.049	0.381
香草酸	0.992	0.123	0.946
咖啡酸	0.978	0.328	0.805
丁香酸	0.86	2.33	0.088
p-香豆素	0.905	1.497	0.229
阿魏酸	0.95	0.76	0.523
白藜芦醇	0.779	4.064	0.013
槲皮素	0.977	0.341	0.796
芥子酸	0.948	0.787	0.508
绿原酸	0.968	0.358	0.825

结果发现龙胆酸和白藜芦醇在不同洲别葡萄酒样品中差异很显著。按 2.3 所述构建 fisher 判别函数并借助方程对数据进行交叉验证, 对分组葡萄酒样品中的 55.3 %进行了正确分类。所以, 该模型可用于葡萄酒洲产区的初步区分。

2.6 多酚指标对国别的判别

本试验利用同样的判别分析方法以“国家”为预测组进行分析, 结果见表 5。

表5 不同国家产地的判别分析结果
Table 5 Results of squares discriminant analysis based on different countries

化合物	组内平方和与总平方和的比值(Wilks' Lambda 值)	F 值	Sig 值
没食子酸	0.828	0.663	0.763
儿茶素	0.842	0.599	0.817
龙胆酸	0.655	1.672	0.121
对羟基苯甲酸	0.793	0.83	0.612
香草酸	0.707	1.317	0.256
咖啡酸	0.733	1.161	0.348
丁香酸	0.641	1.779	0.096
p-香豆素	0.524	2.885	0.008
阿魏酸	0.756	1.026	0.445
白藜芦醇	0.684	1.467	0.188
槲皮素	0.837	0.62	0.799
芥子酸酸	0.756	1.024	0.447
绿原酸	0.723	1.171	0.348

结果显示 p-香豆素在该预测分类组的葡萄酒样品中差异很显著。按 2.3 所述构建 fisher 判别函数并借助方程对数据进行交叉验证。验证结果表明,该模型只能对以国别分组的葡萄酒样品中的 27.7 %进行正确的国别分类,所以该预测组模型对于国家的区分度相对不高。

3 结论

本研究借助四级杆/静电场轨道高分辨质谱技术建立葡萄酒中 13 种多酚类物质的检测方法,并利用统计学方法对复杂的数据结果进行类别区分,结果表明,多酚类物质对于白、干红的区分性很好,数学模型的吻合度非常高,对产区洲别的吻合度约 50 %,基本实现了初步区分的目的。考虑到酒样真实性无法确切保证,上述结果也在预期之内,但利用酚酸类物质进行分析产区的基本模式是可行的,如果在进一步的试验中增加指标参数,再配合真实性可靠的酒样,应该会有更好的结果。

参考文献:

[1] 许引虎,张方方,张衡,等.葡萄酒与人体健康的研究进展[J]. 酿酒科技,2016, 270(12): 94-98

[2] 王丙涛,陈波,涂小珂,等.葡萄酒中元素分布与其原产地关系的分类模型[J]. 食品科学,2014,35(2): 213-216

[3] 吴浩,靳保辉,陈波,等.葡萄酒产地溯源技术研究进展[J]. 食品科学,2014,35(21): 306-314

[4] Federico M, Remo B, Antonio L M, et al. Authentication of Italian CDO wines by class-modeling techniques[J]. Chemometrics and In-

telligent Laboratory Systems, 2006, 84(1): 164-171

[5] 谢丽琪,靳保辉,陈波.进口葡萄酒检验与真伪鉴别[M]. 北京: 化学工业出版社,2015: 198-224

[6] 吴浩,谢丽琪,靳保辉,等.气相色谱-燃烧-同位素比率质谱法测定葡萄酒中 5 种挥发性组分的碳同位素比值及其在产地溯源中的应用[J]. 分析化学,2015,43(3): 344-349

[7] 王道兵,钟其顶,李国辉,等.气相色谱-燃烧-稳定同位素比值质谱测定葡萄酒中甘油 $\delta^{13}\text{C}$ 的可行性探讨[J]. 酿酒科技,2018, 285(3):17-23

[8] 李学民,贾光群,王蕾,等.元素分析-同位素比质谱法测定葡萄酒中乙醇 $\delta^{13}\text{C}$ 值[J]. 分析化学,2014,42(1): 99-103

[9] Carlos D, Jose E. Volatile compounds of bottled wines with devnomination of origin from the Canary Islands(Spain)[J]. Food chem. 2003, 81(3): 447-452

[10] Garcia-Jares C, Garcia-Martin S, Cela-Torrijos R. Analysis of some highly volatile compounds of wine by means of purge and cold trapping injector capillary gas chromatography application to the differentiation of Rias Baixas Spanish White Wines[J]. J. Arg. Food Chem., 1995,43(3): 764-768

[11] 王锬,韩圣谦,张珺,等.树莓酒与葡萄酒中 21 种多酚类物质含量比较研究[J]. 酿酒科技,2017(7): 62-64

[12] 赵玉玲,王运华.不同等级干红葡萄酒中酚类物质的比较分析[J]. 中外葡萄与葡萄酒,2018(1): 30-34

[13] Cheynier V, Rigaud J. HPLC separation and characterization of flavonols in the skins of *Vitis vinifera* var. Cinsault.[J]. Am. J. Enol. Vitic., 1986, 37(4): 248-252

[14] 张晓燕,孙成举,孙丙升,等.葡萄酒中多酚物质的种类、影响因素及其作用[J]. 中外葡萄与葡萄酒,2017(6): 51-56

[15] Vidal S, Francis L, Guyot S, et al. The mouth-feel properties of grape and apple proanthocyanidins in a wine-like medium[J]. J. Sci. Food Agric., 2003, 83(6): 564-573

[16] Rodriguez-Delgado M A, Malovana S, Perez J P, et al., Separation of phenolic compounds by high-performance liquid chromatography with absorbance and fluorimetric detection[J]. J Chromatogr A, 2001, 912(2): 249-257

[17] Malovana S, Garcia-Montelongo F J, Perez J P, et al. Optimisation of sample preparation for the determination of trans-resveratrol and other polyphenolic compounds in wines by high performance liquid chromatography[J]. Anal. Chim. Acta,2001, 428(2): 245-253

[18] 冯愈钦,郭红艳,刘贵珊,等.宁夏葡萄酒中白藜芦醇含量的高效液相色谱快速测定[J]. 食品研究与开发,2017,38(5): 156-161

[19] 刑航,张媛婷,鲁雪峰,等.高效液相色谱-二苯基三硝基苯肼在线检测葡萄酒中抗氧化活性成分[J]. 中国实验方剂学杂志,2013, 19(21): 127-131

[20] Monagas M, Suárez R, Gómez-Cordovés C, et al. Simultaneous determination of nonanthocyanin phenolic compounds in red wines by HPLC-DAD/ESI-MS[J]. Am. J. Enol. Vitic., 2005,56(2): 139-147

[21] Vanhoenacker G, Villiers A D, Lazou K, et al. Comparison of high performance liquid chromatography mass spectroscopy and capillary electrophoresis mass spectroscopy for the analysis of phenolic compounds in diethylether extracts of red wines[J]. Chromatographia,

氧弹燃烧-离子色谱法测定 婴儿配方奶粉中的氯

章骅, 陈旭艳, 陈文硕

(天津海关(原天津出入境检验检疫局)动植物与食品检测中心, 天津 300461)

摘要: 建立采用氧弹燃烧-离子色谱法测定婴儿配方奶粉中的氯含量的条件及方法。以氧弹对婴儿配方奶粉试样进行燃烧, 10 mmol/L NaOH 为吸收液进行吸收, 以 Dionex IonPac AS 11-HC 柱, KOH 梯度淋洗, 流速为 1.0 mL/min。经离子色谱分离测定婴儿配方奶粉中的氯的含量。氯离子的方法检出限为 13.2 $\mu\text{g/L}$ 。利用该方法对婴儿配方奶粉中的氯进行测定, 线性相关系数为 0.999 9, 平均回收率为 91.0 %~95.5 %, 相对标准偏差为 1.9 %~3.5 %。

关键词: 氧弹燃烧; 离子色谱; 婴儿配方奶粉; 氯; 测定

Determination of Chlorine in Infant Formula Milk Powder by Ion Chromatography with Oxygen Bomb Combustion

ZHANG Hua, CHEN Xu-yan, CHEN Wen-shuo

(Animal & Plant and Food Inspection Center of Tianjin Customs (Former Tianjin Inspection and Quarantine Bureau), Tianjin 300461, China)

Abstract: The determination method of chlorine in infant formula milk powder by oxygen bomb combustion-ion chromatography and 10 mmol/L NaOH as the absorption solution was investigated. All species were separated at Dionex IonPac AS 11-HC column with mobile phase of KOH at a flow-rate of 1.0 mL/min. The detection limit of chloridion was 13.2 $\mu\text{g/L}$. The proposed method was used to determinate the chlorine in infant formula milk powder samples, the correlation coefficient was 0.999 9, the recoveries of the anions were in the range of 91.0 %~95.5 %, the relative standard deviations of chlorine were 1.9 %~3.5 %.

Key words: oxygen bomb combustion; ion chromatography; infant formula milk powder; chlorine; determination

引文格式:

章骅, 陈旭艳, 陈文硕. 氧弹燃烧-离子色谱法测定婴儿配方奶粉中的氯[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(5): 178-181

ZHANG Hua, CHEN Xuyan, CHEN Wenshuo. Determination of Chlorine in Infant Formula Milk Powder by Ion Chromatography with Oxygen Bomb Combustion[J]. Food Research and Development, 2019, 40(5): 178-181

基金项目: 国家质量监督检验检疫总局科技计划项目(2016IK252)

作者简介: 章骅(1980—), 男(汉), 高级工程师, 硕士研究生, 研究方向: 食品安全检测。

2001, 54(5/6): 309-315

- [22] Jinjom I, D'Arcy B, Caffin N, et al. Phenolic compound profiles in selected Queensland red wines at all stages of the wine-making process[J]. Food Chem., 2011, 125(3): 823-834

- [23] 张协光, 郑彦婕, 曾泳艇, 等. 超高效液相色谱-线性离子阱/静电轨道阱高分辨质谱直接分析葡萄酒中 38 种多酚类化合物[J]. 色谱, 2015, 33(6): 583-589

- [24] Hayasaka Y, Waters E J, Cheynier V, et al. Characterization of proanthocyanidins in grape seeds using electrospray mass spectrometry[J]. Rapid Commun Mass Spectrom, 2003, 17(1): 9-16

- [25] Wachs T, Conboy J C, Garicia F, et al. Liquid chromatography-mass spectrometry and related techniques via atmospheric pressure ionization[J]. J Chromatogr Sci, 1991, 29(8): 357-366

收稿日期: 2018-11-12