

# LC-MS/MS 法测定食品中泛酸的含量

## LCMSMS-674

**摘要：** 本文利用岛津三重四极杆液质联用仪，建立了食品中泛酸含量的快速分析检测方法。该方法可以在 10 min 内完成样品的分析检测，目标物和其他组分的色谱峰分离效果良好，在 5~1000 ng/mL 的浓度范围内建立校准曲线，线性关系良好；不同浓度的样品综合加标回收率在 90.11%~106.58% 之间。泛酸物质的 LOD 为 0.010 ng/mL，LOQ 为 0.033 ng/mL，满足 2021 年由国家卫健委和国家市场监督管理总局发布的《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法）的要求。该方法操作简捷、灵敏度高、分析速度快，满足固体和液体食品中泛酸物质的定性定量分析。

**关键词：** 三重四极杆液质联用仪 食品 泛酸

泛酸也称作维生素 B5、遍多酸，无臭，味微苦，因其性质偏酸性并广泛存在于多种食物中，故而得名泛酸。一般公认泛酸与头发、皮肤的营养状态密切相关，当头发缺乏光泽或变得较稀疏时，补充泛酸可见其效；制造抗体也是泛酸的作用之一，能帮助人体抵抗传染病，缓和多种抗生素的副作用及毒性，泛酸亦可减轻过敏症状。泛酸缺乏易引起血液及皮肤异常，产生低血糖等症状。因此泛酸物质成为生命素的主要成分之一。高等动物缺乏泛酸，将会出现生长发育缓慢、肾上腺病变、呕吐、脱发、胃肠溃疡、功能障碍、脂肪肝变性等。因此泛酸食品的摄入量会间接影响到人体的健康状况。如今随着添加泛酸的食品种类越发多样，

泛酸的摄入量不可过多也不能缺少，因此泛酸物质的准确定量就显得尤为重要了。2021 年由国家卫健委和国家市场监督管理总局联合修订了《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》标准。其中规定了采用高效液相色谱串联质谱法对食品中泛酸的含量进行分析测定。

本文采用岛津三重四极杆液相色谱质谱联用仪，参照国家卫健委和国家市场监督管理总局发布的《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法），建立了食品中泛酸含量的检测方法。该方法快速准确、灵敏度高，适用于多种食品中泛酸物质含量的准确定量分析。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器配置

岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用系统。具体配置为：

系统控制器：CBM-20A

脱气机：DGU-20A<sub>SR</sub>

输液泵：LC-30AD×2

自动进样器：SIL-30AC

柱温箱：CTO-30A

检测器：LCMS-8050

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99

### 1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shim-pack GIS C18 色谱柱（2.1 mm I.D.×100 mm L，2 μm，  
岛津（上海）实验器材有限公司，P/N：227-30093-04）

流动相：A 相 0.1% 甲酸溶液，B 相 乙腈

流速：0.3 mL/min

进样量：2 μL

柱温：35°C

洗脱方式：梯度洗脱

初始浓度：A 相初始浓度为 97%，B 相初始浓度为 3%

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
3	泵	B.Conc	3
7	泵	B.Conc	50
8	泵	B.Conc	50
8.1	泵	B.Conc	3
10	控制器	Stop	

质谱条件:

离子源: ESI (+)	接口电压: 4.5 kV
雾化气流速: 3 L/min	加热模块温度: 400°C
加热气流速: 10.0 L/min	DL 温度: 250°C
接口温度: 300°C	干燥气流速: 10.0 L/min
扫描模式: 多反应监测 (MRM)	MRM 参数: 见表 2

表 2 8 种有毒有害物质 MRM 参数

序号	化合物名称	CAS#	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	泛酸	137-08-6	220	90.1*	-11	-15	-10
				124.1	-12	-19	-13
2	<sup>13</sup> C <sub>6</sub> , <sup>15</sup> N <sub>2</sub> - 泛酸同位素	356786-94-2	224	94.1*	-12	-15	-10

注: \* 表示定量离子

### 1.3 标准溶液配置

参照《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法），使用纯水将泛酸成分进行逐级稀释，得到浓度分别为 5 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、500 ng/mL、1000 ng/mL 的标准工作溶液（其中都含有泛酸同位素内标浓度为 200 ng/mL），待上机分析。

### 1.4 样品前处理方法

参照《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法）。

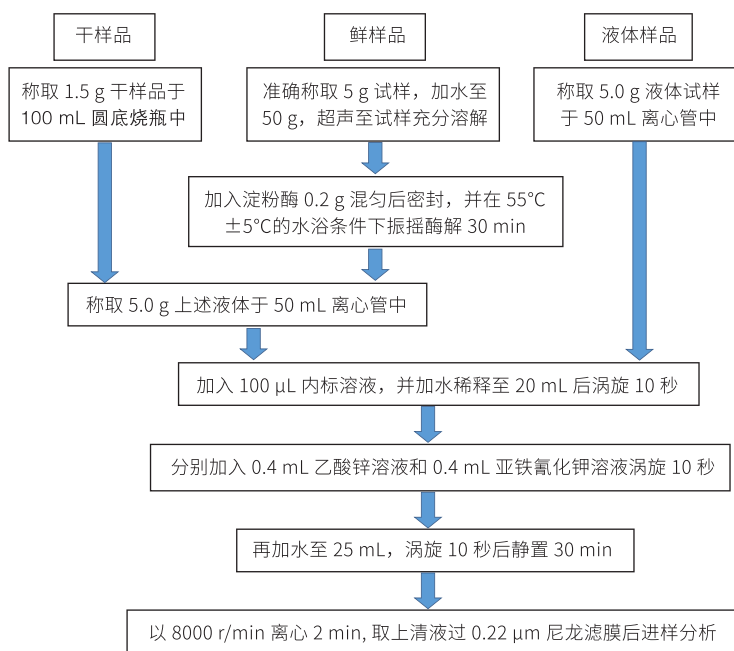


图 1 前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 线性范围

参照《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法），分析测定标准溶液的 MRM 色谱图如图 2 和图 3 所示。将泛酸按照 1.3 配制标准溶液，再以泛酸目标物与泛酸同位素内标物的浓度比值为横坐标，峰面积比值为纵坐标，以内标法绘制泛酸的校准曲线，如图 4 所示，该校准曲线在 5~1000 ng/mL 浓度范围内线性关系良好，相关系数 R 达到 0.9997，精确度在 89.4%~103.9% 之间。

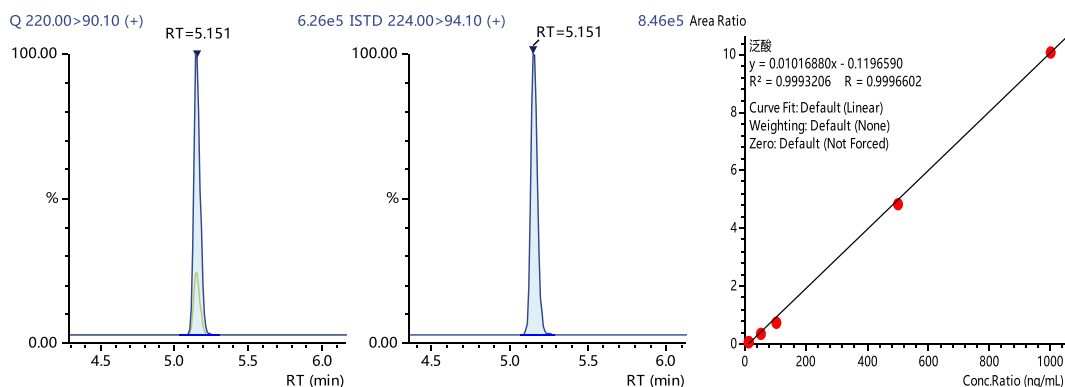


图 2 泛酸物质 MRM 谱图 图 3 泛酸同位素物质 MRM 谱图 图 4 泛酸校准曲线图

### 2.2 精密度实验

取低、中、高三个浓度的标准溶液，连续进样 6 次，仪器精密度实验考察结果详见表 3。该结果表明，泛酸保留时间的 RSD 在 0.34%~0.55% 的范围，峰面积的 RSD 在 0.35%~0.52% 的范围，以上数据表明仪器的精密度良好。

表 3 精密度实验测试结果 (n=6)

序号	10 ng/mL		100 ng/mL		1000 ng/mL	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
1	5.18	184408	5.17	1835355	5.15	20859271
2	5.21	185356	5.20	1854539	5.21	20923987
3	5.21	185188	5.20	1852786	5.19	20827156
4	5.20	184433	5.19	1831366	5.20	21028546
5	5.19	186663	5.16	1846861	5.17	20877779
6	5.16	186407	5.20	1843990	5.23	20957695
RSD%	0.37	0.52	0.34	0.50	0.55	0.35

### 2.3 样品加标回收率实验

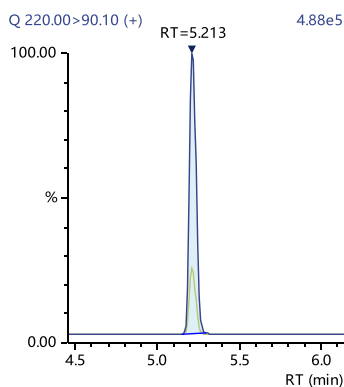


图 5 样品 1 (奶粉) MRM 色谱图

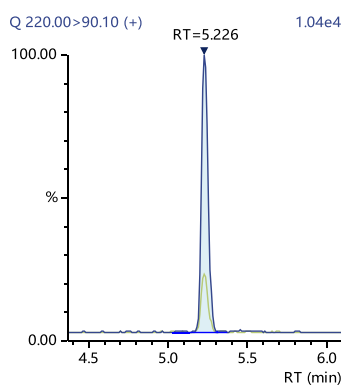


图 6 样品 2 (饮料) MRM 色谱图

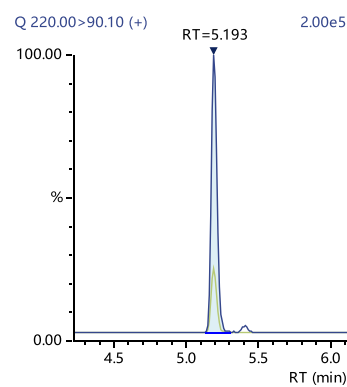
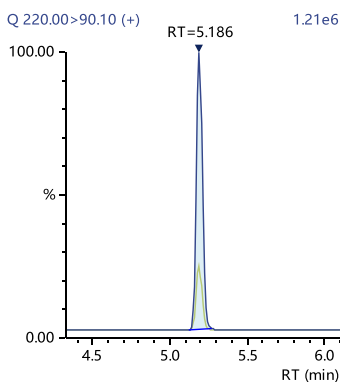
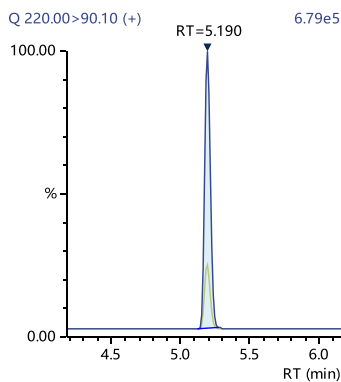
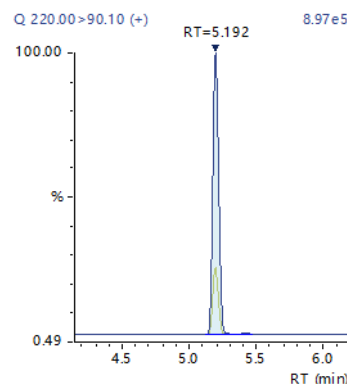


图 7 样品 3 (乳酪) MRM 色谱图


 图 8 样品 1 加标 0.2 mg/100 g  
 MRM 色谱图

 图 9 样品 2 加标 0.2 mg/100 g  
 MRM 色谱图

 图 10 样品 3 加标 0.2 mg/100 g  
 MRM 色谱图

取三种不同样品，按照 1.4 步骤制备样品和样品加标，在低中高三个加标浓度的水平下，进行回收率实验，结果详见表 4，各样品平行测定 2 次。该测试结果显示，样品的低中高三个浓度梯度的加标回收率分别在 91.43%~101.81%、90.73%~98.17%、90.11%~106.58% 之间，均满足该检测方法的条件要求。

表 4 样品及加标回收率实验结果 (n=2)

序号	样品名称	样品含量平均值 (mg/100g)	标准物质添加量 (mg/100g)	回收率范围 (%)
1	样品 1 (奶粉)	0.133	0.1	91.43~93.58
			0.2	93.62~98.17
			0.5	94.70~95.19
2	样品 2 (饮料)	0.004	0.1	94.27~101.81
			0.2	94.31~97.54
			0.5	90.11~96.26
3	样品 3 (乳酪)	0.057	0.1	93.58~96.24
			0.2	90.73~94.11
			0.5	101.09~106.58

将最低浓度为 5 ng/mL 的泛酸标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行上机测定。通过软件计算得到检出限和定量限；泛酸的检出限和定量限情况详见表 5。在上述条件下，泛酸物质的 LOD 为 0.010 ng/mL，LOQ 为 0.033 ng/mL (固体样品：50 ng/100 g；液体样品：5 ng/100 g)，测试结果表明仪器灵敏度良好，满足《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法）的测定低限要求。

## ■ 结论

本实验使用岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用仪，参照《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法），建立了针对食品中泛酸含量的快速检测方法。该检测方法表明泛酸物质在 5~1000 ng/mL 的范围内线性良好，相关系数 R 大于 0.999；精密度实验中，泛酸保留时间的 RSD 分布在 0.34%~0.55% 的范围，峰面积的 RSD 分布在 0.35%~0.52% 的范围，仪器精密度良好；对固体样品、液相样品进行加标，加标量分别为 0.1 mg/100 g、0.2 mg/100 g、0.5 mg/100 g，样品的综合加标回收率分布在 90.11%~106.58% 的范围之间，能够满足方法要求；泛酸物质的 LOD 为 0.010 ng/mL，LOQ 为 0.033 ng/mL (固体样品：50 ng/100 g；液体样品：5 ng/100 g)，测试结果表明仪器灵敏度良好，均满足《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法）的灵敏度要求。

岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用仪具有分析速度快、稳定性好、结果准确度高等特点，满足《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》审议稿（第一法）的方法需求，也适用于多种相关行业的质量控制及分析检测工作。

岛津应用云



**岛津企业管理(中国)有限公司 – 分析中心**  
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center