

液相色谱法测定婴幼儿食品包装材料中的脂肪胺

盛存存¹ 张世娟^{*1} 王芳芳¹ 纪仲胤¹ 窦昆¹ 尤进茂^{*1,2}

¹(山东省生命有机分析重点实验室, 山东省绿色天然产物与医药中间体高校重点实验室, 曲阜师范大学化学与化工学院, 曲阜 273165)

²(中国科学院西北高原生物研究所, 西宁 810001)

摘要 采用新型气流吹扫-微注射器萃取(GP-MSE)技术, 用酸化甲醇为提取溶剂, 对食品包装材料中脂肪胺进行了提取和富集。以10-乙基-吡啶酮-2-磺酰氯(EASC)为荧光试剂, 在60℃、pH 10的条件下, 对脂肪胺进行柱前荧光衍生, Hypersil GOLD柱分离, 荧光检测的激发波长(λ_{ex})和发射波长(λ_{em})分别为262 nm和430 nm。12种脂肪胺检出限为0.4~0.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 定量限为1.2~2.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 在2.0~2000 $\mu\text{g}/\text{L}$ 浓度范围内, 线性相关系数均大于0.998。本方法具有快速、准确、灵敏的特点, 用于婴幼儿食品包装材料分析, 结果令人满意。

关键词 高效液相色谱法; 气流吹扫-微注射器萃取技术; 婴幼儿食品包装材料; 荧光检测

1 引言

婴幼儿食品安全备受关注, 但婴幼儿食品包装材料迁移物的危害却被长期低估^[1]。2014年复旦大学的研究显示, 20%的随访儿童塑化剂暴露量超标, 凸显了婴幼儿食品包装材料迁移物研究的紧迫性^[2]。胺类化合物是食品包装材料生产过程中的副产物, 因为其毒性及高反应活性在食品安全检测中备受关注。食品包装材料中胺类化合物的研究主要集中在芳香胺^[3~5], 脂肪胺因不具备紫外吸收, 研究较少, 而目前尚未见专门针对婴幼儿食品包装材料的胺类化合物研究报道。食品包装材料国家标准仅有《复合食品包装袋卫生标准》^[6]对甲苯二胺做了限量规定, 其它国家标准均未对胺类化合物做任何要求^[7,8], 而婴幼儿食品包装材料尚无独立的标准要求。婴幼儿食品包装材料中的脂肪胺处于监管空白区, 在使用过程中可迁移到食品中去, 危及婴幼儿身体健康。

高效的样品提取和分析方法是食品包装材料中低浓度脂肪胺检出的关键。传统固体样品提取方法试剂消耗量大, 对环境污染重, 因此, 绿色分析化学已成为食品分析的一个主流方向^[9]。液-液萃取^[10,11]、分散液液微萃取^[12~16]等样品提取方法因提取效率高、有机试剂用量少等特点而得到了广泛应用, 但上述方法主要针对液体样品。气流吹扫-微注射器萃取(Gas purge-microsyringe extraction, GP-MSE)技术是一种新兴的固体样品提取方法, 通过加热升温的方式使密闭容器中的待测物挥发成气态, 然后用惰性气体将目标物吹扫至微量注射器中, 被其中的提取液捕集。GP-MSE整个提取过程不需要或者只需要少量有机试剂, 且回收率高, 在可挥发物质研究方面潜力巨大, 目前已成功用于烷基酚和多环芳烃类化合物的分析^[17,18], 但尚未见其在脂肪胺分析中的应用研究。

脂肪胺不具备荧光基团, 也无有效紫外吸收, 普通液相色谱分析灵敏度低, 化学衍生是提高该类化合物液相色谱法检测灵敏度的有效途径。柱前荧光衍生法因灵敏度高、背景噪音小等特点, 在脂肪胺的测定中发挥了重要作用^[19]。本研究采用实验室自制GP-MSE提取装置, 结合柱前荧光衍生法, 建立了脂肪胺的液相色谱-荧光检测法。本方法有机试剂用量少, 灵敏度高, 基质干扰少, 用于婴幼儿食品包装材料中脂肪胺的分析, 效果良好。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司),配有在线真空脱气机、二元泵、自动进样器和柱温箱。数显式电加热套(SXKW-100 mL,永光明医疗仪器有限公司);气体转子流量计(LZB-2, 0.4 ~ 4.0 mL/min,银环流量仪表有限公司);甲胺、乙胺、丙胺、丁胺、戊胺、己胺、庚胺、辛胺、壬胺、癸胺、十一胺和十二胺(纯度>99%,美国 Sigma 公司);乙腈、甲醇和乙醇(HPLC 级,美国 Sigma 公司);其它试剂均为分析纯以上。10-乙基-吡啶酮-2-磺酰氯(10-ethyl-acridone-2-sulfonyl chloride, EASC)试剂为本实验室制备^[20]。实验用水为 Milli-Q 超纯水系统(美国 Millipore 公司)制备的超纯水。

2.2 样品的制备及前处理

分别将从当地超市购买的不同材质的婴幼儿食品包装材料用自来水洗净,晾干,然后将样品剪成约 1 cm² 大小,待用。

2.3 溶液制备

分别称取适量脂肪胺标准品,用甲醇溶解并定容至 5 mL,得到脂肪胺的储备液。将储备液按一定比例稀释,得混合标准溶液。称取 0.05 g EASC 于 10 mL 乙腈溶液中,配成 5×10³ mg/L 的衍生试剂溶液。

2.4 提取方法

采用实验室自制 GP-MSE 提取装置(见图 1),对不同材质的食品接触材料中的脂肪胺进行了提取富集。将 2.0 g 样品置于铝瓶中,1.0 mL 注射器中预先加入 0.5 mL 酸化甲醇,调节氮气流速为 2.5 mL/min,加热铝瓶至 250℃,吹扫提取 30 min,提取液备用。

2.5 脂肪胺的衍生

向 2 mL 安瓿瓶中依次加入 100 μL 提取液,50 μL EASC 衍生试剂溶液和 100 μL NaHCO₃-Na₂CO₃ 缓冲溶液(pH 10),密封后于 60℃ 水浴反应 10 min。反应结束后,将混合物冷却至室温,然后加入适量乙腈溶液,将衍生化溶液稀释至 0.5 mL,有机膜过滤后待测。

2.6 分析条件

色谱分离采用 Hypersil GOLD 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm, 赛默飞世尔科技公司)。流动相 A 为 5% 乙腈,流动相 B 为乙腈,流速 1.0 mL/min,柱温 30℃。梯度洗脱程序:0~10 min, 40%~60% B; 10~15 min, 60%~100% B, 15~20 min, 100% B。进样量 10 μL。荧光激发波长(λ_{ex})和发射波长(λ_{em})分别为 262 和 430 nm。

3 结果与讨论

3.1 提取试剂对提取效率的影响

选择水、乙腈和甲醇作为提取试剂,考察待测物从提取液中的逸出程度以评价提取试剂的提取效率。将相同浓度的标准液经 GP-MSE 用不同试剂提取后衍生分析,将测得值进行比对。结果表明,甲醇的提取效率低于 40%,乙腈提取效率低于 30%,纯水的提取效率低于 10%。考虑到脂肪胺呈碱性,在提取液中加入 10 μL 冰醋酸,提取效率均明显提高,其中酸化甲醇的提取效率最佳,所有目标物提取效率均大于 87%。因此实验选用加 10 μL 冰醋酸的甲醇作为提取试剂。

3.2 氮气流速对提取效率的影响

氮气流速影响 GP-MSE 装置的捕集效率和回收率。氮气流速较低时,提取时间会延长;氮气流速较高则会导致目标物在被充分捕集前逸出。根据实验室气流控制装置的测量范围,在 0.4 ~

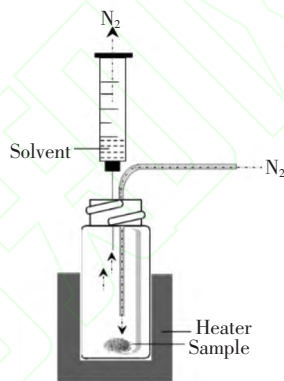


图1 气流吹扫-微注射器萃取(GP-MSE)装置示意图
Fig.1 Sketch map of gas purge-microsyringe extraction (GP-MSE) apparatus

4.0 mL/min的流速范围内对 GP-MSE 的提取效率进行了详细研究,结果表明,在 0.4 ~ 2.5 mL/min 流速范围内,提取效率随气体流速的增加而增大;当气体流速为 2.5 ~ 3.0 mL/min 时,提取效率保持稳定,而当流速大于 3 mL/min 时,提取效率明显下降。因此,实验中氮气流速设置为 2.5 mL/min。

3.3 提取时间对提取效率的影响

本实验设计的 GP-MSE 装置中提取瓶的体积为 50 mL,在流速为 2.5 mL/min 时,完全置换 50 mL 瓶内气体所需时间应大于 25 min。实验表明,脂肪胺的捕集量随提取时间的增加而增大,30 min 后峰面积趋于稳定。因此,实验中提取时间设为 30 min。

3.4 衍生条件的优化

优化了 EASC 对脂肪胺的衍生化反应条件:衍生试剂浓度、缓冲溶液 pH 值、衍生反应时间和温度。以乙胺、戊胺、庚胺、壬胺为例对上述 4 个因素进行优化。结果表明,在其它因素一定的情况下,60℃ 下具有最高衍生率,随着温度上升,副反应发生衍生率下降;衍生反应 10 min 后,衍生产物信号强度稳定。因此,本实验选择在 60℃ 下衍生反应 10 min。当缓冲溶液 pH=10 时,产率最高。当衍生试剂与待测物的物质的量之比大于 10 时,衍生物信号趋于稳定,为方便操作,固定衍生试剂浓度为 5×10^3 mg/L,在此浓度下,目标物反应完全,脂肪胺衍生生产物的含量与脂肪胺含量相等。

3.5 色谱分离

甲胺、乙胺等低分子胺在反相色谱柱上保留时间短,通过 EASC 疏水官能团的引入增加了待测物的疏水性,使其在色谱上的保留时间得到了有效延长,同时改善了分离度。在 Hypersil GOLD 色谱柱上,用乙腈-水作流动相,采用梯度洗脱,在 20 min 内实现了 12 种胺类衍生物的完全分离。

3.6 GP-MSE 与食品模拟物提取效果比较

食品迁移物分析常用水、3% 醋酸、95% 乙醇和异辛烷等食品模拟物进行迁移实验,但由于待测物浓度低,食品模拟物迁移量有限,导致很多低浓度迁移物未能被检出^[21]。食品包装材料本身含有的未知物浓度远大于食品模拟物,因此对食品包装材料本身进行分析更能发现低浓度或者潜在的迁移物。以葡萄糖酸锌橡胶瓶盖为例,分别选择和食品性质相近的水和 3% 醋酸作为模拟提取溶剂,按照 0.6 dm² 样品浸泡液体积为 100 mL 的比例将瓶盖浸泡提取 24 h,均只检测到甲胺,而采用 GP-MSE 提取方法则检测到甲胺、丁胺、癸胺和十二胺 4 种化合物(图 2)。上述结果表明,GP-MSE 提取方法能更有效地提高迁移物的检出效率,在低含量或低响应迁移物分析研究方面潜力巨大。

3.7 检出限及精密度

在 2.0 ~ 2000 μg/L 浓度范围内,依据峰面积进行线性回归,所得各脂肪胺的线性相关系数均大于 0.998。根据 3 倍信噪比($S/N=3$)计算检出限,10 倍信噪比($S/N=10$)计算定量限。结果如表 1 所示,脂肪胺的检出限为 0.4 ~ 0.6 μg/kg,定量限为 1.2 ~ 2.1 μg/kg。

表 1 12 种脂肪胺的线性回归方程、相关系数、检出限、定量限与精密度($n=6$)

Table 1 Linear equations, correlation coefficients (r), LODs, LOQs and precisions of 12 aliphatic amines($n=6$)

化合物 Compound	线性相关系数 (r)	检出限 LOD (μg/kg)	定量限 LOQ (μg/kg)	相对标准偏差 RSD(% , $n=6$)	
				保留时间 Retention time	峰面积 Area
甲胺 Methylamine (C_1)	0.99999	0.50	2.0	0.053	1.67
乙胺 Ethylamine (C_2)	0.99998	0.40	1.5	0.049	0.65
丙胺 Propylamine (C_3)	0.99999	0.40	1.5	0.052	0.23
丁胺 Butylamine (C_4)	0.99993	0.50	2.0	0.046	0.37
戊胺 Pentylamine (C_5)	0.99998	0.35	1.2	0.042	0.69
己胺 Exylamine (C_6)	0.99999	0.40	1.5	0.033	0.76
庚胺 Heptylamine (C_7)	0.99998	0.50	1.8	0.031	0.26
辛胺 Octylamine (C_8)	0.99992	0.55	1.9	0.030	0.29
壬胺 Nonylamine (C_9)	0.99982	0.55	1.9	0.032	1.04
癸胺 Decylamine (C_{10})	0.99994	0.55	2.0	0.035	0.66
十一胺 Unde-cylamine (C_{11})	0.99989	0.50	1.8	0.039	0.84
十二胺 Dodecylamine (C_{12})	0.99864	0.60	2.1	0.029	1.03

在相同的洗脱条件下,对12种脂肪胺进行6次平行测定,计算保留时间和峰面积的重现性。如表1所示,各脂肪胺衍生物保留时间的RSD(%)小于0.054%,峰面积的相对标准偏差RSD(%)小于1.7%。

3.8 回收率

于2 g 面包包装纸中分别加入10, 50 和100 μL 浓度为400 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的甲醇混合标准溶液,得到浓度为2, 10 和50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的加标样品。放置30 min,待甲醇挥发完全后,经GP-MSE提取用液相色谱分析,计算回收率,每个添加水平重复测定3次。如表2所示,所测得12种脂肪胺的回收率均在87.9%~102.0%之间。

3.9 样品分析

采用建立的方法对婴幼儿鱼肝油包装、葡萄糖酸锌橡胶瓶盖等材料的脂肪胺迁移物进行了分析,色谱分离结果如图3所示。结果表明,在婴幼儿食品包装中都检出了多种不同含量的脂肪胺(结果见表3),可能会对婴幼儿的健康产生不良影响。

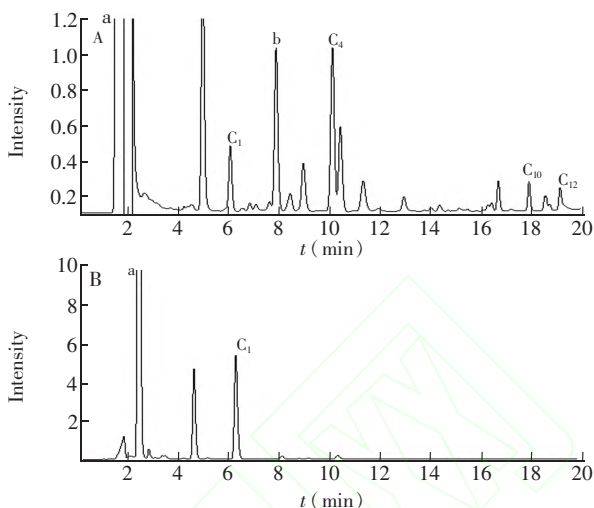


图2 葡萄糖酸辛橡胶瓶盖中脂肪胺衍生物的色谱图 (A) GP-MSE 提取方法, (B) 食品模拟物(水)提取法
Fig. 2 Chromatograms of aliphatic amines derivatives from Rubber cap for Zinc gluconate (A) extraction of GP-MSE, (B) extraction of water food simulat (Peaks: C₁, 甲胺(methylamine); C₄, 丁胺(butylamine); C₁₀, 癸胺(decylamine); C₁₂, 十二胺(dodecylamine); a, 10-ethyl acrybone-2-sulfonyl chloride (EASC); b, EASC 水解峰(EASC hydrolysis product))

表2 方法回收率及精密度

Table 2 Recoveries and precisions of the method

化合物 Compound	空白 Blank ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	添加量 Spiked ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	检测量 Determined ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 Recovery (%)	RSD (%, n=3)	化合物 Compound	空白 Blank ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	添加量 Spiked ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	检测量 Determined ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 Recovery (%)	RSD (%, n=3)
C ₁	1.83	2	3.87	102.0	4.8	C ₇	-	2	1.96	98.1	4.3
		10	11.9	101.0	1.0			10	9.74	97.4	3.8
		50	51.6	99.5	3.6			50	48.3	96.6	2.7
C ₂	-	2	1.99	99.6	4.4	C ₈	-	2	1.96	97.9	3.5
		10	9.92	99.2	3.9			10	9.36	93.6	2.6
		50	49.1	98.1	3.6			50	46.2	92.4	2.0
C ₃	-	2	1.99	99.4	4.5	C ₉	-	2	1.83	91.4	4.3
		10	9.87	98.7	3.6			10	9.09	90.9	4.3
		50	49.1	98.1	2.8			50	48.3	96.5	3.0
C ₄	2.61	2	4.59	99.1	3.7	C ₁₀	2.71	2	4.51	89.9	4.9
		10	12.5	98.8	3.2			10	11.9	92.3	3.9
		50	51.2	97.2	2.5			50	48.4	91.3	3.5
C ₅	-	2	1.97	98.4	3.4	C ₁₁	-	2	1.80	89.8	3.5
		10	9.79	97.9	3.2			10	9.00	90.0	3.0
		50	48.4	96.8	2.4			50	44.5	88.9	2.4
C ₆	-	2	1.95	97.5	5.0	C ₁₂	28.21	2	30.0	87.9	4.4
		10	9.71	97.1	4.0			10	37.0	88.2	3.6
		50	48.4	96.7	3.6			50	72.7	89.0	2.9

C_n 同表1(C_n are same as in Table 1)。

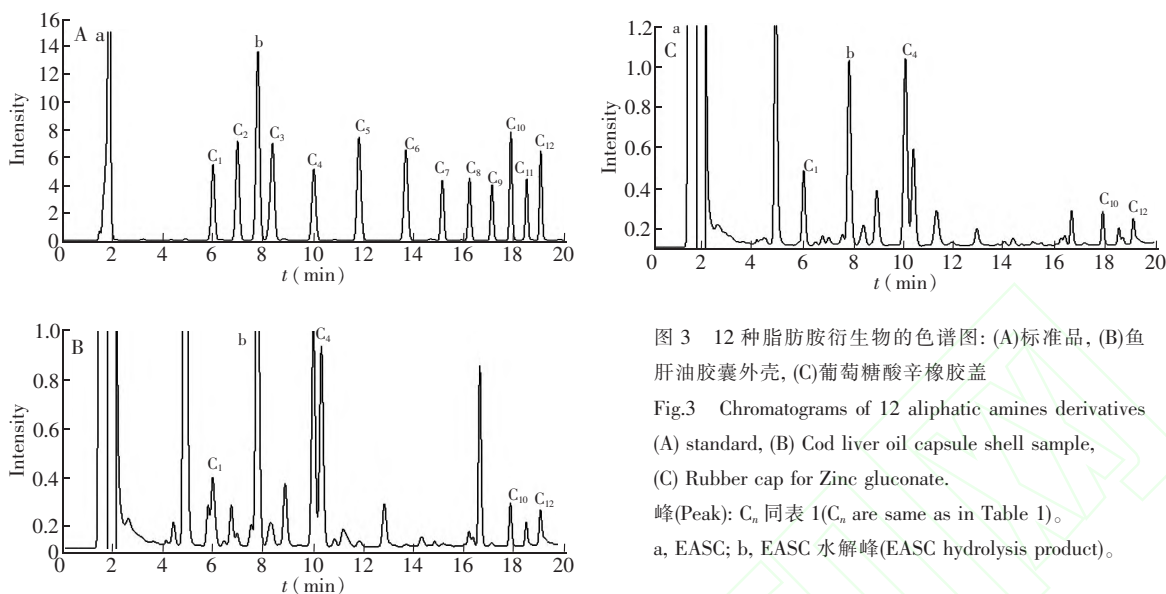


图3 12种脂肪胺衍生物的色谱图:(A)标准品,(B)鱼肝油胶囊外壳,(C)葡萄糖酸辛橡胶盖

Fig.3 Chromatograms of 12 aliphatic amines derivatives (A) standard, (B) Cod liver oil capsule shell, (C) Rubber cap for Zinc gluconate.

峰(Peak): C_n 同表 1(C_n are same as in Table 1)。
a, EASC; b, EASC 水解峰(EASC hydrolysis product)。

表3 样品中脂肪胺的含量

Table 3 Contents of aliphatic amines from samples

样品 Samples	含量 Contents (ng/g)											
	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5	C_6	C_7	C_8	C_9	C_{10}	C_{11}	C_{12}
鱼肝油胶囊外壳 Capsule for vitamin AD	-	-	-	2.33	-	-	-	-	-	2.44	-	30.2
婴儿奶嘴 1 Baby nipple 1	-	-	-	0.93	-	-	-	-	-	0.73	-	8.31
婴儿奶嘴 2 Baby nipple 2	-	-	-	0.78	-	-	-	-	-	0.69	-	8.28
牛奶袋 Milk carton	-	-	-	0.46	-	-	-	-	-	0.46	-	5.54
牛奶瓶盖 Milk bottle cover	-	-	-	0.57	-	-	-	-	-	0.46	-	6.00
牛奶瓶盖内垫 Milk bottle cover gasket	-	-	-	0.73	-	-	-	-	-	0.63	-	8.30
葡萄糖酸锌橡胶瓶盖 Rubber cap for Zinc gluconate	2.21	-	-	1.35	-	-	-	-	-	1.23	-	12.8
果汁盒 Juice carton	-	-	-	0.98	-	-	-	-	-	1.00	-	13.6
面条袋 Paper noodle bag	-	-	-	1.90	-	-	-	-	-	1.87	-	22.4
食品标签 Food label	-	-	-	2.64	-	-	-	-	-	2.84	-	39.1
面包包装纸 Bread paper package	1.83	-	-	2.61	-	-	-	-	-	2.71	-	28.2
饼袋 1 Paper pie bag 1	39.5	-	-	2.54	-	-	-	-	-	2.54	-	27.7
饼袋 2 Paper pie bag 2	3.32	-	-	2.67	-	-	-	-	-	2.11	-	28.3

C_n 同表 1(C_n are the same as in Table 1)。

4 结论

采用实验自制的 GP-MSE 装置,结合荧光增敏标记,建立了婴幼儿食品包装材料中脂肪胺迁移物的绿色、高灵敏液相色谱分析方法。该方法具有试剂消耗少、灵敏度高、检出率高等特点,可用于食品包装材料中微量脂肪胺的测定。样品分析结果表明,婴幼儿食品包装材料存在一定量的脂肪胺,可能在使用过程中迁移到食品中去。

References

- Llorca M, Farré M, Picó Y, Teijó M L, Álvarez J G, Barceló D. *Environ Int.*, **2010**, 36(6): 584-592
- Wang B, Wang H, Zhou W, Chen Y, Zhou Y, Jiang Q. *Environ. Sci. Technol.*, **2014**, 49(2): 1120-1129
- CHEN Zhi-Feng, LIU Xiao-Hua, SUN Li. *Packaging Engineering.*, **2010**, 31(3): 48-51
陈志锋, 刘晓华, 孙利. *包装工程*, 2010, 31(3): 48-51
- Mattarozzia M, Lambertinic F, Sumanc M, Careria M. *J. Chromatogr. A*, **2013**, 1320: 96-102
- Pezo D, Fedeli M, Bosetti O, Nerín C. *Anal. Chim. Acta*, **2012**, 756: 49-59

- 6 GB 9683-1988, *Hygienic Standard for Composite Laminated Food Packaging Bag*. National Standards of the People's Republic of China.
复合食品包装袋卫生标准. 中华人民共和国国家标准. GB 9683-1988
- 7 GB11680-1989, *Method for analysis of hygienic standard of papers for food packaging*. National Standards of the People's Republic of China.
食品包装用原纸卫生标准. 中华人民共和国国家标准. GB 11680-1989
- 8 GB/T 5009.79-2003, *Hygienic analysis method of rubber hose for food use*. National Standards of the People's Republic of China.
食品用橡胶管卫生检验方法. 中华人民共和国国家标准. GB/T 5009.79-2003
- 9 Armenta S, Garrigues S, De la Guardia M. *TrAC-Trend. Anal. Chem.*, **2008**, 27(6): 497-511
- 10 ZHENG Mei-Jie, XIANG Lei, LI Yan-Wen, MO Ce-Hui, CAI Quan-Ying, WU Xiao-Lian, ZHAO Hai-Ming. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2014**, 42(5): 735-740
郑美洁, 向垒, 李彦文, 莫测辉, 蔡全英, 黄献培, 吴小莲, 赵海明. 分析化学, **2014**, 42(5): 735-740
- 11 ZHANG Zhong, REN Fei, ZHANG Pan. *Chinese Journal of Chromatography*, **2012**, 30(11): 1108-1112
张忠, 任飞, 张盼. 色谱, **2012**, 30(11): 1108-1112
- 12 ZHAO Xian-En, LÜ Tao, WEI Na, ZHU Shu-Yun, YOU Jin-Mao. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2014**, 42(11): 1629-1633
赵先恩, 吕涛, 魏娜, 朱树芸, 尤进茂. 分析化学, **2014**, 42(11): 1629-1633
- 13 Wang Xiao-Yan, QI Wei-Mei, ZHAO Xian-En, LÜ Tao, WANG Xi-Ya, ZHENG Long-Fang, YAN Ye-Hao, YOU Jin-Mao. *Chinese Journal of Chromatography*, **2014**, 32(6): 623-628
王晓燕, 亓伟梅, 赵先恩, 吕涛, 王西亚, 郑龙芳, 闫业浩, 尤进茂. 色谱, **2014**, 32(6): 623-628
- 14 DUAN Jian-Kun, LIN Jian-Guo, YE Yong-Wei, FANG Hui-Wen, MAO Hong-Min. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2015**, 43(3): 429-432
段建坤, 林建国, 叶咏薇, 方慧文, 毛宏敏. 分析化学, **2015**, 43(3): 429-432
- 15 XING Han-Zhu, WANG Xia, CHEN Xiang-Feng, WANG Ming-Lin, ZHAO Ru-Song. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2015**, 43(3): 409-413
邢寒竹, 王霞, 陈相峰, 王明林, 赵汝松. 分析化学, **2015**, 43(3): 409-413
- 16 MAI Pei-Ming, YU Sheng-Bing, WU Xi-Mei, SU Guang-Ning, ZHONG Xiu-Hua, ZHU Bing-Hui. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2015**, 43(2): 282-287
麦沛明, 余胜兵, 吴西梅, 苏广宁, 钟秀华, 朱炳辉. 分析化学, **2015**, 43(2): 282-287
- 17 Yang C, Piao X, Qiu J, Wang X, Ren C, Li D. *J. Chromatogr. A*, **2011**, 1218(12): 1549-1555
- 18 Yang C, Zhao J, Wang J, Yu H, Piao X, Li D. *J. Chromatogr. A*, **2013**, 1300: 38-42
- 19 FU Yan-Yan, LI Xiao-Yan, SUN Zhi-Wei, QIN Xue-Qin, XIA Lian, SUO You-Rui, LI Yu-Lin, YOU Jin-Mao. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2010**, 38(1): 8-12
付艳艳, 李肖燕, 孙志伟, 秦雪芹, 夏莲, 索有瑞, 李玉林, 尤进茂. 分析化学, **2010**, 38(1): 8-12
- 20 You J, Zhao H, Sun Z, Xia L, Yan T, Suo Y, Li Y. *J. Sep. Sci.*, **2009**, 32(9): 1351-1362
- 21 Nerin C, Alfaro P, Aznar M, Domeño C. *Anal. Chim. Acta*, **2013**, 775: 14-24

Determination of Aliphatic Amines in Infant Food Packaging Materials by High Performance Liquid Chromatography

SHENG Cun-Cun¹, ZHANG Shi-Juan^{*1}, WANG Fang-Fang¹, JI Zhong-Yin¹, DOU Kun¹, YOU Jin-Mao^{*1,2}

¹(Shandong Province Key Laboratory of Life-Organic Analysis, Key Laboratory of Pharmaceutical Intermediates and Analysis of Natural Medicine, College of Chemistry and Chemical Engineering, Qufu Normal University, Qufu 273165, China)

²(Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810001, China)

Abstract Aliphatic amines in infant food packaging materials were extracted and concentrated by 0.5 mL of acidified methanol using gas purge microsyringe extraction (GP-MSE). Pre-column fluorescence labeling of

amines was achieved in mild conditions with 10-ethyl-acridine-2-sulfonyl chloride (EASC) as labeling reagent. The derivatization was carried out at 60°C and pH 10. The derivatives were successfully separated on a Hypersil GOLD column with excitation and emission wavelengths of 262 and 430 nm, respectively. The detection limits were in the range of 0.4–0.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$, and the quantitation limits were in the range of 1.2–2.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$. All analytes were in good linearity in the concentration range of 2.0–2000 $\mu\text{g}/\text{L}$ with correlation coefficients of higher than 0.998. The developed method was characterized by celerity, accuracy and high sensitivity. It was successfully applied to the determination of aliphatic amines in infant food packaging materials.

Keywords High performance liquid chromatography; Gas purge-microsyringe extraction; Packaging materials of baby food; Fluorescence detection

(Received 9 April 2016; accepted 26 June 2016)

This work was supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 21275089) and the Natural Science Foundation of Shandong Province, China (No. ZR2014BQ009)

2016 全国生命分析化学学术大会通知 (第一轮)

为进一步促进我国生命分析化学研究的发展,加深学者之间的交流,强化学科交叉,由国家自然科学基金委员会化学科学部主办,南京大学、北京大学、清华大学和中国科学院化学研究所共同承办的“2016 全国生命分析化学学术大会”将于2016年12月16–19日在南京召开。与前三届会议的宗旨一致,本次会议仍然以形成自由研讨的氛围,让思想撞击出火花,使创造力突涌为目的,集小智为大智,化零散为整体,逐渐形成我国生命分析化学研究的独特战略思路,壮大具有特殊战斗力的我国生命分析化学研究队伍,开创生动活泼的生命分析化学研究新局面。

本次会议除有关学术报告外,还将设立5–8个生命分析化学重大学术问题主题讨论会,和青年科学家专场报告。欢迎代表们提出您认为有价值的讨论主题或建议。

拟讨论的主题:(1)生命分析样品处理方法,(2)生物及环境复杂样品分析,(3)组学分析方法,(4)单细胞、单分子及活体分析,(5)临床、医药与法庭分析,(6)化学生物学分析方法,(7)生物成像分析,(8)新仪器与新技术,(9)食品、药品安全及突发公共事件应对。有意参加研讨会的各方代表请尽快报名并将回执和论文摘要通过会议网站(<http://2016acls.nju.edu.cn>)或者通过E-mail 邮件方式直接发送给会议联系人。

论文摘要提交截止日期:2016年10月30日。

报到日期:2016年12月16日全天

会议时间:2016年12月17–19日,19日下午2:00后可以离会。

会议地点:南京国际展览中心(南京市玄武区龙蟠路88号)

稿件联系人:鞠熲先教授,南京大学生命分析化学国家重点实验室, hxju@nju.edu.cn。

会务联系人:徐静娟教授,南京大学生命分析化学国家重点实验室, xujj@nju.edu.cn。