应用简报

食品检测

Agilent

Trusted Answers

使用 Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5 色谱柱分析 4-甲基咪唑

作者

Rongjie Fu 和 Zhicong Wang

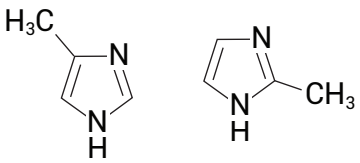
安捷伦科技（上海）有限公司

摘要

4-甲基咪唑 (4-MEI) 是一种不可直接添加到食品中的化合物，但它是某些食品和饮料在正常烹饪过程中形成的副产物。在某些类型焦糖色素（用于给可乐型饮料和其他食品着色）的生产过程中，也会形成痕量 4-甲基咪唑杂质。亲水相互作用色谱 (HILIC) 是一种分离该极性分子及其同分异构体 2-甲基咪唑快速便捷的方法。

前言

4-甲基咪唑和 2-甲基咪唑都属于极性化合物。反相液相色谱不能很好地保留这些化合物，而 HILIC 模式是对其更加有效的保留与分离方法。本应用简报介绍了使用 Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5, 2.7 µm 色谱柱分离可乐型样品中 4-甲基咪唑和 2-甲基咪唑的方法。InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5 和 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z 均可用于这两种化合物的分离筛查。Agilent 6460 三重四极杆液质联用系统用于样品的痕量检测。



4-甲基咪唑　　2-甲基咪唑

图 1. 4-甲基咪唑和 2-甲基咪唑的结构

实验部分

试剂与化学品

所有试剂均为 HPLC 级或更高等级。HPLC 级乙腈购自 J. T. Baker (Center Valley, PA, U.S.A.)。水经由 ELGA PURELAB Chorus 系统 (High Wycombe, UK) 纯化。乙酸铵购自北京百灵威科技有限公司。4-甲基咪唑和 2-甲基咪唑均购自上海安谱科学仪器有限公司。

仪器与材料

- Agilent InfinityLab 接头
- 色谱柱入口：Agilent InfinityLab Quick Connect 快速连接接头（部件号 5067-5965）
- 色谱柱出口：Agilent InfinityLab Quick Turn 接头（部件号 5067-5966）
- Agilent Captiva 经济型过滤器，PTFE 膜，直径 13 mm，孔径 0.2 µm（部件号 5190-5265）
- 安捷伦样品瓶，螺口，棕色，带书写签，已认证，2 mL，100/包（部件号 5182-0716）
- 安捷伦固定螺口盖，带 PTFE/红色硅胶隔垫（部件号 5190-7024）
- Agilent InfinityLab 溶剂瓶，棕色，1000 mL（部件号 9301-6526）
- Agilent InfinityLab Stay Safe 溶剂瓶安全盖，GL45，3 口，1 个放空阀（部件号 5043-1219）
- Eppendorf 移液器和连续分液器
- 超声仪 (VWR, Radnor, PA, USA)

仪器

- Agilent 1290 Infinity II 高速泵 (G7120A)
- Agilent 1290 Infinity II Multisampler (G7167B)
- Agilent 1290 Infinity II 高容量柱温箱 (G7116B)
- Agilent 6460 三重四极杆液质联用系统
- Agilent MassHunter 工作站 LC/MS 数据采集软件，版本 B08.00
- Agilent MassHunter 工作站定性分析软件，版本 B07.00

样品前处理

量取 3.0 mL 可乐于 5 mL 容量瓶中，并用 0.1 mL 氢氧化铵将 pH 调节为 7.0 左右。之后加水至刻度线，并用超声混合。后量取 1.0 mL 该混合溶液和 8 mL 乙腈于 10 mL 容量瓶中，用超声混合，再加乙腈至刻度线。最后，取上层乙腈清液，并使用 Agilent Captiva 经济型过滤器 PTFE 膜将其滤至样品瓶中。

加标样品的配制方法是在处理前向可乐样品中添加标样，随后执行相同方案。

流动相配制

精确称取一定量的乙酸铵并用水稀释至浓度为 10 mM。一次配置 1 L 缓冲液，定期更换以防降解或微生物生长。

HPLC 条件	
色谱柱	InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z, 2.1 × 100 mm（部件号 685775-924）
流动相 A	10% 10 mM 乙酸铵
流动相 B	90% 乙腈
流速	0.30 mL/min
柱温	30 °C
进样量	5 µL
质谱条件	
离子模式	ESI/喷射流 ESI，正离子模式
干燥气温度	210 °C
干燥气流速	13 L/min
雾化器压力	35 psi
鞘气温度	400 °C
鞘气流速	12 L/min
毛细管电压 (+)	2500 V
喷嘴电压 (+)	0 V
MRM 条件	ΔEMV，500 V

结果

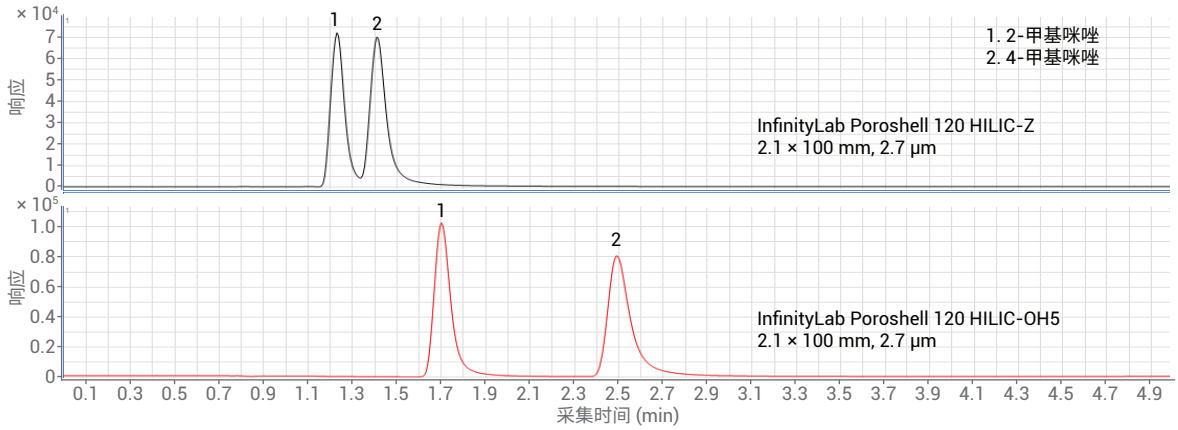


图 2. 使用相同流动相时，4-甲基咪唑和 2-甲基咪唑在 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z 和 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5 色谱柱上的保留对比

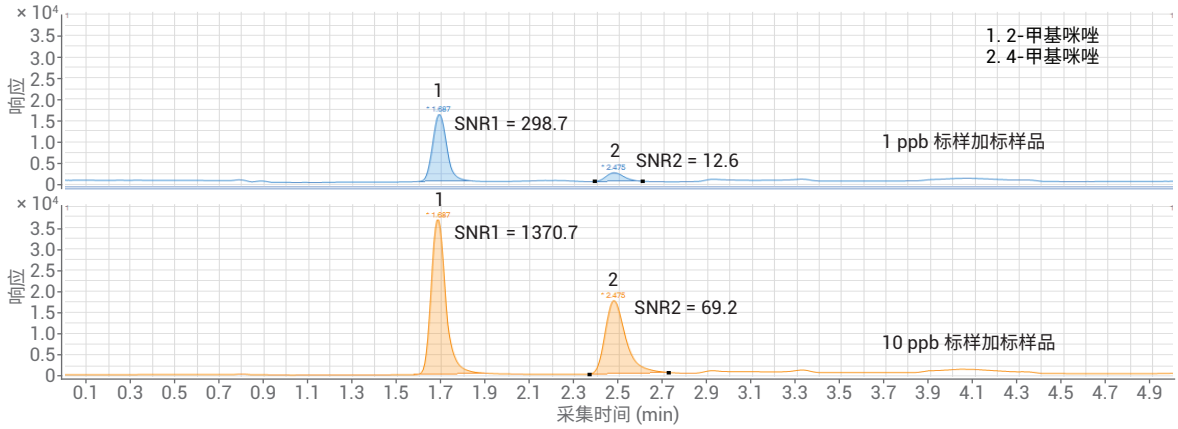


图 3. 1 ppb 和 10 ppb 标样加标样品在 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5 色谱柱上的分离色谱图

结论

使用 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-OH5 色谱柱能够更好地保留 4-甲基咪唑和 2-甲基咪唑并将它们成功分离。对于加标样品，信噪比 (S/N) 为 3 时检测限 (LOD) 低于 1 ppb。该方法具有足够高的灵敏度，可检测出可乐型饮料中的两种化合物。

查找当地的安捷伦客户中心：
www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：
800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：
LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：
www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2018

2018 年 4 月 23 日，中国出版
5991-9323ZHCN

Agilent
Trusted Answers