

高效液相色谱-串联质谱法测定纸质包装材料中米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮及 2-异丙基硫杂蒽酮的迁移量

朱绍华, 丁利, 肖家勇, 龚强, 焦艳娜, 成婧, 王利兵*

(湖南出入境检验检疫局 检验检疫技术中心/食品安全科学技术湖南重点实验室, 湖南 长沙 410004)

摘要:为测定纸质包装材料中米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮及 2-异丙基硫杂蒽酮的迁移量,建立了磁固相萃取-高效液相色谱-串联质谱检测法(MSPE-HPLC-MS/MS)。该方法采用溶剂热还原法制备了 Fe_3O_4 磁性亚微米粒子,以其为固相萃取材料,并以 Agilent Eclipse AAA 柱为分析柱,甲醇和水溶液为流动相,正离子模式下测定,流量为 0.5 mL/min。对磁固相萃取中影响米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮及 2-异丙基硫杂蒽酮的主要萃取因素(包括磁性纳米粒子用量、洗脱溶剂和体积、PH 值)进行了考察。结果表明:米氏酮等 3 种物质在 0.5 ~50 ng/mL 范围内线性关系良好($r>0.999$),最低定量限均为 0.5 ng/mL,检测限为 0.2 ng/mL,3 种物质的添加回收率为 78.3~92.1%,相对标准偏差小于 7.4%,所建立的方法简单、快速、灵敏度高,适用于纸质包装材料中米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮及 2-异丙基硫杂蒽酮在实际样品中的残留分析检测。

关键词:磁性亚微米粒子;米氏酮;对二甲氨基二苯甲酮;2-异丙基硫杂蒽酮;纸质包装材料

中图分类号:TS 761.7 **文献标志码:**A **文章编号:**1673—1689(2012)011—1160—07

Simultaneous Determination the Migration of 4,4'-Bis(Dimethylamine) Benzophenone, 4-(Dimethy Lamino) Benzophenone and 2-Isopropylthioxanthone from Paper Package by Magnate Solid Phase Extraction-High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

ZHU Shao-hua, DING Li, XIAO Jia-yong, GONG Qiang,

JIAO Yan-na, CHENG Jing, WANG Li-bing*

(Technology Center of Hunan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau / Hunan Key Laboratory of Food Safety Science & Technology, Changsha 410004, China)

Abstract: In this manuscript, a magnate solid phase extraction -high performance liquid chromatography -tandem mass spectrometry (MSPE-HPLC-MS/MS) method was established to determine the migration of 4,4'-Bis (dimethylamine) benzophenone, 4-(Dimethy lamino) benzophenone, 2-Isopropylthioxanthone from paper package. The analytes was separated on an

收稿日期: 2011-11-18

基金项目: 国家“十一五”科技支撑计划项目(2011BAK10B05, 2012BAD29B05)。

作者简介: 朱绍华(1983—),男,河南商丘人,理学博士,工程师,主要从事食品安全研究。E-mail: ishaohua@foxmail.com

*通信作者: 王利兵(1967—),男,江苏南通人,工学博士,研究员,主要从事食品安全与检验检疫研究。E-mail: wanglb1@163.com

Agilent Eclipse AAA C18 column with a mobile phase of methanol-water in gradient elution mode at the flow rate of 0.5 mL/min, the mass spectrometry worked in positive ion mode. Moreover, the extraction parameters which affect efficiency were optimized and the results demonstrated that a good linearity in the concentration range of 0.5 ~50.0 ng/mL for 3 analytes. The correlation coefficients were all higher than 0.999. Average recoveries of 3 analytes at three spiked level ranged from 78.3 to 92.1 %, with RSDs less than 7.4 %. The limits of quantification and detection of the method was 0.5 and 0.2 ng/mL, respectively. The method was proven to be sensitive and simple, and was suitable for the rapid determination the real migration of 4,4'-Bis (dimethylamine) benzophenone, 4-(Dimethyl amino) benzophenone, 2-Isopropylthioxanthone from paper package.

Keywords: micro-disperse ferrite microspheres, 4,4'-Bis (dimethylamine) benzophenone, 4-(Dimethyl amino) benzophenone, 2-Isopropylthioxanthone, paper package

近年来,随着生活水平的提高,食品安全问题越来越引起人们的重视,而与食品直接接触的包装材料也成为食品安全研究的重要领域,因为与食品接触的包装材料直接关系食品的安全程度^[1-3]。纸质包装材料具有良好的物理性能、机械操作性能及环保等优点,已成为食品包装工业的重要材料,但纸质包装材料的加工过程中添加的一些化学物质,通过与食品的接触会不同程度的迁移到食品中,直接危害人类健康,因此包装材料中有毒物质向食品中的迁移引起了诸多科研工作者的关注^[4-6]。

米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮及2-异丙基硫杂蒽酮就是纸质食品包装材料中经常添加的化学物质。2-异丙基硫杂蒽酮属于硫杂蒽酮类化合物,是目前食品纸质包装材料中使用较多的一种自由基型高分子光引发剂,在紫外光固化油墨中的主要作用是利用其感光基团在光吸收过程中产生活性成分,引发单功能,多功能的单体和预聚合体(如乙烯基聚合物)的聚合交联反应^[7]。由于其在存储过程中容易挥发和迁移,能够穿过包装物或通过表面接触直接污染食品而残留,有研究报道发现其有致突变作用,提示这种高效光诱导剂对人体具有潜在的遗传毒性。而米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮属于二苯甲酮类光引发剂,在光固化反应中只有少量的光引发剂被反应掉,未反应的光引发剂残留在纸张中,通过接触会迁移到食品中,有研究报道米氏酮可能致癌,而对二甲氨基二苯甲酮的毒性还未见报道。

目前文献报道较多的是关于2-异丙基硫杂蒽酮(ITX)的检测,其检测方法主要包括气相色谱-质

谱法、液相色谱法、液相色谱-串联质谱法等^[8-12],样品前处理方法主要有液-液萃取法(LLE)、固相柱萃取法(SPE)^[13-14],而对于米氏酮和对二甲氨基二苯甲酮的检测方法报道文献很少,同时测定食品包装材料中的米氏酮这3种物质的检测方法还未见报道。随着人们对食品安全的重视,有必要开发一种快速、高效、高灵敏度的分析方法用于监测纸质包装材料的米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮及2-异丙基硫杂蒽酮向食品中的迁移,更好的保证食品安全。目前文献报道的分析方法,其样品前处理步骤复杂且效果有限,而近年来,由于纳米材料具有大的比表面积、分散性能好等特点逐渐引起人们的关注。

作者采用磁性亚微米粒子作为萃取材料对米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮进行萃取,其后用高效液相色谱-串联质谱法(HPLC-MS/MS)分析检测纸质包装中米氏酮等3种物质在食品中的迁移量,该方法的样品前处理条件相对简单,采用多反应监测扫描模式(MRM)提高方法的灵敏度,适用于纸质包装材料中米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮在实际样品中迁移的痕量分析检测。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

米氏酮(纯度≥98%),对二甲氨基二苯甲酮(纯度≥98%),2-异丙基硫杂蒽酮(纯度≥99%)标准品:美国Sigma公司产品;甲醇、叔丁基甲醚、乙腈、乙酸乙酯、正己烷:色谱纯,德国Merck公司产

品;乙二醇、氨水、乙醇、六水合氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、乙酸钠:分析纯,北京化工厂产品;Millipore超纯水:美国 Millipore 超纯水仪制备;测定的纸质包装牛奶购于当地超市。

1.2 仪器与设备

岛津 20A 高效液相色谱仪:日本岛津公司产品;API 4000 三重四级杆质谱仪及 Analyst1.5 工作站:美国应用生物系统公司产品;高速离心机:德国 Sigma 公司产品;涡旋混匀器:美国 Vortex Genie 产品;透射电镜:日本精工产品;傅里叶红外光谱仪:美国 Thermo 产品。

1.3 测定条件

1.3.1 色谱条件 色谱柱:Agilent Eclipse AAA 色谱柱 (4.6 mm×150 mm, 5 μm , 安捷伦科技有限公司);流动相:溶剂 A 为甲醇,溶剂 B 为水,流量:0.5 mL/min;梯度洗脱,洗脱程序见表 1,进样量:10 μL ;柱温:35 $^{\circ}\text{C}$ 。

表 1 梯度洗脱时间表

Tab.1 Gradient elution program

时间/min	流动相 A:(甲醇) 体积分数/%	流动相 B:(水) 体积分数/%
0.0	30	70
10.0	2	98
15.0	2	98
15.1	30	70
20.0	30	70

1.3.2 质谱条件 质谱离子源:质谱离子源为电喷雾离子源(ESI);扫描方式:正离子扫描(ESI^+);雾化气(Gas1):413 kPa (60.00 psi);辅助气(Gas2):448 kPa (65.00 psi);离子喷雾电压(IS):5 000.00 V;离子化温度:550 $^{\circ}\text{C}$;检测方式:多反应监测扫描模式(MRM)。

1.4 实验步骤

1.4.1 标准溶液配制 分别准确称取米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮标准品各 5.0 mg,用甲醇定容至 10 mL,配成 0.5 mg/mL 的标准储备溶液;取上述标准储备液,用甲醇配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的中间标准溶液;取上述中间标准溶液,用甲醇配制成 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液,以上所有溶液均于 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光冷藏储存。

1.4.2 磁性纳米粒子的合成 准确称取 2.70 g 六

水合氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)和 7.20 g 乙酸钠放置与 200 mL 烧瓶中,加入 100 mL 乙二醇使其溶解,于磁力搅拌器作用下充分搅拌后,将黄色液体全部转移至具聚四氟乙烯内胆的密闭不锈钢水热反应釜中,于油浴锅中 200 $^{\circ}\text{C}$ 下反应 8 h,反应完成后将溶液过滤,将过滤后的固体物质用无水乙醇反复冲洗 6 次后,置于真空干燥器中干燥即得。

1.4.3 样品前处理 准确移取过滤后的纸质包装饮料 1.0 mL 于 5 mL 离心管中,用 pH 6.0 的缓冲液稀释至 5 mL,加入沉淀剂各 20 μL ,混匀后以 7 500 r/min 的转速离心 3 min,将上清液转移至另一离心管,再称取已干燥的磁性纳米粒子 1.0 mg 分散于离心管中,充分混匀 2 min 后,施加一外磁场使磁性纳米粒子聚集在离心管管底,弃去上层溶液,再用 2.0 mL 水淋洗磁性纳米粒子,弃去淋洗液;最后用 0.5 mL 乙腈洗脱,收集洗脱液过 0.45 μm 微孔滤膜后进入高效液相色谱-串联质谱分析。

2 结果与讨论

2.1 Fe_3O_4 -MNPs 的特性表征

磁性与分散性是衡量磁性纳米粒子的两个重要因素,实验结果表明,合成的磁性纳米粒子具有很好的磁性和分散性,液体中的磁性纳米粒子分散均匀,形成均一溶液,在外部磁场作用力下迅速聚集在一起。图 1 为 Fe_3O_4 -MNPs 的透射电镜照片,图中 Fe_3O_4 -MNPs 形状近似球形,粒径大小在 100~120 nm 范围内。

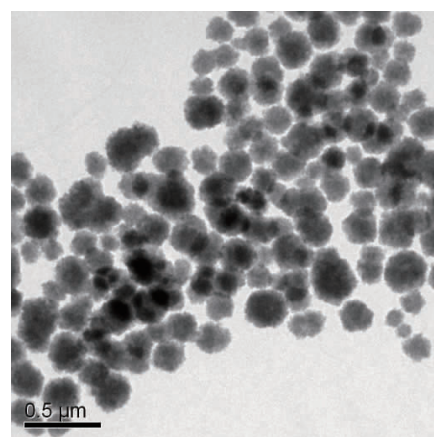


图 1 磁性纳米粒子的透射电镜图

Fig.1 TEM image of Fe_3O_4 magnetic nanoparticles

2.2 质谱条件的优化

选择正离子电离模式(ESI^+),采用流动注射分

析(FIA)的方式,对米氏酮等 3 种物质的质谱参数进行了优化,主要参数包括喷雾电压、离子化温度、辅助气的流速、目标化合物的母离子及特征碎片离子等,优化的离子源参数见 1.5.2 中。由于检测模式

选用的为多反应监测扫描模式(MRM),试验中尤其对米氏酮等 3 种物质的定性离子对、定量离子对、碰撞气能量和去簇电压等参数进行了优化,实验结果见表 2。

表 2 多反应检测扫描模式检测米氏酮等 3 种物质的质谱参数

Tab.2 MRM parameters for 4,4'-Bis (dimethylamine) benzophenone,4-(Dimethylamino) benzophenone and 2-Isopropylthioxanthone

目标物	母离子 m/z	子离子 m/z	DP/V	CE/V	EP/V	CXP/V
米氏酮	269.2	148.0*	72	20	10	10
		77.1		16	10	10
对二甲氨基二苯甲酮	226.5	77.2*	73	11	10	10
		148.3		15	10	10
2-异丙基硫杂蒽酮	255.2	213.1*	75	18	10	10
		184.2		16	10	10

表中 * 表示定量离子

2.3 色谱条件的优化

对于反相液相色谱来说,最常采用的有机相为甲醇和乙腈,实验中对这两种有机相进行了考察,发现甲醇的效果优于乙腈,其可能是因为甲醇是质子给予体,乙腈是质子接受体,而实验中采用的是ESI+电离模式,由于甲醇的质子给予能力,米氏酮等 3 种物质在甲醇中的质谱响应高于乙腈;水相考察了水、体积分数 0.1%甲酸、体积分数 0.1%乙酸作为流动相的 3 种物质的分离情况,当水相中不添加任何改性剂时,米氏酮等 3 种目标物可以得到很好的分离,背景响应低且基线平稳。为了得到更好的分离效果和提高目标物的质谱响应,作者考察了水相中添加体积分数 0.1%甲酸和 0.1%乙酸的情况,其中米氏酮等 3 种物质的色谱分离情况与纯水水中的相当,但质谱响应并没有显著提高,另外基线的背景响应高。综合考虑选用甲醇-水体系作为流动相,并进行了梯度优化,在优化的色谱与质谱条件下 3 种物质的多反应监测(MRM)色谱图见图 2。

2.4 萃取条件的优化

磁性亚微米粒子的用量、洗脱溶剂的种类及洗脱体积等因素对米氏酮等目标物的萃取效果有重要影响,实验中对这些因素进行了考察。

2.4.1 pH 值的优化 样品的 pH 值不仅能改变目标分析物的存在状态,也能改变磁性亚微米粒子的

稳定性,因而影响其对目标分析物的吸附量。考察了 pH 值为 5~7 时,磁性亚微米粒子对目标物的萃取效率的影响,结果表明,pH 值为 5~7 时,磁性亚微米粒子对米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮的萃取效果没有明显差别,因此,在进行实验中,采用 PH 为 6 的缓冲液进行样品的稀释。

2.4.2 磁性纳米粒子用量选择 磁性亚微米粒子的用量对米氏酮等目标物的富集影响较大,只有当溶液中具有足够的磁性亚微米粒子才能为目标物提供充足的吸附位点,才能保证目标物的富集效率。考察了磁性亚微米粒子的用量对米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮 3 种物质的富集效果,实验溶液中米氏酮等目标物的质量浓度均为 50 ng/mL,实验结果见图 2。

由图 3 可知:随着磁性纳米粒子用量的增加,米氏酮和 2-异丙基硫杂蒽酮的吸附变化不明显,当用量为 0.2 mg 时这两种目标物即可被全部吸附;当磁性纳米粒子的用量从 0.2 mg 增加至 1.4 mg 时,对二甲氨基二苯甲酮的吸附效率明显增加,但继续增加磁性纳米粒子用量,吸附效率无明显变化。结合 3 种目标物的吸附情况,为了确保溶液中 3 种目标物的完全吸附,试验中磁性纳米粒子的用量定为 1.0 mg。

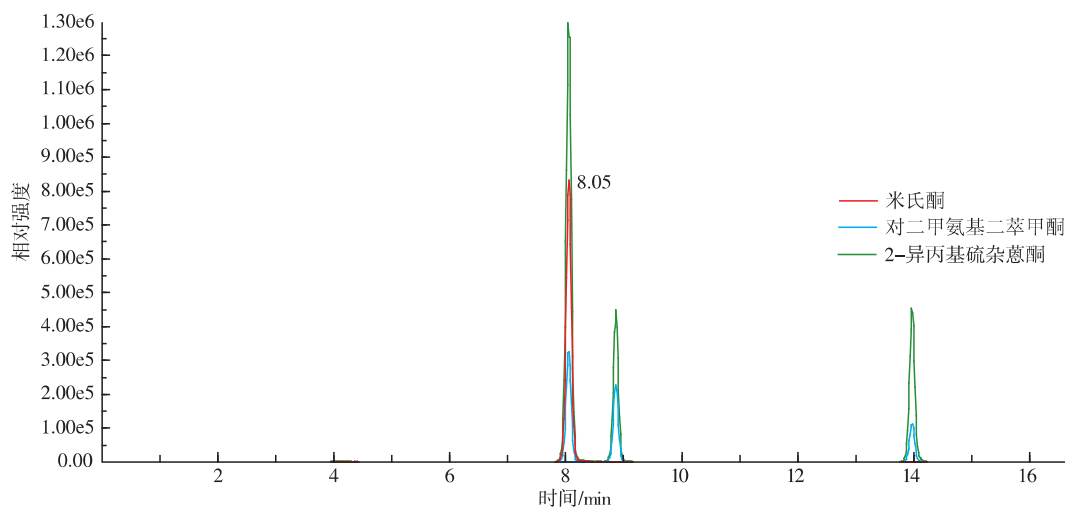


图2 3种物质的色谱分离图

Fig.2 Chromatogram of 3 analyte

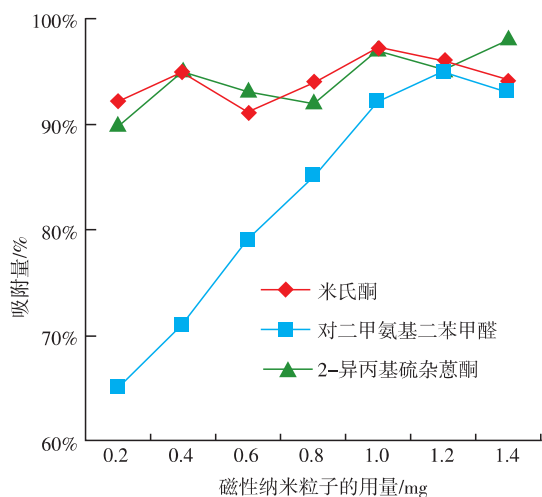


图3 磁性纳米粒子用量对吸附量的影响

Fig.3 Effect of MNPs dosage on the Adsorption

2.4.3 洗脱溶剂与体积 不同的洗脱溶剂对富集后的米氏酮等目标物的洗脱效果不同,试验中考索的洗脱溶剂包括甲醇、乙腈、乙酸乙酯和正己烷。实验表明:甲醇和乙腈的洗脱效果优于乙酸乙酯和正己烷,而进一步的实验表明:乙腈的洗脱效果稍好于甲醇,故选择乙腈作为洗脱溶剂;同时实验中也考察了洗脱体积对目标物洗脱效率的影响,研究发现 0.5 mL 的乙腈即可将米氏酮 3 种物质全部洗脱,所以实验中选择洗脱体积为 0.5 mL。

2.5 线性范围与检测限

将米氏酮等 3 种物质的混合标准溶液用甲醇稀释成质量浓度为 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 和

50.0 ng/mL 的一系列标准工作液,按 1.3 中的测定条件进行分析,以目标物的浓度为横坐标,目标物的质谱响应强度为纵坐标,即得米氏酮等 3 种物质的标准曲线,其线性相关系数均大于 0.999,实验表明:米氏酮等 3 种物质在浓度范围为 0.5~50 ng/mL 内线性关系良好。从阴性基质中添加米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮水平为 0.2 ng/mL 时,按 1.4 所述进行样品前处理,其色谱峰的信噪比(S/N)接近 3,因此,该方法中米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮的检出限均为 0.2 ng/mL。

2.6 回收率与精密度

采用在空白样品中添加标准溶液的方法,对饮料进行添加回收实验,分别添加 5、10、20 ng/mL 3 个质量浓度的标准溶液,每个浓度水平进行 6 次重复实验,平均回收率和精密度结果见表 3。

3 实际样品检测

采用该方法对 8 种不同品牌和类型的纸质包装牛奶进行了检测,发现了 2 例样品中的 2-异丙基硫杂蒽酮质量浓度分别为 45.2 $\mu\text{g/L}$ 和 65.3 $\mu\text{g/L}$,说明国内市场的纸质包装材料中的危害因子在食品中有一定的迁移,由此引起的污染问题应当引起重视。

4 结语

建立了以磁性亚微米粒子为固相萃取材料检

表 3 3 个添加水平下饮料样品的回收率和精密度 ($n=6$)

Tab.3 Recovery and precision of three spiked levels ($n=6$)

质量浓度/ (ng/mL)	米氏酮		对二甲氨基二苯甲酮		2-异丙基硫杂蒽酮	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
5	85.3	5.1	83.4	4.7	83.5	6.3
10	81.8	7.4	79.2	6.9	78.3	5.4
20	79.1	6.7	92.1	5.7	90.4	5.8

测纸质包装材料中米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮 3 种有害物质在实际食品中迁移量的高效液相色谱-串联质谱的测定方法。实验结果表明,该方法具有简便、快捷和灵敏的特点,已经成功

应用于纸质包装牛奶中米氏酮、对二甲氨基二苯甲酮、2-异丙基硫杂蒽酮迁移量的测定,可以为纸质包装饮料的质量控制研究提供参考,同时为米氏酮等 3 中有害物质的迁移规律建立提供技术手段。

参考文献:

- [1] 黄崇杏,王志伟,王双飞,等. 国内外食品接触纸质包装材料安全法规的现状[J]. 包装工程,2008,29(9):204-207.
HUANG Chong-xing, WANG Zhi-wei, WANG Shuang-fei, et al. Present situation of the safety regulations of food-contact paper based packaging materials at home and abroad[J]. **Packaging Engineering**, 2008, 29(9):204-207. (in Chinese)
- [2] 许洁玲,王勃,许思昭,等. 食品纸质包装材料中的有害物质的产生与分析[J]. 现代食品科技,2009,25(9):1083-1087.
XJ Jie-ling, WANG Bo, XU Si-zhao, et al. Analysis of the harmful substances in paper-made food packaging materials[J]. **Modern food science and technology**, 2009, 25(9):1083-1087. (in Chinese)
- [3] 李明元,胡银川. 食品塑料包装中 PAEs 迁移危害研究现状[J]. 食品与生物技术学报,2010,29(1):14-17.
LI Ming-yuan, HU Yin-chuan. Current progress of the hazard of PAEs migration in plastic package of food [J]. **Journal of Food Science and Biotechnology**, 2010, 29(1):14-17. (in Chinese)
- [4] 宋欢,王天娇,李波,等. 纸质食品包装材料中化学物分析检测技术研究进展[J]. 食品科学,2009,30(17):339-344.
SONG Huan, WANG Tian-jiao, LI Bo. Research progress of detection technology of chemicals in food packaging paper materials [J]. **Food Science**, 2009, 30(17):339-344. (in Chinese)
- [5] PASTORELLI S, SANCHES-SILVA A, CRUZ J M, et al. Study of the migration of benzophenone from printed paperboard packages to cakes through different plastic films[J]. **European Food Research and Technology**, 2008, 227(6):1585-1590.
- [6] CASTIE L, DAMANT A P, HONEYBONE C A, et al. Migration studies from paper and board food packaging materials. Part 2. Survey for residues of dialkylamino benzophenone UV-cure ink photoinitiators[J]. **Food Additives and Contaminants**, 1997, 14(1):45-52.
- [7] 杨保平,崔锦峰,陈建敏,等. 自由基型高分子光引发剂的研究进展[J]. 涂料工业,2005,35(1):36-38.
YANG Bao-ping, CUI Jin-feng, CHEN Jian-min, et al. Research progress in radical polymer photoinitiator[J]. **Paint & Coatings Industry**, 2005, 35(1):36-38. (in Chinese)
- [8] 生茂强,邓晓军,郭德华,等. 液相色谱-串联质谱法对光引发剂异丙基硫杂蒽酮与对-N,N-二甲氨基苯甲酸异辛酯残留量的检测[J]. 分析测试学报,2009,28(1):12-17.
SHENG Mao-qiang, DENG Xiao-jun, GUO De-hua, et al. Determination of photoinitiators 2-isopropyl thioxanthone and 2-ethylhexyl-4-dimethylaminobenzoate residues by liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry[J]. **Journal of Instrumental Analysis**, 2009, 28(1):12-17. (in Chinese)
- [9] 邓晓军,郭德华,李波,等. 气相色谱-质谱法测定乳制品中光引发剂异丙基硫杂蒽酮的残留量[J]. 色谱,2007,25(1):39-42.
DENG Xiao-jun, GUO De-hua, LI Bo, et al. Determination of isopropylthioxanthone residue in milk migrated from packaging materials by gas chromatography-mass spectrometry[J]. **Chinese Journal of Chromatography**, 2007, 25(1):39-42. (in Chinese)
- [10] VERGARA A G, BLASCO C, PICO Y. Determination of 2-isopropyl thioxanthone and 2-ethylhexyl-4-dimethylaminobenzoate in milk; comparison of gas and liquid chromatography with mass spectrometry[J]. **Anal Bioanal Chem**, 2007, 389:605-617.
- [11] Sagratini G, Caprioli G, Cristalli G, et al. Determination of ink photoinitiators in packaged beverages by gas chromatography-mass

spectrometry and liquid chromatography-mass spectrometry [J]. **Journal of Chromatography A**, 2008,1194:213-220.

[12] Gallart-Ayala H, Moyano E, Galceran M T. Liquid chromatography/tandem mass spectrometry (highly selective selected reaction monitoring) for the analysis of isopropylthioxanthone in packaged food [J]. **Journal of Chromatography A**, 2008,1208:182-188.

[13] Shen D X, Lian H Z, Ding T, et al. Determination of low-level ink photoinitiator residues in packaged milk by solid-phase extraction and LC-ESI/MS/MS using triple-quadrupole mass analyzer[J]. **Anal Bioanal Chem**, 2009,395:2359-2370.

[14] Negreira N, Rodriguez I, Rubi E, et al. Solid-phase microextraction followed by gas chromatography-mass spectrometry for the determination of ink photo-initiators in packed milk[J]. **Talanta**, 2010,82:296-303.

科技信息

欧盟拟修订联苯胍酯在多种果蔬中的最大残留限量

近日欧盟食品安全局提议修订联苯胍酯(bifenazate)在柑橘、仁果、核果、葡萄、草莓、西红柿、胡椒、茄子、甜瓜、西瓜等多种果蔬中的最大残留限量。

据了解,依据欧盟委员会(EC)No396/2005 法规第 6 章的规定,荷兰建议修订联苯胍酯的最大残留限量。荷兰依据欧盟委员会(EC)No396/2005 法规第 8 章的规定对此起草了一份评估报告,并提交至欧委会,转至欧盟食品安全局。欧盟食品安全局对评估报告进行审定后,做出如下规定:

商品种类	现行 MRL 质量分数/ (mg/kg)	建议 MRL 质量分数/ (mg/kg)
柑橘类水果	0.01	0.9
仁果	0.01	0.5/0.7
核果	0.01	2
食用葡萄、酿酒葡萄	0.01	0.7
草莓	2	3
胡椒	2	2/3
葫芦-不可食用的皮	0.01	0.6
啤酒花(干制)	0.02	20

[信息来源]European Food Safety Authority. Reasoned opinion on the modification of the existing MRL (s) for bifenazate in citrus fruit, pome fruit, stone fruit, grapes, hops, strawberries, tomatoes, peppers, aubergines, melons and watermelons. EFSA Journal 2012;10(10):2920