

# AQC 柱前衍生高效液相色谱法快速测定葡萄中的仲丁胺

马丽艳<sup>1,1,2</sup>, 张新娜<sup>2</sup>

(1. 中国农业大学食品科学与营养工程学院, 北京 100083; 2. 农业农村部农产品质量监督检验测试中心(北京), 北京 100083; )

**摘要:** 仲丁胺是一种保护性杀菌剂, 本研究利用凯氏定氮仪对葡萄中的仲丁胺进行提取, 蒸馏产物经 6-氨基喹啉-N-羟基琥珀酰亚氨基甲酸酯(AQC)衍生后, 用高效液相色谱荧光检测器检测。检测波长在激发波长 250nm, 发射波长在 395nm 条件下灵敏度最高。衍生反应在室温下即可进行, 反应迅速, 0.5min 可反应完全, 衍生产物稳定, 可在室温避光下储存 5 天。仲丁胺的浓度在 0.002~1.000mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数为 0.9996, 在 0.05-2.50 mg/kg 三个浓度范围内, 添加回收率为 93.6~102%之间, 相对标准偏差为 1.4~7.1%, 方法检出限为 0.005mg/kg, 定量限为 0.02mg/kg, 该方法简便、快速、灵敏度高、操作性强, 可用于葡萄中仲丁胺残留的测定。

**关键词:** 仲丁胺; 柱前衍生; 高效液相色谱; 葡萄

中图分类号: O657.72

文献标识码:

## Determination of 2-Aminobutane in Grape by High Performance Liquid Chromatography Coupled with AQC Derivatization

Ma Liyan<sup>1,2\*</sup>, Zhang Xinna<sup>2</sup>

(1. College of Food Science and Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 10083, China;

2. Supervision, Inspection & Testing Center for Agricultural Products Quality, MOA, (Beijing), Beijing 100083, China)

**Abstract:** 2-aminobutane is a protective fungicide. In this study, a high performance liquid chromatographic method with pre-column derivatization was developed for the determination of 2-aminobutane in grape. 2-Aminobutane was extracted from grapes using a Kjeldahl apparatus and was derived with 6-Aminoquinoly1-N-hydroxysuccinimidyl carbamate (AQC). The derivative was separated on a C18 analytical column and detection was carried out by fluorescence with

<sup>1</sup>作者简介: 马丽艳, 女, 教授级高级实验师, 博士, 研究方向为食品安全及其检测技术。E-mail: lyma1203@163.com  
张新娜, 女, 硕士, 工程师, 研究方向为食品生物技术。 E-mail: xinnazh1215@163.com

excitation at 250nm and emission at 395nm. The derivatization reaction can be carried out at room temperature, the reaction completed in 0.5 minutes, and the derivatization product was stable, and it can be stored at room temperature by protecting from light for 5 days. A linear relationship was achieved between the peak area and the concentration of 2-aminobutane in the range of 0.002-1.000 mg/L, with a correlation coefficient of 0.9996. The recoveries at three spiked levels were in the range of 93.6-102% with relative standard deviations (RSDs) of 1.4-7.1%. The limit of detection (LOD) was 0.005 mg/kg and the limit of quantitation (LOQ) was 0.02 mg/kg. This method is simple, rapid, sensitive and operable, and it can be used for the determination of 2-aminobutane residues in grapes.

**Keywords:** 2-aminobutane; Pre-column Derivatization; High Performance Liquid Chromatography; grape

仲丁胺 (2-aminobutane, 简称 2-AB) 又名 2-氨基丁烷, 是一种保护性杀菌剂, 对多种真菌有抗菌活性, 可用作蒜薹、青椒、柑橘、葡萄的贮藏期防腐保鲜剂<sup>[1]</sup>, 1972 年美国率先登记使用仲丁胺, 我国从 1976 年开始应用。在 2015 年前作为食品添加剂允许其在柑橘、荔枝、苹果等经表面处理的水果、新鲜的蒜薹和青椒中作为防腐剂使用。有研究表明, 仲丁胺进入人体后仲丁胺一部分随尿排出, 而另一部分会积累在肾脏中。美国将其对人体健康的危害等级定为三级, 并对其应用范围和最大允许残留量作了规定。日本实施的《食品中残留农业化学品肯定列表制度》中也对仲丁胺作出了最大残留限量要求<sup>[2]</sup>。我国在 2014 年颁布的《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》(GB 2760-2014) 中将仲丁胺从添加剂列表中删除, 意味着在食品中使用仲丁胺为非法添加剂<sup>[3]</sup>。

由于仲丁胺分子量小, 结构上没有生色基团, 通常需要进行前处理后进行检测, 目前常用的方法主要有薄层色谱法、气相色谱法、液相色谱法和液相色谱串联质谱法<sup>[4-9]</sup>。薄层色谱法最低检测限为 0.672 mg/kg<sup>[4]</sup>, 不能满足我国对水果中仲丁胺残留量的限量要求。气相色谱法对样品前处理要求苛刻, 且载体对胺的吸收作用以及胺在柱内可能产生的分解, 检出峰有拖尾现象, 准确度较差, 测定误差较大, 有待改进<sup>[5]</sup>。高效液相色谱是目前应用较为广泛的检测方法, 仲丁胺经衍生后形成具有紫外吸收基团和荧光发射基团的衍生物, 再利用紫外检测器或荧光检测器进行检测。常用的颜色剂丹磺酰氯、有荧光胺、2, 4-二硝基氟苯、9-氯甲酸苄甲酯<sup>[2,4,5,8]</sup>等, 这些利用衍生试剂与仲丁胺的 NH<sub>2</sub> 反应生成相应的衍生物, 发生衍生反应时对衍生温度和衍生时间都有一定的要求, 衍生物的稳定性和差。本方法中的衍生试