

实验技术与方法

QuEChERS-气相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中氟虫腈及其代谢产物

兰红军,吴雪梅,冯耀基,黎少映

(广东省佛山市南海区疾病预防控制中心,广东佛山 528200)

摘要:目的 建立 QuEChERS-气相色谱-串联质谱同时测定鸡蛋中氟虫腈及其代谢产物的方法。方法 于 5.0 g 鸡蛋样品中加入 3 ml 水,加入 10 ml 乙腈提取,提取液经 EMR-Lipids 管净化。采用 DB-5MS(30 m×0.25 mm, 0.25 μm) 进行分离,多反应监测(MRM)模式进行检测,基质匹配曲线外标法定量。结果 氟虫腈及其代谢产物在 0~60 μg/L 范围内线性良好,相关系数(r)均 $\geq 0.999\ 0$,检出限($S/N=3$)为 0.5~0.8 μg/kg,定量限($S/N=10$)为 1.7~2.7 μg/kg。回收率为 92.0%~115.5%,相对标准偏差(RSD)为 3.6%~6.8% ($n=6$)。结论 该方法具有前处理方法简单、灵敏度高、回收率高等特点,适用于鸡蛋中氟虫腈及其代谢产物的准确检测。

关键词:鸡蛋;分散固相萃取;氟虫腈及其代谢产物;气相色谱-串联质谱

中图分类号:R155 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2019)05-0435-06

DOI:10.13590/j.cjfh.2019.05.007

Determination of fipronil and its metabolites in eggs by QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry

LAN Hongjun, WU Xuemei, FENG Yaoji, LI Shaoying

(Nanhai Center for Disease Prevention and Control, Guangdong Foshan 528200, China)

Abstract: Objective To establish a method for the simultaneous determination of fipronil and its metabolites in eggs by QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** 3 ml water was added into egg samples (5.0 g), extracted with 10 ml acetonitrile, and purified in an EMR-Lipids tube. The analytes were performed on DB-5MS column (30 m×0.25 mm, 0.25 μm), detected under multiple reaction monitoring (MRM) mode, and was quantified by external standard method with matrix matching curve. **Results** The fipronil and its metabolites had a good linear in the range of 0-60 μg/L with the correlation coefficient $r \geq 0.999\ 0$. The detection limits ($S/N=3$) were 0.5-0.8 μg/kg, and the limits of quantification ($S/N=10$) were 1.7-2.7 μg/kg. The recoveries were 92.0%-115.5%, and the relative standard deviation (RSD) were 3.6%-6.8% ($n=6$). **Conclusion** The method has the characteristics of simple pretreatment, high sensitivity and high recoveries, and it is suitable for the accurate determination of fipronil and its metabolites in eggs.

Key words: Egg; dispersive solid phase extraction; fipronil and its metabolites; gas chromatography-tandem mass spectrometry

氟虫腈(fipronil),又名芬普尼,是一种广谱含苯基的吡啶类杀虫剂,具有生殖毒性和神经毒性,被列为C类可疑致癌物,能增加人体甲状腺中滤泡细胞瘤的发生几率^[1-2]。其在农作物种植上应用非常广泛,滥用导致其在环境残留,在环境中可进一步代谢为氟甲腈(fipronil desulfinyl)、氟虫腈亚砷(fipronil sulfide)、氟虫腈砷(fipronil sulfone)等物质,其代谢产物具有更强的毒性^[3-4]。

欧洲食品安全局(EFSA)规定氟虫腈及其代谢

产物(氟甲腈、氟虫腈硫醚、氟虫腈砷)在鸡蛋中最高残留限量(MRL)为0.01 mg/kg^[5],欧盟(EU)推荐鸡蛋中MRL为0.005 mg/kg^[6],美国国家环境保护局(USEPA)规定鸡蛋中限值为0.03 mg/kg^[7]。我国GB 2763.1—2018《食品安全国家标准 食品中百草枯等43种农药最大残留限量》中规定鲜蛋中氟虫腈MRL为0.02 mg/kg^[8]。

我国是一个鸡蛋消费大国,人均鸡蛋食用量远超发达国家。2017年8月,由氟虫腈引起的“毒鸡蛋”事件席卷欧洲,随后香港食物安全中心也在鸡蛋中检出氟虫腈超标^[9-10]。“毒鸡蛋”事件中检测到鸡蛋中氟虫腈含量最高达1.2 mg/kg,是欧盟限值240倍。调查结果显示,养鸡场违规使用含有氟虫

收稿日期:2019-09-05

基金项目:佛山市卫生和计划生育局医学科研项目(20190208)

作者简介:兰红军 男 主管技师 研究方向为理化检验

E-mail:359820312@qq.com

脞成分的灭虫禁药,从而导致鸡蛋污染。此次事件造成了巨大的经济损失,同时食品安全问题再次受到社会广泛关注。

目前,文献报道氟虫脞的检测多集中在植物源性食品如蔬菜、茶叶、水果等样品中^[11-13]。动物源性食品如鸡蛋中氟虫脞的检测方法有气相色谱(GC)法^[14-15]、气相色谱-质谱联用(GC-MS)法^[16-17]、气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)法^[18-19]、液相色谱-串联质谱(LC-MS-MS)法^[20]等,其中GC-MS/MS法具有优异的选择性及极高的灵敏度,结合QuEChERS前处理技术,能够快速、准确地测定鸡蛋中痕量的氟虫脞;因此,本试验建立了QuEChERS-GC-MS/MS同时测定鸡蛋中氟虫脞及其代谢产物的方法。该法具有分析快速、灵敏度高等特点,对开展鸡蛋中氟虫脞的风险监测、风险评估及保障居民身体健康具有重要意义。

1 材料与方 法

1.1 主要仪器与试剂

7000C气相色谱-串联质谱仪(美国安捷伦)、TQ-S液相色谱-串联质谱仪(美国Waters)、380R冷冻离心机、旋转蒸发仪、氮吹仪、分散机、多位旋涡振荡仪、超纯水仪。

氟虫脞(SB05-071-2008)、氟甲脞(SB05-298-2015)、氟虫脞亚砷(SB05-297-2015)、氟虫脞砷(SB05-296-2015)均购自农业部环境保护科研监测所(100 μg/ml);乙酸乙酯、环己烷、二氯甲烷、丙酮、乙腈、甲醇、正己烷均为色谱级,无水硫酸钠、无水乙酸钠、氯化钠、无水硫酸镁均为优级纯,HLB固相萃取小柱(60 mg,上海安谱),EMR-Lipids净化管(15 ml,美国安捷伦)。

1.2 方 法

1.2.1 标准溶液的配制

分别移取氟甲脞、氟虫脞、氟虫脞亚砷、氟虫脞砷标准溶液各0.1 ml,以丙酮定容至10 ml,配制标准使用液I。移取标准使用液I 1 ml,以丙酮定容至10 ml,配制标准使用液II。分别移取标准使用液II 0.5、100、200、400、600 μl于2 ml样品瓶中,氮气吹干,向各样品瓶中准确加入1 ml空白基质溶液(经确认不含氟虫脞及其代谢产物)。基质标准系列浓度为0.5、10、20、40、60 μg/L。

1.2.2 样品前处理

提取:准确称取经分散机匀浆均匀的鸡蛋样品5.0 g(精确至0.01 g)于50 ml离心管中,加入3.0 ml水,2 000 r/min旋涡1 min成均匀泥浆状,加入10.0 ml乙腈,2 000 r/min旋涡2 min,加入经混

匀的4.0 g粉状无水硫酸镁及1.0 g氯化钠,2 000 r/min迅速旋涡2 min,4 ℃ 5 000 r/min离心10 min(离心半径为21 cm),乙腈层清液待净化。

净化:EMR-Lipids净化管以3 ml水进行活化,加入5 ml乙腈层清液,2 000 r/min旋涡2 min,4 ℃ 5 000 r/min离心10 min(离心半径为21 cm),将上清液转移至另一15 ml离心管中,加入经混匀的1.6 g粉状无水硫酸镁及0.4 g氯化钠,2 000 r/min迅速旋涡2 min,4 ℃ 5 000 r/min离心10 min,取2 ml上清液旋蒸蒸干,冷却至室温,准确加入1 ml丙酮溶解,过0.22 μm有机相滤膜,待GC-MS/MS测定。

1.2.3 仪器条件

色谱:色谱柱:DB-5MS(30 m×0.25 mm,0.25 μm);载气为高纯氦气(>99.999%),恒流柱流量1.1 ml/min;隔垫吹扫流量3.0 ml/min;进样口温度为265 ℃,不分流进样,进样量为1.0 μl;升温程序:初始80 ℃保持1 min,以35 ℃/min程序升温至150 ℃,再以5 ℃/min程序升温至240 ℃,再以50 ℃/min程序升温至290 ℃。

质谱:溶剂延迟6.0 min;四级杆温度150 ℃;传输线温度280 ℃;碰撞气为高纯氮气,碰撞气流量1.5 ml/min;离子源为电子轰击源(EI源),温度230 ℃,电离能量70 eV;检测方式:多反应监测(MRM)。氟虫脞及代谢产物的二级质谱参数见表1。

表1 氟虫脞及代谢产物的二级质谱分析参数

Table 1 MS/MS parameters of fipronil and its metabolites

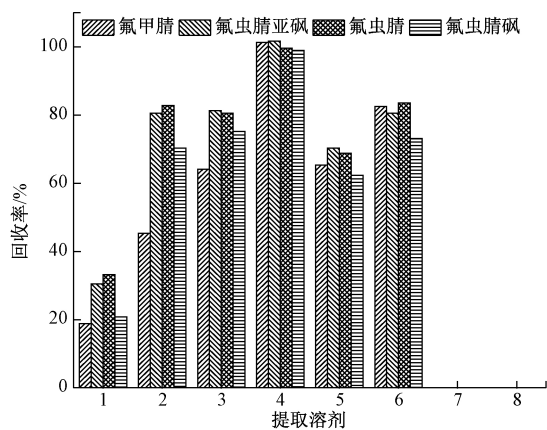
化合物	保留时间 /min	离子对 /(m/z)	定量离子 /(m/z)	碰撞能量 /eV
氟甲脞	12.899	387.9/333.0	333.0	20
		389.9/335.0		20
氟虫脞亚砷	15.426	351.0/254.9	254.9	20
		351.0/227.9		35
氟虫脞	15.786	366.8/212.8	212.8	25
		368.8/214.8		25
氟虫脞砷	17.919	382.8/254.8	254.8	20
		384.8/256.8		20

2 结果与分析

2.1 提取条件的优化

根据文献报道^[21],氟虫脞及其代谢产物在不同的溶剂中溶解度差异较大。本试验采用甲醇、乙酸乙酯、正己烷、环己烷、二氯甲烷、乙腈、丙酮、乙腈-丙酮(1:1,V/V)各10 ml对鸡蛋中氟虫脞及其代谢产物进行提取,各提取溶剂相应的回收率结果见图1。结果表明乙酸乙酯和甲醇做提取溶剂,大量油脂被提取,导致旋蒸时乙酸乙酯提取液呈黄色油状物,甲醇提取液呈无色油状物,无法旋蒸蒸干,从

而导致试验失败。二氯甲烷提取液中出现少量油状物质,可旋蒸蒸干进行试验。正己烷及环己烷进行提取时,由于有机层极性较低,被蛋液吸收过多,从而导致离心后有机层溶液明显减少。丙酮作为提取溶剂,氟虫腈及其代谢产物回收率在 60% 左右。乙腈-丙酮(1:1, V/V)作为提取溶剂时,各物质回收率较单独使用丙酮时有所提高,但回收率不及单独使用乙腈提取。乙腈提取时,氟虫腈及其代谢产物具有最优的回收率;因此,本试验选择乙腈作为提取溶剂。



注:1.正己烷;2.环己烷;3.二氯甲烷;4.乙腈;5.丙酮;
6.乙腈-丙酮(1:1, V/V);7.甲醇;8.乙酸乙酯

图1 提取溶剂对氟虫腈及其代谢产物回收率的影响

Figure 1 Effect of the extraction solvents on the recoveries of fipronil and its metabolites

其次,本试验考察了在鸡蛋样品中加水量为 0、3、5 ml 后,再使用乙腈对蛋液进行提取,结果表明,加水量为 3 ml 时各物质的回收率最优,而加水量为 0 ml 时,4 种物质的回收率相比加水 3 ml 时平均下降 20%~30%,可能是因为鸡蛋中存在大量的蛋白质及脂肪等导致蛋液粘度较大,乙腈不能充分的分散于蛋液中,导致提取不充分,因此,选择加水量为 3 ml。最后,加入盐可提高水相极性,使得有机相和水相分离更完全,本试验分别考察了提取盐 I (4.0 g 无水硫酸镁+1.0 g 氯化钠)、提取盐 II (4.0 g 无水硫酸镁+1.0 g 乙酸钠)、提取盐 III (4.0 g 硫酸钠+1.0 g 氯化钠)、提取盐 IV (4.0 g 硫酸钠+1.0 g 乙酸钠)对氟虫腈及其代谢物进行提取,结果表明,提取盐 I 的提取效率优于其他三种方式;因此,本试验选择加入 3 ml 水分散鸡蛋基质,再加入 10 ml 乙腈进行提取,加入提取盐 I 进行盐析分层。

2.2 净化方式的优化

文献报道,氟虫腈及其代谢产物的净化方式有 PRIME HLB^[22]、QuEChERS^[18]及 d-SPE^[23]等。本试验考察了采用 HLB 固相萃取小柱及 EMR-Lipids 净

化管对鸡蛋加标样品(10 μg/kg)回收率的影响。HLB 净化步骤:准确吸取 1.2.2 中提取的乙腈层 2 ml 于 HLB 中,收集流出液,旋蒸蒸干,准确加入 1 ml 丙酮溶解,过 0.22 μm 有机相滤膜。结果表明,由于鸡蛋中含有大量的脂类和油类等直链有机物,采用 EMR-Lipids 净化管时,EMR 选择性吸附直链烃类结构物质,有效去除了鸡蛋中脂肪及磷脂等杂质,因此氟虫腈及其代谢产物具有更高的回收率,回收率范围为 92.0%~105.5%,因此选择 EMR-Lipids 净化管作为本试验的净化方式(见图 2),相比文献具有更好的回收率、更高的精密度^[22-23]及更低的检出限^[14]。氟虫腈及其代谢产物加标溶液(10 μg/L)的总离子流图见图 3。

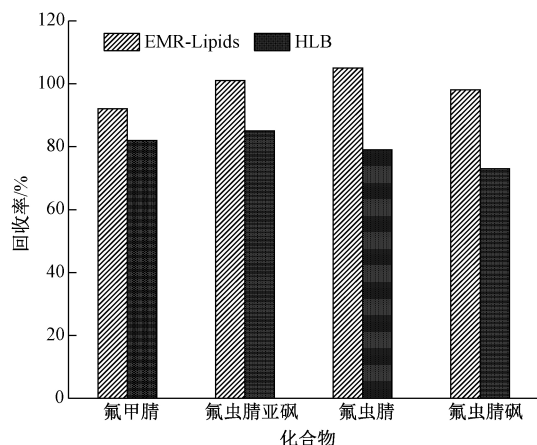


图2 净化方式对氟虫腈及其代谢产物回收率的影响

Figure 2 Effect of different purification method on the recoveries of fipronil and its metabolites

2.3 基质效应

基质效应普遍存在于质谱方法分析中,不同的样品基质具有不同的基质效应,文献报道,鸡蛋基质对氟虫腈及其代谢产物在液相色谱-串联质谱法上的响应表现为抑制作用^[14,21],也有文献报道在液相色谱-串联质谱上表现为增强效应^[24],暂未见 GC-MS/MS 检测鸡蛋中氟虫腈及其代谢产物的基质效应报道。本试验采用标准曲线法对氟虫腈及其代谢产物的基质效应进行考察,采用丙酮和空白鸡蛋基质溶液配制两条浓度一致的标准曲线。以空白基质标准曲线及丙酮标准曲线的斜率比值判定基质效应的情况,若斜率比值在 85%~115%之间,则认为不存在基质效应;若比值大于 115%,则认为存在基质增强效应;若比值小于 85%,则认为存在基质抑制效应。结果表明除氟虫腈亚砜不存在基质效应外,其他三种物质均存在一定程度的基质增强效应,见表 2。

2.4 方法的线性及检出限

为抵消鸡蛋中基质效应带来的影响,本试验选

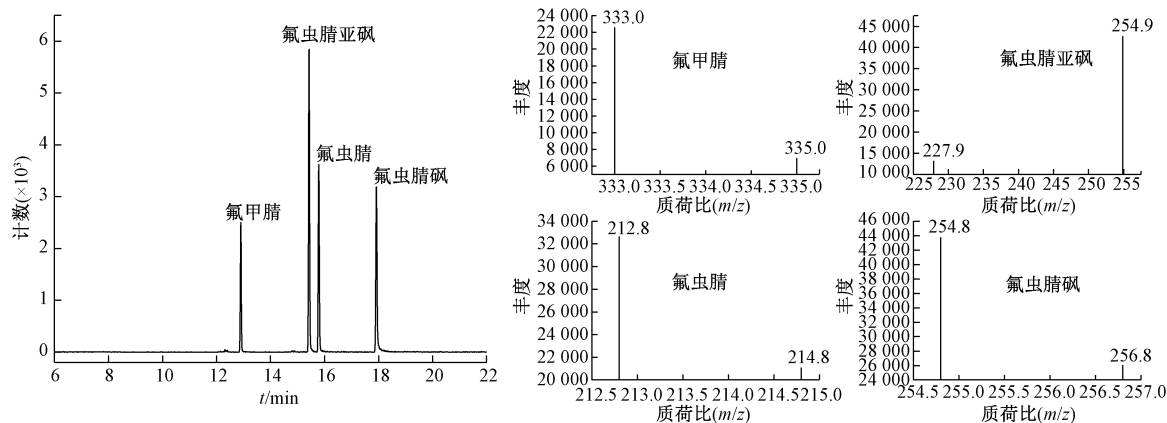


图3 氟虫腈及其代谢产物(10 μg/L)的总离子流图及二级质谱图

Figure 3 Total ion chromatogram (TIC) and MS/MS of fipronil and its metabolites (10 μg/L)

表2 氟虫腈及其代谢产物的标准曲线及基质标准曲线

Table 2 Standard curve and matrix standard curve of fipronil and metabolites

化合物	丙酮标准曲线	空白基质标准曲线	斜率比值/%
氟甲腈	$y = 556.5x - 111.3$	$y = 741.6x + 1057.6$	133.3
氟虫腈亚砷	$y = 1252.2x - 999.7$	$y = 1426.2x - 2181.2$	113.9
氟虫腈	$y = 755.1x + 810.3$	$y = 1046.3x - 2797.8$	138.6
氟虫腈砷	$y = 1149.4x + 845.6$	$y = 1635.3x - 2809.7$	142.3

择空白鸡蛋基质,按照 1.2.1 的方法配制基质标准曲线,基质标准系列浓度依次为 0、5、10、20、40、60 μg/L。采用外标法定量,以各物质浓度为横坐标,各定量离子峰面积为纵坐标绘制基质标准曲线。以空白鸡蛋样品添加标准溶液,按照 1.2 的方法进行试验,以信噪比为 3 计算检出限,以信噪比为 10 计算定量限。结果表明,氟虫腈及其代谢产物在 0~60 μg/L 线性关系良好,相关系数为 0.999 0~0.999 3,检出限为 0.5~0.8 μg/kg,定量限为 1.7~2.7 μg/kg,见表 3。

表3 氟虫腈及其代谢产物的检出限及线性参数

Table 3 Linear parameters and detection limits of fipronil and its metabolites

化合物	线性方程	相关系数 r	检出限 / (μg/kg)	定量限 / (μg/kg)
氟甲腈	$y = 741.6x + 1057.6$	0.999 1	0.8	2.7
氟虫腈亚砷	$y = 1426.2x - 2181.2$	0.999 3	0.5	1.7
氟虫腈	$y = 1046.3x - 2797.8$	0.999 0	0.6	2.0
氟虫腈砷	$y = 1635.3x - 2809.7$	0.999 1	0.7	2.4

2.5 回收率和精密度

向空白鸡蛋样品中加入标准溶液,在高(20.0 μg/kg)、中(10.0 μg/kg)、低(5.0 μg/kg)三个浓度水平进行加标回收率试验,每个浓度水平进行 6 次平行加标试验。氟虫腈及其代谢产物加标回收率

平均为 92.0%~115.5%,相对标准偏差(RSD)为 3.6%~6.8%,见表 4。结果表明,该方法的回收率高、精密度较好。

表4 鸡蛋样品中氟虫腈及其代谢产物的平均回收率和精密度(n=6)

Table 4 Precision and average recoveries of fipronil and its metabolites in eggs

化合物	加标值/(μg/kg)	回收率/%	RSD/%
氟甲腈	5.0	96.0	5.8
	10.0	92.0	4.1
	20.0	101.5	5.2
氟虫腈亚砷	5.0	102.0	4.3
	10.0	101.0	3.6
	20.0	112.5	5.8
氟虫腈	5.0	98.0	4.8
	10.0	105.0	4.5
	20.0	115.5	6.8
氟虫腈砷	5.0	96.0	4.6
	10.0	99.0	3.9
	20.0	98.5	4.9

2.6 实际样品的测定

向空白鸡蛋样品中加入不同浓度的标准溶液,模拟阳性鸡蛋样品。分别采用 GB 23200.115—2018《食品安全国家标准 鸡蛋中氟虫腈及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》^[25]及本方法进行测定,测定结果对比见表 5。以 SPSS 21.0 软件对检测结果进行独立样本 t 检验,结果显示两种方法检测结果差异无统计学意义(t = 0.986, P > 0.05),本法测定结果准确可靠。应用建立的方法对 20 份市售鸡蛋进行检测,4 份样品检出氟虫腈砷等物质,其中两份含量超过定量限,分别为 5.3 和 4.5 μg/kg。采用 GB 2763.1—2018《食品安全国家标准 食品中百草枯等 43 种农药最大残留限量》^[8]进行评价,均未超标。其中一份阳性样品的总离子流图见图 4。

表5 加标鸡蛋样品中氟虫腈及其代谢产物的测定结果
与国标方法结果对比 (n=6)

Table 5 Results of fipronil and its metabolites in spiked eggs compared with GB 23200.115-2018

化合物	加标值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	本方法测定值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	国标方法测定值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
氟甲腈	5.0	4.8	4.9
	10.0	9.2	9.4
	20.0	20.3	20.5
氟虫腈亚砷	5.0	5.1	5.2
	10.0	10.1	10.5
	20.0	21.5	20.8
氟虫腈	5.0	4.9	5.1
	10.0	10.5	10.3
	20.0	22.1	21.4
氟虫腈砷	5.0	4.8	5.0
	10.0	9.9	10.1
	20.0	19.7	20.3

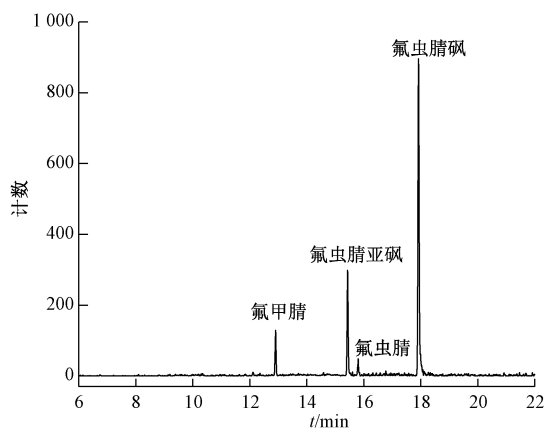


图4 阳性鸡蛋中氟虫腈及其代谢产物的总离子流图
Figure 4 Total ion chromatogram (TIC) of fipronil and its metabolites in positive eggs

3 小结

本试验建立了 QuEChERS-GC-MS/MS 测定鸡蛋中氟虫腈及其代谢产物的测定方法,本方法具有前处理快速、回收率好、灵敏度高等特点,适用于鸡蛋中氟虫腈及其代谢产物的准确检测。

参考文献

[1] 张芳芳,洪雅青,张幸.氟虫腈的毒理学研究进展[J].职业与健康,2008,24(20):2211-2213.
 [2] Fipronil C₁₂H₄C₁₂F₆N₄OS-PubChem [EB/OL]. (2017-08-08) [2019-07-08]. <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/3352>.
 [3] AAJOU D A, RAVANEL P, TISSUT M. Fipronil metabolism and dissipation in a simplified aquatic ecosystem[J]. J Agric Food Chem, 2003,51(5): 1347-1352.
 [4] 崔新仪,储晓刚,王大宁.氟虫腈及其代谢物的研究进展[J].农药,2008,47(2):87-89.
 [5] European Food Safety Authority. Reasoned opinion on the review of the existing maximum residue levels (MRLs) for fipronil

according to Article 12 of Regulation (EC) No 396/2005 [J]. EFSA J, 2012, 10(4): 2688.

[6] Information note on EU measures concerning the illegal use of fipronil on some poultry farms [EB/OL]. (2017-08-11) [2019-07-08]. https://ec.europa.eu/newsroom/sante/newsletter-specific-archive-issue.cfm? archetype = specific & newsletter_service_id = 327 & newsletter_issue_id = 4774 & page = 5 & fullDate = Wed%2008%20Nov%202017 & lang = default.
 [7] Electronic code of federal regulations [EB/OL]. (2017-08-14) [2019-07-08]. https://www.ecfr.gov/cgi-bin/text-idx? SID = 7d374018c676320413e95b52457cd224 & mc = true & node = se40.26.180_1517 & rgn = div8.
 [8] 中华人民共和国国家卫生健康委员会,中华人民共和国农业农村部,国家市场监督管理总局.食品安全国家标准食品中百草枯等43种农药最大残留限量:GB 2763.1—2018[S].北京:中国农业出版社,2018.
 [9] 杨光.欧洲“毒鸡蛋”事件背景下看我国的氟虫腈监管[J].农药市场信息,2017,21(23):16.
 [10] 香港检出毒鸡蛋已全部下架[J].兽医导刊,2017(17):77.
 [11] CHEN H, GAO G, LIU P, et al. Development and validation of an ultra performance liquid chromatography Q-exactive orbitrap mass spectrometry for the determination of fipronil and its metabolites in tea and chrysanthemum [J]. Food Chem, 2018, 246(11): 328-334.
 [12] BISWAS S, MONDAL R, MUKHERJEE A, et al. Simultaneous determination and risk assessment of fipronil and its metabolites in sugarcane, using GC-ECD and confirmation by GC-MS/MS [J]. Food Chem, 2019, 272(8): 559-567.
 [13] 胡贞贞,蔡海江,宋伟华.茶叶中氟虫腈等8种农药残留的液相色谱-串联质谱法测定及不确定度评定[J].色谱,2012,30(9):889-895.
 [14] 何曼莉,李敏青,徐娟,等.气相色谱法和高效液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中氟虫腈及代谢物残留[J].食品安全质量检测学报,2018,9(6):1314-1320.
 [15] 吴洁珊,蔡勤仁,任永霞,等.气相色谱法快速测定蛋中氟虫腈及其代谢物[J].食品安全质量检测学报,2018,9(6):1358-1361.
 [16] 刘璇.气相色谱-质谱法测定鸡蛋中氟虫腈的3种前处理方法比较[J].中国卫生检验杂志,2018,28(11):1303-1305.
 [17] LI X J, LI H M, MA W, et al. Development of precise GC-EI-MS method to determine the residual fipronil and its metabolites in chicken egg [J]. Food Chem, 2019, 281(12): 85-90.
 [18] 邓武剑,吴卫东,赵旭,等.气相色谱-三重四极杆质谱法快速检测鸡蛋中氟虫腈及其代谢物 [J]. 色谱, 2018, 36(6): 547-551.
 [19] 陈沙,朱作为,黄宗兰,等.气相色谱三重四极杆串联质谱法测定鸡蛋和鸡肉中氟虫腈及其代谢物残留量的研究 [J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(6): 1284-1289.
 [20] GUO Q Z, ZHAO S, ZHANG J, et al. Determination of fipronil and its metabolites in chicken egg, muscle and cake by a modified QuEChERS method coupled with LC-MS/MS [J]. Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess, 2018, 35(8): 1543-1552.
 [21] ZHANG M Y, BIAN K, ZHOU T, et al. Determination of residual fipronil in chicken egg and muscle by LC-MS/MS [J]. J Chroma

- B, 2016, 1014(1): 31-36.
- [22] 刘善菁, 刘雨昕, 陆桂萍, 等. 液相色谱-四极杆-静电场轨道阱高分辨质谱测定鸡蛋及鸡肉中氟虫腈及其代谢物残留的研究[J]. 中国兽药杂志, 2017, 51(10): 29-38.
- [23] 吕冰, 尹帅星, 陈达伟, 等. QuEChERS-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱测定动物性食品中氟虫腈及其代谢物残留[J]. 分析测试学报, 2017, 36(12): 1424-1430.
- [24] 李晶, 马勤川, 王琢, 等. 液相色谱-串联质谱法测定鸡蛋中氟虫腈及其代谢物的残留量[J]. 现代食品科技, 2019, 35(1): 274-280.
- [25] 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 中华人民共和国农业农村部, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准 鸡蛋中氟虫腈及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法: GB 23200.115—2018[S]. 北京: 中国农业出版社, 2018.

· 资讯 ·

新加坡修订并执行新的婴儿配方乳粉标签和广告要求

近日,新加坡环境和水资源部发布有关《食品条例》的2号修正案,修订关于婴儿配方乳粉的标签和广告要求,主要涉及条例第252条(婴儿配方乳粉产品标准)和254条(婴儿配方乳粉的标签要求),修正内容于2019年9月1日起正式生效。

一、有关婴儿配方乳粉标签和广告要求修订背景介绍

继2017年11月修订《食品销售法》(SOFA)以加强消费者保护后,新加坡食品局(SFA)提议对应修订《食品条例》,以加强对婴儿配方奶粉的标签和广告要求。2017年11月10日至12月15日期间,SFA就《食品条例》关于婴幼儿配方乳粉(不超过12月龄者)的标签和广告的拟议修订进行了公众咨询。在公众咨询结束时共收到7条评论,SFA对应回应了利益相关方的所有意见,审议、审核了每份提交的内容及对应的关键问题,最终确定了关于婴儿配方奶粉标签和广告的《食品条例》的修订范围。

二、实际修订内容简介

此次有关婴儿配方食品标签和广告的修订主要包括:(1)对不含乳糖、低乳糖的婴儿配方乳粉规定了总乳糖含量(大于10 mg/100 kcal);(2)新增对产品的相关声明引导词及具体表述内容的要求;(3)新增对婴儿配方乳粉禁止声明的标签和广告用语并给与示例说明、允许声明的情形,以及对无乳糖或低乳糖婴儿配方乳粉的标签要求等内容。

1. 该法规适用范围

本次修订产品主要针对年龄小于12月龄者的液体或粉状的婴儿配方乳粉,不适用于特殊医疗用途婴儿配方乳粉,也不适用于6月龄以上婴儿的辅食产品(谷物和水果泥等)。

2. 本法规禁止有关健康声称的要求不适用于商标

这主要是回应了公众咨询过程中关于“禁止在标签和广告上禁止”健康声明“是否可能与商标所有者在国内和国际法下的权利相冲突”的疑问。

3. 不含乳糖、低乳糖的婴儿配方乳粉总乳糖含量不得大于10 mg/100 kcal

关于这个要求,SFA给出的解释是:这是为了保护消费者,使购买者不会“自开药方”并根据标签上的声明(例如,适合乳糖不耐症)购买婴儿配方奶粉。只有当产品总乳糖含量不大于10 mg/100 kcal时,才允许声明该婴儿配方奶粉适合乳糖不耐受的婴儿。

4. 有关禁止声明的标签或广告要求

在本次修正案中,多次出现了相关禁止示例,主要是回应了公众关于“明确标准和对婴儿配方奶粉的标签和广告的禁止声明”缺乏成分的详细示例。比如,声明、建议或暗示婴儿配方奶粉是浓缩或强化的,或是这些成分的优质来源是给出的禁止声明示例包括:(a)“DHA的优质来源”;(b)“DHA高出25%”;(c)“核苷酸含量高”;(d)“富含核苷酸”。

5. 新增允许声明的情形说明

在《食品条例》第254条新增第(4)款内容:任何婴儿配方奶粉的任何包装上的标签或关于该产品的广告,均可包含陈述、建议或暗示婴儿配方奶粉中存在水解乳蛋白或乳清蛋白的声明。

6. 新增对无乳糖或低乳糖婴儿配方乳粉的标示要求

在满足其他相关条款要求的情况下,任何以无乳糖或低乳糖出售或将要出售的婴儿配方乳粉的包装的标签必须包括如下信息:(a)“无乳糖”或“低乳糖”,或类似含量的词;(b)标签上营养成分表的应详细说明婴儿配方奶粉中乳糖的确切含量;(c)如果婴儿配方奶粉是由除大豆以外的蛋白质来源制造的,则关于“不适合具有半乳糖血症的婴儿”的表述要与(a)项所述的字体和尺寸相同,并与其位置非常接近。

三、关于过渡期的说明

在新的修正案正式生效之后,法规的实施备受关注,为此,SFA发布了配套的问答文件作为指导,帮助食品行业更好地理解本次修订的内容。按照该文件的说明:该法规已按预期目标在2019年9月之前在公报上发布,但给予行业12个月的过渡期消耗处理不符合新规的产品。

(来源食品伙伴网,相关链接:<http://news.foodmate.net/2019/09/532828.html>)