

LCMS-8060 检测鸡蛋中的氟虫腈及其代谢物

中国的国家标准 GB2763-2016《食品中农药最大残留限量》中规定，氟虫腈在植物源性食品中限量在 0.02-0.1mg/kg 之间，其中鸡蛋的限量为 0.02mg/kg，日本肯定列表中规定鸡蛋中氟虫腈最大残留限量为 0.02mg/kg，欧盟最严格，在 (EU) No.1127/2014 中规定蛋类中氟虫腈的残留限量为 0.005mg/kg。

样品前处理方法：

取 2g 鸡蛋或鸡肉（精确至 0.01g）试样于 50mL 离心管中，加入 10mL 乙腈，涡旋 30s，超声提取 30min，4℃ 下 10000 r/min 离心 5 min，将上清液转移至含有 1g NaCl 的 15mL 离心管中，摇匀后离心 2 min，取上层 2mL 通过 PRiME HLB（3cc，60mg）小柱，流出液供 LC-MS/MS 测定。

仪器及参数：

仪器及型号：岛津 LCMS-8060 液相色谱三重四极杆质谱

离子源：电喷雾离子源 (ESI-)；离子源接口电压：1.5kV；雾化气为氮气，3.0 L/min；加热气为空气，10 L/min；干燥气为氮气，10 L/min；碰撞气为氩气；离子源接口温度：300℃；脱溶剂管温度：250℃；加热模块温度：400℃；扫描模式为多反应监测 (MRM)；延迟时间：3 ms；MRM 参数：见表 1。

表 1 目标化合物 MRM 参数

物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞		
			Q1 (V)	能量 (V)	Q3 (V)
氟虫腈	435.0	250.0	16	28	15
		330.0	21	17	10
氟甲腈	387.0	351.0	11	15	11
		282.0	14	31	12
氟虫腈砜	451.0	415.0	12	17	13
		282.0	17	28	17
氟虫腈亚砜	419.0	262.0	16	28	15
		383.0	21	17	10

液相色谱条件

色谱柱：Waters ACQUITY UPLC®BEH C18 (1.7 μm, 2.1 mm × 100 mm)；进样体积：

5 μ L; 流速: 0.3 mL/min; 色谱柱温度: 40 $^{\circ}$ C。流动相 A: 水, 流动相 B: 乙腈, 梯度洗脱 B 相初始浓度为 60% (详见表 2)。各目标化合物色谱图见图 1-1。

表 2 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	40	60
0.5	40	60
3	0	100
3.5	0	100
3.6	40	60
5.5	40	60

实验结果:

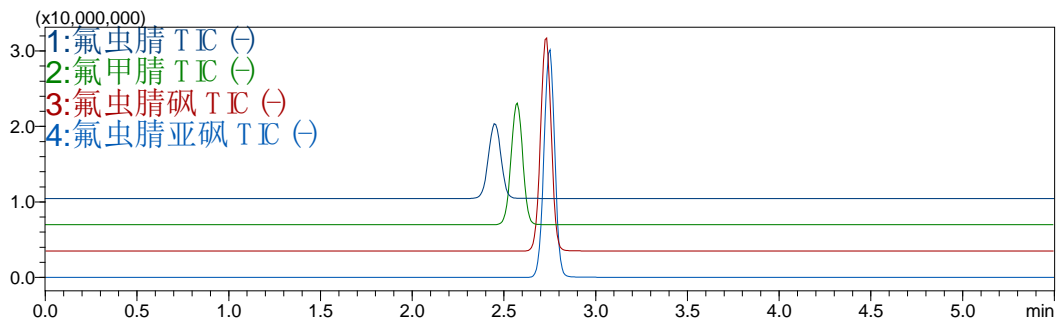


图 1 氟虫腈及其三种代谢产物谱图 (5 μ g/L)

加标浓度为 0.2-20.0 μ g/kg 时, 该方法对鸡蛋和鸡肉的加标回收率为 81-105% 之间, 4 种目标物的定量限为 0.1 μ g/kg。使用 LCMS-8060 可以快速准确地检测出鸡蛋中的氟虫腈及其三种代谢物。