

鸡蛋中氟虫腈的 LC-MS/MS 和 GC-MS/MS 测定

分析原理:

采用乙腈提取，PSA 分散固相萃取净化，LC-MS/MS 或者 GC-MS/MS 测定，两者检测限（LOD）均为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限（LOQ）均为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

实验操作步骤:

1、制样

500~1000g 鸡蛋，匀浆，冷冻保存。

2、提取

5g 匀浆后的样品，加醋酸 20 μL ，加水 5mL，加乙腈 20mL 于 50mL 塑料离心管，振荡提取 20min，超声 10min，加入氯化钠 1g，无水硫酸镁 5g，混匀，8000rpm 离心 5min，上清液备用。

3、净化

取提取液 3mL，加 0.15g 无水硫酸镁和 0.15g PSA,混匀，静置 5min，10000rpm 离心 5min。

4、LC-MS/MS 测定

取 1mL 净化液，35 $^{\circ}\text{C}$ 氮吹至近干，加入 1mL 50% 乙腈/水溶解残渣，过滤膜后测定。

5、GC-MS/MS 测定

取 1mL 净化液，35 $^{\circ}\text{C}$ 氮吹至近干，加入 1mL 30% 丙酮/环己烷溶解残渣，3000rpm 离心 5min 后测定。

仪器条件及参数:

1、岛津 LCMS-8060 参考条件

液相色谱参考条件

色谱柱: C18, 100 mm x 2.1 mm, 粒径 1.7 μm 或相当色谱柱;

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$;

进样量: 2 μL ;

流动相：A 为 4 mmol/L 甲酸，B 为甲醇；

梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.01	70	30
5.0	10	90
6.5	10	90
7.0	70	30
10.0	70	30

质谱参考条件：

离子源：ESI-；

离子源接口电压：4.5 kV；

雾化气：氮气 3.0 L/min；

干燥气：氮气 10 L/min；

加热气：空气 10 L/min；

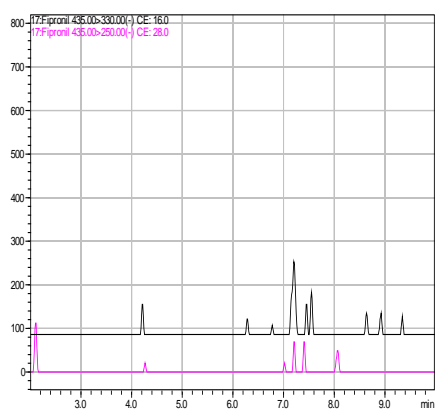
碰撞气：氩气；

脱溶剂管温度：250 °C；

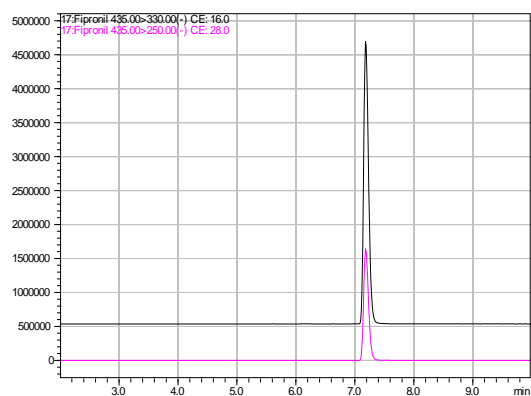
加热块温度：350 °C；

接口温度：250 °C；

多反应监测 MRM：435>330(16eV)、435>250(28eV)。



LC-MS/MS 鸡蛋阴性样品图



LC-MS/MS 标准溶液色谱图

2、岛津 GCMS-TQ8040 参考条件

气相色谱参考条件

色谱柱: Rxi-5MS (30m×0.25mm×0.25um) ;

进样口温度: 260℃, 不分流进样。

柱温程序: 初始温度 50℃, 保持 1 min; 20℃/min; 125℃, 保持 0 min;

10℃/min; 290℃, 保持 5min;

接口温度 280℃;

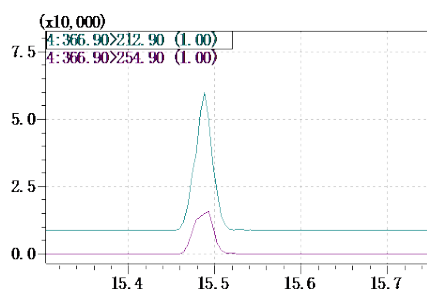
恒压模式, 80psi。

质谱条件

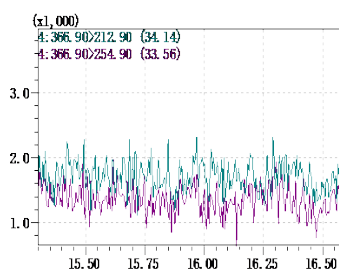
离子源温度 200℃, 溶剂延迟时间 5 min;

多反应监测 MRM: 367>213(30eV)、367>255(22eV)。

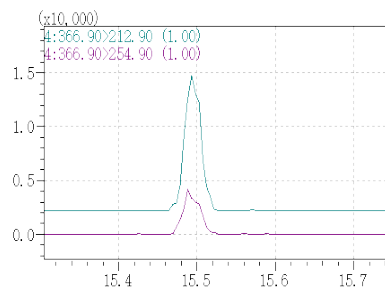
参考色谱图



氟虫腈标准溶液色谱图



鸡蛋阴性样品色谱图



鸡蛋阳性样品色谱图

结论:

以上两种不同仪器的检测方法, 其检出限均为 1 µg/kg, 定量限 2 µg/kg, 线性范围 2-200 µg/kg, 回收率 70-120%。