

## QuEChERS 方法检测鸡蛋中氟虫腈

SGLC-LC/MS-019

**摘要：**本方案建立了鸡蛋中氟虫腈及其代谢物（氟虫腈砒、氟虫腈硫醚、氟甲腈）同时测定的方法。采用岛津的 SHIMSEN QuEChERS 产品对鸡蛋样品进行净化，Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离，串联质谱检测分析。对空白样 5.0 µg/kg 和 20.0 µg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 5 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，20.0 µg/kg 加标浓度的加标回收率为 98.53%-103.90%，RSD 为 1.21%-2.53%；5.0 µg/kg 加标浓度的加标回收率为 95.81%-101.47%，RSD 为 1.10%-3.45%。该方法操作简单，回收率高，重现性好。该方法适用于鸡蛋等动物源性样品中的氟虫腈、氟虫腈砒、氟虫腈硫醚、氟甲腈的同时测定。

**关键词：**SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用方法包 鸡蛋 氟虫腈 LC-MSMS

### 1. 实验部分

#### 1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：Shimadzu LC-30A 与 LCMS-8050 联用系统；

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (50×2.1 mm, 2 µm; P/N: 227-30001-02)；

SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用提取包 (QuEChERS Extract Tubes for Vet Drugs In Foods; P/N 380-00155)；

SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用净化包 (QuEChERS Dispersive Tubes for Vet Drugs In Foods; P/N 380-00112)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

#### 1.2 分析条件

##### UHPLC 条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18, 50×2.1 mm, 2 µm (P/N: 227-30001-02)

流 速：0.4 mL/min

进样量：0.2 µL

柱 温：40 °C

流动相： A: 1 mM 乙酸铵      B: 甲醇

梯度洗脱程序如下：

时间 (Min)	0	1.5	2.5	2.51	4
A (%)	25	5	5	25	25
B (%)	75	95	95	75	75

### 质谱条件

离子化模式：ESI，负离子扫描

扫描模式：多反应监测(MRM)

碰撞气：氩气

加热气：氮气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300℃

DL 温度：250 ℃

加热模块温度：400 ℃

各化合物 MRM 参数见下表

序号	兽药名称	前体离子 (m/z)	产物离子 (m/z)	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
1	氟甲腈	386.9	351.0	19	16	17
		386.9	282.0	19	31	19
2	氟虫腈	434.8	329.9	21	17	16
		434.8	249.9	21	28	17
3	氟虫腈硫醚	418.9	383.0	21	14	18
		418.9	261.8	21	28	17
4	氟虫腈砒	450.9	282.0	22	27	13
		450.9	415.0	22	17	20

## 1.3 样品前处理

### 1.3.1 样品提取

称取样品 2.0 g，加 5 mL 1% 乙酸乙腈，手动振摇 1 min，加入 SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用提取包（380-00155 QuEChERS Extract Tubes for Vet Drugs In Foods 50/p），手动振摇 1 min，10℃ 8000 rpm 离心 5 min，取 1mL 上清液待净化。流程图见下图 1。

### 1.3.2 样品净化

将 1 mL 提取液转移至 SHIMSEN QuEChERS 多兽残专用净化包（380-00112 QuEChERS Dispersive Tubes for Vet Drugs In Foods 100/p）中，涡旋混合 1 min，12000 rpm 离心 2 min，取上清液，过 0.22 μm 微孔

滤膜，进 LC-MS/MS 分析。流程图见下图 1。

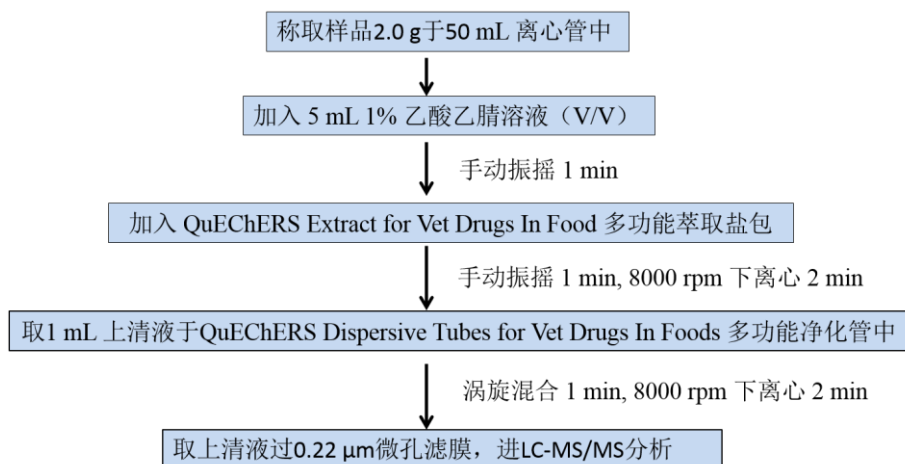
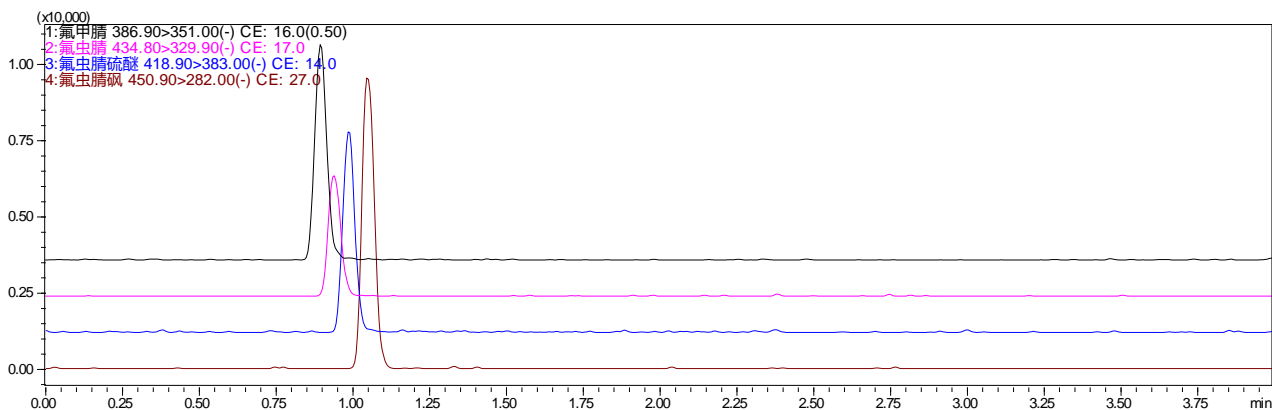


图 1 样品提取净化流程图

## 2. 结果及讨论

### 2.1 标准品的 MRM 色谱图



4 个标准品的 MRM 色谱图 (1 $\mu$ g/L)

### 2.2 鸡蛋中氟虫腈及其代谢物的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将空白样品进行 20.0  $\mu$ g/kg 和 5.0  $\mu$ g/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 5 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：20.0  $\mu$ g/kg 加标浓度的加标回收率为 98.53%-103.90%，RSD 为 1.21%-2.53%；5.0  $\mu$ g/kg 加标浓度的加标回收率为 95.81%-101.47%，RSD 为 1.10%-3.45%。

实验结果	回收率 (添加水平: 20 $\mu$ g/kg)				回收率 (添加水平: 5 $\mu$ g/kg)			
	氟甲腈	氟虫腈	氟虫腈硫醚	氟虫腈砒	氟甲腈	氟虫腈	氟虫腈硫醚	氟虫腈砒
回收率 (%)	102.72	101.58	103.90	106.01	95.88	100.60	99.62	99.39
	100.68	100.88	102.22	103.52	99.56	99.74	98.51	101.40
	100.31	98.09	98.53	102.77	100.08	95.81	106.37	100.45
	99.67	99.91	99.70	100.08	101.47	100.12	97.89	99.89
	99.89	100.24	97.90	102.75	97.93	102.86	99.04	98.47

平均回收 (%)	100.65	100.14	100.45	103.02	98.98	99.82	100.29	99.92
RSD(%)	1.21	1.31	2.53	2.06	2.17	2.55	3.45	1.10

### 3. 结论

本方案建立了鸡蛋中氟虫腈及其代谢物（氟虫腈砒、氟虫腈硫醚、氟甲腈）同时测定的方法。采用岛津的 SHIMSEN QuEChERS 产品对鸡蛋样品进行净化，Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离，串联质谱检测分析。对空白样 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 20.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 5 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，20.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标浓度的加标回收率为 98.53%-103.90%，RSD 为 1.21%-2.53%；5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标浓度的加标回收率为 95.81%-101.47%，RSD 为 1.10%-3.45%。该方法操作简单，回收率高，重现性好。该方法适用于鸡蛋等动物源性样品中的氟虫腈、氟虫腈砒、氟虫腈硫醚、氟甲腈的同时测定。