

鸡蛋中氟虫腈的测定

SGLC-LC/MS-020

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 InertSep HLB 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 3 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 98.36%-106.42%, RSD 为 0.78%-3.41%; 5.0 µg/kg 加标浓度的加标回收率为 100.41%-109.087%, RSD 为 0.55%-3.51%。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：InertSep HLB 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);

固相萃取小柱: InertSep HLB 60 mg/3 mL (P/N: 5010-81973) ;

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 °C

DL 温度: 250 °C

加热模块温度: 400 °C

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 2 mL 水, 涡旋混匀, 加 5 mL 乙腈, 涡旋混匀, 加 2 g 氯化钠, 手动振摇 1 min, 8000 rpm 离心 2 min, 取 1 mL 上清液, 加 10 mL 水混匀待净化。流程图见下图 1。

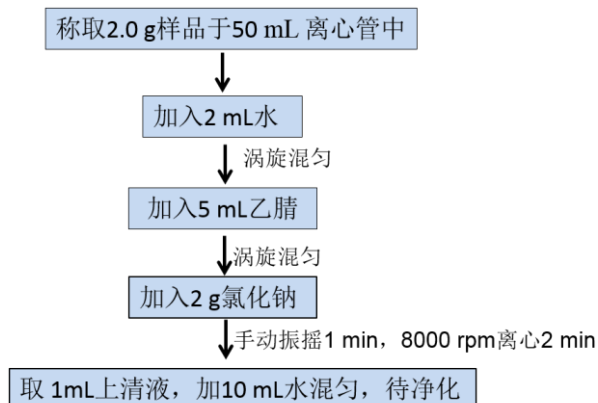


图 1 样品提取流程图

1.3.2 样品净化

InertSep HLB 60 mg/3 mL

3 mL 甲醇、3 mL 水活化，弃去流出液；待净化液上样，弃去流出液；2 mL 水、2 mL 5%甲醇水淋洗，弃去流出液；减压抽干小柱 5 min；2 mL 乙腈洗脱，收集流出液；将洗脱液用乙腈定容至 2 mL，涡旋混匀，过 0.22 μm 微孔滤膜，供 LC-MS/MS 分析。流程图见图 2。

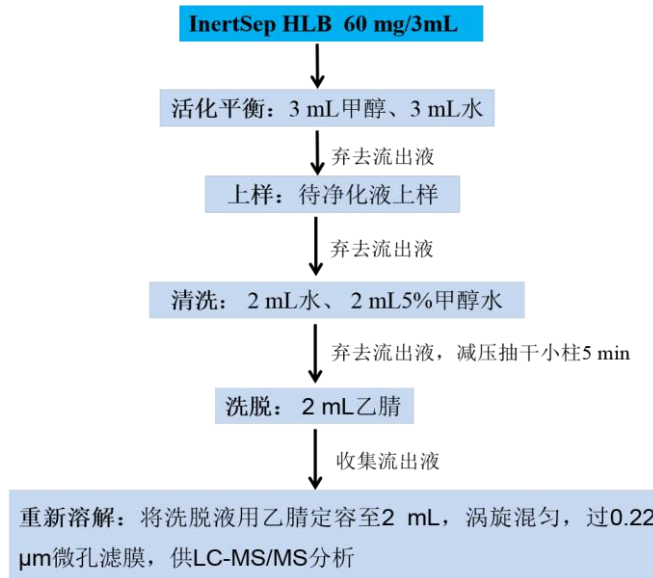
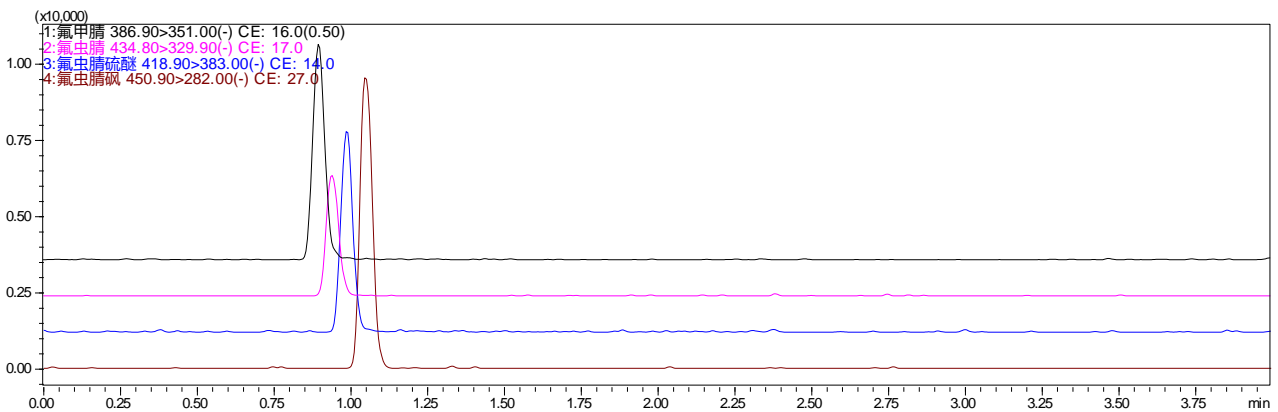


图 1 样品提取净化流程图

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 μg/L)

2.2 鸡蛋中氟虫脲及其代谢物的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将空白样品进行 20.0 μg/kg 和 5.0 μg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样

品考察回收率和 RSD, 具体结果如下: 20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的加标回收率为 98.36%-106.42%, RSD 为 0.78%-3.41%; 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的加标回收率为 100.41%-109.087%, RSD 为 0.55%-3.51%。

实验结果	回收率 (添加水平: 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)				回收率 (添加水平: 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$)			
	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 (%)	100.41	102.82	105.89	94.80	102.29	102.77	100.73	100.12
	102.86	103.00	101.69	104.03	104.13	103.24	99.81	106.42
	101.28	101.95	109.08	102.78	97.45	101.68	98.36	98.72
平均回收 (%)	101.52	102.59	105.55	100.54	101.29	102.56	99.63	101.75
RSD(%)	1.22	0.55	3.51	4.98	3.41	0.78	1.20	4.03

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 InertSep HLB 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 3 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 98.36%-106.42%, RSD 为 0.78%-3.41%; 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的加标回收率为 100.41%-109.087%, RSD 为 0.55%-3.51%。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。