

动物性食品中五氯酚残留量的测定 (Copure® MAX)

GB 23200.92-2016 《食品安全国家标准 动物源性食品中五氯酚残留量的测定 液相色谱 - 质谱法》

五氯酚作为氯代烃类杀虫剂和灭真菌剂，具有低成本优势，被广泛地用作农业杀虫剂、除草剂和木材防腐剂，其化学性质稳定，残留时间长，难以降解，具有较高的水溶性。本实验参考国标 GB 23200.92-2016 对样品前处理进行优化后，建立了一个稳定可靠，回收率高，且适合动物源性食品中五氯酚残留量测定的 SPE-UPLC-MS/MS 方法。

一、样品提取

称取试样 2.0 g (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 8 % 三乙胺的乙腈 - 水溶液 (8:2, v/v)，涡旋混匀 5 min，超声提取 5 min，在 10000 r/min 离心 5 min，取上清液于另一支干净试管中，残渣重复提取 1 次，合并提取液，待净化。(注：若合并后的上清液较浑浊，可再次进行离心)

二、样品净化 (Copure® MAX, 60mg/3mL)

活化：依次用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化 Copure® MAX 固相萃取小柱；

上样：取待净化液加入已活化好的固相萃取小柱；

淋洗：依次用 5 mL 5 % 氨水溶液、5 mL 甲醇和 5 mL 2 % 甲酸甲醇溶液淋洗；

洗脱：用 4 mL 8 % 甲酸甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，于 40 °C 水浴下氮吹浓缩至 1 mL 左右，用水定容至 2 mL，涡旋，过 PTFE 亲水滤膜，上机测试。

标曲配制

选同类型空白样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，加入适量的标液后与样品一同于 40 °C 下水浴氮吹浓缩至 1 mL 左右，用水定容至 2 mL，配制浓度点为 0.5 ng/mL、1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL 的系列标准溶液。

三、仪器条件 (Thermo Fisher TSQ Endura)

液相部分：

色谱柱：Commasil® Coreshell C18(2.1 mm×100 mm, 1.7 μm)

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液 (含 0.1 % 甲酸)

B：甲醇

流速：0.35 mL/min 柱温：35 °C 进样量：5 μL

洗脱程序：梯度洗脱表 1

表 1

| 时间 /min | A/% | B/% |
|---------|-----|-----|
| 0.0 | 60 | 40 |
| 0.2 | 60 | 40 |
| 1.0 | 10 | 90 |
| 3.0 | 10 | 90 |
| 3.1 | 60 | 40 |
| 5.0 | 60 | 40 |

质谱条件：

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V 鞘气压力：40 arb

辅气压力：10 arb 离子传输管：380 °C 辅气温度：420 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

| 名称 | 定量离子对 (m/z) | 定性离子对 (m/z) |
|-----|--------------|-------------------------------------|
| 五氯酚 | 262.7>262.7* | 264.7>264.7、266.7>266.7、268.7>268.7 |

四、实验结果

5.1 测试数据

表 3 加标回收率结果

| 目标化合物 | 添加水平 (μg/kg) | 猪肉 | | 鸡肉 | |
|-------|--------------|---------|---------------|---------|---------------|
| | | 回收率 (%) | RSD (%) (n=3) | 回收率 (%) | RSD (%) (n=3) |
| 五氯酚 | 1.00 | 88.6 | 3.33 | 89.2 | 4.58 |
| | 2.00 | 92.9 | 2.46 | 93.8 | 2.31 |

5.2 测试色谱图

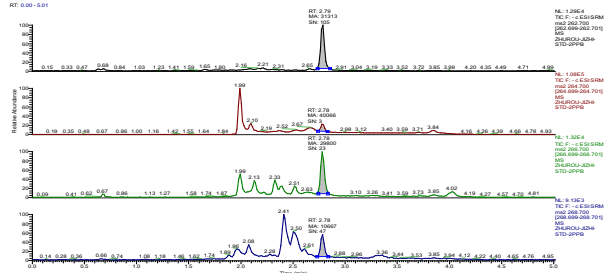


图 1 猪肉加标 (2.00μg/kg) 总离子流图

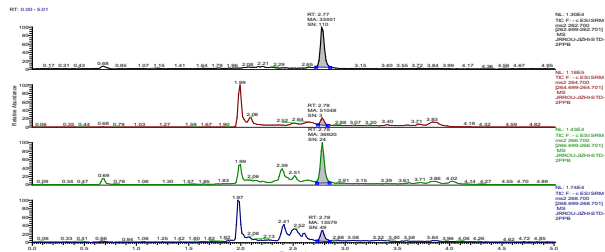


图 2 鸡肉加标 (2.00μg/kg) 总离子流图

订购信息

| 货号 | 描述 | 包装 |
|------------------|--------------------------------------|-----------|
| COMAX360 | Copure®MAX 固相萃取柱, 60mg/3mL | 50 支 / 盒 |
| SDC-3000-D | biocomma® 多管涡旋混匀仪 | 1 台 / 箱 |
| BN24 | 智能水浴氮吹仪 | 1 台 / 箱 |
| SF130-22-PTFE-HL | 针式过滤器, 亲水 PTFE, 直径 13mm, 孔径 0.22μm | 100 个 / 盒 |
| SC2-1 | 2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425 | 100 个 / 盒 |
| V2-AL | 2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425 | 100 个 / 盒 |