

# 生姜中涕灭威及其代谢物检测的固相萃取方法 (Copure® NH<sub>2</sub>)

《SN/T 2441-2010 进出口食品中涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒残留量检测方法液相色谱 - 质谱 / 质谱法》

## 一、样品提取

称取经粉碎的 5.00 g 生姜试样 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 均质 2 min, 振荡提取 20 min, 上清液过无水硫酸钠收集到分液漏斗中, 残渣再加入 20 mL 乙腈, 重复上述操作一次, 合并 2 次滤液, 加入 20 mL 用乙腈饱和的正己烷, 振荡 10 min, 静置分层, 弃去正己烷层, 乙腈层于 40°C 下旋转蒸发浓缩至干, 用 2 mL 甲醇 - 二氯甲烷 (1:99,v/v) 溶解, 待净化。

## 二、SPE 柱净化 (Copure® NH<sub>2</sub>, 500 mg/3 mL)

**活化:** 加入 5 mL 甲醇 - 二氯甲烷 (1:99,v/v) 活化, 弃去流出液。

**上样:** 加入待净化液, 流速控制在 1 mL/min 内, 收集流出液。

**洗脱:** 用 5 mL 乙腈洗脱, 接收流出液, 并重复一次, 合并步骤 (2)、(3) 流出液。

**浓缩定容:** 40°C 缓慢氮气流条件下吹至近干 (约 0.5 mL) 后烘干, 用 1.0 mL 乙腈 - 0.1% 甲酸水溶液 (10:90,v/v) 定容至 1 mL, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 上 LC-MS/MS 测定。

## 三、仪器条件

质谱仪: API 4000

色谱柱: Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相: A: 乙腈

B: 0.05% 甲酸水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	10.0	90.0
1.5	10.0	90.0
4.0	100.0	0.0
8.0	100.0	0.0
8.1	10.0	90.0
13.0	10.0	90.0

流速: 0.3 mL/min

柱温: 30°C

进样量: 5 μL

离子源: 电喷雾 (ESI)

扫描模式: 正离子

检测方式: 多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	30
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	600
Interface Heater(ihe)	On

表 3 涕灭威、涕灭威砒及涕灭威亚砒的母离子和子离子参数表

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.47	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
涕灭威亚砒	2.86	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威砒	5.40	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12

## 四、实验结果

表 4 10.0 μg/kg 生姜中涕灭威、涕灭威砒及涕灭威亚砒的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
涕灭威	89.2	96.7	92.9	92.9	4.0
涕灭威砒	94.6	87.0	92.4	91.3	4.3
涕灭威亚砒	94.6	93.3	90.0	92.6	2.6

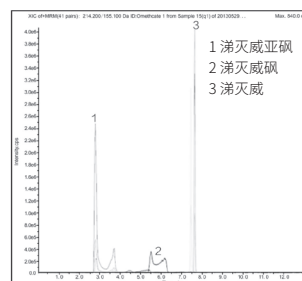


图 1 涕灭威及其代谢物总离子流图

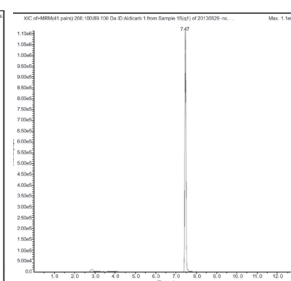


图 2 涕灭威 (Aldicarb)(208.1/89.1) 质谱图

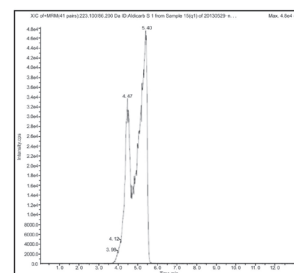


图 3 涕灭威砒 (Aldicarb S)(223.1/86.2) 质谱图

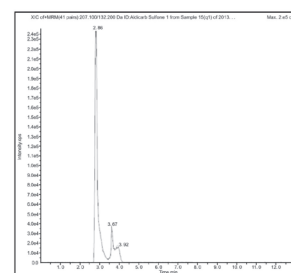


图 4 涕灭威亚砒 (Aldicarb Sulfone)(207.1/132.2) 质谱图

## 订购信息

货号	描述	包装
CONH3500	Copure® NH <sub>2</sub> 固相萃取柱, 500 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 / φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 不开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒