

# 动物源性食品中五氯酚残留量的LC-MS/MS定量分析检测

## Determination of pentachlorophenol residue in animal-derived foods by LC-MS /MS

张小刚<sup>1</sup>, 王霞<sup>2</sup>, 杨总<sup>1</sup>, 刘冰洁<sup>1</sup>, 郭立海<sup>1</sup>

Zhang Xiaogang<sup>1</sup>, Wang Xia<sup>2</sup>, Yang Zong<sup>1</sup>, Liu Bingjie<sup>1</sup>, Guo Lihai<sup>1</sup>

SCIEX应用支持中心, 中国<sup>1</sup>, 上海市农产品质量安全中心<sup>2</sup>

SCIEX Application Support Center, China<sup>1</sup>, Shanghai Center of Agri-products Quality and Safety<sup>2</sup>

**Keywords:** animal-derived foods, pentachlorophenol

### 引言

五氯酚 (Pentachlorophenol, PCP) 及其钠是一种高毒有机氯农药, 常被当作除草剂、杀虫剂等使用。五氯酚具有致畸、致癌、致突变等毒副作用, 其化学性质稳定难以降解, 残存于水体、土壤中并通过食物链进入高等动物体内影响人体安全。目前五氯酚钠残留量的分析方法主要有气相法、气相色谱-质谱法、高效液相色谱法、液相色谱-串联质谱法等。气相色谱法和气质色谱法需柱前衍生, 操作相对繁琐, 液相色谱法易出现假阳性, 液相色谱-串联质谱法具有选择性好、灵敏度高特性, 目前广泛应用于五氯酚钠的测定。目前测定五氯酚的液质联用标准主要为GB 23200.92-2016, 然而在实验过程中会遇到诸多问题, 例如前处理操作不当会导致回收率偏低、色谱分离不好会有严重的基质干扰等问题。基于此本文采用SCIEX液相色谱串联三重四极杆质谱建立了动物源性食品中五氯酚的快速定量分析检测方法以解决五氯酚测定问题。

### 本实验方法具有如下特点:

- 1、详细优化了色谱条件, 有效的避开基质干扰, 定量结果更准确。
- 2、回收率高、稳定性好: 肉空白基质添加1.0 µg/kg 和5.0 µg/kg 两个浓度, 每个添加浓度重复6次, 平均回收率分别是80.5%和96.4% (n=6), 相对标准偏差小于3.1%。

- 3、该方案解决了回收率偏低的问题: 氮吹不宜吹干, 定容液用PTFE膜进行过滤。

### 1 实验方法

#### 1.1 样品前处理

称取试样2 g (精确到0.01 g) 于50 mL离心管中, 加入5 mL 5% 三乙胺的乙腈-水溶液均质1 min。10000 r/min离心5 min, 收集上清液于一具刻度离心管中。离心后的残渣再用5 mL 5%三乙胺的乙腈-水溶液重复提取1次, 合并上清液。将上清液转入经甲醇和水预处理过的MAX固相萃取柱中, 弃去流出液。依次用5 mL 5%氨水溶液、5 mL甲醇、5 mL 2% 甲酸的甲醇-水溶液淋洗, 抽干。以5 mL 8%甲酸甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液, 于40 °C水浴下吹氮浓缩低于2 mL, 用水定容至2 mL, 涡旋混匀, 过0.22 µm PTFE滤膜, 供测定。

#### 1.2 液相色谱条件

液相系统: SCIEX ExionLC™ AD 系统

色谱柱: Phenomenex C18 (100 × 2.1 mm, 1.7 µm)

流动相: A为5 mmol/L乙酸铵溶液, B为甲醇

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40°C

洗脱程序: 梯度洗脱 (表1)

表1. 液相梯度洗脱

Time (min)	A%	B%
0.0	85	15
0.5	85	15
4.0	5	95
6.0	5	95
6.1	85	15
8.0	85	15

### 1.3 质谱条件

扫描模式：多反应监测MRM，负离子模式，MRM离子对见（表2）

离子源：ESI源；

喷雾电压（IS）：-4500V； 离子源温度（TEM）：550℃；

气帘气（CUR）：35psi； 碰撞气（CAD）：Medium；

雾化气（GS1）：35psi； 辅助雾化气（GS2）：60psi。

表2. 离子对信息

母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	化合物名称	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)
262.8	262.8	4.89	PCP 1	-75	-10
264.8	264.8	4.89	PCP 2	-75	-10
266.8	266.8	4.89	PCP 3	-75	-10
268.8	268.8	4.89	PCP 4	-75	-10

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 色谱条件优化

实验详细优化了色谱条件，比较了不同品牌、不同型号的色谱柱以及流动相，最终选择的色谱柱是Phenomenex C18，流动相为A为5 mmol/L乙酸铵溶液，B为甲醇，保证五氯酚有较好的保留（图1），并且有效的避开基质干扰，定量结果更准确。

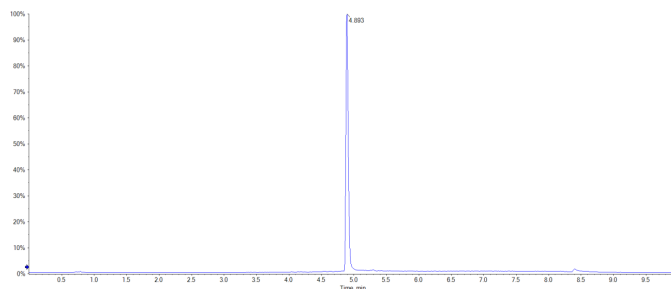


图1. 五氯酚色谱图

### 2.2 方法考察了回收率、重复性、线性等

肉空白基质添加1.0 µg/kg 和5.0 µg/kg 两个浓度，每个浓度重复6次，平均回收率分别是80.5%和96.4%（n=6），相对标准偏差小于3.1%（表3），实验结果表明该方法具有较好的回收率以及良好的稳定性。基质加标曲线相关系数 $r > 0.9996$ （图2），表明线性良好。该实验方法完全满足标准GB 23200.92-2016定量检测的要求。

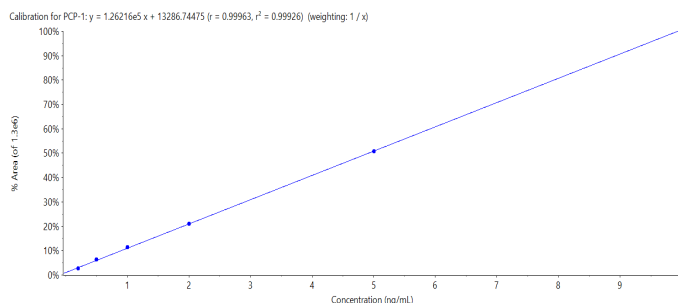


图2. 五氯酚基质匹配曲线

表3. 五氯酚回收率及重复性实验（n=6）

化合物名称	添加浓度 (µg/kg)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
五氯酚	1.0	80.5	2.0
	5.0	96.4	3.1

### 2.3 真实样本的测试

测定了5个样本，每个平行测定6次，4#样本中检出五氯酚，测定值为3.5 µg/kg，相对标准偏差为2.7%（表4），其余四个均未检出（ND）。

化合物名称	样品编号	测定值 (µg/kg)	相对标准偏差 (%)
五氯酚	1#	ND	/
	2#	ND	/
	3#	ND	/
	4#	3.5	2.7
	5#	ND	/

### 3 小结

本文建立了高效液相色谱-串联三重四极杆质谱快速定量分析检测动物源性食品中五氯酚钠的检测方法。实验详细优化了前处理过程，保证了该方法有较高的回收率；详细优化了色谱条件，有效的避开基质干扰，定量结果更准确。该方法足以满足GB 23200.92-2016的定量要求，在动物源食品中对污染物五氯酚的分析检测具有重要的参考意义。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在和美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-14659-ZH-A



#### SCIEX中国

北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话：010-5808-1388  
传真：010-5808-1390  
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419-7200  
传真：021-2419-7333  
官网：[sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州分公司  
广州市天河区珠江西路15号  
珠江城1907室  
电话：020-8510-0200  
传真：020-3876-0835  
官方微信：SCIEX-China