

SCIEX液质联用技术检测柑橘和苹果中顺丁烯二酸松香酯等5种化合物

The quantitative determination of five compounds including Methyl maleopimarate in citrus and apples by SCIEX LC-MS/MS

李志远, 孙小杰, 杨总, 刘冰洁

Li Zhiyuan, Sun Xiaojie, Yang Zong, Liu Bingjie

SCIEX China

Key words: Methyl maleopimarate, citrus, apples

应用背景

为延长货架期、提升卖相,部分商贩在柑橘、苹果等鲜果违规打蜡、非法添加非食用化学助剂,已成为鲜果流通领域突出安全隐患。国家市场监督管理总局发布BJS 202202《柑橘和苹果中顺丁烯二酸松香酯等5种化合物的测定》,采用LC-MS/MS法检测顺丁烯二酸松香酯、油酰一乙醇胺、油酰二乙醇胺、三乙醇胺油酸皂、癸氧喹酯,

这些物质均为工业原料、兽药或非食品用乳化剂,未获批用于鲜食水果表面处理,违规使用可造成长期慢性暴露与器官损伤,严禁在食品中检出,其中,顺丁烯二酸松香酯属工业酯类,非食品接触用合规材料;经消化道摄入可刺激黏膜、加重肝肾代谢负担;水解产物顺丁烯二酸具有明确黏膜刺激性,长期摄入存在安全风险;油酰一乙醇胺、油酰二乙醇胺、三乙醇胺油酸皂对皮肤、眼、消化道具有刺激性,可引发恶心、腹痛、黏膜损伤,乙醇胺类物质存在亚硝胺生成风险,长期低剂量摄入具有潜在致癌隐患;癸氧喹酯属人用禁忌兽药,超范围、无剂量控制用于鲜果,可干扰肠道正常菌群、损伤肝肾功能;长期摄入可能导致耐药性风险与慢性毒性,对儿童、老人等敏感人群危害更显著。

本研究基于SCIEX液质联用系统,建立柑橘和苹果中顺丁烯二酸松香酯等5种化合物的LC-MS/MS检测方法,满足BJS 202202检测方法需求。

实验方法

色谱条件:

A相: 水 (含0.1%甲酸)

B相: 甲醇 (含0.1%甲酸)

色谱柱: HSS T3, 1.8 μ m, 100 \times 3 mm

流速: 0.30 mL/min

进样量: 2 μ l

梯度洗脱程序如下:

Time [min]	B.Conc [%]
0.00	75
1.00	100
5.00	100
5.10	75
8.00	75

质谱条件: (见表1)

离子源参数

Curtain gas (psi): 35

CAD gas: 9

Ionspray voltage (V): 5500/-4500

Temperature($^{\circ}$ C): 550

Ion source gas1 (psi): 55

Ion source gas2 (psi): 55

表1. MRM离子对信息表

Group ID	Compound ID	Q1 mass	Q3 mass	DP	CE
油酰一乙醇胺	油酰一乙醇胺 1	326.2	62	80	37
油酰一乙醇胺	油酰一乙醇胺 2	326.2	44	80	60
油酰二乙醇胺	油酰二乙醇胺 1	370.3	106	80	22
油酰二乙醇胺	油酰二乙醇胺 2	370.3	88	80	45
三乙醇胺油酸皂	三乙醇胺油酸皂 1	414	132	80	32
三乙醇胺油酸皂	三乙醇胺油酸皂 2	414	309	80	32
癸氧喹酯	癸氧喹酯 1	418	176	80	63
癸氧喹酯	癸氧喹酯 2	418	344	80	45
顺丁烯二酸松香酸	顺丁烯二酸松香酸 1	417.2	373.2	-100	-30
顺丁烯二酸松香酸	顺丁烯二酸松香酸 2	417.2	301.2	-100	-43

样品制备

参考BJS 202202《柑橘和苹果中顺丁烯二酸松香酯等5种化合物的测定》中前处理方法进行样品前处理。

结果展示

1. 典型色谱图 (见图1-1, 图1-2)

2. 线性范围

将空白样品经过前处理提取, 得到空白基质, 应用空白基质配标。用空白基质配置5种化合物浓度在0.1-100 ng/mL的标准曲线(其中顺丁烯二酸松香酯需要水解成顺丁烯二酸松香酸)。结果表明, 5种化合物线性关系良好, r^2 值均大于0.99, 且各浓度点准确度均在80-120%间, 可保证不同浓度水平样品的准确定量。数据表明, 该方法的灵敏度高于标准中的检出限20倍以上, 满足实际灵敏度需求。

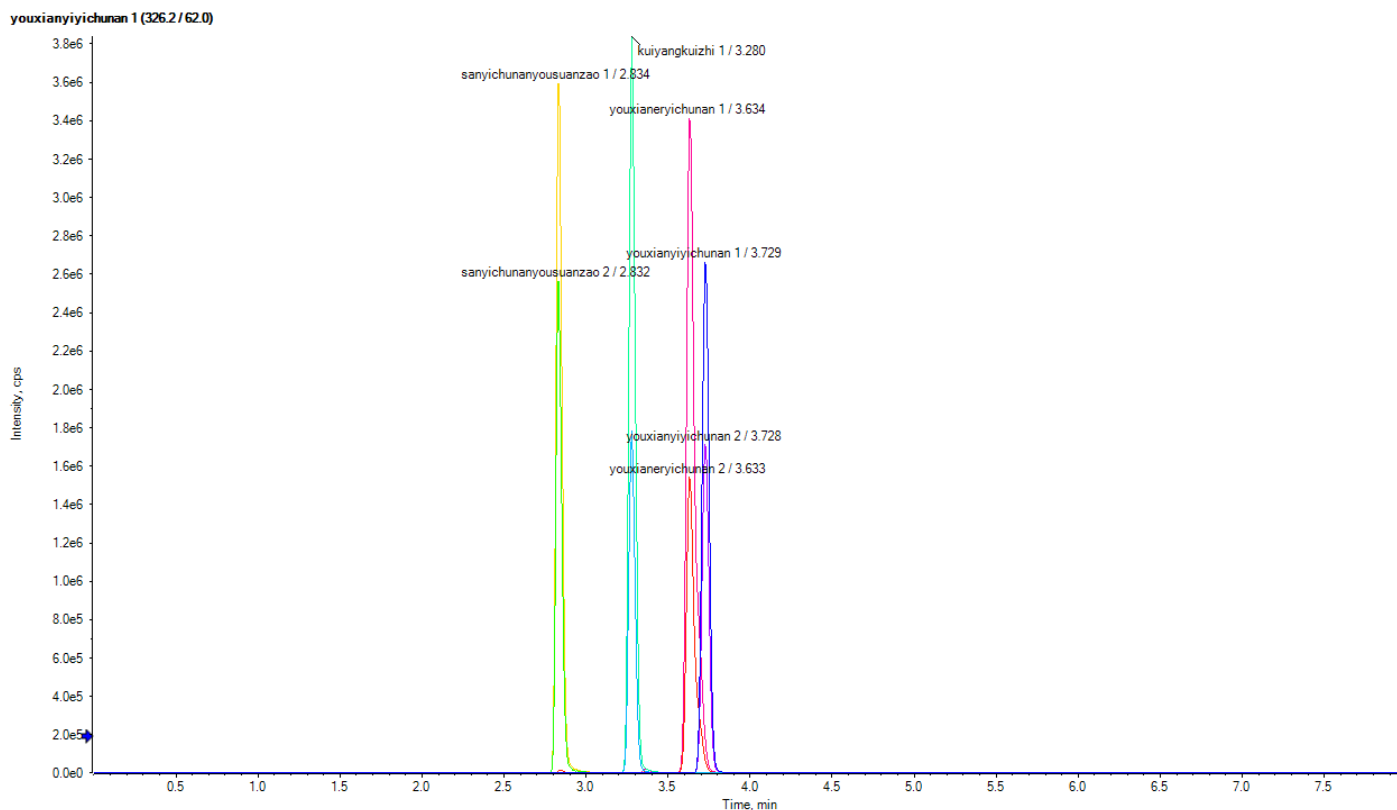


图1-1. MRM扫描模式下的提取离子流色谱图 (正离子4种)

XIC from dxx.wif (样本6) - SQ202200034-SD2, 实验 2, -MRM (CXP=-11,EP=-10,IS=4500) (2 transitions): methyl maleopimarate (417.2/373.2)

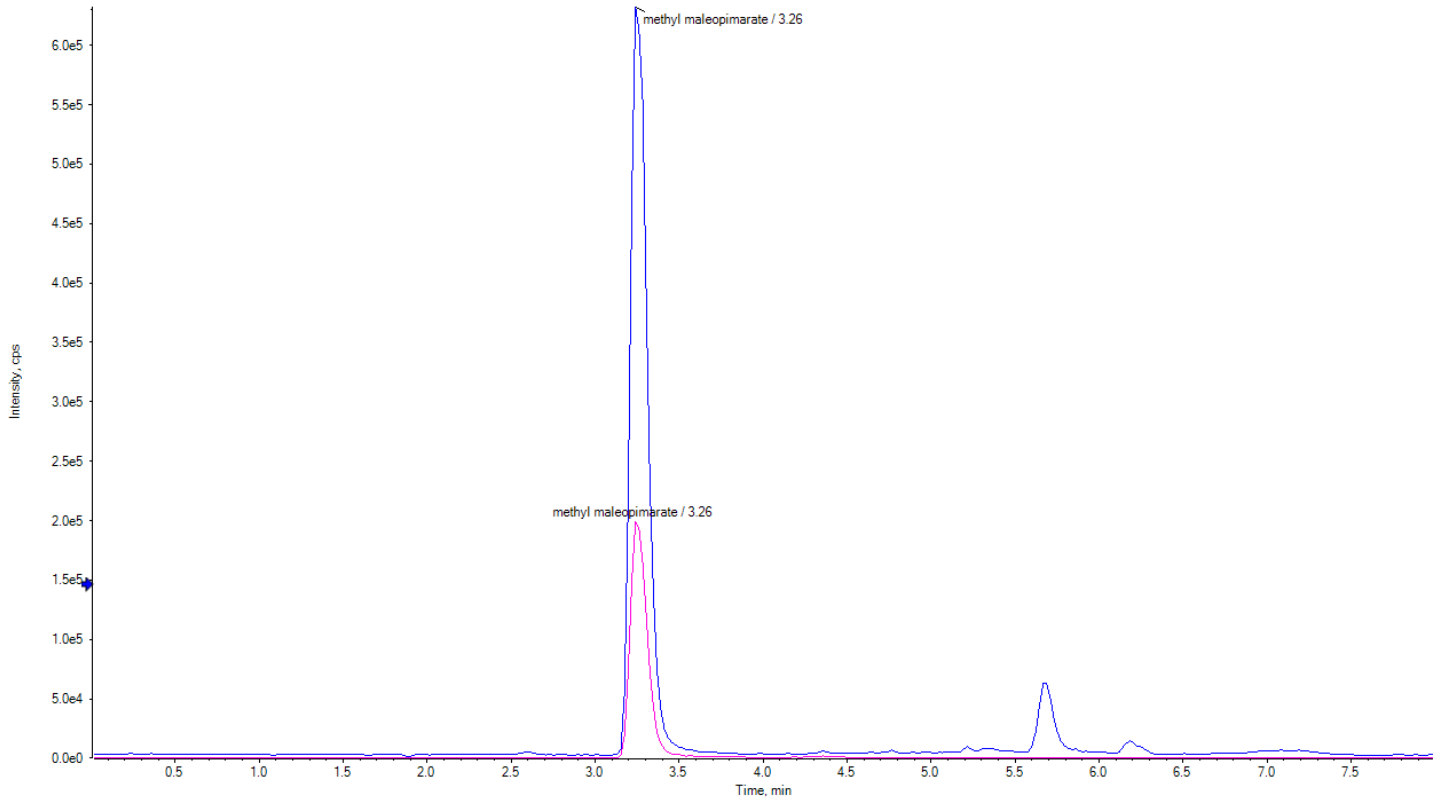


图1-2. MRM扫描模式下的提取离子流色谱图（负离子1种）

3. 重复性以及回收率

针对5种化合物在0.2 ng/mL、2.0 ng/mL、20 ng/mL三个浓度点下进行加标回收率实验，实际加标回收率在91.74%-105.22%范围之间。同时，在各三个浓度点下，连续进样（n=8）考察方法的重复性，所有化合物8次进样峰面积RSD%均在1.36%~2.59%范围之间，展现了方法的可靠性以及仪器的耐受性。

4. 样品测试

针对某真实样品进行检测，通过SCIEX OS软件对数据进行批量处理，可直观的通过离子比率对化合物进行定性定量分析（如图2）。

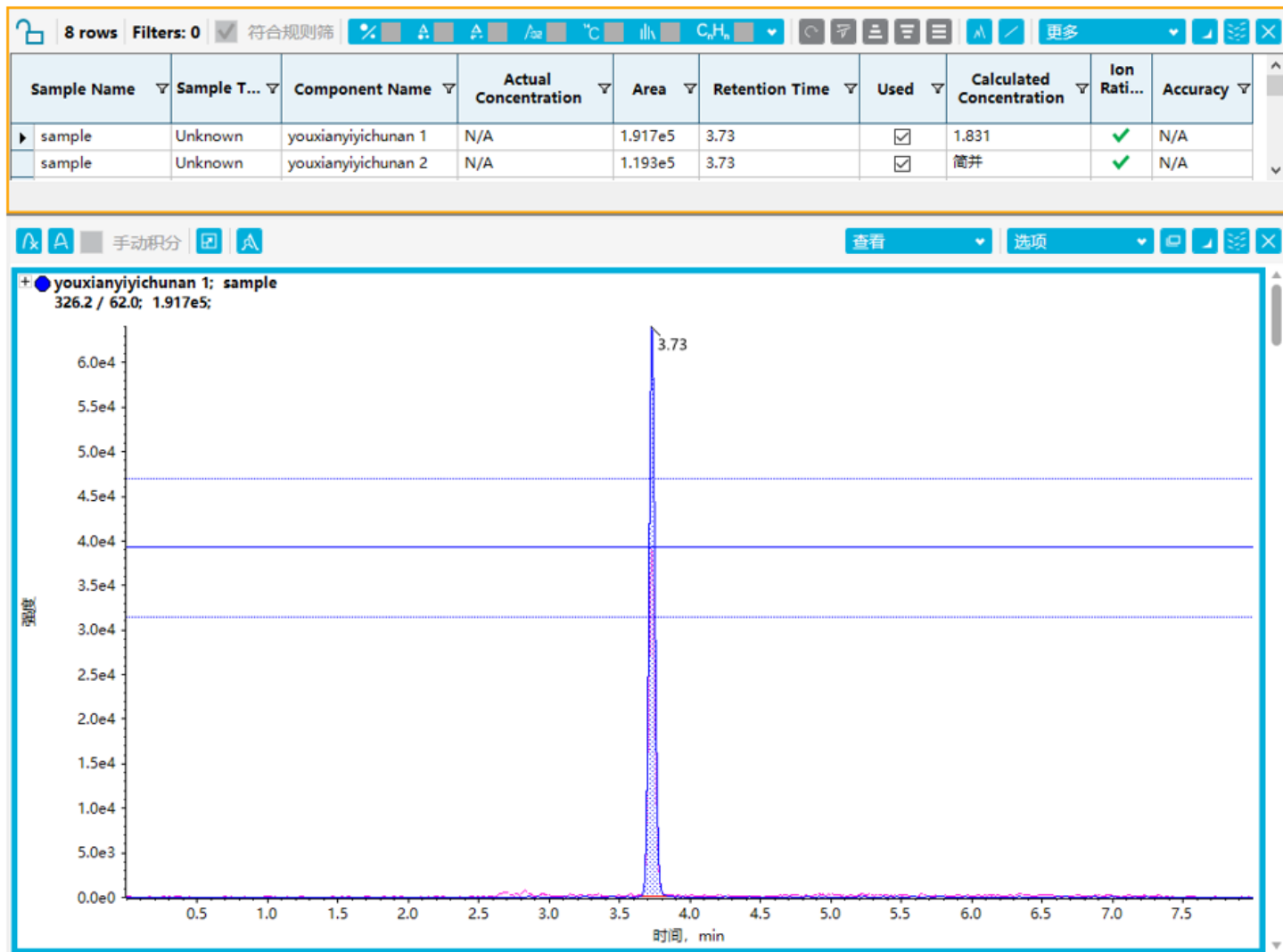


图2. SCIEX OS软件对实际样品进行处理界面展示：绿勾表示离子比率判定合格

总结

本文应用通过SCIEX液质联用系统建立柑橘和苹果中顺丁烯二酸松香酯等5种化合物的测定方法，且灵敏度高于标准20倍以上，满足BJS 202202的检测需求。

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. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2026 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-38255-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市昌平区生命科学园科学园路
18号院A座一层
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：021-2419-7201
传真：021-2419-7333

官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：SCIEX-China