

测试报告

| 样品信息 | | | |
|------|-------------------|------|---------------------|
| 样品名称 | 鸡蛋 | 编号 | Z20220622-004 |
| 样品重量 | / | 剂型 | / |
| 收样日期 | 2022/6/21 | 测试期间 | 2022/6/21-2022/6/22 |
| 样品描述 | / | | |
| 测试需求 | | | |
| 测试成分 | 氟甲腈、氟虫腈亚砷、氟虫腈砷 | | |
| 参考标准 | | | |
| 参考标准 | GB 23200.115-2018 | 标样 | 有 |
| 仪器信息 | | | |
| 测试仪器 | 高效液相色谱串联质谱仪 | 仪器型号 | Xevo TQ-S micro |

● 色谱条件:

| 色谱柱: | 月旭 Boltimate® C18 Core Shell (2.1×100mm,2.7μm) | | |
|------|--|-----------------------------------|----------|
| 流动相: | 时间 | 流动相 A% (5mmol/L 乙酸铵 0.1%甲酸水溶液) | 流动相 B%甲醇 |
| | 0.0 | 90 | 10 |
| | 3.0 | 90 | 10 |
| | 3.5 | 70 | 30 |
| | 4.5 | 70 | 30 |
| | 6.0 | 5 | 95 |
| | 7.0 | 5 | 95 |



| | |
|-------|------------|
| 柱温: | 35°C |
| 流速: | 0.4 mL/min |
| 进样量: | 2μL |
| 注意事项: | 本方法为基质曲线。 |

● 流动相的配置:

流动相 A :称取 0.1925 g 乙酸铵加水溶解,移取 0.5 mL 甲酸并加水至 500 mL 混匀,经 0.22 μm 滤膜抽滤, 即;

流动相 B : 用色谱级甲醇, 经 0.22 μm 滤膜抽滤, 即得。

● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 450°C, 流速: 1100L/Hr

碰撞气: 氩气

离子喷雾电压: 0.5 kV

| 名称 | 母离子(m/z) | 子离子(m/z) | Cone (V) | Collision (V) | Polarity |
|-------|----------|----------|----------|---------------|----------|
| 氟甲腈 | 387.0 | 282 | 35 | 30 | Negative |
| | | 351* | | 15 | |
| 氟虫腈亚砷 | 418.9 | 262 | 35 | 25 | Negative |
| | | 383* | | 10 | |
| 氟虫腈砷 | 450.9 | 282* | 38 | 15 | Negative |
| | | 451 | | 24 | |

*表示定量离子

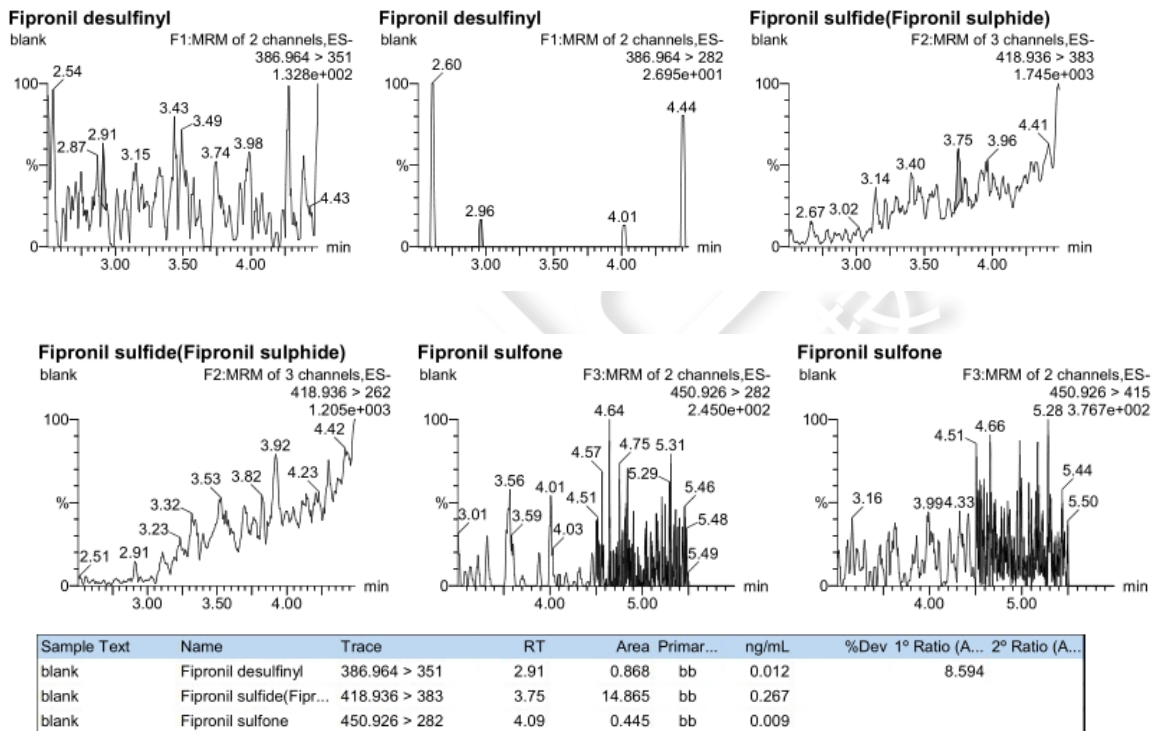


● 样品溶液的配制:

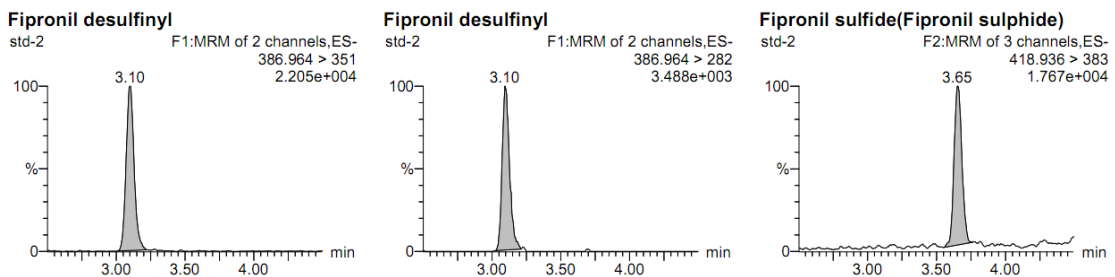
称取样品 5.0 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 涡旋 6 min, 加入 2 g 氯化钠和 6 g 无水硫酸钠, 涡旋 1 min, 6000 r/min 离心 5 min, 取上清液 1 mL 于 1.5 mL 离心管中, 加入 50 mg PSA, 50 mg C₁₈ 和 150 mg 无水硫酸钠, 涡旋混合 30s, 5000 r/min, 上清液过 0.22 μm 滤膜, 上机。

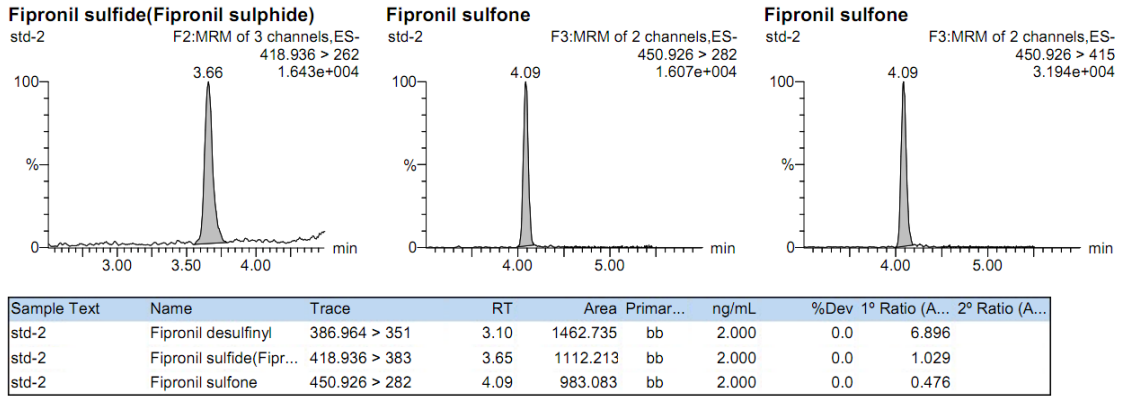
● 谱图和数据

(1) 试剂空白。

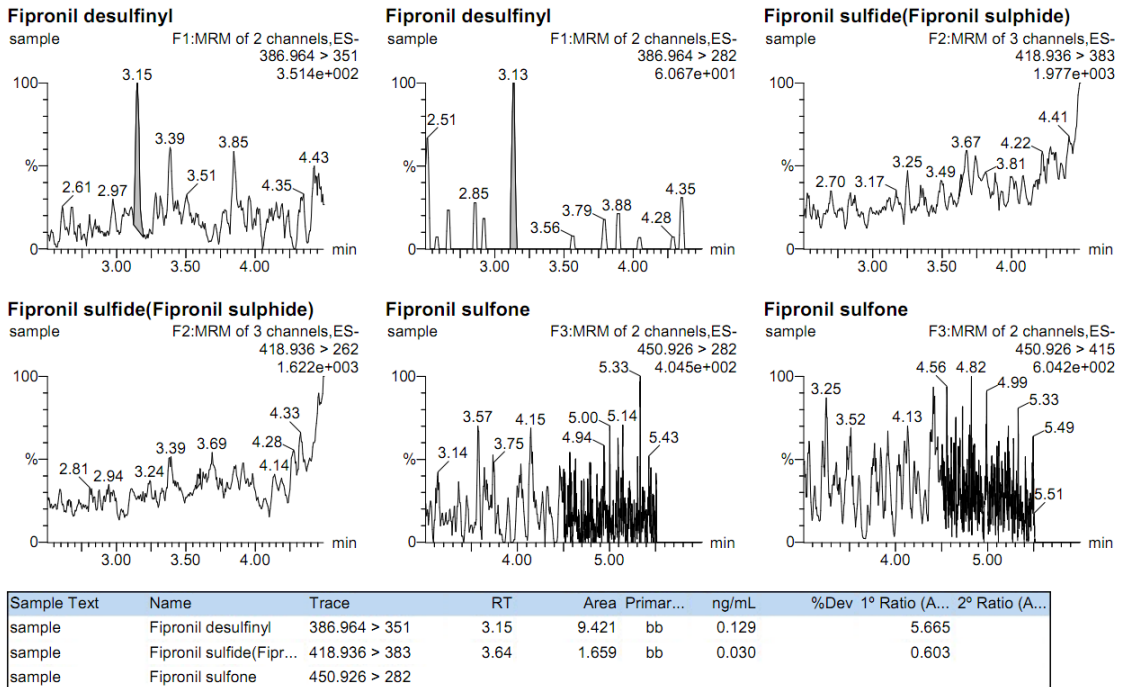


(2) 氟虫腈代谢物标准品溶液浓度为 2 ng/mL。

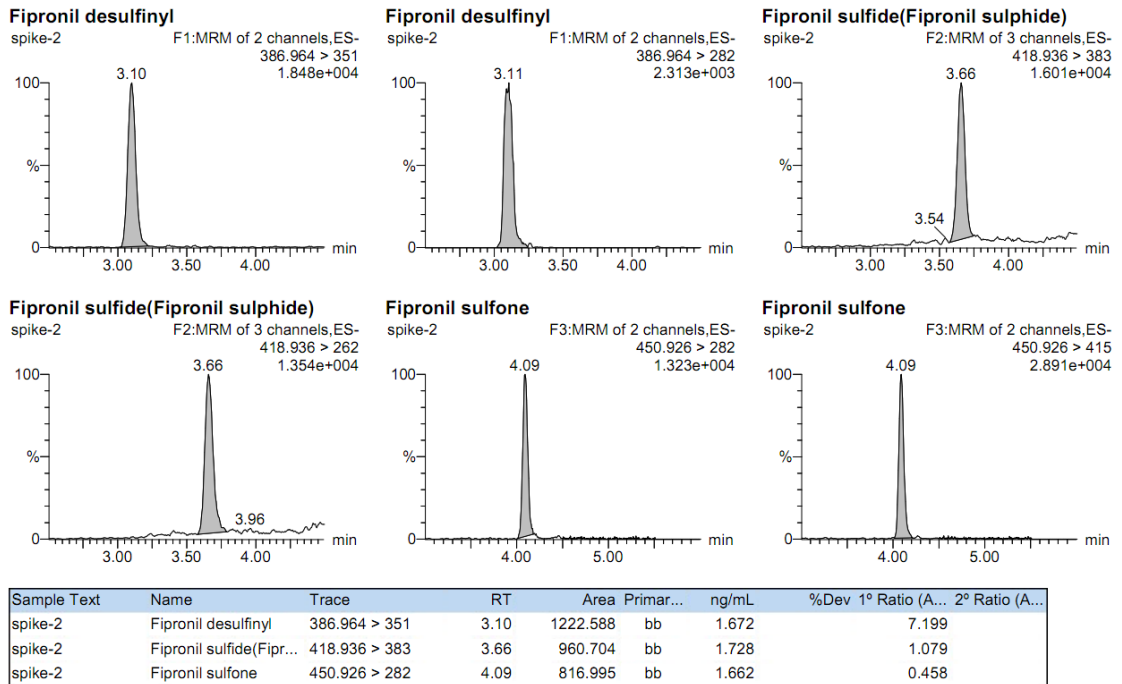
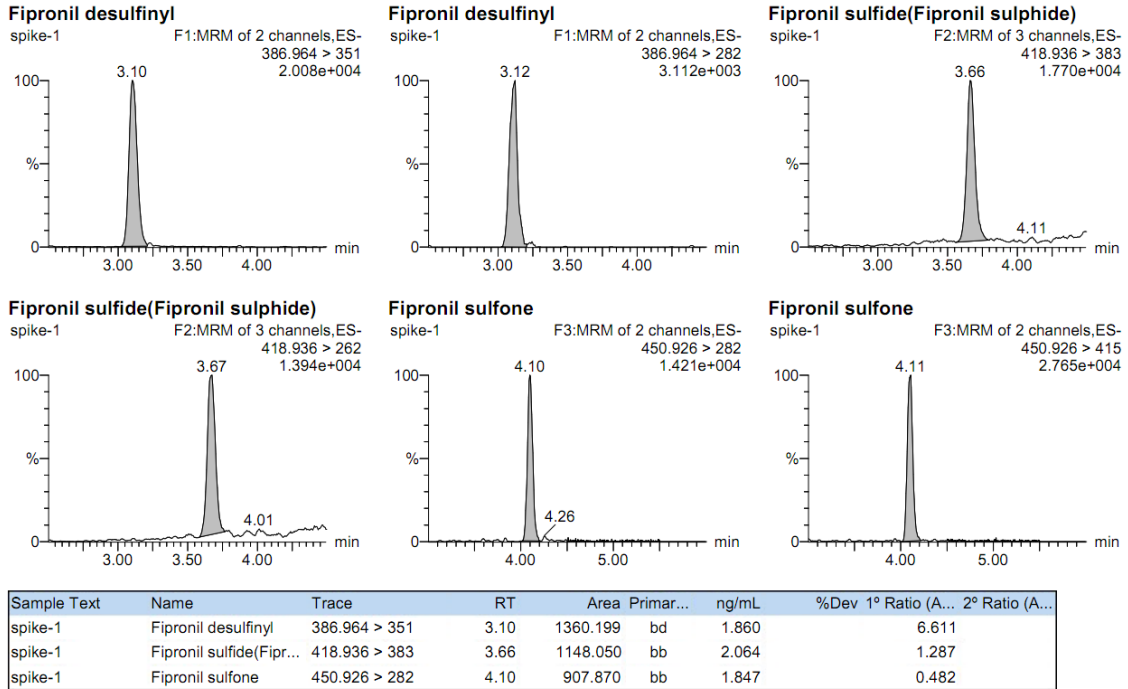




(3) 鸡蛋本底。



(4) 加标回收: 氟虫腈代谢物加标浓度 2 ng/mL。



● 结论:

样品加标回收

| 化合物 | 实际浓度 ng/mL | 理论浓度 ng/mL | 回收率, % |
|-------|------------|------------|--------|
| 氟甲腈 | 1.860 | 2 | 93.0 |
| | 1.672 | | 83.6 |
| 氟虫腈砒 | 1.847 | 2 | 92.4 |
| | 1.662 | | 83.1 |
| 氟虫腈亚砒 | 2.064 | 2 | 103.2 |
| | 1.728 | | 86.4 |

使用 Welchrom® PSA Part#0058-11018 和 C18 Part#0050-11017 检测鸡蛋中氟虫腈代谢物, 回收率良好。

日期: 2022/06/22

