

GCMS 法测定动物性食品中五氯酚钠的含量

GCMS-181

摘要： 本文利用岛津公司 GCMS-QP2010Ultra 气质联用仪，建立了动物性食品中五氯酚钠的测定方法。在标准曲线浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数 R 大于 0.999；峰面积重复性良好。该方法可用于动物性食品中五氯酚钠的定性定量测定。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 动物性食品 五氯酚钠

五氯酚钠是一种常用的除草剂，主要用于落叶树休眠期喷射剂，以防治褐腐病，也用作除草或杀虫剂，主要防除稗草和其他多种由种子萌发得幼草，如鸭舌草、瓜皮草、水马齿、狗尾草、节节草、马唐、看麦娘、廖等。五氯酚钠具有中等毒性，中毒后的症状有乏力、头昏、恶心、呕吐、腹泻等；严重者体温高达 40℃以上，大汗淋漓、口渴、呼吸增快、心动过速、烦躁不安、肌肉强直性痉挛、血压下降，昏迷、可致死。

动物体内中的五氯酚钠主要通过食物和饲料等途径

摄入后在动物肌肉、肝脏、肾脏等部位富集。动物性食品中五氯酚钠含量也是动物性食品检验检疫中抽检的一项指标。

最近，农业部和计生委颁布新的国家标准 GB 29708-2013，规定新的五氯酚钠的检测方法。

本文根据 GB 29708-2013 中规定的五氯酚钠检测方法，用溶剂萃取后再用乙酸酐衍生，结合岛津 GCMS-QP2010Ultra 气质联用仪，建立了动物性食品中五氯酚钠的测定方法。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

1.2 分析条件

GCMS 条件：

色谱柱：Rtx-5 sil MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：140℃ (1 min) _10℃ /min_

200℃ _15℃ /min_250℃ (3 min)

进样方式：不分流

高压进样：250 kPa (1 min)

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度

线速度：37.8 cm/sec

柱流量：1.0 mL/min

进样口温度：250℃

接口温度：280℃

离子源温度：200℃

检测器电压：调谐电压 +0.2 KV

离子化方式：EI

采集方式：SIM

1.3 样品前处理及衍生

精密称取试样 5.0 g (精确到 0.01 g) 于 50 mL 离心管，加水 10 mL，涡旋混合后 8000 r/min 离心 10 min，取上层清液，加 5% 三氯乙酸 5 mL，涡旋混合，8000 r/min 离心 10 min，取上层清液，用 2.4 mol/L 盐酸溶液调 pH 至小于 2.0，加环己烷乙酸乙酯溶液 5 mL，涡旋混合，8000 r/min 离心 10 min，移取有机层，再加环己烷 - 乙酸乙酯溶液 5 mL，涡旋混合，8000 r/min 离心 10 min，合并两次有机层，于 45℃ 旋转蒸干，待用。

向上述旋干的残留物中加入环己烷 - 乙酸乙酯 1.0 mL，加入少量无水硫酸钠，加乙酸酐 - 吡啶 100 μL，密封，于 60℃ 反应 15 min，冷却，加碳酸钾溶液 0.5 mL，静置分层，取有机相，上气相色谱质谱仪测定。

结果讨论

2.1 标准谱图

取 1 μ L 衍生后的标准样品进样分析，五氯酚钠衍生物乙酸五氯苯酯总离子流图如图 1 所示。

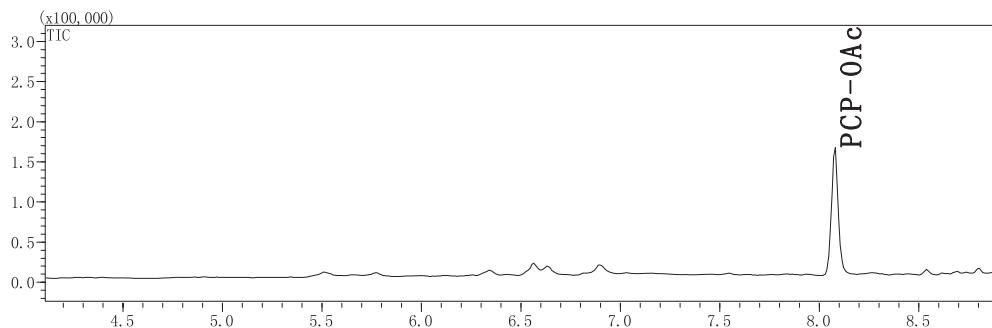


图1 标准溶液色谱图(0.10 mg/L)

表1 组分保留时间、中英文名称、CAS号及定性定量离子

No.	名称	英文名称	CAS号	保留时间(min)	定量离子	定性离子
1	乙酸五氯苯酯	Pentachlorophenyl acetate(PCP-OAc)	1441-02-7	8.080	266	308,337,165,130

2.2 标准曲线

用上述样品处理和衍生方法，制得浓度分别为 2、5、10、20、50、100 μ g/L 标样，制作标准曲线如下图 2 所示。

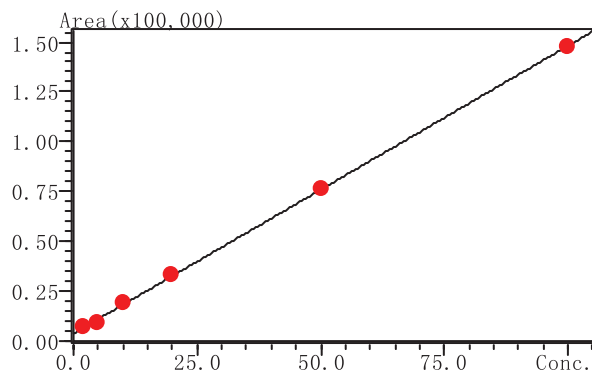


图2 标准曲线

2.3 检出限及重复性

根据 2 μ g/L 标准溶液数据，计算仪器检出限（3 倍信噪比计算），检出限见表 2。20 μ g/L 标准溶液连续进样 6 针，计算面积 RSD% 以考察仪器重复性，结果如表 2 所示。

表2 各组分检出限及面积重复性

No.	化合物	相关系数	检出限(μ g/L)	%RSD(n=6)
1	乙酸五氯苯酯	0.9998	0.1	1.217

2.4 实际样品检测和回收率

平行取猪肉样品 6 份，向其中的 3 份加入五氯酚钠化合物混标，按照样品前处理及衍生方法制备，样品中加标浓度分别为 5 $\mu\text{g/L}$ 。猪肉样品和加标样品回收率结果见表 3。

表3 样品测试结果及加标回收率

No.	化合物名称	猪肉样品	加标样品	
		检测结果($\mu\text{g/L}$)	回收率%	RSD%(n=3)
1	乙酸五氯苯酯	N.D	80	10.45

■ 结论

采用岛津公司气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2010 Ultra)，按照 GB 29708-2013 中规定的方法，利用乙酸酐将五氯酚钠衍生生成乙酸五氯苯酯，间接检测动物性食品中五氯酚钠含量。此方法准确可靠，在 2~100 $\mu\text{g/L}$ 范围内标准曲线线性良好，样品加标回收率为 80%。利用岛津 GCMS 仪器和本方法可以用于动物性食品中五氯酚钠的定性定量检测。