

# LCMS-8050 测定猪肉中的五氯酚

## LCMSMS-301

**摘要：** 本文使用岛津超高效液相色谱仪 Nexera X2 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8050 联用系统建立了一种猪肉中五氯酚的检测方法。参考《GB 23200.92-2016 动物源食品中五氯酚残留量的测定液相色谱法 - 质谱法》标准的条件，猪肉样品均质后经 5% 三乙胺提取，岛津技迹 WondaSep MAX(60 mg, 3 mL) 固相萃取柱 (SPE) 净化，经 Shim-packXR-ODS III(2.0 mm I.D.×75 mm L., 1.6 μm) 色谱柱分离，多反应监测模式 (MRM) 测定。结果显示，在 0.5~10 ng/mL 范围内，五氯酚线性良好，线性相关系数 =0.995，准确度介于 94.2%~112.9% 之间；1 ng/g、4 ng/g 五氯酚加标回收率分别为 (91.6±3.5)%、(93.8±2.5)%，该方法可用于猪肉中的五氯酚测定。

**关键词：** 三重四极杆质谱 五氯酚 猪肉

五氯酚 (pentachlorophenol) 及其钠盐是一种高效、廉价的除草剂、防腐剂以及杀虫剂。曾在我国长期大范围用于杀灭钉螺，以控制血吸虫病。由于五氯酚化学性质稳定，残留期长，易于在动植物体内富集，经食物链进入人体。五氯酚属于环境有机污染物 (POPs) 之一，是典型的致畸、致癌、致突变污染物，目前已禁用。文献报道，五氯酚在哺乳动物仅少部分在肝脏内发生代谢，绝大部分以原型从尿液排出，主要代谢途径是氧化脱氯并与葡萄糖醛酸结合。已报道的检测方法主要是气相色谱及气质联用，液质联用等。

农业部 2016 年 16 号公告发布了《食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》(GB 2763-2016) 及 106 项检测标准已于 2017 年 6 月 18 日正式实施。其中规定了五氯酚的检测方法标准。

本文参考《GB23200.92-2016 动物源食品中五氯酚残留量的测定液相色谱法 - 质谱法》标准，使用岛津三重四极杆液质联用系统 LCMS-8050 对猪肉中的五氯酚进行了分析，为动物源食品中的五氯酚残留测定提供参考。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津超高效液相色谱仪 Nexera X2 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8050 联用系统。具体配置为 LC-30AD×2 输液泵，DGU-20A<sub>5</sub> 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8050 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.86 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

#### 液相条件

色谱柱：Shim-packXR-ODS III(2.0 mm I.D.×75 mm L., 1.6 μm)

流动相：A 相 -0.1% 甲酸 2 mM 乙酸铵水溶液  
B 相 - 甲醇

流速：0.3 mL/min

柱温：40°C

进样量：10 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 40%，洗脱程序见表 1。

表1 梯度洗脱程序

Time(min)	Module	Action	Value
4.00	Pumps	Pump B Conc.	95
7.00	Pumps	Pump B Conc.	95
7.10	Pumps	Pump B Conc.	40
10.00	Controller	Stop	

## 质谱条件

离子源：ESI-

雾化气流速：3.0 L/min

DL 温度：250℃

加热模块温度：400℃

加热气流速：10.0 L/min

接口温度：300℃

扫描模式：MRM，参数见表 2

干燥气流速：10.0 L/min

驻留时间：72 msec

表2 MRM参数表

物质名称	英文名称	CAS No.	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
			262.90*	262.70	20.0	9.0	11.0
五氯酚	Pentachlorophenol	87-86-5	264.70	264.70	19.0	9.0	23.0
			266.90	266.70	20.0	8.0	12.0
			268.90	268.90	20.0	9.0	11.0

\*定量离子对

## 1.3 样品前处理方法

参考《GB23200.92-2016 动物源食品中五氯酚残留量的测定液相色谱法 - 质谱法》标准，取 2 g 均质猪肉，加入 6 mL 5% 三乙胺的乙腈 - 水溶液，振摇 1 min，超声 5 min，8000 r/min 离心 5 min，收集上清液；残渣用 6 mL 5% 三乙胺的乙腈 - 水溶液再次提取，合并上清，混匀。WondaSep MAX(60 mg, 3 mL) 固相萃取柱 (SPE) 用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化，将提取液以 1 秒 / 滴全部通过固相萃取小柱，弃去流出液。依次使用 5 mL 5% 氨水溶液、5 mL 甲醇、5 mL 2% 甲酸的甲醇 - 水溶液淋洗，淋洗液完全通过小柱后，真空泵抽干，以 4 mL 4% 甲酸甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，定容至 4 mL，洗脱液用 0.22 μm 有机滤膜过滤，待测。

## 结果与讨论

## 2.1 标准品色谱

图 1、图 2 分别为空白样品、0.5 ng/mL 基质标准溶液色谱图。

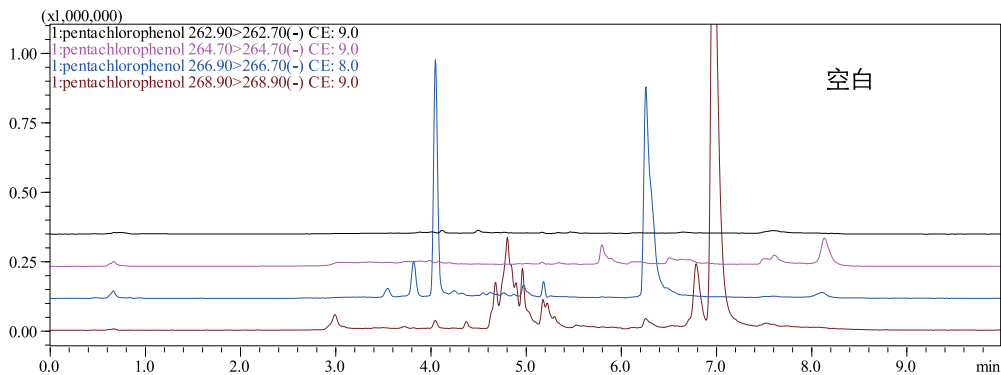


图1 空白样品MRM色谱图

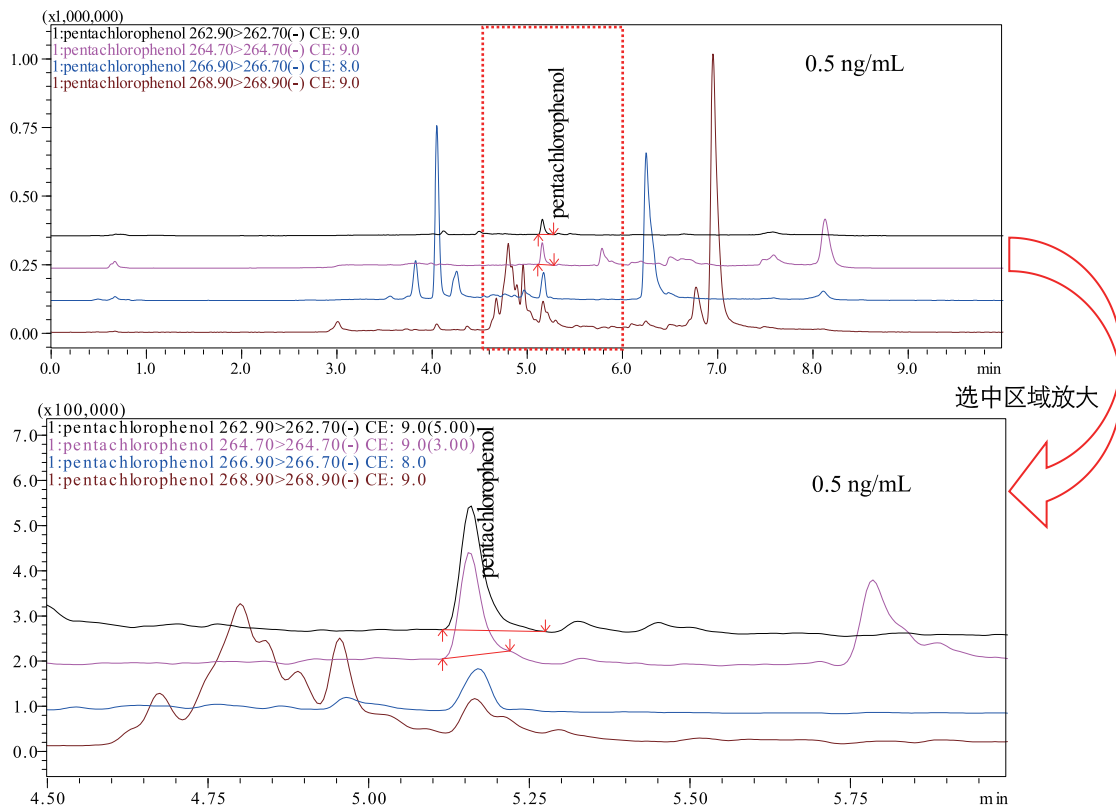


图2 五氯酚基质标溶液MRM色谱图及放大图 (浓度0.5 ng/mL)

## 2.2 基质效应

对浓度为 0.5 ng/mL、2 ng/mL 基质标与同浓度的溶液标进样分析，连续进样 6 次，以基质标峰面积 / 溶液标峰面积 × 100% 表示基质效应。结果显示，空白基质对五氯酚具有一定的抑制效应，见表 3。

表3 基质效应

化合物名称	基质效应 (%)	
	0.5 ng/mL	2 ng/mL
五氯酚	67.0	85.1

\*n=6

## 2.3 线性范围

以空白基质配制 0.5 ng/mL、1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL 的基质校准曲线，按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 3 所示，线性方程、线性范围和相关系数结果见表 4。

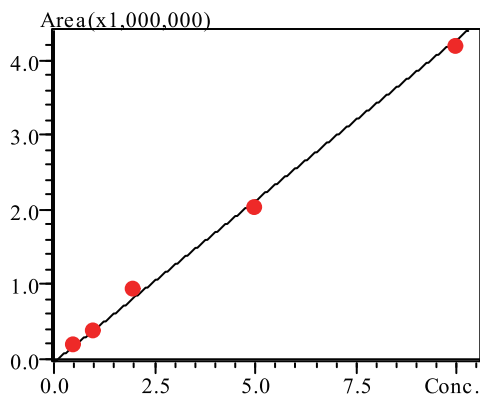


图3 五氯酚的校准曲线

表4 校准曲线参数

名称	校准曲线	线性范围 (ng/mL)	相关系数 R	准确度 (%)
五氯酚	$Y = (432465)X + (-36914.6)$	0.5-10	0.995	94.2-112.9

#### 2.4 灵敏度实验

对浓度为 0.5 ng/mL 基质标进样分析，计算五氯酚的检出限 (S/N=3, LOD 表示)、定量限 (S/N=10, LOQ 表示) 结果如表 5 所示。

表5 检出限和定量限

名称	检出限(ng/mL)	定量限(ng/mL)
五氯酚	0.05	0.17

#### 2.5 准确度和精密度

取空白猪肉，制备浓度为 1 ng/g、4 ng/g 的加标样品，每个添加水平 5 个重复，按 1.3 进行样品处理，进样分析，基质校准曲线定量，回收率及精密度如下表 6。

表6 五氯酚加标回收率

名称	加标回收率(%)*	
	1 ng/g	4 ng/g
五氯酚	(91.6± 3.5)%	(93.8± 2.5)%

\*n=5

## ■ 结论

本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 Nexera X2 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8050 联用测定猪肉中五氯酚的方法。猪肉样品前处理相比于《GB 23200.92-2016 动物源食品中五氯酚残留量的测定液相色谱法 - 质谱法》标准, 省略了氮吹浓缩的步骤, 前处理更简便, 定量限优于国标, 重复性更佳。结果显示, 猪肉基质对测定有一定影响, 采用基质校准曲线定量, 在 0.5~10 ng/mL 范围内, 五氯酚线性良好, 线性相关系数为 0.995, 准确度介于 94.2%~112.9% 之间; 1 ng/g、4 ng/g 五氯酚加标回收率为 (91.6±3.5)%、(93.8±2.5)%, 该方法可用于猪肉中的五氯酚测定。