

# LC-MS/MS 测定水产品中二甲戊灵含量

## LCMSMS-704

**摘要：** 本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪测定水产品中二甲戊灵的方法，该方法可在 10 min 内完成对目标物的检测。二甲戊灵在 2.5 ng/mL~100.0 ng/mL 浓度范围内线性良好，校准曲线线性相关系数  $r$  在 0.99 以上，且精密度和回收率实验结果均符合标准要求。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于水产品中二甲戊灵的快速检测。

**关键词：** 三重四极杆质谱 水产品 二甲戊灵

二甲戊灵又名除草通、除芽通，是一种二硝基苯胺类除草剂，对多种一年生杂草有着良好的防治效果。随着二甲戊灵的大量使用，其生态毒性越来越多的受到人们的关注。有研究表明，二甲戊灵对水生动物具有一定的毒性，会给消费者的健康带来风险。因此，建立快速、准确、高灵敏度检测水产品中二甲戊灵的分析方法具有很好的现实意义。

目前，二甲戊灵的检测方法主要采用的有液相色谱法、气相色谱 - 质谱法以及高效液相色谱 - 串联质谱 (LC-MS/MS) 法。本文使用岛津超高效液相色谱仪和三重四极杆质谱联用系统，参照《GB 31656.9-2021 食品安全国家标准 水产品中二甲戊灵残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》中的方法，建立了一种快速准确测定水产品中二甲戊灵的方法。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用超高效液相色谱仪 LC-40B X3 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。

具体配置为：

系统控制器：CBM-40

自动进样器：SIL-40C X3

输液泵：LC-40B X3 × 2

质谱仪：LCMS-8045

柱温箱：CTO-40S

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99 SP2

### 1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack GISS C18 (100 mm × 2.1 mm I.D., 1.9 μm)

岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N: 227-30048-02

流动相：A 相 0.1% 甲酸水溶液；B 相 乙腈

柱温：40°C

流速：0.30 mL/min

洗脱方式：梯度，初始 20%B，洗脱程序见表 1。

进样体积：2.0 μL

表 1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
1.00	Pumps	Pump B Conc.	20
2.00	Pumps	Pump B Conc.	95
6.00	Pumps	Pump B Conc.	95
6.10	Pumps	Pump B Conc.	20
10.00	Controller	Stop	

质谱条件

离子源：ESI (+)

DL 管温度：250°C

接口电压：4.0 kV

加热模块温度：400°C

雾化气: 氮气 3.0 L/min  
 干燥气: 氮气 10 L/min  
 加热气: 空气 10 L/min  
 碰撞气: 氩气 (230 kPa)

接口温度: 300°C  
 扫描模式: 多反应监测 (MRM)  
 MRM 参数: 见表 2  
 驻留时间: 100 ms

表 2 MRM 参数

#	化合物名称	监测离子对	Q1 pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	二甲戊灵	282.30>212.05*	-14.0	-11.0	-21.0
		282.30>194.00	-16.0	-18.0	-12.0
2	二甲戊灵 -d <sub>5</sub>	287.30>213.05	-14.0	-11.0	-22.0

注: \* 表示定量离子对

### 1.3 标准溶液的配制

取市售浓度为 100 µg/mL 的二甲戊灵以及二甲戊灵 -d<sub>5</sub> 标准溶液适量, 用乙腈稀释至刻度, 制成二甲戊灵浓度为 2.5 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL, 二甲戊灵 -d<sub>5</sub> 浓度均为 25 ng/mL 混合标准工作液。

### 1.4 样品前处理方法

样品前处理参照《GB 31656.9-2021 食品安全国家标准 水产品中二甲戊灵残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》中的方法。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准样品的 MRM 色谱图

2.5 ng/mL 二甲戊灵标准溶液响应如图 1 所示, 二甲戊灵的 S/N 为 34.39, 灵敏度良好, 且空白样品在色谱峰出峰处无干扰。

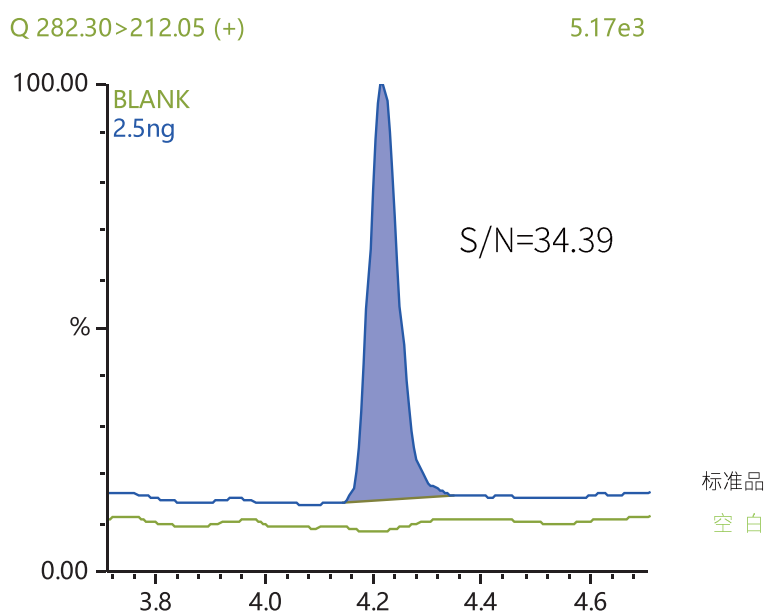


图 1 标准品 MRM 色谱图 (浓度 2.5 ng/mL)

### 2.2 线性范围与检出限

取市售浓度为 100 µg/mL 二甲戊灵以及二甲戊灵 -d<sub>5</sub> 标准溶液适量, 用乙腈稀释至刻度, 制成二甲戊灵浓度为 2.5 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL, 二甲戊灵 -d<sub>5</sub> 浓度均为 25 ng/mL 混合标准

工作液。以待测物与内标物峰面积比为纵坐标，浓度比为横坐标，内标法绘制校准曲线，所得校准曲线线性关系良好，如图 2 所示。根据  $MDL = 3.3 S/N$  计算检出限，线性方程及相关系数见图 2。

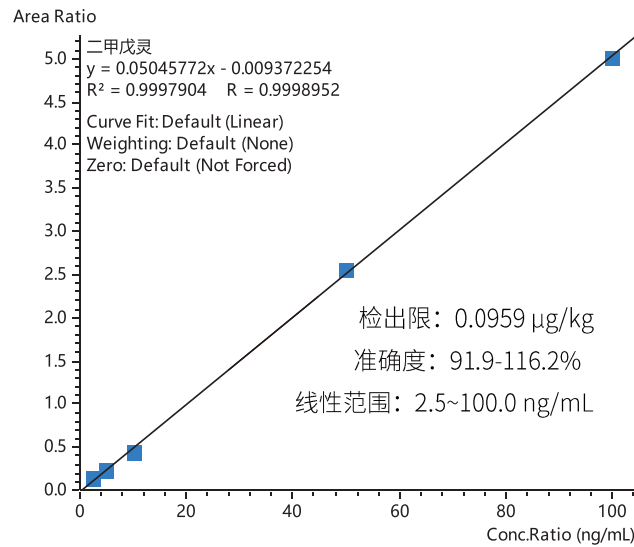


图 2 二甲戊灵校准曲线

### 2.3 精密度

对浓度为 2.5 ng/mL 的二甲戊灵标准工作液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。结果显示：二甲戊灵保留时间  $RSD < 0.2\%$ ，峰面积的  $RSD < 5.0\%$ ，仪器精密度良好。

### 2.4 回收率

称取空白虾肉样品，加入二甲戊灵标准溶液，使加标浓度为 4.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。按照 1.4 样品前处理方法提取净化后，测定二甲戊灵的加标回收率。空白虾肉样品和加标虾肉样品 MRM 色谱图如图 3 所示，加标回收率结果见表 3。

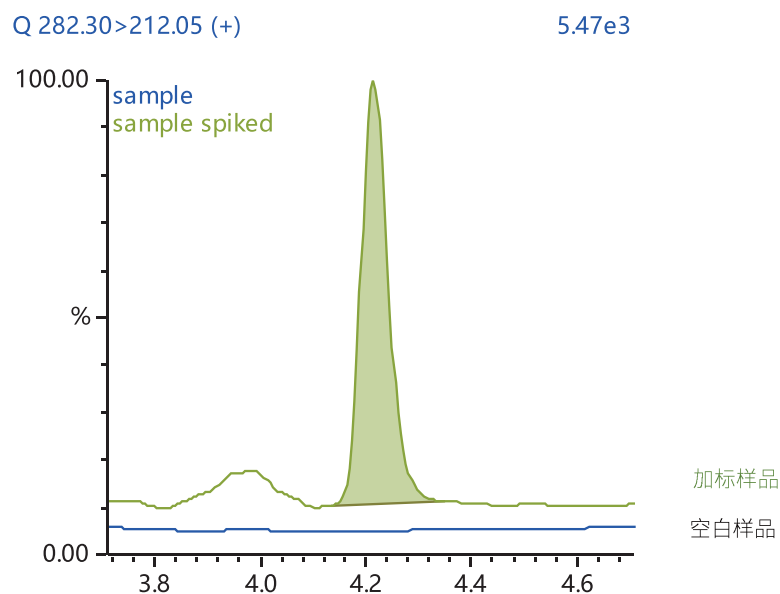


图 3 空白虾肉样品和加标浓度为 4.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  二甲戊灵虾肉样品 MRM 色谱图

表 3 重复性和回收率结果

#	中文名称	保留时间 RSD(%)	面积 RSD (%)	平均回收率 %	回收率 RSD(%)
1	二甲戊灵	0.05	1.31	85.6	2.59

\* 重复性 n=6, 回收率 n=3

## ■ 结论

本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪测定水产品中二甲戊灵的方法，该方法可在 10 min 内完成对目标物的检测。二甲戊灵在 2.5 ng/mL~100.0 ng/mL 浓度范围内线性良好，校准曲线线性相关系数  $r$  在 0.99 以上，二甲戊灵保留时间  $RSD < 0.2\%$ ，峰面积的  $RSD < 5.0\%$ ，且精密度和回收率实验结果均符合标准要求。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于水产品中二甲戊灵的快速检测。

岛津应用云

