

进口橙皮表面的防霉剂分析

从海外向日本进口农产品时，由于运输时间较长，为防止在运输途中产生霉菌和腐烂，会在农产品上喷洒采后农药。日本禁止进口、使用或销售使用含有未指定采后农药的食品。因此，人们期待一项通过简便的预处理操作即可检查出使用的采后农药的种类的技术，从而缩短检查和运输时间。下面为您介绍使用探针电喷雾电离质谱仪 DPiMS™-2020 和生物用板，经过简便的预处理过程即可检测残留在进口橙皮表面的采后农药防霉剂的事例。

K. Waki, H. Saiki

■ 进口橙皮的预处理

在日本进口的柑橘中，有时会使用防霉剂烯菌灵这种采后农药（图 1）。在日本，采后农药被视为食品添加剂，在残留浓度方面有限制性规定。因此，如果可以通过简便的检查判断是否使用采后农药，可以有效缩短检查时间。

在本次试验当中，使用探针电喷雾电离质谱仪 DPiMS™-2020（图 2）对喷洒在进口橙子表面的烯菌灵进行了检测。探针电喷雾离子源 (PESI) 使用探针从添加在样品板的试样中提取微量液体，对其进行电离，然后将生成的离子导入 MS 部分，进行质量分析（图 2）。因此，仅通过简便的预处理即可进行 MS 分析。本次分析所使用的进口橙皮预处理的一系列流程如图 3 所示。

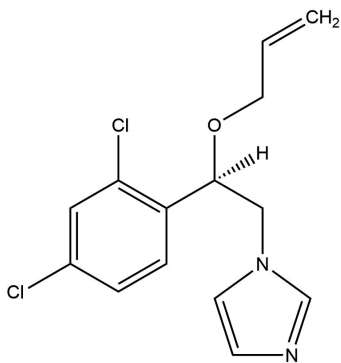


图 1 烯菌灵的结构式

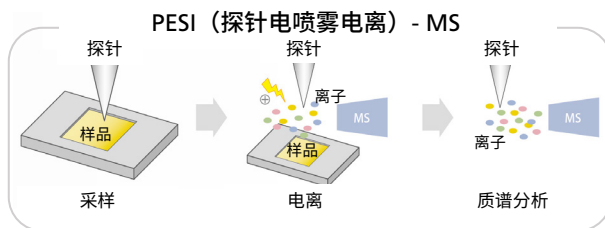
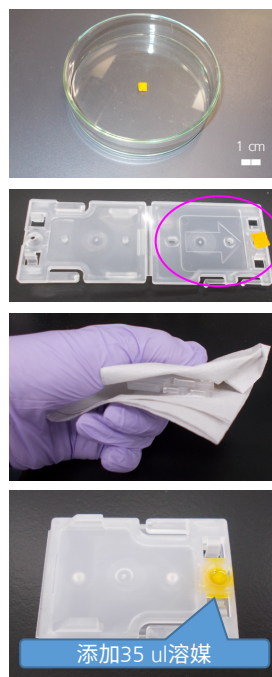


图 2 DPiMS™-2020 和探针电喷雾电离法的原理将探针插入样品板上的试样中，并向附着在探针表面的样品施加电压以使分子电离。



1. 将分析对象切割为 5 mm 见方，厚度为 1~2 mm。
2. 将分析对象装载至生物用板上有箭头一侧的圆形凹陷处，待分析的一面朝上。
3. 将板折叠为 2 层。
4. 向板上的孔内添加 35 μl 溶媒，进行分析。

添加 35 μl 溶媒

图 3 使用生物用板的进口橙皮预处理方法
如果夹在板之间，则可使用同样的方法进行分析。

■ 使用 DPiMS-2020 进行分析

使用 DPiMS-2020 进行分析时，必须对探针的动作条件和质谱仪的条件进行设定。本实验按表 1 和表 2 所示的条件进行分析。对标准品进行分析，将色谱图进行谱图平均后的结果如图 4A 所示。通过使用 DPiMS-2020 进行分析，确认烯菌灵中包含固有的 m/z 297 的同位素离子（图 4A'）。然后，从 1 个橙子上 2 处采集橙皮，通过图 3 所示的方法进行预处理，分别进行分析。从一处橙皮中未检测出烯菌灵，但从另一处检测出烯菌灵（图 4B、C）。此外，还检测出了烯菌灵的同位素离子（图 4C）。针对该进口橙皮的不同采集部位产生了不同的结果，可能是由于向进口橙子喷洒烯菌灵时喷洒不均导致的。

表 1 PEI (探针) 驱动条件

离子化位置	: -37 mm
离子化停止时间	: 200 msec
采样位置	: -44.5 mm
采样停止时间	: 50 msec
探针速度	: 250 mm/s
探针加速度	: 0.63 G

表 2 质谱仪 分析条件

DL 温度	: 250 °C
加热块温度	: 50 °C
放电电压	: +2.45 kV (ESI - 正离子模式)
采样停止时间	: 50 msec
扫描速度	: 5000 u/sec

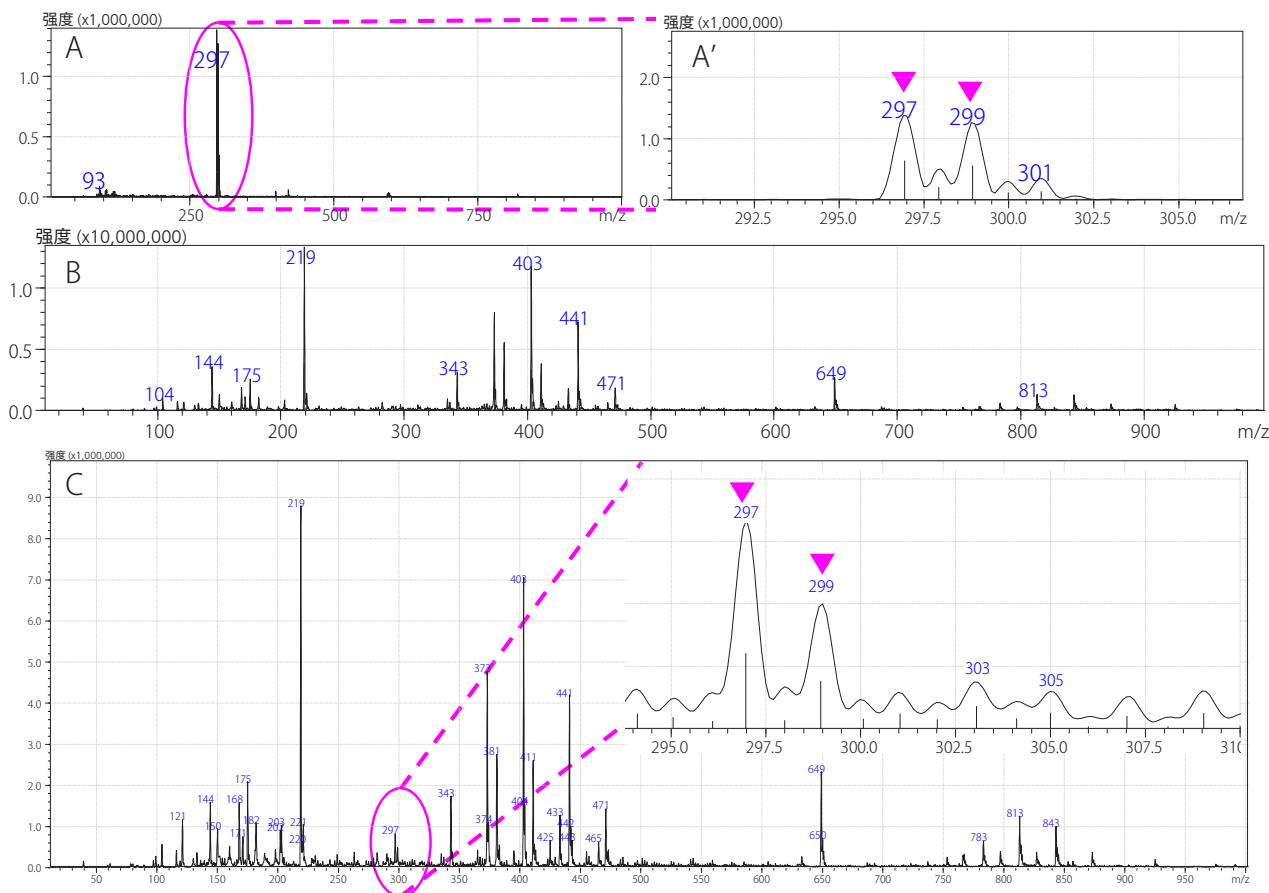


图 4 各样品中烯菌灵的质谱
A: 烯菌灵标准品、A' : A 的 m/z 297 周围放大图、B、C: 分析柑橘皮表面时的质谱

该方法是从测定对象的小面积提取并测定的，因此也可以确定对象药剂的所在部位。

■ 结论

本文中使用了 DPiMS-2020，在没有特别预处理的情况下，对进口橙皮表面上是否喷洒采后农药烯菌灵进行了确认。和本实验相同，该仪器可用于简便的筛查，检查是否存在标准物质。同时，与 LC-MS/MS 并用的话，还可以进行定量解析，应用范围广泛。如果是夹在板之间的话，本方法还可以应用于各种样品，在需要迅速判别样品中有无目标物质时十分有用。此外，LC-MS/MS 作为用于定量分析的筛选对象化合物的方法也被期待。

DPiMS 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2020 年 8 月