

关键词

全自动QuEChERS净化仪；HPLC-MS/MS；氯吡脞

介绍

氯吡脞（1-(2-chloropyridin-4-yl)-3-phenylurea），化学名称为1-(2-氯-4-吡啶)-3-苯基脞，是一种苯脞类的植物生长调节剂，作用于细胞的有丝分裂、增大和分化，因而又称大果灵、吡效隆。但如食用含氯吡脞残留的食品，可能会给人体带来蛋白质代谢的紊乱、肺气肿等危害。

现参考《GB 23200.110-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中氯吡脞残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》，用乙腈提取西瓜试样中的氯吡脞，应用睿科全自动QuEChERS净化仪系统，由m-PFC（多壁碳纳米管）柱净化后进行液相色谱-质谱/质谱法分析检测，外标法定量，整体回收率在80.3~93.6%之间，RSD（n=4）在1.5~3.8%之间。

1. 仪器、试剂以及耗材

仪器

Raykol QS 60 全自动 QuEChERS 净化仪

Raykol Auto Prep 200 全自动液体样品处理工作站

Raykol Auto EVA 80 高通量全自动平行浓缩仪

Agilent 1260 高效液相色谱 (HPLC)、Agilent 6410 质谱检测器 (MS)

耗材

m-PFC CP 净化柱 (多壁碳纳米管): 180mg/3mL

试剂

乙腈: HPLC 级

甲酸: HPLC 级

氯吡脒基质工作溶液

2. 标准曲线配制

使用 Auto Prep 200 液体样品处理工作站可进行氯吡脒标准工作溶液的配制。将配制的氯吡脒标准储备液 (100 μ g/mL) 直接稀释为氯吡脒标准使用液 (1 μ g/mL), 然后配制一条浓度分别为 0.0 μ g/L, 10.0 μ g/L, 20.0 μ g/L, 50.0 μ g/L, 100.0 μ g/L、200.0 μ g/L 的标准工作溶液。具体配制方法如图-1 所示。

空白基质溶液用 Auto EVA 80 高通量全自动浓缩仪氮吹干后, 分别加入 1mL 上述标准工作溶液复溶, 过 0.22 μ m 的有机相微孔滤膜配制成系列基质工作溶液, 供液相色谱-质谱联用仪测定。



图-1 Auto Prep 200 的氯吡脒标准溶液配制方法

3. 样品前处理

3.1 提取

称取 10g 西瓜试样（精确至 0.01g）于 50mL 塑料离心管中，准确加入 10mL 乙腈，涡旋 3min 后加入 4g 无水硫酸镁、1g 氯化钠，再涡旋 1min 后离心 5min，上层清液备用。

3.2 净化

取上清液于 QS 60 的样品盘位中，将 CP 型号的 m-PFC 柱安装在 QS 60 的柱架上，运行仪器方法（图-2），净化后的样液即可上高效液相色谱质谱检测。

方法: mPFC.m	
上样	样品体积 1.0 mL 吸取速度 5 mL/min
	抽取次数 1 次 补偿体积 1.0 mL
过柱	过柱速度 2 mL/min 等待时间 5 S
	氦气压力 8 Psi 持续时间 15 S
	循环次数 1 次 缓冲位 <input type="radio"/> 是 <input checked="" type="radio"/> 否
过膜	过滤速度 5 mL/min 等待时间 5 S
	氦气压力 30 Psi 持续时间 10 S

图-2 QS 60 净化方法

4. 检测条件

4.1 HPLC-MS/MS 条件

色谱柱	Waters BEH C18 (100 mm×2.1 mm×1.7 μm)
流速	0.3 mL/min
流动相	A: Acetonitrile; B: H ₂ O (0.2% formic acid)
柱温	45 °C
进样体积	5 μL
离子模式	ESI ⁺
干燥气	10 L/min
氮气温度	350 °C
雾化压力	35 psi
梯度洗脱	起始 10 %乙腈, 1.5 min 内升至 90 %的乙腈, 保持 1 min; 然后降至 10%, 保持 2.5 min

表-1 氯吡胍液质检测条件

4.2 MRM 参数

化合物	定量离子对 (碰撞能量 V、 锥孔电压 V)	定性离子对 (碰撞能量 V、 锥孔电压 V)
-----	---------------------------	---------------------------

氯吡脞	248.0>129.0 (16, 20)	248.0>93.0 (34, 20)
-----	----------------------	---------------------

表-2 氯吡脞串联质谱检测参数

5. 样品测试

5.1 基质标准工作曲线

选择定量离子的峰面积作为纵坐标，浓度作为横坐标，做相关曲线，曲线为线性回归，各点权重相等，拟合出工作曲线，要求 $R^2 > 0.995$ ；此曲线两周需要重新配置一次。

5.2 基质加标回收实验

现取 10g 空白西瓜样，氯吡脞加标水平为 20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ ，进行上述步骤的前处理，使用液质进行分析检测，样品回收率和相对标准偏差如下表-3 所示：

名称	20 $\mu\text{g/L}$ (n=4)		40 $\mu\text{g/L}$ (n=4)		100 $\mu\text{g/L}$ (n=4)	
	平均回收率	RSD	平均回收率	RSD	平均回收率	RSD
氯吡脞	80.3	3.8	93.6	1.7	89.1	1.5

表-3 平均回收率和相对标准偏差 (n=4)

6. 总结

本文参考《GB 23200.110-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中氯吡脞残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》，进行液相色谱-质谱/质谱法分析检测。

睿科 QS 60 全自动 QuEChERS 净化仪系统，采用比表面积大的多壁碳纳米管柱对西瓜样品中氯吡脞目标化合物有较为高效的萃取结果，得到了较好的回收率和 RSD，应注意的是过柱洗脱速度的影响，洗脱速度以 1~3mL/min 为宜，特别是色素含量高、含油量高等样品。

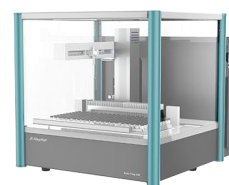
睿科 QS 60 全自动 QuEChERS 净化仪系统一步到位净化样品，避免离心和涡旋步骤，省时省力，从而实现高通量处理，为批量检测提供帮助。



全自动 QuEChERS 净化仪
净化



全自动平行浓缩仪
浓缩



全自动液体样品处理工作站
标曲配制



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2021年9月版