

水产品中孔雀石绿和无色孔雀石绿的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-314)

样品制备

水产品切碎匀浆, 2g 中加入 McIlvaines 缓冲液 (pH2.6) / 甲醇 =50/50 溶液 10mL; 离心 5000rpm, 20 分钟, 提取上清液, 再提取一次, 将两次上清液合并, 上 SPE。

活化

6mL 甲醇, 5mL 水, 5mL McIlvaines 缓冲液 (pH 2.6)

上样

样品, 1-2mL/min

清洗

6mL 0.1 NHCl 水; 6mL 50% 甲醇 / 水, 6mL 正己烷, 真空抽干

洗脱

10mL 50% 乙酸乙酯: 45% 甲醇: 5% 氨水 (V/V/V)

LC/MS 方法

色谱柱

Thermo Scientific Hypersil GOLD 2.1 × 50 mm, 5μm

货号

25005-052130

流动相

A: 水 (0.1% 甲酸) B: 乙腈 (0.1% 甲酸)

梯度程序: 40%A-5%A (0-5min)

进样量

20μL

流速

300μL/min

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3500V

离子传输管度

350

结果

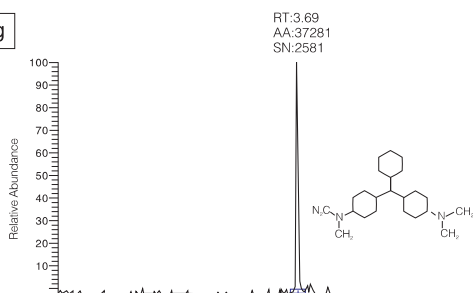
1. 鱼、虾提取物中孔雀石绿、无色孔雀石绿的 LOQ 在 0.05-0.1μg/kg。

表 1. 鱼、虾提取物中孔雀石绿、无色孔雀石绿

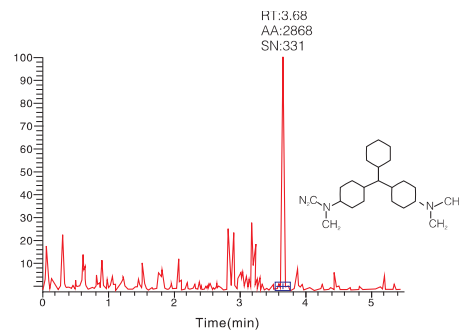
鱼					
	LOD (μg/kg) %	RSD N=3	LOQ (μg/kg)	%RSD N=3	R2
孔雀石绿	0.1	6.8	0.1	8.2	0.9984
无色孔雀石绿	0.1	12.0	0.11	2.0	0.9983
虾					
孔雀石绿	0.05	7.9	0.05	7.9	0.9990
无色孔雀石绿	0.05	13.5	0.11	1.2	0.9988

2. 样品检测结果:

500 ng/kg



500 ng/kg



分别对 500ng/kg (ppt) 和 50ng/kg (ppt) 无色孔雀石绿污染虾的检测结果。