

方法验证报告

方法名称	韭菜中氯酸盐和高氯酸盐的测定 离子色谱-质谱/质谱法
制订单位	北京市疾病预防控制中心
验证单位	北京市大兴区疾病预防控制中心
样品前处理方法	1.仪器和材料 Sciex TRAP 5500 超高效液相色谱仪串联三重四极杆质谱仪； 高速冷冻离心机；涡旋混合器；超声波清洗器；色谱柱 Ion Pac AS 20(250mm×2.0mm, 10 μm)。 2.试剂和材料 试验室用水为一级水；甲醇、乙醇、甲酸、氢氧化钾均为色谱纯；石墨化碳黑小柱购自安谱公司。 3.标准储备溶液的配制 按照委托方提供的方法草案进行配制。 4.前处理方法 韭菜样品称取2.0 g（精确至0.01 g），置于50 mL离心管中，加入适量氯酸盐和高氯酸盐同位素内标混合标准中间液，振荡混合后静置30 min。加入0.1%甲酸水溶液4.0 mL，具塞后震荡混匀，涡旋混匀30 s，超声提取15 min，加入乙腈6.0 mL，超声提取30 min，10 000 r/min离心5 min，取上清液待净化。 吸取2.0 mL上清液过石墨化炭黑固相萃取柱，弃去流出液，随后再吸取2.0 mL上清液过石墨化炭黑固相萃取柱，流出液过再生纤维素滤膜，离子色谱-串联质谱仪测定。

仪器
条件

1.仪器型号:

离子色谱仪串联三重四极杆质谱仪(型号: Sciex 5500); 色谱柱: Ion Pac AS 20(250mm×2.0mm, 10 μm)。

2.色谱分离条件: 参照委托方提供的方法草案

3.质谱条件:

离子源: 电喷雾离子源 (ESI)

扫描方式: 负离子扫描;

检测方式: 多反应检测 (MRM);

电喷雾电压 (IS): -4500V;

离子源温度: 550℃;

雾化气压力 (GS1): 60 psi;

气帘气压力 (CUR): 30 psi;

辅助气压力 (GS2): 60 psi。其它质谱参数见下表

表 1 质谱条件

化合物	母离子 m/z	子离子 m/z	去簇电压 (V)	碰撞电压 (V)
氯酸根	83.0	67.0*	-100	-30
	85.0	69.0	-100	-27
高氯酸根	99.0	83.0*	-100	-36
	101.0	85.0	-100	-38
氯酸根内标	89.0	71.0*	-100	-30
高氯酸根内标	107.0	89.0*	-100	-36

标记*的为定量离子

4.实验结果:

氯酸盐和高氯酸盐在 2.5-500 ng/mL 和 0.25-500 ng/mL 范围内线性相关系数良好, 在 1 倍、2 倍和 10 倍定量限时回收率符合食品中痕量污染物检测的要求, 结果见附表 1。

验证人:

李倩 谢爱媛
巩利彤

2023年9月27日

验证单位签章



2023年9月27日

附表 1 韭菜中氯酸盐和高氯酸盐的回收率 ($n=6$)

氯酸盐 (μg/kg)						高氯酸盐 (μg/kg)					
本底值	添加水平	实测值	回收率 (%)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD%	本底值	添加水平	实测值	回收率 (%)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD%
19.2	50	70.7	103	102	0.970	1.60	5	6.22	92.4	107	9.67
		69.9	101					7.36	115		
		70.3	102					6.83	105		
		71.2	104					6.49	97.8		
		70.4	102					7.57	119		
		69.8	101					7.09	110		
	200	231	106	107	2.79		20	22.2	103	107	5.27
		236	108					24.9	117		
		243	112					23.7	111		
		228	105					21.7	101		
		228	104					23.1	107		
		229	105					22.8	106		

	1000	1024	100	102	1.86		100	109	108	108	4.20
		1015	100					101	99.5		
		1055	104					113	111		
		1022	100					111	110		
		1030	101					113	112		
		1061	104					108	106		