

测试报告

样品信息			
样品名称	鱼肉	编号	SHZ-20230131-005
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/02/14	测试期间	2023/02/14-2023/02/17
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	马拉硫磷、二嗪农、敌敌畏、甲基吡啶磷、蝇毒磷		
参考标准			
参考标准	GB 31656.8-2021	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® UHPLC LP-C18 2.1×100mm, 1.8μm		
流动相:	时间	流动相 A: (乙腈) %	流动相 B: (0.1%甲酸水溶液) %
	0.00	5	95
	1.00	5	95
	2.00	95	5
	7.50	95	5
	8.00	5	95
9.00	5	95	
柱温:	40 °C		
流速:	0.25 mL/min		
进样量:	5 μL		
注意事项	本次测试采用基质曲线, 建议采用内标法。		



● 流动相的配置：

流动相 A： 色谱级乙腈

流动相 B： 0.1 %甲酸水溶液（取 1 mL 甲酸，用水稀释并定容至 1000 mL。）

● 质谱条件：

离子源： ESI

检测方式： MRM

干燥气： 氮气， 400℃， 流速： 900L/Hr

碰撞气： 氦气

离子喷雾电压： 0.5kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
马拉硫磷	331.0	98.9	12	22	Positive
		127.0		12	
		284.9		6	
二嗪农	305.1	96.9	26	30	Positive
		153.1		18	
		169.0		20	
敌敌畏	220.8	79.0	28	24	Positive
		108.9		16	
甲基吡啶磷	325.0	111.9	8	36	Positive
		139.0		26	
		183.0		14	
蝇毒磷	363.0	227.0	24	28	Positive
		335.0		16	

● 样品溶液的配置：

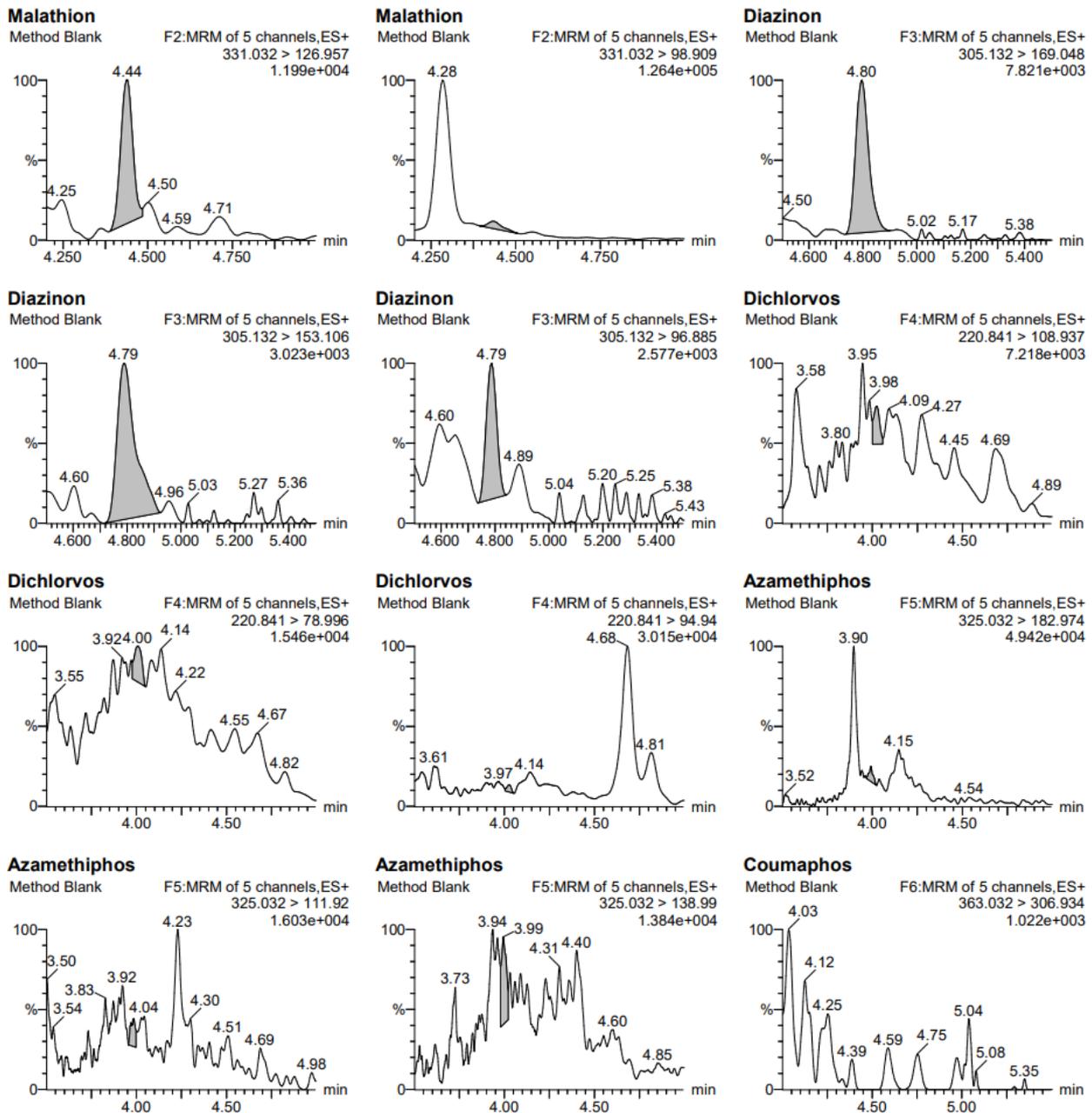
样品溶液： 称取 5.00 g 猪肉于 50 mL 离心管中， 加入 25 mL 乙酸乙腈（1%）， 无水乙酸钠 1g， 涡旋混合 2 min， 超声 30 min， 8000 r/min 离心 10 min； 取上清液备用。



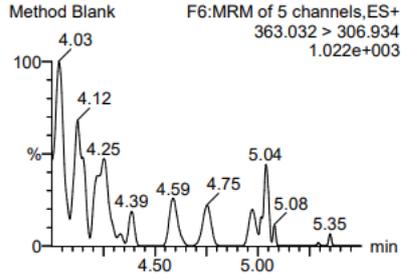
备用液加 500 mgPSA 吸附剂，涡旋振荡 1 min，8000 r/min 离心 10 min;取上清液 5.0 mL，于 45℃氮吹至干，加入定容液（水：乙腈=1:99）1.0 mL 溶解残渣，加 PSA 吸附剂 200 mg，涡旋 1 min，5000 r/min 离心 10 min，取上清液过 0.22 μm 的 PVDF 膜，上机分析。

谱图和数据

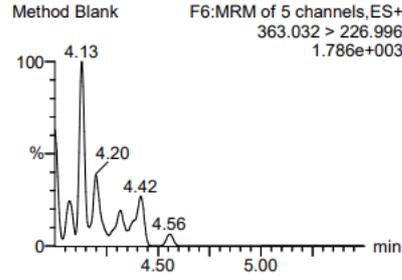
(1) 空白



Coumaphos

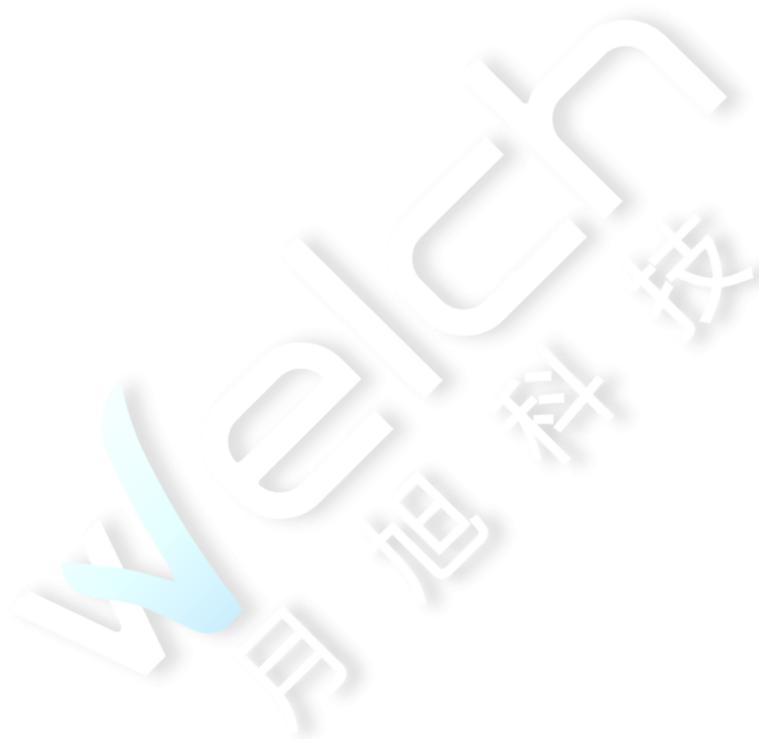


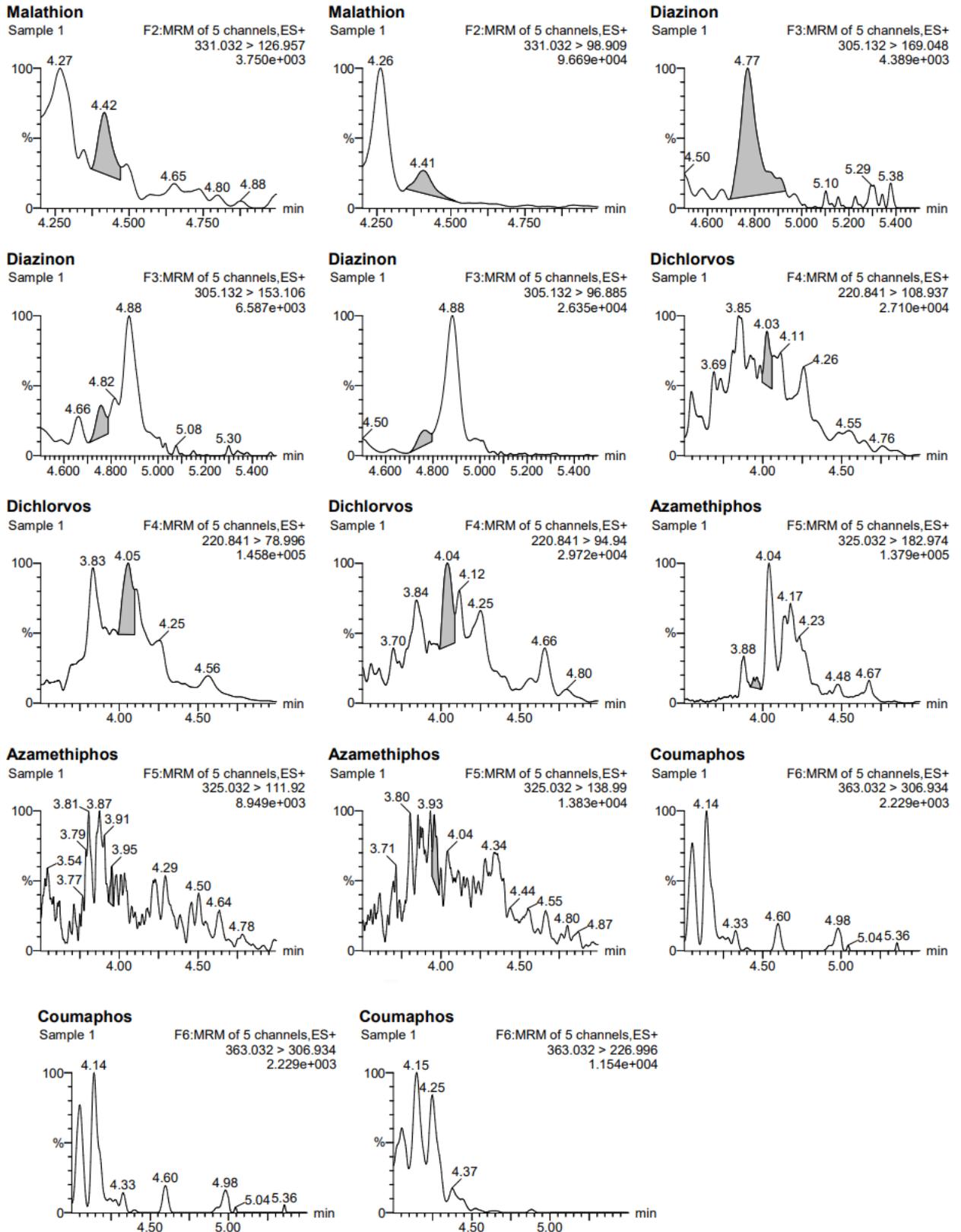
Coumaphos



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Method Blank	Malathion	331.032 > 126.957	4.44	441.210	bd	0.158		1.607	
Method Blank	Diazinon	305.132 > 169.048	4.80	420.939	bb	0.007		1.804	4.344
Method Blank	Dichlorvos	220.841 > 108.937	4.02	66.215	dd	0.066		0.386	1.732
Method Blank	Azamethiphos	325.032 > 182.974	3.99	110.880	bb	0.003		1.378	0.465
Method Blank	Coumaphos	363.032 > 306.934							

(2) 样品溶液

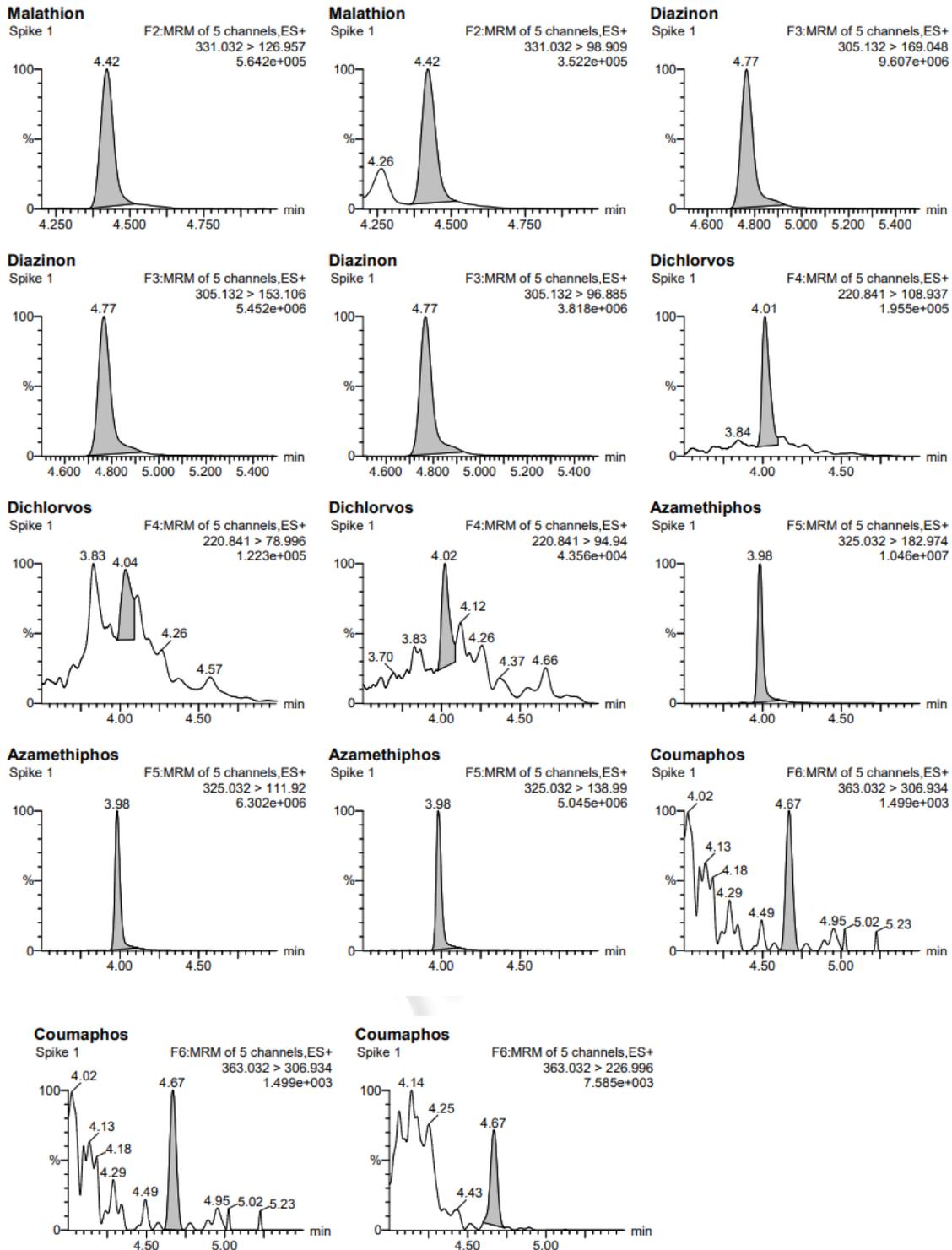




Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Sample 1	Malathion	331.032 > 126.957	4.42	85.513	bd	0.031	0.081	
Sample 1	Diazinon	305.132 > 169.048	4.77	345.350	bb	0.006	5.061	2.179
Sample 1	Dichlorvos	220.841 > 108.937	4.03	440.277	dd	0.436	0.084	0.393
Sample 1	Azamethiphos	325.032 > 182.974	3.96	410.326	bb	0.010	11.436	2.202
	Coumaphos	363.032 > 306.934						



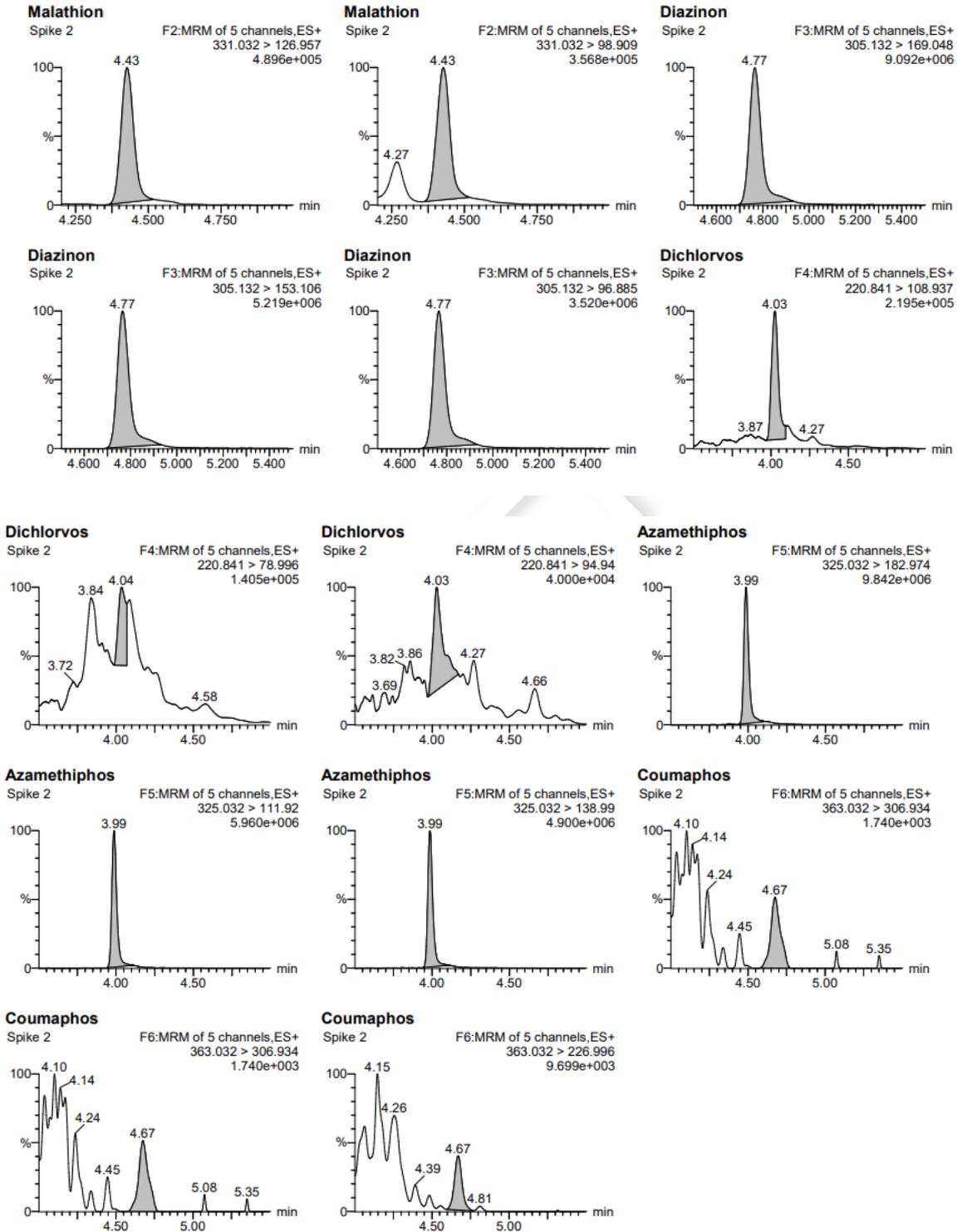
(3) 10 ng/mL 基质曲线



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Spike 1	Malathion	331.032 > 126.957	4.42	27942.453	bb	10.000	0.0	1.549	
Spike 1	Diazinon	305.132 > 169.048	4.77	571348.125	bb	10.000	0.0	1.731	2.485
Spike 1	Dichlorvos	220.841 > 108.937	4.01	10090.504	bd	10.000	0.0	2.260	5.672
Spike 1	Azamethiphos	325.032 > 182.974	3.98	398032.563	bb	10.000	0.0	1.695	2.084
Spike 1	Coumaphos	363.032 > 306.934	4.67	74.226	MM	10.000	0.0	1.003	0.286



(4) 样品加标 10 ng/mL。



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Spike 2	Malathion	331.032 > 126.957	4.43	24130.740	bb	8.636		1.344	
Spike 2	Diazinon	305.132 > 169.048	4.77	542072.438	bb	9.488		1.730	2.555
Spike 2	Dichlorvos	220.841 > 108.937	4.03	10520.001	bd	10.426		2.405	4.840
Spike 2	Azamethiphos	325.032 > 182.974	3.99	355965.469	bb	8.943		1.674	2.032
Spike 2	Coumaphos	363.032 > 306.934	4.67	65.795	MM	8.864		1.000	0.300



● 结论：

使用月旭 Ultimate® UHPLC LP-C18 2.1×100mm, 1.8μm 检测鱼肉中有机磷类药物残留量中马拉硫磷、二嗪农、敌敌畏、甲基吡啶磷、蝇毒磷平均回收率为 86.4%、94.9%、104.3%、89.4%、88.6%，样品回收率满足要求。

日期: 2023/02/18

