

QuEChERS EN 方法用于大米中农药多残留的检测

本方法适用于含脂类和蜡类物质较多的水果、蔬菜和谷物等中农药多残留的测定

一、样品提取

将大米在 -18°C 下冷冻，彻底粉碎。称取经粉碎的大米 5.0 g 于 50 mL 离心管中，加水 10 mL 混匀，放置 30 min，然后加入 10 mL 乙腈，涡旋 10 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠），涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 6 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管（900 mg MgSO₄、150 mg PSA 和 150 mg C18）中，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件：

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm)
或者相当者

进样口温度：220°C

检测器温度：300°C

升温程序：180°C (保持 2 min)

以 10°C /min 升温到 230°C (保持 2 min)

以 2°C /min 升温到 260°C (保持 2 min)

以 25°C /min 升温到 270°C (保持 1.6 min)

载气：氮气

流速：1.6 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

LC-MS/MS 条件：

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
---	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40°C

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1/160.1	68	10	34	12
		192.1/132.2	68	10	42	12

四、实验结果

表 4 0.2 mg/kg 大米中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	82.0	81.0	83.0	82.0	1.2
百菌清	84.0	86.0	91.5	87.2	4.5
乙烯菌核利	84.0	86.0	84.0	83.2	1.7
三唑酮	103.5	99.0	102.5	101.7	2.3
腐霉利	98.4	94.5	97.5	96.8	2.1
异菌脲	103.5	98.0	100.0	100.5	2.8
联苯菊酯	107.5	101.5	107.5	105.5	3.3
甲氧菊酯	86.5	81.5	85.0	84.3	3.0
高效氯氟氰菊酯	92.0	87.5	88.4	89.3	2.7
氟氯菊酯	87.6	85.4	85.8	86.3	1.3
氯菊酯	71.5	76.8	71.2	73.2	4.3
氟氯戊菊酯	131.2	123.2	124.5	126.3	3.4
氰戊菊酯	102.5	98.5	88.0	96.3	7.8
氟胺菊酯	92.9	90.4	90.7	91.3	1.5
溴氰菊酯	117.5	111.5	109.0	112.7	3.9

表 5 0.05 mg/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
涕灭威	94.6	93.6	99.2	95.8	3.1
克百威	89.6	91.6	91.2	90.8	1.2
灭多威	107.6	114.4	111.2	111.1	3.1
多菌灵	75.8	82.0	82.6	80.1	4.7
涕灭威砒	97.2	104.4	101.2	100.9	3.6
涕灭威亚砒	93.0	100.0	101.6	98.2	4.7
甲萘威	86.6	85.8	92.6	88.3	4.2

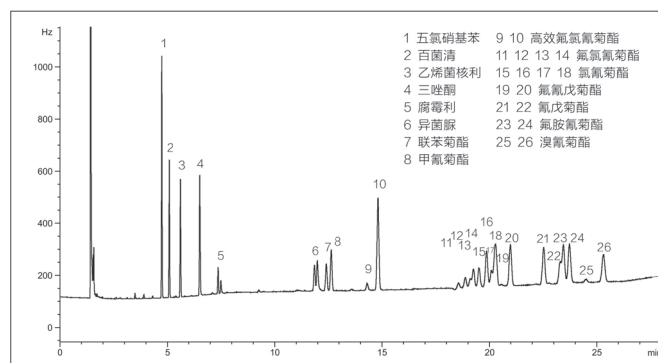


图 1 添加水平为 0.2 mg/kg 大米中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

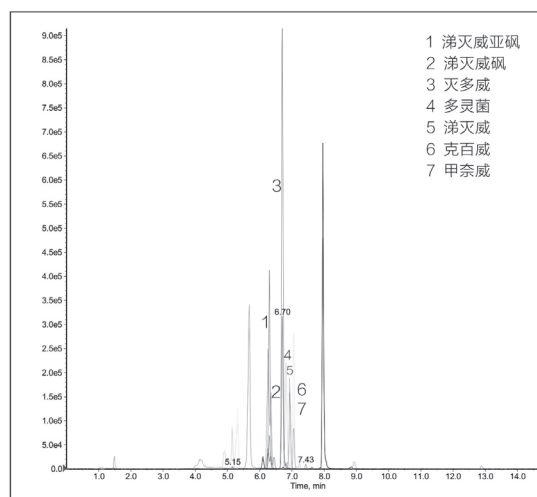


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸二钠, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015032H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、150 mg C18, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱