

# 蔬菜中多种农药残留量 UPLC-MS/MS 测定 (Copure® QuEChERS)

GB 23200.121-2021 《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》

## 一、样品提取

准确称取黄瓜试样 10.0 g (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入乙腈 10 mL, 涡旋混合 5 min., 加入 QuEChERS 萃取盐包 (Cat: COQ050010H) 立即摇散, 剧烈振摇 1 min, 然后再涡旋混合 5min, 最后以 8000 r/min 离心 5 min.

## 二、净化

取上述提取物的上清液 6 mL 于 QuEChERS 净化管 (Cat: COQ015022H) 中, 涡旋振荡 5 min, 以 8000 r/min 离心 5 min, 精密移取上清液 1mL 置氮吹仪于 40°C 浓缩至近干, 用初始流动相定容至 1 mL, 涡旋混匀, 过 0.22 μm 尼龙滤膜, 上机测试。

## 三、标曲配制

称取 10.0 g 试样按照上述一、二步骤操作至浓缩约 0.2 mL, 作为空白基质底液。分别准确移取一定量的混合标准液加入空白基质底液, 用初始流动相定容至 1mL, 配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液, 过 0.22 μm 尼龙滤膜, 上机测试。

## 四、仪器条件 (Thermo Fisher TQS Endura)

### 液相部分

色谱柱: CommaSil® ODS (2.1 mm × 100 mm, 2.7 μm)

流动相: A: 0.1% 甲酸水 B: 甲醇

流速: 0.4 mL/min 柱温: 35°C 进样量: 3 μL

### 洗脱程序

表 1 流动相及其梯度条件

时间/min	A/%	B/%
0.0	98	2
2.0	95	5
8.0	70	30
16.5	30	70
17.5	30	70
19	2	98
21	2	98
21.5	98	2
22	98	2

### 质谱条件

离子源: HESI 电喷雾电压: 3500 V

鞘气压力: 30 arb 辅气压力: 2 arb

离子传输管: 380°C 辅气温度: 350°C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (\* 为定量离子)

名称	保留时间/min	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)
甲胺磷	1.48	142.1	94.1*,125.1
久效磷	6.86	224.1	192.9*,109.1
克百威	12.17	222.3	165.0*,123.1
水胺硫磷	14.49	312.0	269.9,235.9*
硫环磷	10.54	256.0	227.9*,139.9
甲基硫环磷	6.78	228.0	167.9*,109.1
吡虫啉	7.76	256.1	209.0*175.1
马拉硫磷	16.26	331.0	127.1*,199.0
啶虫脒	8.71	223.2	126.0*,99.0

乐果	8.17	230.0	198.9*,125.1
氧化乐果	3.69	214.1	182.9*,125.0
硫双威	13.73	355.1	88.1*,107.8
残杀威	11.97	210.0	111.0*,168.0
异丙威	13.71	194.0	95.1*,137.1
苯线磷砷	13.04	336.1	266.0*,308.1
内吸磷	15.01	259.1	89.1*,61.2
苯线磷亚砷	12.72	320.1	233.0*,292.0
涕灭威砷	12.17	233.2	166.0*,72.0
特丁硫磷亚砷	15.33	305.0	248.9*,187.2
特丁硫磷砷	15.39	321.1	274.9*,171.0
甲拌磷砷	13.89	293.1	247.0*,251.9
灭线磷	16.74	243.1	172.9*,214.9
3- 羟基克百威	8.74	238.2	181.0*,163.0
甲拌磷亚砷	13.57	277.1	125.1*,259.0
多菌灵	4.76	192.1	160.1*,132.0
磷胺	11.62	300.0	174.0*,127.0
甲磺隆	12.74	382.0	167.3*,198.9
猛杀威	15.27	208.0	109.0*,151.1
氯唑磷	16.62	314.0	162.3*,271.9

## 五、实验结果

表 3 加标回收率结果 (加标水平为 100 μg/kg)

目标物	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
甲胺磷	81.0	75.9	72.1	76.3	5.8
久效磷	92.1	95.8	88.8	92.3	3.8
克百威	73.4	78.9	72.0	74.8	4.9
水胺硫磷	97.6	108.9	107.6	104.7	5.9
硫环磷	89.9	95.8	91.0	92.2	3.4
甲基硫环磷	87.7	93.5	89.0	90.1	3.4
吡虫啉	88.6	95.1	86.5	90.1	5.0
马拉硫磷	67.1	70.4	62.6	66.7	5.8
啶虫脒	90.8	94.3	86.4	90.5	4.4
乐果	82.3	92.6	85.0	86.6	6.2
氧化乐果	86.6	94.6	86.2	89.1	5.3
硫双威	75.3	79.8	71.8	75.6	5.3
残杀威	86.7	92.5	85.1	88.1	4.4
异丙威	79.6	84.5	80.3	81.5	3.2
苯线磷砷	95.3	98.9	99.1	97.8	2.2
内吸磷	80.9	94.0	86.1	87.0	7.6
苯线磷亚砷	100.3	98.1	94.5	97.6	3.0
涕灭威砷	74.3	66.9	71.1	70.8	5.3
特丁硫磷亚砷	75.1	70.7	67.7	71.1	5.2
特丁硫磷砷	78.1	84.7	74.9	79.2	6.3
甲拌磷砷	84.6	83.3	75.0	81.0	6.5
灭线磷	71.9	75.8	70.1	72.6	4.0
3- 羟基克百威	86.6	93.8	91.6	90.7	4.1
甲拌磷亚砷	85.3	90.0	86.3	87.2	2.8
多菌灵	88.4	90.0	82.5	87.0	4.6
磷胺	87.9	93.5	87.5	89.6	3.7
甲磺隆	60.1	62.1	58.0	60.1	3.4
猛杀威	62.0	68.1	60.3	63.5	6.4
氯唑磷	63.3	67.7	60.8	63.9	5.5

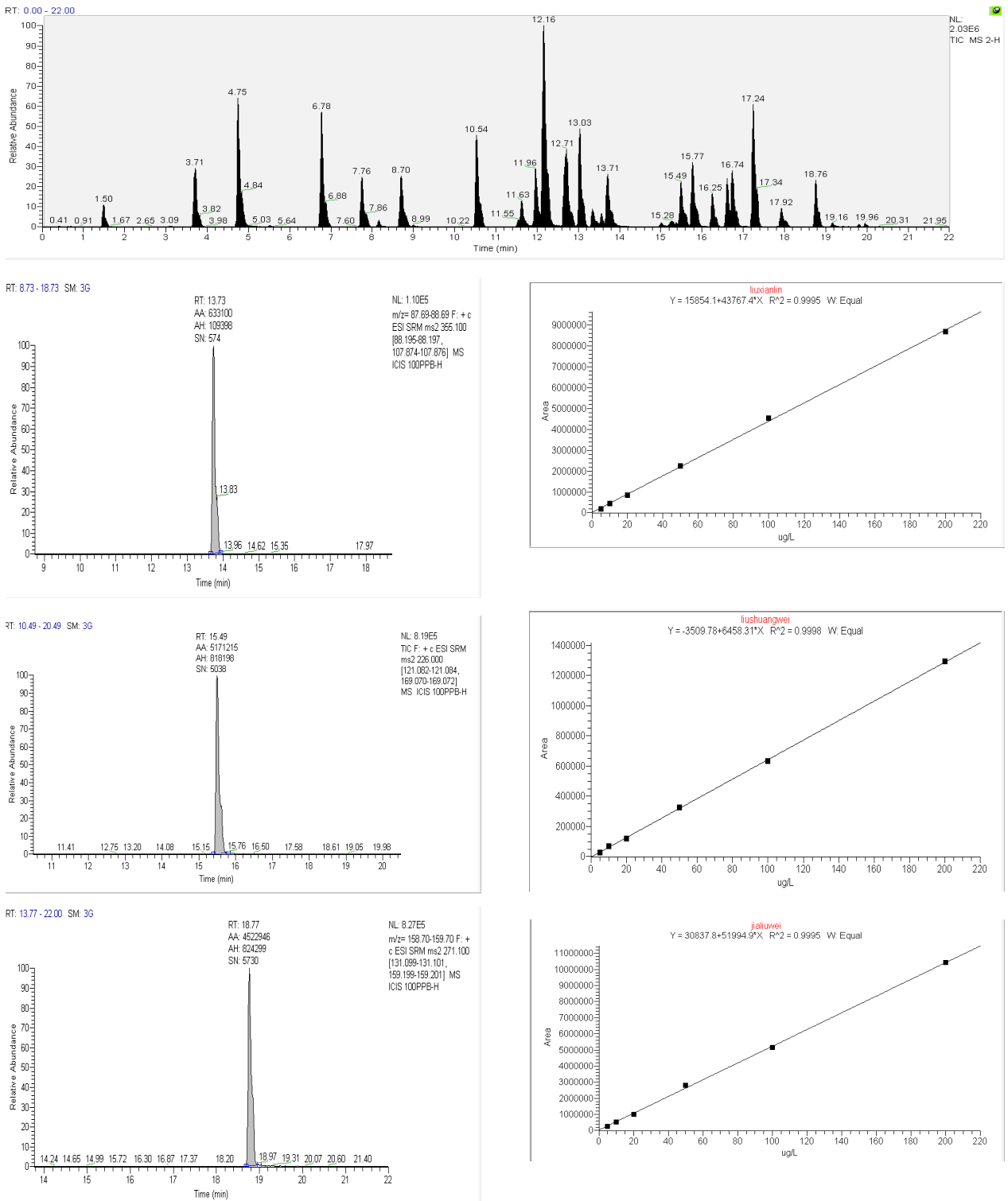


图1 加标水平 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的多种农药残留总离子流及部分提取离子色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4g MgSO <sub>4</sub> 、1g NaCl、1g 柠檬酸钠、0.5g 柠檬酸二钠, 50mL 离心管, 内含离心管架,	50 支 / 盒
COQ015022H	900mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA、15mL 离心管, 内含离心管架	50 包 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 $\mu\text{m}$ , 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒