

韭菜中 13 种氨基甲酸酯类农药多残留的 UPLC-MS/MS 测定 (Copure® NH₂)

《NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定 第三部分》

一、样品提取

准确称取 10.0 g 经粉碎的韭菜于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈，振荡提取 20 min，加入 7 g 氯化钠，振荡 10 min，8000 r/min 离心 5 min，上层乙腈层待净化。

样品净化 (Copure® NH₂, 500 mg/6 mL)

活化: 向 NH₂ 柱中加入 4 mL 甲醇 - 二氯甲烷 (1+99) 活化，弃去流出液；

二、上样和洗脱: 向柱中加入 10 mL 乙腈提取液，重力作用下自然流出，收集流出液；再加 5 mL 乙腈洗脱并收集，合并两次流出液。

重新溶解: 收集的流出液于 45°C 氮吹至近干，用 1 mL 甲醇 - 0.1% 甲酸水溶液 (10:90) 复溶，过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、标曲配制

称取阴性韭菜样品 10.0 g 按照上述一、二步骤进行至氮吹近干，作为空白基质提取液；

分别精密量取一定量的混合标准液加入到空白基质提取液中，用甲醇 - 0.1% 甲酸水溶液 (10:90) 定容至 1 mL，配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱: CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)

流动相: A: 水 (0.1% 甲酸) B: 甲醇 (0.1% 甲酸)

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
2.0	70	30
4.0	30	70
5.5	30	70
6.0	5	95
8.0	5	95
8.5	95	5
10.0	95	5

流速: 0.4 mL/min 柱温: 35°C 进样量: 5 μL

质谱条件

离子源: HESI

电喷雾电压: 3500 V

订购信息

货号	描述	包装
CONH6500	Copure® 固相萃取柱 NH ₂ , 500 mg/6 mL	20 支 / 盒
CS211003ODS	CommaSil® ODS 色谱柱, 2.1 mm×100 mm, 3 μm	1 根 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	尼龙滤膜, 直径 47 mm, 孔径 0.22 μm, 水系	200 片 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 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

鞘气压力: 20 arb

辅气压力: 2 arb

离子传输管: 320°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)

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	涕灭威亚砷	2.66	207.0	89.125*, 132.0
2	涕灭威砷	2.91	223.0	86.154, 148.075*
3	杀线威	3.05	242.1	72.25*, 121.042
4	灭多威	4.07	163.0	87.0, 107.0*
5	3-羟基克百威	4.08	238.0	163.083*, 181.083
6	涕灭威	4.55	208.1	89.15, 116.196*
7	残杀威	4.86	210.0	111.083*, 168.012
8	克百威	4.90	222.3	123.054, 165.083*
9	甲萘威	5.07	202.0	117.125, 145.075*
10	异丙威	5.29	194.0	95.155*, 137.083
11	仲丁威	5.71	208.1	95.125*, 151.0
12	甲硫威	5.94	226.0	121.083, 169.071*
13	猛杀威	6.04	208.0	109.012*, 151.113

五、实验结果

表 3 韭菜中 13 种氨基甲酸酯类农药加标回收结果

目标物	加标浓度 μg/kg	回收率 (%)				平均回收 率 (%)	RSD (%)
		1	2	3	4		
涕灭威亚砷	0.02	81.83	84.81	89.00	89.02	86.17	4.1
涕灭威砷	0.02	91.18	92.26	93.43	95.86	93.18	2.2
杀线威	0.01	118.83	115.20	114.26	107.39	113.92	4.2
灭多威	0.01	105.23	113.44	101.73	107.47	106.97	4.6
3-羟基克百威	0.01	99.41	93.74	94.09	92.85	95.02	3.1
涕灭威	0.02	96.54	91.08	82.29	83.30	88.30	7.6
残杀威	0.01	105.72	90.49	95.85	86.05	94.53	9.0
克百威	0.01	103.75	97.19	93.50	91.77	96.55	5.5
甲萘威	0.01	96.02	89.06	93.21	83.31	90.40	6.1
异丙威	0.01	96.50	84.68	88.18	77.44	86.70	9.1
仲丁威	0.01	89.94	77.11	82.53	70.28	79.96	10.4
甲硫威	0.01	76.15	66.53	70.65	64.96	69.57	7.2
猛杀威	0.01	86.86	76.74	80.96	71.20	78.94	8.4

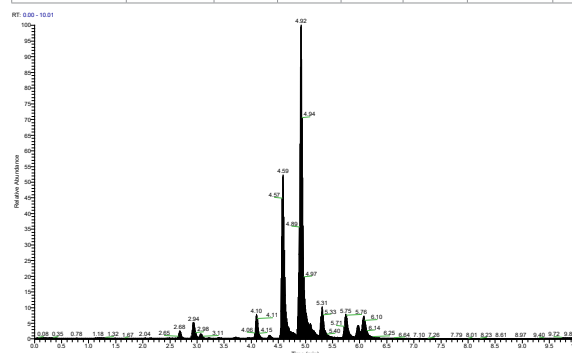


图 1 13 种添加水平为 20 μg/L 氨基甲酸酯类农药标准 TIC 图