

(NY/T 1380-2007, NY/T 761-2008) QuEChERS 方法用于苹果中有机磷、有机氯、菊酯、氨基甲酸酯类等 50 种农药残留量的同时检测

应用编号: AF10001

1. 样品前处理方法

1.1 样品提取

称取15 g均质好的苹果样品，置于50 mL 蔬菜水果提取管中，加入 15 mL 0.1%乙酸乙腈溶液，加入博纳艾杰尔MAS-QuEChERS 蔬菜水果提取包 (P/N: MS-MG5050)，再加入 4 颗玻璃珠，手动剧烈振荡 1 min，8000 rpm 离心5 min，取上清液 10 mL 待净化。

1.2 样品净化

将上述待净化液加入到 15 mL 博纳艾杰尔 MAS-QuEChERS 蔬菜水果净化管 (P/N: MS-9PA1011) 中，手动振荡 1 min，8000 rpm 离心 5 min，取上清液 5 mL 40 °C 氮吹至近干，1 mL 丙酮溶解用于气相检测。

再取 5 mL 上清液，40 °C 氮吹至近干，1 mL 乙腈溶解用于液质检测。

2. 色谱条件

色谱柱：预柱 1.0 m，0.53 mm 内径，脱活石英毛细管柱

A 柱：DA-50+ 色谱柱，30 m×0.53 mm×1.0 μm

B 柱：DA-1 色谱柱，30 m×0.53 mm×1.50 μm

进样口温度：220 °C

检测器温度：250 °C

柱温：150 °C (保持 2 min)→

250 °C (保持 12 min)(8 °C/min 升温)

载气：氮气，纯度 ≥ 99.999%，流速为 10 mL/min

燃气：氢气，纯度 ≥ 99.999%，流速为 75 mL/min

助燃气：空气，流速为 100 mL/min

进样量：1 μL

进样方式：不分流进样。样品一式两份，由双自动进样器同时进样。

3. 实验结果

表1 有机磷类农药加标回收GC-FPD检测实验结果(添加水平 0.02 μg/mL)

物质名称	处理加标回收率 /%	RSD/%	RT/min
甲胺磷 (Methamidophos)	82.2	0.8	5.789
乙酰甲胺磷 (acephate)	76.4	6.4	7.152
甲拌磷 (phorate)	76.5	4.8	8.677
氧化乐果 (Omethoate)	95.6	4.5	9.089
二嗪磷 (diazinon)	86.3	1.4	9.539
乐果 (dimethoate)	85.5	16.5	11.273
甲基对硫磷 (parathion-methyl)	102.4	7.5	13.780
毒死蜱 (chlorpyrifos)	86.5	1.2	14.649
马拉硫磷 (malathion)	99.2	6.2	15.073
甲基异柳磷 (isofenphos-methyl)	88.5	3.8	16.641
水胺硫磷 (isocarbophos)	95.6	3.5	17.184
三唑磷 (triazophos)	92.1	8.6	22.672
伏杀硫磷 (phosalone)	97.5	4.4	27.166
亚胺硫磷 (phosmet)	106.1	3.9	27.542

表2 有机氯和菊酯类农药加标回收GC-ECD检测实验结果(添加水平 0.02 μg/mL)

物质名称	处理加标回收率 /%	RSD/%	RT/inin
α - 六六六 (α -BHC)	84.8	13.8	5.715
林丹 (γ -BHC)	87.3	13.4	6.327
五氯硝基苯 (pentachloronitrobenzene)	83.5	11.0	6.425
百菌清 (chlorothalonil)	85.5	8.4	6.879
三唑酮 (triazime)	91.7	3.9	8.518
腐霉利 (procymidone)	93.6	2.6	9.388
O,P'DDE (O,P'DDE)	89.5	2.4	9.603
P,P'DDE (P,P'DDE)	92.3	1.1	10.179
O,P'DDD (O,P'DDD)	94.0	2.3	10.333
P,P'DDD (P,P'DDD)	95.3	2.6	10.934
联苯菊酯 (bifenthrin)	95.0	1.0	12.572
甲氰菊酯 (fenpropathrin)	96.4	0.5	12.678
三氟氯氰菊酯 (Cyhalothrin)	99.3	3.6	13.537
氯菊酯 (permethrin)	95.5	0.1	14.349
氰戊菊酯 (fenvalerate)	94.7	0.9	16.529
β - 六六六 (β -BHC)	81.3	25.9	6.216
δ - 六六六 (δ -BHT)	84.7	12.2	6.777
乙炔菌核利 (vinclozolin)	90.3	14.9	7.531
O,P' DDT (O,P' DDT)	83.3	17.5	10.334

物质名称	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/inin
P,P' DDT (P,P' DDT)	81.6	18.7	10.935
三氯杀螨醇 (dicofol)	83.9	17.7	11.781
异菌脲 (iprodione)	77.3	31.4	12.336
氟氯氰菊酯 (cyfluthrin)	80.3	27.6	15.119
氟氰戊菊酯 (flucythrinate)	101.3	33.7	15.529
氟胺氰菊酯 (tau-fluvalinate)	92.7	8.6	17.002
溴氰菊酯 (deltamethrin)	91.5	8.6	17.852

表3 氨基甲酸酯类农残加标回收LC-MS/MS检测实验结果(添加水平0.1 µg/mL)

物质名称	处理加标回收率/%	RSD/%
涕灭威砜 (aldicarb sulfone)	84.0	5.0
灭多威 (methomyl)	81.0	6.8
涕灭威亚砜 (aldicarb sulfoxide)	75.0	4.3
吡虫啉 (imidacloprid)	80.0	7.1
3- 羟基克百威 (3-hydroxycarbofuran)	70.0	11.3
涕灭威 (aldicarb)	70.0	4.7
啶虫脒 (acetamiprid)	70.0	6.8
克百威 (carbofuran)	71.0	2.4
氟虫腓 (fipronil)	70.0	2.3
甲萘威 (carbaryl)	70.0	10.1

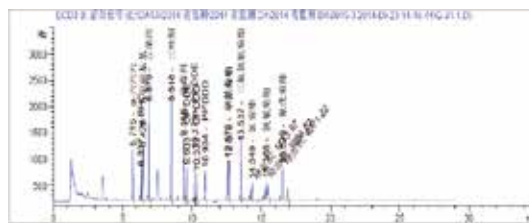


图3 有机氯和菊酯类0.1 µg/mL标品GC-ECD检测色谱图

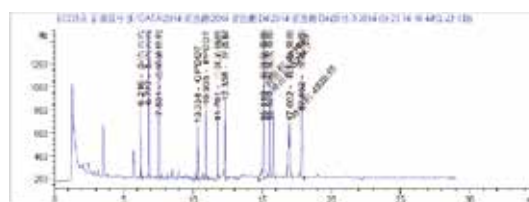


图4.有机氯和菊酯类加标0.1 µg/mL样品GC-ECD检测色谱图

4. 结论

本实验建立了苹果中农药残留的 QuEChERS 前处理方法，并结合气相色谱、液相色谱串连质谱对于加标量为 0.1 µg/kg 的样品进行了检测，回收率在 70%~120%，符合国标要求，QuEChERS 方法比较稳定，说明本方法能够用于处理苹果中的农药残留

5. 订货信息

产品名称	规格描述	订货号
蔬菜水果农残提取管	50 mL 离心管, 50支/盒	MS-MG5050
蔬菜水果农残净化管	15 mL 离心管, 50支/盒	MS-9PA1011
DA-50+	50% 苯基, 50% 聚二甲基硅氧烷, 30m×0.53mm×1.0µm, 1支	5053-3010
DA-1	100% 聚二甲基硅氧烷, 30m×0.53mm×1.50µm, 1支	0153-3015
乙腈	4×4L/箱	AH015-4
一次性注射器	2 mL, 无针头, 100/pk	LZSQ-2ML
微孔滤膜	单膜, 13 mm, 0.22 µm, 100/pk	AS021320
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处, 3.2×11.6mm, 100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶 / 米色 PTFE 隔垫 45° ShoreA; 10 mm, 100/pk	0915-1819

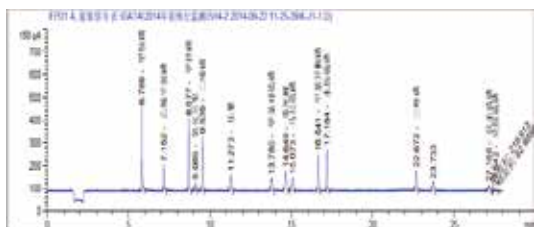


图1 有机磷标品GC-FPD检测色谱图

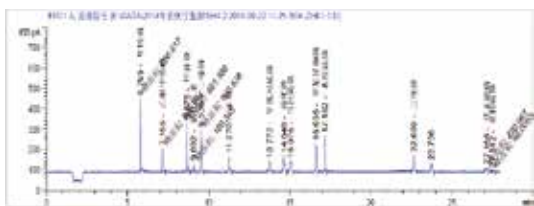


图2 有机磷加标0.1 µg/mL样品GC-FPD检测色谱图