

(AOAC 2007.01) QuEChERS方法用于马铃薯中45种农药的测定

LC-MS/MS法

应用编号AF10141

1. 样品前处理

1.1 样品提取

称取10 g已均质好的马铃薯样品，置于50 mL QuEChERS提取管中，加入10 mL 1%乙酸乙腈 (V/V)。加入4颗玻璃珠均质子，再加入QuEChERS提取包 (MS-MG5052)，剧烈震荡1 min，6000 r/min离心5 min，取上层清液1 mL作为待净化液。

1.2 样品净化

将上述1 mL待净化液加入QuEChERS净化管 (MS-9PP0265) 中，振荡1 min，6000 r/min离心5 min，取适量上层清液，用水以1:2 (V/V) 比例稀释，混匀后供LC-MS/MS检测。

2. 检测方法

2.1 色谱条件

色谱柱: Venusil[®] MPC18,
3 μ m, 100 \AA , 3.0 \times 50 mm;
流动相: A相-5 mM甲酸铵水溶液,
B相-5 mM甲酸铵甲醇溶液;
柱温: 30 $^{\circ}$ C; 进样量: 5 μ L; 梯度洗脱(见表1)

表1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间 /min	流速 /mL/min	A/%	B/%
0.0	0.4	95	5
0.5	0.4	95	5
1.0	0.4	60	40
3.0	0.4	15	85
4.5	0.4	5	95
6.0	0.4	5	95
6.1	0.4	95	5
12.0	0.4	95	5

2.2 质谱条件

离子源: ESI⁺; 电喷雾电压: 4500 V; 雾化气压力: 50 psi; 气帘气压力: 10 psi; 辅助气压力: 50 psi; 离子源温度: 400 $^{\circ}$ C; 采集方式: 多反应监测(MRM)。

3. 实验结果

表2. 马铃薯基质加标回收实验结果(添加水平0.03 mg/kg)

物质名称	保留时间 /min	平均回收率 /%	变异系数 /%
甲胺磷 Methamidophos	1.96	83.9	13.1
乙酰甲胺磷 Acephate	3.13	89.2	1.5
氧乐果 Omethoate	3.50	96.8	4.1
涕灭威亚砷 Aldicarb sulfoxide	3.62	99.6	1.3
涕灭威砷 Aldicarb Sulfone	3.75	102.8	1.9
灭多威 Methomyl	3.98	87.9	6.1
噻虫嗪 Thiamethoxam	4.06	90.1	1.3
吡虫啉 Imidacloprid	4.32	88.4	3.1
3-羟基克百威 3-Hydroxycarbofuran	4.44	91.5	1.4
敌敌畏 Dichlorvos	4.47	91.5	4.1
敌百虫 Trichlorfon	4.48	78.6	6.0
啶虫脒 Acetamiprid	4.50	96.9	2.3
乐果 Dimethoate	4.51	95.2	4.2
多菌灵 Carbendazim	4.79	61.7	9.6
涕灭威 Aldicarb	4.83	96.2	0.7
克百威 Carbofuran	5.05	101.9	1.0
甲萘威 Carbaryl	5.16	100.4	0.4
甲基异柳磷 Isofenphos-methyl	5.34	92.1	1.1
嘧菌酯 Azoxystrobin	5.45	97.3	2.8
亚胺硫磷 Phosmet	5.51	82.5	0.9
烯酰吗啉 Dimethomorph	5.66	90.2	2.7
马拉硫磷 Malathion	5.67	87.9	1.8
三唑酮 Triadimefon	5.68	87.3	2.0
嘧霉胺 Pyrimethanil	5.70	70.9	5.3
三唑磷 Triazophos	5.75	91.6	3.0
芬普尼 Fipronil	5.85	89.0	21.2
异菌脲 Iprodione	5.91	80.8	20.7
除虫脲 Diflubenzuron	5.95	64.0	1.4
水胺硫磷 Isocarbophos-H ₂ O	5.97	78.7	3.4
灭幼脲 Chlorbenzuron	6.05	58.4	2.9
二嗪磷 Diazinon	6.10	96.2	0.9
倍硫磷 Fenthion	6.11	79.1	3.7
辛硫磷 Phoxim	6.15	96.7	1.8
伏杀硫磷 Phosalone	6.18	69.7	0.0
咪鲜胺 Prochloraz	6.19	86.3	0.2
甲拌磷 Phorate	6.24	86.0	14.2
苯醚甲环唑 Difenconazole	6.27	87.8	1.6
丙溴磷 Profenofos	6.51	82.4	1.4
甲维盐 Emamectin B1a	6.70	63.7	2.9
甲氧菊酯 Fenpropathrin	6.79	70.4	0.3
毒死蜱 Chlorpyrifos	6.82	91.9	0.1
二甲戊灵 Pendimethalin	6.89	61.6	0.6
氟啶脲 Chlorfluazuron	7.02	39.6	4.7
吡蚜灵 Pyridaben	7.28	68.2	1.6
联苯菊酯 Bifenthrin	7.80	90.3	17.0

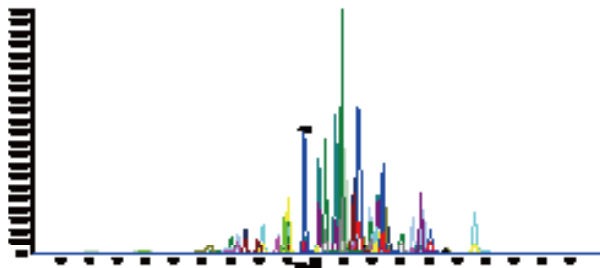


图 1 0.01 µg/mL 45 种农药标准溶液色谱图

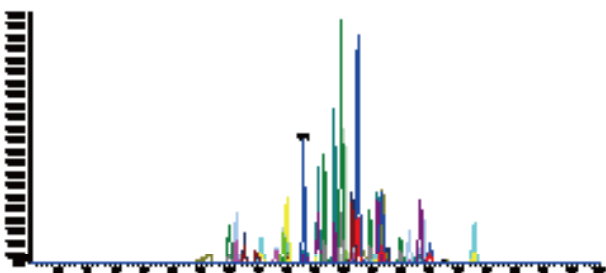


图 2 0.01 µg/mL 马铃薯基质混合标准工作溶液色谱图



图 3 马铃薯基质空白色谱图

4. 结论

本实验根据AOAC 2007.01，结合LC-MS/MS对于加标量为0.03 mg/kg的样品进行了检测。结果表明，使用QuEChERS方法包对马铃薯基质进行净化，45种农药中33种农药的回收率满足要求且变异系数小于20%。说明该方法适用于马铃薯中33种农药的检测，且方法稳定。

5. 订货信息

产品名称	规格描述	订货号
蔬菜水果农残检测 MAS-Q 提取管	50 mL 离心管, 50 支 / 包	MS-MG5052
蔬菜水果农残检测 MAS-Q 净化管	2 mL 离心管, 100 支 / 包	MS-9PP0265
Venusil® MP C18	3 µm, 100 Å, 3.0 × 50 mm, 1 支	VA930503-0
保护柱套	适用于 4.6 × 10mm 和 2.1 × 10mm, 1 支	SH-100
直联式保护柱芯	3 µm, 150 Å, 2.1 × 10mm, 4 支 / 包	DC930102-LS
玻璃珠均质子	直径 10 mm, 50 个 / 包	HG-01
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm, 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° Shore A; 1.0 mm, 100/pk	0915-1819