

QuEChERS 法测定麦冬中 35 个农药残留物

SGL-GC/MS-010

摘要：本研究建立了麦冬中 35 个禁用农药残留物的测定方法。参照《中国药典》2020 年版通则 2341 第五法 4.2 快速样品处理法（QuEChERS 法）操作步骤，采用岛津的 SHIMSEN QuEChERS 产品对麦冬样品进行净化，SH-I-17Si1 MS 色谱柱进行分离，岛津串联质谱 GCMS-TQ8050 NX 检测分析。对空白样品加标后（添加浓度以灭线磷计：0.005 mg/kg），按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，加标回收率为 42.43%-115.21%，RSD 为 0.41%-8.78%，回收率高，重现性好。该方法为麦冬中 35 个禁用农药残留物的测定提供参考。

关键词：SHIMSEN QuEChERS 禁用农药 麦冬 GCMS-TQ8050 NX

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：Shimadzu GCMS-TQ8050 NX；

色谱柱：SH-I-17Si1 MS（30×0.25mm，0.25 μ m；P/N：R221-75916-30）；

SHIMSEN QuEChERS 提取盐包：无水硫酸镁与无水乙酸钠混合粉末（4：1）7.5 g（P/N：380-00151）；

SHIMSEN QuEChERS 净化管：含无水硫酸镁 900 mg，PSA 300 mg，C18 300 mg，硅胶 300 mg，GCB 90 mg（P/N：380-00134）

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34002-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 分析条件

1.2.1 色谱条件：

毛细管柱：SH-I-17Si1 MS（30×0.25mm，0.25 μ m；P/N：R221-75916-30）

程序升温：初始温度 60 $^{\circ}$ C 保持 1 min，以 30 $^{\circ}$ C/min 升温到 120 $^{\circ}$ C，再以 10 $^{\circ}$ C/min 升温到 160 $^{\circ}$ C，以 2 $^{\circ}$ C/min 升温到 230 $^{\circ}$ C，最后以 15 $^{\circ}$ C/min 升温到 300 $^{\circ}$ C 保持 6 min。

载气：He

载气控制方式：恒压，146 kPa

进样口温度：250 $^{\circ}$ C

进样时间：1 min

进样量：1 μ L

进样方式：不分流进样

1.2.2 质谱条件:

电离模式：电子轰击电离 (EI);

离子源温度：250 °C

接口温度：250 °C

检测器电压：调谐电压+0.7 Kv

溶剂延迟：3 min

数据采集模式：MRM； 各化合物 MRM 参数如下：

序号	化合物名称	特征离子对 1	碰撞电压 1	特征离子对 2	碰撞电压 2
1	内吸磷-O	88.00>60.00	4	88.00>59.00	20
2	灭线磷	199.70>157.80	5	157.80>96.70	20
3	杀虫脒	152.00>117.00	15	196.00>181.00	5
4	治螟磷	322.00>174.00	15	322.00>294.00	10
5	甲拌磷	260.00>75.00	5	230.80>175.00	10
6	α -六六六	181.00>145.00	15	218.70>182.90	5
7	特丁硫磷	230.80>129.00	25	230.80>175.00	13
8	内吸磷-S	88.00>60.00	4	88.00>59.00	20
9	γ -六六六	181.00>145.00	15	218.70>182.90	5
10	久效磷	127.00>109.00	12	127.00>95.00	16
11	氟甲腈	388.00>333.00	20	388.00>281.00	35
12	β -六六六	181.00>145.00	15	218.70>182.90	5
13	δ -六六六	181.00>145.00	15	218.70>182.90	5
14	艾氏剂	262.70>192.70	30	255.00>220.00	20
15	甲基对硫磷	263.10>109.00	13	263.10>136.00	5
16	o,p'-三氯杀螨醇	250.00>139.00	15	250.00>215.00	5
17	氟虫腈亚砷	420.00>351.00	12	420.00>255.00	20
18	氟虫腈	367.00>213.00	35	351.00>255.00	20

19	对硫磷	291.00>109.00	25	291.00>81.00	30
20	p,p'-三氯杀螨醇	250.00>139.00	15	250.00>215.00	5
21	甲基异柳磷	241.00>120.80	20	241.00>199.00	5
22	水胺硫磷	135.70>108.00	15	120.70>65.00	20
23	α-硫丹	240.80>205.60	15	240.80>170.00	25
24	氟虫腈砒	383.00>255.00	20	383.00>213.00	32
25	狄氏剂	263.00>193.00	35	276.80>240.70	10
26	4,4'-滴滴伊	246.00>176.00	30	316.00>246.00	25
27	苯线磷	303.10>122.00	20	303.10>154.00	30
28	甲基硫环磷	168.00>109.00	15	227.00>92.00	10
29	除草醚	201.80>138.70	28	282.80>253.00	10
30	2,4'-滴滴涕	235.00>165.00	25	235.00>199.00	15
31	4,4'-滴滴滴	235.00>165.00	25	237.00>165.00	25
32	β-硫丹	206.80>171.80	15	194.80>124.70	30
33	4,4'-滴滴涕	235.00>165.00	25	235.00>199.00	18
34	硫丹硫酸酯	271.80>236.70	15	273.80>238.90	15
35	磷酸三苯酯	326.00>233.00	10	326.00>215.00	25
36	蝇毒磷	361.80>109.00	16	361.80>81.00	32

表格中多对监测离子对供定量和定性分析选择使用。

1.3 供试品溶液的制备

取供试品溶液粉末（过三号筛）3 g，精密称定，置 50 mL 聚苯乙烯具塞离心管中，加入 1%冰醋酸溶液 15 mL，涡旋使药粉充分浸润，放置 30 分钟，精密加入乙腈 15 mL，涡旋使混匀，置振荡器上剧烈振荡（500 次/分）5 分钟，加入无水硫酸镁与无水乙酸钠的混合粉末（4: 1）7.5 g，立即摇散，再置振荡器上剧烈振荡（500 次/分）3 分钟，于冰浴中冷却 10 分钟，离心（每分钟 4000 转）5 分钟，取上清液 9 mL，置预先装有净化材料的分散固相萃取净化管中（无水硫酸镁 900 mg，PSA 300 mg，C18 300 mg，硅胶 300 mg，GCB 90 mg）中，涡旋使充分混匀，离心（每分钟 4000 转）5 分钟，精密吸取

上清液 5 mL，置氮吹仪上于 40°C 水浴浓缩至约 0.4 mL，加乙腈稀释至 1.0 mL，精密加入 0.30 mL 内标溶液（磷酸三苯酯：0.1 μg/mL），混匀，滤过，即得。供试品溶液制备流程图见下图 1。

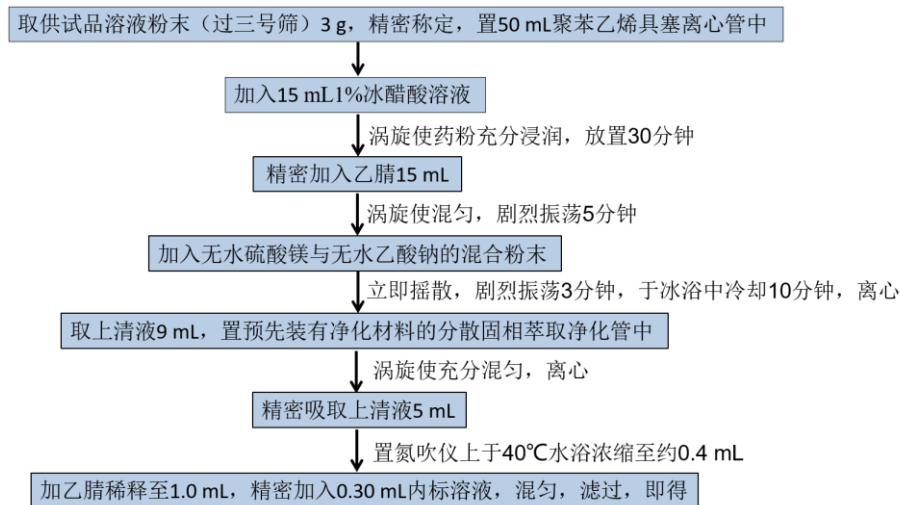
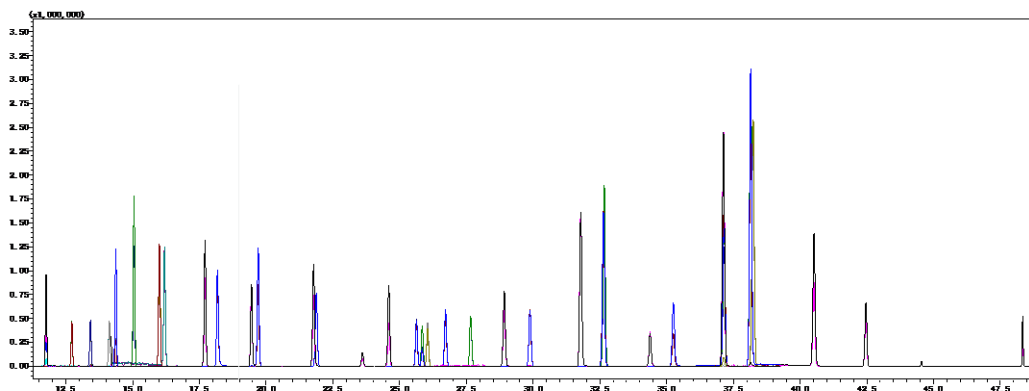


图 1 供试品溶液制备流程图

2. 结果及讨论

2.1 混合标准品溶液的色谱图



35 个禁用农药混合标准品溶液 TIC 色谱图（以灭线磷浓度计：200 ng/mL）

2.2 麦冬中 35 个禁用农药残留物的 GC-MS/MS 检测添加回收结果

将麦冬空白样品进行加标（添加浓度以灭线磷计：0.005 mg/kg）后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，加标回收率为 42.43%-115.21%，RSD 为 0.41%-8.78%，回收率高，重现性好。

序号	目标物	平均回收率 (%)	RSD (%)	添加浓度 (mg/kg)
1	内吸磷-O	70.27	2.94	0.018

2	灭线磷	102.74	5.62	0.005
3	杀虫脒	42.43	3.26	0.005
4	治螟磷	85.35	7.42	0.005
5	甲拌磷	87.98	3.41	0.005
6	α -六六六	89.91	4.03	0.0125
7	特丁硫磷	90.19	2.15	0.005
8	内吸磷-S	98.09	6.22	0.002
9	γ -六六六	92.72	4.17	0.0125
10	久效磷	102.61	7.61	0.0075
11	氟甲腈	102.29	0.41	0.005
12	β -六六六	99.09	1.28	0.0125
13	δ -六六六	98.46	3.20	0.0125
14	艾氏剂	84.14	2.69	0.0125
15	甲基对硫磷	98.09	3.67	0.005
16	o,p'-三氯杀螨醇	92.44	2.90	0.0125
17	氟虫腈亚砷	104.17	4.31	0.005
18	氟虫腈	94.92	7.29	0.005
19	对硫磷	99.95	7.01	0.005
20	p,p'-三氯杀螨醇	97.18	2.50	0.0125
21	甲基异柳磷	98.20	4.46	0.005
22	水胺硫磷	115.21	7.13	0.0125
23	α -硫丹	86.80	6.15	0.0125
24	氟虫腈砷	91.90	6.91	0.005
25	狄氏剂	105.48	1.96	0.0125
26	4,4'-滴滴伊	90.78	0.72	0.0125
27	苯线磷	83.71	4.29	0.005
28	甲基硫环磷	93.36	5.23	0.0075
29	除草醚	94.21	3.89	0.0125

30	2,4'-滴滴涕	89.45	3.57	0.0125
31	4,4'-滴滴涕	92.74	1.16	0.0125
32	β-硫丹	109.61	8.78	0.0125
33	4,4'-滴滴涕	87.30	2.13	0.0125
34	硫丹硫酸酯	99.69	7.40	0.0125
35	蝇毒磷	47.46	5.55	0.0125

3. 结论

本研究建立了麦冬中 35 个禁用农药残留物的测定方法。参照《中国药典》2020 年版通则 2341 第五法 4.2 快速样品处理法（QuEChERS 法）操作步骤，采用岛津的 SHIMSEN QuEChERS 产品对麦冬样品进行净化，SH-I-17Si1MS 色谱柱进行分离，岛津串联质谱 GCMS-TQ8050 NX 检测分析。对空白样品加标后（添加浓度以灭线磷计：0.005 mg/kg），按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，加标回收率为 42.43%-115.21%，RSD 为 0.41%-8.78%，回收率高，重现性好。该方法为麦冬中 35 个禁用农药残留物的测定提供参考。