

QuEChERS 方法-串联质谱快速检测蔬菜、水果中的农药残留

SGLC-GC/MS-002

摘要：随着食品安全问题变得越来越严峻，对食品检测方法的要求也要越来越高。如何对越来越复杂的样品基质如蔬菜、水果中的农药残留进行痕量分析及其样品前处理已成为业界一个很大的挑战。QuEChERS 方法具有快速、简单、便宜、有效、可靠和安全的特点，能对食品中的多种成分同时快速分析。本应用采用岛津 SHIMSEN QuEChERS 产品对韭菜样品进行快速净化，同时采用岛津气相色谱串联质谱 GCMS-TQ8040，岛津 SH-I-5MS 色谱柱进行分析，回收率结果表明，该方法回收率及重现性好，适用于同时快速检测蔬菜等样品中的农药残留。

关键词：QuEChERS 多农残 SH-I-5MS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津 PTV-GCMS-TQ8040 气相色谱-串联质谱联用仪；

色谱柱：SH-I-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm；P/N：221-75940-30)；

SHIMSEN QuEChERS 净化管 (P/N：380-00138)；

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-5MS 毛细管柱 (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

程序升温：初始温度 40℃ 保持 4 min，以 25℃/min 升温到 125℃，再以 10℃/min 升温到 300℃，保持 6 min

载气：He

流速：1.01 mL/min

进样量：2 μL

分流比：20：1

1.2.2 质谱条件：

离子源温度：250℃

传输线温度：250℃

数据采集模式：MRM

1.3 样品前处理

精确称取 10 g 均质韭菜样品于 50 mL 塑料离心管中，加入 20 mL 乙腈，震荡提取 30 min。加入 4 g 氯化钠，剧烈震荡，4200 rpm/min 离心 5 min，精密量取 1 mL 上清液至 15 mL 净化管（P/N：380-00138，PSA 52 mg，C18 52 mg，GC-e 26 mg，预先加入 1 mL 甲苯）中，震荡 1 min，静置 5 min，上清液过 0.22 μm 微孔滤膜，供上机测试。

2. 结果及讨论

将韭菜空白样品进行 100 μg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，回收率 65.97%-113.08%。

编号	组分名称	添加水平（100 μg/kg）	
		自配填料×净化后回收率（%）	SHIMSEN QuEChERS（%）
1	甲胺磷	94.35	104.92
2	敌敌畏	100.05	108.79
3	克百威	101.31	102.02
4	3 羟基-克百威	102.11	107.97
5	氧乐果	99.92	104.26
6	甲拌磷	99.28	88.43
7	α-六六六	97.51	92.91
8	乐果	101.84	106.61
9	β-六六六	100.89	104.28
10	五氯硝基苯	98.88	96.72
11	gamma-六六六	101.02	100.29
12	二嗪磷	94.99	80.62
13	啉霉胺	97.62	102.85
14	delta-六六六	99.03	101.26
15	氟甲腈	108.64	109.51
16	乙烯菌核利	100.34	99.93
17	甲基对硫磷	102.76	108.45
18	杀螟硫磷	105.83	107.74
19	马拉硫磷	94.89	94.68
20	毒死蜱	100.06	101.03
21	甲拌磷砒	112.80	108.71
22	对硫磷	101.36	106.65
23	三唑酮	96.52	98.14
24	水胺硫磷	103.50	105.78

25	氟虫腈硫醚	106.91	110.89
26	甲基异柳磷	103.60	106.67
27	二甲戊乐灵	102.73	105.27
28	氟虫腈	109.79	113.08
29	腐霉利	103.04	106.74
30	氟虫腈砒	95.74	98.48
31	丙溴磷	100.10	102.02
32	溴虫腈/虫螨腈	100.42	95.26
33	三唑磷	99.30	101.77
34	异菌脲	92.47	97.77
35	联苯菊酯	96.05	97.51
36	亚胺硫磷	94.17	95.10
37	甲氰菊酯	97.20	99.37
38	伏杀硫磷	95.21	97.17
39	哒螨灵	95.29	97.13
40	三氯杀螨醇	45.60	65.97
41	氯氟氰菊酯	96.58	100.39
42	氟氯氰菊酯	98.25	100.73
43	氯氰菊酯	95.89	97.80
44	氟氰戊菊酯	95.60	97.31
45	氰戊菊酯	94.21	98.30
46	氟胺氰菊酯	94.82	98.09
47	苯醚甲环唑	95.64	98.31
48	溴氰菊酯	98.22	103.48

注：×自配材料：石墨化碳购自 S 公司，C18 和 PSA 购自 A 公司。

3. 结论

综上，本方案采用岛津 SHIMSEN QuEChERS 产品对韭菜样品进行净化，同时采用岛津气相色谱串联质谱 GCMS-TQ8040，岛津 SH-I-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm) 色谱柱进行分析，建立了韭菜中 48 种农药残留同时检测方法。结果表明，该方法操作简单、分析速度快、重现性好、准确度高，可满足蔬菜中的多种农药残留快速检测的要求。