

QuEChERS AOAC 方法用于黄瓜中农药多残留的检测

本方法适用于一般基质的水果和蔬菜中农药多残留的测定

一、样品提取

将黄瓜在 -18℃ 下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的黄瓜 15.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 1% 乙酸乙腈溶液，再加入 QuEChERS 萃取盐包（6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 无水醋酸钠），涡旋 10 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 8 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管（1.2 g MgSO₄ 和 400 mg PSA）中，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 流动相梯度洗脱

时间 /min	A(%)	B(%)
---	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015031H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙烯针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1/160.1	68	10	34	12
		192.1/132.2	68	10	42	12

四、实验结果

表 4 0.05 mg/kg 黄瓜中农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
涕灭威	101.6	94.2	104.2	100.0	5.2
克百威	110.6	117.0	117.2	114.9	3.3
灭多威	111.8	104.4	108.4	108.2	3.4
多菌灵	98.0	92.0	94.6	94.9	3.2
涕灭威砒	118.0	113.0	110.0	113.7	3.6
涕灭威亚砒	100.8	95.2	98.6	98.2	2.9
甲萘威	110.2	99.4	96.2	101.9	7.2

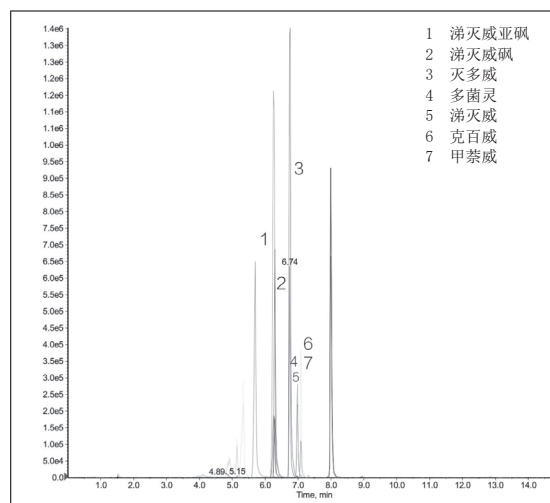


图 1 添加水平为 0.05 mg/kg 黄瓜中农药多残留检测色谱图