

# QuEChERS 对蔬菜和谷物基质中农药多残留测定效果比对

(参考方法 GB 23200.121)

## 实验导读

农药残留是食品安全最常见的威胁之一，尤其是在如蔬菜，谷物，水果，茶叶等常见农产品中。如何对农产品中的农药残留进行痕量分析及样品前处理已成为业内的一大挑战。QuEChERS (quick、easy、cheap、effective、rugged and safe) 方法具有快速、简便、高效、安全等特点，能够对蔬果、谷物等基质中痕量农残进行有效分离。近年来，配合液质、气质仪器的高灵敏度、选择性，QuEChERS 技术得到了长足的发展。

本实验参考 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》标准中的 QuEChERS 前处理方案，选用不同基质的样品（简单基质 - 白菜，复杂基质 - 韭菜，谷物 - 玉米粉），以 Copure® 品牌的 QuEChERS 产品与进口 A 品牌的 QuEChERS 产品分别进行实验，进行净化效果及回收率比对。从实验结果可以看出，不论哪种基质，Copure® 品牌都能达到与进口 A 品牌等同效果。

## 一、分析步骤

### 1.1 蔬菜样品提取

分别准确称取粉碎后的试样 10.0 g（精确至 0.001 g）于 50 mL 离心管中，加入乙腈 10 mL，涡旋振荡 1 min，再分别加入两种品牌的 QuEChERS 萃取盐包（Copure® 品牌：COQ050010H，A 品牌：#1），盖上离心管盖，立即摇散，剧烈振摇 1 min，再涡旋混合 5 min，最后以 4000 r/min 离心 5min。上层乙腈层待净化。

### 1.2 样品净化

分别取上述白菜的待净化液 6 mL 至 15 mL QuEChERS 净化管（Copure® 品牌：Cat.COQ015022H，A 品牌：#2），韭菜的待净化液 6 mL 至 15 mL QuEChERS 净化管（Copure® 品牌：Cat.COQ015020H，A 品牌：#3）中，涡旋振荡 1 min，以 4000 r/min 离心 5 min，精密移取上清液 2 mL 置氮吹仪于 40 °C 水浴锅浓缩至近干，用初始流动相定容至 1 mL，涡旋混匀，过 0.22 μm 尼龙滤膜，上机测试。

### 1.3 谷物类样品提取

准确称取玉米粉 5.0g（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 15 mL 乙腈 - 醋酸溶液（99+1），涡旋震荡 5 min，然后放入超声提取仪超声 10 min，再加入 QuEChERS 萃取盐包（Copure® 品牌：Cat.COQ050020H，A 品牌：#4），盖上离心管盖子，立即摇散，剧烈振摇 1 min，再涡旋混合 5 min，最后以 4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

### 1.4 样品净化

取上述待净化液 6 mL 于 QuEChERS 净化管（Copure® 品牌：Cat.COQ015033H，A 品牌：#5），涡旋振荡 5 min，以 4000 r/min 离心 5 min，精密移取上清液 2 mL 置氮吹仪于 40 °C 浓缩至近干，用初始流动相定容至 1 mL，涡旋混匀，过 0.22 μm 尼龙滤膜，上机测试。

## 二、标曲配制

称取试样按照上述步骤一操作，按照供试品溶液的制备方法处理至“2mL 置氮吹仪于 40 °C”至浓缩至近干，作为空白基质底液。分别准确移取一定量的混合标准液加入空白基质底液，用初始流动相定容至 1 mL，配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液，过 0.22 μm 尼龙滤膜，上机测试。

## 三、仪器条件（Thermo Fisher TQS Endura）

液相部分：

色谱柱：Hypersil GOLD C18(2.1 mm×100 mm,1.9 μm)

流动相：A: 0.1 % 甲酸水

B: 甲醇

流速：0.4 mL/min

柱温：35°C 进样量：5 μL

洗脱程序：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.0	98	2
2.0	95	5
8.0	70	30
16.5	30	70
17.5	30	70
19	2	98
21	2	98
21.5	98	2
22	98	2

## 质谱条件：

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (\* 为定量离子)

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)
甲胺磷	142.1	94.1*,125.1
氧化果	214.1	182.9*,125.0
涕灭威砒	233.2	166.0,72.0*
久效磷	224.1	192.9*,109.1
吡虫啉	247.0	209.0*,175.1
乐果	230.0	198.9*,125.1
3- 羟基克百威	238.2	181.0*,163.0
涕灭威	213.1	89.1*,98.1
硫环磷	312.0	139.9*,227.9
磷胺	300.0	174.0*,127.0
残杀威	210.0	111.1*,168.0
克百威	222.3	165.0*,123.1
苯线磷亚砒	320.1	233.0*,292.0
苯线磷砒	336.1	266.0*,308.1
甲拌磷亚砒	277.1	125.1*,259.0
异丙威	194.0	95.1*,137.1
甲拌磷砒	293.1	247.0*,251.9
水胺硫磷	312.0	269.9*,235.9
内吸磷	259.1	89.1*,61.2
特丁硫磷	321.1	274.9*,171.0
特丁硫磷亚砒	305.0	248.9*,187.2
甲硫威	226.0	169.1*,121.1
猛杀威	208.0	109.0*,151.1
马拉硫磷	331.0	127.1*,199.0
灭线磷	243.1	172.9*,214.9
治螟磷	323.0	170.9*,294.9
地虫硫磷	247.0	137.0*,109.8

实验结果

4.1 白菜 (颜色浅)

表 3 加标回收率结果 (加标浓度为 0.05 mg/kg)

目标名称	回收率 (%)	
	Biocomma	A 品牌
1 甲胺磷	80.3	87.7
2 氧化果	73.6	84.3
4 涕灭威砒	103.6	99.0
5 久效磷	83.5	88.4
6 吡虫啉	83.6	98.9
7 乐果	97.9	119.9
8 3- 羟基克百威	96.3	93.8
9 涕灭威	114.7	108.9
10 硫环磷	88.5	87.4
11 磷胺	87.0	85.8
12 残杀威	91.7	88.1
13 克百威	89.8	84.1
14 苯线磷亚砒	83.0	82.9
15 苯线磷砒	87.8	99.5
16 甲拌磷亚砒	95.9	95.6
17 异丙威	89.3	89.6
18 甲拌磷砒	95.5	98.7
19 水胺硫磷	91.3	99.6
20 内吸磷	82.9	78.6
21 特丁硫磷	90.0	84.5
22 特丁硫磷亚砒	74.5	99.6
23 甲硫威	68.2	64.8
24 猛杀威	78.6	75.3
25 马拉硫磷	81.0	80.9
26 灭线磷	79.9	77.8
27 治螟磷	53.0	46.1
28 地虫硫磷	51.2	44.5

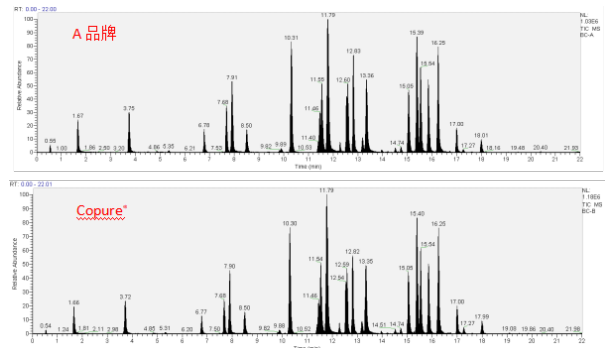


图 1 白菜加标样品总反应监测图

4.2 韭菜 (颜色深)

表 4 加标回收率结果 (加标浓度为 0.05 mg/kg)

目标名称	回收率 %	
	Biocomma	A 品牌
1 甲胺磷	86.5	88.2
2 氧化果	67.1	67.5
3 涕灭威砒	101.9	119.9
4 久效磷	67.9	77.6
5 吡虫啉	88.5	99.9
6 乐果	97.4	112.5
7 3- 羟基克百威	89.4	94.3
8 涕灭威	115.6	101.6
9 硫环磷	94.8	93.6
10 磷胺	93.4	95.0
11 残杀威	95.1	94.7
12 克百威	91.5	94.4
13 苯线磷亚砒	86.4	84.6
14 苯线磷砒	82.5	85.8
15 甲拌磷亚砒	91.4	93.6
16 异丙威	77.7	75.5
17 甲拌磷砒	85.3	86.1
18 水胺硫磷	88.3	85.7
19 内吸磷	71.1	70.0
20 特丁硫磷	64.3	64.9
21 特丁硫磷亚砒	81.5	85.0
22 地虫硫磷	52.0	55.1
23 灭线磷	54.3	54.5
24 马拉硫磷	49.5	52.8

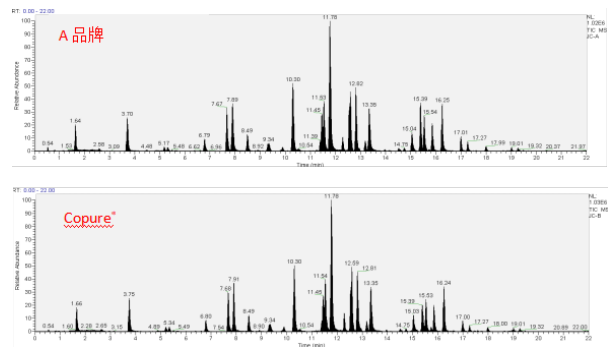


图 2 韭菜加标样品总反应监测图

## 4.3 谷物（玉米粉）

表 5 加标回收率结果（加标浓度为 0.3 mg/kg）

	目标名称	回收率 %	
		Biocomma	A 品牌
1	甲胺磷	69.6	67.6
2	氧化果	90.6	83.3
3	涕灭威砒	93.6	93.4
4	久效磷	77.3	77.3
5	吡虫啉	82.4	80.7
6	乐果	104.9	109.1
7	3-羟基克百威	98.6	98.0
8	涕灭威	101.9	102.0
9	硫环磷	81.2	85.1
10	磷胺	85.4	85.8
11	残杀威	93.6	80.5
12	克百威	86.4	86.1
13	苯线磷亚砒	83.5	81.6
14	苯线磷砒	103.5	109.9
15	甲拌磷亚砒	90.4	90.3
16	异丙威	67.5	61.9
17	甲拌磷砒	80.8	85.2
18	水胺硫磷	82.1	96.1
19	内吸磷	76.9	80.9
20	特丁硫磷	69.8	70.9
21	特丁硫磷亚砒	75.8	71.8
22	猛杀威	65.0	62.8
23	灭线磷	62.1	59.9
24	胺苯磺隆	57.9	58.4

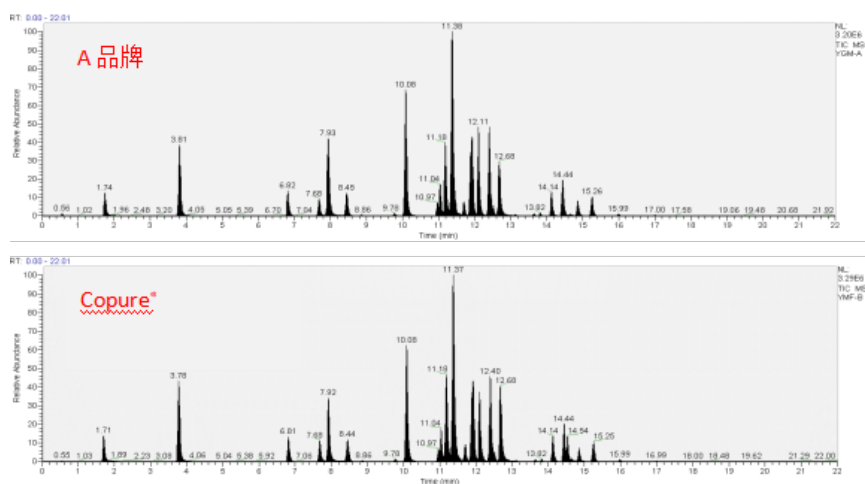


图 3 玉米粉加标样品总反应监测图

## 订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸二钠, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015022H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015020H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、15 mg GCB, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸镁, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ05033H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA、400 mg C18, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒