

QuEChERS 法对中药中多种禁用农药残留的分析测定

2020 版《中国药典·四部 2341 农药残留量测定法》

一、样品提取

准确称取 3.0 g 经粉碎的供试品于 50 mL 离心管中，加入 1% 冰乙酸溶液 15 mL，涡旋 30s 使药粉充分浸润，静置 30 min，精密加入 15 mL 乙腈，2500 rpm 涡旋 5 min，加入 6 g 无水硫酸镁，1.5 g 醋酸钠盐包 (Cat. No.COQ050020H) 立即打散，2500 rpm 涡旋 3 min，5000 r/min 离心 5 min，上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取 9 mL 待净化液加入至 15 mL QuEChERS 净化管 (Cat. No.COQ015050H)，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min，准确吸取 5 mL 上清液于另一干净 15 mL 离心管中，40℃ 水浴氮吹至近干，用 1 mL 乙腈重新溶解，过 0.22 μm 尼龙滤膜供液质测试。

三、标曲配制

称取对应的中药空白样品 3.0 g 按照上述一、二步骤至氮吹近干，然后分别精密量取含 0, 10, 20, 40, 80, 100 ng 的混合标准液加入到上述样品中，用乙腈分别定容至 1 mL，配制成浓度为 0, 10, 20, 40, 80, 100 ng/mL 的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm × 100 mm, 3.0 μm)

流动相：A：水 (0.1% 甲酸)

B：甲醇 (0.1% 甲酸)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	98	2
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	30	70
9.0	30	70
10.0	2	98
13.5	2	98
14.0	98	2
15.0	98	2

流速：0.4 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

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℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	甲胺磷	0.98	142.1	94.083*, 125.0
2	乙酰甲胺磷	2.95	184.0	143.0*, 125.0
3	甲基硫环磷	5.35	228.0	167.917*, 109.083
4	硫环磷	7.11	256.0	139.917*, 227.917
5	磷胺	7.46	300.0	174.0*, 127.0
6	水胺硫磷	8.8	312.0	269.887*, 235.958
7	马拉硫磷	9.79	331.0	99.083*, 127.071
8	氯唑磷	10.7	314.0	162.0*, 271.917
9	灭线磷	10.16	243.1	214.988*, 172.917
10	苯线磷	10.29	304.1	216.917*, 233.929
11	甲基异硫磷	10.53	332.2	230.917*, 121.071
12	治螟磷	10.63	323.0	294.917*, 170.929
13	蝇毒磷	10.68	363.0	226.917*, 306.917
14	伏杀硫磷	10.72	368.1	181.917*, 321.946
15	倍硫磷	10.73	279.0	246.917*, 168.958
16	地虫硫磷	10.75	247.0	109.083*, 137.0
17	乐果	6.22	230.0	198.988*, 125.125
18	氧乐果	3.55	214.1	182.917*, 125.0
19	啉虫脒	6.29	223.2	126*, 90.179
20	吡虫啉	5.82	256.1	209.0*, 175.083
21	硫双威	8.46	355.1	88.196*, 107.875
22	涕灭威亚砷	3.90	207.1	89.167*, 132.054
23	克百威	7.89	222.3	165.012*, 123.083
24	甲磺隆	8.02	382.0	167.0*, 198.929
25	氯磺隆	8.29	358.0	167.0*, 141.042
26	胺苯磺隆	8.42	411.1	196.0*, 168.0
27	莠去津	8.69	216.0	173.946*, 132.083
28	噁菌酯	8.02	404.0	372.083*, 344.143
29	啉菌环胺	9.86	226.1	210.083*, 108.298
30	肟菌酯	10.89	409.3	186.0*, 145.0
31	除虫脲	10.38	311.0	158.071*, 141.071
32	啉霉胺	8.67	200.0	183.054*, 182.03
33	丁草胺	11.09	312.0	238.083*, 162.137
34	毒死蜱	11.22	350.0	197.905*, 321.905

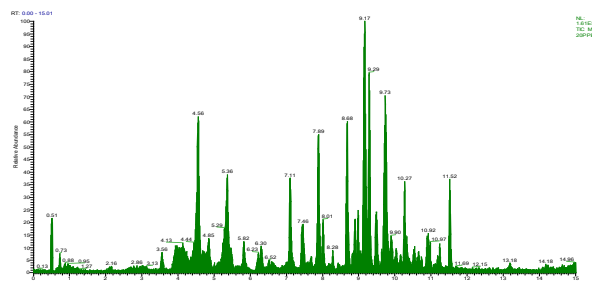


图 1 34 种禁用农药标准品溶液总离子流图 (20 ng/mL)

五、实验结果

表 3 银杏叶、甘草和枸杞药材中 34 种农药多残留的加标回收结果

目标物	银杏叶				甘草				枸杞	
	0.025 mg/kg		0.05 mg/kg		0.02 mg/kg		0.05 mg/kg		0.025 mg/kg	
	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)
甲胺磷	86.6	4.3	87.5	5.2	85.9	7.3	75.6	7.0	87.3	5.5
乙酰甲胺磷	96.4	3.2	95.2	8.8	81.2	5.7	79.1	5.7	84.1	6.9
氧乐果	110.1	9.5	91.9	10.7	80.8	6.5	76.2	5.2	85.7	3.9
涕灭威亚砷	79.6	4.9	87.8	4.3	72.9	7.2	67.1	2.3	95.2	8.0
甲基硫环磷	90.6	5.9	93.3	0.8	85.6	1.7	81.9	3.8	85.8	7.4
吡虫啉	83.4	2.8	91.3	4.8	83.8	3.3	74.2	6.2	76.8	3.4
乐果	91.2	4.7	97.5	5.5	98.2	3.4	97.3	1.4	82.2	4.8
啶虫脒	95.7	4.9	84.0	0.3	84.3	2.6	86.9	5.9	83.0	8.2
硫环磷	89.0	2.8	91.2	0.8	82.1	6.9	81.2	7.8	83.5	5.6
磷胺	92.0	1.4	91.7	4.4	94.9	7.1	93.6	6.0	89.5	6.6
克百威	88.1	5.5	88.5	3.4	96.5	6.7	90.7	4.1	92.9	3.5
甲磺隆	81.8	2.4	81.2	4.3	71.9	9.4	74.9	4.6	73.9	3.3
氯磺隆	80.2	7.8	77.4	4.5	62.8	6.4	64.4	5.8	67.5	3.9
胺苯磺隆	89.7	3.2	86.2	2.8	78.1	7.9	84.2	1.5	68.9	5.0
硫双威	86.4	7.7	89.8	6.1	91.7	9.0	79.9	5.2	76.9	6.7
啶霉胺	78.3	5.0	71.5	5.2	91.5	7.7	84.3	7.5	76.1	6.2
莠去津	86.8	4.0	84.8	0.5	89.6	8.6	85.3	4.6	86.7	6.8
水胺硫磷	69.5	9.4	69.0	2.7	85.9	7.8	85.4	7.0	93.4	5.5
啶菌酯	93.8	2.0	93.1	2.1	79.2	7.4	67.9	3.0	80.9	8.2
马拉硫磷	95.4	7.3	92.9	1.5	84.3	7.1	86.2	7.2	89.5	6.9
啶菌环胺	53.0	1.2	55.5	7.2	81.9	5.9	71.9	6.8	61.6	5.5
氯唑磷	95.0	7.1	88.7	3.5	89.7	1.0	87.9	6.5	83.3	5.9
灭线磷	91.3	2.8	91.1	6.4	84.2	4.4	82.8	2.4	79.7	5.2
苯线磷	70.7	3.4	71.0	4.0	85.4	8.0	78.1	2.1	72.7	6.2
除虫脲	87.7	4.4	101.1	5.3	72.1	6.4	109.4	1.7	89.3	7.8
甲基异硫磷	87.7	6.2	89.5	6.8	84.0	5.1	74.4	6.1	84.3	6.1
治螟磷	78.6	8.6	78.4	8.2	94.3	4.0	86.1	8.7	84.3	8.1
蝇毒磷	85.3	4.8	80.0	3.1	98.0	7.0	86.7	8.8	77.3	7.1
伏杀硫磷	99.2	5.3	83.7	8.0	78.5	6.3	87.3	6.4	87.4	3.4
倍硫磷	80.5	7.9	81.3	9.3	76.6	7.2	79.3	9.2	80.7	8.2
地虫硫磷	75.0	6.1	87.7	8.4	97.3	4.9	75.7	7.7	79.0	4.6
肟菌酯	87.3	4.7	88.9	6.0	77.8	7.8	85.9	2.2	86.0	6.2
丁草胺	117.5	3.7	101.0	9.1	75.1	7.9	75.5	4.8	72.6	7.9
毒死蜱	84.2	6.9	85.4	8.3	85.4	5.2	86.1	5.6	69.8	5.4

订购信息

快速样品处理法 (QuEChERS 法)

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 硫酸镁、1.5 g 无水醋酸钠, 50 mL 离心管, 带离心管架	50 支 / 盒
COQ015050H	900 mg 硫酸镁、300 mg PSA、300 mg C18、90 mg GCB、300 mg 硅胶, 15 mL 离心管, 带离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 / ϕ 13 mm/0.22 μ m/ 有机系	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 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