

海参中敌敌畏等有机磷农药多残留的 UPLC-MS/MS 测定 (Copure® QuEChERS)

一、样品提取: 称取 5.0 g 经泡发的海参于 50 mL 离心管中, 加 3 mL 水, 加一颗陶瓷均质子, 2500 rpm 涡旋 1 min, 加入 10 mL 乙腈, 2500 rpm 涡旋 5 min, 加入 QuEChERS 盐包 (4 g 无水硫酸镁, 1 g 氯化钠, 1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠) 立即手动打散, 然后 2500 rpm 涡旋 5 min, 5000 r/min 离心 5 min, 上层乙腈层待净化。

二、样品净化: 移取 8 mL 待净化乙腈层至 QuEChERS 净化管 (COQ015601H) 中, 2500 rpm 涡旋 5 min, 5000 r/min 离心 5 min, 上清液过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测定。

三、标曲配制: 称取海参阴性样品 5.0 g 按照上述一、二步骤操作得空白基质提取液, 然后分别精密量取含 0, 10, 20, 40, 80, 100 ng 的混合标准液用空白基质提取液定容至 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°C; 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°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)

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	久效磷	5.30	224.1	192.929*, 109.071
4	甲基硫环磷	5.35	228.0	167.917*, 109.083
5	内吸磷	7.10	259.1	230.917*, 141.929
6	硫环磷	7.11	256.0	139.917*, 227.917
7	磷胺	7.46	300.0	174.0*, 127.0
8	敌敌畏	7.82	221.3	109.083*, 144.958
9	水胺硫磷	8.8	312.0	269.887*, 235.958
10	马拉硫磷	9.79	331.0	99.083*, 127.071
11	氯唑磷	10.7	314.0	162.0*, 271.917
12	灭线磷	10.16	243.1	214.988*, 172.917
13	苯线磷	10.29	304.1	216.917*, 233.929
14	甲基异硫磷	10.53	332.2	230.917*, 121.071
15	治螟磷	10.63	323.0	294.917*, 170.929

16	蝇毒磷	10.68	363.0	226.917*, 306.917
17	伏杀硫磷	10.72	368.1	181.917*, 321.946
18	倍硫磷	10.73	279.0	246.917*, 168.958
19	地虫硫磷	10.75	247.0	109.083*, 137.0
20	甲拌磷	10.83	261.0	75.238*, 170.845
21	特丁硫磷	11.09	289.1	103.125*, 57.363

五、实验结果

表 3 海参中 21 种有机磷农药加标回收结果 (0.1 mg/kg)

目标物	回收率 %						平均回收率 %	RSD %
	1	2	3	4	5	6		
甲胺磷	68.71	66.98	68.62	71.13	67.55	69.45	68.7	2.1
乙酰甲胺磷	80.31	78.96	84.22	81.09	77.91	72.07	79.1	5.1
久效磷	86.29	85.63	85.03	89.06	85.38	86.19	86.3	1.7
甲基硫环磷	88.28	88.22	89.04	95.27	85.12	89.00	89.2	3.7
硫环磷	88.33	93.38	90.28	88.79	89.98	90.21	90.2	2.0
内吸磷	92.80	87.27	87.42	82.80	84.39	81.25	86.0	4.8
磷胺	87.78	86.68	89.47	87.57	91.39	87.60	88.4	1.9
敌敌畏	104.05	102.92	94.82	107.44	105.41	107.80	103.7	4.6
水胺硫磷	87.50	81.20	85.78	88.56	94.65	87.42	87.5	5.0
马拉硫磷	90.09	90.12	92.35	91.43	91.36	92.96	91.4	1.3
氯唑磷	88.72	87.00	93.64	86.83	92.40	88.27	89.5	3.2
灭线磷	87.22	90.18	92.07	88.45	91.21	87.81	89.5	2.2
苯线磷	85.52	87.81	91.16	87.41	91.48	87.60	88.5	2.6
甲基异硫磷	85.96	87.92	89.70	86.23	87.09	86.78	87.3	1.6
治螟磷	85.42	89.79	90.98	86.12	91.08	85.15	88.1	3.2
蝇毒磷	82.60	86.10	91.25	84.23	90.70	86.91	87.0	4.0
伏杀硫磷	86.69	86.33	89.65	85.86	89.52	88.69	87.8	1.9
倍硫磷	83.44	87.14	89.16	83.35	90.00	91.09	87.4	3.8
地虫硫磷	85.10	86.19	88.16	85.21	87.50	88.04	86.7	1.6
甲拌磷	89.28	93.17	80.63	82.33	79.36	91.31	86.0	6.9
特丁硫磷	86.82	80.42	85.91	86.43	83.93	82.39	84.3	3.0

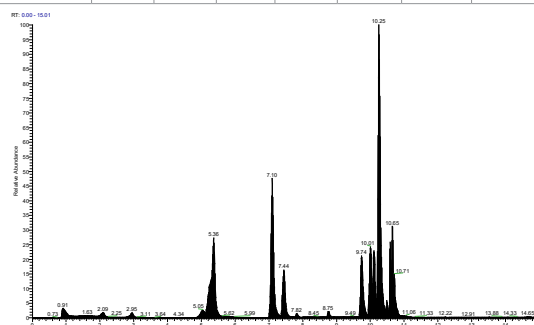


图 1 添加浓度为 20 μg/L 的 21 种有机磷农药检测总离子流图

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 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015601H	Copure® QuEChERS 净化管, 15 mL 离心管, 带离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混合仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 / φ13 mm / 0.22 μm / 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE / φ47 mm / 0.45 μm / 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	尼龙滤膜, 直径 47 mm, 孔径 0.22 μm, 水系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 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