

使用DisQuE净化和 Xevo TQ-S进行蔬菜中多种农药残留筛查分析

赵嘉胤, 耿霞, 黄金昌 沃特世科技(上海)有限公司

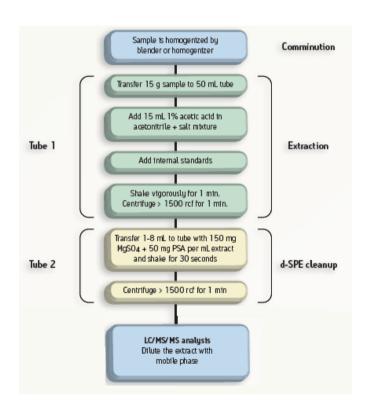
引言

蔬菜中农药残留种类纷繁复杂,各国的限量标准都在不断调整更新完善中,因此对于检测技术的要求也日趋严苛,沃特世(Waters®)使用DisQuE™ Kit净化样品并且依靠Xevo® TQ-S出色的性能,对于不同蔬菜中的多种农药残留进行筛查,同时完成定性定量的工作。

实验条件

样品前处理

使用Waters DisQuE Kit多农残分析前处理方案对蔬菜样品进行净化、快速高效。



ACQUITY UPLC I-CLASS 超高效液相色谱分离条件

色谱柱: ACQUITY UPLC® BEH C₁₈ Column

 $2.1 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$, $1.7 \mu \text{m}$

流动相 A: 甲醇

流动相 B: 5mM乙酸铵水溶液

柱温: 40°C 进样量: 3 μL 运行时间: 12 min

质谱参数

电离模式: ESI± 电喷雾电压: 3.0kv 脱溶剂气温度: 500°C 离子源温度: 150°C 脱溶剂气流速: 1000L/hr

采集方法: MRM农残筛查库

实验结果及讨论

农药残留安全检测实验室面临的挑战不仅是满足立法机构规定的检测限要求,还迫切需要针对蔬菜中众多农药残留种类的通用样品前处理技术和仪器分析方法。

本文应用Xevo TQ-S的多农残筛查方法库结合ACQUITY UPLC I-CLASS超高效液相色谱分离系统,使用Waters DisQuE前处理方法,对不同蔬菜样品中的49种农药残留进行了快速筛查分析。

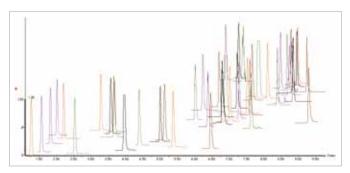


图1: 49种农药残留色谱图

[应用纪要]

表1 49种农药残留列表

名称	电离模式	名称	电离模式
乙酰甲胺磷	+	氰戊菊酯	+
啶虫脒	+	氟虫腈	-
涕灭威	+	氟氰菊酯	+
涕灭威砜	+	氟胺氰菊酯	+
涕灭威	+	吡虫啉	+
阿维菌素	+	异菌脲	+
联苯菊酯	+	水胺硫磷	+
甲萘威	+	甲基异柳磷	+
多菌灵	+	马拉硫磷	+
克百威	+	甲胺磷	+
3-羟基克百威	+	灭多威	+
灭幼脲	-	氧化乐果	+
百菌清	+	对硫磷	+
毒死蜱	+	甲基对硫磷	+
氟氯氰菊酯	+	甲拌磷	+
氯氟氰菊酯	+	伏杀硫磷	+
氯氰菊酯	+	亚胺硫磷	+
溴氰菊酯	+	辛硫磷	+
二嗪磷	+	腐霉利	+
敌敌畏	+	丙溴磷	+
苯醚甲环唑	+	哒螨灵	+
除虫脲	-	嘧霉胺	+
乐果	+	三唑酮	+
杀螟硫磷	+	三唑磷	+
甲氰菊酯	+		

表2 不同蔬菜样品的筛查结果(µg/kg)

74= 1 1 3-310+1411 H	KC 11-13m/K-17-HHHJ-9/P == 11-1K (pg/kg/								
	辣椒	鸡毛菜	藕	冬瓜	土豆	白菜	茄子	香菜	黄瓜
啶虫脒	1.5	6.5	0.34	2.0	0.17	1.9	0.074	20	0.069
阿维菌素	0.35	3.5	_	_	_	15.8	_	0.24	_
多菌灵	1.7	7.9	1.4	1.3	0.61	3.3	0.62	8.1	0.21
克百威	0.0038	0.16	0.51	1.45	0.18	0.011	_	_	_
3-羟基克百威	_	_	_	0.027	_	_	_	0.044	_
毒死蜱	_	_	_	_	_	_	_	2.1	_
氯氟氰菊酯	_	_	_	_	_	9.8	_	_	_
氯氰菊酯	_	157	_	_	_	_	_	3.1	_
乐果	_	0.017	_	_	_	_	_	0.0043	0.018
甲氰菊酯	_	_	_	_	_	_	_	1.4	_
吡虫啉	0.039	0.46	0.0077	0.021	_	1.81	3.8	0.13	_
甲胺磷	0.0023	_	_	_	_	0.053	_	_	_
灭多威	_	_	_	_	_	0.36	_	_	_
氧化乐果	_	0.0099	_	_	_	_	_	0.011	0.055
对硫磷	0.083	_	_	_	_	_	0.074	0.041	_
腐霉利	0.053	1.2	_	_	_	0.48	16	1.6	_
哒螨灵	0.79	48.7	_	_	_	48	_	1.2	_
三唑磷	_	1.3	_	0.011	_	_	_	_	_
嘧霉胺	_	_	_	_	_	_	_	_	0.22

表3 0.5ng/mL茄子基质加标样品的重现性结果

选取茄子样品为基质,进行了基质加标的重现性实验,以下是部分结果:

农残 (n=6)	RSD% (0.5 ng/mL)	农残 (n=6)	RSD% (0.5 ng/mL)			
甲胺磷	4.08	溴氰菊酯	1.45			
灭多威	5.61	联苯菊酯	2.07			
乙酰甲胺磷	4.11	苯醚甲环唑	5.5			
甲萘威	1.75	除虫脲	5.6			
毒死蜱	3.8	敌敌畏	1.21			
涕灭威砜	1.45	辛硫磷	1.02			
涕灭威亚砜	4.23	甲氰菊酯	1.02			

使用Xevo TQ-S的PICs(子离子确认扫描)数据采集功能,在得到每种农残MRM定量色谱峰的同时得到其子离子扫描质谱图,将样品的PICs质谱图与TargetLynx™库中标准PICs参比质谱图进行匹配,对阳性样品进行定性确认。

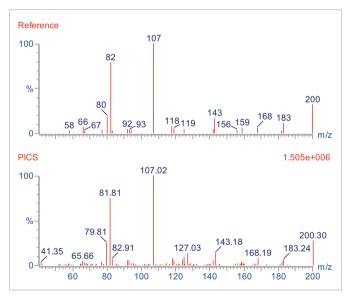


图2: 黄瓜样品中嘧霉胺的PICs图与库中标准图的匹配结果

UKAS QUAITY MANACEMENT 001

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

©2012 年沃特世公司。于中国印制 2012 年8 月

结论

应用ACQUITY UPLC I-CLASS/Xevo TQ-S系统进行蔬菜中多种农药残留的筛查分析,出色完成定量定性工作,利用PICs功能,进行库匹配,减少了假阳性可能。应用沃特世DisQuE多农残前处理方案,快速完成不同蔬菜样品净化,降低基质中杂质成分对于分析的干扰,同时减少了污染物对于色谱柱以及仪器的损害。

针对蔬菜中多农残检测的从样品前处理到色谱质谱定量 定性分析的整体解决方案,解决了蔬菜中多农残分析过 程中可能遇到的各种问题。

> 沃特斯中国有限公司 沃特世科技(上海)有限公司

北京: 010 - 5209 3866 上海: 021 - 6156 2666 广州: 020 - 2829 6555 成都: 028 - 6554 5999 香港: 852 - 2964 1800

免费售后服务热线: 800 (400) 820 2676 www.waters.com