

解决方案 大米中多种农药及其代谢物残留的测定

关键词

QUECHERS; GC-MS; 农残

介绍

大米是我国主要食用的食物之一，在人们日常生活中十分重要。水稻喜好潮湿温暖的生长条件，引发的病虫害和杂草问题也较为多。因此为了增产增收，水稻种植过程中使用的农药，导致大米的食用安全问题直接威胁人们的身心健康。

本方法参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定气相色谱-质谱联用法》，建立了利用分散式固相萃取（RAYCURE QUECHERS系列产品），结合气相色谱-质谱联用检测大米中多种农药及其代谢物残留量的方法。采用乙腈（1%乙酸）作为提取溶剂，使用RAYCURE QUECHERS产品进行提取和净化，净化后的样液再氮吹浓缩、溶剂转移、加内标、定容后，用GC-MS检测。

大米中多种农药及其代谢物残留的测定



大米是我国主要食用的食物之一，在人们日常生活中十分重要。水稻喜好潮湿温暖的生长条件，引发的病虫害和杂草问题也较为多。因此为了增产增收，水稻种植过程中使用农药，而导致的大米食用安全问题直接威胁人们的身心健康。

本方法参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》，建立了利用分散式固相萃取（RayCure QuEChERS系列产品），结合气相色谱-质谱联用检测大米中多种农药及其代谢物残留量的方法。采用乙腈（1%乙酸）作为提取溶剂，使用RayCure QuEChERS产品进行提取和净化，净化后的样液再氮吹浓缩、溶剂转移、加内标、定容后，用GC-MS检测。

仪器、耗材与试剂

仪器	Raykol Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪
	Agilent 8890B/7000DAuto 气相色谱/质谱联用仪
耗材	RayCure QuEChERS萃取管（货号：RC-50070）
	RayCure QuEChERS净化管（货号：RC-15083）
	RayCure QuEChERS陶瓷均质子（货号：RC-5003C）
	Agilent CP9151 VF-1701MS (30 m x 250 μm x 0.25 μm)
试剂	有机相微孔滤膜：0.22 μm
	109种A组农药混合标准储备溶液：50 μg/mL
	113种B组农药混合标准储备溶液：50 μg/mL
	乙腈（HPLC级）、乙酸乙酯（HPLC级）、冰醋酸（分析纯）、环氧七氯B使用液：2 μg/mL

样品制备

提取



净化





EVA 80高通量全自动平行浓缩仪

乙腈			
试管最大体积(ml)	15.0	试管架类型	红外其他试管架
溶剂	酸化乙腈	浓缩体积(ml)	2.0
气压(psi)	2.0	浓缩温度(°C)	35.0
针追随速度 (mm/min)	1.0	氮吹针起始修正参数(mm)	80
浓缩时间 (min)	35.0	工作模式	倒计时浓缩
设备名	EVA60	>>	

图-1 EVA 80氮吹浓缩条件

检测条件-气相色谱质谱联用条件

GC程序升温程序：初始温度40℃，保持1min；以40℃/min速度升温至120℃；以5℃/min升温至240℃，以12℃/min升温至300℃，保持6min。

进样口温度280℃，不分流进样，隔垫吹扫流量为3mL/min，进样量1.0μL；载气为高纯氮气，恒流模式，流速为1.0mL/min；离子源温度280℃，接口（传输线）温度280℃。

结果与讨论

选取大米空白基质样品，添加20μg/L、40μg/L、100μg/L质量浓度水平的208种农药及其代谢物，使用上述前处理步骤进行加标回收验证，样品平均回收率如下表-1。

- 前处理过程中需要准确移取、分取酸化乙腈的体积，否则易造成回收率不稳定。
- 应严格按照酸化乙腈、提取盐包的添加顺序进行操作，加入盐包后应立即振摇以防止结块。
- 取盐包加入后应进行剧烈振摇1min左右，且每个样品的振摇时间后频率应尽量保持相同。
- 萃取时的放热可能对热不稳定农药的回收率造成影响，因此可通过较低的提取温度来提高其回收率。
- 样液进行水浴氮吹浓缩时不可过分吹干（应吹至近干），否则回收率会大大降低。

表-1. 大米A、B组部分农残加标回收率及相对标准偏差结果（n=4）

检测项目	20 μg/L		40 μg/L		100 μg/L	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
乙酰甲胺磷	107.27	1.48	95.97	2.37	93.03	9.48
乙草胺	95.31	4.19	90.41	0.3	84.11	0.35
苯草醚	84.77	12.63	82.67	1.66	87.27	2.53
甲草胺	96.77	0.95	89.33	2.62	84.89	0.33
烯丙菊酯	85.65	9.55	101.06	15.4	97.86	3.03
α-六六六	93.44	10.78	79.83	3.69	82.88	3.32
α-硫丹	93.09	2.14	89.25	2.14	84.91	0.32
莎稗磷	92.04	5.73	83.85	1.4	85.71	2.23
脱乙基莠去津	93	5.63	88.72	4.6	85.06	0.57
β-硫丹	92.1	1.65	85.11	1.91	84.03	0.59
联苯菊酯	92.5	2.05	87.33	0.79	81.9	0.36
啶酰菌胺	97.55	2.13	90.7	0.94	85.91	0.92
除草定	117.76	3.29	101.39	2.51	95.77	7.84
溴苯烯磷	106.7	1.16	93.2	1.56	90.83	3.78
溴硫磷	87.87	0.67	81.78	4.9	82.28	3.36

检测项目	20 μg/L		40 μg/L		100 μg/L	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
环草敌	90.61	3.65	86.28	0.97	81.47	0.1
环氟菌胺	101.45	10.49	94.35	6.61	89.03	0.47
氯氟菊酯	91.57	5.81	82.02	10.29	85.21	0.38
脱叶磷	98.05	2.6	86.93	2.18	82.58	5.86
溴氟菊酯	83.14	0.34	80.6	4.3	81.13	0.8
除线磷	90.52	1.96	85.42	0.1	82.58	0.61
敌草腈	96.84	2	90.78	3.21	85.38	0.38
敌敌畏	103.43	2.87	92.38	2.62	86.24	0.49
氯硝胺	89.71	1.46	82.51	0.68	83.05	1.03
三氯杀螨醇	93.27	3.13	88.57	0.98	85.49	0.06
乐果	98.8	2.23	92.55	3.2	90.83	4.48
敌噁磷	94.79	0.84	89.57	4.91	82.5	0.09
灭菌磷	85.07	0.72	77.09	4.84	72.97	0.48
敌瘟磷	95.51	1.51	86.59	0.98	84.12	2.1
异狄氏剂	100.7	4.67	89.73	2.9	82.53	4.26

总结

- 本方法参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》，建立了利用分散式固相萃取（RayCure QuEChERS系列产品），结合气相色谱-质谱联用检测大米中多种农药及其代谢物残留量的方法。
- 提取和净化过程采用的是RayCure QuEChERS萃取管和净化管，高品质的离心管和填料，提取和净化效果能得到良好保证；预先称好和混匀的产品可直接使用，节省了时间和人力。
- 配合使用睿科Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪，提高实验室样品前处理的效率，氮吹针的液面追随系统，使得浓缩过程省时、省气、省力。并参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》的标准建立了处理大米中多种农残的方法，回收率与RSD符合实验室误差要求。



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020 年 10 月版