



## 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<br>Agilent 8890B/7000D Auto 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                |       | 保存            |
|-------------------|-------|---------------|
| 试管最大体积(ml)        | 15.0  | 试管架类型         |
| 溶剂                | 酸化乙腈  | 浓缩体积(ml)      |
| 气压(psi)           | 2.0   | 浓缩速度(°C)      |
| 针进隙速度<br>(mm/min) | 1.0   | 氮吹针起始修正参数(mm) |
| 浓缩时间(min)         | 35.0  | 工作模式          |
| 设备名               | EVA60 | 倒计时浓缩         |

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°C，保持1min；以40°C/min速度升温至120°C；以5°C/min升温至240°C，以12°C/min升温至300°C，保持6min。

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

## 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  |
| 溴氰菊酯  | 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](http://www.raykol.com)

电话: 400-885-1816

邮箱: [info@raykol.com](mailto: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