

气相色谱串联四极杆质谱法检测番茄制品中低浓度啉虫脒残留

尚德军¹ 明红²

1.新疆出入境检验检疫局

2.赛默飞世尔科技(中国)公司 色谱质谱部

1. 引言

啉虫脒 (Acetamiprid) 属硝基亚甲基杂环类化合物, 是一种新型低毒杀虫剂, 具有广谱、内吸、速效、低毒、活性高、用量少、持效期长等特性, 也有杀卵的活性。目前对啉虫脒农药的使用也越来越广泛和普遍, 欧盟(EC) No 396/2005针对番茄中啉虫脒的最大残留限量 (MRL) 为0.1mg/kg。目前啉虫脒的分析方法大多采用气相色谱配ECD检测器[1], 但是由于样品基质复杂, 在分析实际样品时干扰大。本方法采用Quantum GC三重四极杆串联质谱的二级质谱方法, 有效消除了基质的干扰影响, 获得了较好的分析结果。

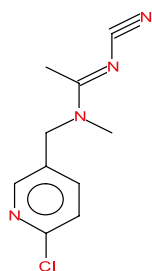


图1: 啉虫脒的结构

2. 实验部分

2.1 仪器与试剂

Quantum GC气相色谱三重四极杆串联质谱仪 (赛默飞世尔科技Thermo Fisher Scientific公司)。配置有EI源 (+/-CI源), Trace GC Ultra 2000气相色谱系统, 配分流/不分流进样口。Triplus自动进样器。色谱柱为TR Pesticide-MS柱 (农残分析柱): 0.25mm x 30m, 0.25um。啉虫脒标准溶液由新疆出入境检验检疫局技术中心提供, 其他试剂均为化学纯。

2.2 样品制备

番茄制品经乙腈提取, 过石墨碳净化后, 溶剂挥干, 用正己烷溶解定容, 进质谱分析。

2.3 仪器条件

色谱条件: 分流/不分流进样口 (加压模式), 250℃; 不分流进样, 1min; 载气为高纯氦气, 1.0mL/min, 恒流; 程序升温, 起始80℃维持1min, 然后以50℃/min升温至230℃, 维持0.5分钟, 再以5℃/min升温至280℃, 保持1分钟, 最后升温到300℃, 保持3分钟。传输线温度:260℃。质谱条件: Close EI源, 正离子模式; 离子源温度为230℃; 发射电流为25uA; 碰撞气压

力为1.2mTorr; SRM扫描模式, 质谱条件见表1 (*标注的是定量离子)。

母离子 m/z	子离子 m/z	碰撞能量 (eV)
126.04*	89.96*	8*
126.04	98.79	8
151.95	116.11	15

表1 啉虫脒的二级质谱条件

3. 实验结果和讨论

3.1 方法优化

由于啉虫脒极性较强, 在进样口易被吸附而造成严重拖尾, 给定量分析造成困难, 进样模式选择加压不分流, 可以明显改善啉虫脒的拖尾现象, 见图2。

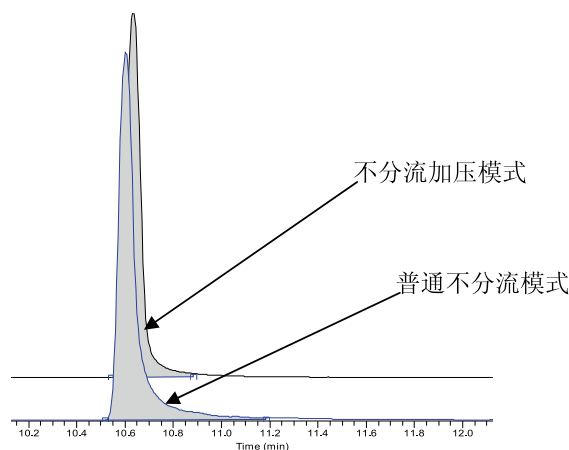


图2 加压模式改善啉虫脒拖尾现象

3.2 方法灵敏度

Quantum GC串联质谱通过采用二级质谱方法可以有效消除基质干扰, 提高灵敏度, 图3显示的是啉虫脒5ppb的SRM色谱图和信噪比 (Peak to peak)

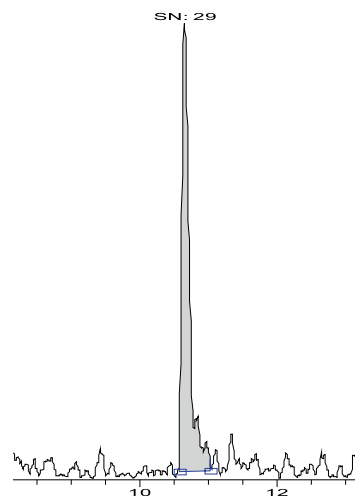


图3: 5ppb的的SRM色谱图和质谱图

Key Words

- Quantum GC
- 啉虫脒
- GC/MS/MS

3.3 方法的线性和重现性

图4是啉虫脒的工作曲线，在10ppb到1000ppb之间显示了良好的线性关系（R²为0.999）。10ppb、20ppb和100ppb分别重复进样6次，得到10ppb的RSD值为6.87%，20ppb的RSD值为3.49%，100ppb的RSD值为3.06%

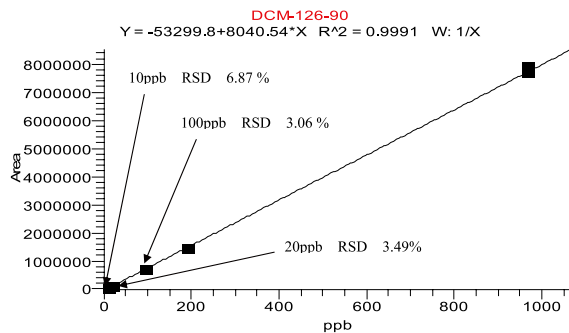


图4：啉虫脒10ppb到1000ppb的工作曲线

3.4 方法的回收率

20ppb和50ppb的啉虫脒添加到番茄样品中，按照前面的提取净化步骤进行分析，重复三次，计算的到平均回收率分别为为85.7% (20ppb)和94.9% (50ppb)。

4 结论

啉虫脒由于极性较强，容易在进样口吸附造成拖尾，通过加压模式可以有效改善拖尾现象。Quantum GC串联质谱通过采用二级质谱方法可以有效消除基质干扰，提高灵敏度和定量结果的准确性，检测限可达5ppb，远远小于欧盟的0.1mg/Kg的MRL限量要求，是分析复杂样品中低浓度农药残留的有效工具。

参考文献：

[1]. 李慧冬*, 李瑞菊, 王文博, 陈子雷, 杜红霞, 丁蕊艳等“气相色谱法测定苹果中啉虫脒残留量”
山东农业大学学报(自然科学版) 2008, 39 (3): 416-418

In addition to these offices, Thermo Fisher Scientific maintains a network of representative organizations throughout the world.

赛默飞世尔科技

上海
上海浦东金桥路27号6号楼
电话: 86-21-6865 4588
传真: 86-21-6445 7830

北京
北京市东城区安定门东大街28号
雍和大厦西楼702-715室
电话: 86-10-8419 3588
传真: 86-10-8419 3589

广州
广州东风中路410-412号
健力宝大厦3003-3004室
电话: 86-20-8348 7138
传真: 86-20-8348 6621

服务热线:
800 810 5118 400 650 5118

www.thermo.com
analyze.cn@thermofisher.com

ISO REGISTERED COMPANY
9001

Thermo Fisher Scientific,
San Jose, CA USA is ISO Certified.