

◆ 环境与残留 ◆

应用液质联用仪测定番茄、黄瓜中多菌灵残留量

程 朴, 唐慧敏, 杨淑娴, 王 磊

(江苏省农产品质量检验测试中心 南京, 210036)

摘要: 介绍一种适用于番茄、黄瓜样品中多菌灵残留量测定的液相色谱质谱联用分析方法。与传统方法相比, 本方法具有灵敏度高、结果可靠性高、操作简便等特点。样本以丙酮提取, 经过滤, 加氯化钠振荡分层, 取上清液, 注射进入高效液相色谱-质谱-质谱联用仪进行测定。结果表明, 样品添加回收率在 92.6%~118.5%之间, 相对标准偏差为 4.20%~10.32%, 方法的检测限为 0.05 mg/kg, 符合农药残留分析要求。

关键词: 多菌灵; 高效液相色谱-质谱-质谱联用仪; 残留量

中图分类号: TQ 450.2+63 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2009.03.011

Determination of Carbendazim Residue in Tomato and Cucumber by HPLC - MS - MS

CHENG Pu, TANG Hui-min, YANG Shu-xian, WANG Lei

(Jiangsu Agro-product Quality Test Center, Nanjing 210036, China)

Abstract: A HPLC - MS - MS technique was developed for determining residue of carbendazim in tomato and cucumber. Compared with traditional methods, this method has high sensitivity, simplicity and reliability. The sample was extracted by acetone. The residues were determined by HPLC - MS - MS. The results showed that the recoveries of carbendazim in tomato and cucumber were from 92.6% to 118.5%. The RSD of the method were from 4.20% to 10.32%. The limit of determination of this method was 0.05 mg/kg which met the requirements of pesticide residue analysis.

Key words: carbendazim; HPLC - MS - MS; residue

多菌灵是我国常用的低毒杀菌剂, 其残留量的国标测定方法为液液萃取加紫外分光光度法, 步骤多, 溶剂消耗大, 比较繁琐。作者摸索用溶剂直接提取, 经过滤分层, 利用二级质谱提取离子测定方法, 避开干扰, 直接测定其残留量。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 6410 Triple Quad LC/MS; 色谱柱: ZORBAX SB C₁₈ (Rapid Resolution) 2.1 m×30 mm, 3.5 μm。

1.2 试剂

多菌灵标准品, 99.5%, 国家农药质量监督检验中心 (北京); 丙酮, HPLC 级; 氯化钠, 分析纯; 甲醇, HPLC 级; 超纯水, 实验室 Millipore 装置

自制。

1.3 标准溶液

准确称取多菌灵标准品 10.0 mg (精确至 0.02 mg), 用丙酮配置成 100 μg/mL 浓度的母液, 临用前分别用各自的蔬菜基质的丙酮提取液稀释成所需浓度的标准溶液。

2 方法与结果

2.1 样品制备

预处理: 将蔬菜用组织搅碎机搅碎, 充分混匀, 四分法保留 500g 于-20℃冰柜中保存备用。

提取: 称取 20 g 样品(精确至 0.1g), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 50 mL 丙酮, 高速匀浆 2 min, 过滤, 滤液中加入 10 g 氯化钠, 强力振荡, 静置, 待丙酮与水层完全分层后, 取上层清液直接测定。

收稿日期: 2009-02-20; 修回日期: 2009-03-16

作者简介: 程朴 (1961—), 女, 南京人, 高级农艺师, 从事农药分析和农药残留分析工作。Tel: 025-86263561; E-mail: njchengpu@yahoo.com.cn

2.2 测定

液谱条件: 流动相: $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=50:50$;
流速: 0.4 mL/min ; 柱温: 40.0°C ; 进样量: $1\ \mu\text{L}$;
保留时间: 0.67 min 。

质谱条件: 离子源: 电喷雾离子源, 扫描方式: 正离子模式。检测方式: 多反应监测, 加速电压, 碰撞能量等应优化至最优灵敏度。结果见图1、图2。

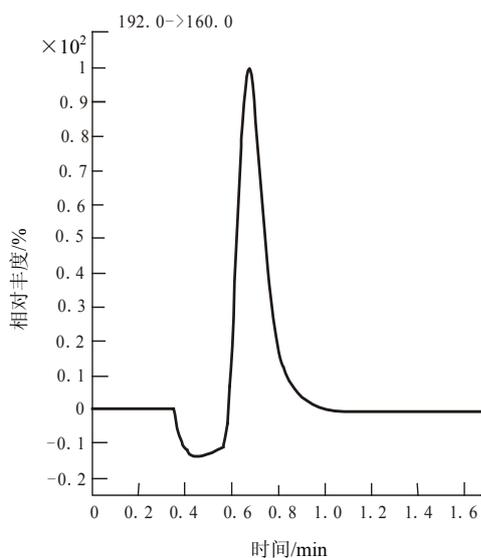


图1 多菌灵总离子流图

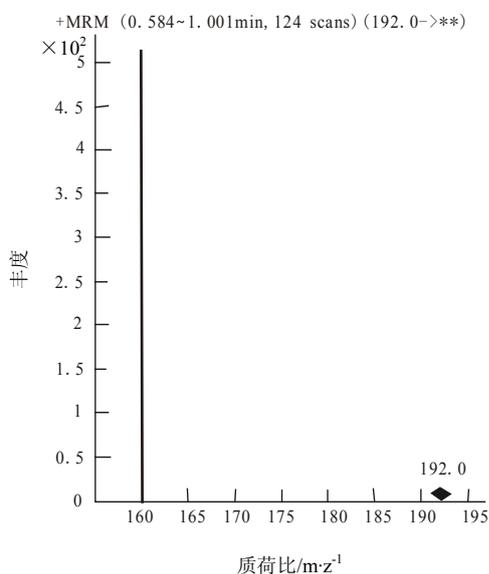


图2 多菌灵质谱图

2.3 线性关系曲线

以配置好的 $0.05\sim 1.0\ \mu\text{g/mL}$ 浓度的系列标准溶液, 分别进样 $1\ \mu\text{L}$, 以峰面积 - 浓度做线性关系曲线 (如图3), 回归方程为 $Y=1.169\times 10^{-5} X+$

3.543×10^{-3} , $r=0.9977$ 。

最低检出量: $5\times 10^{-8}\text{ g}$

最低检出浓度: 0.05 mg/kg

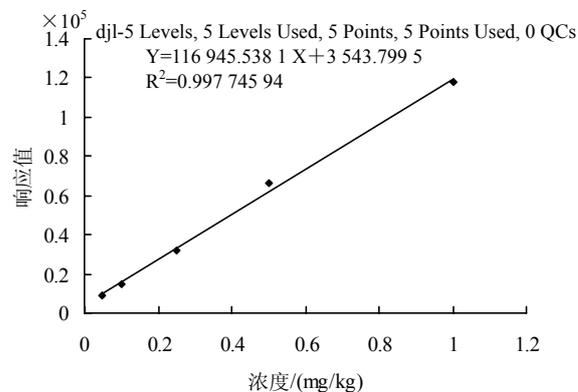


图3 多菌灵浓度 - 响应值线性关系曲线图

2.4 添加回收率

在黄瓜、番茄中, 分别添加3种浓度的多菌灵标准溶液, 进行测定, 其平均添加回收率在 $92.6\%\sim 118.5\%$ 之间。

表1 番茄、黄瓜中多菌灵添加回收率与变异系数

品种	添加浓度/ (mg/kg)	回收率/%			平均 回收率/%	变异 系数/%
番茄	0.25	107.8	118.4	122.3	116.2	6.45
	0.50	113.9	117.7	123.8	118.5	4.20
	0.75	103.6	105.5	124.3	111.1	10.32
黄瓜	0.25	99.5	88.7	89.6	92.6	6.46
	0.50	109.0	100.3	104.0	104.4	4.20

3 讨论

用液相色谱方法测定多菌灵残留量需要有充分的净化步骤, 尽可能地去掉杂质, 否则测定会受很大影响, 而步骤越多, 对回收率影响越大。与经典测定方法比较, 本方法利用二级质谱多重反应监测模式, 即使简化净化步骤也可以避开干扰直接测定样本中多菌灵残留量, 减少了操作环节和试剂消耗量, 更重要的是提高了灵敏度, 提高了方法的可靠性。如样本中待测组分浓度较低, 也可取一定量丙酮液按一定比例浓缩后测定。

参考文献

- [1] 农业部农药检定所. 新编农药手册 [M]. 北京: 农业出版社, 1989: 348 - 351.