

蔬菜中 2,4-D 等 13 种除草剂残留测试方法及应用介绍

1. 原理及适用范围:

试样经乙腈匀浆提取，提取液在酸性条件下经盐析，乙二胺基-N-丙基（PSA）分散固相萃取净化后，用液相色谱质谱仪检测。根据选择离子丰度比和保留时间定性，外标法定量。

该法适用于蔬菜中 2,4-D 等 13 种除草剂残留量的测定。

2. 试剂和材料

2.1 乙腈（色谱纯）、甲醇（色谱纯）、氯化钠（分析纯）、乙酸铵（色谱纯）、蒸馏水；

2.2 1.0mol/L 盐酸溶液：吸取 8.4mL 盐酸加入 50mL 水中，稀释至 100mL；

2.3 流动相 A 液：准确称取 0.385g 乙酸铵，溶解在 1000mL 甲醇中，用 0.22 μ m 滤膜过滤；

2.4 流动相 B 液：准确称取 0.385g 乙酸铵，溶解在 1000mL 蒸馏水中，用 0.22 μ m 滤膜过滤；

2.5 乙二胺基-N-丙基（PSA）：**（CH货号：CH61-0201）**

3. 测试步骤:

3.1. 样品处理

3.1.1 提取

称取 15g 试样（精确到 0.01g）于 100mL 离心管中，加入 30.0mL 乙腈，高速分散机（转速不低于 2000r/min）震荡 2min，将离心管放入离心机，以 4000r/min 离心 5min，取上清液 10mL，加入 1.0mL 盐酸溶液（2.2）振摇。加入 2.5g 氯化钠，振摇，静置 10min。

3.1.2 净化

取上述 1mL 上层提取液于 J61-0201 离心管中，摇匀，放入离心机中，以 7000r/min 离心 5min，取上清液 0.5mL 于 50 $^{\circ}$ C 用氮气缓慢吹干后，加入 0.5mL 甲醇定容，用 0.22 μ m 滤膜过滤，待测。

3.2 测定：仪器测试条件

3.2.1 色谱条件:

色谱柱：CH-C18 柱，3.0 μ m，150*2.1 mm；**（CH货号：CH24-1521）**

柱温：40 $^{\circ}$ C；

流速：0.3mL/min；

流动相梯度见表 1：



表 1：流动相梯度

时间 (min)	A 液 (%)	B 液 (%)
0.00	10.0	90.0
30.00	80.0	20.0
30.50	90.0	10.0
35.50	90.0	10.0
36.00	10.0	90.0
45.00	10.0	90.0

3.2.2 质谱条件:

离子源: 电喷雾 ESI;

离子源温度: 350℃;

电喷雾电压: 3000V;

扫描方式: 多信号扫描;

雾化气、气帘气均为高纯氮气;

监测定性定量离子对、碰撞电压见表 2;

表 2：监测定性定量离子对、碰撞电压

序号	名称	碰撞电压	离子正负性	定量离子	定性离子
1	二氯吡啶酸	110	负	190 (100)	192 (66)
2	麦草畏	110	负	219 (100)	221 (67)
3	氟草烟	110	负	253 (100)	255 (82)
4	4-氯苯氧乙酸	110	负	185 (100)	1871 (35)
5	2,4-滴	110	负	219 (100)	221 (68)
6	2 甲 4 氯	150	负	199 (100)	201 (46)
7	三氯吡氧乙酸	110	负	254 (100)	256 (99.5)
8	2 甲 4 氯丙酸	110	负	213 (100)	215 (33)
9	2,4-滴丙酸	110	负	233 (100)	2359 (63)
10	2,4,5-涕	150	负	195 (100)	197 (95.5)
11	2,4-滴丁酸	150	负	161 (100)	163 (66)
12	2 甲 4 氯丁酸	110	负	227 (100)	229 (33.6)
13	氟吡甲禾灵	110	正	376 (100)	378 (41.3)

北京成黎生物科技有限公司

联系人: 刘诚

联系方式: 15101017947

邮箱: liucheng@bjclsw.cn

网站: www.bjclsw.com

地址: 北京市平谷区谷丰东路锐E空间4号楼3层

