

解决方案

全自动QUECHERS净化仪-高效液相色谱质谱联用法测定玉米中唑啉草胺

关键词

全自动QUECHERS净化仪；LC-MS/MS；唑啉草胺

介绍

唑啉草胺属于三唑并唑啉草酰胺类除草剂，是通过抑制支链氨基酸的合成来影响蛋白质合成，阻碍植物生长。其常混拌于土壤中起作用或作用于芽前表面，对大豆、玉米等的阔叶杂草效果好，因此又名阔草清。唑啉草胺虽毒性较低，但其使用面积广，残效期较长，长期接触可能会在人体内不断积累，从而引发慢性疾病。在GB 2763-2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量标准》明确规定了谷物和大豆油料油脂中唑啉草胺的最大残留量为0.05 MG/KG。

参考GB 23200.111-2018《食品安全国家标准植物源性食品中唑啉草胺残留量的测定液相色谱-质谱联用法》，本文通过睿科全自动QUECHERS净化仪系统，将玉米提取液中的唑啉草胺由M-PFC（多壁碳纳米管）柱净化，使用液相色谱-质谱/质谱法测定和验证，外标法定量，建立了快速、准确、高效测定玉米中唑啉草胺的解决方案。

玉米中唑啉磺草胺残留量的测定



唑啉磺草胺属于三唑并唑啉磺酰胺类除草剂，是通过抑制支链氨基酸的合成来影响蛋白质合成，阻碍植物生长。其常混拌于土壤中起作用或作用于芽前表面，对大豆、玉米等的阔叶杂草效果好，因此又名阔草清。唑啉磺草胺虽毒性较低，但其使用面积广，残效期较长，长期接触可能会在人体内不断积累，从而引发慢性疾病。在GB 2763-2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量标准》明确规定了谷物和大豆油料油脂中唑啉磺草胺的最大残留量为0.05 µg/kg。

参考GB 23200.111-2018《食品安全国家标准 植物源性食品中唑啉磺草胺残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》，本文通过睿科全自动QuEChERS净化仪系统，将玉米提取液中的唑啉磺草胺由m-PFC（多壁碳纳米管）柱净化，使用液相色谱-质谱/质谱法测定和验证，外标法定量，建立了快速、准确、高效测定玉米中唑啉磺草胺的解决方案。

仪器、耗材与试剂

仪器	Raykol QS 60全自动QuEChERS净化仪
	Raykol Auto Prep 200全自动液体样品处理工作站
	Agilent 1260高效液相色谱（HPLC）、Agilent 6410质谱检测器（MS）
耗材	m-PFC HP净化柱（多壁碳纳米管）：180mg/3mL
试剂	乙腈：HPLC级
	甲酸：HPLC级
	唑啉磺草胺标准储备溶液：100 mg/L，乙腈

标准曲线配制

使用Auto Prep 200液体样品处理工作站配制唑啉磺草胺标准工作溶液。将配制的唑啉磺草胺的标准储备液（100µg/mL）通过工作站的有机配液模块的直接稀释命令，配制成1µg/mL的标准使用液，再配制10.0µg/L，20.0µg/L，50.0µg/L，100.0µg/L、200.0µg/L的系列标准工作溶液。也可根据目标物浓度或仪器灵敏度配制成其他浓度水平的标准系列。具体配制方法见图-2。

空白基质溶液用Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪氮吹干后，分别加入1mL上述标准工作溶液复溶，过0.22 µm的有机相微孔滤膜配制成系列基质工作溶液，供液相色谱-质谱联用仪测定。

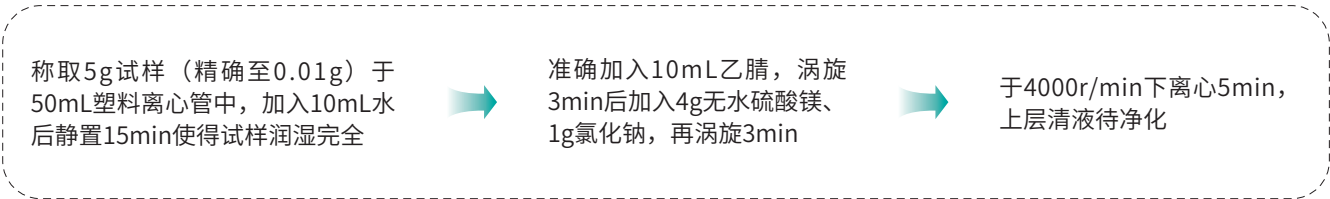
选择定量离子的峰面积作为纵坐标，浓度作为横坐标，做相关曲线，曲线为线性回归，各点权重相等，拟合出工作曲线，要求R2>0.995；此曲线两周需要重新配置一次。



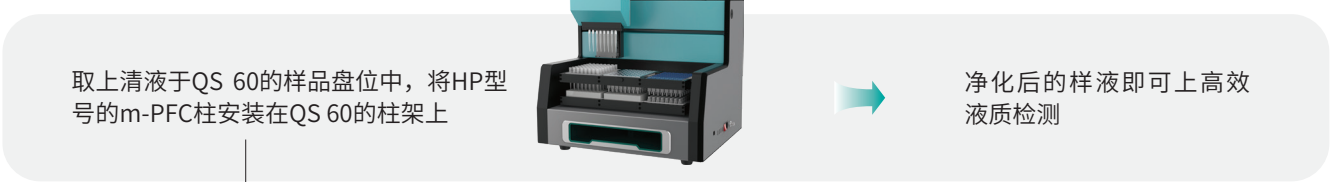
图-2 Auto Prep 200 的唑啉磺草胺标准溶液配制方法

样品制备

提取



净化



方法: mPFC.m					
上样	样品体积	1.0	mL	吸取速度	5 mL/min
	抽吸次数	1	次	补液体积	1.0 mL
过柱	过柱速度	2	mL/min	等待时间	5 S
	氮气压力	8	Psi	持续时间	15 S
	循环次数	1	次	振荡位	☐ 是 ☒ 否
过膜	过滤速度	5	mL/min	等待时间	5 S
	氮气压力	30	Psi	持续时间	10 S

图-2 QS 60净化方法

液相色谱条件

色谱柱	Waters BEH C ₁₈ (100 mm×2.1 mm×1.7 μm)
流速	0.3 mL/min
流动相	A: Acetonitrile; B: H ₂ O (0.2% formic acid)
柱温	45 °C
进样体积	5 μL
离子模式	ESI+
氮气温度	350 °C
干燥气	10 L/min
梯度洗脱	起始10%乙腈，1.5min内升至70%，保持1min；1.5min升至90%，然后降至10%，保持1.5min

结果与讨论

在空白玉米试样中添加低浓度（10μg/L）、中浓度（50μg/L）、高浓度（100μg/L）的唑啉磺草胺，用m-PFC净化柱法试验后，样品平均回收率和RSD结果如右表-1所示：

表-1. 平均回收率和相对标准偏差 (n=4)

名称	10 μg/L		50 μg/L		100 μg/L	
	平均回收率	RSD	平均回收率	RSD	平均回收率	RSD
唑啉磺草胺	83.6	7.3	103.3	5.8	89.8	5.1

总结

- 标准曲线的配置使用睿科AP 200全自动液体样品处理工作站，可实现混标制备、标准曲线制备、样品添加和分液等液体样品处理功能，全程无需人员值守，仪器程序化运行可以有效避免人为误差，保证曲线的精密性和准确性。
- 睿科全自动QuEChERS净化仪系统对样品进行自动化净化和萃取目标物，能批量处理64个以上唑啉磺草胺样品，实现高通量处理，真正为批量检测提供帮助；经液相色谱-质谱联用仪检测，回收率在83.6~103.3%之间，RSD (n=4) 在5.1~7.3%之间，有较好的回收率和RSD。



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