

# LC-MS/MS 法测定果蔬食品中甜菜安残留量

## LCMSMS-640

**摘要：** 本文使用岛津三重四极杆液质联用系统建立了一种测定果蔬食品中甜菜安残留量的方法。选取新鲜黄瓜经前处理操作后进样，甜菜安在 0.025~1 mg/L 浓度范围内均具有较好的线性关系，线性相关系数大于 0.9996，各校准点准确度为 89.4~106.1%，所有组分保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.045~0.103% 和 0.401~2.037% 之间，加标回收率在 103.4%~110.7% 之间。实验结果表明，该方法能准确快速地测定果蔬食品中甜菜安残留量。

**关键词：** 三重四极杆串联质谱 果蔬食品 甜菜安

甜菜安 (Desmedipham) 是一种选择性苗后除草剂，通常与甜菜宁混用。当前在国内蔬果生产中使用较多的除草剂为德国先灵公司注册登记的甜菜安宁，有效成分为 8% 的甜菜安和 8% 的甜菜宁，能有效防治多种阔叶杂草。但也暴露出很多缺点：对蔬果幼芽生长有严重抑制作用；在高温（高于 30℃）和低温条件（低于 15℃）下均易产生毒害，而东北、新疆、内蒙古等产地昼夜温差大，使用不当极易对作物产生毒害。目前，关于蔬果作物基质中甜菜安残留量的分析

方法鲜有报道。

甜菜安为二氨基甲酸酯类除草剂，其结构式如图 1 所示。主要作用机理是抑制脂肪酸的生物合成以及干扰类酯物的形成，从而影响膜的完整性。GB 23200.120-2021《植物源性食品中甜菜安残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》推荐了甜菜安的检测方法。本文参考 GB 23200.120-2021，并对仪器方法进行优化，准确度及精密度均符合分析要求，为其质量分析提供了可靠的检测方法。

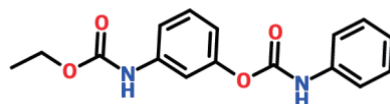


图 1 甜菜安结构式

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

输液泵：LC-30AD×2

脱气机：DGU-20A<sub>5R</sub>

自动进样器：SIL-30AC

柱温箱：CTO-20A

系统控制器：CBM-20A

检测器：LCMS-8050 三重四极杆质谱仪

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 Column ( 2.1 mm I.D.×50 mm L., 2 μm, P/N: 227-30001-02, 岛津 (上海) 实验器材有限公司)

流动相：A 相 -10mM 乙酸铵溶液，B 相 - 乙腈

进样体积：5 μL

流速：0.3 mL/min

柱温：25℃

洗脱方式：等度洗脱 (B 相浓度为 80%)

质谱条件

离子源：ESI (+)

DL 温度：250℃

接口电压: 3.5 Kv  
 雾化气: 氮气 3.0 L/min  
 干燥气: 氮气 10.0 L/min

加热块温度: 400°C  
 扫描模式: MRM  
 MRM 参数: 见表 2

表 1 MRM 优化参数

中文名	英文名	CAS. No.	离子对	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
甜菜安	Desmedipham	13684-56-5	301.1>136.00*	-10	-22	-24
			301.1>182.0	-10	-11	-17

注: \* 表示定量离子

### 1.3 标准品与试剂

标准品: 购于上海安谱, 于 -20°C 冰箱保存, 备用。

### 1.4 标准品配制

储备液: 称取标准品适量, 用乙腈溶解稀释成 100 mg/L;

标准溶液: 取适量对照品储备液, 用空白黄瓜基质提取液逐级稀释, 得到质量浓度分别为 0.025、0.05、0.1、0.2、0.5、1 mg/L 的标准溶液。

### 1.5 样品前处理

#### 1.5.1 提取

称取 10 g (精确至 0.01 g) 黄瓜匀浆于 50 mL 聚丙烯离心管中, 加入 30 mL 乙腈, 涡旋振荡提取 5 min, 加入 2 g 氯化钠涡旋 2 min 后, 大于 3800 r/min 离心 5 min, 取上清液 15 mL 转移至 100 mL 鸡心瓶, 45°C 旋转蒸发至近干, 加入 1 mL 乙腈溶解。

#### 1.5.2 净化

将浓缩液移至装有 50 mg PSA (乙二胺 -N- 丙基硅烷化硅胶) 和 20 mg GCB (石墨化炭黑) 的 2 mL 离心管中, 涡旋 3 min 后, 10000 r/min 离心 1 min, 经 0.22 μm 有机滤膜过滤, 待液相 - 质谱联用仪检测。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准溶液 MRM 色谱图

按照 1.2 分析条件, 分析浓度为 0.1 mg/L 的黄瓜基质标准溶液, 色谱图如图 2 所示。

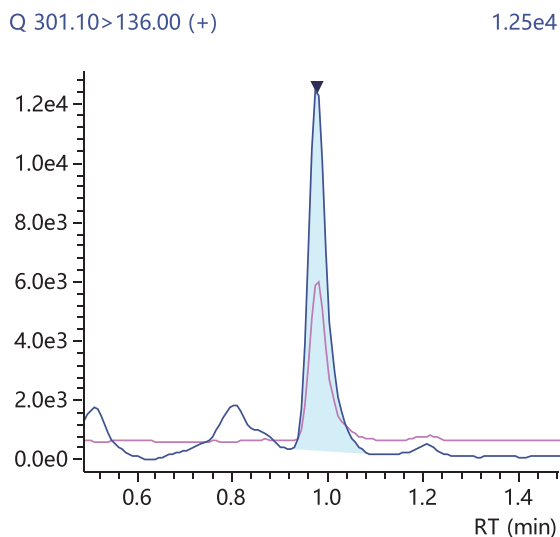


图 2 甜菜安黄瓜基质标准溶液色谱图 (0.1 mg/L)

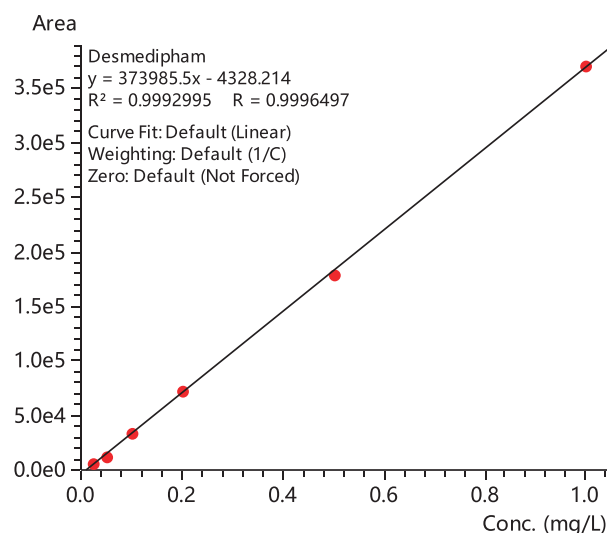


图 3 甜菜安校准曲线

## 2.2 线性范围和灵敏度

将不同浓度的混合标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，所有化合物均采用外标法定量，以标准系列溶液中甜菜安的质量浓度 (mg/L) 为横坐标，以其对应的峰面积为纵坐标，绘制校准曲线。结果如图 3 所示，甜菜安在 0.025~1 mg/L 浓度范围内，具有较好的线性关系，线性相关系数大于 0.9996，具体结果见表 2。

表 2 校准曲线参数

化合物名称	标准曲线	相关系数 r	准确度 (%)	线性范围 (mg/L)	检出限 (mg/L)
甜菜安	$Y = 373986X - 4328.21$	0.9996	89.4~106.1	0.025~1	0.01

## 2.3 精密度实验

不同浓度的混合标准工作液参照各自分析条件连续进样 6 次，用于考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。结果显示，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.045~0.103% 和 0.401~2.037% 之间，仪器精密度良好，满足国标要求。

表 3 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

化合物名称	RSD% (0.05 mg/L)		RSD% (0.2 mg/L)		RSD% (0.5 mg/L)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
甜菜安	0.045	0.401	0.066	1.076	0.103	2.037

## 2.4 样品测试和加标回收实验

按照 1.5 中样品前处理方法对黄瓜样品进行处理，上机分析，样品中未检测到甜菜安。对空白样品进行加标回收实验，加标量为 0.01、0.04、0.1 mg/kg，按照 1.2 分析条件进行测试，重复实验 3 次，计算平均回收率。黄瓜空白基质和基质前加标色谱图如下图 4 所示。计算结果显示，甜菜安的平均回收率在 103.4%~110.7% 之间，回收率良好，具体结果见表 4。

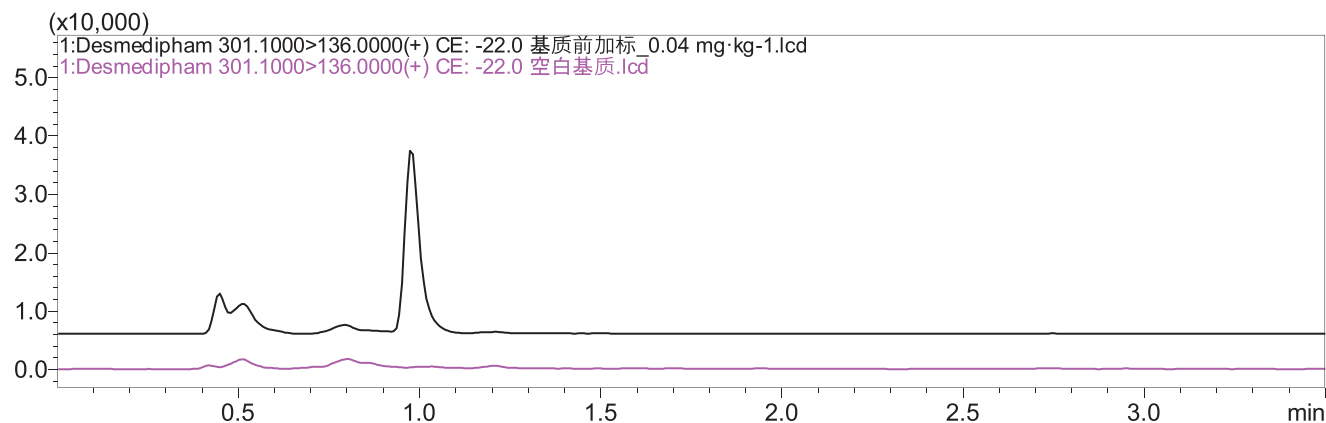


图 4 黄瓜空白基质和基质前加标色谱图 (0.04 mg/kg)

表 4 回收率结果 (n=3)

化合物名称	样品中浓度 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	平均加标回收率 (%)
甜菜安	N.D.	0.01	110.7
		0.04	108.5
		0.1	103.4

注：N.D. 代表未检出。

## ■ 结论

本文采用岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用仪建立了果蔬食品中甜菜安的定量分析方法。结果表明，甜菜安在 0.025~1 mg/L 浓度范围内均具有较好的线性关系，线性相关系数大于 0.9996，准确度为 89.4~106.1%。选 0.05、0.2、0.5 mg/L 三个浓度水平，连续 6 次进样保留时间和峰面积的相对标准偏差在 0.045~0.103% 和 0.401~2.037% 之间，系统精密度良好。同时考察了空白黄瓜基质加标，回收率在 103.4%~110.7% 之间。该方法准确可靠，重现性好，满足食品安全国家标准 GB 23200.120-2021 检测需求，可供相关人员参考。

岛津应用云

