

# LCMS 测定食品中噻虫嗪和噻虫胺残留

朱辉, 张鹏旭

(广州禾信仪器股份有限公司, 广东 广州 510530)

**摘要:** 利用 LCMS 测定食品中噻虫嗪和噻虫胺残留, 多次测定, 数据重复性良好, 操作简便。

**关键词:** 噻虫嗪;噻虫胺

噻虫嗪, 化学名称: 3-(2-氯-1,3-噻唑-5-基甲基)-5-甲基-1,3,5-恶二嗪-4-基叉(硝基)胺, 是一种全新结构的第二代烟碱类高效低毒杀虫剂, 对害虫具有胃毒、触杀及内吸活性, 用于叶面喷雾及土壤灌根处理。其施药后迅速被内吸, 并传导到植株各部位, 对刺吸式害虫如蚜虫、飞虱、叶蝉、粉虱等有良好的防效。

噻虫胺, 为噻虫嗪的代谢物, 同为第二代烟碱类高效低毒杀虫剂, 作用机理与噻虫嗪类似。这些农药可能残留在我们平时所食用的蔬菜, 水果, 肉禽类等食品中, 为了检测这两种农药开发质谱方法进行检测。

国家标准 GB23200.39-2016 为《食品中噻虫嗪及其代谢产物噻虫胺残留量的测定》, 采用的方法为液相色谱-质谱/质谱法, 本实验参考国标进行设计, 计划使用 LC-MS 方法进行检测, 流动相及色谱柱参考国标方法, 质谱参数参考国标进行设定。

## 1 测试条件

样品名称	送样状态	进样浓度	进样方式	进样条件	MS 条件	校正方式
噻虫嗪&噻虫胺	溶液	约 10ppm	LCMS	色谱柱:waters BEH c18 1000*2.1mm, 5 $\mu$ m, 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 流动相: A:10mmol/L 乙酸铵 水溶液 B:MEOH 流速: 0.4 $\mu$ l/min ; 进样量: 5 $\mu$ l;	ESI 电压 3000V, RFQ 和 MIR 峰 峰值分别为 600/150 其他参数为默认。	外标 法-利 血平

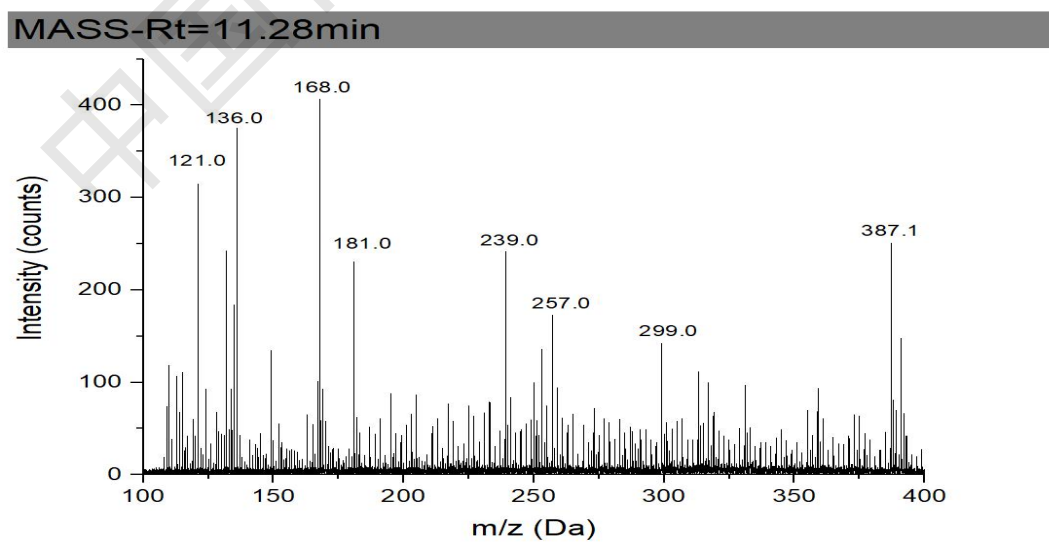
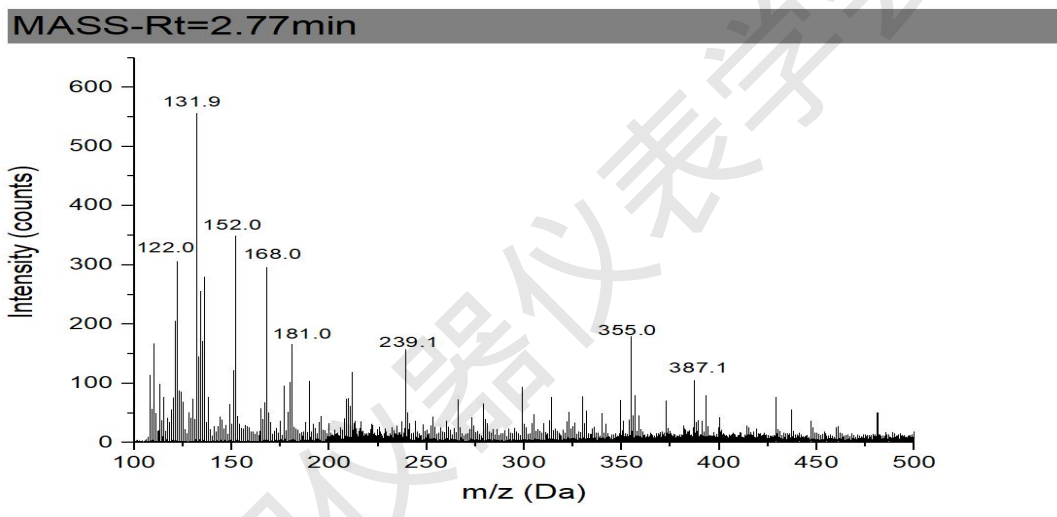
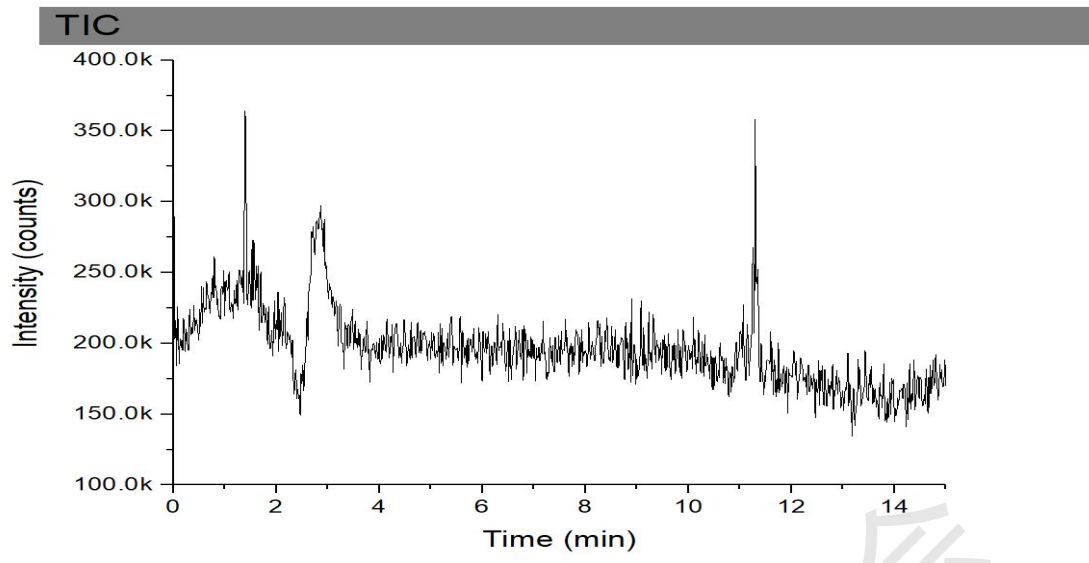
梯度:流动相 B:10-50% in

15min

噻虫		约	直接	注射泵流速: 10 $\mu$ L/min		
噻虫	同上	10ppm	进样		同上	同上
胺		m				
噻虫	同上	约	直接	同上:	同上	同上
噻虫	同上	1ppm	进样			
胺						
噻虫	同上	约	直接	同上:	同上	同上
噻虫	同上	1ppm	进样			
胺						
噻虫	同上	约	直接	同上:	质谱口温度 120	同上
噻虫	同上	100ppm	进样		度, 其他同上	
胺						
噻虫	同上	约	直接	同上:	同上	同上
噻虫	同上	100ppm	进样			
胺						
噻虫	同上	约	直接	同上:	同上	同上
噻虫	同上	1ppm	进样			
胺						
噻虫	同上	约	直接	同上	同上	同上
噻虫	同上	1ppm	进样			
胺						

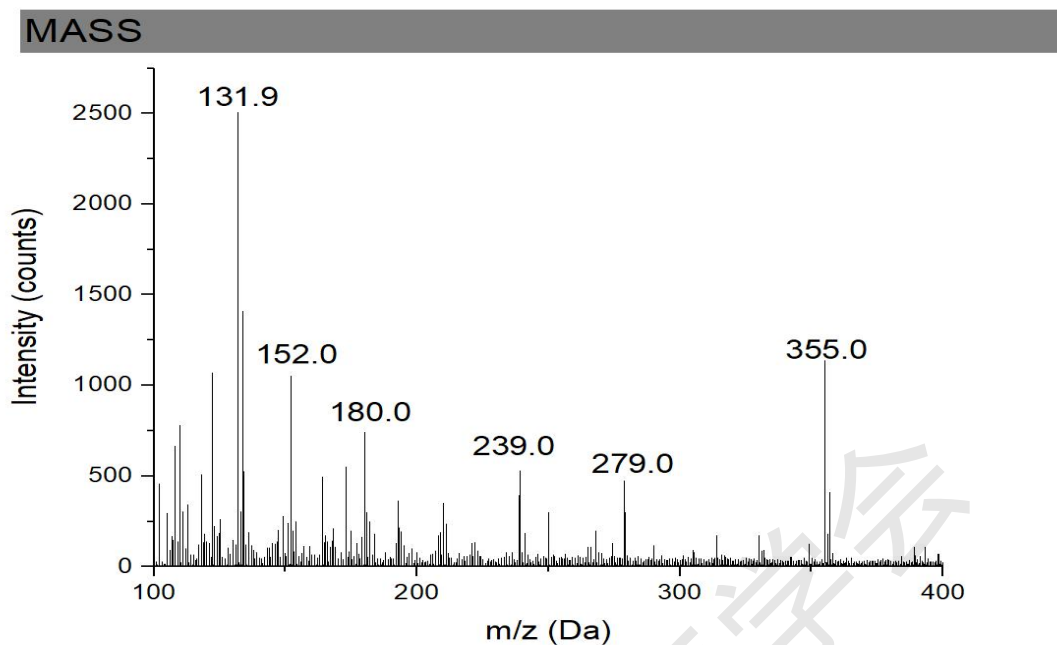
## 2 测试结果

### 2.1 噻虫噻和噻虫胺溶液液质联用检测 (1ppm)



其中 131 和 181 可能分别为噻虫胺和噻虫嗪的碎片离子,但由于液质联用情况下仪器背景较脏,杂峰较多,所以无法肯定,下一步计划使用直接进样进行检测。

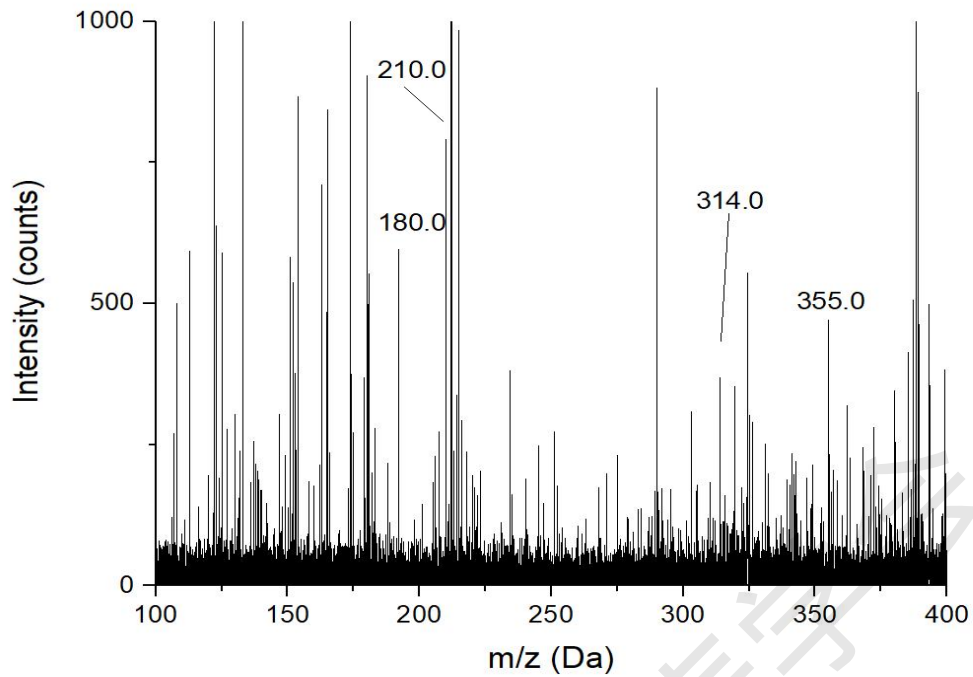
## 2.2 噻虫嗪和噻虫胺直接进样（1ppm）



131.9 可能为噻虫胺的碎片离子，355 可能为噻虫嗪加钠加乙腈，判断可能种物质在直接进样情况下可能存在离子化效率的竞争，所以分别配置 1ppm 噻虫嗪和 1ppm 噻虫胺进行检测，并针对每种物质分别调节电压参数，使其效果最好。同时由于该实验检测灵敏度要求较高为了比较 TDC 和 ADC 采集卡的灵敏度区别，改用 ADC 采集卡进行实验（华润赛科 API）

### 3. 噻虫嗪直接进样（1ppm）

## MASS



判断 314 为噻虫嗪加钠峰，355 为噻虫嗪加钠加乙腈，210 和 180 可能为碎片离子。

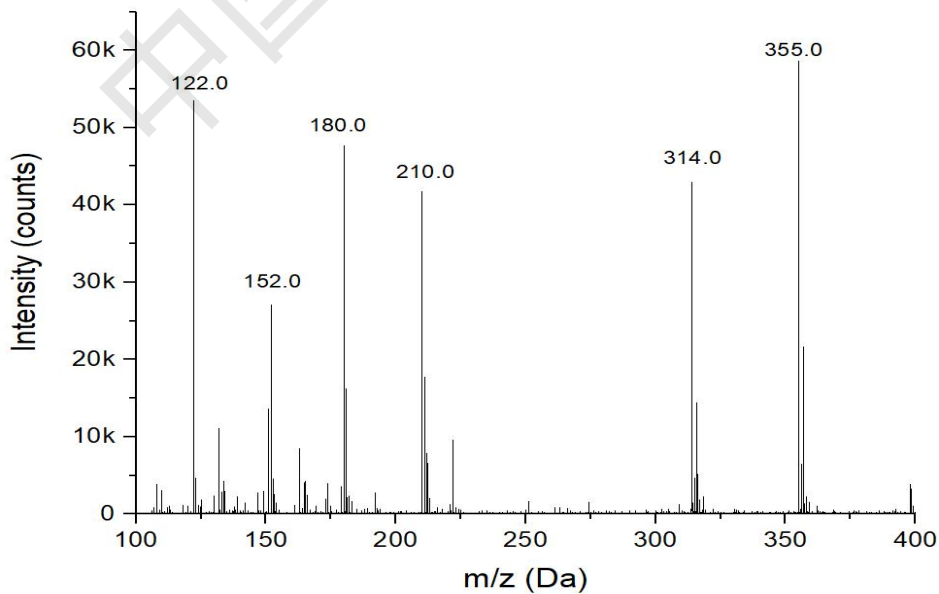
### 2.3 .噻虫胺直接进样（1ppm）

未检出

判断由于华润赛科的 API 体系较脏（经常使用液质联用，样品浓度不一造成），下一步计划先提高样品浓度，优化方法，使样品检测灵敏度提高后在降低浓度考察结果。

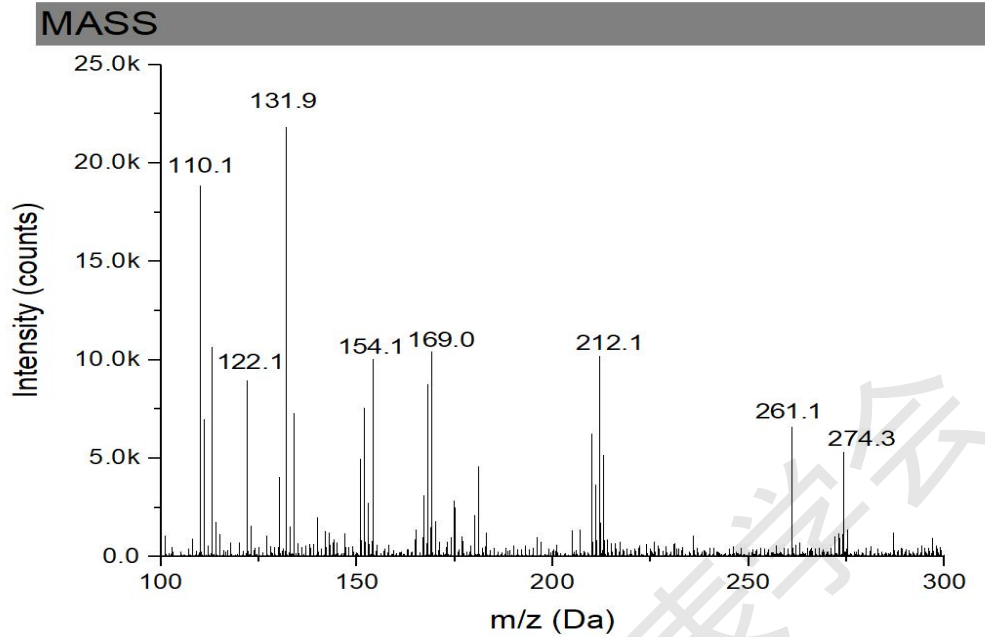
### 5.噻虫嗪直接进样（100ppm）

## MASS



判断 180、210 为碎片离子峰，314 为噻虫嗪加钠峰，355 为噻虫嗪加钠加乙腈峰。

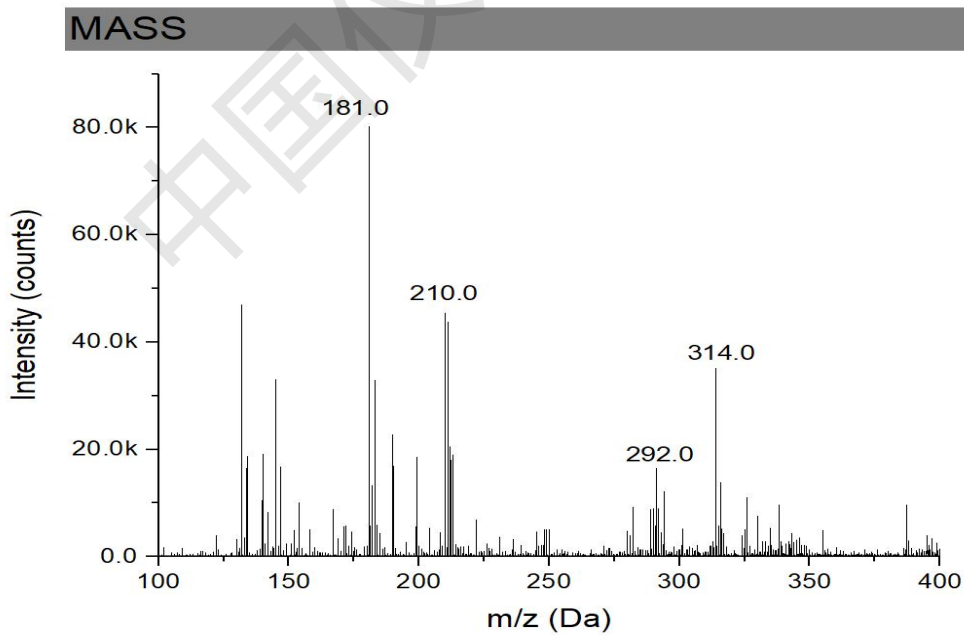
## 2.4 噻虫胺直接进样（100ppm）



131、169 为碎片离子峰，未发现母离子峰，

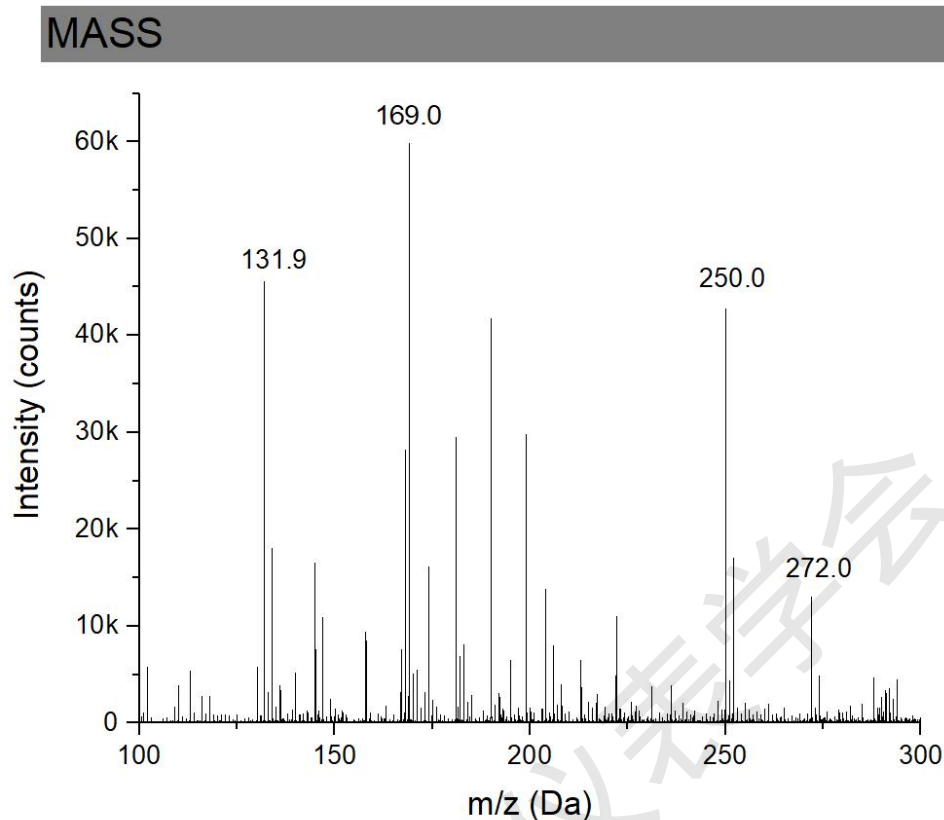
优化质谱方法后对于灵敏度的提升并不明显，下一步计划考察溶剂对灵敏度的影响所使用的溶剂均为乙腈，可能给质子能力较弱，计划使用甲醇或水必要时可添加酸。

## 6. 噻虫嗪直接进样（1ppm 使用 0.1%甲酸的甲醇水溶液配制）



图中 292 为加氢峰，314 为加钠峰。181 和 210 应为碎片离子峰。

## 2.5 噻虫胺直接进样（1ppm 使用 0.1%甲酸的甲醇水溶液配制）



图中 250 为加氢峰，272 为加钠峰，131 和 169 应为碎片离子峰

可以发现使用 0.1%甲酸的甲醇水（4：1）溶液配制样品直接进样灵敏度提升明显，由于对于该实验的意义理解有误，我一直错误的以为是要重现国标的方法，因此一直在考虑使用离子对定量避免在复杂基质下假阳性的可能，但我们的产品并没有隔离离子的能力所以考察碎片会导致母离子灵敏度明显下降，因此下一步计划在 0.1%甲酸的甲醇水（4：1）溶液配制样品的基础上优化质谱方法，提高母离子的相对丰度，进一步提高灵敏度。

### 3 测试结论

测试对象	来源	测试方法	结果	备注
噻虫嗪&噻虫胺	农科院质标所	液质联用/直接进样	样品溶剂考察已经完成， 下一步计划优化质谱条件	