



孙毅民,梁文卫,王蕊,等.超高效液相色谱-串联质谱测定植物源性食品中灭草松残留量[J].黑龙江农业科学,2021(5):70-76.

# 超高效液相色谱-串联质谱测定植物源性食品中灭草松残留量

孙毅民<sup>1</sup>,梁文卫<sup>1</sup>,王蕊<sup>1</sup>,杨长志<sup>2</sup>,姜冰<sup>2</sup>

(1.黑龙江省农业科学院 乡村振兴科学技术研究所,黑龙江 哈尔滨 150028;2.哈尔滨海关技术中心,黑龙江 哈尔滨 150028)

**摘要:**为提高植物源性食品中灭草松残留量检测灵敏度和准确性,本文建立了超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)检测方法,将样品中残留的灭草松用酸性乙腈高速匀浆提取,提取液经强阴离子交换固相萃取柱(MAX)净化,采用 phenomenex Kinetex XB-C<sub>18</sub> (2.0×50 mm,2.6 μm)色谱柱,以0.1% 甲酸水溶液为流动相 A,乙腈为流动相 B,进行梯度洗脱,流速为 0.3 mL·min<sup>-1</sup>,质谱中选择多反应监测模式(MRM)对植物源性食品中灭草松进行检测和确证,基质加标法定量。结果表明:灭草松的浓度在 2~50 ng·mL<sup>-1</sup>时,线性关系良好,灭草松相关系数(r)为 0.999 1。在 0.01~0.20 mg·kg<sup>-1</sup>浓度范围内,样品加标平均回收率范围在 75.6%~109.3%,相对标准偏差为 4.1%~8.4%,检出限为 10 μg·kg<sup>-1</sup>。该方法具有快速、操作简单、灵敏度高等优点,可满足植物源性食品中灭草松的检测要求。

**关键词:**灭草松;超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS);植物源性食品

灭草松(Bentazone, C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S, CAS No 25057-89-0)又名苯达松、排草丹,最早是由 BASF 公司开发研制的一种新型除草剂<sup>[1]</sup>,是一种触杀型具有选择性的苗后除草剂<sup>[2]</sup>,具有高效、安全和杀草谱广等优点,因此被广泛地用来防除大多数禾本科作物,以及许多大粒种子作物中的阔叶杂草。除草剂灭草松自问世以来,在我国得到了广泛应用<sup>[3]</sup>,时间长达 30 多年之久,但不合理施药将直接导致农作物产品中除草剂残留超标,影响食品安全,造成消费者身体伤害。目前,有关灭草松在植物源性食品中最高残留限量(MRL),中国、欧盟、美国、日本及国际食品法典委员会(CAC)等国家和组织都有明确规定。其中,中国的最高残留限量为 0.05~0.20 mg·kg<sup>-1</sup>,欧盟的最高残留限量为 0.03~0.20 mg·kg<sup>-1</sup>,美国的最高残留限量为 0.05~0.25 mg·kg<sup>-1</sup>,日本的最高残留限量为 0.02~0.20 mg·kg<sup>-1</sup>,CAC 的最高残留限量为 0.10~0.20 mg·kg<sup>-1</sup>。尤其在日本政府实行肯定列表制度以来,对植物源性食品中农药残留限量要求越来越严格,极大地影响了我国农

产品的出口贸易。因此,研究一套准确检测植物源性食品中灭草松残留量的分析方法具有重要意义。

国内针对灭草松残留检测所需要的技术手段主要有衍生化-气相色谱法(附 ECD 检测器)<sup>[4-6]</sup>、衍生化-气相色谱-质谱法<sup>[7-9]</sup>、液相色谱法(附紫外检测器)<sup>[10-12]</sup>、液相色谱-串联质谱法<sup>[13-17]</sup>。高效液相色谱法大多只能检测生活饮用水等简单基质,但对于基质复杂的样品检测易受杂质干扰,结果的灵敏度和准确性难以保证,而衍生化-气相色谱法和衍生化气相色谱-质谱法均存在衍生化效率不高、衍生物稳定性较差以及检测时间较长等问题。高效液相色谱-串联质谱检测技术的出现,解决了灭草松在气相色谱上热稳定性差、液相色谱上灵敏度不高等难以检测的问题。本文针对灭草松化合物的性质和植物源性食品的特点,研究和探索了样品前处理检测技术,优化了色谱和质谱的检测参数,建立了一种操作简便、灵敏度高和选择性强的高效液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)检测植物源性食品(大米、玉米、大豆、番茄、菜豆、甘蓝)中灭草松残留量的方法,以期为市场监管部门抽检工作提供技术支持。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

试验于 2019—2020 年在黑龙江大学生命科

收稿日期:2021-01-19

基金项目:黑龙江省自然科学基金联合引导项目(LH2019C062)。

第一作者:孙毅民(1972—),男,硕士,副研究员,从事现代农业、植物保护方面研究。E-mail:symnkyzbs163@163.com。

通信作者:杨长志(1962—),硕士,研究员,从事食品安全与检测研究。E-mail:yangcz621126@163.com。

学学院试验室和哈尔滨市海关技术中心实验室进行,取有代表性的大米、玉米、大豆样品各 500 g,用粉碎机粉碎,每个样品单独混匀。试样均分为两份,装入洁净的容器内,密封并标明标记,常温下保存。

取代表性的番茄、菜豆、甘蓝样品各 500 g,将其可食部分切碎后(不可用水洗),用捣碎机将样品加工成浆状,每个样品单独混匀。试样均分为两份,装入洁净的容器内,密封并标明标记。于-18℃以下冷冻保存。

乙腈、甲醇、甲酸均为色谱纯;盐酸、氢氧化钠为分析纯;灭草松标准品纯度大于等于 99%,德国(Sigma-Aldrich)公司。

Oasis MAX 固相萃取小柱:60 mg,3 mL。

有机微孔滤膜:0.22 μm。

供试仪器与设备为美国 ABI 公司的 Triple QuadTM 5500 System 液相色谱-质谱/质谱联用仪,配有电喷雾离子源(ESI);电子天平(PL303 和 XP205,梅特勒-托利多);离心机(美国 Beckman Allegra);均质器(德国 IKA T25);氮吹仪(N-EVAP 112,美国 Organomation)。

1.2 方法

1.2.1 色谱条件 液相色谱柱:phenomenex Kinetex XB-C<sub>18</sub>(50 mm×2.1 mm,2.6 μm);流动相 A 为 0.1%甲酸水溶液,流动相 B 为乙腈,流动相梯度洗脱程序详见表 1;柱温:40℃;流速:0.30 mL·min<sup>-1</sup>;进样量:5 μL。

表 1 流动相梯度洗脱程序

保留时间/min	0.1%甲酸水溶液(A)/%	乙腈(B)/%
0.00	85	15
4.00	15	85
7.00	15	85
7.01	85	15
10.00	85	15

1.2.2 质谱条件 喷雾离子源(ESI)负离子模式;多反应监测(MRM)模式;离子源温度:500℃;气帘气(CUR):206.85 kPa,氮气;雾化气(GS1):344.75 kPa,氮气;辅助加热气(GS2):55 L·min<sup>-1</sup>;碰撞气(CAD):34.475 kPa,氩气,纯度≥99.999%;离子源喷雾电(IS):-4.5 kV;定性离子对、定量离子对、去簇电压和碰撞气能量详见表 2。

表 2 灭草松的定性离子对、定量离子对、去簇电压和碰撞气能量

化合物	定性离子对/(m/z)	定量离子对/(m/z)	去簇电压/V	碰撞气能量/eV
灭草松	238.9/175.0	238.9/131.9	-55,-55	-26,-40

1.2.3 标准溶液配制 准确称取适量灭草松农药标准品于烧杯中,用乙腈溶解转移并定容至 100 mL 容量瓶中,配制成浓度为 100 μg·mL<sup>-1</sup> 的标准储备溶液,此溶液-18℃下储存,有效期为 1 a。取 2 mL 标准储备溶液至 100 mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度,配制成浓度为 2 μg·mL<sup>-1</sup> 标准中间溶液,4℃下保存,有效期为 180 d。根据工作需要用初始流动相稀释成质量浓度为 0.020,0.04,0.05,0.25 和 0.500 μg·mL<sup>-1</sup> 系统标准工作溶液。准确称取 5.00 g 空白样品各 5 份,按 1.5 方法处理样品,经有机滤膜过滤后,加入标准工作溶液,配制成所需质量浓度基质校准系列工作溶液。

1.2.4 样品提取方法 分别称取大豆、玉米、大米样品 5.00 g 置于 50 mL 离心管中,向其中加入 0.3 mL 1 mol·L<sup>-1</sup> 盐酸溶液和 10 mL 水于旋涡混合器上混合 30 s 后放置 30 min。再加入 20 mL 乙腈,采用均质器高速提取 2 min,然后用 5 000 r·min<sup>-1</sup> 离心机离心 5 min,用移液器将提取液转移至 50 mL 容量瓶中,再用 20 mL 乙腈重复提取 1 次,合并提取液于同 1 个 50 mL 容量瓶中,并用水定容至刻度。用移液管准确移取 10 mL 提取液,用 1 mol·L<sup>-1</sup> 氢氧化钠溶液调节 pH 至 6.0~8.0,待净化备用。

分别称取番茄、菜豆、甘蓝样品 5.00 g 置于 50 mL 离心管中,向其中加入 0.3 mL 1 mol·L<sup>-1</sup> 盐酸溶液和 20 mL 乙腈,采用均质器高速提取 2 min,然后 5 000 r·min<sup>-1</sup> 离心 5 min,用移液器将提取液转移至 50 mL 容量瓶中,再用 20 mL 乙腈重复提取 1 次,合并提取液于同 1 个 50 mL 容量瓶中,用水定容。用移液管准确移取 10 mL 提取液,用 1 mol·L<sup>-1</sup> 氢氧化钠溶液调节 pH 至 6.0~8.0,待净化备用。

1.2.5 样品净化 将 Oasis MAX 固相萃取小柱于固相萃取装置上,依次用 3 mL 甲醇和 3 mL 水活化,然后将上述待净化样液上样,待液面全部降落后再依次用 3 mL 水和 3 mL 甲醇淋洗净化小

柱,弃去流出液。最后用 9 mL 2% 甲酸-甲醇溶液洗脱,收集洗脱液于 15 mL 刻度离心管中,整个过程控制流速在  $1\sim 2\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ,洗脱液在  $45\text{ }^{\circ}\text{C}$  下经氮吹仪吹干后,向其中加入 1.0 mL 初始流动相溶解,过  $0.22\text{ }\mu\text{m}$  滤膜后进行质谱分析测定。

1.2.6 数据分析 采用 Excel 2017 应用软件处理数据及制作图表。

## 2 结果与讨论

### 2.1 提取剂的选择

灭草松属于弱酸性除草剂,根据相似相溶的原理,现有的文献中大多在酸性条件下使用丙酮溶液作为提取溶剂<sup>[11,16]</sup>,或者使用乙腈作为提取溶剂<sup>[18-19]</sup>。为了考察不同样品基质所用溶剂的提取效率,本试验在酸性条件下分别选择乙腈、丙酮和乙酸乙酯作为提取剂进行了加标回收率试验。从提取样液可以看出,丙酮和乙酸乙酯所提取样液中颜色比较深且大豆、玉米样品油脂较多;而采用乙腈提取时,不仅油脂和杂质提取的少而且还可以沉淀部分蛋白质,便于提取液顺利通过固相萃取小柱完成样液净化过程。从图 1 可以看出,乙腈的提取加标收率都大于 80%,明显高于其它两种溶剂的提取效果。因此,样品在提取时选用酸性乙腈效果较为理想。

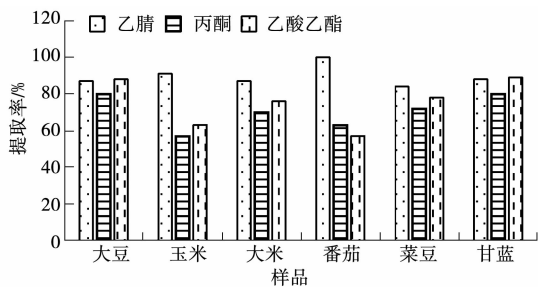


图 1 不同提取溶剂的提取效率

### 2.2 净化方法的选择和固相萃取条件的优化

目前,对于粮谷样品中的灭草松的净化富集主要使用固相萃取(SPE)技术<sup>[20-21]</sup>,加速溶剂萃取法(ASE)<sup>[22]</sup>和凝胶渗透色谱(GPC)<sup>[23]</sup>等净化技术,本研究针对植物源性食品样品的特点,主要考察了 SPE 和 GPC 这两种净化手段,分别采用强阴离子交换固相萃取柱(MAX)、Florisil 柱、Silica 柱、GPC 进行净化效率比较。结果发现,Silica 柱和 Florisil 柱的回收率较差,可能由于化

合物自身极性较强,与正相柱之间形成的键合力较强,不易被洗脱。MAX 柱和 GPC 的净化效果均较好,并且平均加标回收率均在 80% 以上,考虑到 GPC 的溶剂消耗量较大,耗时较长,为了提高分析效率、降低分析成本,所以本试验采用强阴离子交换固相萃取柱(Oasis MAX, $60\text{ mg}\cdot 3\text{ mL}^{-1}$ )作为净化小柱。由于 Oasis MAX 柱属于强阴离子交换固相萃取柱,所以控制上样液的 pH 非常关键,通过查阅文献,得到灭草松的酸度系数  $\text{pK}_a$  值为 3.3,属于弱酸性化合物,其上样液的 pH 必须大于其  $\text{pK}_a$  值两个单位才能保证其完全离子化,因此,本试验确定的上样液的 pH 为  $6.0\sim 8.0$ ,在这种条件下,目标物才能得到完全吸附。通过对 Oasis MAX 柱的淋洗曲线进行考察,发现在上样后及随后依次用 3 mL 水、3 mL 甲醇的淋洗液中均未检出灭草松,由此可见,Oasis MAX 柱对灭草松有较好的保留,最后用 9 mL 2% 甲酸-甲醇溶液即将灭草松完全洗脱下来,且回收率好。获得的洗脱曲线详见图 2,大豆样品净化效果详见图 3 和图 4。

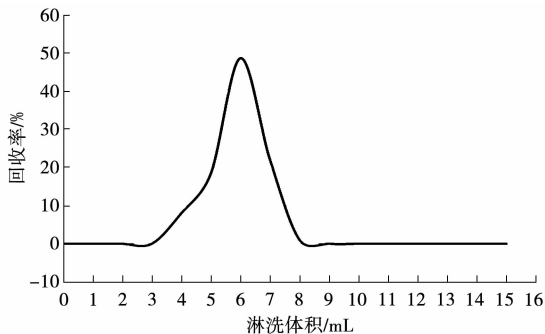


图 2 MAX 柱的淋洗曲线

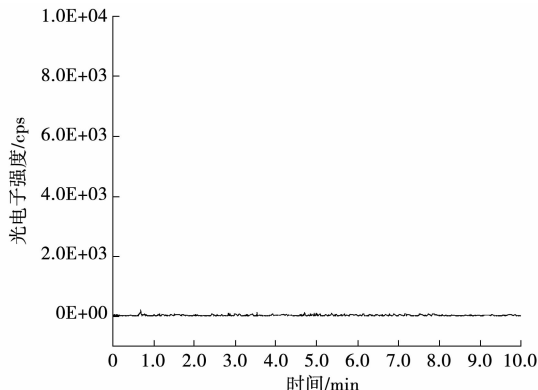


图 3 大豆空白样品色谱图

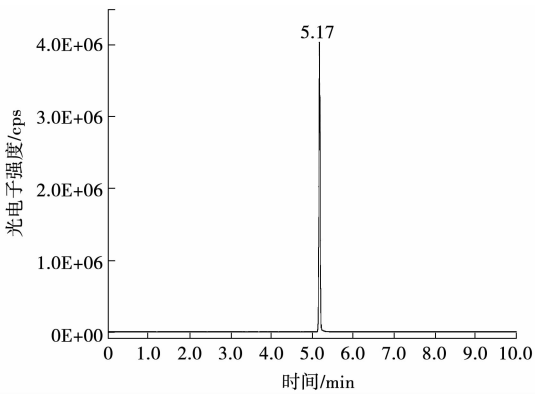


图 4 添加 10  $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$  大豆样品的色谱图

2.3 色谱柱和流动相的选择

据文献报道,分析灭草松残留量大多采用  $\text{C}_{18}$  液相色谱柱<sup>[17-21]</sup>。本方法选用 Phenomenex Kinetex XB- $\text{C}_{18}$  ( $2.0\times 50\text{ mm}$ ,  $2.6\text{ }\mu\text{m}$ )、Phenomenex Synergi Fusion-RP ( $2.0\times 50\text{ mm}$ ,  $2.5\text{ }\mu\text{m}$ )和 Agilent XDB- $\text{C}_{18}$  ( $4.6\text{ mm}\times 50\text{ mm}$ ,  $1.8\text{ }\mu\text{m}$ )液相色谱柱进行试验。结果发现 Phenomenex Kinetex XB- $\text{C}_{18}$  色谱柱无论在分离度和峰形对称,还是在灵敏度上都优于其它两款色谱柱,所以,本方法的液相色谱柱选择了 Phenomenex Kinetex XB- $\text{C}_{18}$ 。在流动相的选择上,主要考察了乙腈- $5\text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$  乙酸铵和乙腈- $0.1\%$  甲酸两款体系,分别进行了分离度和灵敏度方面的试验,结果表明两者在分离度、响应程度上没有太大差别。单从降低基质干扰效果方面上,因为乙腈- $0.1\%$  甲酸体系中含有少量的酸,能够改善色谱的峰形,所以乙腈- $0.1\%$  甲酸体系强于乙腈-乙酸铵

体系,最终确定采用乙腈- $0.1\%$  甲酸体系作为流动相在梯度洗脱模式下对灭草松进行色谱分离,其效果图如图 5 所示。

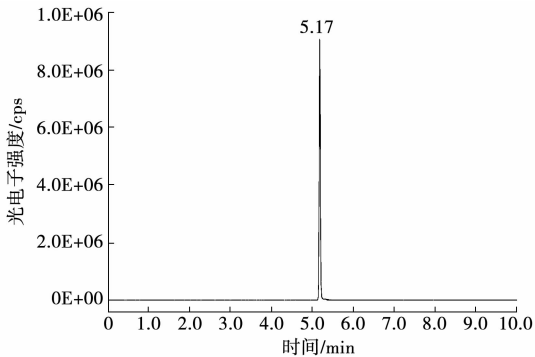


图 5 0.1% 甲酸-乙腈梯度洗脱  $10\text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$  灭草松标准品色谱图

2.4 质谱条件的优化

根据灭草松化合物的性质,在质谱 SCAN 负离子模式下,得到灭草松的特征母离子为 238.9(图6),然后优化其母离子的去簇电压 DP,确定其电离强度最大的去簇电压值,再对母离子进行二次选择性电离,通过优化碰撞能量 CE,  $[\text{M}-\text{H}]^{-}$  离子进入二级质谱后,产生离子质荷比( $m/z$ )分别为 197.0、175.1、146.9、131.8 等碎片离子(图 7),结合样品基质进样分析,再确定其出峰位置。在有基质干扰的情况下,试验中尽量选择基质干扰少、选择性高的两对子离子作为的定量、定性离子,其中  $m/z$  131.8 特征离子结构稳定响应值高,因此将  $m/z$  238.9/131.8 作为定量离子对,  $m/z$  238.9/175.1 作为定性离子。再以 MRM 模式优化各质谱参数,优化后的质谱参数详见表 2。

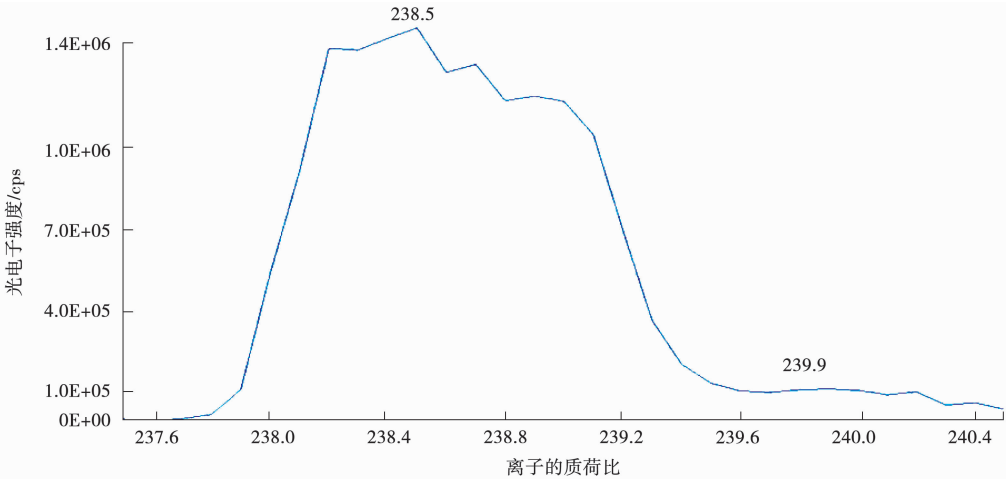


图 6 灭草松母离子质谱扫描图

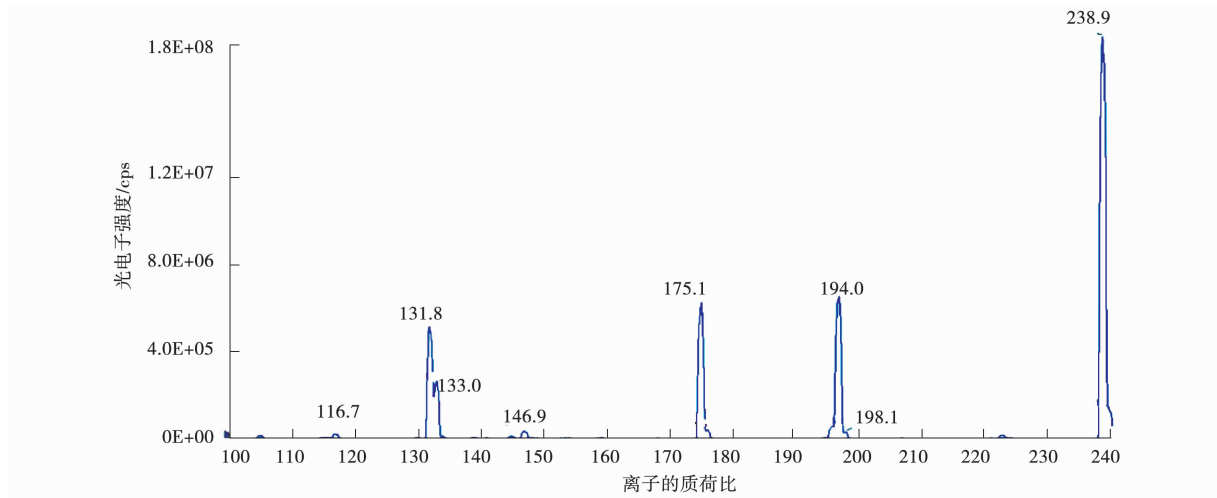


图 7 灭草松子离子质谱扫描图

## 2.5 标准溶液的稳定性

重新配制灭草松标准储备溶液,并稀释成灭草松标准中间溶液,立即检测其浓度。再将上述 2 种溶液分别储存在 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱和 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中(每种溶液、每个条件分成 10 份),保存 390 d,每过 30 d 测定 1 次浓度,计算剩余分析物浓度。结果发现,在储存过程中溶液浓度会出现 5% 以内的波动,可能是仪器本身灵敏度和使用条件的变化导致的,但波动范围在允许范围内,最终本研究选择灭草松标准储备溶液的储存条件为 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱,有效期为 360 d(图 8),灭草松标准中间溶液的储存条件为 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱,有效期为 180 d(图 9)。

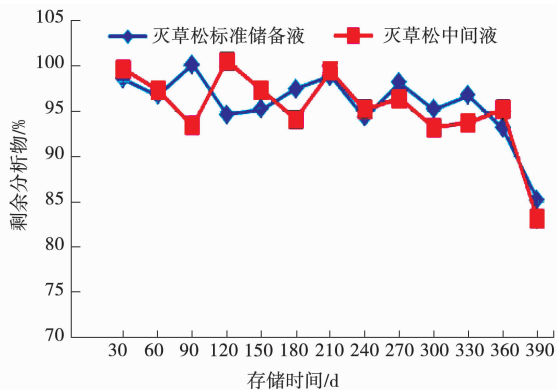


图 8 灭草松标准储备溶液和标准中间溶液储存于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱条件下的稳定性

## 2.6 标准曲线和检出限

按 1.2.3 标准溶液配制要求,将空白基质配制的灭草松校准系列工作溶液,上机分析测定,得到其响应值,以峰面积响应值为纵坐标(A)对标准工作溶液中被测组分的浓度为横坐标(C)作图。其线性范围、线性方程、线性相关系数和检出限详见表 3。由表 3 可知,灭草松在 $2\sim 50\text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 质量浓度范围内线性关系良好,相关系数 $r$ 为 0.999 1,最低检出限 $0.01\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

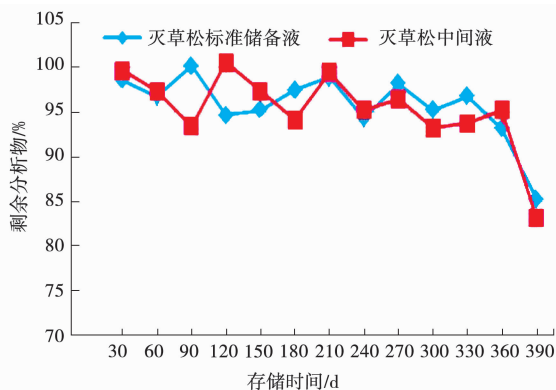


图 9 灭草松标准储备溶液储存于 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱条件下的稳定性

## 2.7 方法的回收率和精密度

本方法分别以空白大豆、玉米、大米、番茄、菜豆和甘蓝为研究对象,采用添加法对检出限、5 倍检出限和 MRL 三个水平进行回收率试验,测定其平均回收率和相对标准偏差(RSD),由表 4 可

知,灭草松在 10~200  $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$  浓度范围内本方法的回收率范围在 75.6%~109.3%,相对标准偏

差(RSD)在 4.1%~8.4%,方法的准确度和精密度均符合方法学要求。

表 3 灭草松的色谱保留时间、回归方程、线性关系及检出限

化合物	保留时间/min	线性范围/( $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	线性方程	相关系数	检出限/( $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
灭草松	5.17	2~50	$A=2.9\times10^5C-2.0\times10^5$	0.9991	10

表 4 样品中灭草松的回收率及精密度(n=10)

样品	添加浓度/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )	回收率 范围/%	相对标准 偏差/%
大豆	10	78.7~87.4	6.1
	50	87.7~92.6	4.6
	200	86.6~96.4	4.3
玉米	10	75.6~81.3	7.5
	50	78.0~88.6	6.8
	200	78.8~109.2	5.9
大米	10	85.4~97.5	5.2
	50	78.1~90.9	6.6
	200	90.9~105.2	5.4
番茄	10	77.1~89.5	4.1
	50	89.2~109.3	6.0
	200	90.8~96.3	4.2
菜豆	10	77.5~84.4	7.3
	50	81.1~89.3	4.9
	200	87.9~101.9	8.4
甘蓝	10	75.8~90.1	6.2
	50	75.7~99.1	4.9
	200	83.8~103.9	4.6

3 结论与讨论

本研究利用超高效液相色谱-串联质谱(UP-LC-MS/MS)测定了植物源性食品(大米、玉米、大豆、番茄、菜豆、甘蓝)中灭草松残留量,灭草松的浓度在 2~50  $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$  时,线性关系良好,灭草松相关系数(r)为 0.999 1。在 0.01~0.20  $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  浓度范围内,样品加标平均回收率范围在 75.6%~109.3%,相对标准偏差为 4.1%~8.4%,检出限为 10  $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

本文采用酸性乙腈提取,经强阴离子交换固相萃取柱净化,建立了超高效液相色谱-串联质谱

(UPLC-MS/MS)检测植物源性食品中灭草松残留量的方法。该方法操作简便、分离效果好、基质覆盖范围广、重复性好且灵敏度高,可满足国内外对植物源性食品中灭草松残留量检测工作的需要。

参考文献:

[1] 黄锡斌. 新除草剂苯达松[J]. 农药工业译丛,1980(5): 53-55,50.

[2] 石晓东,韩步兴,郑德荣,等. 排草丹在大豆中的残留量分析[J]. 农药科学与管理,1986(3): 63-67.

[3] 丁桂珍,李爱国,倪淑梅,等. 48%灭草松水剂防除大豆田阔叶杂草试验初报[J]. 杂草科学,2012(4): 62-64.

[4] 吕云波,杨长志,李湘彬. 气相色谱法测定粮谷中灭草松残留量[J]. 农机化研究,2003(4): 191-192.

[5] 黄诚,薛荣旋. 二氯甲烷萃取气相色谱法测定生活饮用水中的 2,4-滴和灭草松[J]. 环境卫生学杂志,2014(1): 81-84.

[6] 王伟民,盛亚红. 灭草松在小麦和土壤中的残留分析方法[J]. 上海农业学报,2000(S1): 105-107.

[7] 彭敏,刘传生. 固相萃取-柱前衍生-气相色谱-质谱联用法测定水中 2,4-滴和灭草松[J]. 理化检验(化学分册),2009(7):791-793.

[8] 程曼曼. 固相萃取-气相色谱-质谱法测定地表水中的莠去津、灭草松和呋喃丹[J]. 化学分析计量,2019(3): 100-103.

[9] 刘波静. 气质联用色谱法检测粮谷中五种除草剂的残留[J]. 中国粮油学报,2008(1): 185-188.

[10] 劳敏华,欧桂秋. 固相萃取-高效液相色谱法测定水中灭草松、莠去津和 2,4-滴[J]. 净水技术,2012(2): 72-75.

[11] 王点点,石利利,宋宁慧. QuEChERS-高效液相色谱法测定稻田土壤、糙米和秸秆中的灭草松残留[J]. 分析试验室,2012(6):1-5.

[12] 鲁红,窦瑶,梁世强,等. UPLC 法同时测定玉米中不同类型除草剂残留的方法[J]. 安徽农业科学,2012(23): 11656-11658,11663.

[13] 张蓓蓓,赵永刚,周春宏,等. 超高效液相色谱/串联质谱法测定水体中灭草松的含量[J]. 农药,2008(8): 586-

- 587,589.
- [14] 陈砚,滕钟淑,甘凤娟,等.超高效液相色谱/串联质谱分析生活饮用水中莠去津和灭草松[J].中国卫生检验杂志,2008(4):590-592,625.
- [15] 郑和辉,李洁,魏建荣,等.液相色谱串联质谱法直接进样测定水中呋喃丹、草甘膦、灭草松和2,4-滴[J].卫生研究,2009(3):302-303.
- [16] 邵云飞,许峰,段立红,等.UPLC-MS-MS测定水中2,4-滴、呋喃丹和灭草松[J].中国给水排水,2017(10):128-131.
- [17] 倪娜.高效液相色谱/串联质谱法测定蔬菜水果中灭草松、杀铃脲及氟苯脲的含量[J].安徽化工,2017(3):105-107,110.
- [18] 陶波,乔禹欣,陈国峰,等.QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定绿豆和赤小豆中10种农药及其代谢物残留研究[J].东北农业大学学报,2018(11):26-34,41.
- [19] 鲁红,窦瑶,梁世强,等.UPLC法同时测定玉米中不同类型除草剂残留的方法[J].安徽农业科学,2012(23):11656-11658,11663.
- [20] 陈飒,劳敏华,欧桂秋,等.固相萃取-高效液相色谱法测定水中灭草松、莠去津和2,4-D的技术要点[J].环境化学,2012(4):560-562.
- [21] 陈锋,蔡少杰,李庆云,等.高效液相色谱法测定水中酸性除草剂灭草松和2,4-滴[J].分析试验室,2008(S1):286-288.
- [22] 张永兵,杨文武,丁金美,等.快速溶剂萃取固相萃取净化·超高效液相色谱法在土壤农药残留测定中的应用[J].安徽农业科学,2013(33):12870-12871,12873.
- [23] 刘莹,高峰,范斐,等.GPC-LC-MS/MS法测定大米中8种农药残留[J].分析仪器,2017(6):161-163.

## Determination of Bentazone Residues in Plant Origin Foodstuffs by UPLC-MS/MS

SUN Yi-min<sup>1</sup>, LIANG Wen-wei<sup>1</sup>, WANG Rui<sup>1</sup>, YANG Chang-zhi<sup>2</sup>, JIANG Bing<sup>2</sup>

(1. Institute of Rural Revitalization Science and Technology, Heilongjiang Academy of Agricultural Sciences, Harbin 150028, China; 2. Harbin Customs Technology Center, Harbin 150028, China)

**Abstract:** In order to improve the sensitivity and accuracy of the determination of bentazone residues in plant-derived foods, an ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) method was established in this paper. The bentazone residues in the samples were extracted by acid acetonitrile homogenate at high speed, the extract was purified by strong anion exchange solid phase extraction column (MAX), and was purified by Phenomenex Kinetex XB-C18 (2.0×50 mm, 2.6 μm) chromatographic column, with 0.1% formic acid aqueous solution as mobile phase A and acetonitrile as mobile phase B, gradient elution was carried out at a flow rate of 0.3 mL·min<sup>-1</sup>, and multiple reaction monitoring mode (MRM) was selected to detect and confirm bentazone in plant-derived food in mass spectrometry, and the matrix was added for quantification. The results showed that the linear relationship was good when the concentration was 2-50 ng·mL<sup>-1</sup>, and the correlation coefficient (R) was 0.999 1. The average recoveries were in the range of 75.6%-109.3% with the relative standard deviations (RSDs) of 4.1%-8.4% in the concentration range of 0.01-0.20 mg·kg<sup>-1</sup>, and the detection limit was 10 μg·kg<sup>-1</sup>. This method has the advantages of rapid, simple operation and high sensitivity, and can meet the requirements of the determination of metacarpine in plant-derived food.

**Keywords:** bentazone; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS); plant-derived foods

欢迎投稿

欢迎订阅