

## 韭菜中腐霉利的LC-MS/MS解决方案

# Analysis Procymidone in *Allium tuberosum* Rottler ex Spreng by LC-MS/MS

马小锋, 杨总, 刘冰洁, 郭立海

Ma Xiaofeng, Yang Zong, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX应用支持中心, 中国

SCIEX, China

**Keywords:** *Allium tuberosum* Rottler ex Spreng, Procymidone, QuEChERS

俗话说“一月葱，二月韭”，又到了一年一度韭菜大量上市的季节，提到韭菜，不得不提腐霉利，因为近年来关于韭菜中腐霉利超标的报道非常多。腐霉利为低毒性杀菌剂，常用于防治作物的灰霉病。鉴于韭菜是一茬一茬收获的特点，所以韭菜灰霉病的防治常常采用大浓度腐霉利灌根的方式，因此极易造成韭菜中腐霉利的超标，产生毒韭菜。

本实验采用SCIEX ExionLC™ AC系统和QTRAP® 系统（图1）建立了韭菜中腐霉利的LC-MS/MS解决方案，结果显示腐霉利（图2）灵敏度优于国标要求。

本实验方法具有如下特点：

- 本方法中腐霉利定量限浓度为6 µg/kg，完全满足《食品安全国家标准 食品中农药最大残留量的限定》中对腐霉利规定的限量的要求。
- 前处理采用成熟的分散固相萃取(QuEChERS)提取净化包，更省时省力。



图1. SCIEX ExionLC™ AC系统和QTRAP® 系统

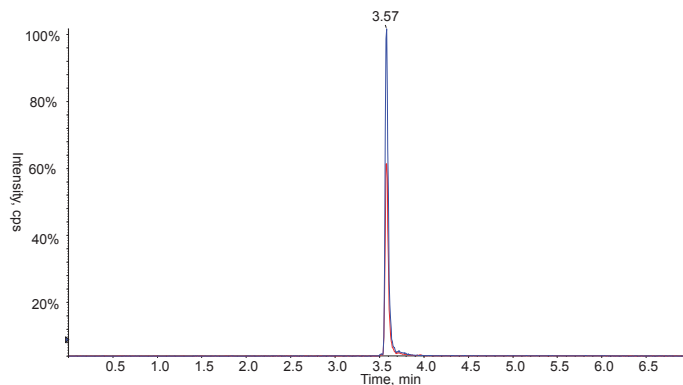


图2. 腐霉利色谱图

## 1. 样品前处理

1.1 称取5.0 g样品（精确至0.01 g）置于50 mL离心管中，用高速组织捣碎机制成匀浆，加入10 mL乙腈，混匀，加入萃取包，迅速旋上瓶盖，振荡涡旋5 min，10000 r/min离心5 min，取上清液1.0 mL，加入到含有C18净化包振荡涡旋5 min，再用含有PC的净化包净化，10000 r/min离心5 min，取上清液，过0.22 µm滤膜，LC-MS/MS进样分析。

## 2. 实验方法

### 2.1 液相方法

液相：SCIEX ExionLC™ AC 系统

色谱柱：Phenomenex Kinetex, F5 (2.6 µm, 2.1 × 50 mm)

流动相：A相：水（含0.1%甲酸） B相：甲醇

流速: 0.4 mL/min

进样量: 2  $\mu$ L

洗脱程序: 梯度洗脱 (表1)

表1. 液相洗脱程序

时间 (分钟)	A相(%)	B相(%)
0.0	90	10
0.5	90	10
3.0	10	90
5.0	10	90
5.1	90	10
7.0	90	10

## 2.2. 质谱方法

离子源: 电喷雾电离 (electrospray ionization, ESI), 正离子模式

离子源参数

气帘气: 30 psi; 源温度: 400 $^{\circ}$ C;

碰撞气: 中; 喷雾气: 55 psi;

辅助加热气: 55 psi

离子对信息 (表2)

表2. 离子对信息表

化合物名称	母离子	子离子	离子名称	去簇电压 (V)	碰撞能量 (V)
腐霉利	284	256.1	Procymidone 1	100	25
	286	258.1	Procymidone 2	100	25

## 3. 实验结果

3.1 腐霉利线性 (图3): 线性良好 ( $r^2 > 0.999$ )。

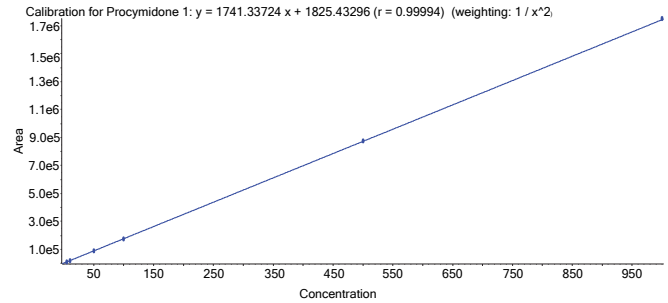


图3. 腐霉利线性

3.3 重复性: 腐霉利在3 ng/ml基质浓度下连续进样6针, 所有化合物RSD为2.05% (图4)。

3/21/2021 5:57:58 PM	Procymidone 1
3/21/2021 5:50:22 PM	Procymidone 1
3/21/2021 5:42:45 PM	Procymidone 1
3/21/2021 5:35:09 PM	Procymidone 1
3/21/2021 5:27:33 PM	Procymidone 1
3/21/2021 5:19:57 PM	Procymidone 1

Sample	Num	Mean	Stand	Percent CV
ix-3...	6 of 6	1.254e4	2.574...	2.05

图4. 腐霉利在浓度为3 ng/ml下重复性

3.4 定量限: 腐霉利定量限浓度为3 ng/ml (图5)。

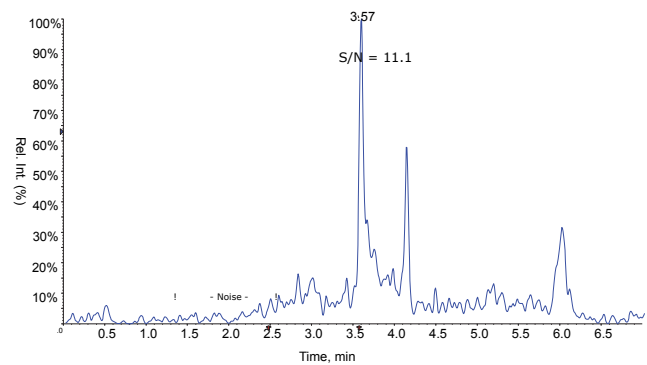


图5. 腐霉利定量限色谱图

Sample Name	Sample Type	Component Name	Calculated Concentration	Accuracy
5 ng/ml	Standard	Procymidone 1	4.95	98.94
10 ng/ml	Standard	Procymidone 1	10.18	101.83
50 ng/ml	Standard	Procymidone 1	49.96	99.93
100 ng/ml	Standard	Procymidone 1	103.47	103.47
500 ng/ml	Standard	Procymidone 1	497.68	99.54
1000 ng/ml	Standard	Procymidone 1	962.90	96.29
add-10 ng/ml	Quality Control	Procymidone 1	9.09	90.93
add-100 ng/ml	Quality Control	Procymidone 1	92.80	92.80
add-1000 ng/ml	Quality Control	Procymidone 1	868.68	86.87

图6. 不同浓度添加下腐霉利回收率

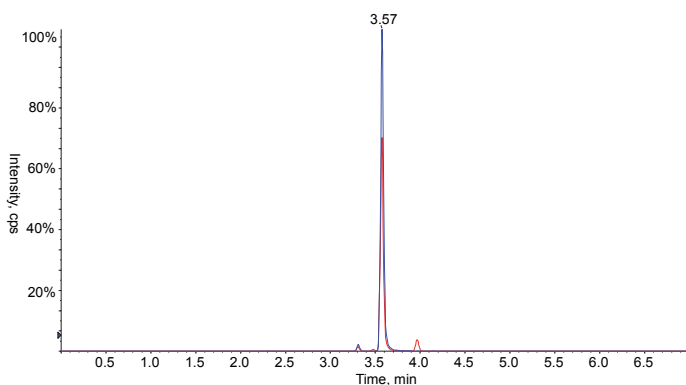


图7. 市场购买韭菜腐霉利色谱图

3.5 回收率：取不含腐霉利的韭菜用上述前处理方法，得到空白基质，用此空白基质配置标曲用于计算韭菜中腐霉利的含量。分别取韭菜空白基质添加10 ng/ml、100 ng/ml、1000 ng/ml用上述前处理方法，计算样品回收率。结果显示在三种浓度下回收率在85%-95%之间（图6），满足检测要求。

## 4. 样品测试

在不同市场上购买韭菜用于腐霉利的测试（图7），结果显示，腐霉利的残留的确不容小觑。

## 5. 总结

从实验结果看，SCIEX ExionLC™ AC系统和QTRAP® 系统稳定，灵敏度高，完全满足《食品安全国家标准 食品中农药最大残留量的限定》中对腐霉利规定的限量的要求。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-13127-ZH-A



### SCIEX中国

北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话：010-5808-1388  
传真：010-5808-1390

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419-7200  
传真：021-2419-7333

广州分公司  
广州市天河区珠江西路15号  
珠江城1907室  
电话：020-8510-0200  
传真：020-3876-0835