

LC-MS/MS快速检测植物源性食品中的10种新烟碱类农药残留

Determination of 10 kinds of Neonicotinoid Pesticide Residues in Foods of Plant Origin by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

Keywords: SCIEX Triple Quad; Foods; Neonicotinoid

引言

新烟碱类农药是一类具有神经活性的杀虫剂, 可与昆虫中枢神经系统中的烟碱乙酰胆碱受体结合, 导致其受体阻断从而起到杀灭虫害的作用。自上世纪 80 年代问世以来, 目前已成为应用最广泛, 市场占有率最高的一类杀虫剂。新烟碱类杀虫剂喷洒时, 可以通过植物根系或茎叶进入其他组织, 并以原药或代谢物的形式存在, 若施用不当或过量使用极易造成瓜果蔬菜的残留超标。我国 GB 2763-2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》规定了相关植物源性食品中新烟碱类农药的最大残留限量, 但其超标的新闻仍然经常被报道。

根据相关法规, 在 SCIEX 液相色谱质谱系统上开发了 10 种新烟碱类杀虫剂农药的检测方法, 该方法具有以下特点:

1. 分析时间短, 15分钟即可完成果蔬基质中10种新烟碱类杀虫剂的检测。
2. 灵敏度高: 复杂基质中新烟碱类农残的检出下限低于国家相关标准。
3. 抗基质干扰: SCIEX Turbo V™离子源具有强大的抗基质干扰能力, 减少仪器的维护频次。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

称取 10g 试样 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 塑料离心管中, 加入 10 mL 乙腈振荡 1 min, 然后加入 QuEChERS 萃取盐及 1 颗陶瓷均质子, 盖上离心管盖, 剧烈震荡 1 min 后离心 5 min。吸取 5 mL 上清液至内含 QuEChERS 吸水盐包于塑料离心管中, 涡旋混匀 1 min, 离心 5 min, 吸取上清液 0.5 mL 加入 0.5 mL 去离子水, 混匀后过微孔滤膜, 用于测定。待上机分析。

色谱方法:

色谱柱: HSS T3, 100Å, 1.8 μm, 2.1 mm × 100 mm

流动相: A: 水 (含 5mmol/L 甲酸铵)

B: 甲醇

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 2 μL

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	5
0.50	0.3000	5
9.00	0.3000	90
12.50	0.3000	90
12.60	0.3000	5
15.00	0.3000	5

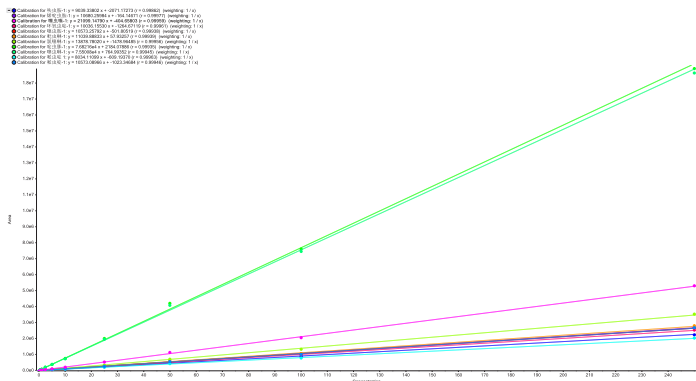


图2 10种新烟碱类杀虫剂基质标的校准曲线

质谱方法:

扫描方式: 正模式 MRM

离子源: ESI

离子源参数:

IS 电压: 5500 V

气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GAS1: 65 psi

辅助加热器 GAS2: 65 psi

源温度 TEM: 600°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表见附表

- 灵敏度考察, 使用蔬菜和水果基质考察灵敏度, 本方法灵敏度可满足GB 2763-2021《食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》及相关风险监控的需求。

表1 10种新烟碱类杀虫剂的检出限值

化合物	实验 检出限值 (mg/kg)	GB2763限量要求mg/kg		风险 监控手册 (mg/kg)
		蔬菜基质	水果基质	
呋虫胺	0.001	0.1	1	0.002
烯啶虫胺	0.0005	0.2	0.5	0.002
噻虫嗪	0.001	0.01	0.01	0.002
噻虫胺	0.001	0.01	0.01	0.002
吡虫啉	0.001	0.1	0.2	0.002
氯噻啉	0.001	0.2	0.2	0.002
啶虫脒	0.0005	0.02	0.2	0.002
噻虫啉	0.0005	0.02	0.2	0.002
啶虫啉	0.001	0.1	0.1	0.002

实验结果

化合物提取离子流色谱图

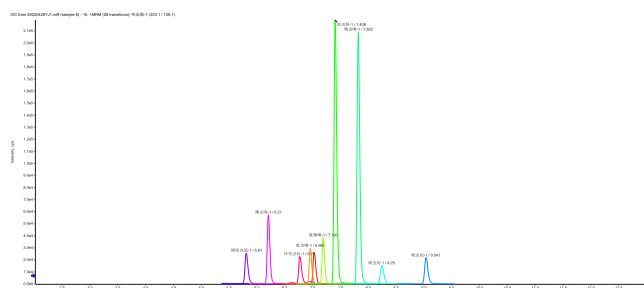


图1 10种新烟碱类杀虫剂的提取离子流色谱图

总结

本实验在 SCIEX Triple Quad™ 系统上, 建立了水果及蔬菜中 10 种新烟碱类杀虫剂的 LC-MS/MS 方法, 方法快速简便, 灵敏度结果显示其检出限值低于相关标准规定, 可满足植物源性食品中新烟碱类杀虫剂农药残留的相关检测需求。

参考文献

- GB 2763-2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》

1. 线性, 回归方程及回归系数

使用空白基质配置 0.5~250 ng/mL 标准测试液, 相关曲线见图 2, 回归系数 $r > 0.998$, 方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

附录： 10种新烟碱类杀虫剂的质谱离子对参数

化合物	Q1	Q3	DP	CE	参考保留时间(min)
呋虫胺	203.1	129.1	53	10	5.28
		157.1		15	5.28
烯啶虫胺	271.1	126	65	31	5.81
		225.1		15	5.81
噻虫嗪	292	211	55	15	6.23
		181.1		28	6.23
环氧虫啶	323.1	126	95	35	6.82
		151.1		28	6.82
噻虫胺	250	169	53	17	7.04
		132		19	7.04
吡虫啉	256.1	209.1	65	19	6.97
		175.1		24	6.97
氯噻啉	262	181.1	58	19	7.2
		122.1		37	7.2
啶虫脒	223.1	126.1	71	25	7.42
		56		17	7.42
噻虫啉	253	126.1	80	25	7.83
		90.1		50	7.83
啶虫啉	367.1	321.2	82	17	8.23 / 9.06
		263.1		20	8.23 / 9.06
		306.1		32	8.23 / 9.06
		137.1		32	8.23 / 9.06

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. 或在英国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-14919-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
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

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
官网：sciex.com.cn

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
官方微信：[SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)