

# 应用SCIEX中国本土化产品Triple Quad™ 6500+ LC-MS/MS系统建立518种农药及其代谢物的快速测定方法

## A rapid analytical method for the simultaneous determination of 518 pesticides and their metabolites was developed utilizing the SCIEX Chinese localized Triple Quad™ 6500+ LC-MS/MS

刘蓉, 张景然, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Liu Rong, Zhang Jingran, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

**Key words:** Pesticides and metabolites; Foods of plant origin; QuEChERS; LC-MS/MS;

### 引言

在农业生产过程中, 为保证农产品的增产增收往往需要大量使用除草剂、杀虫剂等农药, 农药残留一直是受到重点关注的食品安全问题之一。国家卫生健康委员会、农业农村部和国家市场监督管理总局联合发布的《食品安全国家标准 食品中农药最大残留量》(GB 2763-2021), 已于2021年9月3日正式实施, 其增补版《食品安全国家标准 食品中2,4-滴丁酸钠盐等112种农药最大残留

限量》(GB 2763.1-2022)中, 也规定了99种(类)食品中112种农药共290项最大残留限量。

本方法基于SCIEX中国本土化产品Triple Quad™ 6500+ LC-MS/MS系统, 开发了518种农药及其代谢物同时检测的方法。方法中所涉及的农药种类覆盖了中国、欧洲和北美多个地区的食品安全法规测定的要求, 为植物源性食品中的农药残留检测提供了一种简单快速准确的解决方案。

### 实验方法特点

1. 方法快速准确, 一针进样, 正负离子同时采集, 检测518种化合物;

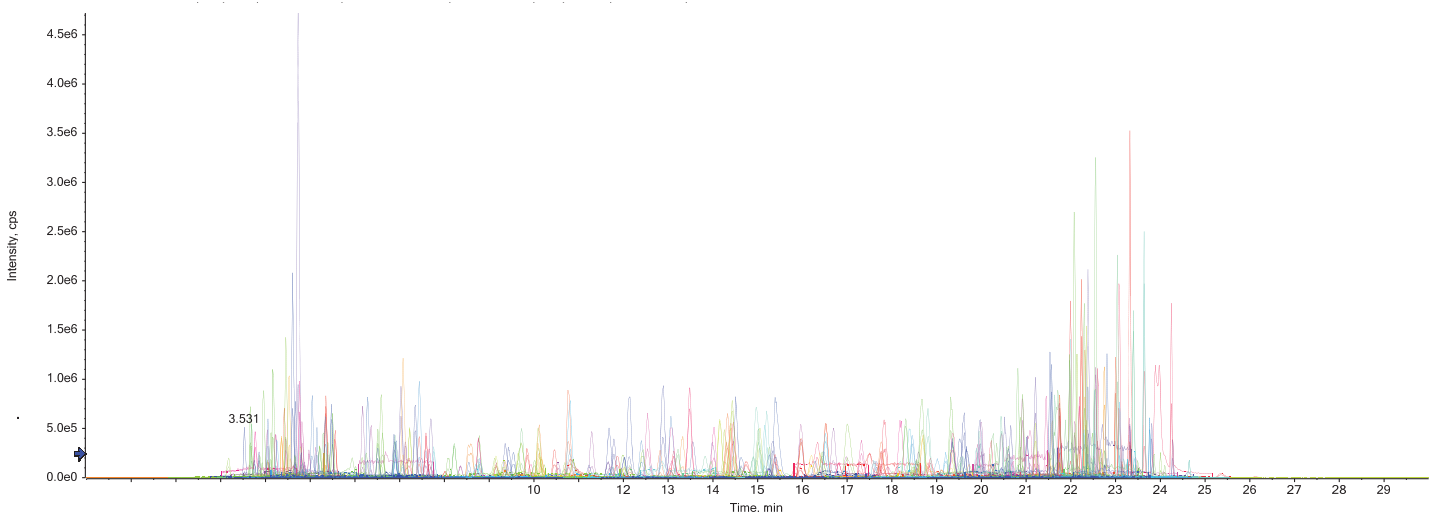


图1. 518种农药及其代谢物MRM (正负模式同时采集) 提取离子流色谱图

- 前处理只需使用简单的有机溶剂提取，无需进一步的样品净化（固相萃取或QuEChERS），操作简单快速，通用性强，同时避免了PSA、石墨化碳等净化材料对部分农药的回收率影响；
- 基于SCIEX中国本土化产品Triple Quad™ 6500+ LC-MS/MS系统的高灵敏度和抗基质干扰能力，可将提取后的样品溶液直接稀释后进样分析，有效降低溶剂效应和基质效应对分析结果的影响，使用溶剂标准溶液即可进行定量分析。
- 方案包含了518种农药及其代谢物的质谱方法和液相方法，免去方法优化的时间，拿来即用，省时省力。

## 仪器设备

液质系统：SCIEX ExionLC AE系统 + SCIEX中国本土化产品Triple Quad™ 6500+ LC-MS/MS系统



## 实验方法

### 前处理方法：

称取2 g试样于50 mL塑料离心管中，加10 mL水涡旋混匀，静置30 min。加入10 mL乙腈、4 g硫酸镁、1 g氯化钠、1 g柠檬酸钠、0.5 g柠檬酸氢二钠，盖上离心管盖，剧烈震荡1 min后4200 r/min离心5 min。吸取上清液过微孔滤膜，用于测定。

### 液相方法：

色谱柱：C18（2.1 × 100 mm, 1.8 μm, 100 Å）

流动相：A相为水（含2 mM甲酸铵和0.01%甲酸），B相为甲醇（含2 mM甲酸铵和0.01%甲酸）。流动相梯度条件见表1；

流速：0.3 mL/min

柱温：40 °C

表1. 流动相梯度条件

Time ( min )	A%	B%
0	97	3
1	97	3
1.5	85	15
2.5	50	50
18	30	70
23	2	98
27	2	98
27.1	97	3
30	97	3

### 质谱方法：

扫描方式：多反应监测（MRM）

离子源：ESI+/ESI-源

喷雾电压IS: 5500 V/-4500 V      源温度 TEM: 350 °C

气帘气 CUR: 35 psi      碰撞气 CAD: Medium

雾化气 GS1: 50 psi      辅助气 GS2: 50 psi

## 结果与讨论

### 灵敏度和准确性

为了验证SCIEX中国本土化产品Triple Quad™ 6500+ LC-MS/MS系统对于农药残留检测的灵敏度，测定了大量农药的溶剂标准曲线。结果表明，绝大多数化合物线性范围在0.001-10 ng/mL内，个别化合物线性范围在0.1-10 ng/mL；相关系数r均大于0.995，线性关系良好，每个浓度点的准确度均在可接受的范围内。

因为不同化合物的定量限（S/N=10）情况有所差异，大部分化合物的线性范围可以向下扩展，代表化合物的线性范围、相关系数、准确度和离子丰度比情况详见图2。

### 基质效应

本文中基质效应的计算方法：首先测得某个浓度的溶剂配制的标准溶液，峰面积记为A，其次测得使用空白基质净化液配制的相同浓度的基质标准溶液，峰面积记为B，基质效应% = (B/A) %。本文选择植物源性食品中基质成分复杂的绿茶进行基质效应的考察，分别对比了提取液不净化、QuEChERS净化，提取液10

倍稀释和提取液20倍稀释4种处理方式的基质效应差异，结果详见图3和图4。

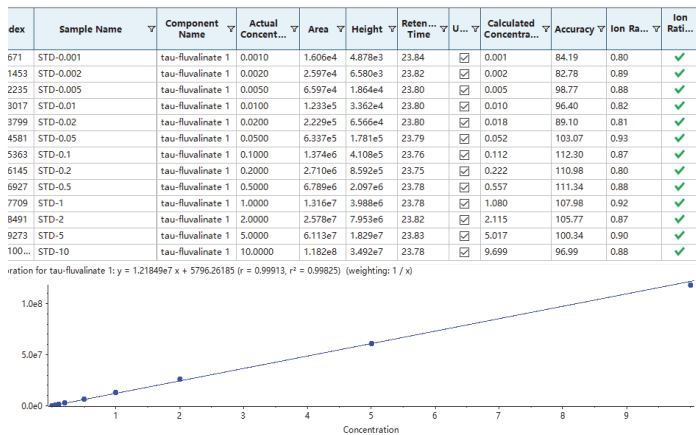


图2. 氟虫苯甲酰胺标准曲线结果（上图：线性范围在0.001-10 ng/mL时，各浓度点的准确度和离子丰度比情况；下图：线性方程及相关系数）

结果表明，将提取液稀释20倍后，可以消除大部分农药的基质效应，采用溶剂标准曲线即可对样品进行定量分析。

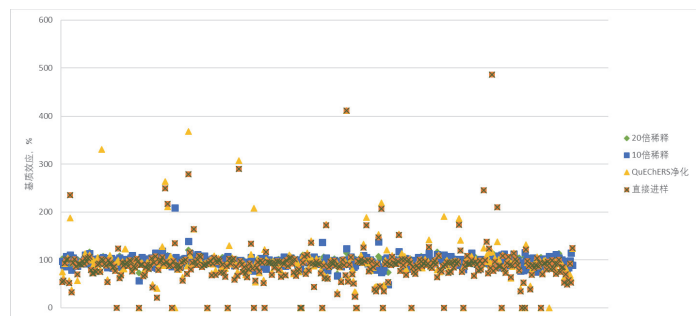


图3. 518种农药及其代谢物基质效应考察整体情况

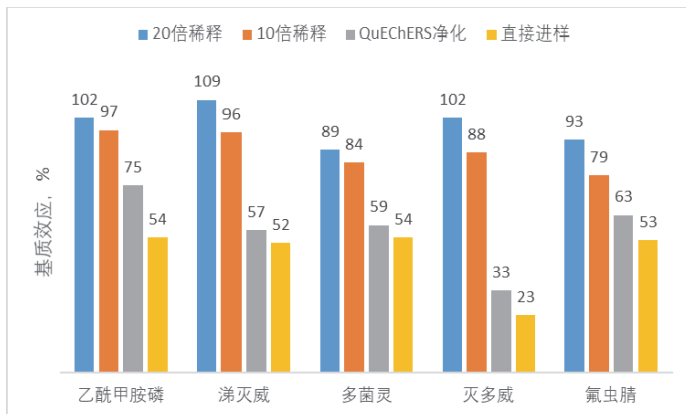


图4. 5种常见农药基质效应考察情况

## 总结

本文使用SCIEX中国本土化产品Triple Quad™ 6500+ LC-MS/MS系统建立了518种农药及其代谢物的快速检测方案。该方案样品前处理方法简单快速，易操作，只需使用简单的有机溶剂提取即可，避免了净化材料对目标物的影响，在提高工作效率的同时节省成本，也体现了SCIEX Triple Quad™系统抗基质干扰能力强的特点。采用正负模式切换同时测定，一针进样即可完成518种化合物的检测，方法灵敏度高，准确性好，完全满足日常检测的要求。

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. 或在美利坚和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-33467-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: 021-2419-7201  
传真: 021-2419-7333  
官网: [sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州办公室  
广州国际生物岛星岛环北路1号  
B2栋501、502单元  
电话: 020-8842-4017

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