

# 高通量 24 孔净化板法对玉米粉中多种农药残留的 UPLC-MS-MS 测定

QuEChERS 法是一类快速、简便、经济、高效、耐用和安全的样品前处理方法，其已广泛应用于植物源性食品中农残项目的检测中。由于实际检测过程中常常会遇到样品量大、检测项目众多、实验操作中偶然误差导致的检测数据不稳定等问题，如何有效解决这些难题，是提高我们检测效率和数据结果稳定性的关键。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的 24 孔农残净化板，实现了农残项目的快速、高通量检测；搭配 24 孔正压装置和进样瓶托盘使用，净化完成后，无需使用针式过滤器再次过滤，进样瓶拧紧后，即可上机检测。本文建立了 24 孔农残净化板法检测玉米粉中 26 种农药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（1 ng/g 和 5 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-120 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %；测试对比后，其与传统 QuEChERS 法的回收率和净化效果相当。本方法操作简便快捷，与传统 QuEChERS 法相比具有检测效率高和数据结果稳定性好的优势，能够作为玉米粉中多种农药残留的参考方法。

本方法适用 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱 - 质谱联用法》。

## 一、样品前处理

### 1.1 样品提取

1) 将样品粉碎均匀，称取 5.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加 15 mL 乙腈（1% 乙酸）涡旋混匀 5 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat: COQ050020H），剧烈振摇 1 min，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

### 1.2 样品净化

1) 将 24 孔农残净化板（Cat: NC24003）放置在专用进样瓶托盘（Cat: NC24DZ）上，再向净化板孔中加入 2 mL 样品提取液。  
2) 将 24 孔农残净化板和进样瓶托盘放置在 24 孔正压提取装置（Cat: BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。  
3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至进样瓶中。  
4) 无需再次过滤，进样瓶拧紧上盖后，即可上机分析。

注：本文中传统 QuEChERS 法是指《GB 23200.121-2021》中对应的样品处理方法。

## 二、仪器条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)  
色谱柱：Commasil®BEH T-C18 (100\*2.1mm, 3μm)  
流动相：A: 水 (0.1% 甲酸) B: 甲醇

流速：0.4 mL/min

进样量：5 μL

柱温：30℃

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	98	2
1.00	95	5
4.00	70	30
8.00	30	70
9.00	30	70
10.00	2	98
13.50	2	98
14.00	98	2
15.00	98	2

## 质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500V

鞘气压力：40 Arb

辅气压力：1 Arb

离子传输管：380℃

雾化温度：350℃

## 三、实验结果

表 2 多种禁用农残加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	检测样品			
		玉米粉			
		24 孔净化板 (n=8)		传统 QuEChERS 法 (n=8)	
		平均回收率 R/%	CV/%	平均回收率 R/%	CV/%
噻虫胺	1	94.3	1.10	101	2.84
	5	98.9	1.62	98.2	3.32
吡啶啉酯	1	98.7	1.60	86.0	4.28
	5	93.2	3.89	82.6	3.87
噻虫嗪	1	85.2	7.51	84.7	8.65
	5	106	8.87	97.1	6.67
辛硫磷	1	103	2.36	74.7	3.68
	5	92.4	3.60	78.5	15.1
啶虫脒	1	75.7	6.48	87.5	5.77
	5	105	4.76	101	4.12
烯酰吗啉	1	95.4	6.69	54.7	7.02
	5	98.4	3.58	78.5	4.46
多菌灵	1	78.2	9.85	70.5	11.5
	5	93.9	5.36	98.2	12.4
氟硅唑	1	98.2	5.84	88.2	10.7
	5	95.0	2.68	97.1	4.11

氯吡脞	1	88.6	4.62	90.1	7.11
	5	103	3.53	103	1.47
咪鲜胺	1	99.6	5.20	66.0	16.3
	5	83.9	5.90	81.6	5.80
甲基硫菌灵	1	112	3.04	124	4.93
	5	117	1.45	128	2.27
啉菌酯	1	99.6	4.97	100	6.15
	5	95.1	6.26	94.8	7.29
唑虫酰胺	1	68.5	8.76	70.4	11.2
	5	92.5	1.66	77.1	16.5
涕灭威	1	67.1	8.69	79.8	13.4
	5	100	6.70	102	8.84
涕灭威砒	1	103	2.13	99.5	6.79
	5	115	3.02	105	5.35
氟虫腈砒	1	98.1	4.61	103	16.1
	5	99.8	2.10	97.9	6.49
氟虫腈硫化物	1	72.5	6.41	63.2	16.3
	5	98.5	3.85	84.7	7.50
氟甲腈	1	87.9	3.28	121	7.13
	5	99.9	1.75	97.1	6.34
氟虫腈	1	99.1	3.02	80.6	10.5
	5	106	1.75	98.4	11.1
克百威	1	80.4	9.92	75.7	7.98
	5	102	3.25	96.8	2.57
3-羟基吡喃丹	1	93.1	7.44	82.5	16.9
	5	97.8	4.93	103	2.65
吡虫啉	1	87.7	9.91	56.5	15.1
	5	80.1	7.73	88.8	14.8
炔螨特	1	85.3	9.72	50.5	14.7
	5	88.4	5.02	61.5	15.6
唑螨酯	1	68.9	6.05	51.6	17.1
	5	87.6	3.61	77.2	4.75
咪鲜胺-脱氨基咪唑	1	114	3.12	98.7	4.45
	5	98.2	9.85	84.3	9.01
咪鲜胺-脱咪唑甲酰氨基	1	105	3.30	107	2.10
	5	92.6	3.36	98.4	1.49

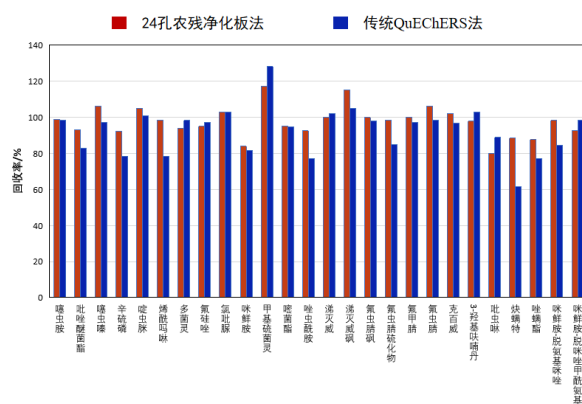


图1 玉米粉中多农残项目24孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

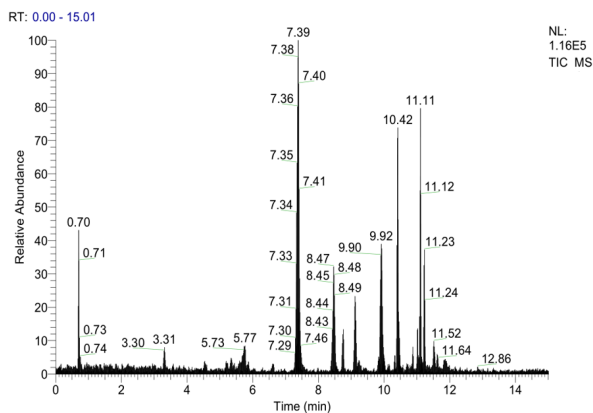
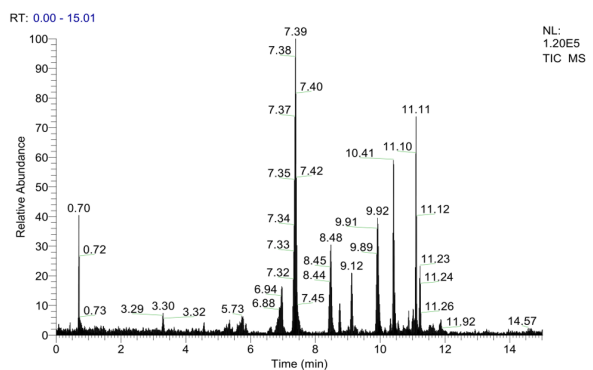


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)  
 (①传统 QuEChERS 法 - 净化处理 ② 24孔农残净化板法 - 净化处理)

订购信息

货号	描述	规格
NC24001	Copure® 24孔农残净化板 (适用深色素的蔬菜、水果和食用菌)	1块 / 盒
NC24002	Copure® 24孔农残净化板 (适用浅色素的蔬菜、水果和食用菌)	1块 / 盒
NC24003	Copure® 24孔农残净化板 (适用谷物、油料和坚果)	1块 / 盒
NC24004	Copure® 24孔农残净化板 (适用茶叶和香料)	1块 / 盒
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1台 / 箱
NC24DZ	24孔进样瓶托盘	1台 / 箱
BCY2402	24孔正压提取装置	1台 / 箱
BCN2403	24孔智能氮吹仪, 平底板	1台 / 箱