

# 高通量 24 孔净化板法对白菜中多种农药残留的 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，进样瓶拧盖后，即可上机检测。本文建立了 24 孔净化板法检测白菜中 23 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，能够作为白菜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) 将样品切碎后，用样品粉碎机粉碎均匀，称取 10.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加 10 mL 乙腈涡旋混匀 5 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat: COQ050010H），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: NC24002）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 °C

雾化温度：350 °C

## 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			
		白菜			
		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	67.8	9.78	69.2	14.8
	5	106	8.41	102	4.52
吡啶啉酯	1	98.9	9.40	99.8	16.5
	5	93.4	2.28	84.7	6.89
辛硫磷	1	75.1	9.76	59.8	15.5
	5	85.1	5.91	68.4	9.46
啉虫脒	1	94.5	9.43	74.3	15.8
	5	100	8.46	94.9	10.5
多菌灵	1	65.4	8.22	56.6	14.1
	5	86.4	5.63	85.8	4.36
氟硅唑	1	78.5	8.15	76.3	7.65
	5	101	7.56	89.6	7.81
氯吡啶	1	75.8	7.61	82.6	10.6
	5	108	2.42	105	4.92

咪鲜胺	1	106	9.16	105	15.5
	5	112	6.49	113	3.65
啉菌酯	1	99.6	9.41	119	5.09
	5	108	8.11	108	4.16
唑虫酰胺	1	94.1	9.76	55.0	12.9
	5	87.8	1.87	77.1	15.7
涕灭威	1	93.8	9.77	96.7	12.3
	5	94.4	6.05	106	6.13
涕灭威砒	1	82.5	7.85	86.5	11.3
	5	107	7.28	93.7	10.6
氟虫腈砒	1	90.1	9.80	102	12.6
	5	116	5.68	105	9.36
氟虫腈硫化物	1	99.6	9.69	103	12.3
	5	104	9.64	98.2	7.47
氟甲腈	1	98.2	9.11	108	18.1
	5	105	2.40	103	4.29
氟虫腈	1	114	9.51	101	11.2
	5	106	9.85	95.9	6.35
克百威	1	96.7	6.18	97.5	6.67
	5	106	3.27	102	2.53
3- 羟基咪喃丹	1	106	7.17	101	7.78
	5	89.9	4.32	90.0	4.69
吡虫啉	1	96.1	9.13	75.0	7.41
	5	78.2	8.49	92.7	4.22
炔螨特	1	82.3	9.18	53.1	18.1
	5	78.6	4.39	54.1	16.5
唑螨酯	1	78.5	9.91	64.1	6.05
	5	101	4.28	94.5	1.67
咪鲜胺-脱氨基咪唑	1	98.6	9.85	86.1	15.1
	5	101	6.86	104	4.86
咪鲜胺-脱咪唑甲酰氨基	1	96.4	9.65	102	15.3
	5	102	4.19	98.5	9.87

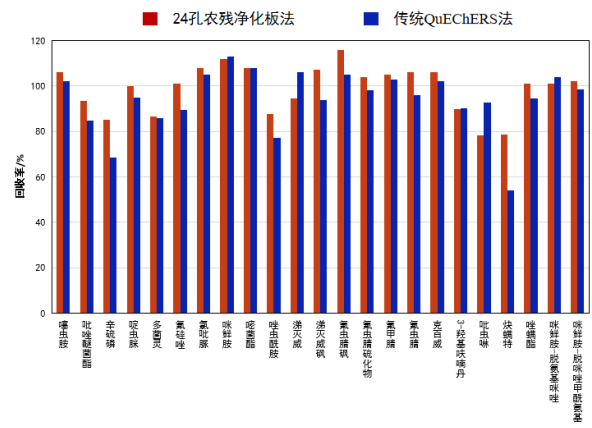


图1 白菜中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

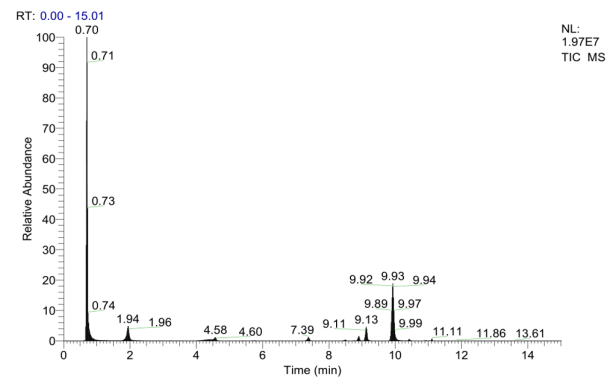
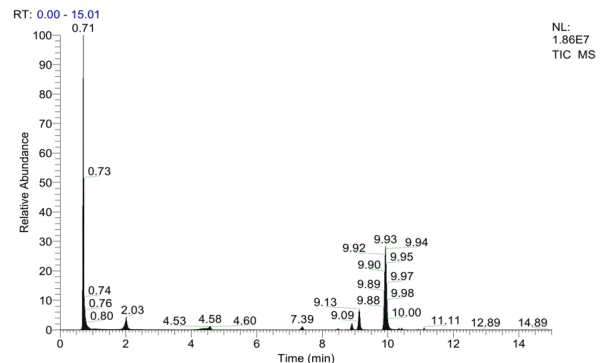


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)  
(①传统 QuEChERS 法·净化处理 ② 24 孔农残净化板法·净化处理)

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 (适用茶叶和香辛料)	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