

高通量 24 孔净化板法对茶叶中多种农药残留的 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茶叶中 25 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 50-120 % 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，能够作为茶叶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 2.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min；再加 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: NC24004）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：Comasil®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			
		茶叶			
		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	----	----	----	----
	5	60.1	6.27	49.2	2.41
吡啶醚菌酯	1	82.8	8.47	93.7	11.5
	5	73.1	9.88	84.4	5.22
噻虫嗪	1	110	9.15	111	14.1
	5	109	8.25	93.0	13.5
辛硫磷	1	93.3	1.44	88.4	12.4
	5	83.6	5.58	85.9	2.72
啶虫脒	1	81.3	6.75	82.4	14.6
	5	98.1	9.64	85.8	12.3
烯酰吗啉	1	86.3	9.22	86.8	10.4
	5	104	4.36	101	4.97
多菌灵	1	74.6	8.35	76.1	7.16
	5	85.1	9.75	79.4	8.84
氟硅唑	1	89.2	7.48	86.1	4.45
	5	104	3.89	103	1.51

氯吡啶	1	----	----	----	----
	5	61.0	9.95	50.2	2.02
咪鲜胺	1	82.6	4.77	85.5	13.1
	5	76.1	5.61	76.9	4.18
甲基硫菌灵	1	65.3	8.75	65.2	8.34
	5	76.5	9.49	77.1	5.41
啉菌酯	1	98.5	9.11	87.2	11.9
	5	88.4	8.61	87.1	8.13
唑虫酰胺	1	80.1	9.72	86.4	6.65
	5	85.1	7.41	78.5	7.13
涕灭威	1	95.9	9.91	96.1	11.2
	5	102	7.56	95.3	3.57
氟虫腈	1	107	8.83	92.3	12.3
	5	113	9.24	112	2.49
氟虫腈硫化物	1	117	7.34	122	11.8
	5	101	5.35	107	8.28
氟甲腈	1	96.9	9.85	103	10.7
	5	93.2	8.75	97.3	3.71
氟虫腈	1	114	9.17	116	6.00
	5	90.1	8.86	93.3	3.21
克百威	1	64.5	8.75	57.5	12.8
	5	89.2	8.22	84.3	3.63
3-羟基咪啉丹	1	64.8	6.00	52.1	13.7
	5	61.1	9.59	51.1	11.5
吡虫啉	1	90.4	7.65	85.6	7.65
	5	113	8.96	96.7	11.1
炔螨特	1	72.9	9.37	51.3	10.8
	5	80.1	6.67	56.1	13.6
唑螨酯	1	----	----	----	----
	5	51.8	9.69	51.9	3.64
咪鲜胺-脱氨基咪唑	1	96.6	9.52	105	7.89
	5	92.1	3.77	91.9	7.27
咪鲜胺-脱咪唑甲酰氨基	1	82.1	8.92	76.7	7.14
	5	91.2	6.94	96.7	5.01

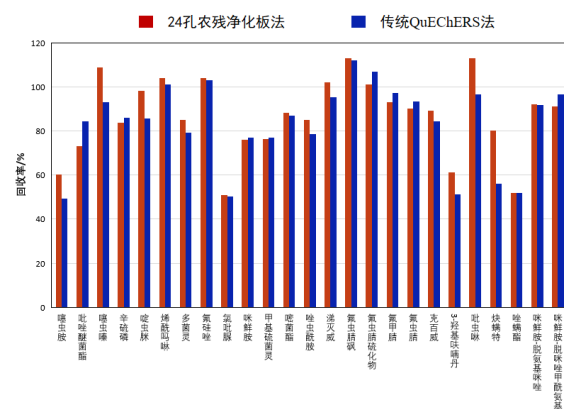


图1 茶叶中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

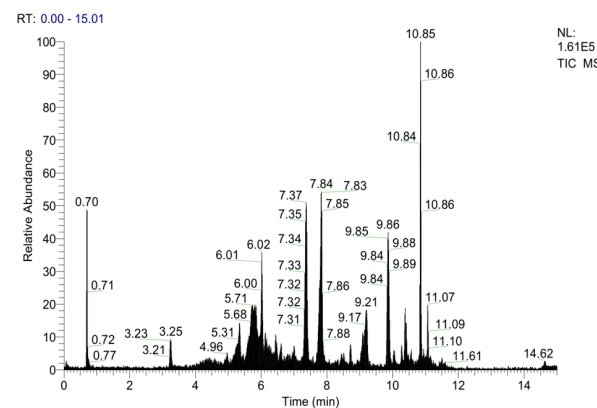
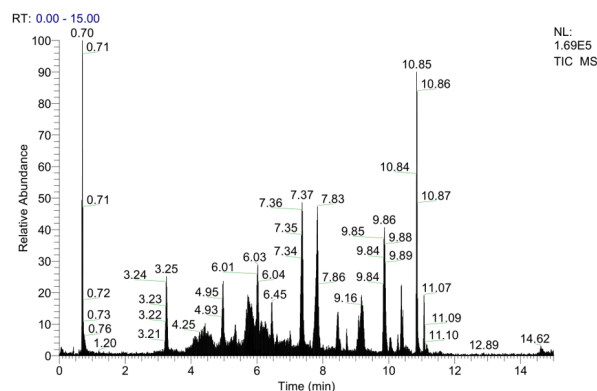


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
①传统 QuEChERS 法-净化处理 ② 24 孔农残净化板法-净化处理

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