

高通量 24 孔净化板法对草莓中 28 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，进样瓶拧盖后，即可上机检测。本文建立了 24 孔农残净化板法检测草莓和油麦菜中 28 种农药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法 (5 ng/g 和 10 ng/g) 两个水平的加标回收率均在 60-110 % 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，能够作为草莓和油麦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：0.3 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
2.00	95	5
8.00	70	30
16.50	30	70
17.50	30	70
19.00	2	98
21.00	2	98
21.50	98	2
22.00	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)	草莓			
		24 孔农残净化板 (n=8)		传统 QuEChERS 法 (n=8)	
		平均回收率 R/%	CV/%	平均回收率 R/%	CV/%
甲胺磷	5	91.3	5.74	95.1	8.68
	10	92.5	5.93	91.3	8.96
久效磷	5	95.5	6.35	97.7	9.63
	10	95.1	6.21	99.1	9.51
磷胺	5	94.4	5.15	95.5	9.48
	10	95.2	5.59	99.5	9.46
苯线磷	5	96.2	9.16	95.2	9.27
	10	92.5	9.05	91.5	9.22
苯线磷砒	5	95.3	8.94	92.5	11.6
	10	99.1	8.83	93.1	10.5
苯线磷亚砒	5	94.2	8.72	95.1	12.5
	10	95.2	8.61	95.0	12.5
地虫硫磷	5	94.3	8.74	96.3	11.8
	10	90.3	8.93	90.3	9.96
硫线磷	5	95.7	9.12	94.7	10.8
	10	90.1	9.31	91.1	11.7
蝇毒磷	5	95.6	9.50	92.1	12.8
	10	95.0	9.69	91.5	11.4
治螟磷	5	93.1	9.88	94.1	9.58
	10	95.1	9.27	95.1	9.43
特丁硫磷	5	96.2	9.16	96.2	9.67
	10	97.5	9.05	92.5	9.25

特丁硫磷砒	5	95.3	8.94	94.3	10.6
	10	97.1	8.83	93.1	11.1
氯磺隆	5	64.3	8.74	61.3	9.68
	10	60.3	8.93	62.3	8.96
甲磺隆	5	64.7	9.12	64.5	9.63
	10	60.1	9.31	65.1	9.51
甲拌磷	5	95.6	9.50	94.5	12.5
	10	94.5	9.69	99.5	11.9
甲拌磷砒	5	93.1	9.88	94.1	11.5
	10	91.1	9.27	95.1	12.3
甲拌磷亚砒	5	96.2	6.16	95.1	10.7
	10	92.5	6.05	92.5	11.2
甲基异柳磷	5	95.3	4.94	91.3	9.66
	10	99.1	4.83	93.1	9.81
内吸磷	5	94.0	5.72	92.0	11.5
	10	91.5	5.61	95.0	12.0
克百威	5	92.3	7.74	91.3	12.8
	10	91.3	7.93	92.3	11.6
3-羟基克百威	5	92.7	6.12	91.7	9.23
	10	94.1	7.31	95.1	9.31
涕灭威	5	92.6	6.50	96.1	12.8
	10	95.5	7.69	99.5	11.6
涕灭威砒	5	73.1	8.08	69.2	12.5
	10	70.1	9.27	68.1	10.3
涕灭威亚砒	5	94.2	7.16	96.2	9.27
	10	92.5	7.05	90.5	9.52
灭线磷	5	99.3	8.94	94.3	9.26
	10	99.1	8.83	93.5	9.51
氯唑磷	5	94.0	8.72	95.4	9.65
	10	91.2	8.61	91.0	9.50
水胺硫磷	5	93.5	7.05	92.5	9.72
	10	94.3	6.94	94.3	9.76
硫环磷	5	99.1	6.83	93.1	11.1
	10	94.1	6.72	94.0	12.5

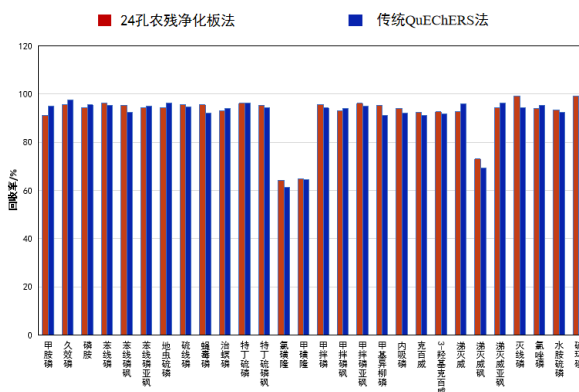


图2 草莓中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

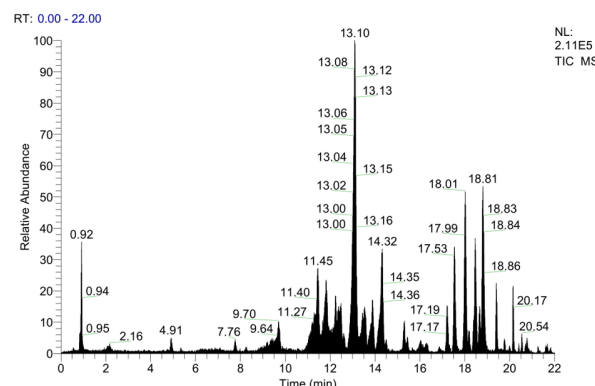
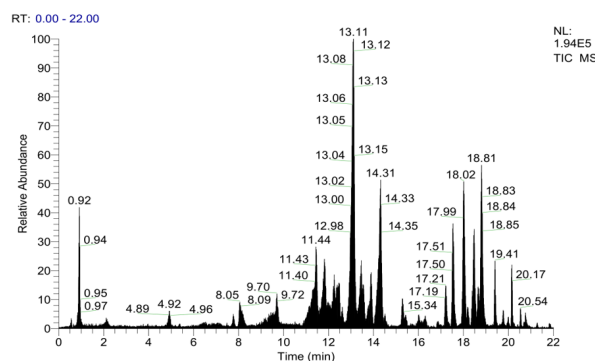


图3 不同净化方法处理草莓样品的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
 (①传统 QuEChERS 法 - 净化处理 ② 24 孔农残净化板法 - 净化处理)

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