

使用 LCMS-8050RX 分析糙米中的农药残留——在线净化法与 QuEChERS 法的比较——

01-00744-CN

Yayoi Ichiki 和 Manami Kobayashi

特点描述

- ◆ 将 QuEChERS 提取过程与在线净化柱相结合，可实现快速、简便的样品制备。
- ◆ LCMS-8050RX 能够实现良好回收率和高重现性分析。

■ 引言

随着受监管农药数量的增加，需要更有效的方法来同时分析食品中的残留农药。

QuEChERS 法是一种广泛应用于农药残留分析的预处理方法，其操作步骤包括：使用乙腈、盐或缓冲液进行提取和使用分散固相萃取 (dSPE) 进行净化。该方法无需特殊设备即可高效地提取和净化农药，但存在数据易受人操作误差影响和处理过程耗时较长的问题。

在线样品制备柱 (Revive ILSP)¹⁾ (RESTEK Co.) 是一种预处理柱，其可接入 LC 流路中，用于对基质干扰成分进行在线净化，使得样品制备过程更快、更简便，从而减少耗材使用，降低分析成本。

本文使用 LCMS-8050RX 分析比较了 Revive ILSP 柱与 dSPE 的净化效率差异。

■ LCMS-8050RX

本次分析所使用的 LCMS-8050RX 系统 (图 1) 配备了新开发的雾化器喷嘴——CoreSpray。该雾化器喷嘴改善了气流均匀性，能够实现更稳定一致的样品离子化流程。



图 1 LCMS-8050RX 和 CoreSpray

■ 样品制备

本次分析使用的样品为市售糙米，标准品选择：农药混合标准溶液 54、58、74、75 和 78 (Kanto Chemical Co., Inc.)。样品制备过程如图 2 所示。

样品糙米的提取过程中使用了 Q-sep QuEChERS 提取盐试剂盒 (AOAC 方法, RESTEK Co.)。具体操作如下：将 1.0 g 磨碎的糙米和 1 mL 水放入 50 mL 试管中。静置 15 分钟后，加入 15 mL 含 1% 乙酸的乙腈，然后摇晃试管混匀样品。随后，加入 QuEChERS 提取盐试剂并混合均匀。对试管进行离心处理，收集上清液。

为了比较 dSPE 和 ILSP 柱的净化效率，将农药混合标准液加入到收集的上清液中，得到最终浓度为 2 ng/mL 的农药基质溶液。该基质溶液用于后续所有的净化步骤。

■ 分析条件

使用《残留农药 LC/MS/MS 方法包版本 3》中包含的方法对农药进行分析。方法包分析条件如表 1 所示。

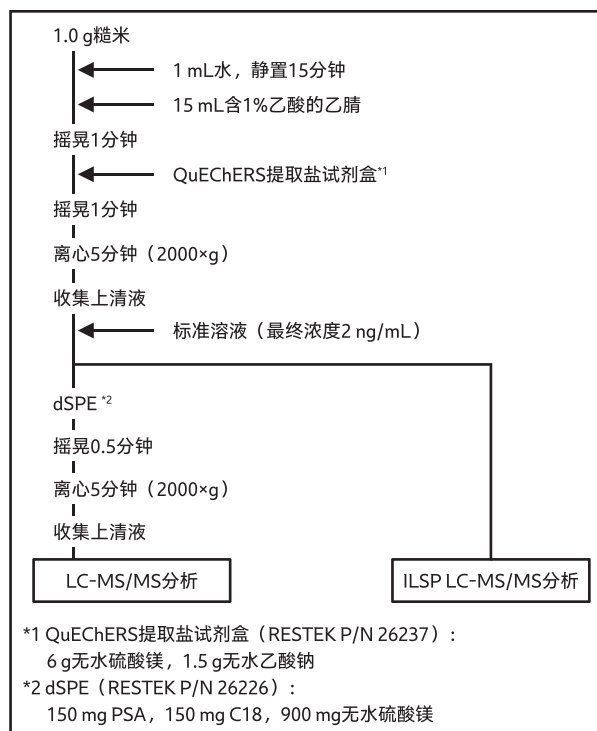


图 2 样品制备流程

表 1 分析条件

HPLC 条件 (Nexera™ X3)

色谱柱:	Shim-pack Velox™ Biphenyl (100 mm L × 2.1 mm I.D., 2.7 μm) P/N 227-32015-03 Revive ILSP Pesticides Single 5 × 2.1 mm 柱芯 (RESTEK) P/N 27882
流动相 A:	2 mM 甲酸铵 - 0.002% 甲酸 - 水
流动相 B、C (清洗):	2 mM 甲酸铵 - 0.002% 甲酸 - 甲醇
梯度程序:	B 相浓度 3% (0 min) - 10% (1 min) - 55% (3 min) - 100% (10.5 至 12 min) - 3% (12.01 至 15 min)
流速:	0.4 mL/min
进样量:	2 μL (共进样 40 μL 水)

MS 条件 (LCMS-8050RX)

离子化:	ESI (正离子模式、负离子模式)
模式:	MRM
雾化气流量:	3.0 L/min
干燥气流量:	10.0 L/min
加热气流量:	10.0 L/min
DL 温度:	150°C
加热模块温度:	300°C
接口温度:	350°C
喷嘴位置:	+3 mm

包含 ILSP 柱的流路图和 LC 时间程序分别如图 3 和图 4 所示。

进样品基质中的疏水性化合物通过 Revive ILSP 柱与农药分离，农药被洗脱到分析柱中（图 3 上部）。当目标农药成分从 Revive ILSP 柱中洗脱出来后，切换六通阀，利用清洗泵进行反冲，将残留在 Revive ILSP 柱中的基质成分排入废液通道（图 3 下部和图 4）。其中 Revive ILSP 柱能够重复使用。通过 dSPE 净化的样品则以图 3 下部所示的流路图进行分析。

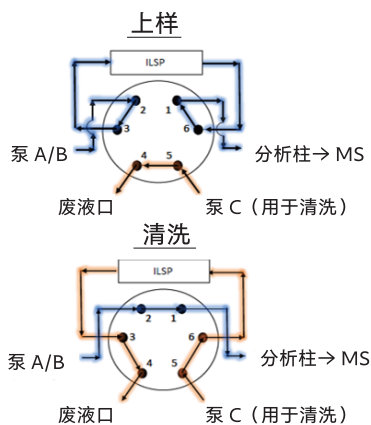


图 3 ILSP 系统概况

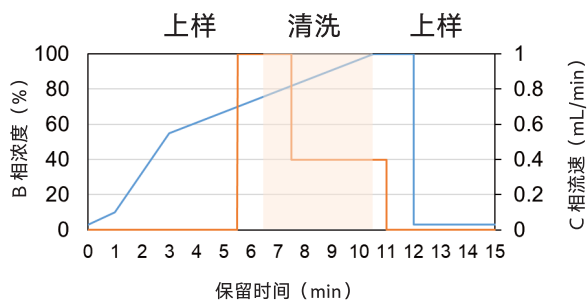


图 4 LC 时间程序

■ 校准曲线的线性

测定了浓度范围在 0.5 至 50 ng/mL 的农药混合标准溶液并绘制了校准曲线。所有化合物的相关系数 R^2 值和校准范围见表 2。两种流路方案下的化合物线性结果均良好。啶虫脒的校准曲线以及 164 种农药的色谱图如下所示（图 5、图 6）。

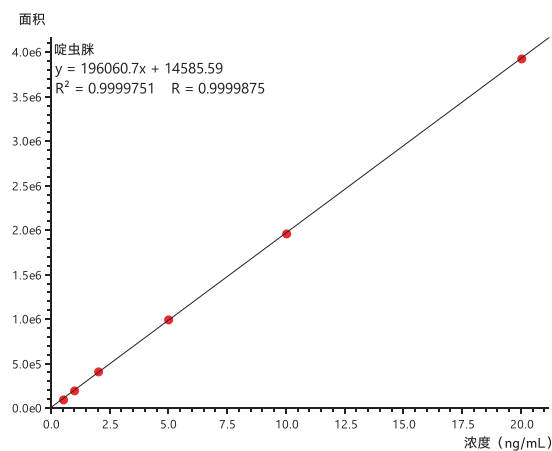


图 5 啶虫脒的校准曲线 (ILSP)

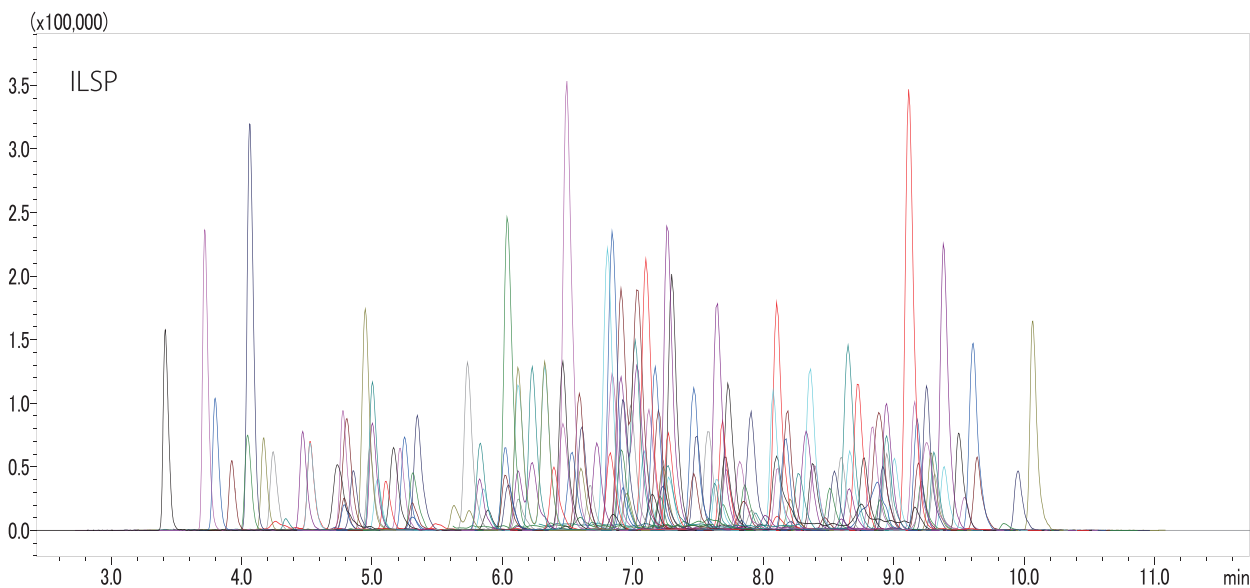


图 6 农药化合物的色谱图

表 2 相关系数 R² 和线性范围

化合物	dSPE		ILSP		化合物	dSPE		ILSP	
	R ²	线性范围 (ng/mL)	R ²	线性范围 (ng/mL)		R ²	线性范围 (ng/mL)	R ²	线性范围 (ng/mL)
啶虫脒	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	丙森锌	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
阿拉酸式苯-S-甲基	0.999	1.0 - 50	0.999	1.0 - 50	异恶隆	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
涕灭威	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	异恶氟草酮	0.999	0.5 - 20	0.999	1.0 - 50
涕灭威砜	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	异硫磷	0.999	0.5 - 20	0.999	1.0 - 50
莎稗磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	醚菌酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
阿维菌素 B1a	0.999	1.0 - 50	0.999	1.0 - 50	乳氟禾草灵	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
甲基吡啶磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	利谷隆	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
甲基谷硫磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	虱螨脲	0.997	2.0 - 50	0.999	2.0 - 50
噻菌酯	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20	马拉硫磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
本达乐	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	双炔酰菌胺	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20
恶虫威	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50	噻菌胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
地散磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	甲霜灵 / 精甲霜灵	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
苯噻菌胺	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	精甲霜灵	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
吡草酮	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	叶菌唑	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
联苯三唑醇 (非对映异构体)	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 10	甲氧虫酰肼	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
啶酰菌胺	0.999	0.5 - 20	0.998	1.0 - 20	杀扑磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
除草定	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	甲硫威	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
溴丁酰草胺	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 50	灭多威	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
溴丁酰草胺 - 二溴	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	甲氧虫酰肼	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
噻嗪酮	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20	绿谷隆	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
丁草胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	萘丙胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
氟丙啶草酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	氟酰胺	0.997	0.5 - 20	0.999	2.0 - 20
西维因 (NAC)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	氨磷乐灵	0.999	2.0 - 50	0.999	1.0 - 50
克百威	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20	丙炔恶草酮	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
3- 羟基咪喃丹	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20	草氨酰	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
环丙酰亚胺	0.998	0.5 - 20	0.999	2.0 - 20	恶嗪草酮	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
氯草敏	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	氰化萘锈灵	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
枯草隆	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	多效唑	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
毒死蜱	0.996	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20	戊菌隆	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
环虫酰肼	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	吡噻菌胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
四螨嗪	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	甜菜宁	0.998	0.5 - 50	0.998	0.5 - 50
氯甲酰草胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	磷酸	0.998	0.5 - 50	0.999	0.5 - 50
解草酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	辛硫磷	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20
噻虫胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	胡椒基丁醚	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
苜蓿草	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	抗蚜威	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
环草敌	0.998	0.5 - 50	0.999	1.0 - 20	甲基噻啶磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
腈吡嘧啶	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	咪鲜胺	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
环氟菌胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	丙溴磷	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20
霜脲氟	0.999	0.5 - 20	0.999	1.0 - 20	百草枯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
噻菌环胺	0.997	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50	啶草酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
杀草隆	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	残杀威	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
燕麦敌	0.998	0.5 - 20	0.997	1.0 - 20	吡唑硫磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
乙霉威	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	双唑草腈	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
苯醚甲环唑 (异构体)	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	唑菌胺酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
除虫脲	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 10	吡啶特	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
吡氟草胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	定菌磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
异戊乙净	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	苜蓿草	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 20
二甲硫醇	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50	稗草丹	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
乐果	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	哒螨灵	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
烯酰吗啉 (E, Z)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	环酯草醚	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
敌草隆 (DCMU)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	噻草醚	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
氟环唑	0.996	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	唑氧灵	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
乙虫腈	0.999	0.5 - 20	0.998	0.5 - 20	唑禾灵	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
乙螨唑	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	硅氟唑	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
恶唑菌酮	0.999	0.5 - 20	0.998	0.5 - 20	多杀菌素 A	0.997	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
咪唑菌酮	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	多杀菌素 D	0.997	0.5 - 20	0.994	2.0 - 20
仲丁威	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	螺螨酯	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
恶唑禾草灵	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	戊唑醇	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
苯氧威	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	虫酰肼	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
苯丙吗啡	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	丁噻隆	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
唑螨酯 (E)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	氟苯胺	0.998	0.5 - 20	0.998	2.0 - 20
丰索磷	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	特草定	0.999	2.0 - 50	0.999	1.0 - 50
噻菌胺 (E)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	杀虫畏	0.998	0.5 - 20	0.997	0.5 - 20
噻菌胺 (Z)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50	四氟醚唑	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
麦草胺甲酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	噻菌灵	0.999	0.5 - 10	0.999	0.5 - 50
氟虫酰胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	噻虫啉	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
咯菌腈	0.997	0.5 - 20	0.999	1.0 - 50	噻虫嗪	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
氟噻草胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	硫双威	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
氟虫脲	0.997	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	噻酰菌胺	0.999	2.0 - 50	0.999	1.0 - 50
氟草隆	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	唑虫酰胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
氟吡内酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	三甲苯草酮	0.997	1.0 - 10	0.999	0.5 - 10
氟利酮	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	三唑酮	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
氟硅唑	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	三唑醇 (异构体)	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
氟虫唑 (异构体)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	水杨菌胺	0.999	2.0 - 50	0.998	2.0 - 50
咪吡菌胺	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	十三吗啉 (异构体)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
咪线威	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	脲菌酯	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
氟铃脲	0.999	0.5 - 20	0.999	1.0 - 20	氟菌唑	0.999	0.5 - 50	0.999	0.5 - 20
噻嗪酮	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	氟菌唑代谢物	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 50
抑霉唑	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	杀铃脲	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
吡虫啉	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	噻胺灵 (异构体)	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
茚草酮	0.997	0.5 - 20	0.998	0.5 - 20	灭菌唑	0.998	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20
茚虫威	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20	XMC	0.999	0.5 - 20	0.999	0.5 - 20

表 3 回收率和重现性

化合物	dSPE		ILSP		化合物	dSPE		ILSP	
	回收率 (%)	%RSD	回收率 (%)	%RSD		回收率 (%)	%RSD	回收率 (%)	%RSD
啶虫脒	90.6	2.0	96.2	2.4	丙森锌	94.4	3.1	103.2	3.0
阿拉酸式苯-S-甲基	93.2	9.6	104.2	13.8	异恶隆	91.8	1.6	96.5	1.7
涕灭威	84.1	4.7	94.2	3.5	异恶氟草酮	106.8	15.4	105.8	30.6
涕灭威砒	93.9	1.4	102.3	0.8	异硫磷	67.6	6.4	117.5	9.7
莎稗磷	46.5	5.9	74.0	3.5	醚菌酯	67.8	5.9	79.1	7.6
阿维菌素 B1a	116.4	6.6	118.5	9.2	乳氟禾草灵	99.2	4.5	119.6	3.1
甲基吡啶磷	45.0	11.3	95.3	7.3	利谷隆	88.8	6.9	91.4	6.3
甲基谷硫磷	50.8	8.1	71.3	2.1	虱螨脲	221.6	14.4	184.6	27.7
啶菌酯	88.5	8.8	100.9	6.0	马拉硫磷	88.9	2.7	92.2	1.5
本达乐	63.3	3.7	83.7	3.2	双炔酰菌胺	97.3	4.8	100.1	8.1
恶虫威	95.7	3.9	101.5	3.1	啶菌胺	88.4	3.4	84.5	5.9
地散磷	95.5	5.2	116.4	4.5	甲霜灵 / 精甲霜灵	92.7	2.1	100.3	3.6
苯噻菌胺	93.4	4.1	101.2	6.1	精甲霜灵	94.2	2.6	100.6	3.4
吡草酮	79.2	2.3	99.4	1.7	叶菌唑	47.4	3.5	68.3	4.3
联苯三唑醇(非对映异构体)	61.2	6.8	142.2	5.5	甲基茶噻隆	86.0	2.8	93.1	3.1
啶酰菌胺	49.1	12.7	36.2	32.4	杀扑磷	78.6	2.7	90.6	1.9
除草定	62.6	2.9	69.2	1.6	甲硫威	86.6	6.9	97.0	3.3
溴丁酰草胺	91.8	5.3	97.1	3.6	灭多威	88.1	1.8	96.8	1.8
溴丁酰草胺-二溴	93.4	2.2	100.0	1.2	甲氧虫酰肼	84.2	0.8	87.2	5.0
噻嗪酮	67.3	5.9	75.4	3.2	绿谷隆	87.9	3.6	93.6	3.5
丁草胺	43.4	7.7	69.4	5.7	蔡丙胺	62.5	1.9	80.5	3.4
氟丙噻草酯	94.9	4.7	96.8	6.4	氟酰胺	35.7	12.4	55.9	22.9
西维因(NAC)	86.2	4.8	96.4	3.6	氯磷乐灵	81.4	28.9	80.7	39.4
克百威	91.5	4.7	97.4	4.2	丙炔恶草酮	66.9	2.7	77.3	6.9
3-羟基咪唑丹	95.1	2.9	99.0	2.0	草氧酰	93.9	2.1	101.3	1.2
环丙酰亚胺	74.4	10.4	62.4	16.4	恶噻草酮	72.1	1.2	79.0	3.6
氟草敏	69.9	4.3	70.4	3.1	氧化萎锈灵	85.4	3.1	91.4	5.8
枯草隆	89.0	11.7	90.2	10.9	多效唑	50.9	2.5	75.2	3.7
毒死蜱	67.2	7.9	79.8	6.6	戊菌隆	64.8	7.5	89.7	5.6
环虫酰肼	76.4	1.7	97.1	2.3	吡噻菌胺	84.7	2.6	93.7	2.7
四螨嗪	33.2	9.2	42.9	9.9	甜菜宁	122.2	5.6	131.4	1.8
氟甲酰草胺	38.6	8.4	57.6	6.5	磷胺	97.1	4.0	93.9	2.3
解草酯	81.7	4.0	99.4	5.2	辛硫磷	39.2	4.8	59.6	12.5
噻虫胺	70.0	3.3	77.2	2.9	胡椒基丁醚	37.7	5.5	72.1	3.2
苜草隆	87.8	2.8	97.5	3.1	抗蚜威	95.1	2.5	91.9	5.9
环草敌	86.6	12.1	103.1	15.0	甲基嘧啶磷	81.0	3.9	98.4	3.1
腈吡嘧啶	76.2	3.6	96.1	2.8	咪鲜胺	66.6	1.7	74.4	1.0
环氟菌胺	65.3	7.4	76.0	6.5	丙溴磷	44.1	9.8	61.3	6.1
霜脲氰	65.6	10.6	69.7	25.2	百草枯	95.6	6.6	100.2	3.7
啶菌环胺	93.4	10.9	99.0	9.5	啶草酯	78.2	7.1	101.2	3.2
杀草隆	94.0	1.2	99.9	1.3	残杀威	91.6	2.3	96.6	4.4
燕麦敌	95.3	12.3	79.5	36.2	吡啶硫磷	56.5	8.0	81.4	1.3
乙霉威	59.3	3.0	94.1	3.4	双唑草腈	85.4	2.8	89.1	1.3
苯醚甲环唑(异构体)	53.6	5.9	88.1	1.8	啶菌胺酯	66.4	4.8	70.7	4.1
除虫脲	43.3	9.0	61.2	8.9	吡啶特	76.9	2.0	79.7	5.2
吡氟草胺	47.0	8.2	69.3	6.1	定菌磷	104.2	6.9	121.0	7.1
异戊乙净	90.0	4.2	98.9	3.0	苜草唑	59.7	3.9	73.5	2.5
二甲硫醇	90.3	4.4	93.0	4.5	稗草丹	81.7	4.2	94.8	3.2
乐果	86.4	3.6	94.7	3.1	哒螨灵	79.0	2.8	98.4	2.2
烯酰吗啉(E,Z)	76.8	6.3	90.8	5.3	环酯草醚	78.7	5.5	97.7	4.6
敌草隆(DCMU)	85.6	4.2	97.9	3.9	啶草醚	86.0	7.6	89.0	5.3
氟环唑	56.1	15.3	81.6	4.6	啶氧灵	56.9	3.0	58.5	7.0
乙虫腈	68.5	7.4	83.4	9.7	啶禾灵	76.5	5.1	80.9	5.7
乙螨唑	66.3	4.6	97.4	2.7	硅氟唑	50.5	4.1	71.6	4.1
恶唑菌酮	35.6	5.7	56.7	2.6	多杀菌素 A	73.6	4.0	90.9	3.4
咪唑菌酮	65.0	4.3	72.2	4.5	多杀菌素 D	70.0	11.6	151.4	15.2
仲丁威	88.1	2.7	94.0	4.1	螺螨酯	59.7	7.4	101.3	3.0
恶唑禾草灵	49.9	4.5	60.5	5.7	戊唑醇	50.0	4.7	73.7	4.0
苯氧威	63.4	4.2	88.1	5.2	虫酰肼	86.0	2.7	92.6	3.4
苯丙吗啡	88.1	4.8	95.3	3.1	丁噻隆	89.5	1.6	92.9	2.7
啶螨酯(E)	65.4	3.2	92.3	3.4	氟苯胺	209.3	6.1	294.5	11.2
丰索磷	90.9	0.8	96.3	3.5	特草定	116.4	9.4	147.8	11.7
啶菌脲(E)	96.2	6.3	104.2	5.3	杀虫畏	85.7	5.1	89.0	14.3
啶菌脲(Z)	94.8	0.7	99.8	3.4	四氟醚唑	52.3	4.2	74.8	5.7
麦草氟甲酯	87.6	5.4	87.0	4.1	噻菌灵	105.1	4.5	100.4	4.8
氟虫酰胺	73.7	9.8	88.9	7.8	噻虫啉	68.0	2.2	93.1	2.7
咯菌腈	129.8	10.5	122.5	10.4	噻虫嗪	83.5	4.8	88.6	4.1
氟噻草胺	82.7	4.3	84.1	4.3	硫双威	91.5	6.2	99.5	3.4
氟虫脲	52.7	12.0	61.2	4.8	噻酰菌胺	140.9	10.8	130.8	6.9
氟草隆	90.5	5.6	90.4	4.0	啶虫酰肼	85.6	3.2	76.6	4.9
氟吡内酯	65.2	4.7	77.1	5.5	三甲苯草酮	112.8	2.4	126.2	2.0
氟利酮	94.1	3.6	99.2	3.1	三唑酮	75.1	5.9	98.2	8.0
氟硅唑	57.8	5.1	68.4	4.1	三唑醇(异构体)	24.2	8.8	87.0	5.2
氟虫唑(异构体)	49.8	3.4	62.2	3.5	水杨菌胺	146.9	17.8	121.5	14.0
吡啶菌胺	87.5	2.8	93.9	2.3	十三吗啉(异构体)	76.6	7.9	96.7	4.3
吡啶啉	64.8	2.3	84.5	3.2	肟菌酯	67.3	7.8	75.4	7.1
氟铃脲	238.0	12.7	232.3	7.5	氟菌唑	91.4	3.8	95.0	3.5
噻嗪酮	71.8	2.5	87.9	2.6	氟菌唑代谢物	93.9	4.0	96.7	3.4
抑霉唑	107.8	8.5	101.1	4.1	杀铃脲	54.2	6.7	66.9	5.2
吡虫啉	86.7	2.2	105.6	6.0	噻胺灵(异构体)	51.1	4.9	70.3	5.1
茚草酮	39.8	25.0	68.6	14.6	灭菌唑	42.5	6.1	64.2	3.1
茚虫威	81.3	9.7	107.0	7.3	XMC	91.7	3.6	97.3	1.7

■ 加标回收率和重现性

向糙米基质溶液中加入浓度为 2 ng/mL 的 164 种农药进行加标，然后分别用 ILSP 柱和 dSPE 进行净化处理。通过外标法确定回收率结果。回收率和重现性 (%RSD, n = 6) 结果见表 3。不同回收率水平的化合物数量分类情况如图 7 所示。

样品经 dSPE 净化处理后的测定结果显示：在 164 种目标化合物中，有 98 种化合物的回收率在 70% 至 120% 之间；而经 ILSP 净化处理后的结果显示：在 164 种目标化合物中，有 130 种化合物的回收率在 70% 至 120% 之间；相比之下，ILSP 柱结果与 dSPE 结果相当甚至更优。两种方法的重现性方面，大多数化合物的 %RSD 值均在 20% 或更低。

图 8 显示了标准溶液以及采用每种净化方法处理后，咪鲜胺和吡螨灵的色谱图。在使用 dSPE 净化处理后，咪鲜胺在 8.9 至 9.2 分钟处出现杂质峰，吡螨灵在 10.7 分钟处出现杂质峰。而在使用 ILSP 净化处理后未观察到上述杂质峰，表明杂质已被去除。

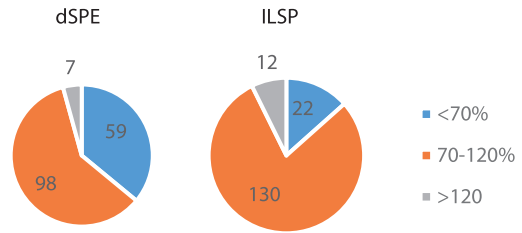


图 7 回收率分类情况（化合物数量）

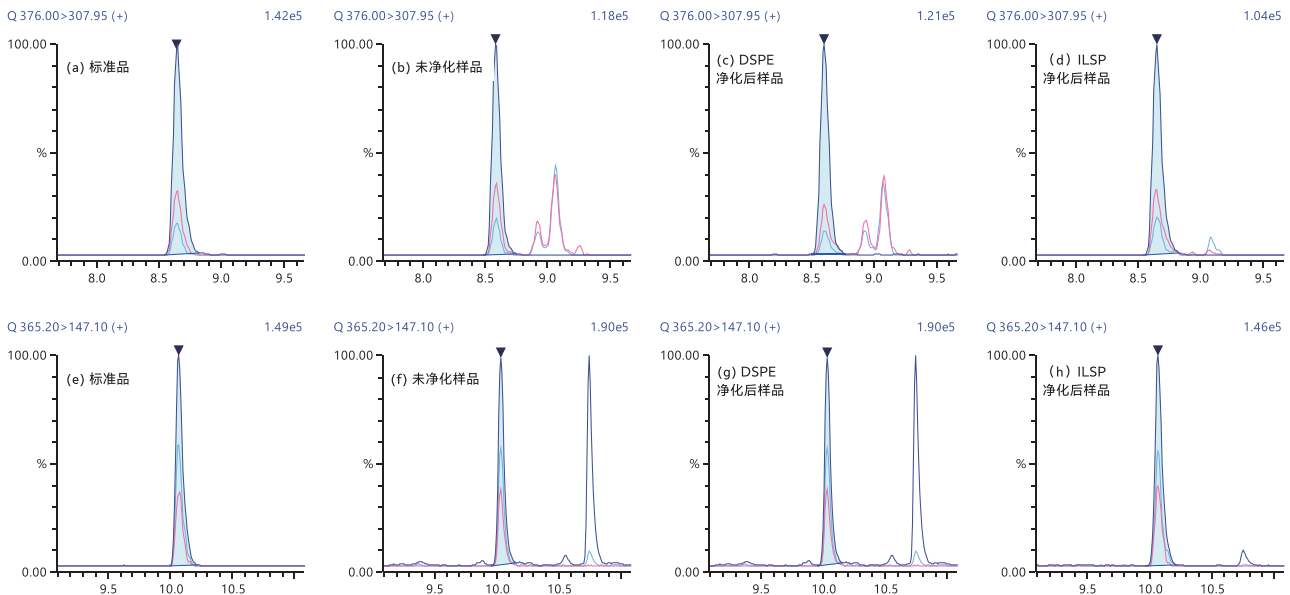


图 8 咪鲜胺 (a 至 d) 和吡螨灵 (e 至 h) 的色谱图 (其中 a 和 e 为乙腈溶液标准品，其他为糙米基质溶液样品)

■ 结论

使用 LCMS-8050RX 系统对多种农药进行了联合分析。将 QuEChERS 方法与 Revive ILSP 柱相结合，能够加快并简化预处理过程。Revive ILSP 柱的在线净化处理在回收率和重现性方面的结果与 dSPE 净化处理相当，同时还能够去除 dSPE 净化处理后仍残留的杂质。因此，对于 QuEChERS 方法而言，使用 Revive ILSP 柱进行在线净化可作为一种替代 dSPE 净化的快速、简便的方法。

参考文献

- 1) Lupo S.A., Romesberg R.L., Lu X, 利用液相色谱串联质谱法分析菠菜中农药残留的自动在线除色素方法 .Chromatogr. A.[J], 1629 (2020), 461477

相关应用

1. 利用精确质量信息快速筛查分析农作物提取物中在线净化后的残留农药 .[an_01-00547-EN](#).

岛津应用云



Nexera 和 Shim-pack Velox 是岛津制作所其附属公司在日本和其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2024 年 9 月