

# 食品基质中的 多残留农药分析

Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统



图 1. Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统

## 前言

农药对于作物种植获得丰收至关重要。监管机构规定了食品中数百种农药及其代谢物的最大残留限量 (MRL)。多数 MRL 均规定为低 ppb 级，为同时筛查和定量分析复杂食品基质中的数百种分析物带来了巨大挑战。

本文展示了使用 Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统对 246 种农药及代谢物进行的筛查和定量分析。Ultivo 专门设计用于解决以环境和食品安全领域为代表的常规生产实验室所面临的许多挑战。Ultivo 采用的创新技术有助于减小总体占用面积，同时能保持更大型质谱系统的性能水平。

VacShield 真空盾、飓风型离子导管、涡旋碰撞室、双曲面四极杆等创新技术不仅最大程度提高了小体积仪器的定量分析性能，而且改善了仪器可靠性和稳定性，延长了正常运行时间。Ultivo 减少了用户对系统维护的干预，使非专业质谱用户能够从容应对系统运行和维护。Agilent MassHunter 软件简化了数据采集、方法设置、数据分析和报告，获得了从采集到报告的最短时间，从而提高了实验室分析效率。

如需了解更多信息，请访问：

[www.agilent.com/chem/Ultivo](http://www.agilent.com/chem/Ultivo)



**Agilent Technologies**

## 方法

### 样品前处理

使用动态 MRM (dMRM) 方法对基质中的 246 种农药进行检测。选择橙子、鳄梨和红茶代表大多数水果、蔬菜和干燥的草本植物。用 10 mL 乙腈和 EN 萃取盐 (部件号 5982-5650) 对 10 g 有机橙子/鳄梨和 2 g 有机红茶进行萃取。对红茶采用用于高色素的分散 SPE (dSPE, 部件号 5982-5356CH)；对鳄梨采用改进的 EMR-Lipid；对橙子采用含 PSA 的试剂盒 (部件号 5982-5058)。

### 液相色谱和质谱参数

液相色谱参数	
色谱柱	Agilent Eclipse Plus C18, 3.0 × 150 mm, 1.8 μm
柱温	45 °C
进样量	2 μL
流动相	A) 水, 0.5 mM 氟化铵 + 4.5 mM 甲酸铵 + 0.1% 甲酸 B) 甲醇, 0.5 mM 氟化铵 + 4.5 mM 甲酸铵 + 0.1% 甲酸
流速	0.45 mL/min
梯度	时间 (min) %B 0 2 0.5 2 1 50 4 65 16 100 18 100 18.1 2
停止时间	20 min
后运行时间	1.5 min

质谱参数	
干燥气温度	250 °C
干燥气流速	11 L/min
鞘气温度	350 °C
鞘气流速	12 L/min
雾化器压力	40 psi
毛细管电压	3500 V(+); 3500 V(-)
喷嘴电压	300 V(+); 1000 V(-)
Delta EMV	200 V(+); 200 V(-)

## 结果与讨论

### 仪器性能

Ultivo 采用的技术创新实现了高效的离子传输与选择，并在碰撞池中获得了出色的离子片段保真度。图 2 展示了红茶基质中低于 MRL 的 246 种农药获得的出色信号响应。

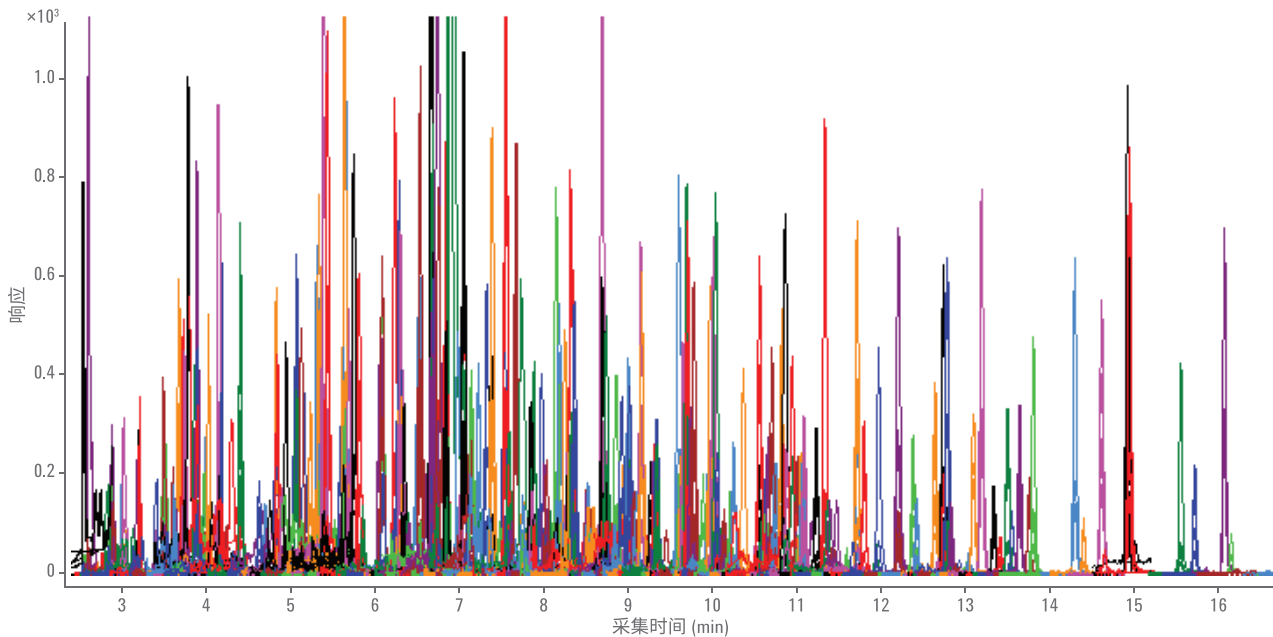


图 2. Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统对红茶基质中添加的 5 ng/g (1 ppb) 的 246 种农药的信号响应

### 灵敏度和精密度

多数化合物的检出浓度低于 MRL，六次重复测定中至少四次的准确度为 80%-120%，如图 3 所示。在橙子和鳄梨基质中，多数分析物能够以 1 ng/g 的浓度被检出，其他分析物的检出浓度稍高。在红茶基质中，多数分析物能够以 5 ng/g 的浓度被检出。图 4 表明获得了优异的精密度，多数化合物在极低定量浓度下的 %RSD 小于 10%。

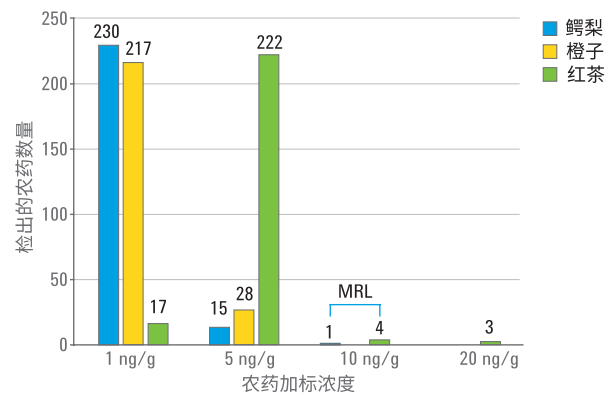


图 3. 出色的灵敏度：多数化合物可在远低于 MRL 的浓度下得到准确检测（由于基质干扰，其中一种化合物在橙子中未检出）

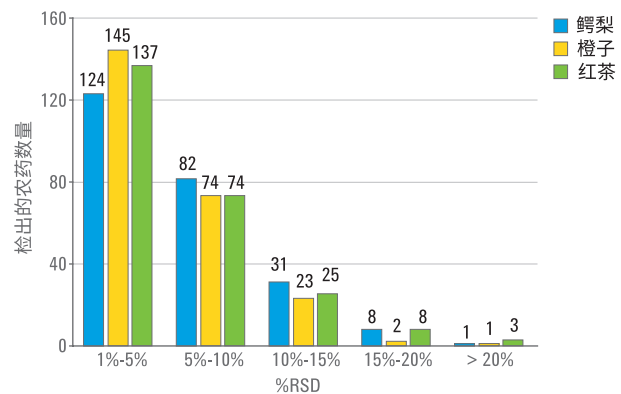


图 4. 优异的精密度：多数化合物不经任何异常值排除，即可在最低定量浓度下获得小于 10% 的 %RSD (n = 6)

## 实际样品分析：非有机橙子和鳄梨

非有机橙子和鳄梨购自当地市场，并将其作为有机基质进行处理。多数校准曲线的  $R^2 > 0.99$ ，足以实现样品的准确定量分析。在非有机鳄梨中未检出农药，而在非有机橙子中检出三种农药高于 MRL（图 5）。

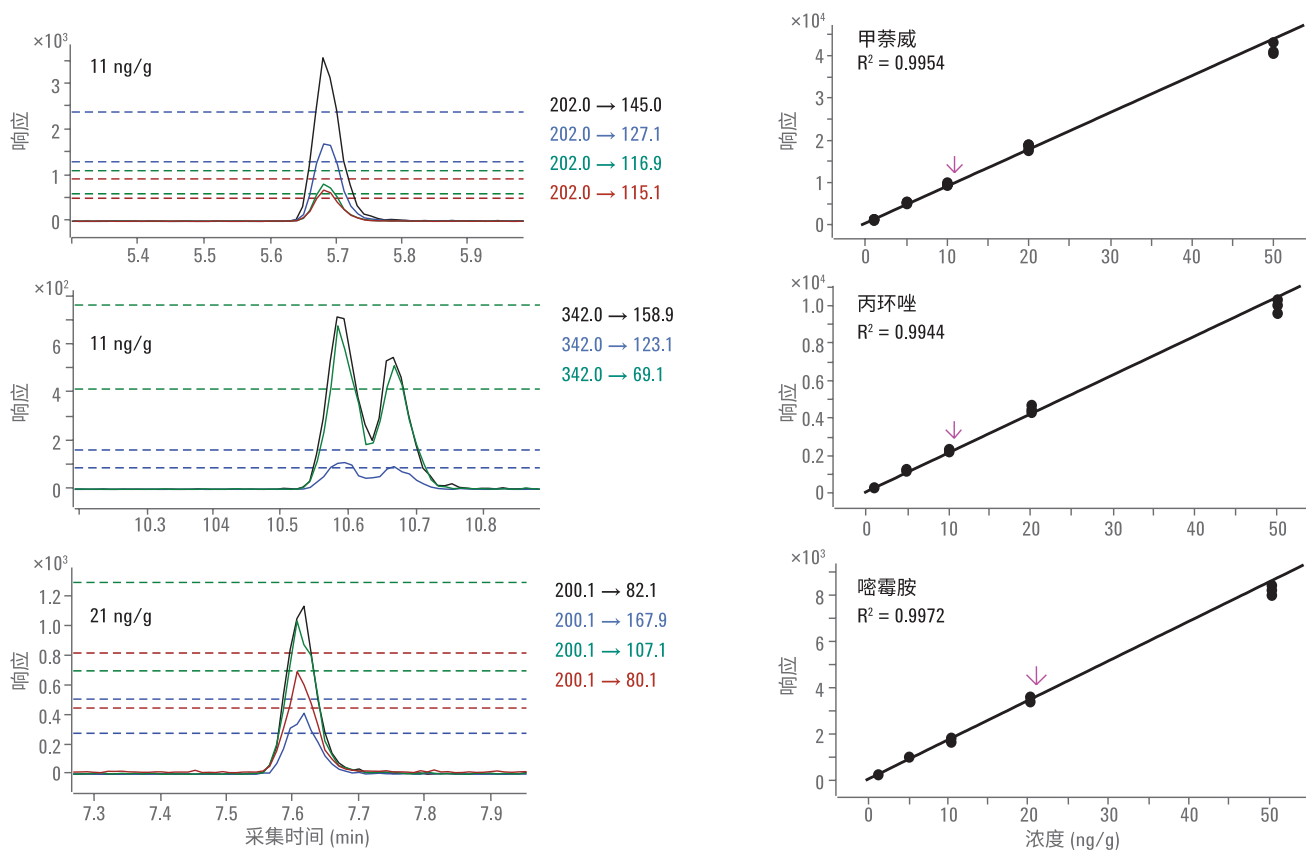


图 5. 非有机橙子中检出的浓度高于 MRL 的农药

## 结论

- Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 系统以极小的体积提供了具有最佳性能的分析仪器
- Ultivo 采用的技术创新确保其能够提供最佳灵敏度、实现稳定的检测且易于维护，从而提高分析效率和结果的可信度
- Ultivo 在常规生产检测实验室中具有明显优势，提高了非专家 LC/MS 用户的分析能力
- 安捷伦提供的全套工作流程解决方案包括样品前处理、数据库、方法和报告，有利于在食品安全和环境分析中实现快速方法开发和验证

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017

2017年6月26日，中国出版

5991-8154CHCN

修订版 1.0



Agilent Technologies