

# SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统

应用文集



内容



The Power of Precision

# 选择 SCIEX 的液质联用技术解决方案， 拓展您的实验室检测潜力

## 高性价比之选，提升您的投资回报率

液质联用技术可以扩展了您的实验室测试项目，操作容易方便、专业的支持和培训，有力保障您将能够快速启动并平稳运行，新手客户和有经验的客户都能轻松获得检测收益。

## 您所需要的卓越性能

现在为当今的分析实验室打造出高效、可靠和耐用的先进质谱仪。

1

2

3

4

## 您将拥有高性能定量能力，无需妥协

提供了您期望的先进质谱仪的速度和精度，并传承了您信任的 SCIEX 技术的出色性能和可靠性。

## 您将会提升您的检测结果

提高了您实验室必需的重要性能标准：

- 更快的扫描速度
- 快速的极性切换
- 更高的灵敏度
- 增强的数据采集方法

**SCIEX Triple Quad™ 3500 系统**  
传奇的力量，准确性和灵活性。高性价比之选



# 选择 SCIEX 的液质联用技术解决方案， 拓展您的实验室检测潜力

## 检测更多的化合物，更长的运行时间，更可靠的结果

领先时代的硬件，功能强大的软件，以及耐用的设计，助您提高工作效率，来分析日常检测中数以百计的样品中的数百种化合物——日复一日，年复一年。

### 可靠的定量

业界经典的Turbo V™离子源，保证化合物高效电离。即使在大体积进样时，仍然能够有效消除交叉污染。在很宽的流速范围（最高可达 3 mL/min）内进行可靠的定量分析。

### 更长的运行时间

Curtain Gas™接口减少了对日常维护的需求，保护您的质谱不受污染，确保更高的生产率。

### 更好的数据质量

Scheduled MRM™策略，提高了数据质量，确保丢失更少的峰并使所有的化合物都能获得更佳灵敏度。

### 简化的数据处理流程

使用SCIEX OS-MQ软件用于高通量数据处理、审核和报告，并具有可靠的自动积分功能和快速批量处理的文件查询功能。

### 多元化的超高效液相色谱兼容性

通过选择您喜欢的液相系统与您的质谱联机，可以获得更多的液相选择灵活性。

### 服务和支持资源

通过使用我们广泛的服务和支持资源，您可以快速启动您的仪器并运行，包括快速响应的应用支持，灵活的服务计划，以及广泛的在线和电话支持，更大限度地帮助您成功。



# 将传统的 GC/MS 和 HPLC 方法提升到新的水平

SCIEX Triple Quad 3500 LC-MS/MS系统具有性能优异的硬件, 可为您提供可靠的数据和效率

## 每次分析可包含更多的MRM离子对, 仪器体积更紧凑

弯曲的LINAC™ 碰撞池

## 离子路径的变化——更加符合当今实验室的需求

SCIEX Triple Quad™ 3500系统传承了API 3200™系统的优点, 并通过更加先进的设计和电路优化, 其硬件性能更好。

## 传承了哪些优点?

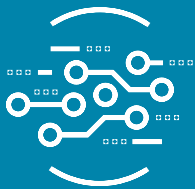
SCIEX质谱系统的抗污染能力和稳定性, 离子化效率超高的Turbo V™离子源, Curtain Gas™ 接口技术。



## 创新性的Turbo V离子源

它可以提升学术研究发现、药物开发、法医调查、临床检验和测试, 以确保我们的食品是安全的, 饮用水是安全的。

为了满足您的工作需求, 系统配置了具有电喷雾电离 (ESI) 和大气压化学电离 (APCI) 两种方式的Turbo V离子源。



## 帮助您做出正确的选择

**随着现代生活水平的不断提高，人们对食品安全的要求也是越来越重视，食品关系到人类**

生存发展，只有保证食品安全，才可以从根本上保证人们身体健康和生命安全。为了进一步完善我国食品行业市场、保证食品安全，我国相继颁布了《食品卫生法》、《农产品质量安全法》等。为了保证食品安全，准确地检测食品中主要污染物及有害因素不可缺少的部分。

**本文集针对食品中常见的污染物和有害因子，在SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上建立了多个LC-MS/MS分析方法，这些方法能完成中国各级LC-MS/MS标准方法规定的**

定量定性检测项目。主要包括水果蔬菜和茶叶中农残分析、动物源食品中兽残分析、粮油和饲料中的真菌毒素分析、水质安全分析、毒驾分析等。为广大技术检测人员节省方法开发时间，提高工作效率，为食品安全监测提供科学有效、简单快速的方法支持。



**基于 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统**

1.SCIEX Triple Quad™ 3500 快速测定动物源食品中盐酸克伦特罗的残留 .....	<b>7</b>
2.SCIEX Triple Quad™ 3500 系统快速测定水产品中氯霉素的残留 .....	<b>9</b>
3.SCIEX Triple Quad™ 3500 系统快速测定水产品中硝基呋喃类代谢物的残留 .....	<b>11</b>
4.SCIEX Triple Quad™ 3500 系统快速测定水产品中磺胺类和喹诺酮类化合物的残留 .....	<b>14</b>
5. 蔬菜水果中 51 种农业部例行监测农残的 LC-MS/MS 分析方法 .....	<b>17</b>
6. 水中 215 种农药残留的 LC-MS/MS 快速定量和筛查方法 .....	<b>19</b>
7. 茶叶中 222 种农药残留的 LC-MS/MS 快速定量和筛查方法 .....	<b>26</b>
8. 粮油中 215 种农药残留的 LC-MS/MS 快速定量和筛查方法 .....	<b>32</b>
9. 生活饮用水、地表水、地下水国家质量标准中 LC-MS/MS 法的整体解决方案 .....	<b>39</b>
10. 粮谷中 26 种真菌毒素的定量分析检测 .....	<b>42</b>
11. 饲料中 30 种霉菌毒素的 LC-MS/MS 快速定量和筛查方法 .....	<b>46</b>
12. SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统分析毒驾 17 种毒品 .....	<b>50</b>
13. 固体废弃物中 57 种化合物的 LC-MS/MS 快速筛查和定量方法 .....	<b>55</b>

# SCIEX Triple Quad™ 3500快速测定动物源食品中盐酸克伦特罗的残留

---完全满足SN/T1924-2011标准要求

翟南南, 贾彦波, 靳文海

SCIEX, 中国

盐酸克伦特罗是一种  $\beta$ -兴奋剂, 大剂量在饲料中使用可以促进猪的增长, 减少脂肪含量, 提高瘦肉率, 故被称为“瘦肉精”。因为其用量大、使用时间长、代谢慢, 所以在屠宰前到上市, 在猪体内的残留量都很大, 这个残留量通过食物链进入人体, 就使人体渐渐地中毒, 积蓄中毒。

为保证人民饮食安全, “瘦肉精”在我国已经全面禁用。但在利益的驱使下, 仍有某些国内养猪户不顾农业部的规定, 为了使猪肉不长肥膘, 在饲料中掺入瘦肉精。因此如何准确监测瘦肉精, 确保广大人民的饮食安全, 保障人民健康生活成为国家监督管理人员的当务之急。

本文在 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上, 建立了快速准确测定克伦特罗的 LC-MS/MS 方法, 为动物源食品中克伦特罗残留问题提供了简单快速的解决方案。

方法具有以下特点:

1. 方法灵敏度高: 本方法克伦特罗的定量限为  $0.01 \mu\text{g}/\text{kg}$ , 优于 SN/T1924-2011 方法 5 倍 (SN/T1924-2011 定量限为  $0.05 \mu\text{g}/\text{kg}$ )
2. 方法提取回收率在 70%-120% 之间, 保证实际样品检测的准确可靠

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统

## 样品前处理



- 称量均质后的样品 (猪肉样品 2.5 g) 于 15 mL 离心管中
- 加入 5 mL 5% 高氯酸, 涡旋 1 分钟
- 10000 rpm 转速下, 离心 10 分钟
- 全部上清液进行 SPE 富集、净化
- 洗脱液  $\text{N}_2$  下吹干
- 0.5 mL 甲醇/水 = 1/9 (v/v) 复溶后进行 LC-MS/MS 分析

## 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18  
50 × 3.0 mm, 2.6  $\mu\text{m}$

流动相: A: 水 (0.1% 甲酸);  
B: 甲醇 (0.1% 甲酸)

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 20  $\mu\text{L}$

梯度洗脱

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	97	3
1.10	97	3
3.50	70	30
4.50	70	30
6.40	25	75
6.46	5	95
8.20	5	95
8.21	97	3
9.50	97	3

### 质谱方法

离子源：ESI 源，正离子模式

离子源参数：

IS 电压：5500 V      气帘气 CUR: 20 psi

雾化气 GS1: 50 psi      辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 550°C      碰撞气 CAD: 9 psi

表1. 克伦特罗质谱参数。

Compound	Q1	Q3	DP	CE
克伦特罗 Clenbuterol	277.0	203.0	65	21
		168.1	65	30

### 实验结果

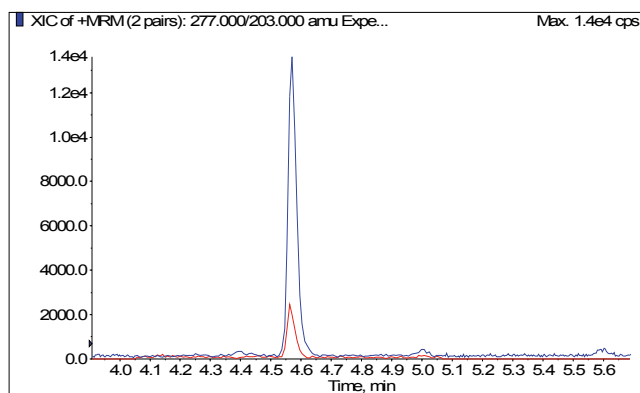


图1. 猪肉基质中0.05 µg/kg浓度下克伦特罗提取离子流图。

1. 克伦特罗的典型色谱图。
2. 线性范围：克伦特罗在0.01-1.0 µg/kg线性良好 (r > 0.99)，保证不同浓度水平样品的准确定量。

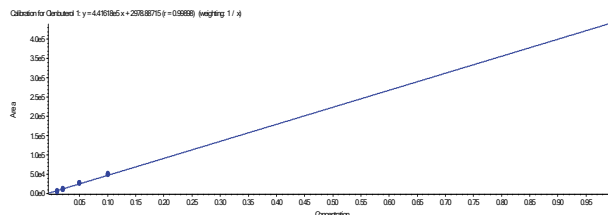


图2. 克伦特罗线性曲线。

3. 重现性好：本方法0.01 µg/kg浓度下，CV%=2.26%，重现性好，保证定量的准确性。

Row	Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV
1	Clenbuterol 1	0.0100	3 of 3	0.0100	0.0002	2.35

图3. 猪肉基质中克伦特罗0.01 µg/kg浓度下方法重现性结果。

4. 提取回收率高：在本方法条件下，为81.9% (0.25 µg/kg)，可真正用于实际样品检测。

化合物	提取回收率 (%)	CV (%)
克伦特罗	81.9	1.3

### 总结

本方法针对动物源食品中盐酸克伦特罗残留问题，在SCIEX Triple Quad™ 3500 系统上建立了简单快速测定猪肉中克伦特罗的 LC-MS/MS 方法。该方法能灵敏度完全满足 SN/T1924-2011 要求，样品处理简单快速，提取回收率高，保证动物源食品中克伦特罗的准确测定，为检测工作者提供可靠的技术支持，从而保证广大人民的饮食安全。



# SCIEX Triple Quad™ 3500系统快速测定水产品中氯霉素的残留

---完全满足GB 20756-2006标准要求

翟南南, 贾彦波, 靳文海

SCIEX, 中国

氯霉素是一种有效的广谱抗生素, 对多种病原菌有较强的抑制作用, 曾在水产养殖业中得到广泛的应用, 但因为其具有较强的毒副作用, 已经被我国列为禁用兽药, 并被明确规定不得在动物源性食品中检出。为保证人民饮食安全, 需要加强对水产品内氯霉素药物残留的检测研究, 应该用有效的检测技术来监管氯霉素的浓度以保证其在规定范围内。

本文在 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上, 建立了快速准确测定氯霉素的 LC-MS/MS 方法, 为水产品中氯霉素的残留问题提供了简单快速的解决方案。

方法具有以下特点:

1. 方法灵敏度高: 本方法定量限为0.02 µg/kg, 优于GB方法5倍 (GB 20756-2006定量限为0.1 µg/kg)
2. 方法提取回收率在70%-120%之间, 保证实际样品检测的准确可靠

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 +SCIEX Triple Quad™ 3500 系统

## 样品前处理

- 称量均质后的样品 (鱼肉样品2.5 g) 于15 mL离心管中
- 加入5 mL5%高氯酸, 涡旋1分钟
- 10000 rpm转速下, 离心10分钟
- 全部上清液进行SPE富集、净化
- 洗脱液N<sub>2</sub>下吹干
- 0.5 mL甲醇/水=1/9 (v/v) 复溶后进行LC-MS/MS分析



## 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex F5  
50 × 3.0 mm, 2.6 µm

流动相: A: 水; B: 乙腈

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 20 µL

梯度洗脱

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	97	3
1.10	97	3
3.50	70	30
4.50	70	30
6.40	25	75
6.46	5	95
8.20	5	95
8.21	97	3
9.50	97	3

### 质谱方法

离子源：ESI 源，负离子模式

离子源参数：

IS 电压：-4500 V 气帘气 CUR: 25 psi

雾化气 GS1: 50 psi 辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 600°C 碰撞气 CAD: 9 psi

表1. 氯霉素质谱参数。

Compound	Q1	Q3	DP	CE
氯霉素 Chloramphenicol	321.0	152.1 256.9	-40 -40	-24 -17

### 实验结果

#### 1. 氯霉素的典型色谱图。

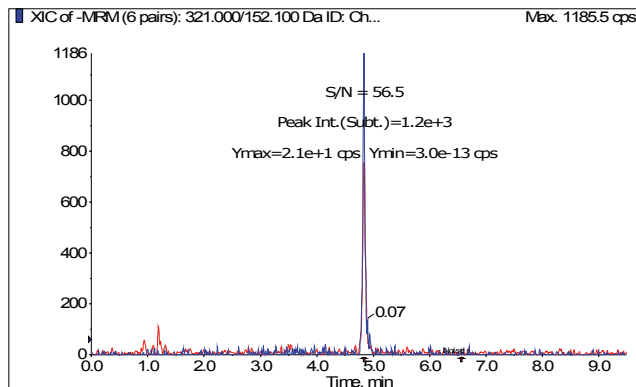


图1. 鱼肉基质中0.1 µg/kg浓度下氯霉素提取离子流图。

2. 线性范围：在0.02-1.0 µg/kg范围内线性良好 (r > 0.99)，保证不同浓度水平样品的准确定量。

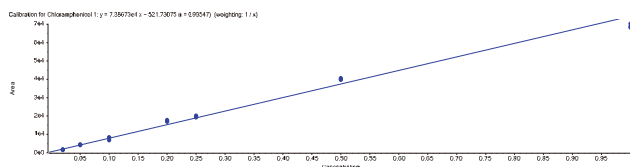


图2. 氯霉素线性曲线。

3. 重现性好：本方法0.02-1.0 µg/kg范围内，CV% < 4.16%，重现性好，保证定量的准确性。

Run	Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV	Accuracy
1	Chloramphenicol 1	0.0200	3 of 3	0.0193	0.0008	3.91	96.51
2	Chloramphenicol 1	0.0500	3 of 3	0.0497	0.0022	4.18	100.40
3	Chloramphenicol 1	0.1000	3 of 3	0.1030	0.0038	3.41	103.00
4	Chloramphenicol 1	0.2000	3 of 3	0.2171	0.0081	3.65	108.55
5	Chloramphenicol 1	0.5000	3 of 3	0.4958	0.0062	1.25	99.16
6	Chloramphenicol 1	1.0000	3 of 3	0.9794	0.0048	0.91	104.25
7	Chloramphenicol 1	1.0000	3 of 3	0.9879	0.0191	1.49	98.79

图3. 鱼肉基质中氯霉素重现性结果。

4. 提取回收率高：在本方法条件下，氯霉素的提取回收率为87.6% (0.025 µg/kg)，可真正用于实际样品检测。

表2. 氯霉素的提取回收率。

化合物	提取回收率 (%)	CV (%)
氯霉素	87.6	4.1

### 总结

本方法针对水产品中氯霉素残留问题，在 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统上建立了简单快速测定水产品中氯霉素的 LC-MS/MS 方法。该方法灵敏度完全满足 GB20756-2006 要求，样品处理简单快速，提取回收率高，保证水产品中氯霉素的准确测定，为检测工作者提供可靠的技术支持，从而保证广大人民的饮食安全。

# SCIEX Triple Quad™ 3500系统快速测定水产品中硝基呋喃类代谢物的残留

---完全满足GB 21311-2007、农业部783-1-2006和农业部781-4-2006标准要求

翟南南，贾彦波，靳文海

SCIEX，中国

硝基呋喃类药物因为价格较低且效果好，而广泛应用于畜禽及水产养殖业，以治疗由大肠杆菌或沙门氏菌引起的肠炎、疥疮、赤鳍病、溃疡病等。由于硝基呋喃类药物及其代谢物对人体有致癌、致畸胎副作用，个别国家已经禁止硝基呋喃类药物在畜禽及水产动物食品中使用，并严格执行对水产品中硝基呋喃的残留检测。中华人民共和国农业部于2002年12月24日发布的公告第235号及于2005年10月28日发布的公告第560号，硝基呋喃类药物为在饲养过程中禁止使用的药物，在动物性食品中不得检出。自此，在动物饲养过程中使用硝基呋喃类药物成为非法行为。

常见的硝基呋喃类药物有以下4种：呋喃唑酮、呋喃它酮、呋喃妥因、呋喃西林。由于硝基呋喃类原型药在生物体内代谢迅速，而其代谢产物（分别为AOZ、AMOZ、AHD、SEM）和蛋白质结合相当稳定，故常利用代谢物的检测来反应硝基呋喃类药物的残留状况。

本文在SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统上，建立了硝基呋喃类代谢物的准确定量方法，为动物源性食品中硝基呋喃类化合物残留问题提供了简单快速的解决方案。

方法具有以下特点：

1. 方法灵敏度高：本方法定量限为0.05 μg/kg，优于GB方法10倍（GB 21311-2007、农业部783-1-2006和781-4-2006定量限均为0.5 μg/kg）
2. 方法提取回收率在70%-120%之间，保证实际样品检测的准确可靠

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统



## 样品前处理

### 水解和衍生化

- 称量均质后的样品2 g于50 mL离心管中
- 加入0.05 mL混合同位素内标（100 ng/mL），涡旋30秒
- 加入5 mL盐酸溶液（0.2 mol/L）和0.2 mL 2-硝基苯甲醛溶液（0.05 mol/L），涡旋振荡30秒，于恒温水浴中37℃衍生化16小时

### 提取净化

- 取出离心管冷却至室温，加入3~5 mL磷酸氢二钾溶液（1.0 mol/L），调节pH至7.0~7.5
- 加入4 mL乙酸乙酯，涡旋振荡1分钟

- 6000 rpm转速下，离心5分钟
- 取上清液2 mL至10 mL干净玻璃管中，再向残渣中加入4 mL乙酸乙酯，涡旋振荡1分钟
- 6000 rpm转速下，离心5分钟
- 取上清液3 mL合并至上述10 mL玻璃管中，合并上清于40°C氮气下吹干
- 1 mL乙腈/水=1/9 (v/v) 复溶后进行LC-MS/MS分析

### 液相方法

色谱柱： Phenomenex Kinetex C18  
50 × 3.0 mm, 2.6 μm

流动相： A: 水 (2 mM 乙酸铵) ;  
B: 乙腈  
梯度洗脱

流速： 0.4 mL/min;

柱温： 40°C;

进样量： 20 μL

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	97	3
1.00	97	3
6.00	40	60
6.50	5	95
7.00	5	95
7.10	97	3
9.00	97	3

### 质谱方法

离子源： ESI 源，正离子模式

离子源参数：

IS 电压 : 5500 V      气帘气 CUR: 20 psi

雾化气 GS1: 50 psi      辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 550°C      碰撞气 CAD: 9 psi

表1. 硝基咪唑类代谢物及同位素内标质谱参数。

Compound	Q1	Q3	DP	CE
AOZ	236.1	133.9	80	17
		103.9	80	31
AOZ-D4	240.0	134.0	80	17
AHD	249.2	134.1	80	17
		104.1	80	27
AHD-13C3	252.0	134.0	80	17
SEM	209.2	166.2	80	14
		192.1	80	16
SEM-13C-15N2	212.0	168.0	80	14
AMOZ	335.2	291.1	80	17
		262.2	90	23
AMOZ-D5	340.0	296.0	80	17

### 实验结果

1. 硝基咪唑类代谢物的典型色谱图。

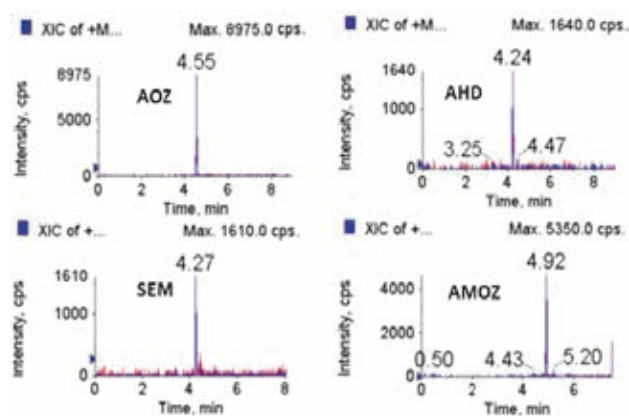


图1. 标准曲线0.05 μg/kg浓度下各物质提取离子流图。

2. 线性范围：各物质在0.05-5.0 μg/kg线性良好 (r > 0.99) , 保证不同浓度水平样品的准确定量。

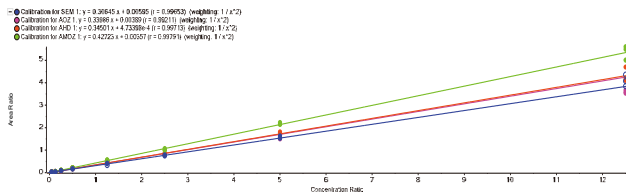


图2. 硝基咪唑类代谢物线性曲线。

3. 重现性好：本方法0.05 μg/kg浓度下，各化合物的CV%<5.42%，重现性好，保证定量的准确性。

Row	Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV
1	SEM 1	0.0500	4 of 4	0.0500	0.0015	3.07
2	AOZ 1	0.0500	4 of 4	0.0500	0.0010	2.06
3	AHD 1	0.0500	4 of 4	0.0500	0.0027	5.42
4	AMOZ 1	0.0500	4 of 4	0.0500	0.0015	3.06

图3. 鱼肉基质中硝基咪唑类代谢物重现性结果（0.05 μg/kg）。

4. 提取回收率高：在本方法条件下，4个化合物的提取回收率在94.5%-101.7%之间，可真正用于实际样品检测。

表2. 硝基咪唑类代谢物的提取回收率。

化合物	AOZ	AHD	SEM	AMOZ
提取回收率	98.9	101.7	94.5	101.2
CV%	3.6	1.9	1.5	4.2

## 总结

本方法针对动物源性食品中硝基咪唑类化合物残留问题，在 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统上建立了硝基咪唑类代谢物的快速准确的 LC-MS/MS 检测方法。该方法灵敏度优于 GB 方法 10 倍，完全满足 GBT21311-2007、农业部 783-1-2006 和 781-4-2006 的定量限要求。且该方法的提取回收率高，可保证真实样品测定的准确性。

特别说明：如果在实际检测过程中，只是 SEM 超标，可能并不是咪唑西林问题，需要进一步确证。

# SCIEX Triple Quad™ 3500系统快速测定水产品中磺胺类和喹诺酮类化合物的残留

翟南南，贾彦波，靳文海

SCIEX，中国

磺胺类和喹诺酮类药物为常见的合成抗生素，因为其有效性和廉价性被广泛用于畜禽和水产养殖中。因为使用广泛，用量较大，所以残留现象严重。通过任何途径摄入这些抗生素都会在人体中蓄积，磺胺类残留会破坏人体造血功能，喹诺酮类残留具有潜在的致癌性和遗传毒性。这将危害广大人民的饮食安全问题。

我国对水产品中磺胺类和喹诺酮类药物的限量有明确的要求，因此水产品中必须对这两类药物残留进行检测，且检测量大，检测要求高。我国现有的磺胺类检测依据为农业部1025-23-2008，定量限为 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；喹诺酮类检测依据为 GB 20366-2006，定量限为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和两类药物同时测定的农业部 1077 号公告 -1-2008，定量限为 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本文针对磺胺类和喹诺酮类药物残留检测的高要求，在 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上，建立了两类药物同时测定的准确定量方法，为水产品中磺胺类和喹诺酮类药物残留问题提供了简单快速的解决方案。

方法具有以下特点：

1. 方法灵敏度高：本方法磺胺类和喹诺酮类化合物的定量限均为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，优于农业部1025-23-2008方法定量限5倍，优于喹诺酮GB 20366-2006方法定量限10倍，优于农业部1077号公告-1-2008方法定量限20倍
2. 方法提取回收率在70%-120%之间，保证实际样品检测的准确可靠

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统



## 样品前处理

- 称量均质后的样品（鱼肉样品2.5 g）于15 mL离心管中
- 加入5 mL 5%高氯酸，涡旋1分钟
- 10000 rpm转速下，离心10分钟
- 全部上清液进行SPE富集、净化
- 洗脱液 $\text{N}_2$ 下吹干
- 0.5 mL 甲醇/水=1/9 (v/v) 定溶后进行LC-MS/MS分析

## 液相方法

色谱柱： Phenomenex Kinetex C18  
50 × 3.0 mm, 2.6  $\mu\text{m}$

流动相： A：水（0.1% 甲酸）；  
B：甲醇（0.1% 甲酸）  
梯度洗脱

流速： 0.4 mL/min；

柱温： 40°C；

进样量： 20  $\mu\text{L}$

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	97	3
1.10	97	3
3.50	70	30
4.50	70	30
6.40	25	75
6.46	5	95
8.20	5	95
8.21	97	3
9.50	97	3

### 质谱方法

离子源: ESI 源, 正离子模式

离子源参数:

IS 电压 : 5500 V      气帘气 CUR: 20 psi

雾化气 GS1: 50 psi      辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 550°C      碰撞气 CAD: 9 psi

### 实验结果

#### 1. 磺胺类和喹诺酮类化合物的典型色谱图。

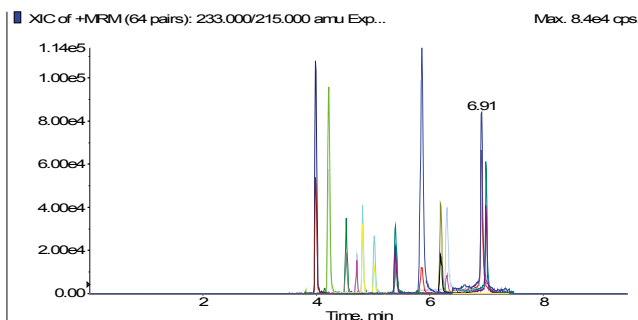


图1. 鱼肉基质中1 µg/kg浓度下各物质提取离子流图。

2. 线性范围: 各物质在0.1-10.0 µg/kg线性良好 (r > 0.99), 保证不同浓度水平样品的准确定量。

表1. 磺胺类和喹诺酮类化合物质谱参数。

Compound	Q1	Q3	DP	CE
磺胺二甲(基)嘧啶 Sulfamethazine	279.1	186.1	60	23
		156.0	60	27
磺胺多辛 Sulfadoxine	311.1	156.1	70	30
		108.2	70	37
磺胺间二甲氧嘧啶 Sulfadimethoxine	311.1	156.1	70	28
		218.0	70	28
磺胺甲基异恶唑 Sulfamethoxazole	254.1	156.0	65	22
		108.0	65	36
苯酰磺胺 Sulfabenzamide	277.1	156.0	60	19
		108.0	60	32
磺胺喹恶啉 Sulfaquinoxaline	301.1	156.0	80	24
		108.0	80	36
三甲氧苄胺嘧啶 Trimethoprim	291.1	230.1	95	33
		123.1	95	34
磺胺苯吡唑 Sulfaphenazole	315.0	156.0	90	27
		108.0	90	40
洛美沙星 Lomefloxacin	352.0	265.0	80	33
		308.1	80	28
萘啶酸 Nalidixic acid	233.0	215.0	68	18
		187.0	68	34
氟甲喹 Flumequin	262.1	244.1	77	23
		202.1	77	42

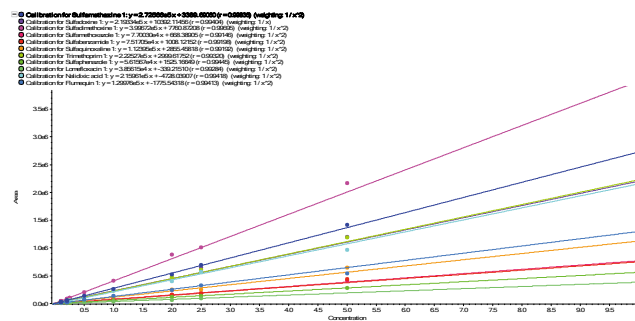


图2. 磺胺类和喹诺酮类化合物线性曲线。

3. **重现性好**：本方法0.1 µg/kg浓度下，各化合物的CV<5.73%，重现性好，保证定量的准确性。

Row	Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV
1	Sulfamethoxazole 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0051	5.08
2	Sulfadiazine 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0057	5.70
3	Sulfamethoxazole 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0048	4.81
4	Sulfamethoxazole 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0049	4.87
5	Sulfabenzamide 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0055	5.50
6	Sulfaguanazine 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0052	5.22
7	Trimethoprim 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0044	4.37
8	Sulfamerazine 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0036	3.64
9	Lomefloxacin 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0048	4.77
10	Nalidixic acid 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0058	5.78
11	Flumequin 1	0.1000	3 of 3	0.1000	0.0029	2.88

图3. 鱼肉组织中磺胺类、喹诺酮类化合物重现性结果（0.1 µg/kg）。

4. **提取回收率高**：在本方法条件下，11个化合物的提取回收率在71.2%-116.4%之间（0.25 µg/kg），可真正用于实际样品检测。

化合物	提取回收率 (%)	CV (%)
磺胺二甲(基)嘧啶	71.2	5.0
磺胺多辛	84.6	3.2
磺胺间二甲氧嘧啶	92.8	0.9
磺胺甲基异恶唑	92.8	0.9
苯酰磺胺	87.2	3.3
磺胺喹恶啉	91.4	1.5
三甲氧苄胺嘧啶	90.1	5.1
磺胺苯吡唑	93.8	5.5
洛美沙星	116.4	2.5
萘啶酸	106.9	1.5
氟甲喹	116.2	5.1

## 总结

本文在 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统上，建立了一套测定水产品中 11 种磺胺类和喹诺酮类药物的 LC-MS/MS 检测方法，该方案完全满足现有 GB 方法的检测标准要求。该方法样品处理简单、快速，方法灵敏度高，定量准确，包括从样品前处理，到 LC-MS/MS 方法，定量方法及结果报告模板详细且完整的实验操作流程，大大节省了方法开发的时间。



# 蔬菜水果中51种农业部例行监测农残的LC-MS/MS分析方法

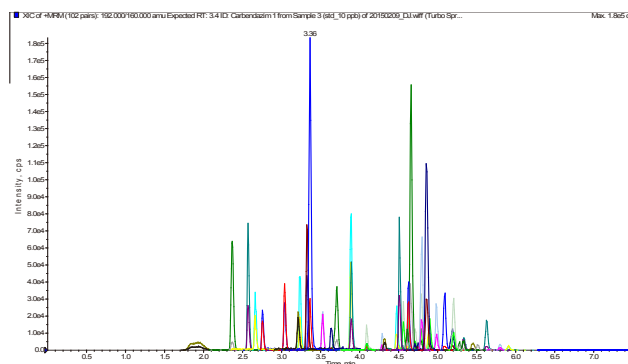
## SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统

贾彦波，程海燕，杨总，李立军，刘华芬  
SCIEX，中国

为确保国民“舌尖上的安全”，农业部建立了农药残留例行监测制度，每年多次监测全国多个城市的蔬菜水果等农产品。在农业部规定的70多种例行监测农残中，有51种农药适用于液质联用（LC-MS/MS）分析，本方法可用于同时分析蔬菜水果中51种农业部例行监测的农残。

### 方法特点：

1. 此方法同时分析51种农药，分析时间仅7.5 min，大大节省了样品分析时间。
2. 样品前处理采用国际通用的QuEChERS（AOAC 2007.1）方法，样品处理简单、干净。（QuEChERS试剂由Agela公司提供）
3. 该方法建立在SCIEX Triple Quad™ 3500, SCIEX Triple Quad™ 4500系统上，经韭菜、豆角和草莓3种基质验证，可真正地用于实际样品的检测。
4. 连续分析15小时120个样品，数据统计结果显示，仪器分析结果稳定可靠。
5. 现成方法包括所有样品处理方法介绍，标准曲线配制方法介绍，数据采集方法，定量分析方法和报告模板。应用于中文Cl liquid™软件中，简单、易上手，客户省去实验方法开发，直接应用方法分析样品，让初学者很快可以得到专家级的结果。



**Figure 1.** 韭菜基质中0.01 mg/kg农药的色谱图。

51种农药：多菌灵、啶虫脒、吡虫啉、毒死蜱、噻虫嗪、烯酰吗啉、苯醚甲环唑、腐霉利、氟虫腈、三唑磷、丙溴磷、二甲戊灵、克百威、辛硫磷、异菌脲、敌百虫、咪鲜胺、氟啶脲、阿维菌素、氧乐果、除虫脲、甲基异柳磷、敌敌畏、甲胺磷、灭多威、乙酰甲胺磷、啉霉胺、甲萘威、涕灭威亚砷、涕灭威、乐果、3-羟基克百威、涕灭威砷、甲拌磷、甲基对硫磷、杀螟硫磷、倍硫磷、水胺硫磷、对硫磷、三唑酮、二嗪磷、灭幼脲、亚胺硫磷、马拉硫磷、哒螨灵、伏杀硫磷、啉菌酯、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、虫螨腈、甲氧菊酯、联苯菊酯

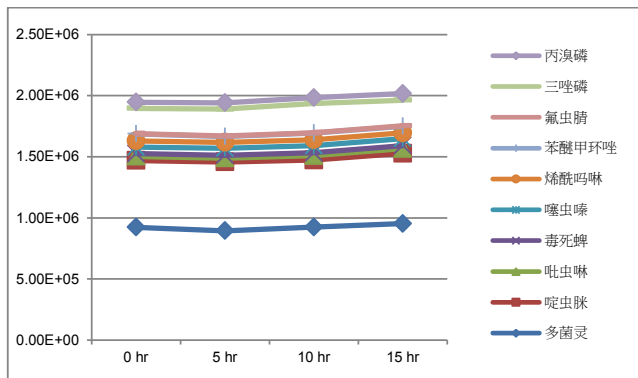


Figure 2. 连续分析15小时典型农药的峰面积变化图。

Table 1. 在韭菜基质中，典型农药的回收率和线性相关系数。

分析物	空白韭菜基质中加入的浓度						线性相关系数 r
	0.01 mg/kg		0.02 mg/kg		0.05 mg/kg		
	% Recovery	% CV	% Recovery	% CV	% Recovery	% CV	
多菌灵	71.0	0.8	82.0	4.1	81.2	4.1	0.9995
啶虫脒	95.8	1.0	96.8	1.2	98.3	0.4	0.9995
吡虫啉	92.8	4.3	97.2	2.0	99.2	4.5	0.9996
毒死蜱	88.6	3.7	92.5	3.0	89.4	0.9	0.9984
噻虫嗪	83.0	3.3	91.6	3.8	90.9	4.3	0.9995
烯酰吗啉	92.4	5.5	94.3	8.3	86.8	1.0	0.9956
苯醚甲环唑	88.5	12.2	92.6	4.0	89.1	2.2	0.9990
氟虫腈	103.1	5.3	106.6	4.8	102.7	3.0	0.9998
三唑磷	96.3	2.0	95.8	4.4	91.3	6.6	0.9993
丙溴磷	101.0	8.1	95.0	5.6	92.9	3.6	0.9996

# 水中215种农药残留的LC-MS/MS快速定量和筛查方法

## SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统

翟南南, 贾彦波, 靳文海

SCIEX, 中国

农药是重要的生产资料, 在农业生产中发挥了积极的作用, 目前对于大多数病虫害而言, 使用农药仍是最有效和不可替代的防治方法。但是, 随着农药使用量和使用年限的增加, 农药残留逐渐加重, 对生态环境的破坏也越来越严重。为了实现可持续发展, 解决农药污染问题, 国家已经出台相关政策, 但环境中农药残留问题的解决不是一朝一夕之事, 在问题得到彻底解决之前, 如何做好对农药残留的监测, 成为保障人们安全健康生活构建环境友好型社会的关键。

本文主要针对水环境中农药残留问题, 在 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上, 建立了 215 种农药的快速筛查方法, 为水环境中农药残留问题提供了简单快速的解决方案。

本方法具有以下特点:

1. 本方法一针进样同时分析215种农药, 分析时间仅20分钟, 大大提高了通量
2. 本方法提供了215种农药质谱条件、液相条件以及保留时间, 大大节省进行方法开发时间, 提高工作效率
3. 样品前处理简单、水样品直接进样, 无需富集, 简单、快速, 省时、省力

### 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统

### 样品前处理

水样直接进样分析



### 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex Biphenyl

( 100 × 3.0 mm, 2.6 μm )

流动相: A: 水 ( 5 mM 甲酸铵 );

B: 乙腈 ( 5 mM 甲酸铵 )

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 50 μL

梯度洗脱:

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	95	5
0.50	95	5
3.00	40	60
7.00	20	80
15.0	10	90
16.0	5	95
16.5	3	97
17.0	3	97
17.1	95	5
20.0	95	5

### 质谱方法

离子源：ESI源，正离子模式

离子源参数：

IS电压：5500 V      气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GS1: 50 psi      辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 300°C      碰撞气 CAD: Medium

备注：各化合物质谱参数见附表

### 实验结果

- 215种农药的典型色谱图
- 该方法的重现性好，可放心用于实际样品测定

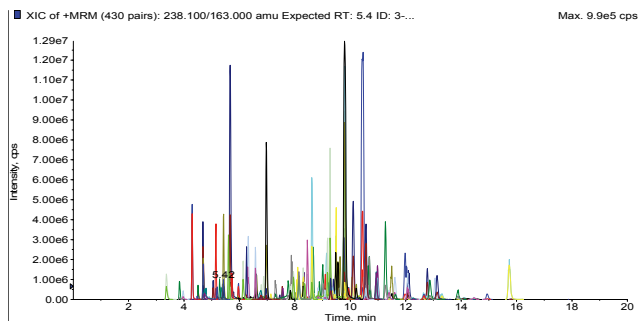


图1. 水中215种农药的色谱图 (1 µg/L)

- 实际样品测定：通过本方法对某地表水进行农药残留筛查，结果发现3-羟基克百威，进而对其进行定量。测定出的浓度为0.017 µg/L。

表1. 0.5 µg/L浓度下典型化合物重现性值

Row	Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV
1	Aibenzazole 1	0.50000	3 of 3	1.534e6	3.950e4	2.59
2	Aldicarb Sulfone 1	0.50000	3 of 3	2.425e6	1.552e4	3.40
3	anilox 1	0.50000	3 of 3	3.280e6	5.965e4	1.82
4	Baclofen 1	0.50000	3 of 3	2.008e6	1.296e4	0.65
5	Carbendazim 1	0.50000	3 of 3	2.843e7	3.148e5	1.10
6	Carbofuran 1	0.50000	3 of 3	4.411e6	2.363e5	5.40
7	Difenoconazole 1	0.50000	3 of 3	5.162e6	1.911e5	3.70
8	Epoconazole 1	0.50000	3 of 3	8.355e5	3.586e4	3.71
9	Fenhexamid 1	0.50000	3 of 3	2.406e6	4.854e3	2.56
10	Hexaconazole 1	0.50000	3 of 3	3.617e6	1.836e4	4.74
11	Isazox 1	0.50000	3 of 3	4.837e6	1.916e5	3.96
12	Mefenacet 1	0.50000	3 of 3	1.059e6	1.627e4	1.54
13	Nitenpyram 1	0.50000	3 of 3	1.403e5	3.672e3	2.51
14	Oxadiazyl 1	0.50000	3 of 3	2.616e6	7.743e4	3.07
15	Permethrin 1	0.50000	3 of 3	3.145e6	4.913e3	1.56
16	Procarb 1	0.50000	3 of 3	2.071e6	1.448e4	0.70
17	Quinalphos-H 1	0.50000	3 of 3	1.295e6	4.542e4	3.51
18	Rifenone 1	0.50000	3 of 3	2.162e6	3.890e3	4.02
19	spinetoram 1	0.50000	3 of 3	2.184e4	3.663e2	1.68
20	Teflufenuron 1	0.50000	3 of 3	6.685e4	2.348e3	3.60
21	Tolcloprid 1	0.50000	3 of 3	1.016e6	5.490e3	5.38
22	Triprophos 1	0.50000	3 of 3	1.323e7	4.371e5	2.25
23	Thiophanate 1	0.50000	3 of 3	1.320e6	8.345e4	4.76
24	Vandilothion 1	0.50000	3 of 3	8.360e5	2.498e4	2.99
25	Zoxenide 1	0.50000	3 of 3	1.913e6	4.857e4	2.43

表2. 地表水中3-羟基克百威测定结果

Sample Name	Sample Type	Component Name	Actual Concentration	Area	Calculated Concentration	Accuracy
0.001ppb	Standard	3-Hydroxycarbofura	0.00100	9.872e3	0.001	99.99
0.005ppb	Standard	3-Hydroxycarbofura	0.00500	2.108e4	0.005	100.48
0.01ppb	Standard	3-Hydroxycarbofura	0.01000	3.488e4	0.010	99.82
0.05ppb	Standard	3-Hydroxycarbofura	0.05000	1.402e5	0.048	96.16
0.1ppb	Standard	3-Hydroxycarbofura	0.10000	2.845e5	0.101	101.06
0.5ppb	Standard	3-Hydroxycarbofura	0.50000	1.367e6	0.508	105.66
1ppb	Standard	3-Hydroxycarbofura	1.00000	2.326e6	0.968	96.75
Sample	Unknown	3-Hydroxycarbofura	N/A	5.493e4	0.017	N/A

### 总结

本方法针对水环境中农药残留问题，在 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上建立了一套测定水中 215 种农药的 LC-MS/MS 快速定量和筛查检测方法。该方法能够实现一针进样，20 分钟内检测 215 种农药，且该方法样品无需前处理直接进样分析，大大提高了工作效率以及实验通量。

附表：215种农药的质谱参数及保留时间

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
3-羟基克百威	238.1	163.0	86	21	5.43
3-Hydroxycarbofuran	238.1	181.0	86	16	5.43
乙酰甲胺磷	184.1	143.0	46	25	3.83
Acephate	184.1	125.0	46	13	3.83
啶虫脒	223.2	126.1	76	29	6.31
Acetamiprid	223.2	99.1	76	47	6.31
乙草胺	270.2	133.1	36	47	9.64
Acetochlor	270.2	148.0	36	29	9.66
丙硫多菌灵	266.1	234.1	80	35	8.1
Albendazole	266.1	191.0	80	35	8.1
涕灭威	116.1	89.0	25	14	6.1
Aldicarb	116.1	70.0	25	14	6.1
涕灭威砒	240.1	148.0	36	19	4.69
Aldicarb Sulfone	240.1	76.0	36	19	4.69
涕灭威亚砒	207.2	132.0	51	11	4.51
Aldicarb-sulfoxid	207.2	88.9	51	19	4.51
莠灭净	228.1	186.1	91	21	7.88
Ametryn	228.1	96.0	91	35	7.88
敌菌灵	277.0	153.1	91	33	8.8
Anilazine	277.0	178.0	91	33	8.8
莎稗磷	368.0	125.0	61	45	10.98
Anilofos	368.0	170.9	61	31	10.98
莠去津	216.2	104.0	66	41	6.88
Atrazine	216.2	174.0	66	25	6.88
阿维菌素	890.5	145.1	81	53	14.77
Avermectin	890.5	305.2	81	37	14.77
保棉磷	318.1	132.1	51	21	10.11
Azinphos-methyl	318.1	124.9	51	25	10.11
啉菌酯	404.1	372.1	71	19	10.49
Azoxystrobin	404.1	344.1	71	27	10.44
苯霜灵	326.2	148.2	71	29	10.93
Benalaxyl	326.2	91.1	71	49	10.93
丙硫克百威	411.2	195.1	70	30	12.74
Benfuracarb	411.2	252.1	70	19	12.73
苄嘧磺隆	411.2	149.0	71	29	9.5
Bensulfuron-methyl	411.2	182.0	71	27	9.5
苯螨特	364.0	105.0	41	35	12.22
Benzoximate	364.0	199.0	41	17	12.21
联苯胼酯	301.1	170.1	75	32	9.35
Bifenazate	301.1	152.1	75	35	9.34
联苯菊酯	440.2	181.1	46	19	15.8
Bifenthrin	440.2	166.1	46	59	15.81
生物吡啶菊酯	339.2	128.0	76	63	14.58
Bioresmethrin	339.2	143.1	76	37	14.58
联苯三唑醇	338.0	70.0	56	25	9.96
Bitertanol	338.0	269.0	56	15	9.98

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
啶酰菌胺	343.0	307.0	111	27	8.89
Boscalid	343.0	140.0	111	27	8.89
噻嗪酮	306.2	201.1	66	17	11.61
Buprofezin	306.2	116.2	66	21	11.61
仲丁灵	296.2	240.1	46	19	13.27
Butralin	296.2	222.1	46	30	13.27
硫线磷	271.1	130.8	56	33	10.05
Cadusafos	271.1	158.9	56	21	10.05
甲萘威	202.1	145.0	86	15	7.01
Carbaryl	202.1	127.0	86	45	7.02
多菌灵	192.2	160.2	76	27	5.68
Carbendazim	192.2	132.1	76	41	5.67
克百威	222.2	123.1	66	29	6.97
Carbofuran	222.2	165.2	66	15	6.97
氯虫苯甲酰胺	484.0	452.9	28	23	8.46
Chlorantraniliprole	484.0	286.0	28	40	8.46
灭幼脲	309.0	156.0	75	20	9.75
Chlorbenzuron	309.0	139.0	75	44	9.75
杀虫脒	197.1	117.1	75	39	6.63
Chlordimeform	197.1	89.0	75	71	6.63
虫螨腈	408.0	221.0	80	16	14.66
Chlorfenapyr	408.0	250.0	80	16	14.66
氟啶脲	540.0	158.0	111	27	13.34
Chlorfluazuron	540.0	383.0	111	27	13.34
绿麦隆	213.1	72.0	59	33	6.78
Chlorotoluron	213.1	140.1	59	32	6.78
毒死蜱	350.0	197.9	82	29	12.78
Chlorpyrifos	350.0	96.9	82	49	12.78
甲基毒死蜱	321.9	124.9	66	29	11.45
Chlorpyrifos-methyl	321.9	289.8	66	23	11.45
醚磺隆	414.0	183.0	36	23	6.59
Cinosulfuron	414.0	414.0	36	5	6.58
烯草酮	360.0	164.0	81	25	8.69
Clethodim	360.0	268.0	81	17	8.7
四螨嗪	303.0	138.0	96	21	11.63
Clofentezine	303.0	102.0	96	47	11.63
异噁草酮	240.1	125.0	80	27	8.61
Clomazone	240.1	89.1	80	65	8.61
噻虫胺	250.0	169.1	71	17	5.25
Clothianidin	250.0	132.0	71	21	5.25
蝇毒磷	363.0	227.0	100	36	13.3
Coumaphos	363.0	307.0	100	25	13.31
氰霜唑	325.0	108.0	76	19	10.13
Cyazofamid	325.0	261.0	76	15	10.13
氰氟草酯	375.1	256.1	50	21	12.45
Cyhalofop-butyl	375.1	120.0	50	50	12.45
霜脲氰	199.0	128.0	81	13	5.82
Cymoxanil	199.0	111.0	81	25	5.82

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
氯氰菊酯 Cypermethrin	433.2 433.2	191.0 416.1	41 41	21 13	15.19 15.19
环丙唑醇 Cyproconazole	292.2 292.2	70.2 125.2	76 76	33 37	8.28 8.28
灭蝇胺 Cyromazine	167.2 167.2	85.1 68.2	81 81	27 45	3.96 3.96
甜菜安 Desmedipham	318.0 318.0	182.0 136.0	71 56	19 33	7.59 7.6
丁醚脲 Diafenthiuron	385.1 385.1	329.1 278.1	90 90	27 45	12.64 12.64
二嗪磷 Diazinon	305.0 305.0	169.0 153.0	80 80	27 28	9.8 9.8
敌敌畏 Dichlorvos	221.0 221.0	109.0 127.0	70 70	23 25	6.25 6.25
乙霉威 Diethofencarb	268.0 268.0	226.0 180.0	71 71	15 23	8 8
苯醚甲环唑 Difenoconazole	406.1 406.1	251.0 337.0	120 120	37 23	11.99 11.99
野燕枯 Difenzoquat methylsulfate	249.1 249.1	193.1 118.1	80 80	35 35	7.7 7.7
除虫脲 Diflubenzuron	311.0 311.0	158.2 141.2	66 66	19 47	9.26 9.25
氟吡啶草胺 Diflufenican	395.0 395.0	266.0 246.0	56 51	33 45	10.48 10.48
啶草丹 Dimepiperate	264.2 264.2	119.0 145.9	36 36	25 13	11.66 11.66
精二甲吩草胺 Dimethenamide-P	275.9 275.9	244.1 168.1	10 10	20 34	9.14 9.14
乐果 Dimethoate	230.0 230.0	125.0 199.1	61 61	29 13	5.6 5.6
烯酰吗啉 Dimethomorph	388.2 388.2	301.1 165.2	86 86	25 45	10.13 10.13
烯唑醇 Diniconazole	326.0 326.0	70.0 159.0	91 91	45 39	9.25 9.25
呋虫胺 Dinotefuran	203.1 203.1	114.1 129.0	65 65	18 35	4.47 4.47
敌草隆 Diuron	233.1 233.1	72.0 46.1	76 76	33 31	6.87 6.88
敌瘟磷 Edifenphos	311.0 328.0	283.0 283.0	41 41	14 14	10.57 10.56
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 Emamectin Benzoate	886.5 886.5	158.1 126.1	150 150	40 75	14.11 14.1
氟环唑 Epoxiconazole	330.0 330.0	121.0 101.0	76 76	27 63	9.78 9.78
乙硫磷 Ethion	385.0 385.0	199.1 171.0	31 31	17 23	12.99 12.99
乙虫腓 Ethiprole	397.3 397.3	350.9 255.2	101 101	29 49	7.55 7.55

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
乙啶酚 Ethirimol	210.2 210.2	140.1 98.1	101 101	31 39	6.62 6.62
灭线磷 Ethoprophos	243.0 243.0	131.0 97.0	51 51	29 41	9.1 9.09
乙氧磺隆 Ethoxysulfuron	399.0 399.0	218.0 261.0	56 56	35 25	7.31 7.31
乙螨唑 Etoxazole	360.1 360.1	141.0 57.2	96 96	45 45	13.06 13.06
噁唑菌酮 Famoxadone	392.0 392.0	331.0 238.0	51 56	15 23	11.17 11.17
烯肟菌胺 Fenaminstrobin	434.1 434.1	171.0 116.0	80 80	35 35	12.76 12.76
苯线磷 Fenamiphos	304.2 304.2	217.1 202.0	77 77	31 45	9.18 9.18
氯苯啶啉醇 Fenarimol	331.0 331.0	268.0 81.0	86 86	31 47	9.1 9.1
啶螨醚 Fenazaquin	307.0 307.0	161.0 147.0	81 81	31 25	14.25 14.25
腈苯唑 Fenbuconazole	337.0 337.0	125.0 70.0	81 81	37 33	9.96 9.96
环酰菌胺 Fenhexamid	302.0 302.0	97.0 55.0	101 101	33 57	8.55 8.55
杀螟硫磷 Fenitrothion	278.1 278.1	125.0 109.0	85 85	27 23	9.69 9.69
仲丁威 Fenobucarb	208.0 208.0	95.0 152.0	46 46	21 13	7.56 7.56
苯硫威 Fenothiocarb	254.1 254.1	72.1 160.2	61 61	35 14	10.49 10.48
精噁唑禾草灵 Fenoxaprop-P-ethyl	362.1 362.1	288.1 119.1	71 71	23 40	12.3 12.3
甲氰菊酯 Fenpropathrin	367.2 367.2	125.1 350.1	41 41	23 11	14.07 14.07
丁苯吗啉 Fenpropimorph	304.0 304.0	147.0 117.0	86 86	39 71	12.07 12.08
啶螨酯 Fenpyroximate	422.0 422.0	366.1 135.1	76 76	23 43	14.94 14.94
倍硫磷 Fenthion	279.1 279.1	169.0 247.0	78 78	23 18	10.69 10.69
氟虫腓 Fipronil	454.0 454.0	368.1 290.1	50 50	33 42	7.9 7.9
氟啶虫酰胺 Fonicamid	230.1 230.1	203.1 174.0	75 75	35 35	4.77 4.77
氟苯虫酰胺 Flubendlamide	700.0 700.0	407.9 273.9	46 46	19 47	8.95 8.95
咯菌腈 Fludioxonil	266.1 266.1	158.0 185.1	80 80	35 35	7.62 7.62
氟虫脲 Flufenoxuron	489.1 489.1	158.2 141.2	101 101	25 65	12.19 12.19

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
丁虫脞 Flufiprole	491.0 491.0	405.0 422.0	80 80	35 35	8.68 8.68
唑啉磺草胺 Flumetsulam	326.1 326.1	129.2 109.0	61 61	33 77	5.39 5.39
氟吗啉 Flumorph	372.1 372.1	285.0 164.9	120 120	30 42	9 9
氟吡菌胺 Fluopicolide	382.9 382.9	172.9 364.9	50 50	35 23	8.84 8.83
氟吡菌酰胺 Fluopyram	397.1 397.1	173.0 208.0	81 81	43 31	8.33 8.32
氟硅唑 Flusilazole	316.0 316.0	247.0 165.0	81 81	25 35	9.56 9.56
氟酰胺 Flutolanil	324.1 324.1	262.1 242.1	109 109	27 34	8.3 8.3
粉唑醇 Flutriafol	302.0 302.0	123.0 109.0	81 81	39 43	7.45 7.45
地虫硫磷 Fonofos	247.0 247.0	109.1 201.0	50 50	25 20	10.15 10.15
氟吡啶 Forchlorfenuron	248.0 248.0	129.1 93.1	72 72	25 48	6.79 6.79
氟吡甲禾灵 Haloxyp-methyl	376.0 376.0	316.0 288.0	10 33	23 33	10.64 10.64
己唑醇 Hexaconazole	314.0 314.0	70.0 159.0	76 66	39 37	9.07 9.07
氟铃脞 Hexaflumuron	461.1 461.1	158.2 141.1	76 76	25 65	10.61 10.61
噻嗪酮 Hexythiazox	353.0 353.0	228.0 168.0	96 96	21 33	13.86 13.86
抑霉唑 Imazalil	297.1 297.1	159.2 201.0	81 81	35 23	10.31 10.31
咪唑啉啉酸 Imazaquin	312.1 312.1	267.1 252.0	70 70	29 33	5.05 5.05
亚胺唑 Imibenconazole	411.1 411.1	125.1 171.0	86 86	43 29	12.88 12.88
吡虫啉 Imidacloprid	256.2 256.2	209.0 175.2	81 81	23 23	5.96 5.96
茚虫威 Indoxacarb	528.0 528.0	203.0 56.0	116 116	51 55	12.02 12.01
异稻瘟净 Iprobenfos	289.1 289.1	91.2 205.0	11 11	40 14	9.53 9.52
异菌脞 Iprodione	330.1 330.1	245.0 288.0	85 85	21 16	10.11 10.11
氯唑啉 Isazofos	314.0 314.0	162.0 120.0	70 70	22 40	9.5 9.5
水胺硫磷 Isocarbophos	290.0 290.0	231.0 273.0	49 49	16 7	7.71 7.71
甲基异柳磷 Isofenphos-methyl	332.0 332.0	231.0 273.0	20 20	20 9	9.64 9.64

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
稻瘟灵 Isoprothiolane	291.1 291.1	231.1 189.0	35 35	16 30	9.58 9.55
伊维菌素 (依维菌素) Ivermectin	892.6 892.6	307.0 569.3	71 71	37 19	16.65 16.65
醚菌酯 Kresoxim-methyl	314.0 314.0	206.0 116.0	71 71	13 21	10.69 10.69
乳氟禾草灵 Lactofen	479.1 479.1	344.0 223.0	71 71	19 49	12.82 12.82
虱螨脲 Lufenuron	511.1 511.1	158.2 141.2	10 10	25 67	10.71 10.71
丁草胺 Machette	312.2 312.2	162.1 57.1	80 80	35 35	11.93 11.93
马拉硫磷 Malathion	331.0 331.0	127.0 99.0	64 64	17 31	9.27 9.28
双炔酰菌胺 Mandipropamid	412.1 412.1	328.0 356.0	90 90	20 15	9.39 9.4
苦参碱 Matrine	249.2 249.2	148.1 150.1	80 80	35 35	5.92 5.92
苯噻酰草胺 Mefenacet	299.0 299.0	148.1 120.1	60 60	20 35	10.43 10.44
灭锈胺 Mepronil	270.1 270.1	119.1 228.0	80 80	35 35	8.66 8.66
硝磺草酮 Mesotrione	357.0 357.0	228.1 340.1	40 40	35 20	4.44 4.44
氟氟虫脞 Metaflumizone	524.1 524.1	178.1 287.1	41 41	39 41	10.64 10.64
吡唑草胺 Metazachlor	278.1 278.1	209.9 134.2	41 41	15 29	8.3 8.3
甲胺磷 Methamidophos	142.0 142.0	94.0 125.0	71 71	19 17	3.35 3.35
杀扑磷 Methidathion	303.0 303.0	145.0 85.0	56 56	13 28	9.21 9.22
甲硫威 Methiocarb	226.1 226.1	121.1 169.2	61 61	23 13	8.3 8.3
灭多威 Methomyl	163.0 163.0	106.0 88.0	38 38	13 13	5.15 5.15
甲氧虫脞 Methoxyfenozide	369.0 369.0	149.0 133.0	76 76	23 31	8.75 8.74
噻草酮 Metribuzin	215.1 215.1	187.2 84.1	81 81	21 29	6.83 6.83
甲磺隆 Metsulfuron-methyl	382.1 382.1	167.0 199.0	61 61	23 31	5.34 5.34
久效磷 Monocrotophos	224.0 224.0	127.0 98.0	86 86	21 17	4.91 4.9
腈菌唑 Myclobutanil	289.0 289.0	70.0 125.0	71 71	33 41	8.69 8.69
烯啶虫胺 Nitenpyram	271.2 271.2	126.1 237.2	71 71	41 21	5.2 5.2

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
氟酰胺 Novaluron	493.0 493.0	158.1 141.1	91 91	27 69	9.77 9.77
氧乐果 Omethoate	214.0 214.0	124.9 182.8	66 66	29 17	4.29 4.29
噁霜灵 Oxadixyl	279.2 279.2	219.2 132.1	66 66	15 41	7.76 7.76
杀线威 Oxamyl	237.1 237.1	72.0 90.1	43 43	25 11	5 5.02
乙氧氟草醚 Oxyfluorfen	362.1 362.1	237.0 315.9	76 71	35 21	11.8 11.81
多效唑 Paclobutrazol	294.0 294.0	70.0 125.0	71 71	39 49	7.84 7.84
对硫磷 Parathion	292.0 292.0	236.0 264.0	80 80	20 15	10.29 10.26
甲基对硫磷 Parathion-methyl	264.0 264.0	125.0 232.0	85 85	25 23	9.12 9.13
戊菌唑 Penconazole	284.0 284.0	159.0 70.0	81 81	39 29	9.35 9.35
二甲戊灵 Pendimethalin	282.1 282.1	212.0 194.0	45 45	15 25	13.88 13.88
氯菊酯 Permethrin	408.2 408.2	183.1 355.2	50 50	22.3 11.5	16.07 16.07
甜菜宁 Phenmedipham	301.1 301.1	136.0 168.1	70 70	26 14	7.72 7.72
稻丰散 Phenthoate	321.0 321.0	163.1 79.0	51 51	17 51	10.35 10.35
甲拌磷 Phorate	261.0 261.0	75.0 199.0	51 51	21 10	10.34 10.34
伏杀硫磷 Phosalone	368.0 368.0	182.0 322.0	71 71	20 13	12.1 12.1
硫环磷 Phosfolan	256.2 256.2	168.0 139.0	51 51	31 22	6.86 6.86
甲基硫环磷 Phosfolan-methyl	228.0 228.0	168.0 109.0	35 35	21 35	5.73 5.73
亚胺硫磷 Phosmet	318.0 318.0	160.0 133.0	61 61	17 49	10.07 10.08
磷胺 Phosphamidon	300.0 300.0	174.0 126.9	75 75	19 36	6.58 6.58
辛硫磷 Phoxim	299.1 299.1	129.0 77.0	67 67	16 46	10.93 10.93
增效醚 Piperonyl butoxide	356.2 356.2	177.2 119.0	61 61	28 35	12.18 12.18
抗蚜威 Pirimicarb	239.2 239.2	72.1 182.2	73 73	34 21	7.95 7.95
甲基嘧啶磷 Pirimiphos-methyl	306.1 306.1	164.1 108.0	75 75	29 40	10.56 10.56
咪鲜胺 Prochloraz	376.1 376.1	308.0 70.1	61 61	17 37	11.48 11.48

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
腐霉利 Procymidone	301.0 301.0	157.0 113.0	80 80	23 36	8.44 8.44
丙溴磷 Profenofos	373.0 373.0	302.9 345.2	80 80	25 18	11.26 11.26
扑草净 Prometryn	242.2 242.2	200.1 158.1	91 91	19 35	8.45 8.45
霉霜威 Propamocarb	189.0 189.0	102.0 74.0	56 56	24 34	4.73 4.73
敌稗 Propanil	218.1 218.1	127.1 162.1	76 76	37 21	7.13 7.13
炔螨特 Propargite	368.0 368.0	231.0 175.0	46 46	17 21	13.26 13.25
丙环唑 Propiconazole	342.1 342.1	159.1 69.1	86 86	43 33	10.52 10.52
炔苯酰草胺 Propyzamide	256.0 256.0	172.9 190.0	56 56	31 21	7.83 7.84
丙硫菌唑 Prothioconazole	344.0 344.0	189.1 125.1	30 30	28 72	9.29 9.29
吡蚜酮 Pymetrozine	218.0 218.0	105.0 78.0	91 91	27 47	5.29 5.29
吡唑醚菌酯 Pyraclostrobin	388.0 388.0	194.0 163.0	51 51	19 29	12.07 12.07
吡啶磺隆 Pyrazosulfuron-ethyl	415.0 415.0	181.9 138.9	75 75	25 60	6.75 6.76
哒螨灵 Pyridaben	365.0 365.0	147.0 309.0	66 66	31 19	15.74 15.74
啉霉胺 Pyrimethanil	200.0 200.0	107.0 82.0	91 91	33 35	8.36 8.36
吡丙醚 Pyriproxyfen	322.0 322.0	96.0 185.0	66 66	21 29	13.13 13.13
啉硫磷 Quinalphos	299.0 299.0	163.0 147.0	66 66	31 29	10.21 10.21
啉氧灵 Quinoxifen	308.0 308.0	197.0 162.0	61 61	43 57	12.66 12.66
啉禾灵 (精啉禾灵) Quizalofop-ethyl	373.1 373.1	298.9 271.0	79 79	25 33	12.87 12.87
鱼藤酮 Rotenone	395.0 395.0	213.0 192.0	106 106	29 31	14.47 14.47
苯啉磺草胺 Saflufenacil	518.1 518.1	198.0 349.0	46 46	69 45	6.93 6.92
烯禾啶 Sethoxydim	328.1 328.1	178.1 282.2	61 61	25 17	9.34 9.34
西玛津 Simazine	202.1 202.1	132.1 124.3	86 86	25 25	6.27 6.27
乙基多杀菌素 Spinetoram	748.5 748.5	142.2 98.1	86 86	45 109	17.88 17.88
螺螨酯 Spirodiclofen	411.1 411.1	312.9 71.0	88 88	17 35	13.8 13.81



Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
螺虫乙酯 Spirotetramat	374.2 374.2	330.1 216.1	66 66	21 47	9.79 9.79
治螟磷 Sulfotep	323.0 323.0	115.0 171.1	70 70	43 21	9.94 9.94
氟啶虫胺腈 Sulfoxaflor	278.0 278.0	154.0 174.1	55 55	38 13	5.68 5.68
戊唑醇 Tebuconazole	308.0 308.0	70.0 125.0	61 61	39 47	9.09 9.09
虫酰肼 Tebufenozide	353.1 353.1	133.1 297.1	81 81	23 15	9.15 9.15
氟苯脲 Teflubenzuron	381.1 381.1	141.2 158.2	86 86	53 23	11.39 11.39
噻菌灵 (噻苯咪唑) Thiabendazole	202.1 202.1	175.1 131.2	96 96	35 43	6.13 6.14
噻虫啉 Thiacloprid	253.1 253.1	126.1 99.1	81 81	29 57	6.96 6.96
噻虫嗪 Thiamethoxam	292.0 292.0	211.0 181.0	91 91	17 31	5.43 5.43
噻苯隆 Thidiazuron	221.2 221.2	102.1 127.9	86 86	21 21	6.12 6.12
噻吩磺隆 Thifensulfuron-methyl	387.9 387.9	167.1 204.8	76 56	25 33	5.45 5.44
禾草丹(杀草单) Thiobencarb	258.1 258.1	125.0 89.0	69 69	25 67	10.55 10.55

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
唑虫酰胺 Tolfenpyrad	384.2 384.2	197.1 145.0	121 121	37 39	12.27 12.27
三唑酮 Triadimefon	294.0 294.0	197.0 225.0	76 76	21 19	8.62 8.61
三唑醇 Triadimenol	296.1 296.1	70.1 227.2	56 56	19 15	8.61 8.61
醚苯磺隆 Triasulfuron	402.1 402.1	141.0 167.0	61 61	25 31	6.77 6.78
三唑磷 Triazophos	314.0 314.0	119.1 162.0	70 70	47 25	9.8 9.82
敌百虫 Trichlorfon	256.9 256.9	109.1 127.0	86 86	25 25	5.19 5.19
三环唑 Tricyclazole	190.0 190.0	163.1 136.0	89 89	31 37	8.14 8.14
肟菌酯 Trifloxystrobin	409.0 409.0	186.0 206.0	51 51	23 21	11.4 11.4
氟菌唑 Triflumizole	346.0 346.0	278.0 73.0	46 46	17 23	10.23 10.23
杀铃脲 Triflumuron	359.1 359.1	156.2 139.0	71 71	23 43	9.44 9.44
蚜灭磷 Vamidothion	288.0 288.0	146.0 118.0	56 56	17 31	5.64 5.64
苯酰菌胺 Zoxamide	336.1 338.1	186.9 188.7	86 86	29 31	9.29 9.29

# 茶叶中222种农药残留的LC-MS/MS快速定量和筛查方法

SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统

翟南南, 贾彦波, 靳文海

SCIEX, 中国

中国是举世公认的茶之故乡, 是世界上最早发现、栽培、制作和饮用茶的国家。茶叶已成为中国人的“咖啡”, 饮茶不仅是一种习惯, 还反映了一种文化。但在利益的驱使下, 茶叶危机日益明显, 主要凸显于茶叶品质的“毒化”, “农药茶”的屡禁不止, 使得大量茶产品价格下跌甚至拦腰, 无人敢接手, 市场一片怨声。

为保证茶叶质量, 避免茶叶市场危机更大化, 2016年12月18日, 我国农业部等四个部门发布了《食品安全国家标准食品中最大农药残留限量》(GB2763-2016) (已于2017年6月18日正式实施), 其中规定48项农药在茶叶中的限量要求。

本文主要针对茶叶中农药残留问题, 在SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统上, 建立了222种农药的快速筛查方法, 为茶叶中农药残留问题提供了简单快速的解决方案。

本方法具有以下特点:

1. 本方法一针进样同时分析222种农药, 分析时间仅20分钟, 大大提高了通量
2. 本方法提供了222种农药质谱条件、液相条件以及保留时间, 大大节省进行方法开发时间, 提高工作效率
3. 本方法提供了茶叶中样品前处理方法, 提取回收率高, 拿来即用, 节省样品前处理摸索时间

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统



## 样品前处理

- 称量均质后茶叶样品1g
- 加入5 mL水, 涡旋30秒, 浸泡10 min
- 加入10 mL乙腈/水/乙酸=70/29/1 (v/v/v), 涡旋30秒
- 加入QuEChERS提取试剂包, 震荡1 min
- 离心5分钟, 转速6000 rpm
- 取上清液2 mL, 加入QuEChERS净化试剂包, 震荡1 min
- 离心5分钟, 转速6000 rpm
- 取上清液1 mL于氮气下吹干
- 200 μL 乙腈/水=10/90 (v/v) 复溶残渣

## 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex Biphenyl  
(100 × 3.0 mm, 2.6 μm)

流动相: 水 (5 mM 甲酸铵); B: 乙腈 (5 mM 甲酸铵)

流速： 0.4 mL/min；

柱温： 40°C；

进样量： 20  $\mu$ L

梯度洗脱

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	95	5
0.50	95	5
3.00	40	60
7.00	20	80
15.0	10	90
16.0	5	95
16.5	3	97
17.0	3	97
17.1	95	5
20.0	95	5

## 质谱方法

离子源： ESI 源， 正离子模式

离子源参数：

IS 电压： 5500 V      气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GS1: 50 psi      辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 300°C      碰撞气 CAD: Medium

备注： 各化合物质谱参数见附表

## 实验结果

1. 一针进样， 20分钟内测定222种化合物， 分析时间短

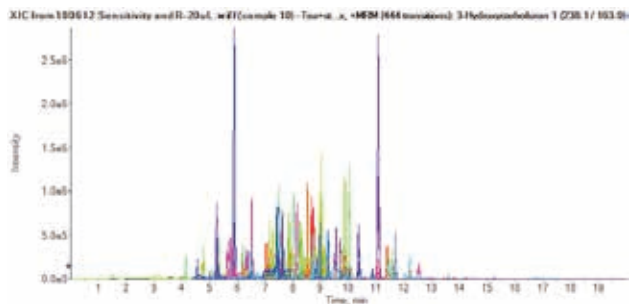


图1. 茶中222种农药的典型色谱图 ( 10  $\mu$ g/L )。

2. 该方法提取回收率高， 95%的化合物的提取回收率>70%

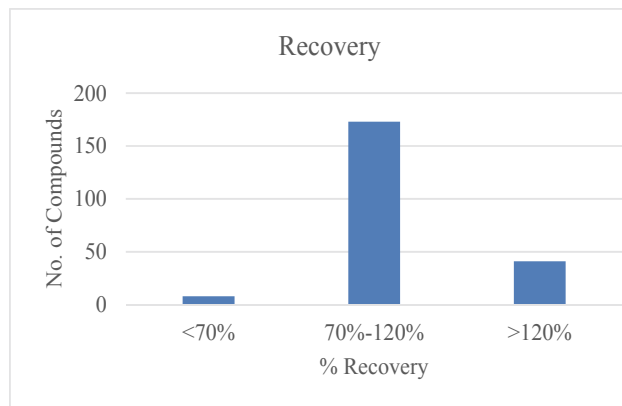


图2. 茶叶中提取回收率统计图。

3. 该方法的重现性好， 可放心用于实际样品测定

表1. 10  $\mu$ g/L浓度下典型化合物重现性值。

Row	Component Name	Sample Name	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV
1	Acetate 1	10ppb	3 of 3	9.275e4	1.877e3	2.03
2	Acetamid 1	10ppb	3 of 3	9.411e4	1.302e3	1.39
3	Bupirone 1	10ppb	3 of 3	1.041e7	3.811e3	3.66
4	Carbamazo 1	10ppb	3 of 3	2.480e6	9.392e3	3.79
5	Carfentan 1	10ppb	3 of 3	6.169e5	2.237e4	4.33
6	Difenoxazole 1	10ppb	3 of 3	1.789e5	1.219e4	6.76
7	Indololpid 1	10ppb	3 of 3	3.113e5	8.899e3	2.86
8	Oxethozate 1	10ppb	3 of 3	8.383e4	5.045e3	6.04
9	Indacifur 1	10ppb	3 of 3	9.546e4	2.517e3	2.65
10	Carbo 1	10ppb	3 of 3	7.172e4	1.624e3	2.28

## 总结

本方法针对茶叶中农药残留问题， 在 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统上建立了一套测定茶叶中 222 种农药的 LC-MS/MS 快速筛查检测方法。 该方法样品前处理采用 QuEChERS 方法， 提取回收率高， 易操作， 重现性好， 可真正用于实际样品中农残的测定。 且该方法一针进样， 20 分钟内同时检测 222 种农药， 高效率高通量。

## 参考文献

1. European Union Reference Laboratory for Pesticide Residues. Pesticide Analysis in Teas and Chamomile by Liquid Chromatography and Gas Chromatography Tandem Mass Spectrometry.

附表 222种农药的质谱参数及保留时间

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
3-羟基克百威	238.1	163.0	86	21	5.43
3-Hydroxycarbofuran	238.1	181.0	86	16	5.43
乙酰甲胺磷	184.1	143.0	46	25	3.83
Acephate	184.1	125.0	46	13	3.83
啶虫脒	223.2	126.1	76	29	6.31
Acetamiprid	223.2	99.1	76	47	6.31
乙草胺	270.2	133.1	36	47	9.64
Acetochlor	270.2	148.0	36	29	9.66
丙硫多菌灵	266.1	234.1	80	35	8.1
Albendazole	266.1	191.0	80	35	8.1
涕灭威	116.1	89.0	25	14	6.1
Aldicarb	116.1	70.0	25	14	6.1
涕灭威砒	240.1	148.0	36	19	4.69
Aldicarb Sulfone	240.1	76.0	36	19	4.69
涕灭威亚砒	207.2	132.0	51	11	4.51
Aldicarb-sulfoxid	207.2	88.9	51	19	4.51
莠灭净	228.1	186.1	91	21	7.88
Ametryn	228.1	96.0	91	35	7.88
敌菌灵	277.0	153.1	91	33	8.8
Anilazine	277.0	178.0	91	33	8.8
莎稗磷	368.0	125.0	61	45	10.98
Anilofos	368.0	170.9	61	31	10.98
莠去津	216.2	104.0	66	41	6.88
Atrazine	216.2	174.0	66	25	6.88
阿维菌素	890.5	145.1	81	53	14.77
Avermectin	890.5	305.2	81	37	14.77
保棉磷	318.1	132.1	51	21	10.11
Azinphos-methyl	318.1	124.9	51	25	10.11
啉菌酯	404.1	372.1	71	19	10.49
Azoxystrobin	404.1	344.1	71	27	10.44
苯霜灵	326.2	148.2	71	29	10.93
Benalaxyl	326.2	91.1	71	49	10.93
丙硫克百威	411.2	195.1	70	30	12.74
Benfuracarb	411.2	252.1	70	19	12.73
苄嘧磺隆	411.2	149.0	71	29	9.5
Bensulfuron-methyl	411.2	182.0	71	27	9.5
苯螨特	364.0	105.0	41	35	12.22
Benzoximate	364.0	199.0	41	17	12.21
联苯肼酯	301.1	170.1	75	32	9.35
Bifenazate	301.1	152.1	75	35	9.34
联苯菊酯	440.2	181.1	46	19	15.8
Bifenthrin	440.2	166.1	46	59	15.81
生物苄呋菊酯	339.2	128.0	76	63	14.58
Bioresmethrin	339.2	143.1	76	37	14.58
联苯三唑醇	338.0	70.0	56	25	9.96
Bitertanol	338.0	269.0	56	15	9.98
啶酰菌胺	343.0	307.0	111	27	8.89
Boscalid	343.0	140.0	111	27	8.89
噻嗪酮	306.2	201.1	66	17	11.61
Buprofezin	306.2	116.2	66	21	11.61
仲丁灵	296.2	240.1	46	19	13.27
Butralin	296.2	222.1	46	30	13.27
硫线磷	271.1	130.8	56	33	10.05
Cadusafos	271.1	158.9	56	21	10.05

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
甲萘威	202.1	145.0	86	15	7.01
Carbaryl	202.1	127.0	86	45	7.02
多菌灵	192.2	160.2	76	27	5.68
Carbendazim	192.2	132.1	76	41	5.67
克百威	222.2	123.1	66	29	6.97
Carbofuran	222.2	165.2	66	15	6.97
氯虫苯甲酰胺	484.0	452.9	28	23	8.46
Chlorantraniliprole	484.0	286.0	28	40	8.46
灭幼脲	309.0	156.0	75	20	9.75
Chlorbenzuron	309.0	139.0	75	44	9.75
杀虫脒	197.1	117.1	75	39	6.63
Chlordimeform	197.1	89.0	75	71	6.63
虫螨腈	408.0	221.0	80	16	14.66
Chlorfenapyr	408.0	250.0	80	16	14.66
氟啶脲	540.0	158.0	111	27	13.34
Chlorfluaazuron	540.0	383.0	111	27	13.34
绿麦隆	213.1	72.0	59	33	6.78
Chlorotoluron	213.1	140.1	59	32	6.78
毒死蜱	350.0	197.9	82	29	12.78
Chlorpyrifos	350.0	96.9	82	49	12.78
甲基毒死蜱	321.9	124.9	66	29	11.45
Chlorpyrifos-methyl	321.9	289.8	66	23	11.45
醚磺隆	414.0	183.0	36	23	6.59
Cinosulfuron	414.0	414.0	36	5	6.58
烯草酮	360.0	164.0	81	25	8.69
Clethodim	360.0	268.0	81	17	8.7
四螨嗪	303.0	138.0	96	21	11.63
Clofentezine	303.0	102.0	96	47	11.63
异噁草酮	240.1	125.0	80	27	8.61
Clomazone	240.1	89.1	80	65	8.61
噻虫胺	250.0	169.1	71	17	5.25
Clothianidin	250.0	132.0	71	21	5.25
蝇毒磷	363.0	227.0	100	36	13.3
Coumaphos	363.0	307.0	100	25	13.31
氟霜唑	325.0	108.0	76	19	10.13
Cyazofamid	325.0	261.0	76	15	10.13
氟氟草酯	375.1	256.1	50	21	12.45
Cyhalofop-butyl	375.1	120.0	50	50	12.45
霜脲氰	199.0	128.0	81	13	5.82
Cymoxanil	199.0	111.0	81	25	5.82
氯氰菊酯	433.2	191.0	41	21	15.19
Cypermethrin	433.2	416.1	41	13	15.19
环丙唑醇	292.2	70.2	76	33	8.28
Cyproconazole	292.2	125.2	76	37	8.28
灭蝇胺	167.2	85.1	81	27	3.96
Cyromazine	167.2	68.2	81	45	3.96
甜菜安	318.0	182.0	71	19	7.59
Desmedipham	318.0	136.0	56	33	7.6
丁醚脲	385.1	329.1	90	27	12.64
Diafenthiuron	385.1	278.1	90	45	12.64
二嗪磷	305.0	169.0	80	27	9.8
Diazinon	305.0	153.0	80	28	9.8
敌敌畏	221.0	109.0	70	23	6.25
Dichlorvos	221.0	127.0	70	25	6.25

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
乙霉威	268.0	226.0	71	15	8
Diethofencarb	268.0	180.0	71	23	8
苯醚甲环唑	406.1	251.0	120	37	11.99
Difenoconazole	406.1	337.0	120	23	11.99
野燕枯	249.1	193.1	80	35	7.7
Difenzoquat methylsulfate	249.1	118.1	80	35	7.7
除虫脲	311.0	158.2	66	19	9.26
Diflubenzuron	311.0	141.2	66	47	9.25
氟吡酰草胺	395.0	266.0	56	33	10.48
Diflufenican	395.0	246.0	51	45	10.48
啶草丹	264.2	119.0	36	25	11.66
Dimepiperate	264.2	145.9	36	13	11.66
精二甲吩草胺	275.9	244.1	10	20	9.14
Dimethenamide-P	275.9	168.1	10	34	9.14
乐果	230.0	125.0	61	29	5.6
Dimethoate	230.0	199.1	61	13	5.6
烯酰吗啉	388.2	301.1	86	25	10.13
Dimethomorph	388.2	165.2	86	45	10.13
烯啶醇	326.0	70.0	91	45	9.25
Diniconazole	326.0	159.0	91	39	9.25
啶虫脒	203.1	114.1	65	18	4.47
Dinotefuran	203.1	129.0	65	35	4.47
敌草隆	233.1	72.0	76	33	6.87
Diuron	233.1	46.1	76	31	6.88
敌瘟磷	311.0	283.0	41	14	10.57
Edifenphos	328.0	283.0	41	14	10.56
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	886.5	158.1	150	40	14.11
Emamectin Benzoate	886.5	126.1	150	75	14.1
氟环唑	330.0	121.0	76	27	9.78
Epoxiconazole	330.0	101.0	76	63	9.78
乙硫磷	385.0	199.1	31	17	12.99
Ethion	385.0	171.0	31	23	12.99
乙虫腓	397.3	350.9	101	29	7.55
Ethiprole	397.3	255.2	101	49	7.55
乙啶酚	210.2	140.1	101	31	6.62
Ethirimol	210.2	98.1	101	39	6.62
灭线磷	243.0	131.0	51	29	9.1
Ethoprophos	243.0	97.0	51	41	9.09
乙氧磺隆	399.0	218.0	56	35	7.31
Ethoxysulfuron	399.0	261.0	56	25	7.31
乙螨唑	360.1	141.0	96	45	13.06
Etoxazole	360.1	57.2	96	45	13.06
噁唑菌酮	392.0	331.0	51	15	11.17
Famoxadone	392.0	238.0	56	23	11.17
烯肟菌胺	434.1	171.0	80	35	12.76
Fenaminstrobin	434.1	116.0	80	35	12.76
苯线磷	304.2	217.1	77	31	9.18
Fenamiphos	304.2	202.0	77	45	9.18
氯苯嘧啶醇	331.0	268.0	86	31	9.1
Fenarimol	331.0	81.0	86	47	9.1
啶螨醚	307.0	161.0	81	31	14.25
Fenzaquin	307.0	147.0	81	25	14.25
腈苯唑	337.0	125.0	81	37	9.96
Fenbuconazole	337.0	70.0	81	33	9.96
环酰菌胺	302.0	97.0	101	33	8.55
Fenhexamid	302.0	55.0	101	57	8.55

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
杀螟硫磷	278.1	125.0	85	27	9.69
Fenitrothion	278.1	109.0	85	23	9.69
仲丁威	208.0	95.0	46	21	7.56
Fenobucarb	208.0	152.0	46	13	7.56
苯硫威	254.1	72.1	61	35	10.49
Fenothiocarb	254.1	160.2	61	14	10.48
精噁唑禾草灵	362.1	288.1	71	23	12.3
Fenoxaprop-P-ethyl	362.1	119.1	71	40	12.3
甲氧菊酯	367.2	125.1	41	23	14.07
Fenpropathrin	367.2	350.1	41	11	14.07
丁苯吗啉	304.0	147.0	86	39	12.07
Fenpropimorph	304.0	117.0	86	71	12.08
啞螨酯	422.0	366.1	76	23	14.94
Fenpyroximate	422.0	135.1	76	43	14.94
倍硫磷	279.1	169.0	78	23	10.69
Fenthion	279.1	247.0	78	18	10.69
氟虫腓	454.0	368.1	50	33	7.9
Fipronil	454.0	290.1	50	42	7.9
氟啶虫酰胺	230.1	203.1	75	35	4.77
Flonicamid	230.1	174.0	75	35	4.77
氟苯虫酰胺	700.0	407.9	46	19	8.95
Flubendlamide	700.0	273.9	46	47	8.95
咯菌腈	266.1	158.0	80	35	7.62
Fludioxonil	266.1	185.1	80	35	7.62
氟虫脲	489.1	158.2	101	25	12.19
Flufenoxuron	489.1	141.2	101	65	12.19
丁虫腓	491.0	405.0	80	35	8.68
Flufiprole	491.0	422.0	80	35	8.68
啞噁磺草胺	326.1	129.2	61	33	5.39
Flumetsulam	326.1	109.0	61	77	5.39
氟吗啉	372.1	285.0	120	30	9
Flumorph	372.1	164.9	120	42	9
氟吡菌胺	382.9	172.9	50	35	8.84
Fluopicolide	382.9	364.9	50	23	8.83
氟吡菌酰胺	397.1	173.0	81	43	8.33
Fluopyram	397.1	208.0	81	31	8.32
氟硅唑	316.0	247.0	81	25	9.56
Flusilazole	316.0	165.0	81	35	9.56
氟酰胺	324.1	262.1	109	27	8.3
Flutolanil	324.1	242.1	109	34	8.3
粉唑醇	302.0	123.0	81	39	7.45
Flutriafol	302.0	109.0	81	43	7.45
地虫硫磷	247.0	109.1	50	25	10.15
Fonofos	247.0	201.0	50	20	10.15
氯吡脲	248.0	129.1	72	25	6.79
Forchlorfenuron	248.0	93.1	72	48	6.79
氟吡甲禾灵	376.0	316.0	10	23	10.64
Haloxypop-methyl	376.0	288.0	10	33	10.64
己唑醇	314.0	70.0	76	39	9.07
Hexaconazole	314.0	159.0	66	37	9.07
氟铃脲	461.1	158.2	76	25	10.61
Hexaflumuron	461.1	141.1	76	65	10.61
噁唑啉酮	353.0	228.0	96	21	13.86
Hexythiazox	353.0	168.0	96	33	13.86
抑霉唑	297.1	159.2	81	35	10.31
Imazalil	297.1	201.0	81	23	10.31

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
咪唑喹啉酸	312.1	267.1	70	29	5.05
Imazaquin	312.1	252.0	70	33	5.05
亚胺唑	411.1	125.1	86	43	12.88
Imibenconazole	411.1	171.0	86	29	12.88
吡虫啉	256.2	209.0	81	23	5.96
Imidacloprid	256.2	175.2	81	23	5.96
茚虫威	528.0	203.0	116	51	12.02
Indoxacarb	528.0	56.0	116	55	12.01
异稻瘟净	289.1	91.2	11	40	9.53
Iprobenfos	289.1	205.0	11	14	9.52
异菌脲	330.1	245.0	85	21	10.11
Iprodione	330.1	288.0	85	16	10.11
氯唑啉	314.0	162.0	70	22	9.5
Isazofos	314.0	120.0	70	40	9.5
水胺硫磷	290.0	231.0	49	16	7.71
Isocarbophos	290.0	273.0	49	7	7.71
甲基异柳磷	332.0	231.0	20	20	9.64
Isofenphos-methyl	332.0	273.0	20	9	9.64
稻瘟灵	291.1	231.1	35	16	9.58
Isoprothiolane	291.1	189.0	35	30	9.55
伊维菌素	892.6	307.0	71	37	16.65
(依维菌素) Ivermectin	892.6	569.3	71	19	16.65
醚菌酯	314.0	206.0	71	13	10.69
Kresoxim-methyl	314.0	116.0	71	21	10.69
乳氟禾草灵	479.1	344.0	71	19	12.82
Lactofen	479.1	223.0	71	49	12.82
虱螨脲	511.1	158.2	10	25	10.71
Lufenuron	511.1	141.2	10	67	10.71
丁草胺	312.2	162.1	80	35	11.93
Machette	312.2	57.1	80	35	11.93
马拉硫磷	331.0	127.0	64	17	9.27
Malathion	331.0	99.0	64	31	9.28
双炔酰菌胺	412.1	328.0	90	20	9.39
Mandipropamid	412.1	356.0	90	15	9.4
苦参碱	249.2	148.1	80	35	5.92
Matrine	249.2	150.1	80	35	5.92
苯噻酰草胺	299.0	148.1	60	20	10.43
Mefenacet	299.0	120.1	60	35	10.44
灭锈胺	270.1	119.1	80	35	8.66
Mepronil	270.1	228.0	80	35	8.66
硝磺草酮	357.0	228.1	40	35	4.44
Mesotrione	357.0	340.1	40	20	4.44
氟氧虫脒	524.1	178.1	41	39	10.64
Metaflumizone	524.1	287.1	41	41	10.64
吡唑草胺	278.1	209.9	41	15	8.3
Metazachlor	278.1	134.2	41	29	8.3
甲胺磷	142.0	94.0	71	19	3.35
Methamidophos	142.0	125.0	71	17	3.35
杀扑磷	303.0	145.0	56	13	9.21
Methidathion	303.0	85.0	56	28	9.22
甲硫威	226.1	121.1	61	23	8.3
Methiocarb	226.1	169.2	61	13	8.3
灭多威	163.0	106.0	38	13	5.15
Methomyl	163.0	88.0	38	13	5.15
甲氧虫酰肼	369.0	149.0	76	23	8.75
Methoxyfenozide	369.0	133.0	76	31	8.74

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
噻草酮	215.1	187.2	81	21	6.83
Metribuzin	215.1	84.1	81	29	6.83
甲磺隆	382.1	167.0	61	23	5.34
Metsulfuron-methyl	382.1	199.0	61	31	5.34
久效磷	224.0	127.0	86	21	4.91
Monocrotophos	224.0	98.0	86	17	4.9
腈菌唑	289.0	70.0	71	33	8.69
Myclobutanil	289.0	125.0	71	41	8.69
啞啞虫胺	271.2	126.1	71	41	5.2
Nitenpyram	271.2	237.2	71	21	5.2
啞啞虫胺	493.0	158.1	91	27	9.77
Nitenpyram	493.0	141.1	91	69	9.77
氧乐果	214.0	124.9	66	29	4.29
Omethoate	214.0	182.8	66	17	4.29
噁霜灵	279.2	219.2	66	15	7.76
Oxadixyl	279.2	132.1	66	41	7.76
杀线威	237.1	72.0	43	25	5
Oxamyl	237.1	90.1	43	11	5.02
乙氧氟草醚	362.1	237.0	76	35	11.8
Oxyfluorfen	362.1	315.9	71	21	11.81
多效唑	294.0	70.0	71	39	7.84
Paclobutrazol	294.0	125.0	71	49	7.84
对硫磷	292.0	236.0	80	20	10.29
Parathion	292.0	264.0	80	15	10.26
甲基对硫磷	264.0	125.0	85	25	9.12
Parathion-methyl	264.0	232.0	85	23	9.13
戊菌唑	284.0	159.0	81	39	9.35
Penconazole	284.0	70.0	81	29	9.35
二甲戊灵	282.1	212.0	45	15	13.88
Pendimethalin	282.1	194.0	45	25	13.88
氯菊酯	408.2	183.1	50	22.3	16.07
Permethrin	408.2	355.2	50	11.5	16.07
甜菜宁	301.1	136.0	70	26	7.72
Phenmedipham	301.1	168.1	70	14	7.72
稻丰散	321.0	163.1	51	17	10.35
Phenthoate	321.0	79.0	51	51	10.35
甲拌磷	261.0	75.0	51	21	10.34
Phorate	261.0	199.0	51	10	10.34
伏杀硫磷	368.0	182.0	71	20	12.1
Phosalone	368.0	322.0	71	13	12.1
硫环磷	256.2	168.0	51	31	6.86
Phosfolan	256.2	139.0	51	22	6.86
甲基硫环磷	228.0	168.0	35	21	5.73
Phosfolan-methyl	228.0	109.0	35	35	5.73
亚胺硫磷	318.0	160.0	61	17	10.07
Phosmet	318.0	133.0	61	49	10.08
磷胺	300.0	174.0	75	19	6.58
Phosphamidon	300.0	126.9	75	36	6.58
辛硫磷	299.1	129.0	67	16	10.93
Phoxim	299.1	77.0	67	46	10.93
增效醚	356.2	177.2	61	28	12.18
Piperonyl butoxide	356.2	119.0	61	35	12.18
抗蚜威	239.2	72.1	73	34	7.95
Pirimicarb	239.2	182.2	73	21	7.95
甲基噁啉磷	306.1	164.1	75	29	10.56
Pirimiphos-methyl	306.1	108.0	75	40	10.56

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
咪鲜胺	376.1	308.0	61	17	11.48
Prochloraz	376.1	70.1	61	37	11.48
腐霉利	301.0	157.0	80	23	8.44
Procymidone	301.0	113.0	80	36	8.44
丙溴磷	373.0	302.9	80	25	11.26
Profenofos	373.0	345.2	80	18	11.26
扑草净	242.2	200.1	91	19	8.45
Prometryn	242.2	158.1	91	35	8.45
霉霜威	189.0	102.0	56	24	4.73
Propamocarb	189.0	74.0	56	34	4.73
敌稗	218.1	127.1	76	37	7.13
Propanil	218.1	162.1	76	21	7.13
炔螨特	368.0	231.0	46	17	13.26
Propargite	368.0	175.0	46	21	13.25
丙环唑	342.1	159.1	86	43	10.52
Propiconazole	342.1	69.1	86	33	10.52
炔苯酰草胺	256.0	172.9	56	31	7.83
Propyzamide	256.0	190.0	56	21	7.84
丙硫菌唑	344.0	189.1	30	28	9.29
Prothioconazole	344.0	125.1	30	72	9.29
吡蚜酮	218.0	105.0	91	27	5.29
Pymetrozine	218.0	78.0	91	47	5.29
吡唑醚菌酯	388.0	194.0	51	19	12.07
Pyraclostrobin	388.0	163.0	51	29	12.07
吡嘧磺隆	415.0	181.9	75	25	6.75
Pyrazosulfuron-ethyl	415.0	138.9	75	60	6.76
哒螨灵	365.0	147.0	66	31	15.74
Pyridaben	365.0	309.0	66	19	15.74
啉霉胺	200.0	107.0	91	33	8.36
Pyrimethanil	200.0	82.0	91	35	8.36
吡丙醚	322.0	96.0	66	21	13.13
Pyriproxyfen	322.0	185.0	66	29	13.13
啉硫磷	299.0	163.0	66	31	10.21
Quinalphos	299.0	147.0	66	29	10.21
啉氧灵	308.0	197.0	61	43	12.66
Quinoxifen	308.0	162.0	61	57	12.66
啉禾灵(精啉禾灵)	373.1	298.9	79	25	12.87
Quizalofop-ethyl	373.1	271.0	79	33	12.87
鱼藤酮	395.0	213.0	106	29	14.47
Rotenone	395.0	192.0	106	31	14.47
苯啉磺草胺	518.1	198.0	46	69	6.93
Saflufenacil	518.1	349.0	46	45	6.92
烯禾啶	328.1	178.1	61	25	9.34
Sethoxydim	328.1	282.2	61	17	9.34
西玛津	202.1	132.1	86	25	6.27
Simazine	202.1	124.3	86	25	6.27
乙基多杀菌素	748.5	142.2	86	45	17.88
Spinetoram	748.5	98.1	86	109	17.88
螺螨酯	411.1	312.9	88	17	13.8
Spirodiclofen	411.1	71.0	88	35	13.81
螺虫乙酯	374.2	330.1	66	21	9.79
Spirotetramat	374.2	216.1	66	47	9.79
治螟磷	323.0	115.0	70	43	9.94
Sulfotep	323.0	171.1	70	21	9.94
氟啶虫胺腈	278.0	154.0	55	38	5.68
Sulfoxaflor	278.0	174.1	55	13	5.68

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
戊唑醇	308.0	70.0	61	39	9.09
Tebuconazole	308.0	125.0	61	47	9.09
虫酰肼	353.1	133.1	81	23	9.15
Tebufenozide	353.1	297.1	81	15	9.15
氟苯脲	381.1	141.2	86	53	11.39
Teflubenzuron	381.1	158.2	86	23	11.39
噻菌灵(噻苯咪唑)	202.1	175.1	96	35	6.13
Thiabendazole	202.1	131.2	96	43	6.14
噻虫啉	253.1	126.1	81	29	6.96
Thiacloprid	253.1	99.1	81	57	6.96
噻虫嗪	292.0	211.0	91	17	5.43
Thiamethoxam	292.0	181.0	91	31	5.43
噻苯隆	221.2	102.1	86	21	6.12
Thidiazuron	221.2	127.9	86	21	6.12
噻吩磺隆	387.9	167.1	76	25	5.45
Thifensulfuron-methyl	387.9	204.8	56	33	5.44
禾草丹(杀草单)	258.1	125.0	69	25	10.55
Thiobencarb	258.1	89.0	69	67	10.55
啉虫酰胺	384.2	197.1	121	37	12.27
Tolfenpyrad	384.2	145.0	121	39	12.27
三唑酮	294.0	197.0	76	21	8.62
Triadimefon	294.0	225.0	76	19	8.61
三唑醇	296.1	70.1	56	19	8.61
Triadimenol	296.1	227.2	56	15	8.61
醚苯磺隆	402.1	141.0	61	25	6.77
Triasulfuron	402.1	167.0	61	31	6.78
三唑磷	314.0	119.1	70	47	9.8
Triazophos	314.0	162.0	70	25	9.82
敌百虫	256.9	109.1	86	25	5.19
Trichlorfon	256.9	127.0	86	25	5.19
三环唑	190.0	163.1	89	31	8.14
Tricyclazole	190.0	136.0	89	37	8.14
肟菌酯	409.0	186.0	51	23	11.4
Trifloxystrobin	409.0	206.0	51	21	11.4
氟菌唑	346.0	278.0	46	17	10.23
Triflumizole	346.0	73.0	46	23	10.23
杀铃脲	359.1	156.2	71	23	9.44
Triflumuron	359.1	139.0	71	43	9.44
蚜灭磷	288.0	146.0	56	17	5.64
Vamidothion	288.0	118.0	56	31	5.64
苯啉菌胺	336.1	186.9	86	29	9.29
Zoxamide	338.1	188.7	86	31	9.29
草铵膦	199.1	111.1	36	11	7.41
Glufosinate Ammonium	199.1	69.0	36	25	7.41
氟戊菊酯	421.2	321.1	131	29	10.50
Fenvalerate	421.2	147.0	131	33	10.50
S-氟戊菊酯	421.2	321.1	131	29	10.50
ES-Fenvalerate	421.2	147.0	131	33	10.50
氯噻啉	261.9	181.0	45	23	5.55
Imidaclothiz	261.9	122.0	45	38	5.55
内吸磷	517.1	307.0	50	22	7.40
Demeton	517.1	397.0	50	20	7.40
杀螟丹	150.0	104.9	40	23	5.28
Cartap	150.0	61.0	40	31	5.28
特丁硫磷	289.1	233.2	44	13	10.60
Terbufos	289.1	103.1	44	8	10.60

# 粮油中215种农药残留的LC-MS/MS快速定量和筛查方法

基于SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统

翟南南, 贾彦波, 靳文海

SCIEX, 中国

民以食为天, 现代人的生活离不开粮油, 它作为一种特殊的商品, 和人们的日常生活有着十分重要的联系。在粮食生产和存储过程中会经常使用农药, 由于农药残留对人类和生物危害很大, 各国对农药的施用都进行严格的管理, 并对食品中农药残留容许量作了规定。我国于2017年6月18日正式实施的《食品安全国家标准食品中最大农药残留限量》(GB2763-2016)中明确规定了一些农药的最大残留限量, 规范了农药使用。但我国粮油仍存在严重的安全问题, 这给粮油检测的工作人员提出了更高的要求, 只有不断的改进粮油检测技术, 才能够保障我国的粮油质量, 保护人民的生命安全。

近年来, 液相色谱-质谱串联技术因为其高灵敏度高选择性被广泛用于食品安全领域, 本文主要针对粮油中农药残留问题, 在SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统上, 建立了玉米、小麦、植物油中215种农药的快速筛查方法, 为粮油中农药残留问题提供了简单快速的解决方案。

本方法具有以下特点:

1. 本方法一针进样同时分析215种农药, 分析时间仅20分钟, 大大提高了通量
2. 本方法提供了215种农药质谱条件、液相条件以及保留时间, 大大节省进行方法开发时间, 提高工作效率
3. 本方法提供了玉米、面粉、植物油中样品前处理方法, 拿来即用, 节省样品前处理摸索时间
4. 本方法基质种类多: 本方法分别进行了玉米、小麦、植物油中215种农残的测定

## 仪器设备



SCIEX ExionLC™ 系统 +SCIEX Triple Quad™ 3500 系统

## 样品前处理

### 植物油

- 称量植物油0.5 mL
- 加入2 mL乙腈/水/乙酸=70/29/1 (v/v/v)
- 震荡1 min, 超声10 min
- 离心5分钟, 转速6000 rpm
- 取上清液1 mL于N<sub>2</sub>下吹干
- 200 μL水复溶残渣, 进行LC-MS/MS分析

### 玉米和小麦

- 称量均质后样品 (玉米和小麦各5 g)
- 加入10 mL水, 涡旋30秒
- 加入10 mL乙腈/水/乙酸=70/29/1 (v/v/v), 涡旋30秒
- 加入QuEChERS提取试剂包, 震荡1 min
- 离心5分钟, 转速6000 rpm
- 取上清液1 mL, 加入QuEChERS净化试剂包, 震荡1 min



- 离心5分钟，转速6000 rpm
- 取上清液，用水按体积1: 2稀释后进样，进行LC-MS/MS分析

### 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex Biphenyl  
100 × 3.0 mm, 2.6 μm

流动相: A: 水 (5 mM 甲酸铵);  
B: 乙腈 (5 mM 甲酸铵)

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 5 μL

梯度洗脱

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	95	5
0.50	95	5
3.00	40	60
7.00	20	80
15.0	10	90
16.0	5	95
16.5	3	97
17.0	3	97
17.1	95	5
20.0	95	5

### 质谱方法

离子源: ESI 源, 正离子模式

离子源参数:

IS 电压 : 5500 V      气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GS1: 50 psi      辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 300°C      碰撞气 CAD: Medium

备注: 各化合物质谱参数见附表

### 实验结果

- 一针进样，20分钟内测定222种化合物，分析时间短

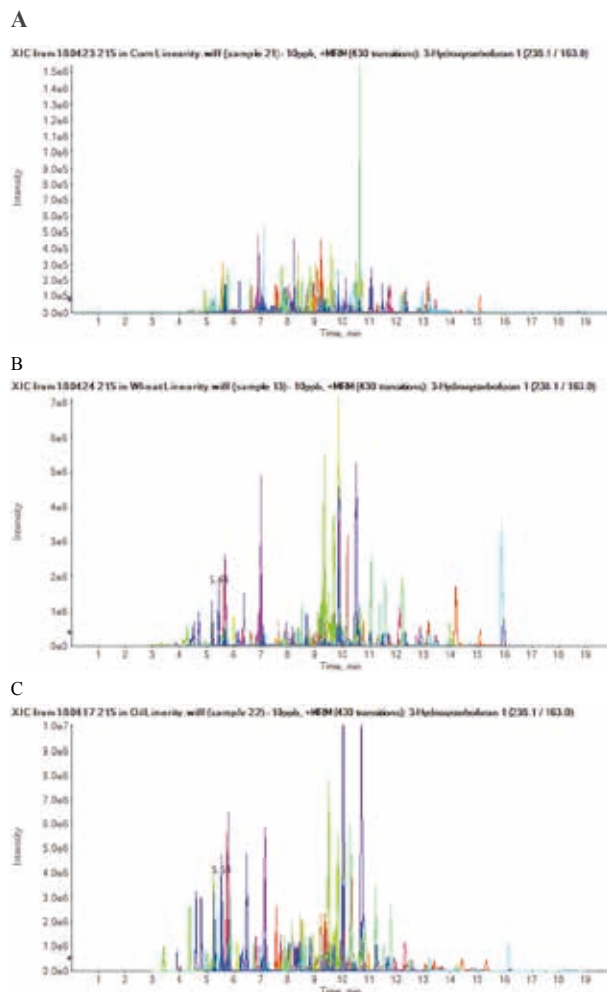


图1. 玉米 (A)、小麦 (B)、植物油 (C) 中215种农药的色谱图 (10 μg/L)。

- 该方法提取回收率高: 91%以上的化合物的提取回收率 >70%

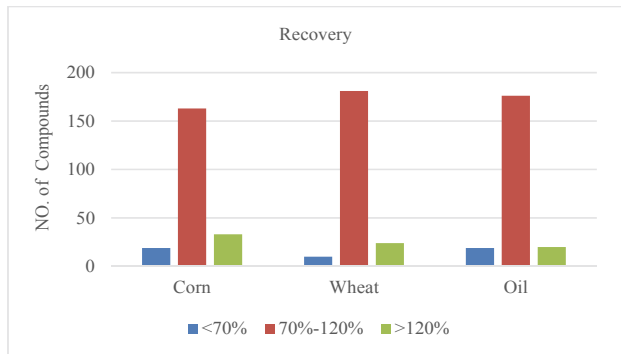
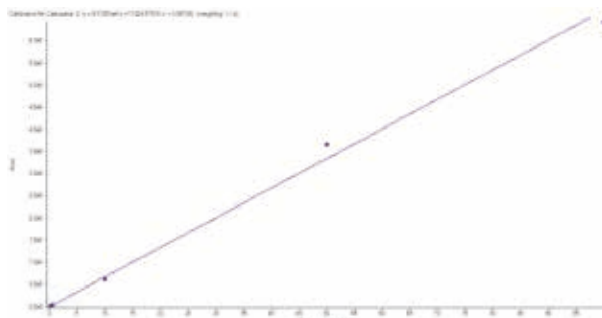


图2. 玉米、小麦、植物油中提取回收率统计图。

Sample Name	Sample Type	Component/Rate	Actual Concentration	Area	Height	Retention Time	Width	Calculated Concentration	Accuracy
1 (Std)	Standard	CalcLutKa 2	0.0000	1.025e7	4373e3	10.10	1.0	0.104	103.7%
2 (Std)	Standard	CalcLutKa 2	0.0000	4.444e7	9.119e3	10.10	1.0	0.406	99.2%
3 (Std)	Standard	CalcLutKa 2	10.0000	6.201e7	1.429e4	10.10	1.0	6.133	91.3%
4 (Std)	Standard	CalcLutKa 2	50.0000	3.465e7	6.213e3	10.14	1.0	54.766	109.9%
5 (Std)	Standard	CalcLutKa 2	100.0000	6.427e7	1.144e4	10.14	1.0	96.100	96.1%
Sample1	Unknown	CalcLutKa 2	NA	1.025e7	2.946e3	10.10	1.0	1.383	NA
Sample2	Unknown	CalcLutKa 2	NA	1.156e7	2.924e3	10.10	1.0	1.562	NA
Sample3	Unknown	CalcLutKa 2	NA	2.637e7	6.724e3	10.14	1.0	0.210	NA



3. 该方法的重现性好，可放心用于实际样品测定

表1. 1 µg/L浓度下典型化合物重现性值。

Row	Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV
1	3-Hydroxybutyric acid	1.00000	2 of 3	9.627e5	2.347e4	2.44
2	Acetophenone	1.00000	3 of 3	2.975e5	4.911e3	1.65
3	Aldicarb Sulfone II	1.00000	2 of 3	8.210e5	2.296e3	0.27
4	Aldicarb-sulfone I	1.00000	3 of 3	6.579e5	2.514e4	3.90
5	Bupiracetam	1.00000	3 of 3	2.718e5	2.491e3	2.76
6	Clomoxzone	1.00000	2 of 3	2.315e5	5.919e3	2.58
7	Coumaphos	1.00000	3 of 3	1.071e5	3.988e3	3.62
8	Cyromazine	1.00000	3 of 3	4.934e4	1.934e3	3.92
9	Cymoxanil	1.00000	3 of 3	7.110e4	1.240e3	1.74
10	Diflufenican	1.00000	3 of 3	5.103e4	1.390e4	2.68
11	Dinotefuran	1.00000	2 of 3	7.295e5	1.843e4	2.51
12	Duron	1.00000	2 of 3	3.413e4	6.193e3	0.61
13	Ethionex	1.00000	2 of 3	1.561e5	2.441e3	1.56
14	Ethionex-Sereno	1.00000	3 of 3	1.109e4	4.271e3	3.82
15	Ethionex-Sereno	1.00000	3 of 3	2.615e4	2.527e3	0.97
16	Fenprophosphor	1.00000	3 of 3	1.077e5	1.277e3	1.19
17	Fenprophosphor	1.00000	3 of 3	6.116e4	1.827e3	2.29
18	Fenprophosphor	1.00000	3 of 3	1.283e5	1.993e3	1.59
19	Fipronil	1.00000	2 of 3	1.000e5	7.651e1	0.07
20	Flurothianil	1.00000	2 of 3	3.947e5	1.779e3	0.45
21	Inazoxystrobin	1.00000	2 of 3	2.524e5	1.789e3	0.70
22	Methamidophos	1.00000	3 of 3	4.265e5	1.546e3	0.36
23	Methoxyfenosulfon	1.00000	3 of 3	5.178e5	1.264e4	2.44
24	Omeboate	1.00000	3 of 3	8.911e4	3.266e4	3.67
25	Phosalone-methyl	1.00000	3 of 3	7.615e4	1.524e4	2.00
26	Propoxycarbonyl	1.00000	3 of 3	2.743e4	5.985e2	2.19
27	Pyridoxal	1.00000	3 of 3	6.422e4	1.886e3	2.98
28	Sprindoxystrobin	1.00000	3 of 3	4.447e4	1.109e3	2.48
29	Thiathiazuron	1.00000	2 of 3	1.604e4	6.748e4	4.21
30	Triazophos	1.00000	3 of 3	1.939e5	5.626e4	2.79

4. 实际样品测定举例：玉米粉中检测出硫线磷（浓度分别为1.383, 1.562, 0.210 µg/kg），但浓度低于GB2763-2016中限量（20 µg/kg）

### 总结

本方法针对粮油中农药残留问题，在 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上建立了一套测定粮油中 215 种农药的 LC-MS/MS 快速筛查检测方法。该方法样品前处理经过在玉米、小麦、植物油中验证，提取回收率高，重现性好，可真正用于实际样品中农残的测定。且该方法能够实现一针进样，20 分钟内检测 215 种农药，分析时间短。该方法为粮油检测工作者提供了坚实可靠的技术后盾，为粮油检测工作者在保证人民食品安全的道路上保驾护航。

附表 215种农药的质谱参数及保留时间

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
3-羟基克百威	238.1	163.0	86	21	5.43
3-Hydroxycarbofuran	238.1	181.0	86	16	5.43
乙酰甲胺磷	184.1	143.0	46	25	3.83
Acephate	184.1	125.0	46	13	3.83
啶虫脒	223.2	126.1	76	29	6.31
Acetamiprid	223.2	99.1	76	47	6.31
乙草胺	270.2	133.1	36	47	9.64
Acetochlor	270.2	148.0	36	29	9.66
丙硫多菌灵	266.1	234.1	80	35	8.1
Albendazole	266.1	191.0	80	35	8.1
涕灭威	116.1	89.0	25	14	6.1
Aldicarb	116.1	70.0	25	14	6.1
涕灭威砒	240.1	148.0	36	19	4.69
Aldicarb Sulfone	240.1	76.0	36	19	4.69
涕灭威亚砒	207.2	132.0	51	11	4.51
Aldicarb-sulfoxid	207.2	88.9	51	19	4.51
莠灭净	228.1	186.1	91	21	7.88
Ametryn	228.1	96.0	91	35	7.88
敌菌灵	277.0	153.1	91	33	8.8
Anilazine	277.0	178.0	91	33	8.8
莎稗磷	368.0	125.0	61	45	10.98
Anilofos	368.0	170.9	61	31	10.98
莠去津	216.2	104.0	66	41	6.88
Atrazine	216.2	174.0	66	25	6.88
阿维菌素	890.5	145.1	81	53	14.77
Avermectin	890.5	305.2	81	37	14.77
保棉磷	318.1	132.1	51	21	10.11
Azinphos-methyl	318.1	124.9	51	25	10.11
啉菌酯	404.1	372.1	71	19	10.49
Azoxystrobin	404.1	344.1	71	27	10.44
苯霜灵	326.2	148.2	71	29	10.93
Benalaxyl	326.2	91.1	71	49	10.93
丙硫克百威	411.2	195.1	70	30	12.74
Benfuracarb	411.2	252.1	70	19	12.73
苄嘧磺隆	411.2	149.0	71	29	9.5
Bensulfuron-methyl	411.2	182.0	71	27	9.5
苯螨特	364.0	105.0	41	35	12.22
Benzoximate	364.0	199.0	41	17	12.21
联苯胍酯	301.1	170.1	75	32	9.35
Bifenazate	301.1	152.1	75	35	9.34
联苯菊酯	440.2	181.1	46	19	15.8
Bifenthrin	440.2	166.1	46	59	15.81
生物苄咪菊酯	339.2	128.0	76	63	14.58
Bioresmethrin	339.2	143.1	76	37	14.58
联苯三唑醇	338.0	70.0	56	25	9.96
Bitertanol	338.0	269.0	56	15	9.98
啶酰菌胺	343.0	307.0	111	27	8.89
Boscalid	343.0	140.0	111	27	8.89
噻嗪酮	306.2	201.1	66	17	11.61
Buprofezin	306.2	116.2	66	21	11.61
仲丁灵	296.2	240.1	46	19	13.27
Butralin	296.2	222.1	46	30	13.27
硫线磷	271.1	130.8	56	33	10.05
Cadusafos	271.1	158.9	56	21	10.05

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
甲萘威	202.1	145.0	86	15	7.01
Carbaryl	202.1	127.0	86	45	7.02
多菌灵	192.2	160.2	76	27	5.68
Carbendazim	192.2	132.1	76	41	5.67
克百威	222.2	123.1	66	29	6.97
Carbofuran	222.2	165.2	66	15	6.97
氯虫苯甲酰胺	484.0	452.9	28	23	8.46
Chlorantraniliprole	484.0	286.0	28	40	8.46
灭幼脲	309.0	156.0	75	20	9.75
Chlorbenzuron	309.0	139.0	75	44	9.75
杀虫脒	197.1	117.1	75	39	6.63
Chlordimeform	197.1	89.0	75	71	6.63
虫螨腈	408.0	221.0	80	16	14.66
Chlorfenapyr	408.0	250.0	80	16	14.66
氟啶脲	540.0	158.0	111	27	13.34
Chlorfluzuron	540.0	383.0	111	27	13.34
绿麦隆	213.1	72.0	59	33	6.78
Chlorotoluron	213.1	140.1	59	32	6.78
毒死蜱	350.0	197.9	82	29	12.78
Chlorpyrifos	350.0	96.9	82	49	12.78
甲基毒死蜱	321.9	124.9	66	29	11.45
Chlorpyrifos-methyl	321.9	289.8	66	23	11.45
醚磺隆	414.0	183.0	36	23	6.59
Cinosulfuron	414.0	414.0	36	5	6.58
烯草酮	360.0	164.0	81	25	8.69
Clethodim	360.0	268.0	81	17	8.7
四螨嗪	303.0	138.0	96	21	11.63
Clofentezine	303.0	102.0	96	47	11.63
异噁草酮	240.1	125.0	80	27	8.61
Clomazone	240.1	89.1	80	65	8.61
噻虫胺	250.0	169.1	71	17	5.25
Clothianidin	250.0	132.0	71	21	5.25
蝇毒磷	363.0	227.0	100	36	13.3
Coumaphos	363.0	307.0	100	25	13.31
氟霜唑	325.0	108.0	76	19	10.13
Cyazofamid	325.0	261.0	76	15	10.13
氟氟草酯	375.1	256.1	50	21	12.45
Cyhalofop-butyl	375.1	120.0	50	50	12.45
霜脲氰	199.0	128.0	81	13	5.82
Cymoxanil	199.0	111.0	81	25	5.82
氯氰菊酯	433.2	191.0	41	21	15.19
Cypermethrin	433.2	416.1	41	13	15.19
环丙唑醇	292.2	70.2	76	33	8.28
Cyproconazole	292.2	125.2	76	37	8.28
灭蝇胺	167.2	85.1	81	27	3.96
Cyromazine	167.2	68.2	81	45	3.96
甜菜安	318.0	182.0	71	19	7.59
Desmedipham	318.0	136.0	56	33	7.6
丁醚脲	385.1	329.1	90	27	12.64
Diafenthiuron	385.1	278.1	90	45	12.64
二嗪磷	305.0	169.0	80	27	9.8
Diazinon	305.0	153.0	80	28	9.8
敌敌畏	221.0	109.0	70	23	6.25
Dichlorvos	221.0	127.0	70	25	6.25

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
乙霉威	268.0	226.0	71	15	8
Diethofencarb	268.0	180.0	71	23	8
苯醚甲环唑	406.1	251.0	120	37	11.99
Difenoconazole	406.1	337.0	120	23	11.99
野燕枯	249.1	193.1	80	35	7.7
Difenzoquat methylsulfate	249.1	118.1	80	35	7.7
除虫脲	311.0	158.2	66	19	9.26
Diflubenzuron	311.0	141.2	66	47	9.25
氟吡酰草胺	395.0	266.0	56	33	10.48
Diflufenican	395.0	246.0	51	45	10.48
啶草丹	264.2	119.0	36	25	11.66
Dimepiperate	264.2	145.9	36	13	11.66
精二甲吡草胺	275.9	244.1	10	20	9.14
Dimethenamide-P	275.9	168.1	10	34	9.14
乐果	230.0	125.0	61	29	5.6
Dimethoate	230.0	199.1	61	13	5.6
烯啶吡啶	388.2	301.1	86	25	10.13
Dimethomorph	388.2	165.2	86	45	10.13
烯啶醇	326.0	70.0	91	45	9.25
Diniconazole	326.0	159.0	91	39	9.25
呋虫胺	203.1	114.1	65	18	4.47
Dinotefuran	203.1	129.0	65	35	4.47
敌草隆	233.1	72.0	76	33	6.87
Diuron	233.1	46.1	76	31	6.88
敌瘟磷	311.0	283.0	41	14	10.57
Edifenphos	328.0	283.0	41	14	10.56
甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	886.5	158.1	150	40	14.11
Emamectin Benzoate	886.5	126.1	150	75	14.1
氟环唑	330.0	121.0	76	27	9.78
Epoxiconazole	330.0	101.0	76	63	9.78
乙硫磷	385.0	199.1	31	17	12.99
Ethion	385.0	171.0	31	23	12.99
乙虫腓	397.3	350.9	101	29	7.55
Ethiprole	397.3	255.2	101	49	7.55
乙噁吩	210.2	140.1	101	31	6.62
Ethirimol	210.2	98.1	101	39	6.62
灭线磷	243.0	131.0	51	29	9.1
Ethoprophos	243.0	97.0	51	41	9.09
乙氧磺隆	399.0	218.0	56	35	7.31
Ethoxysulfuron	399.0	261.0	56	25	7.31
乙螨唑	360.1	141.0	96	45	13.06
Etoxazole	360.1	57.2	96	45	13.06
噁唑菌酮	392.0	331.0	51	15	11.17
Famoxadone	392.0	238.0	56	23	11.17
烯肟菌胺	434.1	171.0	80	35	12.76
Fenaminstrobin	434.1	116.0	80	35	12.76
苯线磷	304.2	217.1	77	31	9.18
Fenamiphos	304.2	202.0	77	45	9.18
氯苯嘧啶醇	331.0	268.0	86	31	9.1
Fenarimol	331.0	81.0	86	47	9.1
啶螨醚	307.0	161.0	81	31	14.25
Fenazaquin	307.0	147.0	81	25	14.25
腈苯唑	337.0	125.0	81	37	9.96
Fenbuconazole	337.0	70.0	81	33	9.96
环酰菌胺	302.0	97.0	101	33	8.55
Fenhexamid	302.0	55.0	101	57	8.55

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
杀螟硫磷	278.1	125.0	85	27	9.69
Fenitrothion	278.1	109.0	85	23	9.69
仲丁威	208.0	95.0	46	21	7.56
Fenobucarb	208.0	152.0	46	13	7.56
苯硫威	254.1	72.1	61	35	10.49
Fenothiocarb	254.1	160.2	61	14	10.48
精噁唑禾草灵	362.1	288.1	71	23	12.3
Fenoxaprop-P-ethyl	362.1	119.1	71	40	12.3
甲氧菊酯	367.2	125.1	41	23	14.07
Fenpropathrin	367.2	350.1	41	11	14.07
丁苯吗啉	304.0	147.0	86	39	12.07
Fenpropimorph	304.0	117.0	86	71	12.08
啶螨酯	422.0	366.1	76	23	14.94
Fenpyroximate	422.0	135.1	76	43	14.94
倍硫磷	279.1	169.0	78	23	10.69
Fenthion	279.1	247.0	78	18	10.69
氟虫脲	454.0	368.1	50	33	7.9
Fipronil	454.0	290.1	50	42	7.9
氟啶虫酰胺	230.1	203.1	75	35	4.77
Flonicamid	230.1	174.0	75	35	4.77
氟苯虫酰胺	700.0	407.9	46	19	8.95
Flubendamide	700.0	273.9	46	47	8.95
咯菌腈	266.1	158.0	80	35	7.62
Fludioxonil	266.1	185.1	80	35	7.62
氟虫脲	489.1	158.2	101	25	12.19
Flufenoxuron	489.1	141.2	101	65	12.19
丁虫脲	491.0	405.0	80	35	8.68
Flufiprole	491.0	422.0	80	35	8.68
啶啉磺草胺	326.1	129.2	61	33	5.39
Flumetsulam	326.1	109.0	61	77	5.39
氟吗啉	372.1	285.0	120	30	9
Flumorph	372.1	164.9	120	42	9
氟吡菌胺	382.9	172.9	50	35	8.84
Fluopicolide	382.9	364.9	50	23	8.83
氟吡菌酰胺	397.1	173.0	81	43	8.33
Fluopyram	397.1	208.0	81	31	8.32
氟硅唑	316.0	247.0	81	25	9.56
Flusilazole	316.0	165.0	81	35	9.56
氟酰胺	324.1	262.1	109	27	8.3
Flutolanil	324.1	242.1	109	34	8.3
粉唑醇	302.0	123.0	81	39	7.45
Flutriafol	302.0	109.0	81	43	7.45
地虫硫磷	247.0	109.1	50	25	10.15
Fonofos	247.0	201.0	50	20	10.15
氟吡脲	248.0	129.1	72	25	6.79
Forchlorfenuron	248.0	93.1	72	48	6.79
氟吡甲禾灵	376.0	316.0	10	23	10.64
Haloxypop-methyl	376.0	288.0	10	33	10.64
己唑醇	314.0	70.0	76	39	9.07
Hexaconazole	314.0	159.0	66	37	9.07
氟铃脲	461.1	158.2	76	25	10.61
Hexaflumuron	461.1	141.1	76	65	10.61
噻螨酮	353.0	228.0	96	21	13.86
Hexythiazox	353.0	168.0	96	33	13.86
抑霉唑	297.1	159.2	81	35	10.31
Imazalil	297.1	201.0	81	23	10.31

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
咪唑喹啉酸	312.1	267.1	70	29	5.05
Imazaquin	312.1	252.0	70	33	5.05
亚胺唑	411.1	125.1	86	43	12.88
Imibenconazole	411.1	171.0	86	29	12.88
吡虫啉	256.2	209.0	81	23	5.96
Imidacloprid	256.2	175.2	81	23	5.96
茚虫威	528.0	203.0	116	51	12.02
Indoxacarb	528.0	56.0	116	55	12.01
异稻瘟净	289.1	91.2	11	40	9.53
Iprobenfos	289.1	205.0	11	14	9.52
异菌脲	330.1	245.0	85	21	10.11
Iprodione	330.1	288.0	85	16	10.11
氯唑啉	314.0	162.0	70	22	9.5
Isazofos	314.0	120.0	70	40	9.5
水胺硫磷	290.0	231.0	49	16	7.71
Isocarbophos	290.0	273.0	49	7	7.71
甲基异柳磷	332.0	231.0	20	20	9.64
Isofenphos-methyl	332.0	273.0	20	9	9.64
稻瘟灵	291.1	231.1	35	16	9.58
Isoprothiolane	291.1	189.0	35	30	9.55
伊维菌素 (依维菌素) Ivermectin	892.6	307.0	71	37	16.65
	892.6	569.3	71	19	16.65
醚菌酯	314.0	206.0	71	13	10.69
Kresoxim-methyl	314.0	116.0	71	21	10.69
乳氟禾草灵	479.1	344.0	71	19	12.82
Lactofen	479.1	223.0	71	49	12.82
虱螨脲	511.1	158.2	10	25	10.71
Lufenuron	511.1	141.2	10	67	10.71
丁草胺	312.2	162.1	80	35	11.93
Machette	312.2	57.1	80	35	11.93
马拉硫磷	331.0	127.0	64	17	9.27
Malathion	331.0	99.0	64	31	9.28
双炔酰菌胺	412.1	328.0	90	20	9.39
Mandipropamid	412.1	356.0	90	15	9.4
苦参碱	249.2	148.1	80	35	5.92
Matrine	249.2	150.1	80	35	5.92
苯噻酰草胺	299.0	148.1	60	20	10.43
Mefenacet	299.0	120.1	60	35	10.44
灭锈胺	270.1	119.1	80	35	8.66
Mepronil	270.1	228.0	80	35	8.66
硝磺草酮	357.0	228.1	40	35	4.44
Mesotrione	357.0	340.1	40	20	4.44
氟氟虫脒	524.1	178.1	41	39	10.64
Metaflumizone	524.1	287.1	41	41	10.64
吡唑草胺	278.1	209.9	41	15	8.3
Metazachlor	278.1	134.2	41	29	8.3
甲胺磷	142.0	94.0	71	19	3.35
Methamidophos	142.0	125.0	71	17	3.35
杀扑磷	303.0	145.0	56	13	9.21
Methidathion	303.0	85.0	56	28	9.22
甲硫威	226.1	121.1	61	23	8.3
Methiocarb	226.1	169.2	61	13	8.3
灭多威	163.0	106.0	38	13	5.15
Methomyl	163.0	88.0	38	13	5.15
甲氧虫酰肼	369.0	149.0	76	23	8.75
Methoxyfenozide	369.0	133.0	76	31	8.74

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
噻草酮	215.1	187.2	81	21	6.83
Metribuzin	215.1	84.1	81	29	6.83
甲磺隆	382.1	167.0	61	23	5.34
Metsulfuron-methyl	382.1	199.0	61	31	5.34
久效磷	224.0	127.0	86	21	4.91
Monocrotophos	224.0	98.0	86	17	4.9
腈菌唑	289.0	70.0	71	33	8.69
Myclobutanil	289.0	125.0	71	41	8.69
烯啶虫胺	271.2	126.1	71	41	5.2
Nitenpyram	271.2	237.2	71	21	5.2
氟酰胺	493.0	158.1	91	27	9.77
Novaluron	493.0	141.1	91	69	9.77
氧乐果	214.0	124.9	66	29	4.29
Omethoate	214.0	182.8	66	17	4.29
噁霜灵	279.2	219.2	66	15	7.76
Oxadixyl	279.2	132.1	66	41	7.76
杀线威	237.1	72.0	43	25	5
Oxamyl	237.1	90.1	43	11	5.02
乙氧氟草醚	362.1	237.0	76	35	11.8
Oxyfluorfen	362.1	315.9	71	21	11.81
多效唑	294.0	70.0	71	39	7.84
Paclobutrazol	294.0	125.0	71	49	7.84
对硫磷	292.0	236.0	80	20	10.29
Parathion	292.0	264.0	80	15	10.26
甲基对硫磷	264.0	125.0	85	25	9.12
Parathion-methyl	264.0	232.0	85	23	9.13
戊菌唑	284.0	159.0	81	39	9.35
Penconazole	284.0	70.0	81	29	9.35
二甲戊灵	282.1	212.0	45	15	13.88
Pendimethalin	282.1	194.0	45	25	13.88
氯菊酯	408.2	183.1	50	22.3	16.07
Permethrin	408.2	355.2	50	11.5	16.07
甜菜宁	301.1	136.0	70	26	7.72
Phenmedipham	301.1	168.1	70	14	7.72
稻丰散	321.0	163.1	51	17	10.35
Phenthoate	321.0	79.0	51	51	10.35
甲拌磷	261.0	75.0	51	21	10.34
Phorate	261.0	199.0	51	10	10.34
伏杀硫磷	368.0	182.0	71	20	12.1
Phosalone	368.0	322.0	71	13	12.1
硫环磷	256.2	168.0	51	31	6.86
Phosfolan	256.2	139.0	51	22	6.86
甲基硫环磷	228.0	168.0	35	21	5.73
Phosfolan-methyl	228.0	109.0	35	35	5.73
亚胺硫磷	318.0	160.0	61	17	10.07
Phosmet	318.0	133.0	61	49	10.08
磷胺	300.0	174.0	75	19	6.58
Phosphamidon	300.0	126.9	75	36	6.58
辛硫磷	299.1	129.0	67	16	10.93
Phoxim	299.1	77.0	67	46	10.93
增效醚	356.2	177.2	61	28	12.18
Piperonyl butoxide	356.2	119.0	61	35	12.18
抗蚜威	239.2	72.1	73	34	7.95
Pirimicarb	239.2	182.2	73	21	7.95
甲基噁啉磷	306.1	164.1	75	29	10.56
Pirimiphos-methyl	306.1	108.0	75	40	10.56

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
咪鲜胺	376.1	308.0	61	17	11.48
Prochloraz	376.1	70.1	61	37	11.48
腐霉利	301.0	157.0	80	23	8.44
Procymidone	301.0	113.0	80	36	8.44
丙溴磷	373.0	302.9	80	25	11.26
Profenofos	373.0	345.2	80	18	11.26
扑草净	242.2	200.1	91	19	8.45
Prometryn	242.2	158.1	91	35	8.45
霉霜威	189.0	102.0	56	24	4.73
Propamocarb	189.0	74.0	56	34	4.73
敌稗	218.1	127.1	76	37	7.13
Propanil	218.1	162.1	76	21	7.13
炔螨特	368.0	231.0	46	17	13.26
Propargite	368.0	175.0	46	21	13.25
丙环唑	342.1	159.1	86	43	10.52
Propiconazole	342.1	69.1	86	33	10.52
炔苯酰草胺	256.0	172.9	56	31	7.83
Propyzamide	256.0	190.0	56	21	7.84
丙硫菌唑	344.0	189.1	30	28	9.29
Prothioconazole	344.0	125.1	30	72	9.29
吡蚜酮	218.0	105.0	91	27	5.29
Pymetrozine	218.0	78.0	91	47	5.29
吡唑醚菌酯	388.0	194.0	51	19	12.07
Pyraclostrobin	388.0	163.0	51	29	12.07
吡嘧磺隆	415.0	181.9	75	25	6.75
Pyrazosulfuron-ethyl	415.0	138.9	75	60	6.76
吡螨灵	365.0	147.0	66	31	15.74
Pyridaben	365.0	309.0	66	19	15.74
啉霉胺	200.0	107.0	91	33	8.36
Pyrimethanil	200.0	82.0	91	35	8.36
吡丙醚	322.0	96.0	66	21	13.13
Pyriproxyfen	322.0	185.0	66	29	13.13
啶硫磷	299.0	163.0	66	31	10.21
Quinalphos	299.0	147.0	66	29	10.21
啶氧灵	308.0	197.0	61	43	12.66
Quinoxifen	308.0	162.0	61	57	12.66
啶禾灵(精啶禾灵)	373.1	298.9	79	25	12.87
Quizalofop-ethyl	373.1	271.0	79	33	12.87
鱼藤酮	395.0	213.0	106	29	14.47
Rotenone	395.0	192.0	106	31	14.47
苯噻磺草胺	518.1	198.0	46	69	6.93
Saflufenacil	518.1	349.0	46	45	6.92
烯禾啶	328.1	178.1	61	25	9.34
Sethoxydim	328.1	282.2	61	17	9.34
西玛津	202.1	132.1	86	25	6.27
Simazine	202.1	124.3	86	25	6.27
乙基多杀菌素	748.5	142.2	86	45	17.88
Spinetoram	748.5	98.1	86	109	17.88
螺螨酯	411.1	312.9	88	17	13.8
Spirodiclofen	411.1	71.0	88	35	13.81
螺虫乙酯	374.2	330.1	66	21	9.79
Spirotetramat	374.2	216.1	66	47	9.79
治螟磷	323.0	115.0	70	43	9.94
Sulfotep	323.0	171.1	70	21	9.94
氟啶虫胺睛	278.0	154.0	55	38	5.68
Sulfoxaflor	278.0	174.1	55	13	5.68

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
戊唑醇	308.0	70.0	61	39	9.09
Tebuconazole	308.0	125.0	61	47	9.09
虫酰肼	353.1	133.1	81	23	9.15
Tebufenozide	353.1	297.1	81	15	9.15
氟苯脲	381.1	141.2	86	53	11.39
Teflubenzuron	381.1	158.2	86	23	11.39
噻菌灵(噻苯咪唑)	202.1	175.1	96	35	6.13
Thiabendazole	202.1	131.2	96	43	6.14
噻虫啉	253.1	126.1	81	29	6.96
Thiacloprid	253.1	99.1	81	57	6.96
噻虫嗪	292.0	211.0	91	17	5.43
Thiamethoxam	292.0	181.0	91	31	5.43
噻苯隆	221.2	102.1	86	21	6.12
Thidiazuron	221.2	127.9	86	21	6.12
噻吩磺隆	387.9	167.1	76	25	5.45
Thifensulfuron-methyl	387.9	204.8	56	33	5.44
禾草丹(杀草单)	258.1	125.0	69	25	10.55
Thiobencarb	258.1	89.0	69	67	10.55
唑虫酰胺	384.2	197.1	121	37	12.27
Tolfenpyrad	384.2	145.0	121	39	12.27
三唑酮	294.0	197.0	76	21	8.62
Triadimefon	294.0	225.0	76	19	8.61
三唑醇	296.1	70.1	56	19	8.61
Triadimenol	296.1	227.2	56	15	8.61
醚苯磺隆	402.1	141.0	61	25	6.77
Triasulfuron	402.1	167.0	61	31	6.78
三唑磷	314.0	119.1	70	47	9.8
Triazophos	314.0	162.0	70	25	9.82
敌百虫	256.9	109.1	86	25	5.19
Trichlorfon	256.9	127.0	86	25	5.19
三环唑	190.0	163.1	89	31	8.14
Tricyclazole	190.0	136.0	89	37	8.14
肟菌酯	409.0	186.0	51	23	11.4
Trifloxystrobin	409.0	206.0	51	21	11.4
氟菌唑	346.0	278.0	46	17	10.23
Triflumizole	346.0	73.0	46	23	10.23
杀铃脲	359.1	156.2	71	23	9.44
Triflumuron	359.1	139.0	71	43	9.44
蚜灭磷	288.0	146.0	56	17	5.64
Vamidothion	288.0	118.0	56	31	5.64
苯酰菌胺	336.1	186.9	86	29	9.29
Zoxamide	338.1	188.7	86	31	9.29

# 生活饮用水、地表水、地下水国家质量标准中LC-MS/MS法的整体解决方案

无需富集大体积进样即可完全满足国家标准限量要求

翟南南，贾彦波，靳文海

SCIEX，中国

我国目前出台的对于水环境中检测的标准有地表水环境质量标准（GB3838-2002）、生活饮用水国家标准（GB5749-2006）和地下水质量标准（GB14848-2017）共规定了可用 LC-MS/MS 法测定的约 20 种化合物的限量值。

本文采用 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统，建立了水中 22 种化合物的定量方法（增加了 2 种微囊藻毒素类化合物），为水环境中该 22 种化合物的残留问题提供了简单快速的解决方案。

本方法具有以下特点：

1. 本方法覆盖了 GB 3838-2002，GB 5749-2006，GB 14848-2017 中 20 种化合物
2. 22 种化合物的测定下限完全满足 GB 3838-2002，GB 5749-2006，GB 14848-2017 要求
3. 水样品直接进样，无需富集，简单、快速，省时、省力

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统

## 样品前处理

水样直接进样分析

## 液相方法

色谱柱：Phenomenex Kinetex Biphenyl  
50 × 3.0 mm, 2.6 μm



流动相：A：水（5 mM 甲酸铵）；  
B：甲醇

流速：0.4 mL/min

进样量：100 μL

梯度洗脱：

Time (min)	A (%)	B (%)
0.00	95	5
0.50	95	5
2.00	5	95
5.00	5	95
5.10	95	5
7.00	95	5

## 质谱方法

本方法分为 ESI 源正离子模式检测，ESI 源负离子模式检测，APCI 源负离子模式检测

离子源参数	ESI+	ESI-	APCI-
碰撞气 CAD	Medium	Medium	Medium
雾化气 GS1	60 psi	60 psi	60 psi
辅助气 GS2	70 psi	70 psi	/
电晕针电流 NC	/	/	3 $\mu$ A
气帘气 CUR	25 psi	25 psi	25 psi
源温度 TEM	600 $^{\circ}$ C	600 $^{\circ}$ C	250 $^{\circ}$ C
IS 电压	5500	-4500	/

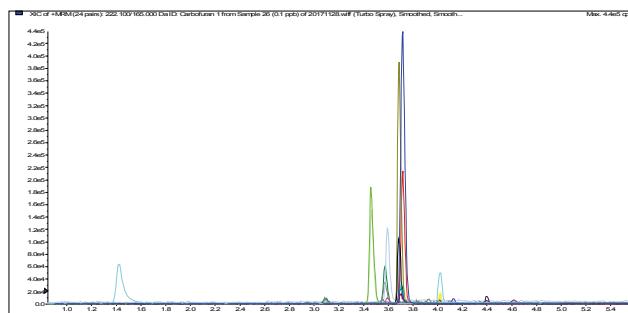
表1. 22种化合物质谱参数。

检测模式	Compound	Q1	Q3	DP	CE
ESI +	丙烯酰胺 Acrylamide	72	55.1	30	15
	呋喃丹 (克百威) Carbofuran	222.1	165	70	17
	涕灭威 Aldicarb	222.1	123.1	70	29
	敌敌畏 Dichlorvos	116.1	89	47	10
	敌敌畏 Dichlorvos	116.1	70	47	10
	敌敌畏 Dichlorvos	221	109	70	23
	敌敌畏 Dichlorvos	221	127	70	25
	甲基对硫磷 Parathion-methyl	264	124.9	40	26
	马拉硫磷 Malathion	264	231.9	40	24
	马拉硫磷 Malathion	331	127	64	17
	乐果 Dimethoate	331	285	64	13
	乐果 Dimethoate	230	125	56	29
	乐果 Dimethoate	230	199	56	13
	毒死蜱 Chlorpyrifos	350	198	82	29
	毒死蜱 Chlorpyrifos	350	97	82	49
	莠去津 (阿特拉津) Atrazine	216.1	174	71	23
	莠去津 (阿特拉津) Atrazine	216.1	104	71	39
	对硫磷 Parathion	292	236	80	20
	对硫磷 Parathion	292	264	80	15
	灭草松 Bentazone	241	199	20	15
灭草松 Bentazone	241	107	20	35	
甲萘威 Carbaryl	202.1	145	54	15	
甲萘威 Carbaryl	202.1	127	54	40	
溴氰菊酯 Deltamethrin	523.1	281	40	21	
溴氰菊酯 Deltamethrin	523.1	506	40	13	
微囊藻毒素-LR Microcystin-LR	498.4	135.1	40	16	
微囊藻毒素-LR Microcystin-LR	498.4	103.1	40	75	
微囊藻毒素-RR Microcystin-RR	519.9	135.1	70	45	
微囊藻毒素-RR Microcystin-RR	519.9	103.1	70	90	
微囊藻毒素-YR Microcystin-YR	523.4	135.1	65	20	
微囊藻毒素-YR Microcystin-YR	523.4	103.1	65	75	
ESI -	2,4-滴 2,4-D	219	161	-40	-19
	2,4-滴 2,4-D	221	163	-40	-19
APCI -	百菌清 Chlorothalonil	244.8	181.8	-60	-39
	百菌清 Chlorothalonil	244.8	244.8	-60	-10
	氯苯酚 2-Chlorophenol	126.9	35	-39	-40
	2,4-二氯苯酚 2,4-Dichlorophenol	160.9	35	-70	-40
	2,4,6-三氯酚 2,4,6-Trichlorophenol	194.9	35	-100	-50
	2,4,6-三氯酚 2,4,6-Trichlorophenol	194.9	159	-100	-30
	五氯酚 Pentachlorophenol	264.7	35	-70	-61
五氯酚 Pentachlorophenol	264.7	36.9	-70	-56	

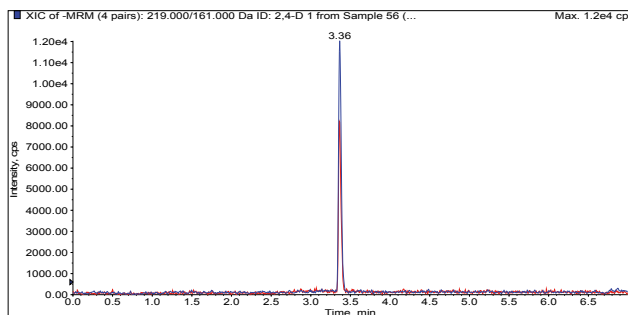
## 实验结果

## 1. 22种化合物的典型色谱图。

a



b



c

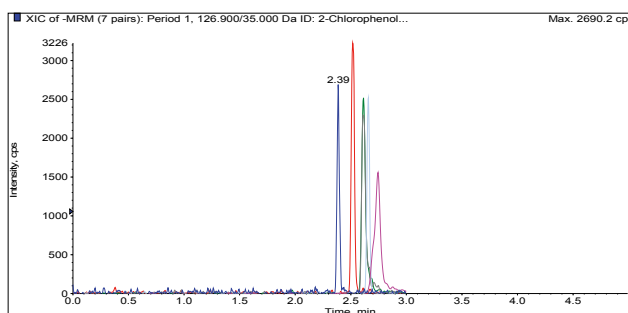


图1. 水中22种化合物的色谱图 (a图: ESI+, b图: ESI-, c图: APCI-)



2. 该方法的测定下限满足/优于现行标准。

表2. 本方法和GB 3838-2002, GB 5749-2006, GB 14848-2017的测定下限

序号	化合物	英文名	测定下限 (µg/L)			
			GB3838-2002	GB5749-2006	GB14848-2017	本方法
1	2,4-滴	2,4-D		30	0.1	0.025
2	呋喃丹 (克百威)	Carbofuran		7	0.05	0.005
3	涕灭威	Aldicarb			0.05	0.005
4	敌敌畏	Dichlorvos	50	1	0.05	0.025
5	甲基对硫磷	Parathion-methyl	2	20	0.05	0.05
6	马拉硫磷	Malathion	50	250	0.05	0.01
7	乐果	Dimethoate	80	80	0.05	0.005
8	毒死蜱	Chlorpyrifos		30	0.05	0.01
9	百菌清	Chlorothalonil	10	10	0.05	0.05
10	莠去津 (阿特拉津)	Atrazine	3	2	0.05	0.005
11	氯苯酚	2-Chlorophenol				0.5
12	2,4-二氯苯酚	2,4-Dichlorophenol	93			0.5
13	2,4,6-三氯苯酚	2,4,6-Trichlorophenol	200	200		0.1
14	五氯苯酚	Pentachlorophenol	9	9		0.02
15	对硫磷	Parathion	3	3		0.1
16	灭草松	Bentazone		300		0.025
17	甲萘威	Carbaryl	50			0.025
18	丙烯酰胺	Acrylamide	0.5	0.5		0.025
19	溴氰菊酯	Deltamethrin		20		1.0
20	微囊藻毒素-LR	Microcystin-LR	1	1		0.05
21	微囊藻毒素-RR	Microcystin-RR				0.05
22	微囊藻毒素-YR	Microcystin-YR				0.05

3. 线性范围：在水中，各化合物的线性良好 (r>0.99)，可真正用于实际样品的检测。

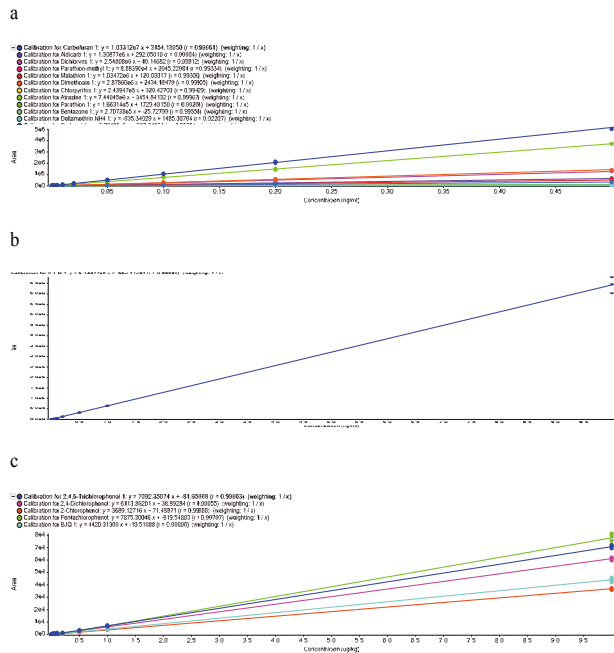


图2. 水中22种化合物的线性曲线 (a图: ESI+, b图: ESI-, c图: APCI-)

总结

本文在 SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统上，建立了一套 LC-MS/MS 方法，该方法完全能覆盖目前水环境中国国家标准：地表水环境质量标准 (GB3838-2002)、生活饮用水国家标准 (GB5749-2006) 和地下水质量标准 (GB14848-2017) 中要求的使用液质联用测定的化合物的检测要求，且该方法的测定下限优于现行标准，为客户提供了准确定量水质中农药残留的 LC-MS/MS 检测方法。

## 粮谷中26种真菌毒素的定量分析检测

Xiaoyuan Shi<sup>1</sup>; Wan Wang<sup>2</sup>; Jeremy Dietrich Netto<sup>3</sup>

<sup>1</sup>SCIEX, China; <sup>2</sup>Bonna Agela, China; <sup>3</sup>SCIEX, Singapore

真菌毒素是由多种真菌在成长过程中产生的有毒次级代谢物，各种食品和农产品都会不同程度受到真菌毒素的污染，并被公认为严重威胁人类和动物的健康。世界卫生组织将真菌毒素纳入食品安全体系重点监测内容。许多国家已经制定了真菌毒素检测和分析的方法及其允许的最高限量标准。在中国，粮谷中的真菌毒素限量受到 GB2761 的监管。在欧盟，EC 181/2006 和 EC 116/2007 规定了真菌毒素的限量。食品和



**图1.** 26种真菌毒素的回收率和定量限。所有真菌毒素的定量限 (LOQ) 在0.1ng/g和5 ng/g之间。低、中、高浓度的加标回收率在82%到118%之间。这些结果表明，该方法具有良好的灵敏度和准确性。

环境分析法规要求采用验证性技术对污染物进行分析。因此，需要一种强大而快速的分析方法来检测样品中低浓度水平的真菌毒素。近年来，LC-MS/MS 越来越受到人们的青睐，利用其在一次进样可以分析更广泛的化合物的能力，并结合多反应监测 (MRM) 的高选择性和灵敏性建立一套同时分析粮谷中 26 种真菌毒素的定量方法，为真菌毒素的检测提供简单快速的解决方案。

传统上，不同种类的真菌毒素（比如黄曲霉毒素，单端孢霉烯族毒素等）需要不同的样品前处理技术，这使得样品制备过程既费时又费力。本文提出了一种简化的样品前处理流程，通过专用净化柱一步过滤实现样品净化的目的，并将其与超高效液相分离和高灵敏度的质谱检测结合起来。

### 主要优势

- 提供一套完整的LC-MS/MS方法，同时分析谷物样品中的26种常见真菌毒素残留。正负模式切换确保分析物的最佳覆盖。
- 简化了提取过程，省去了额外的净化步骤，节省了分析前端的时间和劳动力。

- 验证了不同的粮谷基质，灵敏度高、重复性好。
- 所有真菌毒素的定量限在0.5 µg/kg到20 µg/kg之间。所有的化合物定量限都满足行业标准的要求。

## 实验流程

### 样品前处理

根据 vMethod SOP ( P/N 5060674 ) 进行样品制备。首先对谷物样品 ( 玉米、大米、小麦等 ) 进行粉碎处理，用乙醇和水的混合溶液提取 2.5g 样品。用离心机离心得上层清液，通过一种含有专门化学吸附剂的 Cleanert MC 真菌毒素专用柱 ( Agela, P/N ZS-MYT10-B ) 对粮谷样品进行了净化。然后将滤液吹干，复溶后进行 LC-MS/MS 分析。

### 液相条件

采用 SCIEX ExionLC™ AD 系统进行液相色谱分离。色谱柱：Phenomenex Kinetex C18 柱 ( 100mm × 2.1mm, 1.7 µm, P/N 00D-4475-AN)。进样体积：20 µL。流动相 A 为 0.1% 甲酸水，流动相 B 为 0.1% 甲酸甲醇。

**表1.** 液相梯度洗脱。流速0.3 mL/min，包括平衡时间，液相总运行时间为13min。

时间 (min)	%B
1.0	3
2.0	10
4.0	50
9.0	80
9.1	99
11.0	99
11.1	3
13.0	3

### 质谱条件

质谱采用 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统。

离子源为 ESI 源；

扫描方式为 Scheduled MRM™ 采集模式，正负离子同时扫描；

IS 电压：5500 V ( + ) / -4500 V ( - ) ；

离子源温度为 550° 。

## 结果与讨论

对于每个分析物，都有两个离子对确保定量和定性结果的准确性，避免出现假阳性 ( 表 2 )。在一次进样过程中，为了监测很多的离子对，采用 Scheduled MRM™ 采集模式，预设保留时间，在短时间窗口内采集单个离子对。因此，在任何一个时间点上，同时采集的离子对数量显著减少，使每个分析物的占空比大大增加。结合 Scheduled MRM™ 采集模式和快速极性转换，进一步扩展了真菌毒素的化合物列表，避免了多次进样，大大降低了样品分析时间。26 种真菌毒素的色谱图如图 2 所示。0.6 秒的 total scan time 确保了每个化合物峰至少采集 12 个数据点，从而获得卓越的准确性和重现性。用 5/50ng/mL 标准品溶液测试系统的适用性，并连续进样三次。计算各化合物峰面积的 %CV，%CV 均小于 15%。

对于样品制备，提出了一种简化的样品净化方法。用一种真菌毒素专用柱 ( Cleanert MC, Agela ) 来替代免疫亲和柱。它无需活化、洗脱和淋洗，一步过滤实现净化。它不仅缩短了样品的制备时间，而且节省了成本。图 3 是样品净化前后的比较，结合 LC-MS/MS 分析可以更准确地定量。

确定了分析物的定量限和线性范围。由于基质抑制效应，采用基质匹配曲线对未知样本进行定量。以 Aflatoxin B1 ( AFB1 ) 和 Deoxynivalenol ( DON ) 为例，该方法重复性好，线性回归系数均大于 0.99 ( 图 4 )，根据每种化合物在仪器上的灵敏度不同，所有真菌毒素的定量限在 0.5 ng/g 到 20 ng/g 之间。低、中、高浓度加标样品的回收率在 80% ~ 120% 之间 ( 图 1 )。

表2. 26种真菌毒素的离子对和保留时间列表。

Compounds name	RT (min)	MRM (primary, quantifier)	MRM (secondary, qualifier)
AflatoxinB1(AFB1)	6.62	313.1>285.1	313.1>241.1
AflatoxinB2(AFB2)	6.43	315.1>287.1	315.1>259.1
AflatoxinG1(AFG1)	6.22	329.1>243.2	329.1>214.9
AflatoxinG2(AFG2)	6.05	331.1>245.1	331.1>189.1
AflatoxinM1(AFM1)	6.07	329.0>273.1	329.0>268.9
AflatoxinM2(AFM2)	5.86	331.1>273.1	331.1>285.1
T-2 toxin(T-2)	8.32	484.2>305.3	484.2>185.1
Verruculogen(VER)	9.84	534.3>392.3	534.3>191.1
Neosolaniol(NEO)	5.41	400.2>185.1	400.2>305.2
Wortmannin(WOR)	7.59	447.2>345.2	447.2>285.2
Roquefortine C(RC)	7.13	390.3>193.1	390.3>322.2
Sterigmatocysin(STE)	9.19	325.1>310.1	325.1>281.0
Lysergol(LYS)	4.80	255.3>240.2	255.3>197.2
Diacetoxyscirpenol (DIA)	6.70	384.2>307.2	384.2>105.1
HT-2 Toxin(HT-2)	7.59	442.1>263.1	442.1>215.0
Deoxynivalenol(DON)	4.76	296.9>249.1	296.9>231.1
3-Acetyl Deoxynivalenol (3-AcDON)	5.80	339.0>231.0	339.0>203.0
15-Acetyl Deoxynivalenol (15-AcDON)	5.80	339.1>321.3	339.1>137.2
Zearalenone(ZEN)	8.90	317.1>175.1	317.1>131.1
$\alpha$ -Zearalenol( $\alpha$ -ZEL)	8.70	319.2>160.1	319.2>130.0
$\beta$ -Zearalenol( $\beta$ -ZEL)	8.05	319.2>160.1	319.2>130.0
Zearalanone(ZAN)	8.73	319.2>275.2	319.2>205.1
$\alpha$ -zearalanol( $\alpha$ -ZAL)	8.49	321.2>277.2	321.2>303.2
$\beta$ -zearalanol( $\beta$ -ZAL)	7.80	321.2>277.2	321.2>303.2
Nivalenol(NIV)	4.10	357.0>311.0	357.0>281.0
Deoxynivalenol-3-Glucoside (DON-3G)	4.83	503.1>427.1	503.1>457.1

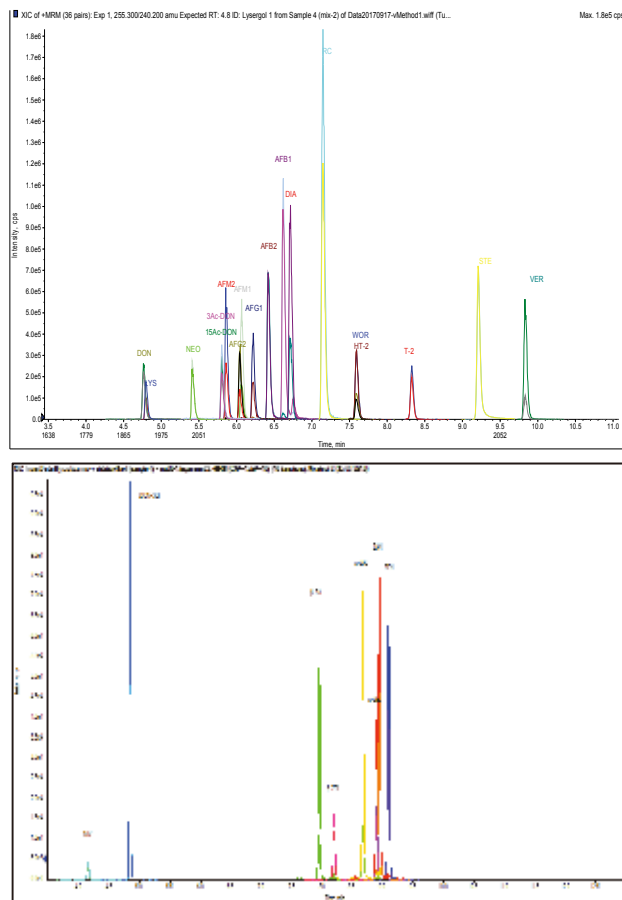


图2. 提取离子色谱图，在ESI正模式（上图）采集18种真菌毒素和在ESI负模式（下图）采集8种真菌毒素。在一次进样过程中同时采集正离子和负离子，使所有26种真菌毒素在一个数据采集方法中被分析。

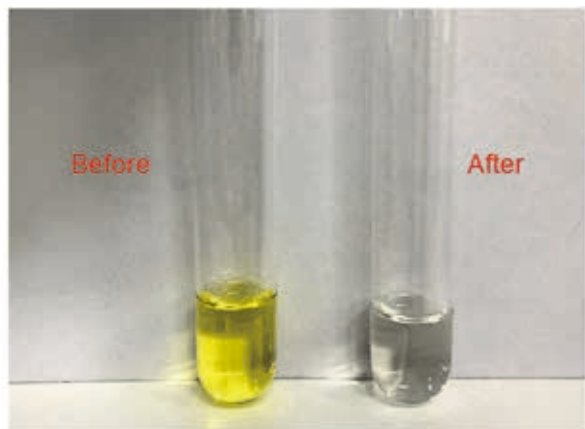


图3. 样品净化。Cleanert MC柱净化前后样品提取液的比较。净化样品可以减少基质干扰，并有助于保持仪器性能。

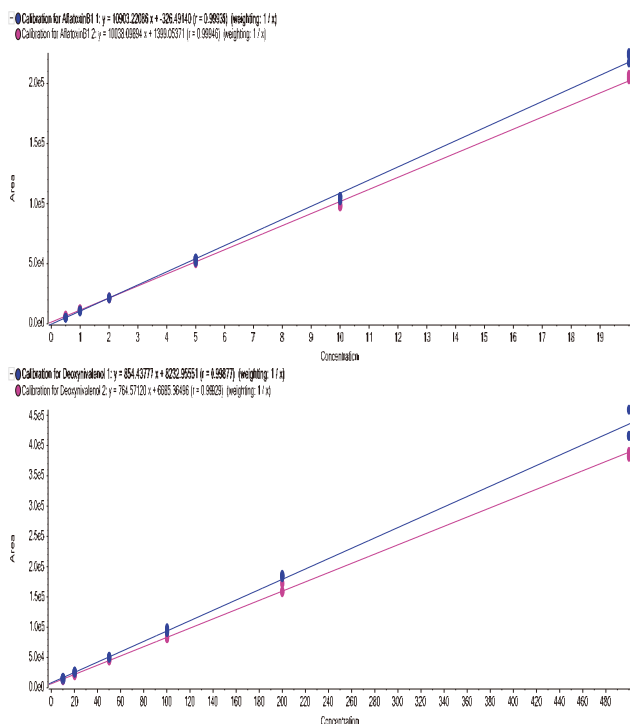


图4. AFB1 (顶部)的校准曲线从0.5 ng/mL到20 ng/mL和DON (底部)的校准线从10到500ng/mL。每个化合物监测了两个离子对: 定量离子对 (蓝色)和定性离子对 (粉色)。两种代表分析物的r值均为>0.99, 显示了极好的线性范围和分析响应。

## 结论

开发并验证了一种快速、可靠的检测谷物中 26 种真菌毒素的方法。采用快速净化方法对 26 种真菌毒素进行了覆盖。SCIEX ExionLC™ AD 系统分离系统结合 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统进行数据采集, Scheduled MRM™ 采集模式和快速极性转换结合的数据采集方式提供了较高的选择性、灵敏度和重现性。在不同样品基质下验证了该方法的有效性。真菌毒素的定量限在 0.5 µg/kg 到 20 µg/kg 之间。所有化合物的定量限都满足行业标准的要求。

## REFERENCES

1. GB 2761-2017
2. EC 1881/2006
3. Amended regulation EC 1126/2007
4. Von Czapiewski, Kristin; Voller, Angela; Birgit Schlutt, et al. Simultaneous Analysis of 14 Mycotoxins and 163 Pesticides in Crude Extracts of Grain by LC-MS/MS, Tech note. Publication number: 2110210-01
5. Jose Diana Di Mavungu, Sofie Monbaliu, Marie-Louise Scippo: Food Additives and Contaminants 26(2009) 885-895.

# 饲料中30种霉菌毒素的LC-MS/MS快速定量和筛查方法

SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统

翟南南, 贾彦波, 靳文海

SCIEX, 中国

近年来, 我国乃至世界范围内动物霉菌毒素中毒事件时有发生, 给养殖业带来巨大经济损失。饲料霉菌毒素污染是一个持续性的全球性问题, 严重影响动物健康和生产性能, 并带来重大食品安全隐患。控制饲料霉菌毒素污染与危害是行业的共同愿望。

为全面提升我国饲料霉菌毒素研究水平和防控管理能力, 为养殖业和饲料行业健康发展保驾护航。2017年10月14日, 国家质量监督检验检疫总局和国家标准化管理委员会发布了《饲料卫生标准》(GB13078-2017)(已于2018年5月1日正式实施), 其中规定7项霉菌毒素在饲料中的限量要求。

本文主要针对饲料中霉菌毒素检测问题, 在SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统上, 建立了30种霉菌毒素的快速测定方法, 为饲料中霉菌毒素的检测提供了简单快速的解决方案。

本方法具有以下特点:

1. 本方法采用正负同时采集, 可实现一针进样同时测定30种霉菌毒素, 分析时间仅13分钟, 大大提高了通量
2. 本方法的灵敏度完全满足GB13078-2017要求
3. 本方法提供了30种霉菌毒素质谱条件、液相条件以及保留时间, 大大节省进行方法开发时间, 提高工作效率
4. 本方法提供了饲料中样品前处理方法, 提取回收率高, 拿来即用, 节省样品前处理摸索时间

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统



## 样品前处理

### 样品提取过程

- 称量均质后称取一定量的饲料样品
- 加入乙腈/水溶液, 超声提取, 涡旋均匀
- 提取液离心
- 取全部上清液备用

### 样品净化富集过程

**方法 1:** (用于伏马毒素 B1、B2、B3 和赭曲霉毒素 4 种毒素)

- 取一定量上清液加入氨水调节pH6~8
- 使用甲醇活化, 用水平衡Cleanert SAX柱\*
- 将上清液上样, 上样完毕后依次使用甲醇/水和甲醇淋洗
- 使用含有乙酸的甲醇洗脱, 氮气吹干, 最后使用乙腈/水=5/95 (v/v) 复溶, 进行LC-MS/MS分析

**方法 2:** (用于其他 26 种毒素)

- 取一定量上清液加入Cleanert MC专用净化柱\*净化样品

- 净化液氮气吹干，最后使用乙腈/水=5/95 (v/v) 复溶，进行LC-MS/MS分析

备注：\* 方法中涉及固相萃取柱规格 Agela Cleanert MC(400 mg/2 mL) 和 Agela Cleanert SAX(500 mg/6 mL)

### 液相方法

色谱柱：Phenomenex Kinetex C18, 100 × 3.0 mm, 2.6 μm

流动相：A：水（0.1% 甲酸）；B：甲醇（0.1% 甲酸）

流速：0.5 mL/min；

柱温：40°C；

进样量：20 μL

梯度洗脱：

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.0	97	3
1.0	97	3
2.0	90	10
4.0	50	50
9.0	20	80
9.1	0	100
11.0	0	100
11.1	97	3
13.0	97	3

### 质谱方法

离子源：ESI 源，正负离子模式

离子源参数：

IS 电压：5500 V/-4500 气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GS1: 50 psi 辅助气 GS2: 65 psi

源温度 TEM: 550 碰撞气 CAD: Medium

备注：各化合物质谱参数见附表

### 实验结果

- 一针进样，正负同时采集，13分钟内测定30种化合物，分析时间短

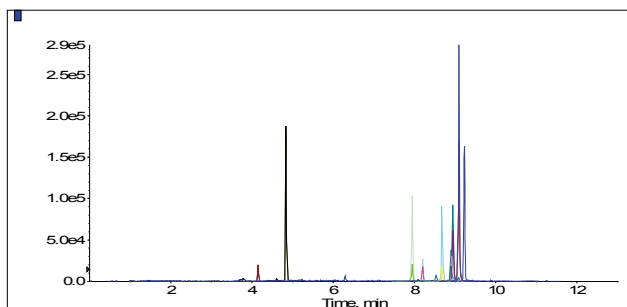
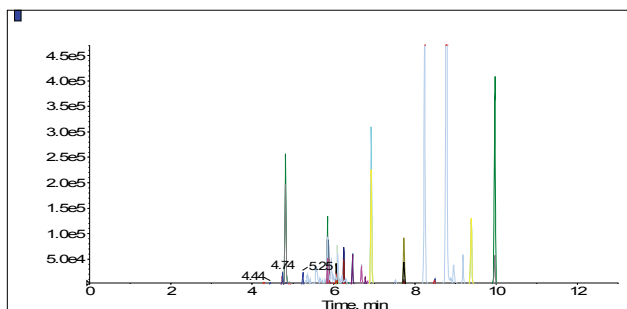


图1. 猪饲料中30种霉菌毒素的典型色谱图。

- 该方法灵敏度完全满足GB要求，可用于准确测定饲料中霉菌毒素的含量（见表1）

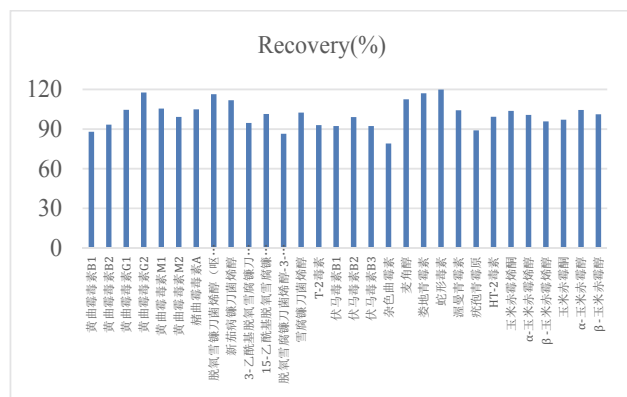


图2. 猪饲料中各化合物提取回收率统计图。

表1. 各个化合物LOQ值。

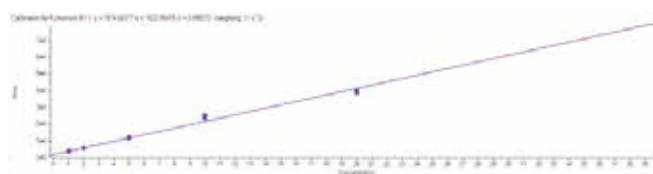
中文名	LOQ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	LOQ of GB ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
黄曲霉毒素 B <sub>1</sub>	1	2
黄曲霉毒素 B <sub>2</sub>	1	NA*
黄曲霉毒素 G <sub>1</sub>	0.5	NA*
黄曲霉毒素 G <sub>2</sub>	0.5	NA*
黄曲霉毒素 M <sub>1</sub>	0.5	NA*
黄曲霉毒素 M <sub>2</sub>	0.5	NA*
杂色曲霉素	0.5	NA*
T-2 毒素	0.1	2
麦角醇	1	NA*
娄地青霉素	0.1	NA*
蛇形毒素	10	NA*
新茄病镰刀菌烯醇	20	NA*
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	20	100#
3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	10	NA*
15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	10	NA*
脱氧雪腐镰刀菌烯醇-3-葡萄糖苷	20	NA*
玉米赤霉烯酮	5	10
$\alpha$ -玉米赤霉烯醇	5	NA*
$\beta$ -玉米赤霉烯醇	2	NA*
玉米赤霉酮	2	NA*
$\alpha$ -玉米赤霉醇	2	NA*
$\beta$ -玉米赤霉醇	2	NA*
赭曲霉毒素 A	1	5#
伏马毒素 B1	1	B1+B2=50
伏马毒素 B2	1	
伏马毒素 B3	1	NA*
渥曼青霉素	10	NA*
HT-2 毒素	20	NA*
雪腐镰刀菌烯醇溶液	20	NA*
疣孢青霉原	5	NA*

备注：\*：目前未有国标方法；#：国标为 HPLC 方法

- 该方法提取回收率高，所有化合物的提取回收率均>70%
- 该方法的重现性好，可放心用于实际样品测定（见表2）

表2. 伏马毒素B1重现性及线性结果。

Row	Component Name	Actual Concentration	Meas. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV	Accuracy
1	Fumonisin B1 1	1.0000	3 of 3	1.0743	0.0391	3.52	107.43
2	Fumonisin B1 1	2.0000	3 of 3	1.8915	0.0298	1.40	94.58
3	Fumonisin B1 1	5.0000	3 of 3	5.1004	0.2232	4.36	102.01
4	Fumonisin B1 1	10.0000	3 of 3	11.3029	0.4347	3.85	113.03
5	Fumonisin B1 1	20.0000	3 of 3	18.8294	0.3681	1.93	94.15
6	Fumonisin B1 1	40.0000	3 of 3	37.7305	0.8952	2.37	94.34



## 总结

本方法针对饲料中霉菌毒素检测难点热点而开发，完全可以满足 GB13078-2017 限量要求。基于 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统，快速筛查并且定量测定饲料中 30 种霉菌毒素的。该方法采用正负离子同时测定，一针进样，13 分钟内同时检测 30 种霉菌毒素，高效率高通量。同时，本方法包含样品前处理方法，提取回收率高，重现性好，可用于实际样品中霉菌毒素的测定。



附表 30种霉菌毒素的质谱参数及保留时间。

Compound	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
黄曲霉毒素B1	313.1	285.1	95	32	6.69
Aflatoxin B1	313.1	241.1	95	50	6.69
黄曲霉毒素B2	315.1	287.1	113	35	6.47
Aflatoxin B2	315.1	259.1	113	41	6.47
黄曲霉毒素G1	329.1	243.2	110	33	6.25
Aflatoxin G1	329.1	214.9	110	43	6.25
黄曲霉毒素G2	331.1	245.1	115	39	6.06
Aflatoxin G2	331.1	189.1	115	54	6.06
黄曲霉毒素M1	329	273.1	106	31	6.09
Aflatoxin M1	329	258.9	106	33	6.09
黄曲霉毒素M2	331.1	273.1	87	31	5.87
Aflatoxin M2	331.1	285.1	87	31	5.87
T-2毒素	484.2	305.3	40	18	8.5
T-2 toxin	484.2	185.1	40	31	8.5
疣孢青霉原	534.3	392.3	70	13	7.74
Verruculogen	534.3	191.1	70	23	7.74
新茄病镰刀菌烯醇	400.2	305.2	70	17	4.84
Neosolaniol	400.2	185.1	70	27	4.84
渥曼青霉素	447.2	345.2	119	25	5.82
Wor <sup>TM</sup> annin	447.2	285.2	119	30	5.82
杂色曲霉素	325.1	310.1	116	33	5.82
Sterigmatocysin	325.1	281	116	50	5.82
麦角醇	255.3	240.2	60	31	9.97
Lysergol	255.3	197.2	60	34	9.97
蛇形毒素	384.2	105.1	40	60	5.44
Diacetoxyscirpenol	384.2	307.2	40	15	5.44
HT-2 毒素	442.1	263.1	66	17	7.73
HT-2 Toxin	442.1	215	66	19	7.73
脱氧雪腐镰刀菌烯醇	296.9	249.1	60	12	9.39
Deoxynivalenol	296.9	231.1	60	18	9.39

# SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统分析毒驾17种毒品

Rapid and sensitive analysis of drugs of Abuse by SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS system

刘冰洁<sup>1</sup>、杨崇俊<sup>2</sup>、谢亚平<sup>1</sup>、程海燕<sup>1</sup>、李立军<sup>1</sup>、郭立海<sup>1</sup>

<sup>1</sup> SCIEX, 中国; <sup>2</sup> 济宁市公安局, 山东省济宁市

## 引言

毒驾, 指未戒断毒瘾或正在使用毒品的人驾驶机动车的行为。由于毒品作用于中枢神经系统, 吸毒后会产生幻觉、情绪亢奋等症状。近年来, 毒驾引发的恶性事故不断增多, 危害巨大。我国公安部于2017年5月颁布了《车辆驾驶人员体内毒品含量阈值与检验》(GA1333-2017)<sup>[1]</sup>, 该标准明确规定了包括甲基苯丙胺、吗啡、海洛因、可卡因等11种毒品在血液和唾液中的含量阈值。与传统的GC-MS方法相比, 液相色谱与串联质谱联用技术(LC-MS/MS)不需要衍生, 更加简便、快速且提供更高的检测灵敏度和专属性。

## 本文实验方法特点:

本实验采用SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统建立了血浆和唾液中的17种毒品的检测方法。方法具有如下特点:

1. 快速高通量, 一针10 min正负切换扫描, 同时完成血样或唾液样本中17种毒品的准确定量。
2. 化合物种类高于标准, 不仅涵盖了标准中规定的11种毒品, 还包括在中国地区常见的其它6种化合物。
3. 前处理方法简单高效, 经过考察直接采用乙腈沉淀蛋白法, 大部分化合物回收率在70-120%之间。
4. 高灵敏度, 灵敏度最低可达pg级, 所有化合物的检查灵敏度均远高于GA1333-2017的要求。
5. 很好的重现性和稳定性, 三种不同浓度下的多份质控样本RSD均小于5%。
6. 在血样和唾液样中基质加标, 浓度范围为0.25~50 ng/mL, r均大于0.995, 线性相关性良好。

7. 该方法在公安毒驾检测领域有很好的参考意义。

## 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统



SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统

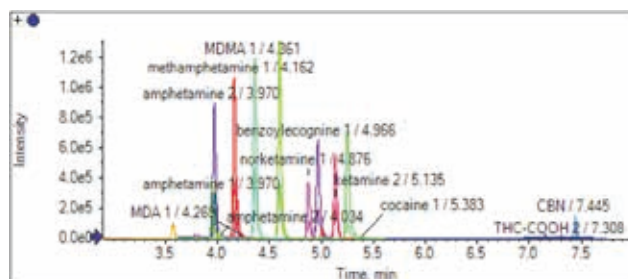


图1. 唾液基质样品中各物质提取离子流色谱图。

## 实验方法

### 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex Biphenyl  
(100 × 3.0 mm, 2.6 μm)

流动相: A: 水 (1 mM 甲酸铵 -0.01% 甲酸);  
B: 甲醇

流速: 0.4 mL/min;

进样量: 5 μL

梯度洗脱程序:

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.00	85	15
1.00	85	15
1.1	60	40
2.0	70	30
3.0	10	90
6.0	5	95
7.0	5	95
7.1	85	15
10	85	15

### 质谱方法

扫描方式: Scheduled-MRM 采集模式, 正负离子同时扫描

离子源: ESI 源

离子源参数:

IS 电压: 5500 V ( + ) / -4500 V ( - )

源温度 TEM: 600°C

气帘气 CUR: 30 psi      碰撞气 CAD: Medium

雾化气 GS1: 55 psi      辅助气 GS2: 60 psi

离子对参数见表 4。

## 样品前处理

取唾液或血浆样品 0.3 mL, 加入 0.9 mL 乙腈, 涡旋混合 30 S, 在 12000 rpm 的转速下离心 10 min, 准确移取上清液 0.25 mL, 氮气下吹干, 0.1 mL 20% 乙腈水复溶, 进样分析。流程图如图 2:

## 结果与讨论

### 1. 样本前处理回收率:

配置浓度为 1, 5, 50 ng/mL 的标准血浆和唾液质控样本, 按“样本前处理”操作, 每次浓度三份, 计算回收率, 结果如表 1 所示。

### 2. 方法定量下限:

17 种毒品在血浆和尿液基质中定量下限为 0.0025-0.25 ng/mL, 远低于现行标准限量。结果如表 2 所示。

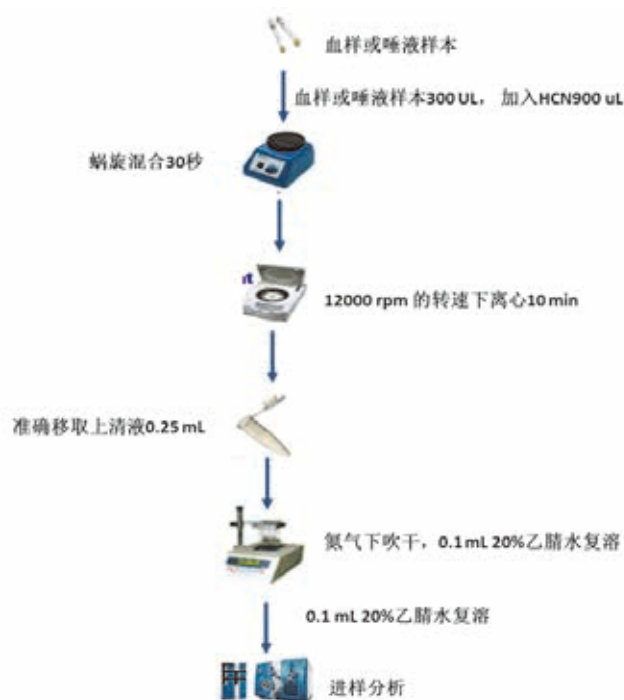


图2. 样品前处理流程图, 简单快捷。

表1 血浆和唾液1ng/mL、5ng/mL、50ng/mL 质控样本回收率。

化合物 样本加标浓度	唾液加标回收率(%)			血液加标回收率(%)		
	1ppb	5ppb	50ppb	1ppb	5ppb	50ppb
6-单乙酰吗啡	91.63025463	111.3044039	114.9742889	86.94230449	99.23374473	82.311004
吗啡	111.2035385	102.5809712	100.6462601	75.17519748	82.66569908	76.2372876
可卡因	101.4760637	108.1374878	94.38118298	91.84614653	97.60386984	85.09167091
苯甲酰爱康宁	100.3416991	93.69973442	102.8295302	92.65073948	97.03183445	86.96714546
四氢大麻酚	92.31037368	85.82803989	102.2509347	71.64780654	55.53763524	57.23233803
四氢大麻酸	101.620506	89.0417996	76.47849929	-	73.70375505	85.5962713
甲基苯丙胺	80.89672321	70.88077337	81.25721692	93.3910345	97.6709849	85.31769461
苯丙胺	84.38567309	81.37729068	87.23262045	95.40765524	97.48278415	80.57552251
3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺	99.01663909	87.16518177	96.05383251	98.15179199	101.2663324	82.83902985
3,4-亚甲二氧基苯丙胺	106.6936731	84.76602504	92.77577261	101.0354653	100.6863095	83.90535299
氯胺酮	98.41452795	88.26485656	95.3124651	91.59954564	93.88530662	85.77748448
甲卡西酮	84.72026844	70.57121585	73.82668549	85.2647906	86.32875091	79.50171781
海洛因	107.5847743	85.57570991	93.54028753	93.31912328	94.37335833	88.46004419
3,4-亚甲二氧基-N-乙基-苯丙胺	95.99304594	91.25755383	92.93171498	107.4810927	107.7567612	87.98305738
去甲氯胺酮	94.54138828	90.53898378	95.50493282	108.5981211	99.62334108	87.41446114
大麻二酚	98.13308849	85.53971923	97.52957244	76.80360175	71.104605	65.07154699
大麻酚	87.38957597	82.29210905	95.63294539	74.7080338	61.43817336	63.29548874

表2. 17种毒品在血浆和尿液基质中定量下限。

化合物名称	血液浓度阈值 (ng/ mL )	唾液浓度阈值 (ng/ mL )	血浆基质中方法定量限 (ng/mL )	唾液基质中方法定量限 (ng/mL )
6-单乙酰吗啡	10	5	0.01	0.04
吗啡	10	20	0.01	0.05
可卡因	10	10	0.0025	0.0025
苯甲酰爱康宁	50	10	0.01	0.01
四氢大麻酚	2	1	0.25	0.25
四氢大麻酸	5	—	2	1
甲基苯丙胺	20	25	0.05	0.1
苯丙胺	20	25	0.1	0.25
3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺 (MDMA)	20	25	0.005	0.01
3,4-亚甲二氧基苯丙胺 (MDA)	20	25	0.1	0.2
氯胺酮	20	20	0.01	0.01
甲卡西酮	标准未规定	标准未规定	0.1	0.2
海洛因	标准未规定	标准未规定	0.02	0.02
3,4-亚甲二氧基-N-乙基-苯丙胺	标准未规定	标准未规定	0.005	0.01
去甲氯胺酮	标准未规定	标准未规定	0.01	0.03
大麻二酚	标准未规定	标准未规定	0.05	0.25
大麻酚	标准未规定	标准未规定	0.025	0.05

表3. 血浆和唾液1ng/mL、5ng/mL和50ng/mL 质控样本重现性(n=3)。

化合物	三个不同浓度唾液加标 RSD(%)			三个不同浓度血浆加标 RSD(%)		
	1ppb	5ppb	50ppb	1ppb	5ppb	50ppb
6-单乙酰吗啡	5.02	2.9	0.48	1.05	2.16	0.64
吗啡	3.63	2.21	0.51	0.65	0.82	1.74
可卡因	4.11	3	2.7	1.12	1.24	2.88
苯甲酰爱康宁	3.17	1.57	1.4	1.87	2.98	2.26
四氢大麻酚	2.13	1.43	6.15	THC 1	THC 1	THC 1
四氢大麻酸	3.11	1.37	1.38	1.17	0.6	2.96
甲基苯丙胺	1.01	2.22	1.42	3.91	3.18	1.53
苯丙胺	3.21	1.11	2.3	3.38	4.14	0.68
3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺 (MDMA)	3.67	1.35	1.64	2.34	1.26	0.75
3,4-亚甲二氧基苯丙胺 (MDA)	1.24	1.96	1.35	1.73	5.74	2.13
氯胺酮	2.89	2.77	1.42	2.65	3.16	1.92
甲卡西酮	3.06	1.76	2.54	2.88	2.79	4.43
海洛因	1.45	2.42	1.71	1.84	1.96	1.74
3,4-亚甲二氧基-N-乙基-苯丙胺	4.5	0.47	1.02	1.5	2.21	1.87
去甲氯胺酮	1.86	1.55	0.87	2.79	1.55	3.12
大麻二酚	3.12	3.23	1.66	CBD 1	CBD 1	CBD 1
大麻酚	1.83	0.88	4.57	CBN 1	CBN 1	CBN 1

表4. 离子对参数。

Compound	Q1	Q3	ID	DP	CE
苯丙胺	136	119.1	amphetamine 1	47	12.2
	136	91.1	amphetamine 2	47	25
苯甲酰爱康宁	290	168	benzoyllecognine 1	86	28
	290	105.1	benzoyllecognine 2	86	43
去甲氯胺酮	224	125	norketamine 1	55	35
	224	179.1	norketamine 2	55	22
3,4-亚甲基二氧基苯丙胺	180.1	163.1	MDA 1	50	14.5
	180.1	133.1	MDA 2	50	24
氯胺酮	238.1	125	ketamine 1	62	39
	238.1	207.1	ketamine 2	62	20
甲基苯丙胺	150.1	91	methamphetamine 1	52	25
	150.1	119	methamphetamine 2	52	15.5
海洛因	370.1	268.1	heroin 1	104	38
	370.1	165	heroin 2	104	63
吗啡	286.1	201.1	morphine 1	100	36
	286.1	153.1	morphine 2	100	53
6-单乙酰吗啡	328.1	165	6-acetylmorphine 1	105	49
	328.1	192.9	6-acetylmorphine 2	105	38
3,4-亚甲二氧基-N-乙基-苯丙胺	208.2	163	MDEA 1	56	18
	208.2	133	MDEA 2	56	29
甲卡西酮	164	146	methcathinone 1	57	18
	164	131.1	methcathinone 2	57	27.5
可卡因	304	182.1	cocaine 1	80	28
	304	105	cocaine 2	80	44
3,4-亚甲基二氧基-N-甲基苯丙胺	194	163.1	MDMA 1	56	16
	194	105.1	MDMA 2	56	33
大麻二酚	313.2	245.1	CBD 1	-120	-32
	313.2	179.1	CBD 2	-120	-28
大麻酚	309.1	279.1	CBN 1	-120	-45
	309.1	222.1	CBN 2	-120	-61
四氢大麻酚	313.2	245.1	THC 1	-150	-38
	313.2	191.1	THC 2	-150	-40
四氢大麻酸	343.2	299.1	THC-COOH 1	-120	-30
	343.2	245.1	THC-COOH 2	-120	-40

### 3. 方法重现性:

配置低中高浓度为 1, 5, 50 ng/mL 的标准血浆和唾液质控样本, 按“样本前处理”操作, 每次浓度三份, 计算重现性, RSD 结果如表 3 所示。

### 4. 线性关系:

在血浆和唾液提取样本中, 各物质在 0.25-50 ng/mL ( 四氢大麻酸为 2-100 ng/mL) 浓度范围内, 线性良好 ( $r > 0.995$ ), 保证不同浓度水平样品的准确定量。

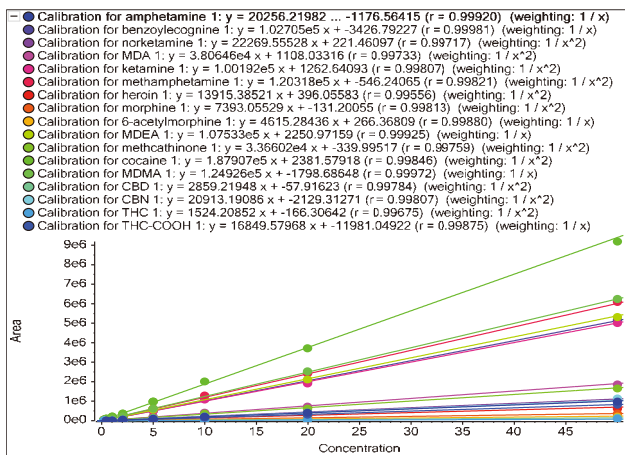


图3. 17种毒品在唾液基质中的线性关系。

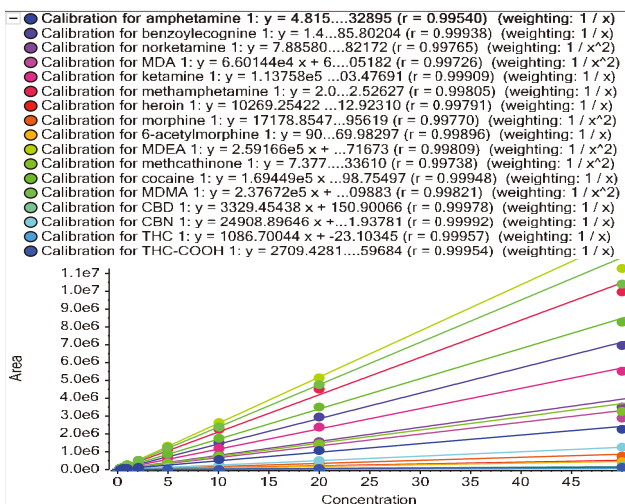


图4. 17种毒品在血浆基质中的线性关系。

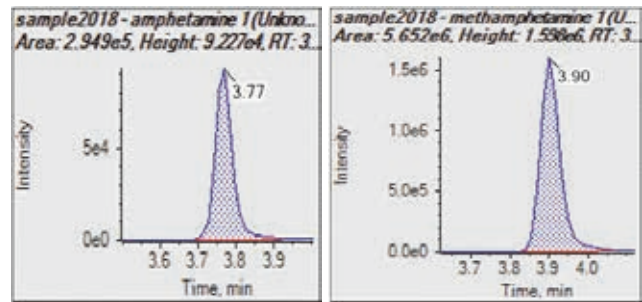


图5. 血液中检出甲基苯丙胺和苯丙胺成分。

### 实际样本的检测

案例. 2018年, 某禁毒大队查获毒驾嫌疑人, 血液送检。按样本前处理操作, 利用液质联用仪进行分析, 发现含量过高, 稀释进样分析, 从嫌疑人血液中检出甲基苯丙胺和苯丙胺成分分别为 155.73 ng/mL 和 21.42 ng/mL, 见图 5。

### 总结

1. 本文应用SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS 系统建立了血浆和唾液中的17种毒品的检测方法。
2. SCIEX Turbo V™ 离子源, 超高的离子源温度设计和主动排空功能带来高离子化效率和极强的抗污染能力。保证日常大批量样本检测的高灵敏度、稳定性和耐用性。
3. SCIEX LINAC™ 碰撞池和Schedule MRM™ 采集模式, 快速高通量, 一针10 min正负切换扫描, 同时完成血样或唾液样本中17种毒品的准确定量。
4. 该方法能快速准确的对唾液和血浆样本中17种毒品进行定量分析, 并可适用于SCIEX 其它型号产品。为公安法医禁毒领域提供方法参考。

### 参考文献

1. GA1333-2017 车辆驾驶人员体内毒品含量阈值与检验。

# 固体废物中57种化合物的LC-MS/MS快速筛查和定量方法

## A Rapid Screening and Quantification Method of 57 Compounds in Solid Waste by LC-MS/MS

翟南南, 贾彦波, 邓继峰, 靳文海

SCIEX, 中国

**Key Words:** Solid Waste, Triple Quad™ 3500

为了防治我国固体废物污染环境, 保障人体健康, 维护生态安全, 促进经济社会可持续发展。我国出台了《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》, 为了更好的贯彻该法案, 国家环境保护总局和国家质量监督检验检疫总局于2007年批准了《危险废物鉴别标准通则》等7项标准为国家固体废物污染环境防治技术标准。与此同时, 为严格把控固体废物进出口情况, 我国海关总署、生态环境部颁布了海关总署公告2018年第48号(2018年6月1日实施)和海关总署生态环境部公告2018年第79号(2019年1月1日实施), 公告严格规定了进口可用作原料的固体废物装运前检验监督管理实施细则。

固体废物种类繁多, 如工业废物、农业废物、放射性废物、矿业废物和城市垃圾等, 且产生源分散、产量大、组成复杂、形态与性质多变。因其难降解或难处理、排放(固体废物数量与质量)具有不确定性与隐蔽性等因素导致固体废物在其产生、排放和处理过程中对资源、生态环境、人民身心健康造成危害, 甚至阻碍社会经济的持续发展。对固体废物中有害物质检测显得尤为重要。

本方法主要针对《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007)中要求液质联用方法测定的57种化合物而开发的。基于SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统, 建立了高通量的测定方法, 为固体废弃物的检测提供了简单快速的解决方案。



本方法具有以下特点:

1. 本方法采用正负同时采集, 可实现一针进样同时测定57种化合物, 分析时间仅20分钟, 大大提高了通量
2. 本方法提供了57种化合物的质谱条件、液相条件, 大大节省方法开发时间, 提高工作效率

### 仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500 系统

### 样品前处理

参考《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007)样品处理方法

### 液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex Biphenyl  
100 × 3.0 mm, 2.6 μm

流动相: A: 水 5 mM 甲酸铵;  
B: 乙腈 (5 mM 甲酸铵)

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40 °C;

进样量: 5 µL

梯度洗脱

Time ( min )	A (%)	B (%)
0.0	95	5
0.5	95	5
3.0	40	60
7.0	20	80
15.0	10	90
16.0	5	95
16.5	3	97
17.0	3	97
17.1	95	5
20.0	95	5

### 质谱方法

离子源: ESI 源, 正负离子模式

离子源参数:

IS 电压: 5500 V/-4500 V 帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GS1: 50 psi 辅助气 GS2: 60 psi

源温度 TEM: 550 °C 碰撞气 CAD: 9 psi

备注: 各化合物质谱参数见附表

### 实验结果

1. 一针进样, 正负同时采集, 20分钟内测定57种化合物, 分析时间短

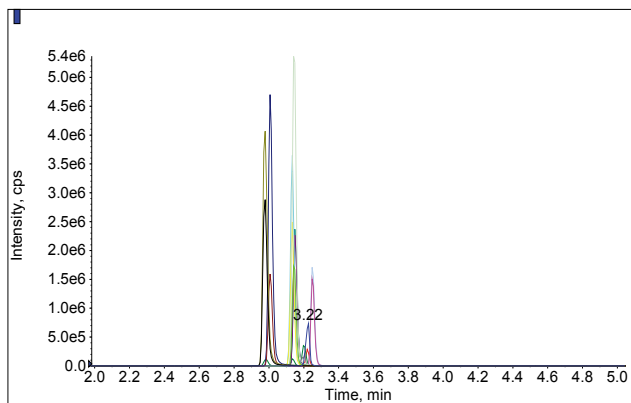
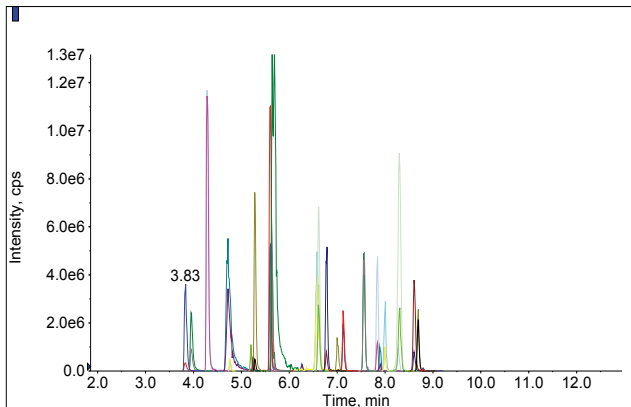


图1. 57种化合物的典型色谱图。

2. 该方法线性好 ( $r > 0.99$ ), 可放心用于实际样品测定

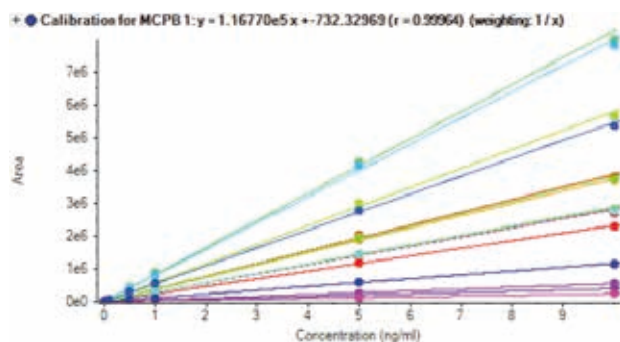


图2. 苯氧羧酸类化合物线性结果。



## 总结

本方法主要针对《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007) 中要求液质联用方法测定的 57 种化合物而开发的, 是基于 SCIEX Triple Quad™ 3500 系统建立的一套 LC-MS/MS 快速筛查的检测方法。该方法采用正负离子同时测定, 一针进样, 20 分钟内同时检测 57 种化合物, 分析时间短, 且该方法线性良好, 可用于固体废物的检测工作中。

附表 57 种化合物的质谱参数。

Compound	Q1	Q3	DP	CE
分散红1 Disperse Red 1	315.1	134.1	150	32
分散橙3 Disperse Orange 3	243.1	122.0	130	25
分散棕1 Disperse Brown 1	433.1	356.9	150	42
分散蓝3 Disperse Blue 3	297.3	252.2	180	27
咖啡因 Caffeine	195.2	138.2	50	29
灭多威 Methomyl	163.0	106.0	38	13
久效威 Thiofanox	219.3	57.1	24	16
伐灭磷 Famphur	326.1	281.1	63	28
磺草灵 Asulam	379.9	69.0	161	65
敌敌畏 Dichlorvos	221.0	109.0	70	23
乐果 Dimethoate	230.0	125.0	61	29
乙拌磷 Disulfoton	275.1	89.0	36	15

Compound	Q1	Q3	DP	CE
丰索磷 Fensulfothion	309.0	157.1	35	33
脱叶亚磷 Merphos	315.1	169.0	50	21
甲基对硫磷 Parathion-methyl	264.0	125.0	85	25
久效磷 Monocrotophos	224.0	127.0	86	21
二溴磷 Dibrom	380.9	127.0	60	20
甲拌磷 Phorate	261.0	75.0	51	21
敌百虫 Trichlorfon	256.9	109.1	86	25
三(2,3-二溴丙基)磷酸酯 (2,3-dibromopropyl) phosphate	515.0	119.9	70	21
涕灭威 Aldicarb	116.1	89.0	25	14
涕灭威砒 Aldicarb Sulfone	240.1	148.0	36	19
涕灭威亚砒 Aldicarb-sulfoxid	207.2	132.0	51	11
灭害威 Aminocarb	209.3	137.1	37	33
燕麦敌 Diallate	270.0	109.0	30	39
苯菌灵 Benomy	291.1	160.0	21	38
除草定 Bromacil	261.0	205.0	65	21
恶虫威 Bendiocarb	224.1	167.0	25	13

Compound	Q1	Q3	DP	CE
甲萘威 Carbaryl	202.1	145.0	86	15
	202.1	127.0	86	45
多菌灵 Carbendazim	192.2	160.2	76	27
	192.2	132.1	76	41
3-羟基克百威 3-Hydroxycarbofuran	238.1	163.0	86	21
	238.1	181.0	86	16
克百威 Carbofuran	222.2	123.1	66	29
	222.2	165.2	66	15
枯草隆 Chloroxuron	291.2	72.1	64	47
	291.2	218.1	64	34
氯苯胺灵 Chlorpropham	214.0	172.1	36	13
	214.0	154.2	36	25
敌草隆 Diuron	233.1	72.0	76	33
	233.1	46.1	76	31
非草隆 Fenuron	165.1	72.0	31	31
	165.1	120.0	31	24
伏草隆 Fluometuron	233.1	46.0	65	35
	233.1	72.1	65	35
利谷隆 Linuron	249.1	160.0	81	23
	249.1	182.1	81	21
灭虫威 (甲硫威) Mercaptodimethur	226.1	169.0	25	13
	226.1	121.0	25	25
灭多威 Methomyl	163.0	88.0	20	14
	163.0	106.0	20	15
兹克威 Zectran	223.3	151.2	40	32
	223.3	166.2	40	20
灭草隆 Monuron	199.2	72.2	71	27
	199.2	126.3	71	35
草不隆 Neburon	275.0	88.0	76	23
	275.0	114.0	76	21
杀线威 Oxamyl	237.1	72.0	43	25
	237.1	90.1	43	11

Compound	Q1	Q3	DP	CE
苯胺灵 Chlorpropham	214.0	172.1	36	13
	214.0	154.2	36	25
残杀威 Propoxur	210.0	111.0	20	19
	210.0	168.0	20	12
环草隆 Siduron	233.3	137.2	86	21
	233.3	94.0	86	31
茅草枯 Dalapon	140.9	97.0	-20	-13
	140.9	60.9	-20	-19
麦草畏 Dicamba	219.0	175.0	-7	-11
	219.0	144.9	-7	-16
4-(2-甲基-4-氯苯氧基)-丁酸 MCPB	227.0	141.0	-45	-15
	229.0	143.0	-45	-18
4-(2,4-二氯苯氧基)-丁酸 2,4-DB	161.0	125.0	-40	-21
	247.0	161.0	-40	-18
2,4,5-滴丙酸 2,4,5-TP	267.0	195.0	-50	-21
	269.0	197.0	-50	-21
2,4,5-三氯苯氧乙酸 2,4,5-T	253.0	195.0	-40	-22
	255.0	197.0	-40	-24
2,4-滴丙酸 2,4-DP	233.0	161.0	-40	-22
	235.0	163.0	-40	-22
2-(2-甲基-4-氯苯氧基)-丙酸 MCPP	213.0	141.0	-50	-22
	215.0	143.0	-50	-22
2-甲基-4-氯苯氧乙酸 MCPA	199.0	141.0	-50	-22
	201.0	143.0	-50	-22
2,4-二氯苯氧乙酸 2,4-D	219.0	161.0	-40	-19
	221.0	163.0	-40	-19
地乐酚 Dinoseb	239.0	193.0	-45	-36
	239.0	163.0	-45	-44

# 帮助您管理您的日常工作流程拓展您的 有效提升您的实验室工作效率

## 助力运营实验室， 实现利润最大化

持续教育  
丰富服务合同类型可选  
独特的实验室优化提升服务  
优秀的数据安全保护

### 产品和数据安全

合规性服务提升您的信心，帮助您  
保护数据安全，确保数据完整性，  
以及数据管理系统的溯源性。

## 帮助您高效进行 日常工作流程管理

定制化新手上路流程  
独特的 SCIEX University 助力成功项目  
完整流程化的客户支持  
丰富的自我学习资源

### 新手上路

我们将帮助您在SCIEX Now在线注册，邀请您  
在SCIEX University™大学注册学习，并向您发  
送欢迎电子邮件。

**实验室增强服务**  
SCIEX实验室增强服务计划，  
为您的实验室提供整体服务  
解决方案，以提高工作效率  
并减少系统停机时间。



## SCIEX University

优质的内容，个性化的学习  
方式 - 使用全新的科学记忆  
方式设计的课程。

### 自我学习资源

我们的知识库和社区，将帮助  
您提升科学知识水平，并从  
SCIEX专家或者同行那里找到您  
所需要的答案。

## 帮助您的实验室 持续增长

无缝链接式新手客户上路体验  
可扩展的教育服务选项  
重点工作流程客户支持  
专业的实验室增强服务  
实时 StatusScope® 远程监控

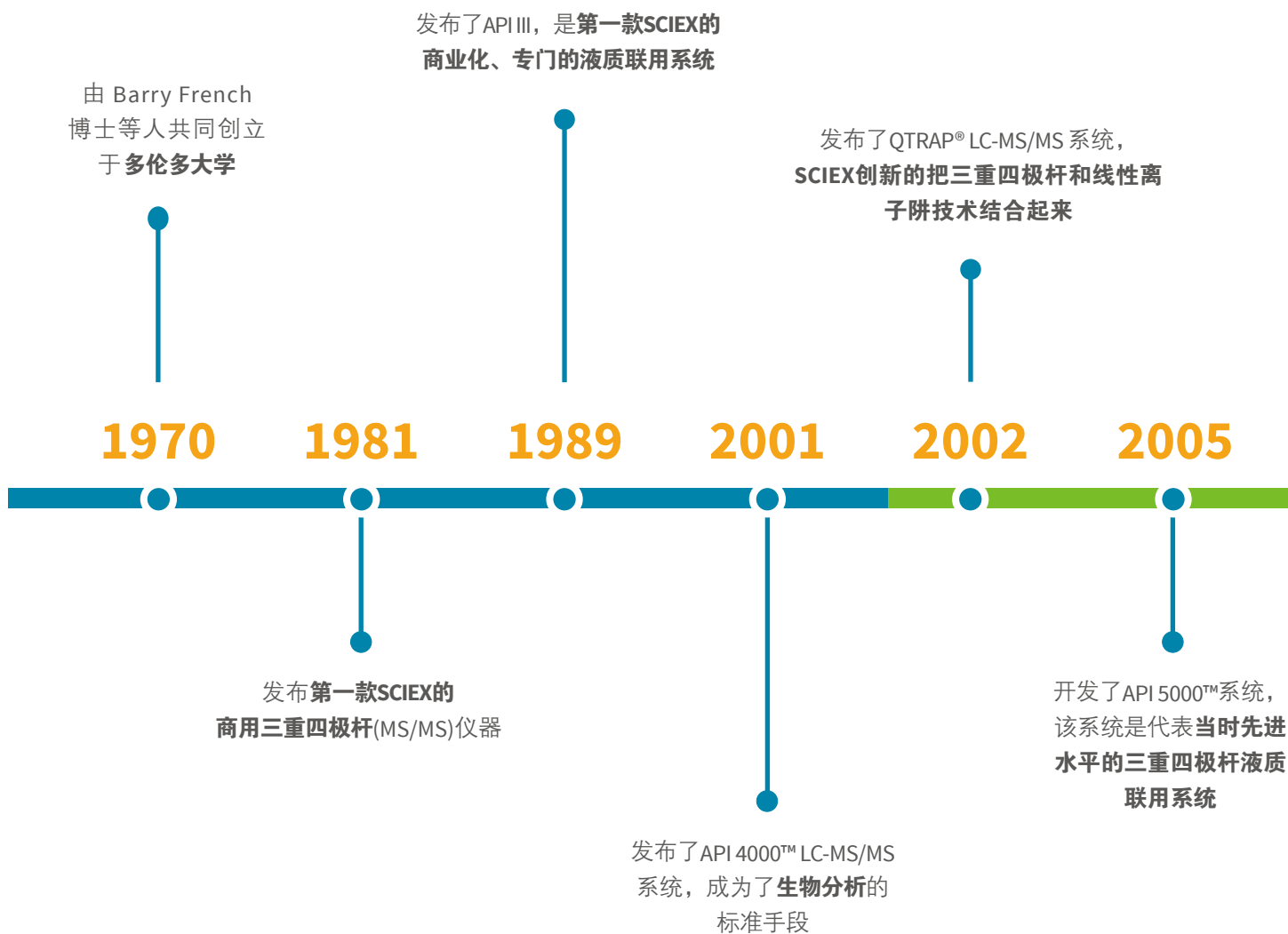
### 全工作流程技术支持

只要您在实验过程中，遇到困  
难挑战，SCIEX支持团队都会  
帮助您高效地解决问题，实现  
科学目标。

## 满怀信心的独立 开发方法

高级培训客户服务选项  
增强支持服务产品  
独特的实验室优化提升服务  
丰富的方法开发信息

# SCIEX 50 年的创新历程



发布了业界  
知名的5500系列

发布了X系列，用于常规检测的  
高分辨质谱 - X500R QTOF 系统

SCIEX Now™ 客户服务端也在这一  
年上线

这一年发布新产品数量  
创新高，这其中也包括  
SWATH®采集技术

五十  
周年纪念

2008

2009

2012

2013

2015

2018

2020

成为丹纳赫集团的一员，  
并于2010年收购Eksigent  
公司的液相业务

发布了SCIEX的首款医疗器械  
和体外诊断的解决方案，整  
合了Beckman Coulter®的  
毛细管电泳业务

发布了C100HT 生物制品分析系统，  
OptiFlow™ Turbo V 离子源，和  
StatusScope® 远程监控服务



SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。

本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-03-13289-ZH-A

