

# LCMS-IT-TOF 在农药残留快速分析中的应用

目前,在近 800 种农药中约有 200 种可使用液相色谱-质谱联用仪进行分析,并要求其灵敏度达到 10 $\mu$ g/L。LC-MS 和 LC-MS/MS 为常用的检测设备,但由于其设计及结构原因,可同时检测的农药数目有限。

LCMS-IT-TOF 液质联用仪具有极高的灵敏度,可检测浓度为  $\mu$ g/L 水平的农药残留,

并可使同时检测的农药数目不受限制。根据 LCMS-IT-TOF 获得的高质量精度、高分辨率数据可准确鉴别农药残留并与内源干扰物进行区别。

本文使用 LCMS-IT-TOF 系统建立同时检测 111 种农药的方法,将其应用于实际样品分析,进行农残快速筛选。

## ■ 样品制备

配制浓度为 1mg/L 的 111 种农药的混标溶液

## ■ 分析条件

仪器: LCMS-IT-TOF 系统

流动相: A: 0.1%甲酸+水; B:乙腈

洗脱程序: 0-15min, 0%B-50%B; 15-30min, 50%B-55%B; 30-50min, 55%B-70%B;50-70min, 100%B; 70.01-80min, 0%B

色谱柱: Shim-pack FC-ODS (150mmL. $\times$ 2.0 mmI.D., 3 $\mu$ m)

流速: 0.2mL/min 柱温: 40 $^{\circ}$ C 进样量: 1 $\mu$ L

离子化模式: 电喷雾正离子模式

雾化气流速: 1.5 L/min

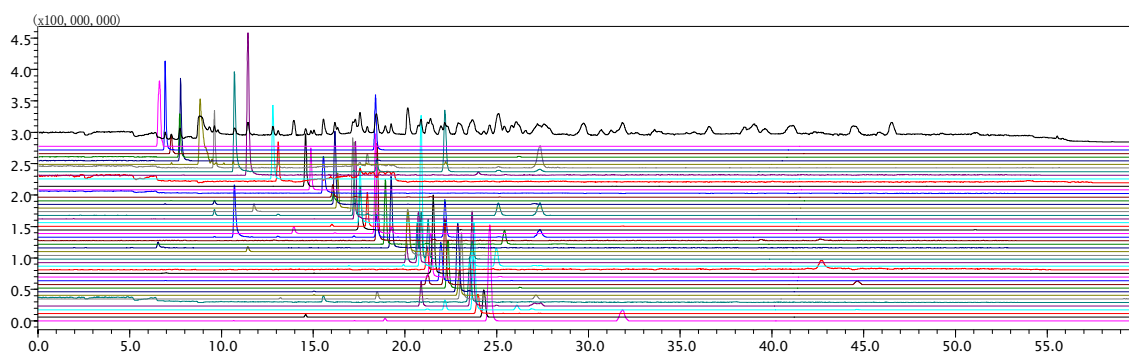
干燥气压力: 0.1 MPa 接口电压: +4.5 kV

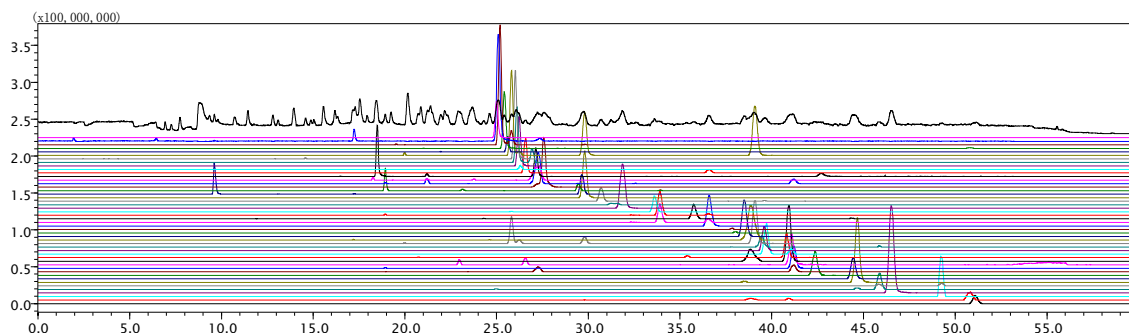
CDL 温度: 200  $^{\circ}$ C BH 温度: 200  $^{\circ}$ C

扫描范围: MS<sup>1</sup>,  $m/z$  100–1000; MS<sup>2</sup>,  $m/z$  50-1000

## ■ 分析结果

111 种农药标准品混合物的提取离子流图 (1mg/L), 其中 98 种可在 ESI 正离子模式下离子化 (误差小于 2mDa)





正离子模式下 98 种农药的检测限

|    | 检测限     |         |          |          |           |
|----|---------|---------|----------|----------|-----------|
|    | <10μg/L | <20μg/L | <100μg/L | <500μg/L | <1000μg/L |
| MS | 66      | 83      | 96       | 98       | 98        |

66 种农药（约 60%）可在低于 10μg/L 的水平被检测，并可获得多级质谱数据。

添加 111 种农药的多种冷冻食品经处理后，在正离子模式下进行检测，得以下结果

|    |         | 检测到的农药数量 |    |    |    |
|----|---------|----------|----|----|----|
|    |         | 饺子       | 烧麦 | 炒饭 | 炸鸡 |
| MS | 10μg/L  | 63       | 62 | 65 | 64 |
|    | 100μg/L | 94       | 95 | 95 | 94 |
|    | 500μg/L | 98       | 98 | 98 | 98 |

超过 90%的农药可在 10μg/L 的水平被检测。

## ■ 结论

使用 LCMS-IT-TOF 系统分析了含有 111 种农药标准品的混合物，获得极高精度的 MS<sup>2</sup> 数据。

约 60% 的农药（66 种）的检测限低于 10μg/L。使用外标法校准获得的多级质谱数据误差小于 2mDa。

添加 111 种农药（包括甲胺磷和敌敌畏）的食品（如饺子、炸鸡等）经处理后，使用 LCMS-IT-TOF 进行检测，超过 90%的农药可在 10μg/L 的水平被检测。

注：数据出自日本 CSC