

基于中国本土产品 SCIEX TripleQuad™ 6500+系统测定纺织品中115种农药残留量

Determination of 115 Pesticides Residues in Textiles on SCIEX Triple Quad™ 6500+ System locally produced in China

张崇, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Zhang Chong, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX 中国

Keywords: SCIEX Triple Quad™ 6500+ System, 115 pesticides, textiles

前言

随着经济社会的发展,绿色、环保、健康织物设计理念成为纺织行业重点关注的话题,世界各地掀起生态纺织品的潮流,棉、麻等植物基原料制成的纺织品越来越受到更多消费者的欢迎。然而在棉花等纺织品原料种植生产过程中,会用到杀虫、杀菌、除草、脱叶等各种农药来提升产量、保证质量,而其在纺织产品中的残留最终会通过皮肤渗透进入人体,从而对人的健康产生危害。因此对棉麻纤维和纺织品中的农药残留进行监测十分必要。

2022年3月,海关总署发布了中华人民共和国出入境检验检疫行业标准SN/T 5423.2-2022:《进出口纺织品 多种农药残留的测定液相色谱-串联质谱法》。该法基于SCIEX TripleQuad™系统建立。本文列举了使用中国本土产品SCIEX TripleQuad™ 6500+系统,对进出口纺织品中115种农药残留的快速定性定量测定方法。

1. 中国本土产品 SCIEX TripleQuad™ 6500+系统具有超高的灵敏度,完全满足SN/T 5423.2-2022规定的检测灵敏度要求。
2. 本法采用一针进样正负切换MRM模式扫描,可成倍提高检测效率。

试验方法

1. 样品前处理

取代表性样品,将其剪碎至5 mm × 5 mm以下,混匀。称取1.00 g (精确至0.01g) 试样,置于50 mL离心管中,加入20 mL 甲醇,于超声波清洗仪中室温提取20 min,静置冷却,取4 mL 提取

液,氮气吹干,用甲醇-水(1:1)溶液溶解并定容至1.0 mL,过0.22 μm滤膜后,供液相色谱-串联质谱仪测定和确证。

2. 液相条件

色谱柱及流动相条件: Phenomenex Luna Omega Polar C18 (2.1 × 100 mm, 1.6 μm), 流速0.3 mL/min, 流动相A: 水(0.05% 甲酸+5 mM 甲酸铵); B: 甲醇, 梯度见表1。

表1. 梯度洗脱程序

Time [min]	Flow [mL/min]	B.Conc [%]
0.00	0.300	20
0.50	0.300	20
1.00	0.300	50
7.00	0.300	98
11.00	0.300	98
11.10	0.300	20
15.00	0.300	20

3. 质谱条件

扫描方式: MRM采集模式, 正/负离子扫描

离子源: ESI源

离子化电压: 5500 /-4500V

离子源温度 TEM: 400°C

气帘气 CUR: 35 psi

碰撞气 CAD: Medium

雾化气 GS1: 55 psi

辅助气 GS2: 60 psi

离子对参数如表2所示。

表2. 化合物离子对参数列表

中文名	英文名	电离模式	Q1	Q3	ID	DP/V	CE/V
2,4,5-三氯苯氧乙酸	2,4,5-T	ESI-	252.9	194.9	2,4,5-T -1	-20	-18
			254.9	196.9	2,4,5-T -2	-20	-22
2,4-二氯苯氧乙酸	2,4-D	ESI-	219.0	161.0	2,4-D -1	-10	-18
			221.0	163.0	2,4-D -2	-10	-19
开蓬	Chlordecone	ESI-	506.9	426.9	Chlordecone -1	-145	-27
			508.8	428.9	Chlordecone -2	-145	-58
2,4-滴丙酸	Dichlorprop	ESI-	233.0	161.0	Dichlorprop -1	-15	-20
			235.0	163.0	Dichlorprop -2	-15	-18
地乐酚	Dinoseb	ESI-	239.1	193.1	Dinoseb -1	-95	-34
			239.1	134	Dinoseb -2	-95	-59
吡氟禾草灵	Fluazifop	ESI-	326.1	226.0	Fluazifop -1	-20	-21
			326.1	254	Fluazifop -2	-20	-38
克来范	Kelevane	ESI-	632.9	426.5	Kelevane -1	-38	-37
			634.9	428.5	Kelevane -2	-38	-80
2-甲基-4-氯苯氧乙酸	2-Methyl-4-chlorophenoxyacetic acid (MCPA)	ESI-	199.0	141.0	2-Methyl-4-chlorophenoxyacetic acid (MCPA) -1	-20	-18
			201.0	143.0	2-Methyl-4-chlorophenoxyacetic acid (MCPA) -2	-20	-18
2-甲基-4-氯苯氧基丁酸	2-Methyl-4-chlorophenoxybutyric acid (MCPB)	ESI-	227.0	141.0	2-Methyl-4-chlorophenoxybutyric acid (MCPB) -1	-20	-25
			229.0	143.0	2-Methyl-4-chlorophenoxybutyric acid (MCPB) -2	-20	-16
2-甲基-4-氯苯氧基丙酸	Mecoprop	ESI-	213.0	141.0	Mecoprop -1	-50	-19
			215.0	143.0	Mecoprop -2	-50	-20
乙酰甲胺磷	Acephate	ESI+	184	143.0	Acephate -1	50	10
			184	125.0	Acephate -2	50	20
啶虫脒	Acetamiprid	ESI+	223.0	126.0	Acetamiprid -1	70	27
			223.0	99.0	Acetamiprid -2	70	47
甲草胺	Alachlor	ESI+	270.1	238.1	Alachlor -1	46	15
			270.1	162	Alachlor -2	46	25
涕灭威	Aldicarb	ESI+	208	116.0	Aldicarb -1	33	10
			208	89.0	Aldicarb -2	33	20
涕灭威砒	Aldicarb-sulfone	ESI+	223.1	166.1	Aldicarb-sulfone -1	95	13
			223.1	148	Aldicarb-sulfone -2	95	12
涕灭威亚砒	Aldicarb-sulfoxide	ESI+	207.1	132	Aldicarb-sulfoxide -1	90	7
			207.1	89.0	Aldicarb-sulfoxide -2	90	18
双甲脒	Amitraz	ESI+	294.2	122.1	Amitraz -1	60	39
			294.2	163.2	Amitraz -2	60	55
益棉磷	Azinphos-ethyl	ESI+	346.0	289.0	Azinphos-ethyl -1	30	7
			346.0	261.0	Azinphos-ethyl -2	30	12

表2. 化合物离子对参数列表 (续)

中文名	英文名	电离模式	Q1	Q3	ID	DP/V	CE/V
保棉磷	Azinphos-methyl	ESI+	318	160.1	Azinphos-methyl -1	30	12
			318	132	Azinphos-methyl -2	30	20
丙硫克百威	Benfuracarb	ESI+	411 .2	195 .1	Benfuracarb -1	70	30
			411 .2	252.1	Benfuracarb -2	70	19
苯菌灵	Benomyl	ESI+	291 .1	192.1	Benomyl -1	30	18
			291 .1	160.1	Benomyl -2	30	35
联苯胍酯	Bifenazate	ESI+	301 .1	170.1	Bifenazate -1	75	32
			301 .1	152.1	Bifenazate -2	75	35
乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	ESI+	392.9	332.7	Bromophos-ethyl -1	35	23
			392.9	162	Bromophos-ethyl -2	35	52
丁酮威	Butocarboxim	ESI+	245 .1	166 .1	Butocarboxim -1	140	20
			245 .1	130	Butocarboxim -2	140	21
丁酮砜威	Butoxycarboxim	ESI+	223 .0	165 .9	Butoxycarboxim -1	100	13
			223 .0	105 .9	Butoxycarboxim -2	100	10
仲丁灵	Butralin	ESI+	296 .2	240.1	Butralin -1	46	19
			296 .2	222.1	Butralin -2	46	30
甲萘威	Carbaryl	ESI+	202.1	145 .0	Carbaryl -1	54	15
			202.1	127 .0	Carbaryl -2	54	40
多菌灵	Carbendazim	ESI+	192	160	Carbendazim -1	80	25
			192	132	Carbendazim -2	80	41
克百威	Carbofuran	ESI+	221 .1	165 .0	Carbofuran -1	70	17
			221 .1	123 .1	Carbofuran -2	70	29
3-羟基-克百威	Carbofuran-3-hydroxy	ESI+	238.1	181 .1	Carbofuran-3-hydroxy -1	35	18
			238.1	163 .0	Carbofuran-3-hydroxy -2	35	16
萎锈灵	Carboxin	ESI+	236 .1	143 .0	Carboxin -1	95	19
			236 .1	87 .0	Carboxin -2	95	28
氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	ESI+	484	453 .0	Chlorantraniliprole -1	100	21
			484	177 .2	Chlorantraniliprole -2	100	65
毒虫畏	Chlorfenvinphos	ESI+	359 .0	155 .0	Chlorfenvinphos -1	100	19
			359 .0	127 .0	Chlorfenvinphos -2	100	21
杀虫脒	Chlorodimeform	ESI+	197 .0	152	Chlorodimeform -1	40	24
			197 .0	116 .9	Chlorodimeform -2	40	38
毒死蜱	Chlorpyrifos	ESI+	350	197 .9	Chlorpyrifos -1	82	29
			350	96 .9	Chlorpyrifos -2	82	49
甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	ESI+	321 .9	125 .1	Chlorpyrifos-methyl -1	65	25
			324	125 .1	Chlorpyrifos-methyl -2	65	28
氯磺隆	Chlorsulfuron	ESI+	358	141 .0	Chlorsulfuron -1	51	23
			358	167 .0	Chlorsulfuron -2	51	25

表2. 化合物离子对参数列表 (续)

中文名	英文名	电离模式	Q1	Q3	ID	DP/V	CE/V
烯草酮	Clethodim	ESI+	360.1	268.2	Clethodim -1	60	17
			360.1	164	Clethodim -2	60	25
烯草酮砒	Clethodim sulfone	ESI+	392.1	300	Clethodim sulfone -1	60	20
			392.1	164.1	Clethodim sulfone -2	60	34
烯草酮亚砒	Clethodim sulfoxide	ESI+	376.1	206.0	Clethodim sulfoxide -1	60	22
			376.1	164	Clethodim sulfoxide -2	60	30
噻虫胺	Clothianidin	ESI+	250	169.1	Clothianidin -1	35	19
			250	132	Clothianidin -2	35	19
蝇毒磷	Coumaphos	ESI+	363.0	227.0	Coumaphos -1	100	36
			363.0	307.0	Coumaphos -2	100	25
氰霜唑	Cyazofamid	ESI+	325.0	108	Cyazofamid -1	70	20
			325.0	261.0	Cyazofamid -2	70	15
棉隆	Dazomet	ESI+	163.1	120	Dazomet -1	50	16
			163.1	90.1	Dazomet -2	50	12
脱叶磷	DEF/Tribufos	ESI+	315.1	169.0	DEF/Tribufos -1	140	20
			315.1	225.1	DEF/Tribufos -2	140	14
溴氰菊酯	Deltamethrin	ESI+	523.2	281.0	Deltamethrin -1	55	23
			523.2	506.1	Deltamethrin -2	55	16
内吸磷	Demeton	ESI+	259.1	108.8	Demeton -1	80	20
			259.1	222.9	Demeton -2	80	16
二嗪磷	Diazinon	ESI+	305.0	169.0	Diazinon -1	80	27
			305.0	153.0	Diazinon -2	80	28
敌敌畏	Dichlorvos	ESI+	221.0	109.0	Dichlorvos -1	70	20
			221.0	127.0	Dichlorvos -2	70	25
苄氯三唑醇	Diclobutrazol	ESI+	328.1	159.0	Diclobutrazol -1	135	42
			328.1	198.9	Diclobutrazol -2	135	28
百治磷	Dicrotophos	ESI+	238.1	112.1	Dicrotophos -1	85	15
			238.1	193.0	Dicrotophos -2	85	13
乐果	Dimethoate	ESI+	230	125.0	Dimethoate -1	56	29
			230	199.0	Dimethoate -2	56	13
呋虫胺	Dinotefuran	ESI+	203.1	129.1	Dinotefuran -1	25	15
			203.1	157.1	Dinotefuran -2	25	10
敌草隆	Diuron	ESI+	233.1	72	Diuron -1	76	33
			235.1	72.1	Diuron -2	76	37
茚虫威	DL-Indoxacarb	ESI+	528.1	203.0	DL-Indoxacarb -1	71	51
			528.1	56.0	DL-Indoxacarb -2	71	55
敌瘟磷	Edifenphos	ESI+	311.0	283.0	Edifenphos -1	110	17
			311.0	109.0	Edifenphos -2	110	45

表2. 化合物离子对参数列表 (续)

中文名	英文名	电离模式	Q1	Q3	ID	DP/V	CE/V
乙硫磷	Ethion	ESI+	385.0	199.1	Ethion -1	31	17
			385.0	171.0	Ethion -2	31	23
苯线磷	Fenamiphos	ESI+	304.2	217.1	Fenamiphos -1	77	31
			304.2	202	Fenamiphos -2	77	45
精噁唑禾草灵	Fenoxaprop-P-ethyl	ESI+	362.1	288.1	Fenoxaprop-P-ethyl -1	71	23
			362.1	119.1	Fenoxaprop-P-ethyl -2	71	40
甲氧菊酯	Fenpropathrin	ESI+	350.3	125.2	Fenpropathrin -1	85	19
			350.3	97.2	Fenpropathrin -2	85	46
唑螨酯	Fenpyroximate	ESI+	422	366.1	Fenpyroximate -1	90	23
			422	135.1	Fenpyroximate -2	90	43
氟虫腓	Fipronil	ESI+	454	368.1	Fipronil -1	50	33
			454	290.1	Fipronil -2	50	42
精吡氟禾草灵	Fluazifop-P-butyl	ESI+	384.1	282	Fluazifop-P-butyl -1	90	31
			384.1	328.1	Fluazifop-P-butyl -2	90	22
咯菌腈	Fludioxonil	ESI+	266.0	228.9	Fludioxonil -1	30	15
			266.0	185.3	Fludioxonil -2	30	33
乙羧氟草醚	Fluoroglycofen-ethyl	ESI+	448.1	343.9	Fluoroglycofen-ethyl -1	25	10
			448.1	222.9	Fluoroglycofen-ethyl -2	25	41
氟硅唑	Flusilazole	ESI+	316.1	247.1	Flusilazole -1	50	26
			316.1	165.0	Flusilazole -2	50	37
氟吡甲禾灵	Haloxyfop-methyl	ESI+	376.0	316.0	Haloxyfop-methyl -1	91	23
			376.0	288	Haloxyfop-methyl -2	91	33
庚烯磷	Heptenophos	ESI+	251.0	126.9	Heptenophos -1	60	20
			251.0	125.1	Heptenophos -2	60	20
氟铃脲	Hexaflumuron	ESI+	460.9	158	Hexaflumuron -1	100	25
			460.9	141.0	Hexaflumuron -2	100	65
噻螨酮	Hexythiazox	ESI+	353.1	228	Hexythiazox -1	56	21
			353.1	168	Hexythiazox -2	56	33
吡虫啉	Imidacloprid	ESI+	256.1	175.0	Imidacloprid -1	60	26
			256.1	209.0	Imidacloprid -2	60	23
异恶隆	Isouron	ESI+	212	167.0	Isouron -1	90	22
			212	72	Isouron -2	90	37
氟芬新	Lufenuron	ESI+	511.0	158.3	Lufenuron -1	65	25
			511.0	141.0	Lufenuron -2	65	70
马拉硫磷	Malathion	ESI+	331.0	127.0	Malathion -1	64	17
			331.0	99.0	Malathion -2	64	31
甲霜灵	Metalaxyl	ESI+	280.2	220	Metalaxyl -1	65	18
			280.2	192.3	Metalaxyl -2	65	24

表2. 化合物离子对参数列表 (续)

中文名	英文名	电离模式	Q1	Q3	ID	DP/V	CE/V
甲胺磷	Methamidophos	ESI+	142	125.0	Methamidophos -1	54	18
			142	94	Methamidophos -2	54	19
灭多威	Methomyl	ESI+	163.0	106.0	Methomyl -1	38	13
			163.0	88	Methomyl -2	38	13
久效磷	Monocrotophos	ESI+	224.1	127.0	Monocrotophos -1	71	21
			224.1	98	Monocrotophos -2	71	17
烯啶虫胺	Nitenpyram	ESI+	271.2	126.1	Nitenpyram -1	71	41
			271.2	237.2	Nitenpyram -2	71	21
氧化乐果	Omethoate	ESI+	214	109.0	Omethoate -1	56	36
			214	182.9	Omethoate -2	56	16
恶草酮	Oxadiazon	ESI+	345.1	303.0	Oxadiazon -1	100	17
			345.1	220	Oxadiazon -2	100	26
杀线威	Oxamyl	ESI+	237.1	72	Oxamyl -1	43	25
			237.1	90.1	Oxamyl -2	43	11
对硫磷	Parathion	ESI+	292	236.0	Parathion -1	80	20
			292	264	Parathion -2	80	15
二甲戊灵	Pendimethalin	ESI+	282.1	212	Pendimethalin -1	45	15
			282.1	194	Pendimethalin -2	45	25
甲拌磷	Phorate	ESI+	261.0	75.0	Phorate -1	51	21
			261.0	199.0	Phorate -2	51	10
甲拌磷砷	Phorate-sulfone	ESI+	277.0	199.0	Phorate-sulfone -1	40	13
			277.0	143.1	Phorate-sulfone -2	40	27
甲拌磷亚砷	Phorate-sulfoxide	ESI+	293.0	247.0	Phorate-sulfoxide -1	40	9
			293.0	170.8	Phorate-sulfoxide -2	40	14
伏杀硫磷	Phosalone	ESI+	368	182	Phosalone -1	71	20
			368	322	Phosalone -2	71	13
亚胺硫磷	Phosmet	ESI+	318	160	Phosmet -1	61	17
			318	133.0	Phosmet -2	61	49
磷酰胺酮	Phosphamidon	ESI+	300	174	Phosphamidon -1	75	19
			300	126.9	Phosphamidon -2	75	36
丙溴磷	Profenofos	ESI+	373.0	302.9	Profenofos -1	80	25
			373.0	345.2	Profenofos -2	80	18
扑灭津	Propazine	ESI+	230.2	146.0	Propazine -1	91	31
			230.2	188.3	Propazine -2	91	23
胺丙畏	Propetamphos	ESI+	282	138	Propetamphos -1	60	24
			282	156.0	Propetamphos -2	60	14
吡嗪酮	Pymetrozine	ESI+	218	105.0	Pymetrozine -1	91	27
			218	78	Pymetrozine -2	91	47

表2. 化合物离子对参数列表 (续)

中文名	英文名	电离模式	Q1	Q3	ID	DP/V	CE/V
百克敏	Pyraclostrobin	ESI+	388.1	194	Pyraclostrobin -1	50	18
			388.1	163.0	Pyraclostrobin -2	50	36
吡蚜灵	Pyridaben	ESI+	365.0	309.0	Pyridaben -1	110	17
			365.0	147.0	Pyridaben -2	110	31
喹硫磷	Quinalphos	ESI+	299.0	163.0	Quinalphos -1	66	31
			299.0	147.0	Quinalphos -2	66	29
精喹禾灵	Quizalofop-p-ethyl	ESI+	373.0	299.0	Quizalofop-p-ethyl -1	50	35
			373.0	271.0	Quizalofop-p-ethyl -2	50	30
烯禾啉	Sethoxydim	ESI+	328.1	178.1	Sethoxydim -1	61	25
			328.1	282.2	Sethoxydim -2	61	17
多杀霉素	Spinosyn A	ESI+	732.4	142	Spinosyn A -1	110	35
			732.4	189.0	Spinosyn A -2	110	40
螺螨酯	Spirodiclofen	ESI+	411.2	312.9	Spirodiclofen -1	88	17
			411.2	71.0	Spirodiclofen -2	88	35
螺虫乙酯	Spirotetramat	ESI+	374.2	302.2	Spirotetramat -1	140	21
			374.2	330	Spirotetramat -2	140	20
氟啶虫胺腈	Sulfoxaflor	ESI+	278	174.1	Sulfoxaflor -1	55	13
			278	154	Sulfoxaflor -2	55	38
戊唑醇	Tebuconazole	ESI+	308	125.0	Tebuconazole -1	90	47
			308	70	Tebuconazole -2	90	49
特丁硫磷	Terbufos	ESI+	289.1	233.2	Terbufos -1	44	13
			289.1	103.1	Terbufos -2	44	8
特丁净	Terbutryn	ESI+	242.2	186.0	Terbutryn -1	81	23
			242.2	68.2	Terbutryn -2	81	55
杀虫畏	Tetrachlorvinphos	ESI+	366.9	126.7	Tetrachlorvinphos -1	90	20
			366.9	240.9	Tetrachlorvinphos -2	90	27
噻虫啉	Thiacloprid	ESI+	253.1	126.1	Thiacloprid -1	81	29
			253.1	99.1	Thiacloprid -2	81	57
噻虫嗪	Thiamethoxam	ESI+	292	211.0	Thiamethoxam -1	60	18
			292	181.0	Thiamethoxam -2	60	32
噻苯隆	Thidiazuron	ESI+	221.2	102.1	Thidiazuron -1	86	21
			221.2	127.9	Thidiazuron -2	86	21
硫双威	Thiodicarb	ESI+	355.0	87.9	Thiodicarb -1	65	30
			355.0	108	Thiodicarb -2	65	21
甲基硫菌灵	Thiophanate-methyl	ESI+	343.0	151.0	Thiophanate-methyl -1	78	28
			343.0	192	Thiophanate-methyl -2	78	23
三唑酮	Triadimefon	ESI+	294	197.0	Triadimefon -1	81	21
			294	225.0	Triadimefon -2	81	17
三唑磷	Triazophos	ESI+	314	119.1	Triazophos -1	70	47
			314	162	Triazophos -2	70	25
敌百虫	Trichlorfon	ESI+	257.1	221.0	Trichlorfon -1	30	14
			257.1	109.0	Trichlorfon -2	30	26

实验结果

115种农药的典型色谱图（图1）

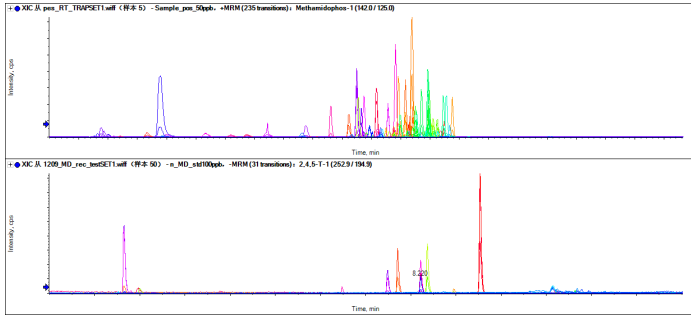


图1. 115种农药的典型色谱图

总结

本实验基于中国本土产品 SCIEX TripleQuad™ 6500+系统，建立了纺织品中115种农残定性和定量分析的检测方法。

SN/T 5423.2-2022:《进出口纺织品 多种农药残留的测定 液相色谱-串联质谱法》是基于SCIEX TripleQuad™系统而建立，得益于中国本土产品 SCIEX TripleQuad™ 6500+系统优异的耐基质能力和高灵敏度，完全可满足在开展该标准项目时的各项指标要求。

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。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-33395-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)