

液相色谱及液质联用技术在食品农药残留检测中的实践应用

朱华凤 吴文轩

伊犁州检验检测认证研究院食品药品检验所, 新疆伊宁, 835000;

摘要: 食品农药残留的精准检测是保障食品安全的核心环节, 液相色谱及液质联用技术凭借高灵敏度与高选择性的技术特质, 已成为该领域的主导检测手段。针对不同基质食品农药残留检测的复杂特性, 本文阐释相关技术的核心原理与优势, 剖析样品前处理优化路径及应用控制点, 结合典型食品检测案例探究技术在新型农药残留检测中的适配性。研究成果可为提升检测效率与准确性提供技术支撑, 助力食品安全监管体系完善及食品行业高质量发展。

关键词: 液相色谱及液质联用技术; 食品农药残留检测; 实践应用

DOI: 10.69979/3041-0673.26.04.012

农药的广泛施用在保障农产品供给的同时, 也使食品农药残留的安全隐患持续存在, 残留农药经食物链进入人体后的长期累积, 会损害器官正常功能, 对人体健康形成显著威胁。消费者健康意识的提升与监管力度的强化, 对农药残留检测技术的精准度与灵敏度提出更高要求。液相色谱及液质联用技术有效弥补了这一不足, 在核心检测场景中展现出不可替代的价值。

1 液相色谱及液质联用技术的核心原理与技术特性

1.1 液相色谱技术的核心原理与技术优势

液相色谱技术以液体作为流动相, 利用样品中不同组分在固定相和流动相之间分配系数的差异, 实现各组分的分离与检测。当样品溶液通过高压泵进入色谱柱后, 各组分在固定相表面发生吸附、脱附、分配等相互作用, 分配系数的差异导致不同组分在色谱柱内的迁移速度不同, 最终依次流出色谱柱, 通过检测器完成定性定量分析。液相色谱技术对极性较强、热稳定性差、分子量大的农药化合物具有良好的分离效果, 如氨基甲酸酯类、拟除虫菊酯类等常见农药残留, 均能通过该技术实现有效检测。相较于传统气相色谱技术, 液相色谱技术无需对样品进行高温气化处理, 有效避免了热不稳定农药组分的分解, 提升了检测结果的准确性。同时, 该技术的检测灵敏度较高, 可实现对食品中痕量农药残留的精准定量, 满足当前食品安全标准对农药残留限量的严格要求。

1.2 液质联用技术的核心原理与技术特性

液质联用技术是将液相色谱的分离能力与质谱的定性定量优势相结合的复合检测技术, 通过接口装置实

现液相色谱与质谱的高效衔接。样品经液相色谱分离后, 通过接口进入质谱检测器, 在离子源的作用下发生电离, 生成带有电荷的离子碎片, 这些离子碎片在质量分析器中依据质荷比的差异进行分离, 最终由检测器记录离子信号, 形成质谱图。通过对质谱图的分析, 可实现对样品中农药组分的精准定性, 结合峰面积与浓度的线性关系完成定量分析。液质联用技术兼具色谱分离的高选择性与质谱检测的高灵敏度, 能够有效应对复杂食品基质中多组分农药残留的同步检测需求。其独特的定性能力可有效避免假阳性结果的出现, 提升检测结果的可靠性; 同时, 该技术的检测下限更低, 可实现对 pg 级农药残留的检测, 适用于新型低剂量农药残留的精准分析。此外, 液质联用技术的检测范围广泛, 可覆盖大多数类型的农药残留, 包括极性与非极性化合物、热稳定与热不稳定化合物, 极大地提升了食品农药残留检测的全面性。

2 食品农药残留检测中样品前处理技术的优化

2.1 提取技术的优化与应用

提取技术的核心是选择合适的提取溶剂与提取方式, 实现农药残留的高效溶出, 传统提取方式如索氏提取、液液萃取等, 存在提取时间长、溶剂用量大、提取效率低等问题, 难以满足批量样品检测的需求。当前, 新型提取技术如 QuEChERS 技术、固相萃取技术、微波辅助提取技术等, 已在食品农药残留检测中得到广泛应用, 并根据不同食品基质的特性进行了针对性优化。QuEChERS 技术凭借操作简便、提取效率高、溶剂用量少的优势, 成为果蔬类食品农药残留检测的主流提取技术, 通过优化提取溶剂的比例、缓冲盐的种类与用量, 可有效提升极性农药残留的提取效率。针对粮油类食品中脂肪含量高的特点, 采用固相萃取技术结合硅胶或

C18 吸附剂, 可实现对脂肪组分的有效去除, 同时保留农药残留组分, 微波辅助提取技术则通过微波的热效应与电磁效应, 加速农药残留在溶剂中的溶出, 缩短提取时间, 提升提取效率, 适用于谷物类食品中农药残留的提取。

2.2 净化技术的优化与实践

净化技术的核心是去除提取液中的干扰组分, 提升检测的准确性与灵敏度。常用的净化技术包括固相萃取、凝胶渗透色谱、分散固相萃取等, 其中分散固相萃取技术因操作简便、净化效率高的特点, 被广泛应用于批量样品的检测。针对不同食品基质的干扰特性, 需选择合适的净化吸附剂, 如针对果蔬基质中的色素与有机酸, 可采用 N-丙基乙二胺 (PSA) 作为吸附剂, 针对粮油基质中的脂肪与固醇类物质, 可采用石墨化炭黑 (GCB) 进行吸附。通过优化吸附剂的用量、净化时间等参数, 可实现干扰组分的高效去除, 同时减少农药残留的损失。例如, 在蔬菜农药残留检测中, 采用 QuEChERS 结合分散固相萃取技术, 以乙腈为提取溶剂, PSA 与 GCB 为复合吸附剂, 可有效去除蔬菜中的色素、多糖等干扰组分, 提取液经滤膜过滤后即可直接进样检测, 大幅提升了检测效率。

3 液相色谱及液质联用技术在不同类型食品农药残留检测中的实践应用

3.1 在果蔬类食品农药残留检测中的应用

果蔬类食品生产中农药使用频率较高, 拟除虫菊酯类是其主要的残留种类。果蔬基质含有的大量水分、色素及维生素等组分, 会对检测信号产生显著干扰, 检测过程需通过优化前处理流程与精准调控检测参数保障结果准确性。采用高效液相色谱法检测果蔬中氨基甲酸酯类农药残留时, 选用甲醇-水体系作为流动相, 搭配 C18 色谱柱完成目标组分分离, 柱温控制在 30℃, 流动相流速设定为 1.0mL/min, 借助紫外检测器在 280nm 波长下实现目标物检测。该方案检出限可低至 0.01mg/kg, 能够满足国家食品安全标准对该类农药残留的限量要求。针对果蔬多种农药残留同步检测需求, 液质联用技术优势更为突出, 采用超高效液相色谱-串联质谱法检测蔬菜中 20 种拟除虫菊酯类农药残留时, 前处理环节采用 QuEChERS 技术, 以乙腈为提取溶剂, 选取 PSA 作为净化吸附剂; 色谱分离阶段采用甲醇-0.1%甲酸水溶液作为流动相, 电离过程选用电喷雾离子源 (ESI), 检测模式采用多反应监测模式 (MRM)。该方法回收率维持在 85%-105%之间, 相对标准偏差低于 5%, 可

实现多种拟除虫菊酯类农药残留的同步精准定量, 适用于大批量蔬菜样品快速筛查。

3.2 在粮油类食品农药残留检测中的应用

粮油类食品包含大米、小麦、食用油等品类, 其基质含有的大量脂肪、淀粉及蛋白质等组分, 易与农药残留形成结合态, 显著增加农药残留提取难度与检测干扰程度。基于粮油类食品的基质特性, 检测过程需重点优化前处理技术以提升农药残留提取效率与净化效果。采用液相色谱法检测大米中有机磷类农药残留时, 前处理环节采用微波辅助提取技术, 选取乙酸乙酯为提取溶剂, 提取温度控制在 60℃, 提取时间设定为 15min, 提取液经固相萃取柱净化后进入色谱检测环节。色谱检测选用 C18 色谱柱作为分离柱, 流动相采用乙腈-水, 流速为 0.8mL/min, 柱温控制在 35℃, 检测过程采用火焰光度检测器。该方法检出限可达 0.005mg/kg, 回收率范围在 80%-100%之间, 能够有效实现大米中有机磷类农药残留的精准检测。液质联用技术在食用油农药残留检测领域应用较为广泛, 采用超高效液相色谱-串联质谱法检测食用油中 15 种有机氯类农药残留时, 前处理环节采用凝胶渗透色谱技术去除基质中油脂组分, 降低油脂对检测过程的干扰; 色谱分离阶段采用乙腈-甲醇作为流动相, 电离过程选用电子轰击离子源 (EI), 检测模式采用多反应监测模式 (MRM)。该方法可有效分离油脂基质中的干扰组分, 检出限低至 0.001mg/kg, 适用于食用油中痕量有机氯类农药残留的精准检测。

3.3 在畜禽产品农药残留检测中的应用

畜禽产品涵盖猪肉、鸡肉、鸡蛋等品类, 其农药残留主要来源于饲料添加的农药成分及养殖环境中农药污染物的迁移, 抗生素类是其常见的残留类型。畜禽产品基质含有的大量蛋白质与脂肪, 会对检测过程产生较强干扰, 需采用针对性前处理技术与检测方法保障结果准确性。采用液相色谱法检测鸡肉中四环素类抗生素残留时, 前处理环节采用固相萃取技术, 以草酸-甲醇为提取溶剂, 提取液经 HLB 固相萃取柱净化后进入色谱检测阶段; 色谱检测选用 C18 色谱柱作为分离柱, 流动相采用乙腈-0.01mol/L 草酸溶液, 借助紫外检测器在 350nm 波长下完成检测。该方法检出限为 0.02mg/kg, 回收率维持在 82%-103%之间, 能够满足鸡肉中四环素类抗生素残留的常规检测需求。在畜禽产品多残留检测场景中, 液质联用技术优势更为显著, 采用超高效液相色谱-串联质谱法检测鸡蛋中 10 种激素类农药残留时, 前处理环节采用甲醇作为提取溶剂, 结合分散固相萃取

技术完成净化操作；色谱分离阶段采用甲醇-0.1%甲酸水溶液作为流动相，电离过程选用电喷雾离子源(ESI)，检测模式采用多反应监测模式。该方法检出限可低至0.001mg/kg，能够实现鸡蛋中痕量激素类农药残留的精准定量，为畜禽产品食品安全监管提供可靠技术支撑。

3.4 在水产类食品农药残留检测中的应用

水产类食品包括鱼类、虾类、贝类等品类，其农药残留来源主要为养殖水体污染、投喂饲料携带的农药残留及环境中农药污染物的迁移，有机磷类是其常见的残留类型。水产类食品基质组成复杂，含有的大量蛋白质、脂肪、多糖及水体悬浮杂质，加之部分农药具有的脂溶性易在水产动物体内富集，这些因素均增加检测难度，检测过程需重点优化前处理的提取与净化环节。采用高效液相色谱法检测鲤鱼中有机磷类农药残留时，前处理环节采用匀浆提取结合固相萃取净化的组合技术，以丙酮-乙酸乙酯为提取溶剂，经匀浆、离心处理后，提取液通过弗罗里硅土固相萃取柱去除脂肪和色素干扰；色谱检测选用C18色谱柱作为分离柱，流动相采用甲醇-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液，流速为1.0mL/min，柱温控制在30℃，借助紫外检测器在230nm波长下完成检测。该方法检出限为0.008mg/kg，回收率范围在83%-102%之间，相对标准偏差低于6%，能够有效实现鲤鱼中常见有机磷类农药残留的精准检测。液质联用技术在水产类食品多残留检测场景中优势显著，采用超高效液相色谱-串联质谱法检测扇贝中18种菊酯类和有机氯类农药残留时，前处理环节采用改良型QuEChERS技术，以乙腈为提取溶剂，通过加入无水硫酸镁和氯化钠促进提取液分层，选用PSA与C18复合吸附剂完成净化操作，去除基质中的多糖和脂质干扰；色谱分离阶段采用甲醇-0.1%甲酸水溶液进行梯度洗脱，电离过程选用电喷雾离子源，检测模式采用多反应监测模式。使用过程中，需要选择适宜的色谱柱以及流动相，使其达到最佳分离效果，通过对温度和流速的控制，降低了试验的误差，对设备进行定期的校验与维修，确保其可以在良好的工作条件下，为测试工作的顺利进行提供强有力的支撑。

3.5 在乳制品类食品农药残留检测中的应用

乳制品类食品包含牛奶、酸奶、奶酪等品类，其农药残留主要来源于奶牛饲料中的农药残留、养殖环境污染物的迁移及加工过程的交叉污染，有机氯类是其常见的残留类型。乳制品基质富含的蛋白质、脂肪、乳糖等组分，易与农药残留形成结合态，且会对检测过程产生

强烈干扰，检测过程需重点解决前处理环节的基质分离与净化问题。采用高效液相色谱法检测牛奶中氨基甲酸酯类农药残留时，前处理环节采用蛋白沉淀结合液-液萃取的组合技术，向牛奶样品中加入三氯乙酸溶液使蛋白质沉淀，离心处理后取上清液，用乙酸乙酯进行萃取操作，萃取液经无水硫酸钠脱水后浓缩定容，色谱检测选用C18色谱柱作为分离柱，流动相采用甲醇-水，流速为0.8mL/min，柱温控制在28℃，借助荧光检测器完成检测。该方法检出限为0.005mg/kg，回收率范围在81%-103%之间，能够满足牛奶中氨基甲酸酯类农药残留的检测需求。液质联用技术在乳制品多残留检测领域应用较为广泛，采用超高效液相色谱-串联质谱法检测奶酪中12种有机氯类和抗生素类农药残留时，前处理环节采用加速溶剂萃取技术，以正己烷-丙酮为萃取溶剂，萃取温度控制在80℃，萃取压力设定为10MPa，萃取液经凝胶渗透色谱净化去除脂肪干扰，色谱分离阶段采用甲醇-0.1%甲酸水溶液进行梯度洗脱，电离过程选用电喷雾离子源，检测模式采用多反应监测模式，该方法检出限可低至0.001mg/kg，回收率维持在84%-105%之间，相对标准偏差低于5%，能够实现奶酪中痕量农药残留的精准检测，为乳制品食品安全保障提供可靠技术支持。

4 结束语

综上所述，液相色谱及液质联用技术凭借高灵敏度、高选择性与宽检测范围的核心特性，已成为食品农药残留检测的关键手段，广泛应用于果蔬、粮油等多品类食品检测，为食品安全监管提供精准可靠的技术支撑。检测实践中，对样品前处理技术的优化，可有效提升农药残留的提取与净化效果，降低基质干扰，为检测结果的准确性奠定基础，不同食品基质的独特组分，对前处理技术的针对性有明确要求，只有结合食品类型优化流程，才能充分发挥这类技术的检测优势，保障结果能够真实反映农药残留状况，为监管决策提供科学依据。

参考文献

- [1]王倩倩.液相色谱在食品农药残留检测中的实践应用[J].中国食品,2024(12):64-66.
- [2]赵馨竹.食品检验检测中液相色谱和气相色谱的应用[J].食品安全导刊,2024(7):158-160.
- [3]金浩.食品检测中的农药残留检测技术探究[J].大众标准化,2023(13):163-165.
- [4]戈文婧,刘鑫玉,王艳超.食品检测中农药残留检测技术的应用[J].食品安全导刊,2023(7):182-185.