 DOI: https://doi.org/10.12349/tie.v3i8.11551

Application Methods of Liquid Chromatography-Mass Spectrometry in Food Pesticide Residue Detection

Qiuzhu Liu

Wuhan Huace Testing Technology Co., Ltd., Wuhan, Hubei, 430000, China

Abstract

The application of liquid chromatography-mass spectrometry (LC-MS) in food pesticide residue monitoring significantly enhances the accuracy, reliability, and authenticity of detection results, meets the requirements for both qualitative and quantitative analysis, and provides robust technical support for food safety regulation. Relevant institutions should focus on critical aspects such as sample preparation, parameter optimization, qualitative/quantitative detection, and result quality control, clarify key application principles of LC-MS technology, and strengthen technical oversight and management. With its high sensitivity and strong interference resistance, this technique effectively detects trace amounts of pesticide residues, fully leveraging its advantages to obtain precise results, thereby strengthening food safety safeguards and ensuring public dietary safety.

Keywords

Liquid chromatography-mass spectrometry (LC-MS); food safety testing; pesticide residues; technical management

液相色谱 – 质谱联用技术在食品农药残留检测中的应用方法

刘秋珠

武汉市华测检测技术有限公司，中国 · 湖北 武汉 430000

摘　要

在食品农药残留监测中的应用液相色谱-质谱联用技术可以更好的保障检测结果的准确性、真实性和可靠性，满足定性定量监测需求，为食品安全监管提供技术支撑。相关单位应紧抓样品前处理以及参数优化、定性定量检测、结果质量控制等相应关键环节，明确液相色谱质谱联用技术的应用要点，加强技术控制和技术管理。该技术灵敏度高、抗干扰能力强，可有效检出微量、痕量农药残留，更好地发挥液相色谱质谱联用技术的技术优势，获得准确的检测结果，全面筑牢食品安全防线、保障民众饮食安全。

关键词

液相色谱-质谱联用技术；食品安全检测；农药残留；技术管理

1 引言

经济社会的迅速发展及人们消费能力的不断提升使得现阶段人们的饮食结构变得日趋复杂，食品行业也得到了前所未有的发展。而在现代农业生产中杀虫剂、杀菌剂、除草剂的广泛应用虽然大幅提高了农产品的产量，能够较好的满足市场需求，提供稳定的食品原料，但是也很容易在果蔬、谷物、食品中出现农药残留问题，若不加强农残检测则很容易会引发食品安全事件。相关单位可通过液相色谱质谱联用技术的科学使用更加精准的判断食品中是否出现农药残留问题，明确农药的类别及残留含量，为食品安全防控提供更多的数据支撑。在液相色谱质谱联用技术使用期间应专注如下几个关键要点加强技术控制，保障检测结果准确、真实、可靠。

【作者简介】刘秋珠（1995–），女，中国河南信阳人，本科，从事化学分析，食品检验检测研究。

2 样品前处理

样品前处理是液相色谱质谱联用技术在食品农药检测中应用的首要环节，其目的在于去除食品中的蛋白质、油脂、色素、淀粉等相应干扰性杂质，降低基质效应作用，进而确保后续检测结果的准确性和可靠性。前处理操作需遵循简单、高效、杂质去除彻底、目标农药无损耗的原则。就现阶段来看 QuEChERS 预处理技术是食品农残检测中主流的预处理技术，可以较好的满足果蔬、谷物、肉制品、乳制品等大多数食品基质的预处理需求。该预处理技术主要分为样品均质、溶剂萃取、盐析分层、杂质净化、浓缩定容五大关键环节。

样品均质是根据食品类别粉碎制备样品，例如谷物干货类食品需要进行干燥、磨粉、过筛，油脂、乳制品是通过低温离心去除分层杂质，保障样品满足于后续检测需求。萃

取环节则可以以乙腈作为萃取溶剂，满足有机磷、氨基甲酸酯、拟除虫菊酯类农药目标残留农药萃取，避免脂溶性杂质的大量溶出。溶剂萃取中需确保均质样品和乙腈溶剂充分混匀，借助有机溶剂萃取食品中的农药残留。在液相体系当中完成盐析分层可以满足溶剂与水相、固体杂质分离需求。工作人员可通过添加复合盐析试剂破坏水溶液与有机溶剂的混溶状态，加速两相分层，降低水溶性杂质对检测结果的干扰和影响。净化环节可借助分散固相萃取技术，根据食品基质、杂质类型精准选择吸附剂，去除色素、油脂、淀粉等相应影响检测结果的干扰物，降低基质效应对检测影响。最后通过氮吹浓缩去除多余有机溶剂，完成样品定容，得到待测液体，保证预处理的适切性和规范性。在预处理环节相关单位应根据食品基质特点确定取样质量、萃取溶剂、核心净化吸附剂，如表 1 所示。

表 1 不同食品基质液相色谱质谱联用技术检测前处理核心参数

基质类型	取样质量	萃取溶剂	核心净化吸附剂	适用农药类型
果蔬类	10.0g	乙腈	PSA+C18	有机磷、氨基甲酸酯类
谷物类	5.0g	乙腈	PSA+GCB	磺酰脲类除草剂
油脂类	2.0g	酸化乙腈	C18+PSA	脂溶性农药
乳制品类	8.0g	乙腈	PSA	水溶性极性农药

3 仪器参数调试与色谱分离

仪器参数调试和色谱分离是确保检测结果准确、真实、可靠的重点，这将会直接影响农药和杂质分离效果，进而影响检测灵敏度和分辨率。液相色谱负责复杂待测液的组分分离，而质谱仪则负责离子化筛选、识别不同农药的特征离子。在液相色谱系统调试中需要紧抓色谱柱选型、流动相配比、柱温、流速与梯度洗脱程序等相应关键要点明确参数及仪器调试规范。一般情况下，在食品农残检测中可采用 C18 反相色谱柱，该色谱柱可以满足大多数极性、弱极性农药检测需求，可以在短时间内完成多种农药组分的基线分离。流动相可选择甲酸铵 - 甲酸水溶液和甲酸铵 - 甲酸甲醇溶液梯度洗脱体系，弱酸弱盐体系能够提升极性农药的离子化效率，有效消除色谱峰拖尾、峰形畸变等常见问题。在柱温设置中可统一设置为 40 ℃，确保柱温稳定，提升分离效果，流速可以设置为 0.3 mL/min，以此来保障微量农药的分离精度 [1]。同时也需要做好进样量控制，避免进样量过大出现色谱柱过载、杂质堆积等相应情况。

在质谱仪调试中应紧抓扫描方式、离子源模式、离子电压等相应核心参数。食品农残检测多采用电喷雾离子源对农药进行离子化处理，需根据农药带电特性选用正负离子扫描模式。氨基甲酸酯、有机磷类碱性农药可采用正离子模式，酸性除草剂、杀菌剂则可以采用负离子模式，具体参数如表 2 所示。

表 2 液相色谱质谱联用仪器核心检测参数

模块	核心参数	参数标准值	参数作用
液相色谱	色谱柱	C18 柱 2.1mm × 100mm，1.8 μ m	高效分离多组分农药残留
	流动相体系	甲酸铵 - 甲酸水 + 甲酸铵 - 甲酸甲醇	优化峰形，提升离子化效率
	流速	0.3mL/min	保障微量组分精准分离
质谱	离子源	ESI 电喷雾离子源	适配绝大多数农药离子化
	扫描模式	MRM 多反应监测	降低干扰，提升检测灵敏度
	电喷雾电压	正离子 5500V、负离子 4500V	稳定离子生成效率

在仪器参数调试结束以后需做好空白、标准品的校准测试，及时发现仪器残留、基线波动等相应问题，确保基线平稳、标准品峰形对称、无杂峰干扰。

4 食品农药残留定性与定量检测

在净化与仪器分离后可借助液相色谱质谱系统对农药残留进行定性定量分析。该环节需严格遵循检测标准和检测规范，结合色谱保留时间、质谱特征离子碎片等相应依据进行定性分析，并借助标准曲线完成定量分析。定性检测过程中应遵循两大匹配依据一致原则。第一为色谱保留时间匹配，即在相同仪器参数、程序的背景下样品色谱峰的保留时间需和农药标准品保留时间一致，偏差时间应在 ±0.2 min 以内 [2]。第二则是质谱特征离子匹配，不同农药具有专属的母离子和子离子碎片，系统可以自动对比待测样品与标准品的离子丰度比、离子碎片种类，匹配达标即可判定该农药存在残留。通过双重判定区分杂质峰与目标农药峰避免出现假阳性的问题，解决复杂食品基质检测干扰难题。

在定量检测中需采用外标标准曲线法，工作人员在检测前需要配制不同浓度梯度的农药混合标准工作液，在相同仪器条件下进行上机检测，以标准品浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标绘制线性标准曲线，确保曲线线性相关系数大于 0.999，确保定量检测的线性精度。在待测样品上机检测以后通过样品峰面积带入标准曲线公式计算样品中目标农药的残留含量 [3]。

在微量残留、低浓度农药检测中可以根据内标法修正基质效应带来的轻微误差，充分保障定量检测结果的精准性。同时需严格遵循《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》进行残留数据值和国标限值的对比分析，判定样品农药残留是否超过标准要求。在批量检测中应每 20 组样品插入一组标准质控样，实时校准仪器偏差，确保批量检测数据准确一致、真实可靠。

5 质控要点

为确保食品农药残留检测结果准确、真实，相关单位还需要从液相色谱质谱联用技术应用的全过程出发进行质量控制，规避检测误差，确保结果真实，避免基质干扰、仪器漂移、操作误差、环境污染等相应检测问题的出现。

在样品采集与保存阶段需要做好空白防控，严格按照标准要求对采样工具进行清洗消毒，避免出现交叉污染问题。不同品类的食品应当单独封装标记，同时根据检测需求分析样品是否需要冷藏、避光、密封保存，避免农药残留降解、微生物滋生影响后续检测结果的精度。若农药为易降解农药需要在 1 d 以内做好前处理和上机检测，确保样品处于原始状态 [4]。

在前处理质量控制中应当严格按照规范标准要求开展空白对照、平行对照实验。在每批次样品中设置试剂空白、样品空白，排查溶剂、吸附剂、实验器具是否会对实验结果产生干扰，是否存在污染问题。每组样品中应设置两组平行实验，确保平行样品检测结果的相对偏差在 5% 以内。若出现偏差超标问题则需要重新落实检测工作，避免人工误差影响检测结果。同时在该环节还需要做好试剂配比、萃取时间、氮吹温度等关键参数的管控，保证前处理操作标准规范 [5]。

再次需要做好仪器管理，作为液相色谱质谱技术应用过程中的重要物质基础，仪器设备运行的稳定性对于检测结果会起到较大的影响。工作人员在仪器启动后需先落实基线校准、质量轴校准等相应工作，清理离子源、色谱柱杂质残留，避免仪器污染或仪器运行稳定性不足出现基线漂移、峰形异常等相应问题。在检测工作开展的过程中需要加强仪器压力、流速、离子强度的监测，若出现参数异常应及时停机排查，分析存在的仪器故障，并对仪器进行检修。在检测结束后需要做好色谱柱和管路清理，避免影响后续检测，同时这也可以延长仪器设备的使用寿命，确保后续检测的精准性。

在数据分析阶段需要着重关注异常数据筛除问题，剔除杂峰、漂移峰、假阳性峰，可以根据保留时间、离子碎片、峰形等相应数据信息进行多维度复核，避免出现数据误判等相应问题。此外还需要做好数据留存，保留检测原始数据以及参数操作记录，确保食品农残检测全过程可追溯，为后续问题分析、报告出具提供信息参考，同时这也更契合于食品安全检测规范化、标准化管理要求 [6]。

6 结语

液相色谱质谱联用技术具有分离效果好、检测灵敏度高、抗干扰能力强、适配性强等相应优势，是现阶段食品农药残留检测中的常用技术方法。而想要更好的发挥液相色谱质谱联用技术的技术优势，就需要根据该项技术的技术原理和应用流程进行技术控制，从样品前处理、仪器参数调试、定性定量检测、全过程质量控制等多个维度进行技术管理和质量管控确保检测结果精准、可靠，更好的发挥液相色谱质谱技术的技术优势，为食品安全管控提供帮助。

参考文献

[1] 徐增伟,曾云夏,曾晓龙,等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定面条中16种真菌毒素含量 [J/OL]. 食品安全质量检测学报, 1-10[2026-07-17].

[2] 王永韬,吴曼妮,刘凤娇,等. 动物源食品中农药残留标准体系发展现状与展望 [J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17 (11): 93-101.

[3] 张秀全. 食品检验检测中残留农药的快速检测技术研究 [J]. 中国标准化, 2026, (12): 252-255.

[4] 张春雷,任晓婕. 食品检验检测中的农药残留快速检测方法 [J]. 中国品牌与防伪, 2026, (11): 51-53.

[5] 王梓臣,李贤宾,刘丰茂. 我国食品中农药残留检测方法标准概述 [J]. 农药科学与管理, 2026, 47 (5): 29-35.

[6] 尚迪,石丽双,于佳,等. 食品农药残留检验的质量控制与风险评估 [J]. 中国农业知识仓库, 2025, 21 (4): 154-157.