

10 分钟内对菠菜中的 203 种农药进行快速可靠的 GC/MS/MS 分析



作者

Anastasia A. Andrianova,
Bruce D. Quimby,
Limian Zhao
安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报介绍了两种方法，可通过 GC/MS/MS 在 10 分钟内对高叶绿素含量的挑战性新鲜菠菜基质实现稳定的多残留农药分析，同时对其中所含的 200 多种农药保持足够的色谱分离度。首先，结合使用常规的 $15 \times 15 \text{ m}$ ($0.25 \text{ mm} \times 0.25 \text{ }\mu\text{m}$) 柱中反吹配置与更快的柱温箱升温速率，使分析时间缩短为 10 分钟。其次，使用迷你孔径 $10 \times 10 \text{ m}$ ($0.18 \text{ mm} \times 0.18 \text{ }\mu\text{m}$) 柱中反吹配置，实现 10 分钟快速分析。使用安捷伦气相色谱方法转换技术对后一种方法进行了准确扩展。结果表明，柱中反吹配置通过尽可能减少色谱柱切割和离子源清洁，确保了方法稳定性并延长了系统的免维护运行时间。数据显示，Agilent 7000E 和 7010C 三重四极杆气质联用系统在 0.1–1000 十亿分之一 (ppb) 的浓度范围内具有出色的线性。在 GC/TQ 连续运行 175 小时的过程中，菠菜提取物（农药加标浓度为 20 ppb）的 700 次连续进样显示出良好的方法稳定性。

前言

在食品分析中，人们越来越需要既不影响方法稳定性和色谱性能，又能更快速地鉴定和定量化学残留物的方法。传统的多残留农药分析方法通常至少需要 20 分钟，导致样品分析周期较长。在这种情况下，一批样品的 GC/MS 分析时间动辄数天。这会成为样品分析瓶颈并限制实验室分析效率。因此，缩短 GC/MS 分析时间无疑会提高样品分析通量，并最终提高实验室分析效率。然而，时间缩短的 GC 方法通常涉及方法稳定性或性能的权衡。本应用简报重点介绍了使用 (a) Agilent 8890 GC 和 7000E 三重四极杆气质联用系统以及 (b) Agilent 8890 GC 和 7010C 三重四极杆气质联用系统的两种快速 GC/MS/MS 方法。这两种方法使运行时间缩短为 10 分钟，同时在不损失灵敏度或方法性能的情况下对复杂菠菜提取物保持稳定的系统性能。

本应用简报中介绍的两种 GC/TQ 系统柱中反吹配置可在 10 分钟内完成分析，同时对 203 种化合物保持足够的色谱分离度和质谱选择性。将保留时间锁定到 Agilent MassHunter 农药与环境污染物 MRM 数据库 (P&EP MRM 数据库) 的传统 20 分钟 GC/MS/MS 方法作为优化、快速分析的基准。

首先，结合使用常规的 15 × 15 m (0.25 mm × 0.25 μm) 柱中反吹配置与更快的柱温箱升温速率，使分析时间缩短为 10 分钟。此配置无需任何硬件更改。其次，使用迷你孔径 10 × 10 m (0.18 mm × 0.18 μm) 柱中反吹配置，实现 10 分钟分析。与常规的 15 × 15 m 设置和气相色谱柱温箱插件 (枕垫) 相比，此配置需要一组新的色谱柱。但第二种配置可以更准确地预测保留时间，并保留所有检测化合物的洗脱顺序。

通过这两种快速方法，使用 P&EP MRM 数据库中提供的保留时间准确地预测了分析物的保留时间^[1]。使用气相色谱方法转换技术并保持相同的色谱柱相比，可以准确预测 10 × 10 m 配置下 203 种分析农药的保留时间并保持相同的洗脱顺序。为了更新常规 15 × 15 m 配置下 10 分钟法的保留时间，使用了农药和正烷烃的组合。

两种色谱柱配置的柱中反吹可以降低定期维护频率 (例如色谱柱两端的切割和离子源清洁)，提高了方法的稳定性。此外，当与程序升温多模式进样口 (MMI) 一起使用时，与色谱柱直接连接进样口和质谱仪的传统配置相比，无需冷却和放空质谱离子源，可以更快地进行衬管更换和其他进样口维护程序。

开发的方法适用于分析农药，覆盖菠菜中不同农药的广泛最大残留限量 (MRL) 范围，在 0.1–1000 ppb 的动态范围内具有出色的校准性能。

为了评估方法的稳定性，我们对加标了低浓度农药的菠菜提取物进行了 700 次连续进样测试。在 700 次进样中，许多复杂分析物响应的相对标准偏差 (RSD) 低于 15%。在测试过程中，无需切割色谱柱、清洁离子源或进行质谱调谐。维护仅限于每 100 次进样后的衬管和隔垫更换。

实验部分

GC/TQ 分析

8890/7000E 和 8890/7010C GC/TQ 组合使用的两种色谱柱配置如图 1 所示。该气相色谱系统配备 Agilent 7693A 自动液体进样器 (ALS) 和 150 位样品盘；一个在程序升温不分流进样模式 (冷不分流) 下运行的 MMI；由安装在两根相同的 15 m 或 10 m 色谱柱之间的安捷伦吹扫 Ultimate 接头 (PUU) 提供的柱中反吹功能；以及 8890 GC 气路反吹模块 (PSD)。表 1 列出了仪器操作参数。在动态 MRM (dMRM) 模式下采集数据，该模式能够进行大量多分析物检测，并能通过高效自动化驻留时间分布来准确定量分析窄峰。

使用 dMRM 功能成功地分析了 203 种农药，总共包含 614 个 MRM 离子对。采用常规 15 × 15 m 配置的传统 20 分钟分析法的最大 MRM 离子对并发数为 52。而在 10 分钟分析法中，常规 15 × 15 m 配置和迷你孔径 10 × 10 m 配置的最大 MRM 离子对并发数则分别为 127 和 83

(图 2)。此外，dMRM 使分析人员能够轻松地添加和删除额外的分析物。P&EP MRM 数据库的使用有利于更简单快速地设置靶向 dMRM 方法。

在本研究中，使用 Agilent MassHunter 工作站 10.1 和 10.2 版，包括用于气质联用系统的 MassHunter 采集软件 10.2、MassHunter 定量分析软件 10.1 和 MassHunter 定性分析软件 10 软件包。

使用浓度范围为 0.1–1000 ppb (包括 0.1、0.5、1、5、10、50、100、250、500 和 1000 ppb (w/v)) 的一系列基质匹配校准标样对校准性能进行了评估。气相色谱多残留农药试剂盒包含 203 种化合物 (Restek, Bellefonte, PA, USA)，

这些化合物受 FDA、USDA 和其他全球政府机构监管，用于制备基质匹配校准标样。将样品瓶中最终浓度为 20 ppb 的 α -BHC-d6 用作目标农药定量的内标 (Agilent Bond Elut QuEChERS IS 标准品编号 6；部件号 PPS-610-1)。所有校准曲线均采用 $1/x$ 作为加权因子。

保留时间锁定 10 分钟法

保留时间锁定可使新色谱柱或仪器具有与 MRM 数据库或现有方法完全匹配的保留时间，从而使方法能够轻松地从一个仪器转移到全球范围内的另一台仪器。这可以简化方法维护和系统设置。P&EP MRM 数据库中提供了传统 20 分钟农药分析的保留时间。结合使用与 20 分钟分析锁定

到 P&EP MRM 数据库相同的气相色谱柱流速，以及采用常规 $15 \times 15 \text{ m}$ 配置的 10 分钟法。这使甲基毒死蜱的新锁定保留时间为 5.520 分钟。为了更新其余分析物的保留时间，使用农药和正烷烃的组合，根据 P&EP MRM 数据库中 20 分钟法的保留时间来预测新方法的保留时间。

使用方法转换工具对采用迷你孔径 $10 \times 10 \text{ m}$ 配置的 10 分钟分析进行了准确扩展，提供的速度增益为 2。通过该方法的微调，在 203 种农药的洗脱范围内，预测和实测保留时间之间实现了高度匹配，产生的偏移为 0.09 分钟。使用以下公式计算新的保留时间 (RT)：

$$RT_{\text{新}} = RT_{\text{旧}} / 2 + 0.09 \text{ min}$$

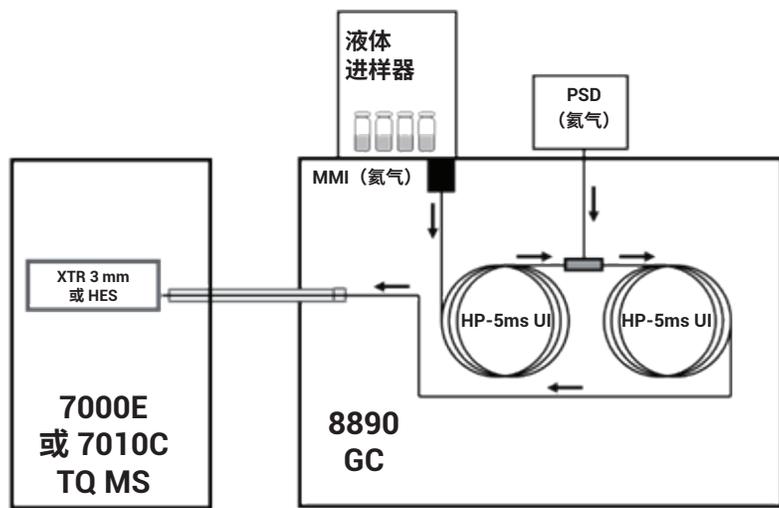
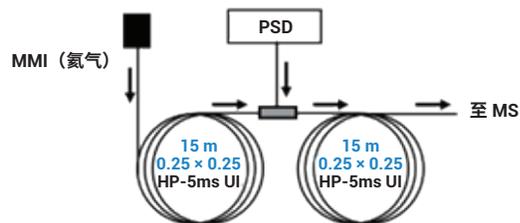


图 1. 具有两种柱中反吹配置 (右) 的安捷伦 GC/TQ 系统

常规 $15 \times 15 \text{ m}$ 柱中反吹配置：



窄径 $10 \times 10 \text{ m}$ 柱中反吹配置：

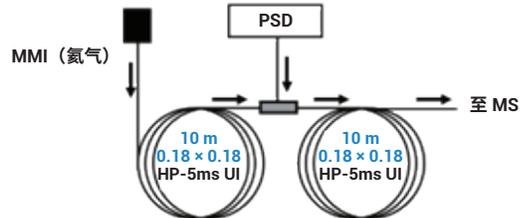


表 1. 可实现 10 分钟农药分析的 Agilent 8890 GC 和 7000 系列 GC/TQ 以及 Agilent 8890 GC 和 7010C GC/TQ 系统条件

GC		
配备快速升温柱温箱、自动进样器和样品盘的 Agilent 8890 GC (220 V 柱温箱)		
进样口	多模式进样口 (MMI)	
模式	冷不分流	
分流出口吹扫流速	60 mL/min, 0.75 min 时开始	
隔垫吹扫流速	3 mL/min	
隔垫吹扫模式	可切换	
进样量	1.0 µL	
进样类型	标样	
L1 气隙	0.2 µL	
载气节省	30 mL/min, 3 min 后开启	
进样口温度	60 °C 保持 0.1 min, 然后以 600 °C/min 的速度升温至 280 °C	
后运行进样口温度	310 °C	
后运行总流速	25 mL/min	
载气	氦气	
进样口衬管	安捷伦超高惰性 2 mm 浅凹坑衬管	
进样口衬管部件号	5190-2297	
柱温箱		
	15 × 15 m 配置	10 × 10 m 配置
初始柱温箱温度	60 °C	60 °C
初始柱温箱温度保持时间	1 min	0.5 min
升温速率 1	80 °C/min	80 °C/min
最终温度 1	170 °C	170 °C
最终温度保持时间 1	0 min	0 min
升温速率 2	35 °C/min	20 °C/min
最终温度 2	310 °C	310 °C
最终温度保持时间 2	3.625 min	1.125 min
总运行时间	10 min	10 min
后运行时间	1.5 min	1.5 min
平衡时间	0.25 min	0.25 min
		高速柱温箱插件 (枕垫)

色谱柱 1		
	15 × 15 m 配置	10 × 10 m 配置
类型	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性
安捷伦部件号	19091S-431UI-KEY	定制色谱柱 ^[2]
长度	15 m	10 m
直径	0.25 mm	0.18 mm
膜厚度	0.25 µm	0.18 µm
控制模式	恒流	恒流
流速	1.016 mL/min	1.3 mL/min
进样口连接	多模式进样口 (MMI)	多模式进样口 (MMI)
出口连接	PSD (PUU)	PSD (PUU)
PSD 吹扫流速	5 mL/min	5 mL/min
后运行流速 (反吹)	-7.873	-3.174
色谱柱 2		
	15 × 15 m 配置	10 × 10 m 配置
类型	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性
安捷伦部件号	19091S-431UI-KEY	定制色谱柱 ^[2]
长度	15 m	10 m
直径	0.25 mm	0.18 mm
膜厚度	0.25 µm	0.18 µm
控制模式	恒流	恒流
流速	1.216 mL/min	1.5 mL/min
进样口连接	PSD (PUU)	PSD (PUU)
出口连接	MSD	MSD
后运行流速 (反吹)	8.202	3.290

MSD		
型号	Agilent 7000 系列 (7000D 和 7000E) 或 7010C 三重四极杆气质联用系统	
离子源	配备 3 mm 透镜的惰性 Extractor 离子源或 HES	
真空泵	高性能涡轮泵	
调谐文件	Atunes.eiex.jtune.xml 或 Atunes.eihs.jtune.xml	
溶剂延迟	3 min	
四极杆温度 (MS1 和 MS2)	150 °C	
离子源温度	280 °C	
模式	dMRM	
He 淬灭气体	2.25 mL/min	
N ₂ 碰撞气体	1.5 mL/min	
MRM 统计结果		
	15 × 15 m 配置	10 × 10 m 配置
MRM 总数 (dMRM 模式)	614	614
最短驻留时间	2.33 ms	3.99 ms
最短循环时间	167.86 ms	110.38 ms
最大 MRM 并发数	127	83
电子倍增器电压增益模式	10	10

样品前处理

样品前处理工作流程图如图 3 所示。样品前处理包括两个主要步骤：首先利用传统 QuEChERS 萃取技术进行样品萃取，然后进行 Captiva 增强型基质去除 (EMR) 直通式净化。将包含 NH₂ 的 Agilent Captiva EMR-高浓度叶绿素新鲜基质 (Captiva EMR-HCF1) 过滤柱用于高叶绿素含量的新鲜基质 (菠菜)。新的样品前处理工作流程是一种简化的程序，在样品基质去除和目标定量数据质量方面均有所改善。

如图 3 所示，首先使用常规的 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒 (部件号 5982-5650CH) 萃取样品。将均质化新鲜菠菜 (10 g) 用于萃取。然后加入 10 mL 含 1% 乙酸的乙腈，进行萃取。萃取完成后，将 3 mL 粗提物转移至 Captiva EMR-HCF1 (部件号 5610-2088) 进行直通式净化。收集样品洗脱液，用无水 MgSO₄ (部件号 5982-0102) 进一步干燥。随后，样品可用于 GC/TQ 分析。使用安捷伦正压 48 孔处理装置 (PPM-48; 部件号 5191-4101) 进行 Captiva EMR 直通式净化处理。

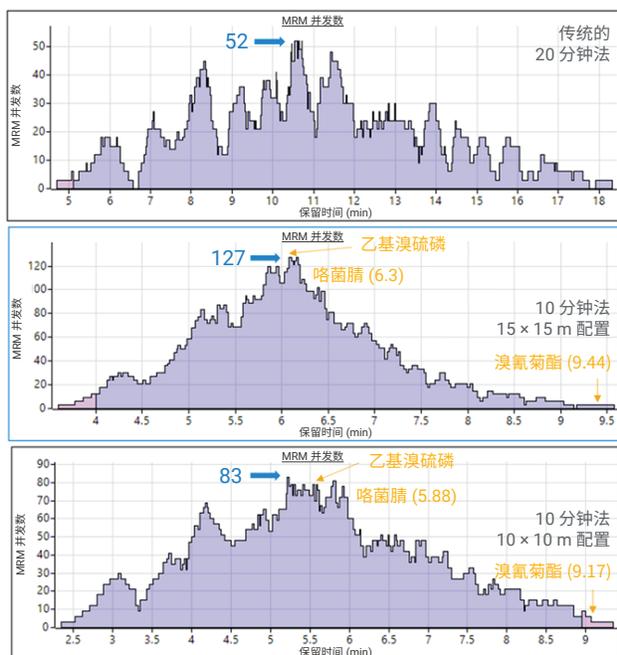


图 2. 20 分钟传统农药分析、采用常规 15 × 15 m 配置的 10 分钟分析，以及采用迷你孔径 10 × 10 m 色谱柱配置的 10 分钟法获得的 614 个 dMRM 离子对分布



图 3. 样品前处理流程图，包括传统的 Agilent QuEChERS 萃取以及后续的 Agilent Captiva EMR 直通式净化

结果与讨论

在 10 分钟分析中对 200 多种农药保持良好的色谱分离度

本文中提到的气相色谱柱中反吹配置包括常规的 $15 \times 15 \text{ m}$ 和迷你孔径 $10 \times 10 \text{ m}$ 配置, 能够实现 203 种农药的 10 分钟分析, 其中每种化合物采集三个 MRM 离子对。如图 4 所示, 采用常规 $15 \times 15 \text{ m}$ 设置 (图 4A) 时, 快速 10 分钟法的色谱分离情况基本得到保持, 而采用迷你孔径 $10 \times 10 \text{ m}$ 设置 (图 4B) 时的色谱分离情况则完全一致。用于将该方法转换到 $10 \times 10 \text{ m}$ 配置的气相色谱方法转换技术可保留化合物的相对洗脱顺序。

10 分钟分离在宽动态范围内的灵敏度和校准性能

使用不同的色谱柱配置和 10 分钟分离获得的方法灵敏度与使用传统 20 分钟法观察到的结果相当。使用 $15 \times 15 \text{ m}$ 和 $10 \times 10 \text{ m}$ 色谱柱配置的 10 分钟法均可检测低于其规定 MRL 的所有目标农药,

即使是充满挑战性的农药也不例外。例如, 溴氰菊酯对于 GC/MS 技术而言是一种具有挑战性的化合物, 结果表明, 使用 7010C GC/TQ 可准确定量菠菜中浓度低至 0.1 ppb 的溴氰菊酯, 而使用 7000 系列 GC/TQ 的定量浓度范围为 1–5 ppb (图 5A)。虽然没有规定菠菜中溴氰菊酯的 MRL, 但它在许多其他食品中受到监管, 包括蔬菜 8 类和 9 类, 以及亚类 IB 和 IC, 其 MRL 为 40–300 ppb^[3]。使用 7010 GC/TQ 和 7000 系列 GC/TQ 观察到的校准范围能够满足分析人员分析各种食品基质中溴氰菊酯的相关需求。

虽然已知溴氰菊酯对于 GC/MS 分析具有挑战性, 但其在 10 分钟分析结束时洗脱会使 MRM 离子对并发数较少。由于只有少量的 MRM 并发离子对, 监测到的溴氰菊酯 MRM 具有相对较长的驻留时间 (超过 50 ms), 即使使用快速 10 分钟方法也是如此 (图 2)。相反, 在 $15 \times 15 \text{ m}$ 和 $10 \times 10 \text{ m}$ 方法配置中, 菠菜中规定 MRL 为 10 ppb 的杀菌剂咯菌腈在谱图重

叠部分洗脱^[4], MRM 离子对并发数分别为 120 和 80。尽管咯菌腈在两种配置下的驻留时间相对较短, 分别为 3 和 4.9 ms, 但在 7010C 和 7000 系列 GC/TQ 系统中, 其准确定量浓度低至 0.1 ppb, 峰上至少有 10 个数据点 (图 5B)。与 7000 系列 GC/TQ 相比, 配备高效离子源 (HES) 的 7010C GC/TQ 具有更高的灵敏度。从而能够在低于 0.1 ppb 的情况下实现准确定量, 尽管这在本研究中并非必需, 因为 US EPA 对大多数食品中农药的规定 MRL 不低于 0.1 ppb。同样, 乙基溴硫磷在拥挤的保留时间窗口中洗脱, 并监测到大量的 MRM 并发离子对, 导致 $15 \times 15 \text{ m}$ 和 $10 \times 10 \text{ m}$ 配置下的驻留时间较短, 分别为 2.7 和 4.7 ms。乙基溴硫磷在各种商品中的建议容许浓度为 20–2000 ppb^[5]。图 5B 和 5C 表明复杂菠菜基质中的咯菌腈和乙基溴硫磷在 0.1–1000 ppb 的宽浓度范围内实现了准确定量, 并具有出色的灵敏度和线性, 峰上至少有 9 个数据点。

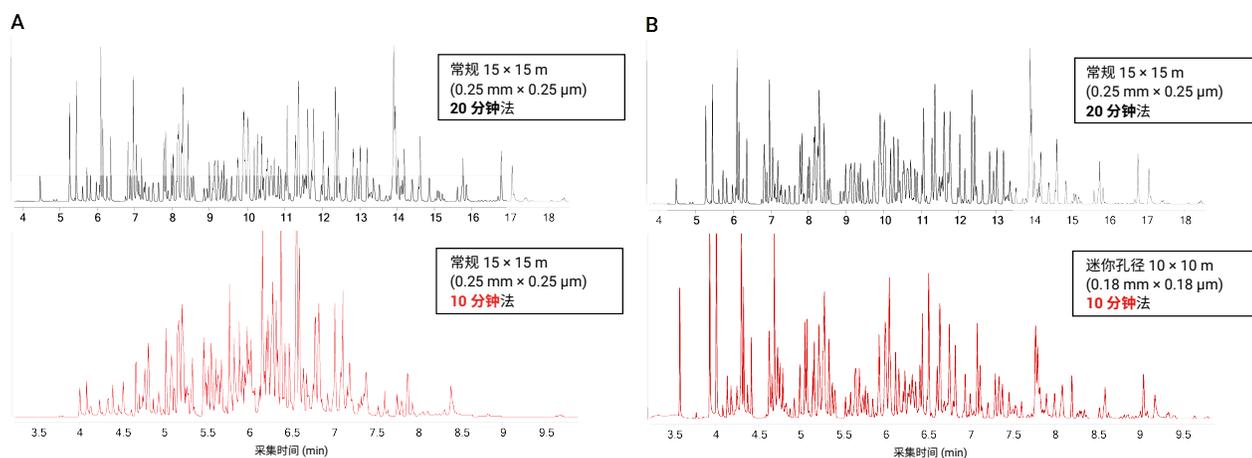
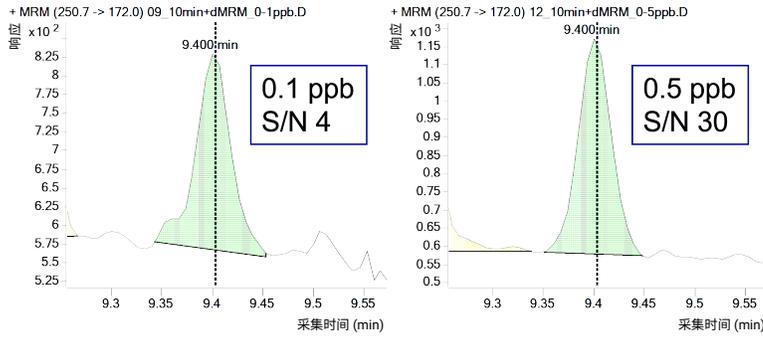


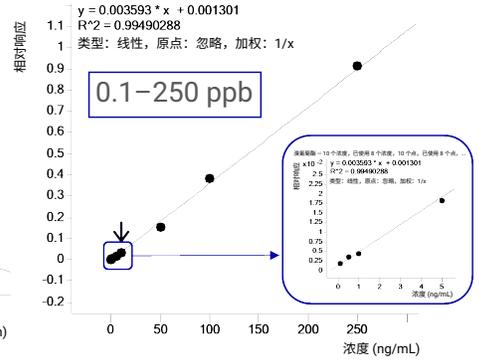
图 4. 使用 (A) 常规 $15 \times 15 \text{ m}$ 配置和 (B) 迷你孔径 $10 \times 10 \text{ m}$ 配置获得的 203 种农药混合物的 MRM 总离子流色谱图 (TIC)

A) 溴氰菊酯

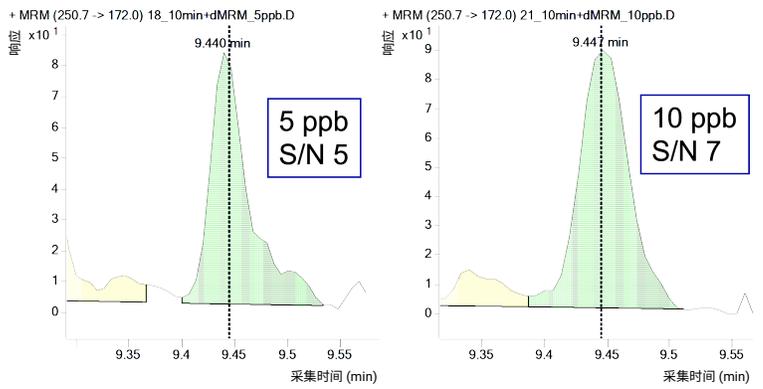
7010C
15 × 15 m



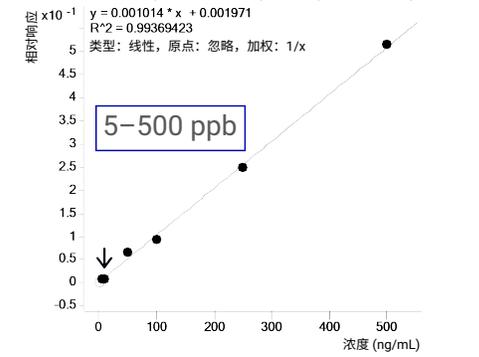
溴氰菊酯 - 10 个浓度, 已使用 8 个浓度, 10 个点, 已使用 8 个点, ...



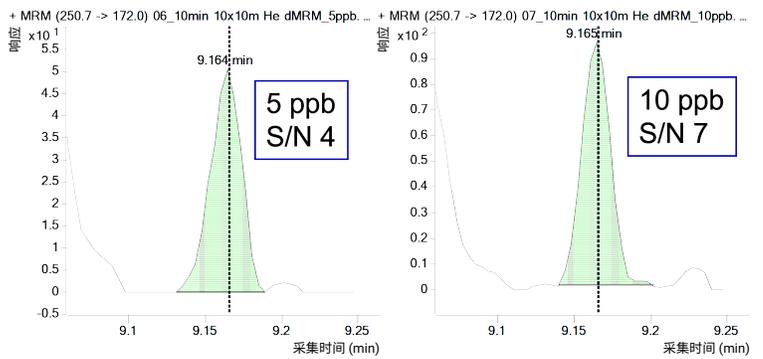
7000E
15 × 15 m



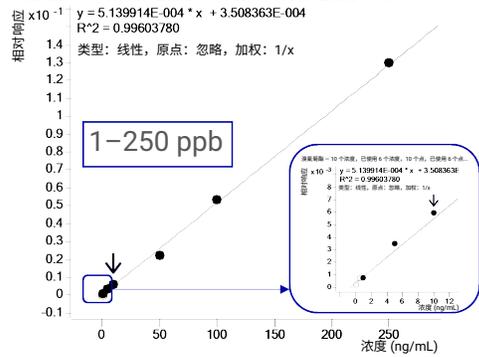
溴氰菊酯 - 10 个浓度, 已使用 6 个浓度, 10 个点, 已使用 6 个点, ...



7000 系列
10 × 10 m

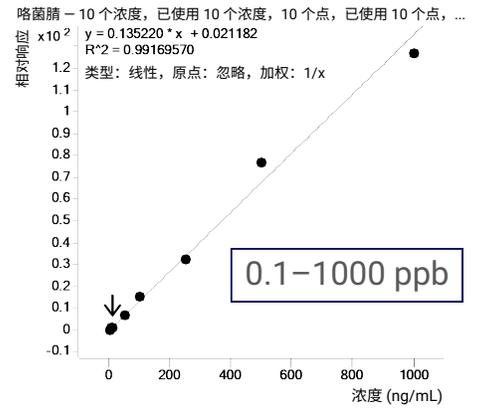
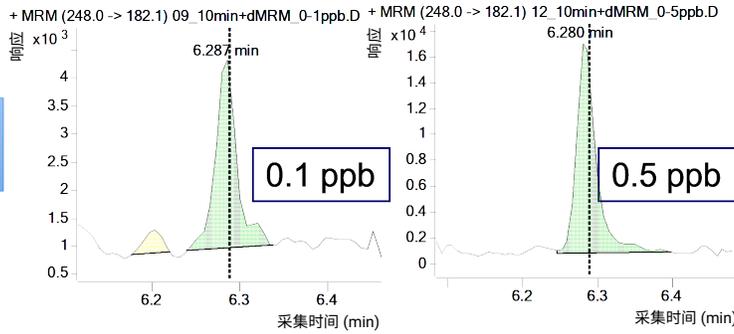


溴氰菊酯 - 10 个浓度, 已使用 6 个浓度, 10 个点, 已使用 6 个点, ...

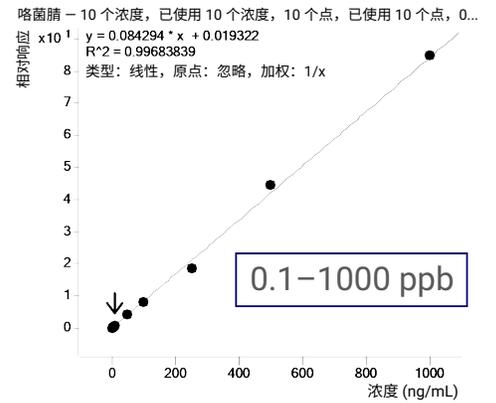
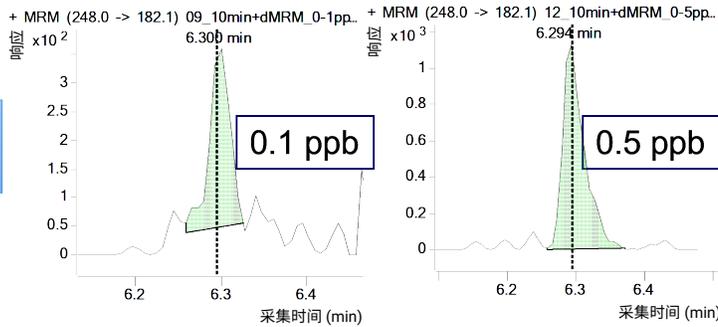


B) 咯菌腈

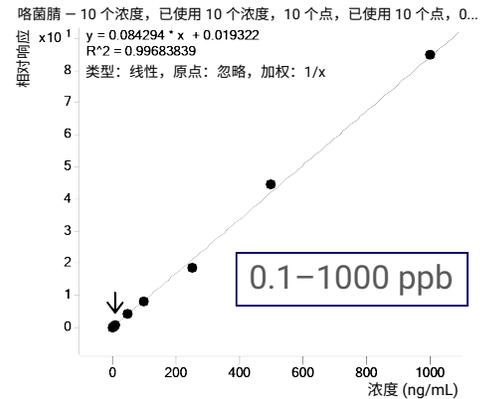
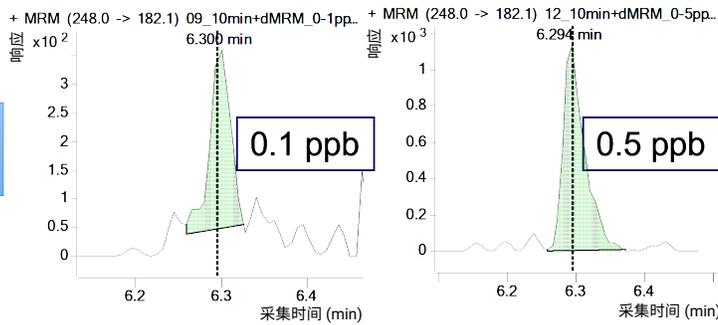
7010C
15 × 15 m



7000E
15 × 15 m

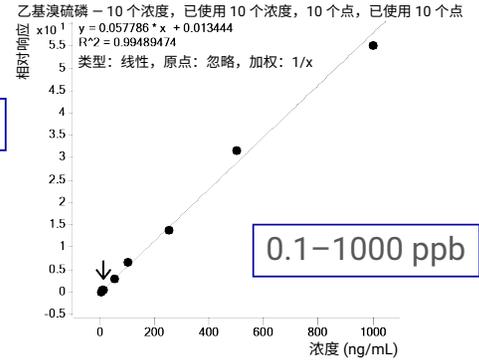
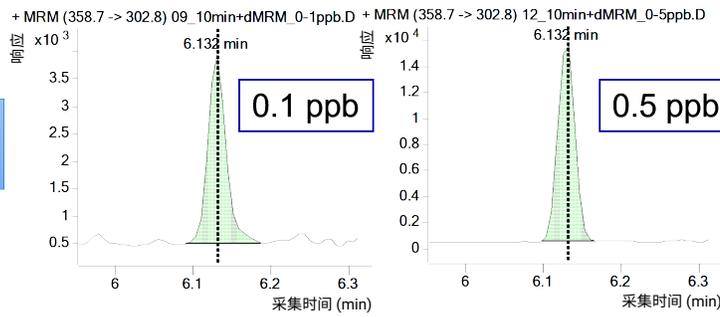


7000E
15 × 15 m

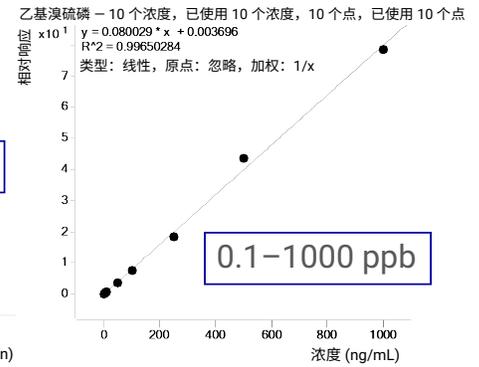
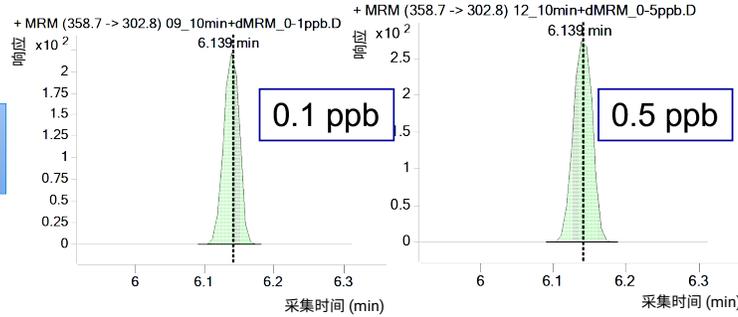


c) 乙基溴硫磷

7010C
15 × 15 m



7000E
15 × 15 m



7000 系列
10 × 10 m

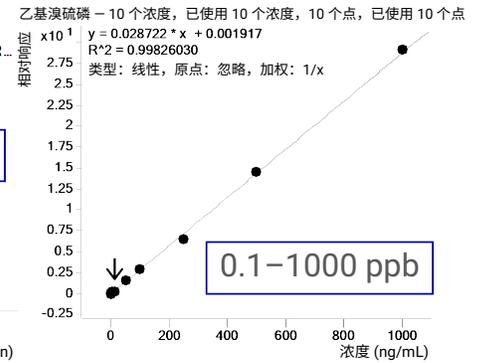
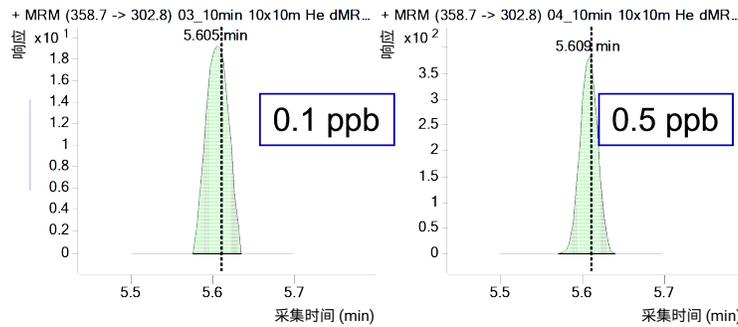


图 5. 使用 Agilent 7010C 和 7000 系列三重四极杆气质联用系统在不同的色谱柱配置和 10 分钟分离中观察到的菠菜中 (A) 溴氰菊酯、(B) 咯菌腈和 (C) 乙基溴硫磷的 MRM 色谱图和基质匹配校准曲线

多残留农药分析的主要挑战在于，不同食品中农药的规定 MRL 存在显著差异。如果方法校准范围不包括目标化合物的所有 MRL，则可能需要进行额外的重新进样。为了使用更通用的定量方法分析商品和各种食品中的不同农药，并简化仪器检测前的样品前处理（例如进一步

稀释），需要采用较宽的动态校准范围。图 6 汇总了使用常规 15 × 15 m 配置与 7010C 和 7000E GC/TQ 结合，以及迷你孔径 10 × 10 m 配置与 7000 系列 GC/TQ 结合，对菠菜中 203 种农药进行 10 分钟分离的校准性能。该图显示了在不同的校准范围内，采用不同的回归拟合（线性或

二次），校准相关系数 $R^2 > 0.99$ 的化合物数量。

大多数目标化合物在 0.1–1000 ppb 或 0.5–1000 ppb 宽范围内获得线性校准曲线，使其能够在不同化合物的各种规定 MRL 下实现可靠定量。

使用两种色谱柱配置的 7000 系列和 7010C GC/TQ，通过 10 分钟分离获得的 $R^2 > 0.99$ 的化合物数量及其校准范围

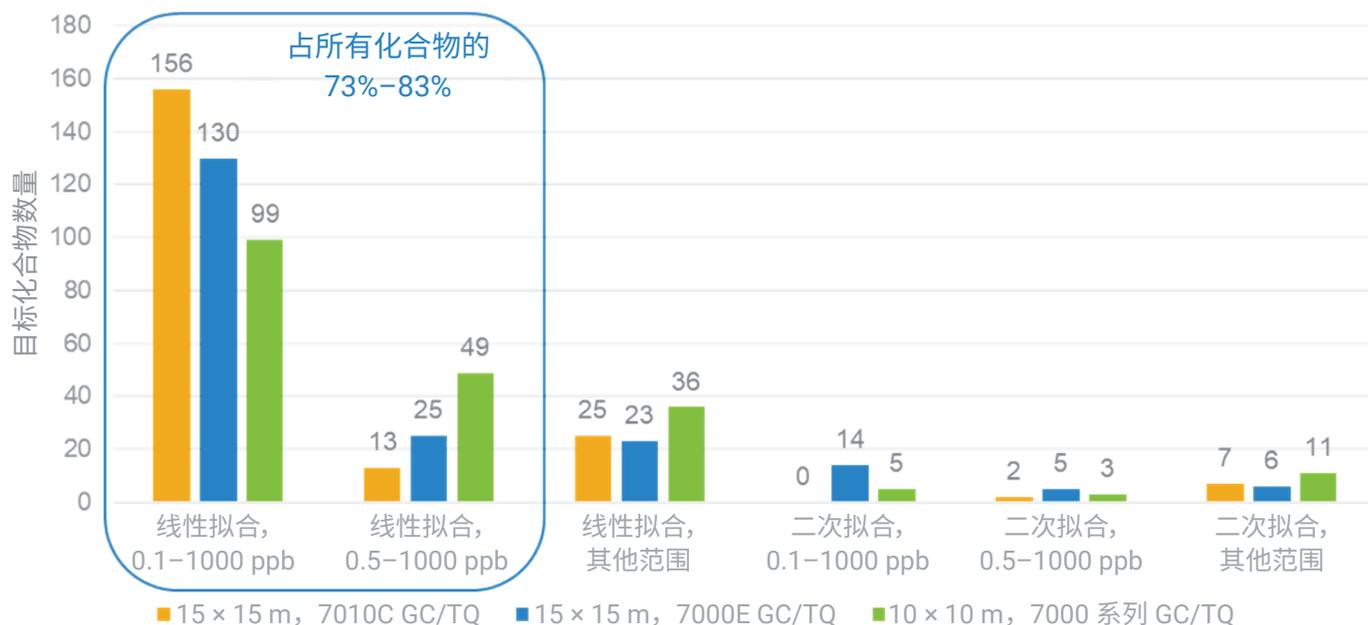


图 6. 使用常规 15 × 15 m 配置结合 Agilent 7010C 和 7000E 三重四极杆气质联用系统，以及迷你孔径 10 × 10 m 配置结合 Agilent 7000 系列三重四极杆气质联用系统，对菠菜中 203 种农药进行 10 分钟分离的校准性能。该图显示了化合物的数量及其校准范围

菠菜提取物 700 次进样的方法稳定性

通过分析农药加标浓度为 20 ppb 的复杂高色素菠菜提取物，证明了 10 分钟分析的稳定性。对 700 次连续进样中分析物的峰面积进行了监测。结合使用常规 15 × 15 m 色谱柱配置与 7000E GC/TQ，在采用 10 分钟法连续运行 175 小时的 700 次进样中，通过内标 (ISTD) 归一化的分析物响应保持一致。在稳定性测试期间执行的唯一维护程序是每 100 次进样后的隔垫和衬管更换。

在包含 1000 次进样的整个研究中（700 次稳定性测试运行，以及为系统评估和校准进行的额外分析），无需执行进样口清洁、气相色谱柱切割、质谱离子源清洁或质谱重新调谐。

应用简报 5994-4965ZHCN^[6] 中介绍了成功实现稳定农药分析，从而在 700 次进样中获得稳定的 GC/TQ 性能的关键因素。本研究中的应用的最佳实践包括：

- 在进行传统的 QuEChERS 萃取之后，通过创新和改进的 Captiva EMR 直通式净化实现简化且改进的样品前处理

- 在全扫描数据采集模式下评估离子源内的基质负载
- 使用常规 15 × 15 m 和迷你孔径 10 × 10 m 柱中反吹配置实现后运行反吹
- 使用带锁定环的手拧式色谱柱螺帽和 CFT 镀金可塑金属密封垫圈实现 GC/TQ 系统无泄漏连接
- 使用带 2 mm 超高惰性浅凹坑衬管（无玻璃毛）的程序升温 MMI

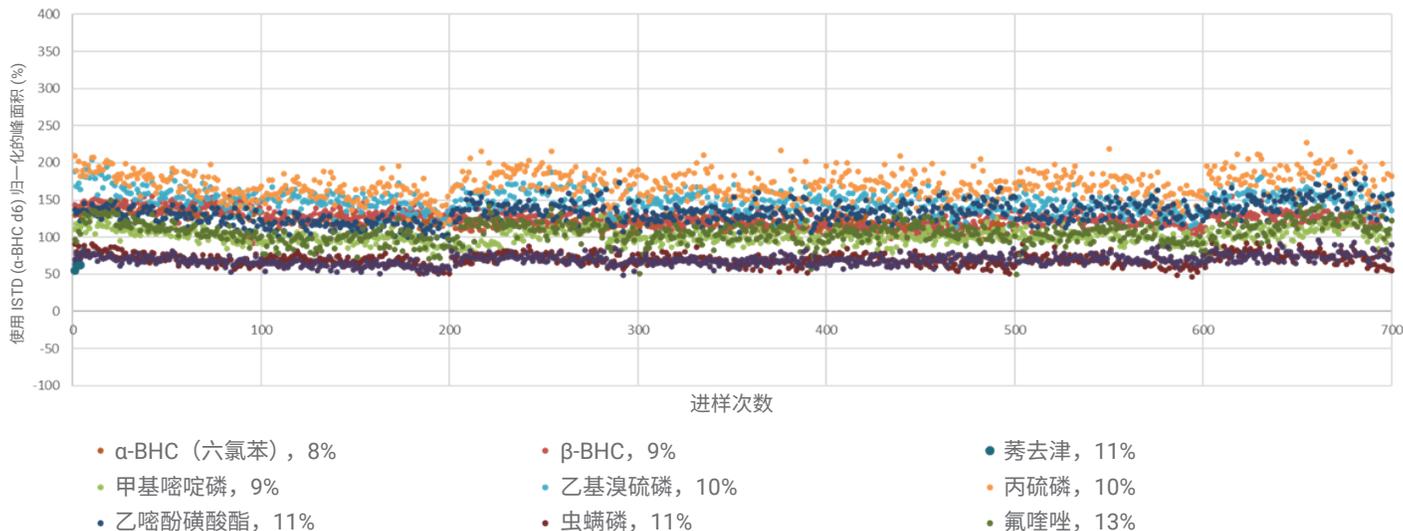


图 7. 在 700 次连续进样中，通过 ISTD 归一化的菠菜提取物中加标浓度为 20 ppb 的农药的峰面积稳定性。结合使用常规 15 × 15 m 色谱柱配置与 Agilent 7000E 三重四极杆气质联用系统进行的 10 分钟分析

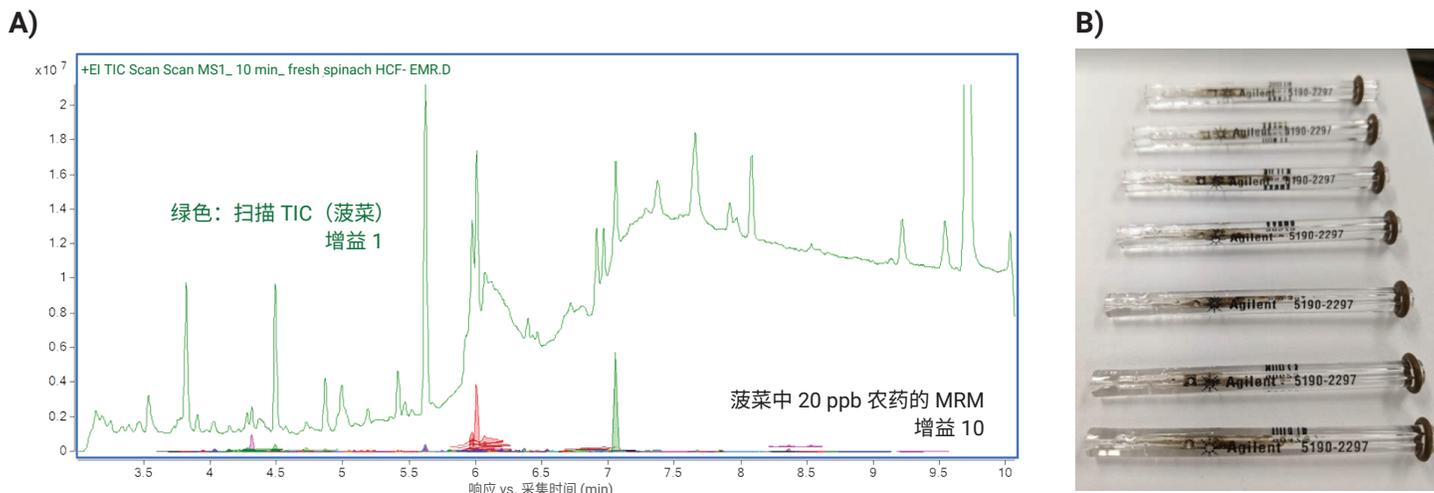


图 8. (A) 菠菜提取物的全扫描色谱图 TIC 和 20 ppb 农药的 MRM TIC。(B) 在稳定性评估过程中进行菠菜提取物分析时，在 100 次进样后更换了气相色谱进样口衬管

如图 8A 所示，在全扫描数据采集模式下，与 20 ppb 农药的 MRM 信号丰度相比，选择用于稳定性测试的高色素菠菜提取物具有相对较高的背景。如图 8B 所示，在 100 次进样后更换了衬管，在稳定性研究过程中共进行了 7 次更换。这表明菠菜提取物确实对 GC/MS 分析构成了挑战，因此可作为稳定性性能评估的适用基质。

结论

本应用简报介绍了使用柱中反吹技术的两种 GC/TQ 系统配置，它们均可在 10 分钟内实现稳定的农药分析，同时对 203 种化合物保持足够的色谱分离度。使用常规 $15 \times 15 \text{ m}$ ($0.25 \text{ mm} \times 0.25 \text{ }\mu\text{m}$) 和迷你孔径 $10 \times 10 \text{ m}$ ($0.18 \text{ mm} \times 0.18 \text{ }\mu\text{m}$) 柱中反吹配置实现了 10 分钟分析。结果表

明，使用 Agilent 7010C 和 7000 系列三重四极杆气质联用系统在 0.1–1000 ppb 或 0.5–1000 ppb 的校准动态范围内获得了出色的线性。农药加标浓度为 20 ppb 的菠菜提取物的 700 次连续进样显示出良好的方法稳定性。

参考文献

1. Agilent MassHunter 农药与环境污染物质 MRM 数据库 (P&EP 4.0), G9250AA, <https://www.agilent.com/en/product/gas-chromatography-mass-spectrometry-gc-ms/gc-ms-application-solutions/gc-ms-pesticides-analyzer>
2. 通过 <https://explore.agilent.com/individual-column> 可订购安捷伦定制气相色谱柱
3. 40 CFR § 180.435 - Deltamethrin; tolerances for residues. [https://www.law.cornell.edu/cfr/text/40/180.435#:~:text=\(2\)%20A%20tolerance%20of%200.05,establishments%20or%20as%20a%20wide](https://www.law.cornell.edu/cfr/text/40/180.435#:~:text=(2)%20A%20tolerance%20of%200.05,establishments%20or%20as%20a%20wide). Accessed on April 22nd, 2022
4. Index to Pesticide Chemical Names, Part 180 Tolerance Information, and Food and Feed Commodities (by Commodity), US EPA. December 12, 2012. <https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-01/documents/tolerances-commodity.pdf>. Accessed on April 28th, 2022
5. IPCS INCHEM. <https://incchem.org/documents/jmpr/jmpmono/v072pr04.htm>. Accessed on April 28th, 2022
6. Andrianova, A; Zhao, L. 使用 GC/MS/MS 分析复杂食品基质中的 200 多种农药时实现超高性能的五个关键因素, 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5994-4965ZHCN, 2022

附录 1

本研究中使用两种色谱柱配置和 10 分钟分离法分析的化合物及其实测保留时间。

名称	保留时间 (min)		名称	保留时间 (min)	
	15 × 15 m	10 × 10 m		15 × 15 m	10 × 10 m
二丙烯草胺	3.773	2.542	γ-BHC (林丹, γ-HCH)	5.201	4.174
2,6-二氯苯甲腈	3.972	2.720	噻霉胺	5.222	4.246
联苯	4.055	2.812	七氟菊酯	5.223	4.310
E-速灭磷	4.110	2.901	地虫磷	5.225	4.223
3,4-二氯苯胺	4.193	2.954	五氯硝基苯	5.227	4.210
克草猛	4.223	3.006	五氯苯甲腈	5.247	4.228
土菌灵	4.246	3.016	乙拌磷	5.273	4.312
N-(2,4-二甲苯基)甲酰胺	4.305	3.091	氯唑磷	5.285	4.361
顺式-1,2,3,6-四氢邻苯二甲酰亚胺	4.312	3.090	特草定	5.285	4.323
虫螨畏	4.321	3.129	野麦畏	5.322	4.379
地茂散	4.375	3.171	δ-BHC	5.330	4.351
2-苯基苯酚	4.444	3.228	百菌清	5.350	4.392
五氯苯	4.495	3.276	敌裨	5.463	4.570
毒草胺	4.702	3.546	硫丹乙酯	5.466	4.523
四氯硝基苯	4.712	3.547	四氟苯菊酯	5.476	4.658
二苯胺	4.734	3.582	二甲草胺	5.477	4.596
环草敌	4.757	3.626	五氯苯胺	5.482	4.552
氯苯胺灵	4.769	3.656	乙草胺	5.502	4.641
2,3,5,6-四氯苯胺	4.793	3.633	乙烯菌核利	5.503	4.654
氟乐灵	4.798	3.724	甲基对硫磷	5.526	4.668
乙丁氟灵	4.811	3.740	甲基毒死蜱	5.526	4.668
乙丁烯氟灵	4.812	3.670	甲基立枯磷	5.559	4.710
治螟磷	4.869	3.789	甲草胺	5.564	4.725
燕麦敌 I	4.928	3.846	异丙草胺	5.579	4.765
甲拌磷	4.932	3.852	甲霜灵	5.583	4.763
β-BHC	5.010	4.115	皮蝇磷	5.614	4.791
α-BHC (六氯苯)	5.011	3.918	氨基乐灵	5.622	4.871
六氯苯	5.069	3.987	七氯	5.630	4.763
莠去津	5.072	4.048	甲基嘧啶磷	5.650	4.892
氯硝胺	5.072	3.998	杀螟硫磷	5.676	4.891
五氯苯甲醚	5.083	4.013	马拉硫磷	5.696	4.962
异恶草松	5.122	4.092	利谷隆	5.708	4.927
环丙氟灵	5.123	4.156	抑菌灵	5.745	4.980
特丁津	5.155	4.163	甲基五氯苯基硫醚	5.767	4.972
特丁磷	5.173	4.178	艾氏剂	5.768	5.061
戊炔草胺	5.175	4.188	倍硫磷	5.779	5.057
二嗪农	5.191	4.244	异丙甲草胺	5.783	5.046
氟消毒	5.199	4.261	毒死蜱	5.790	5.075

名称	保留时间 (min)		名称	保留时间 (min)	
	15 × 15 m	10 × 10 m		15 × 15 m	10 × 10 m
对硫磷	5.793	5.081	杀螨酯	6.275	5.784
三唑酮	5.811	5.100	反式九氯	6.279	5.787
DCPA (敌草索, 二甲基敌草索)	5.829	5.124	狄氏剂	6.279	5.955
葱醌	5.831	5.053	咯菌腈	6.294	5.876
4,4'-二氯二苯甲酮	5.840	5.110	丙硫磷	6.300	5.844
乙基嘧啶磷	5.869	5.241	恶草酮	6.303	5.920
MGK-264	5.881	5.315	丙草胺	6.303	5.895
异丙乐灵	5.898	5.267	碘硫磷	6.304	5.828
除螨酯	5.902	5.194	丙溴磷	6.312	5.877
草乃敌	5.908	5.235	乙氧氟草醚	6.314	5.960
溴硫磷	5.918	5.237	p,p'-DDE	6.342	5.906
啉菌环胺	5.941	5.314	乙嘧啶磺酸酯	6.361	6.014
二甲戊乐灵	5.975	5.356	腈菌唑	6.364	5.970
乙菌利	5.976	5.378	溴虫腈	6.365	6.122
丙烯菊酯	5.979	5.393	氟硅唑	6.370	5.995
氟菌唑	5.979	5.473	精吡氟禾草灵	6.388	6.090
氟虫腈	5.993	5.431	o,p'-DDD	6.404	5.990
戊菌唑	5.998	5.375	三环唑	6.412	5.932
吡啶草胺	5.999	5.358	异狄氏剂	6.423	6.153
毒虫畏	6.016	5.436	乙滴涕	6.453	6.121
七氯环氧化物	6.016	5.402	除草醚	6.477	6.101
异艾氏剂	6.018	5.319	克氯苯	6.506	6.189
克菌丹	6.020	5.472	乙硫磷	6.571	6.315
对甲抑菌灵	6.026	5.413	DDD-p,p'	6.582	6.280
甲基溴苯烯磷	6.036	5.436	o,p'-DDT	6.582	6.318
啶硫磷	6.047	5.463	虫螨磷	6.587	6.338
三唑醇	6.053	5.476	硫丹 II (β-异构体)	6.603	6.235
腐霉利	6.090	5.515	三唑磷	6.644	6.428
灭菌丹	6.127	5.513	硫丙磷	6.659	6.420
多效唑	6.137	5.653	顺式九氯	6.667	6.341
氯杀螨	6.137	5.549	唑草酮	6.668	6.509
乙基溴硫磷	6.139	5.609	甲氧滴滴涕	6.702	6.519
o,p'-DDE	6.176	5.631	异狄氏剂醛	6.709	6.402
杀虫畏	6.181	5.680	三硫磷	6.726	6.513
反式氯丹	6.187	5.610	氟草敏	6.754	6.576
顺式氯丹	6.196	5.744	敌瘟磷	6.786	6.566
苯线磷	6.227	5.797	环草定	6.787	6.588
氟酰胺	6.233	5.801	p,p'-DDT	6.805	6.615
溴苯烯磷	6.252	5.800	异菌脲	6.826	6.947
粉唑醇	6.255	5.764	o,p'-甲氧滴滴涕	6.846	6.703
硫丹 I (α-异构体)	6.274	5.724	硫丹硫酸酯	6.852	6.610

名称	保留时间 (min)		名称	保留时间 (min)	
	15 × 15 m	10 × 10 m		15 × 15 m	10 × 10 m
增效醚	6.854	6.788	氟丙菊酯	7.415	7.607
克螨特	6.856	6.760	溴苯磷	7.417	7.413
苜味菊酯	6.857	6.756	吡菌磷	7.556	7.660
环啉酮	6.861	6.708	氯苯啉啉醇	7.631	7.641
戊唑醇	6.886	6.739	灭蚁灵	7.636	7.533
敌菌丹	6.890	6.805	吡啉硫磷	7.645	7.728
磺乐灵	6.913	6.862	益棉磷	7.675	7.700
联苯菊酯	7.044	7.057	(1R)-顺式-氯菊酯	7.785	7.901
哒啉硫磷	7.048	7.004	(1R)-反式-氯菊酯	7.842	7.962
胺菊酯 I	7.052	6.999	哒螨灵	7.916	7.980
甲氧菊酯	7.106	7.121	蝇毒磷	7.964	8.028
溴螨酯	7.109	7.061	氟啉啉	7.964	8.023
EPN	7.112	7.061	咪鲜胺	7.988	8.058
吡螨胺	7.130	7.152	氟氯菊酯 I	8.157	8.184
p,p'-甲氧滴滴涕	7.131	7.111	氯菊酯 I	8.250	8.339
亚胺硫磷	7.135	7.054	氟氯戊菊酯 I	8.359	8.444
异狄氏剂酮	7.189	7.033	灭螨醌	8.409	8.534
苯醚菊酯 I	7.230	7.243	醚菊酯	8.431	8.485
保棉磷	7.330	7.405	氟啉草酮	8.708	8.662
四氯杀螨砒	7.330	7.305	氟戊菊酯 I	8.881	8.799
λ-氯氟菊酯	7.334	7.438	τ-氟胺菊酯 I	8.970	8.894
吡丙醚	7.358	7.406	溴氯菊酯	9.444	9.166
伏杀磷	7.389	7.387			

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

DE13474802

本文中的信息、说明和指标如有变更,恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2022
2022年9月29日, 中国出版
5994-4967ZHCN