

## 通过更长的使用寿命和超高的稳定性 在 800 次进样中高灵敏度检测 190 种 农药



### 作者

Brooke C. Reaser  
安捷伦科技有限公司

### 摘要

多组分农药残留分析已成为气相色谱和质谱分析人员面临的最困难但最重要的分析挑战之一。Agilent 8890 气相色谱仪 (GC) 与配备高效离子源 2.0 (HES 2.0) 的 Agilent 7010 三重四极杆质谱仪 (GC/TQ) 的联用系统是一款分析准确、性能稳定且重现性好的仪器，适用于复杂样品的多组分农药残留分析。使用 Agilent QuEChERS 样品前处理套件对菠菜样品进行提取，然后连续进样 800 次，分析其中 190 种农药。在进样期间仅需对气相色谱进样口进行维护。这套稳定性出色的仪器配置有一个多模式进样口、一套柱中反吹装置和 HES 2.0。分析方法、灵敏度或仪器性能均未发生下降，从而实现了菠菜中农药的高通量、准确、稳定和高灵敏度检测。

## 前言

多组分农药残留分析仍然是食品安全领域面临的一项重要分析挑战<sup>[1-7]</sup>。用于提高作物产量的农药可能会进入最终产品中，从而引发了对消费者安全的担忧。因此，全球多个监管机构发布了产品中允许的农药最大法定残留限量 (MRL) 或容许量要求。然而，随着新型化学品不断出现，食品中使用的农药数量不断增加，进一步增加了多组分农药残留分析的复杂性。

对于特别棘手的基质，代表“快速、简便、经济、高效、稳定和安全”的 QuEChERS 作为一种多组分农药残留分析的样品前处理技术已得到广泛认可<sup>[1]</sup>。Agilent QuEChERS 样品前处理套件包括预分装的分散和提取产品，萃取用盐和陶瓷均质子，简单易用。这些套件可直接用于各种方法，包括美国官方农业化学家协会 (AOAC)<sup>[2]</sup> 和欧盟标准 (EN) 方法<sup>[3]</sup>。

食品的 QuEChERS 提取物可通过气相色谱或高效液相色谱 (HPLC) 结合质谱仪 (MS) 或串联质谱仪 (MS/MS) 进行分析<sup>[4,5]</sup>。根据样品净化的程度以及所分析的食品的不同，QuEChERS 提取物可能引起仪器污染，导致数据质量不佳<sup>[6]</sup>。这种污染可能表现为灵敏度降低、保留时间偏移、峰形不佳等。为了确保分析结果的稳定性和可靠性，对仪器进行定期维护是必要的，包括维护气相色谱进样口、截短色谱柱和清洗离子源。

反吹是能够改善复杂基质的 GC/MS/MS 分析的关键方法之一<sup>[7]</sup>。反吹是指将毛细管柱中的气流反向，将不需要的基质组分从气相色谱分流出口吹出，而不会进入检测器。反吹可提高方法稳定性，并有助于大幅减少质谱仪所需的维护。

安捷伦推出新型 HES 2.0 离子源作为 7010D 三重四极杆质谱仪 (TQ) 的组成部分，它也可以作为 7010A/B/C GC/TQ 仪器的升级组件。HES 2.0 离子源可提高系统稳定性，能够对食品基质中的农药进行数百次进样分析，而仅需要气相色谱维护和离子源清洁。对于超痕量分析，HES 2.0 提供了与原始 HES 同样非常出色的分析灵敏度。

菠菜提取物中的多组分农药残留分析使用配备 HES 2.0 的升级版 7010B GC/TQ。将加标浓度为 50 ppb、含有多组分农药的嫩菠菜提取液分析 400 次，并使用基质匹配标样进行分析和定量，证明了方法和仪器的稳定性。多模式进样口 (MMI) 和两根 15 m 色谱柱之间的反吹能够大幅缩短气相色谱进样口维护所引起的停机时间。在未对质谱仪进行任何维护的情况下，保持了出色的灵敏度和定量准确度。

## 实验部分

### GC/TQ 分析

分析采用 8890 气相色谱仪和已经升级到 HES 2.0 系统的 7010B 三重四极杆质谱仪。仪器和方法的配置见之前的应用简报<sup>[7]</sup> 和图 1。

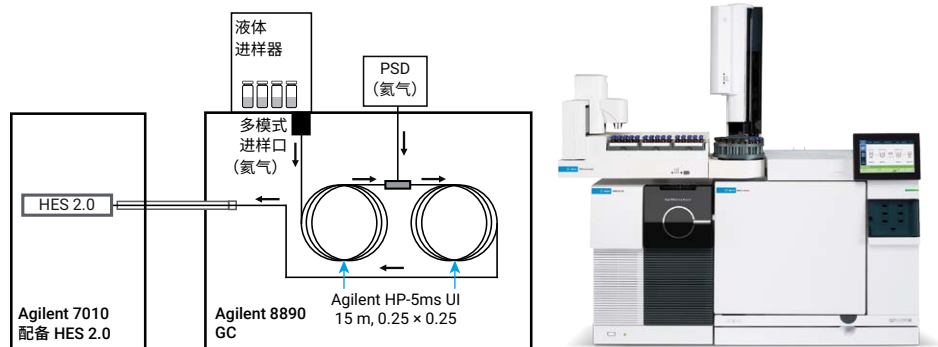


图 1. 配备 HES 2.0 的升级版 Agilent 8890/7010B GC/TQ 系统以及系统配置

气相色谱系统配备 Agilent 7650A 自动液体进样器 (ALS) 和 50 个瓶位的样品盘。气相色谱使用 MMI 实现程序升温不分流进样。使用安装在两根相同的 15 m 色谱柱之间的安捷伦吹扫 Ultimate 接头 (PUU) 实现柱中反吹；8890 气相色谱气路反吹模块 (PSD) 降低了定期维护频率。方法参数列于表 1 中。

表 1. 用于农药分析的 Agilent 8890 气相色谱系统和配备 HES 2.0 离子源的升级版 Agilent 7010B 系统的条件

GC	
仪器	Agilent 8890, 配备快速升温柱温箱、自动进样器和样品盘
进样口	多模式进样口 (MMI)
模式	不分流
分流出口吹扫流量	15 mL/min, 0.75 min 时开始
隔垫吹扫流量	3 mL/min
隔垫吹扫模式	可切换
进样量	1.0 µL
进样类型	标准
L1 气隙	0.1 µL
载气节省	关闭
进样口温度	60 °C 保持 0.1 min, 然后以 600 °C/min 升至 280 °C
后运行进样口温度	310 °C
后运行总流量	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 (部件号 5190-2297)
柱温箱	
初始柱温箱温度	60 °C
初始柱温箱温度保持时间	1 min
升温速率 1	40 °C/min
最终温度 1	170 °C
最终温度保持时间 1	0 min
升温速率 2	10 °C/min
最终温度 2	310 °C
最终温度保持时间 2	3 min
总运行时间	20.75 min
后运行时间 (反吹)	1.5 min
平衡时间	3 min

色谱柱 1	
类型	Agilent HP-5ms UI (部件号 19091S-431UI)
柱长	15 m
直径	0.25 mm
膜厚度	0.25 µm
控制模式	恒流
流量	1.00 mL/min
进样口连接	多模式进样口 (MMI)
出口连接	PSD (PUU)
PSD 吹扫流量	5 mL/min
后运行流量 (反吹)	-7.873 mL/min
色谱柱 2	
类型	Agilent HP-5ms UI (部件号 19091S-431UI)
柱长	15 m
直径	0.25 mm
膜厚度	0.25 µm
控制模式	恒流
流量	1.200 mL/min
进样口连接	PSD (PUU)
出口连接	MSD
后运行流量 (反吹)	8.202 mL/min
MSD	
型号	Agilent 7010B
离子源	Agilent HES 2.0
真空泵	高性能涡轮泵
调谐文件	Atunes.eihs.tune.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 或 Scan
He 淬灭气体	4 mL/min
N <sub>2</sub> 碰撞气体	1.5 mL/min
MRM 统计结果	
MRM 总数 (dMRM 模式)	552
最短驻留时间 (ms)	2.63
最短循环时间 (ms)	82.42
最大 MRM 并发数	48
电子倍增器电压增益模式	10

利用安捷伦农药和环境污染物 (P&EP) 数据库 (P&EP 4, 部件号 G9250AA) 可以轻松、快速地创建动态多反应监测 (dMRM) 方法。此方法能够分析 190 种农药, 共 552 个 MRMs, MRMs 最大并发数为 48, 如图 2 所示。

### QuEChERS 样品前处理

样品前处理程序汇总于图 3 中。将一袋冷冻的有机嫩菠菜用香料粉碎机均质化。然后, 制备 8 份重复样品。对于每份重复样品, 称取 15 g 均质化菠菜, 置于 50 mL 试管中。然后, 将其中两份重复样品指定为样品, 而其余六份则指定为混合的基质匹配标样。向两份菠菜样品中加入 15  $\mu$ L 稀释至 50 ng/ $\mu$ L 的内标混合物 (部件号 5190-0502)。向所有八份重复样品中加入 15 mL 1% 乙酸的乙腈溶液, 将混合物涡旋, 直至充分混合。向每个 50 mL 试管中加入 QuEChERS 套件 (部件号 5982-5755) 中的盐包和两个均质子进行萃取。将其振摇 1 min, 然后以 4000 rpm (最大半径 17.4 cm) 离心 5 min。对于样品和混合标样, 将 8 mL 上

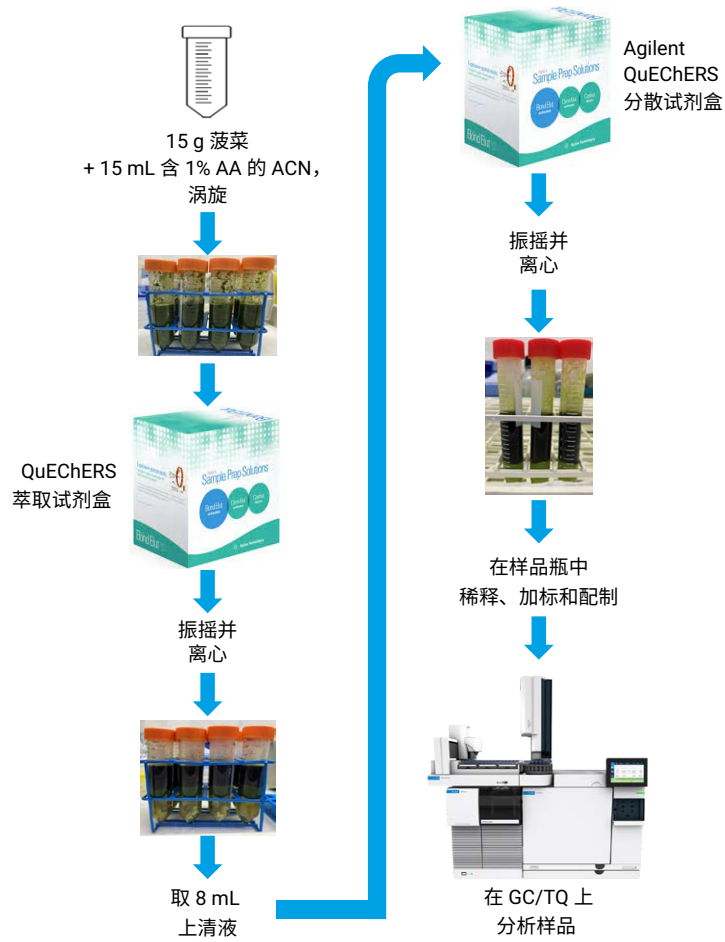


图 3. 样品前处理工作流程

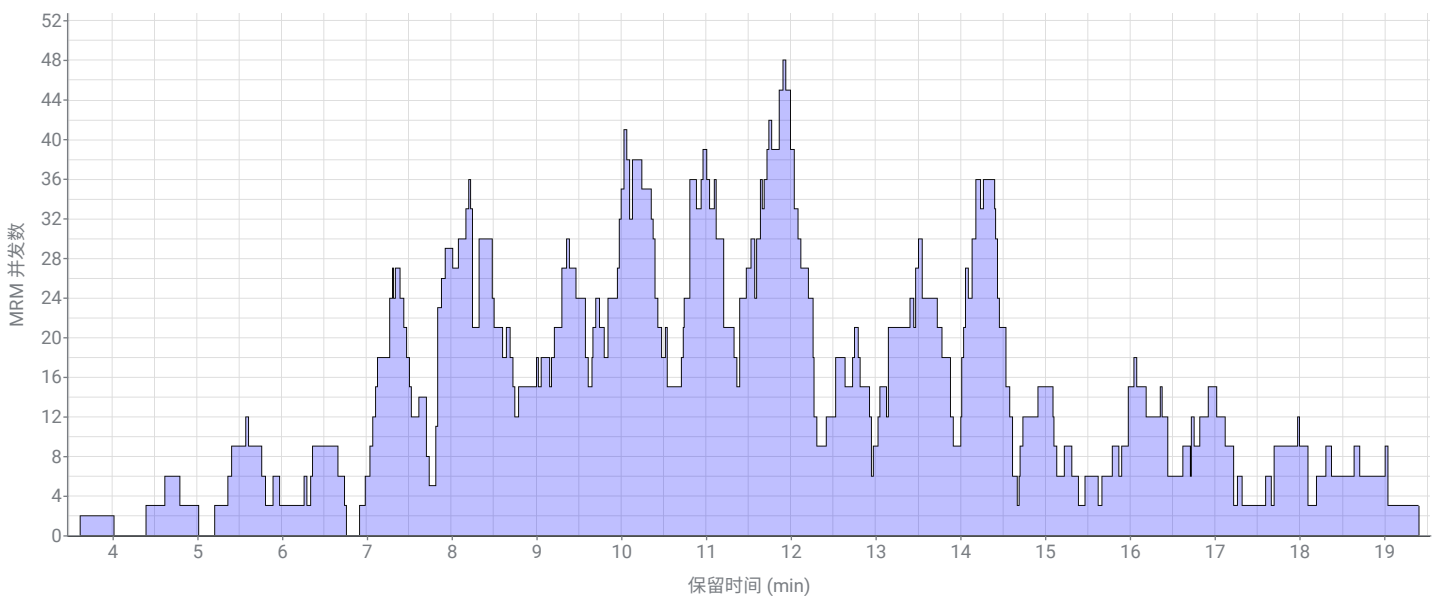


图 2. MRM 并发数与保留时间

清液转移至含有盐的试管中进行分散。振荡 30 秒，然后如之前所述离心 5 min。取出各样品的上清液，将其置于棕色玻璃样品瓶中。对于混合标样，取出所有重复样的上清液，并在棕色大广口瓶中混合，进行标样配制。

### 标样配制

多组分基质匹配标样由 FDA 分析参比标样套件（部件号 PSM-101）制备。将 PSM-101 农药套件中的 A、B、C、D、E、L、M、N、O 和 P 混合，得到包含 190 种农药残留的 10 ppm 标准储备液。然后将该储备液用乙腈稀释至以下标称浓度：1000、100、10 和 1 ppb。在气相色谱样品瓶中，将标样与菠菜提取物混合。将对硫磷- $d_{10}$  和  $\alpha$ -BHC- $d_6$  的内标混合物与乙腈混合，直至内标的标称浓度达到 50 ppb，且基质匹配标样的标称浓度（总体积为 1500  $\mu$ L）如下：0.1、0.5、1、5、10、50、100、253.3、500 和 1000 ppb。在额外的样品瓶中配制 50 ppb 基质匹配标样以备后续进行定量检测，以测试稳定性。在样品瓶中将样品稀释 3 倍，以匹配标样中的基质浓度。如之前的应用简报<sup>[7]</sup> 所述，通过在全扫描模式下单独分析基质确定该 3 倍稀释倍数，以确保仪器不会发生基质过载或饱和。将各个浓度水平的基质匹配标样和样品放入带有 250  $\mu$ L 玻璃内插管的样品瓶中进行 GC 分析。

### 序列

每个序列包括 102 针菠菜提取液的进样分析。这些菠菜提取液或者是样品，或者是基质匹配的标样。另外还进样空白乙腈来评估系统洁净度，确保无分析物残留或额外的背景污染。菠菜提取物中 50 ppb 基质匹配标样的代表性 MRM 色谱图如图 4A 所示，部分放大图如图 4B 所示。

序列包括：

- 基质匹配校准曲线（10 个点）
- 两份菠菜样品
- 基质匹配校准曲线（10 个点）
- 基质匹配标样（50 ppb） $\times$  60 次
- 基质匹配校准曲线（10 个点） $\times$  2 次，每个标样重复两次

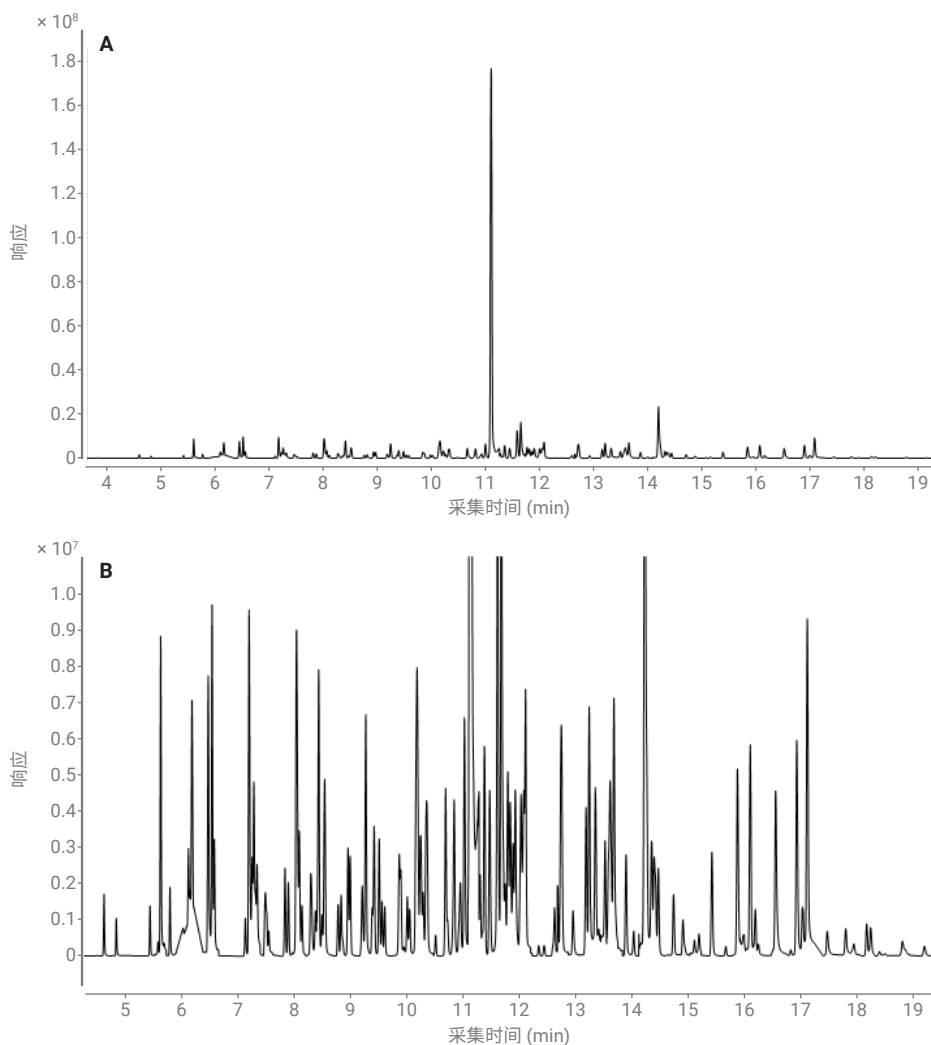


图 4. 代表性色谱图 (A) 和部分放大的色谱图 (B)

为实现对 50 ppb 基质匹配标样的 400 多次进样，运行了七个序列，总共进样 819 次，其中 714 次为菠菜基质进样。在每个序列后，更换气相色谱进样口衬管和隔垫，并根据需要更换 5  $\mu$ L 进样针。另外，用储存在冰箱中的样品和标样替换气相色谱样品瓶中的溶液。未进行其他仪器维护。

## 结果与讨论

在通过 GC/TQ 分析的 190 种农药残留中，根据农药的分析响应和性能选择 114 种进行进一步研究。选择这 114 种农药是因为它们的校准曲线在七个序列中可实现线性或二次拟合。这些曲线不需要分析人员过多干预（例如手动积分），并且校准曲线涵盖 50 ppb 浓度点，因此可将用于稳定性评估的 50 ppb 基质匹配标样作为样品进行计算。标准曲线上那些由于受到污染物干扰而导致信噪比 (S/N) < 3 或者准确度  $\geq \pm 25\%$  的点都被排除。在本应用简报结尾处的表 2 可以找到关于这些农药残留的汇总。

许多农药残留可在低至 0.5 ppb 或 0.1 ppb 的情况下实现准确定量，同时保持 S/N > 10 且定量准确度 < 25%。例如，图 5A、5B 和 5C 分别显示了 DCPA 的 0.1 ppb 峰、相应的定性离子以及校准曲线。在 0.1–1000 ppb 的四个数量级校准范围内，可通过二次校准曲线很好地进行拟合。根据美国 FDA 的规定，DCPA 在各种水果和蔬菜中的 MRLs 可低至 50 ppb。

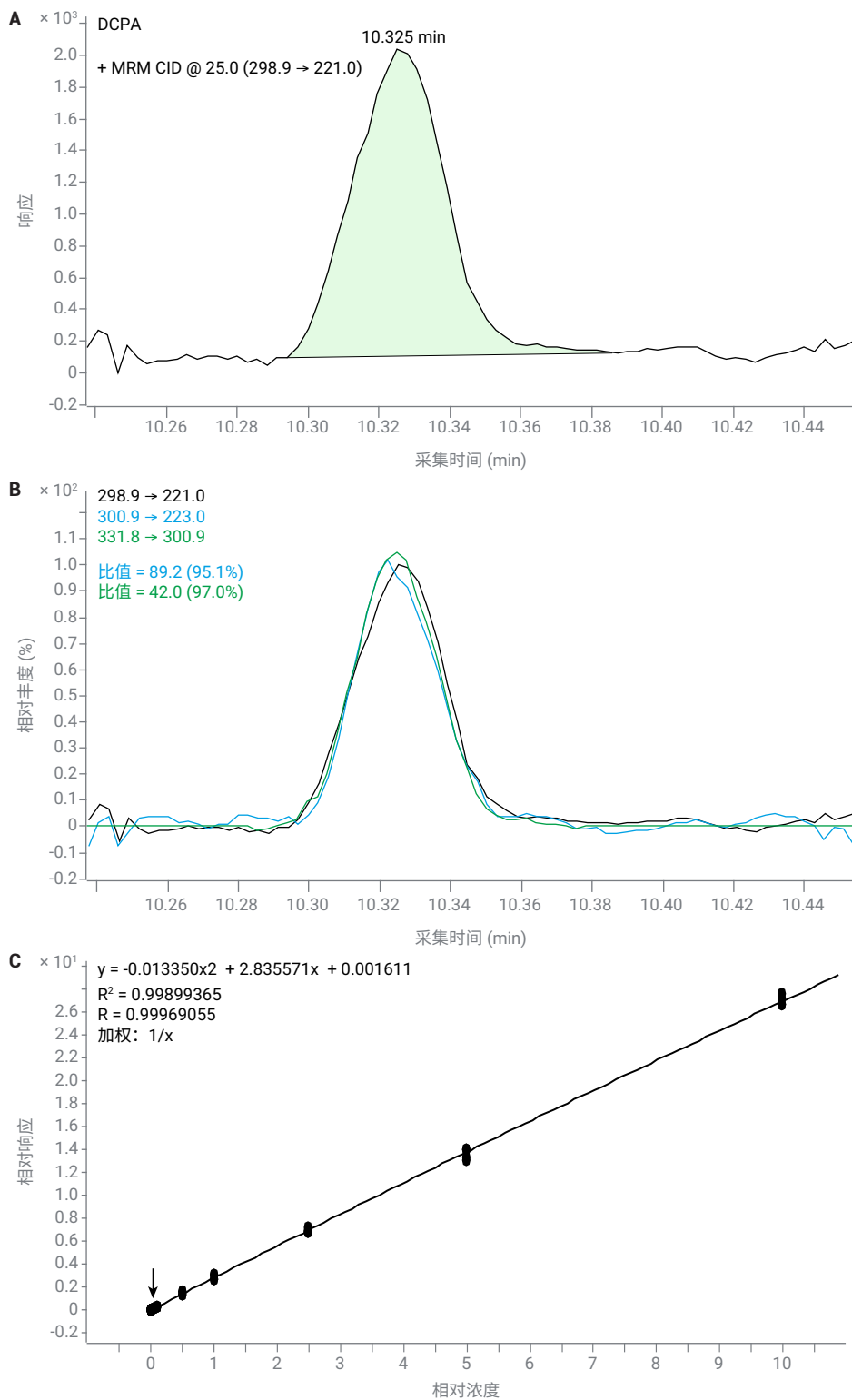


图 5. DCPA 的 0.1 ppb 峰的积分峰 (A) 和定性离子 (B) 以及完整校准曲线 (C)

图 6A 和 6B 分别显示了毒死蜇的 0.5 ppb 峰和定性离子，而图 6C 显示了相应的校准曲线。该曲线在 3.5 个数量级的范围内呈线性，各种食品中都规定了毒死蜇的 MRLs，并且在鸡蛋、无花果、葡萄、苹果等食品中的 MRLs 最低，为 0.01 ppm。

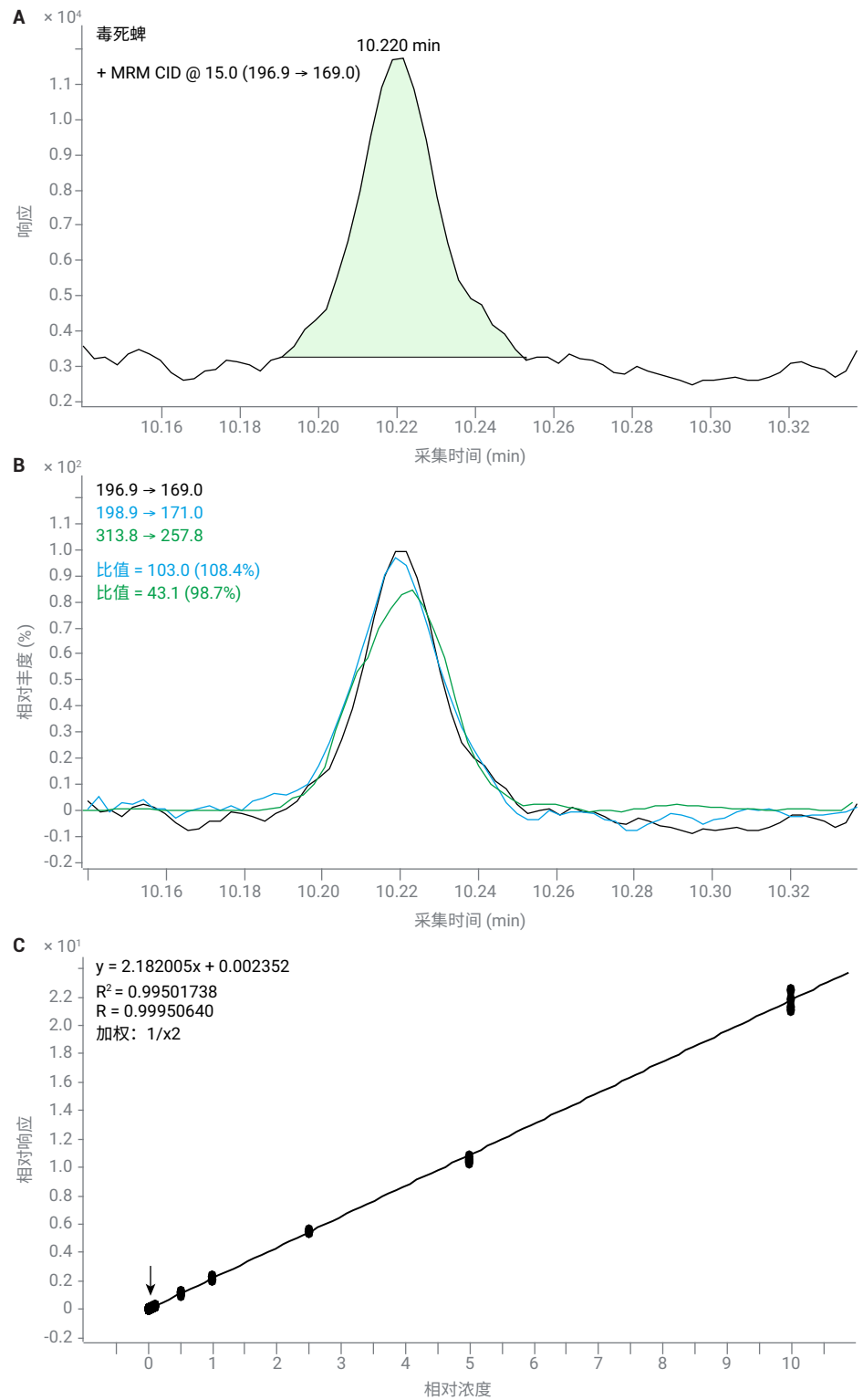


图 6. 毒死蜇的 0.5 ppb 峰的积分峰 (A)、定性离子 (B) 以及完整校准曲线 (C)

就菠菜 MRLs 而言，图 7、8 和 9 提供了三个示例。图 7 显示了联苯菊酯的结果，在低至 0.5 ppb 的 3.5 个数量级浓度范围内进行了二次拟合，并且在菠菜中的 MRL 为 0.2 ppm。二嗪农在低至 0.5 ppb 的 3.5 个数量级范围内呈线性，如图 8 所示，在菠菜中的 MRL 为 0.7 ppm。

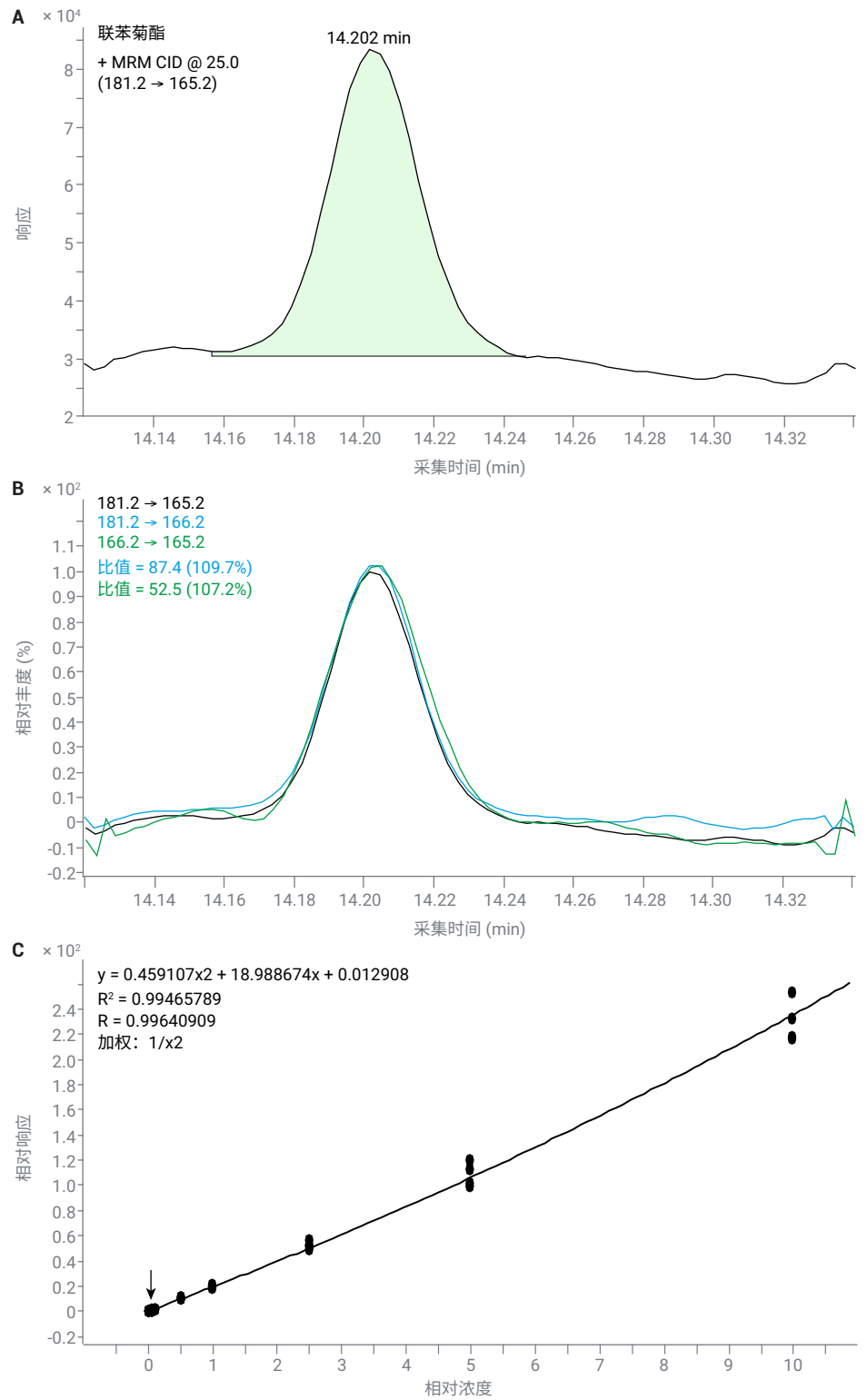


图 7. 联苯菊酯的 0.5 ppb 峰的积分峰 (A)、定性离子 (B) 以及完整校准曲线 (C)



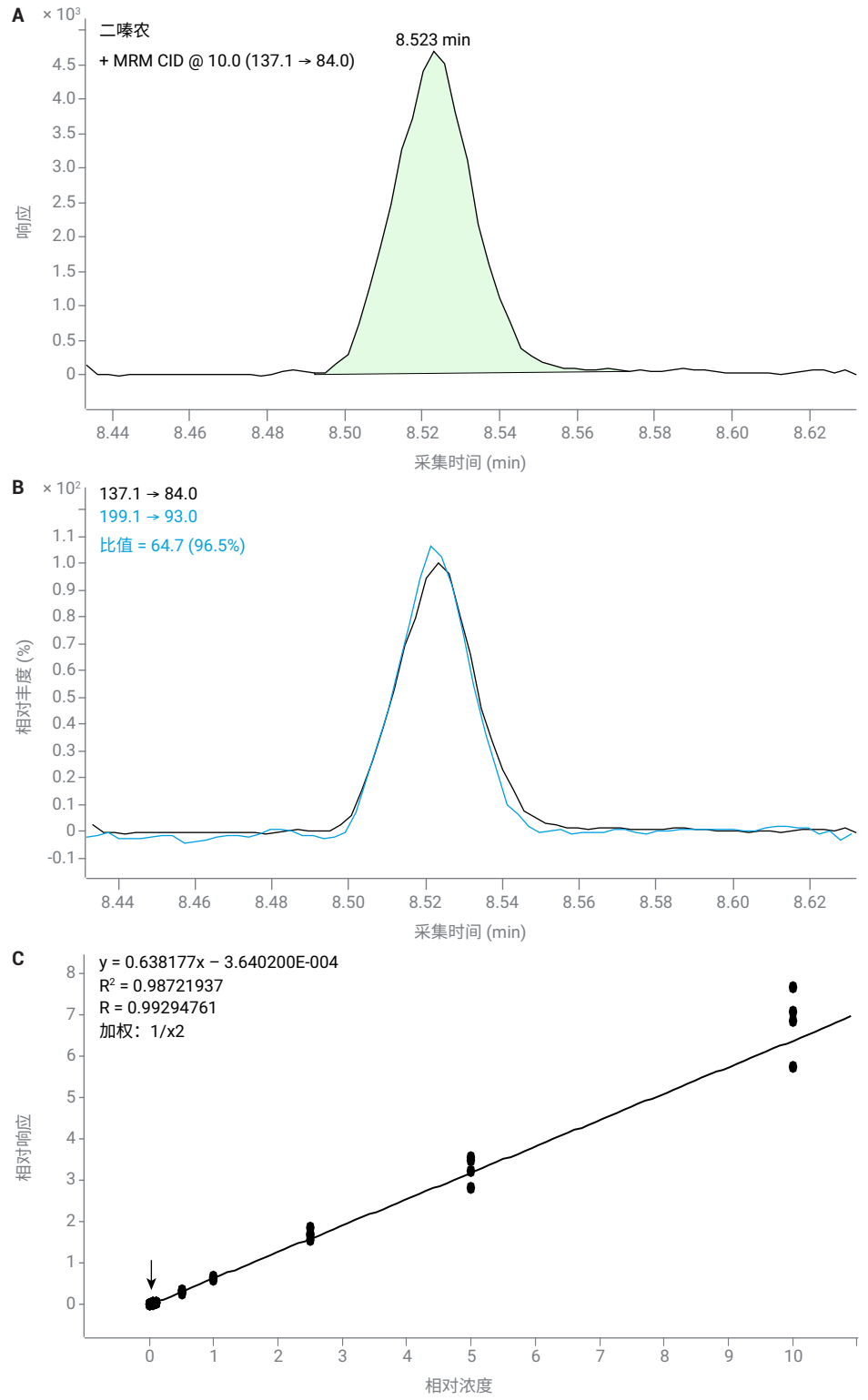


图 8. 二嗪农的 0.5 ppb 峰的积分峰 (A)、定性离子 (B) 以及完整校准曲线 (C)

最后，如图 9 所示，啶酰菌胺的 MRL 为 1 ppb，在低至 0.1 ppb 的 4 个数量级范围内很好地实现了二次曲线拟合。在菠菜样品中，所有三种农药残留均低于分析方法的定量限 (LOQ)，且低于其相应的菠菜 MRLs。在菠菜样品中，啶酰菌胺和联苯菊酯均低于检出限 (LOD)，因为未检测到这两种农药残留的峰。然而，检测到溶剂空白中不存在的低浓度二嗪农。但峰面积远低于 LOQ 且 S/N 非常接近 3，因此其接近 LOD 或低于 LOD。

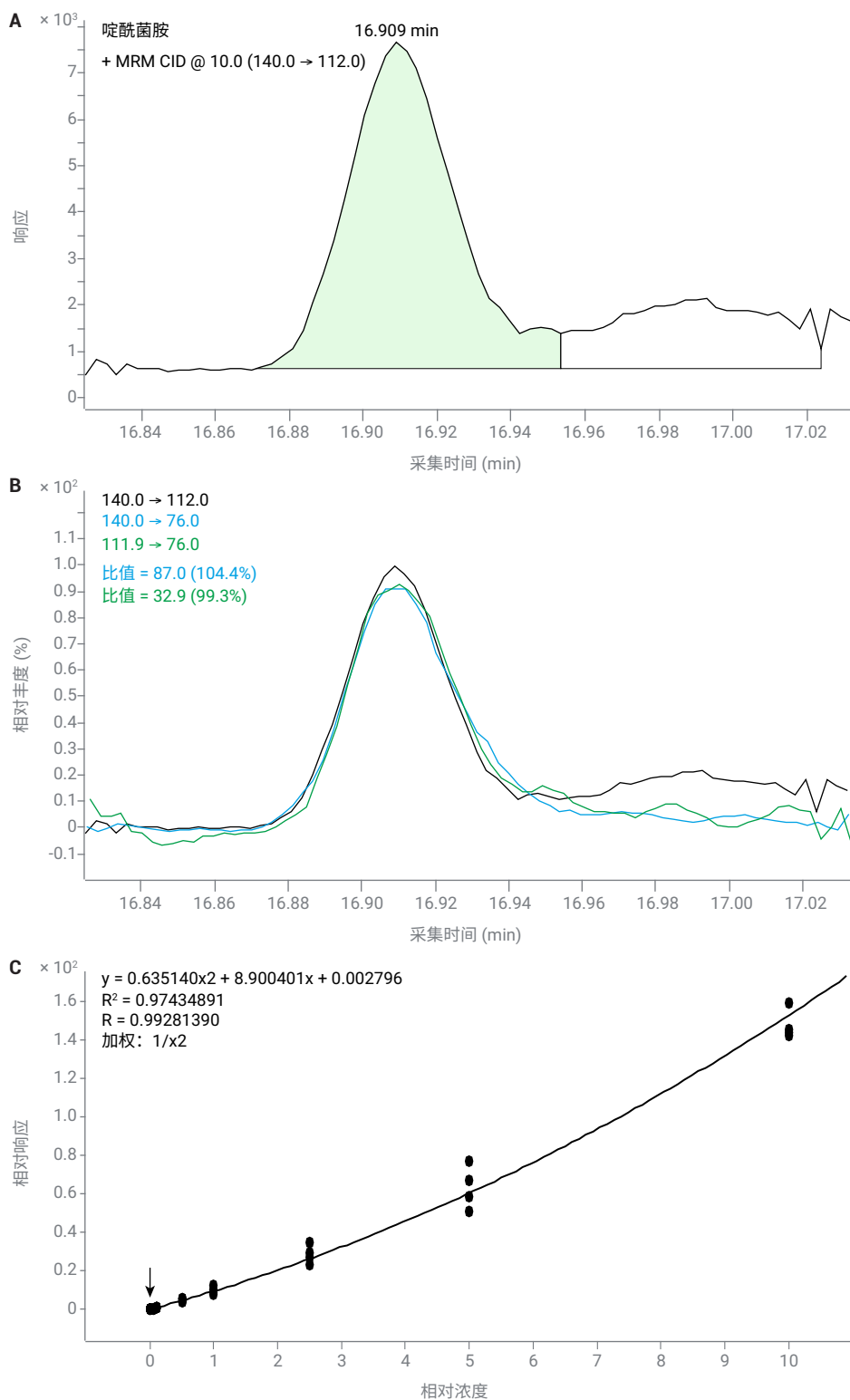


图 9. 啶酰菌胺的 0.1 ppb 峰的积分峰 (A)、定性离子 (B) 以及完整校准曲线 (C)

在总进样次数超过 800 次的序列中，创新的 HES 2.0 离子源能够为 50 ppb 基质匹配校准标样的 400 次重复进样分析提供更出色的农药分析响应稳定性。图 10 显示了 50 ppb 基质匹配标样的 400 次重复进样，在六个序列中根据相应的校准曲线作为样品进行计算。顶部的 X 轴表示用于稳定性评估的仅 50 ppb 基质匹配标样的进样次数。下方 X 轴表示菠菜 QuEChERS 基质的总进样次数，因此排除了空白进样。以浓度 (ppb) 相对于进样次数作图，显示了分析的稳定性和准确度。结果表明，除一个点外，所有点的误差均在  $\pm 20\%$  (GC/TQ 数据的常见百分比误差范围) 以内，且大多数点在实际值  $\pm 10\%$  的范围内。所有 114 种农药残留的 400 次重复进样的 %RSD 汇总于表 2 中，这 114 种农药残留中接近 80% 的 %RSD  $< 10\%$ ，仅 5 种农药的 %RSD 高于 20%。结果清晰地展示了分析和仪器的稳定性，只需在序列之间进行进样口维护，无需进一步维护仪器。

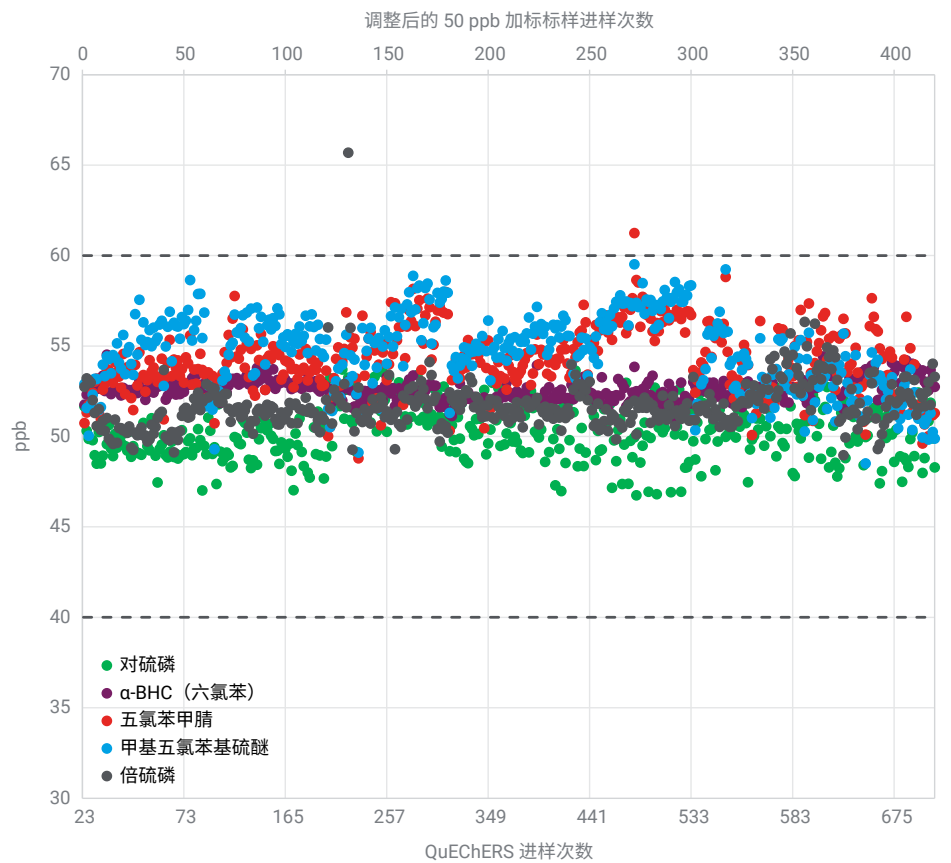


图 10. 在菠菜 QuEChERS 提取物的 714 次进样过程中，50 ppb 基质匹配标样中农药的计算浓度

表 2. 用于稳定性评估的 50 ppb 基质匹配标样在 400 次进样中所得到的 114 种农药残留的结果汇总，包括校准范围、校准曲线拟合和 %RSD。%RSD > 20% 的结果以红色突出显示

名称	保留时间 (min)	最低校准浓度 (ppb)	最高校准浓度 (ppb)	曲线拟合	曲线权重	%RSD
硫草敌	4.609	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.6
敌敌畏	4.826	0.5	1000	二次拟合	1/x	10.4
尼古丁	5.424	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	11.9
联苯	5.615	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	6.2
2-苯基苯酚	6.457	5	1000	二次拟合	1/x	7.5
五氯苯	6.566	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.8
四氯硝基苯	7.118	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	3.9
二苯胺	7.186	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.5
灭线磷	7.238	5	1000	二次拟合	1/x	12.3
2,3,5,6-四氯苯胺	7.297	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.9
氯苯胺灵	7.325	0.5	1000	二次拟合	1/x	7.5
氟乐灵	7.462	1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.6
乙丁氟灵	7.496	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	7.2
α-BHC (六氯苯)	7.881	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	1.0
2,6-二异丙基萘	8.02	5	1000	二次拟合	1/x	5.5
六氯苯	8.024	0.5	1000	二次拟合	1/x	4.5
乙氧喹	8.034	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	25.3
氯硝胺	8.04	1	250	线性	1/x <sup>2</sup>	7.7
西玛津	8.043	5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.0
五氯苯甲醚	8.073	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	3.3
莠去津	8.124	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.5
β-BHC	8.278	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.9
特丁津	8.363	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	14.6
γ-BHC (林丹, γ-HCH)	8.398	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.5
五氯硝基苯	8.478	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	33.7
五氯苯甲腈	8.515	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	3.1
二嗪农	8.526	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.8
噁霉胺	8.53	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.0
δ-BHC	8.763	1	1000	二次拟合	1/x	11.4
野麦畏	8.817	1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	4.4
异稻瘟净	8.942	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	17.3
抗蚜威	8.976	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	8.9
五氯苯胺	9.178	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.6
敌裨	9.193	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	11.4
噻草酮	9.256	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	5.8
二甲草胺	9.255	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	6.0
乙烯菌核利	9.372	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	9.5
甲基毒死蜱	9.404	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	8.4
甲基对硫磷	9.403	5	1000	二次拟合	1/x	9.3
莠灭净	9.495	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.5
甲基立枯磷	9.496	5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.8
扑草净	9.541	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.9
甲基噻啉磷	9.85	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	8.9
杀螟硫磷	9.855	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	10.2

名称	保留时间 (min)	最低校准浓度 (ppb)	最高校准浓度 (ppb)	曲线拟合	曲线权重	%RSD
甜菜味	9.877	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.5
马拉硫磷	9.995	10	1000	二次拟合	1/x	20.0
甲基五氯苯基硫醚	10.032	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	3.5
异丙甲草胺	10.166	5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	6.2
倍硫磷	10.187	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	2.4
毒死蜱	10.224	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.5
对硫磷	10.242	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	2.7
三唑酮	10.275	0.5	1000	二次拟合	1/x	11.6
氟醚唑	10.319	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	7.5
DCPA (敌草索, 二甲基敌草索)	10.328	0.1	1000	二次拟合	1/x	7.3
水胺硫磷	10.346	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.7
仲丁灵	10.496	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.7
啉菌环胺	10.672	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.8
MGK-264	10.709	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.3
二甲戊乐灵	10.797	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.6
戊菌唑	10.826	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	9.8
外环氧七氯	10.904	10	1000	二次拟合	1/x	14.1
氟虫腈	10.915	0.5	1000	二次拟合	1/x	10.7
三唑醇	11.008	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	7.1
啶硫磷	11.01	1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	3.3
反式氯丹	11.326	100	1000	二次拟合	1/x	13.6
o,p'-DDE	11.363	0.1	500	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	11.8
啉菌胺	11.458	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.1
粉唑醇	11.596	0.5	1000	二次拟合	1/x	6.6
氟酰胺	11.664	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	4.6
敌草胺	11.697	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	8.5
己唑醇	11.73	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	8.6
稻瘟灵	11.776	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	4.8
丙硫磷	11.782	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.2
咯菌腈	11.819	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.9
DEF	11.871	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.4
p,p'-DDE	11.91	0.1	500	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	9.8
乙氧氟草醚	11.988	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.2
腈菌唑	12.013	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	8.2
噻嗪酮	12.066	1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.2
乙噻酚磺酸酯	12.089	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	6.7
醚菌酯	12.093	0.5	1000	二次拟合	1/x	5.9
溴虫腈	12.326	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	4.8
异狄氏剂	12.425	5	1000	二次拟合	1/x	10.3
乙硫磷	12.718	5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.5
苯霜灵	13.167	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	7.7
肟菌酯	13.223	0.5	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	5.3
啶氧灵	13.222	0.1	1000	线性	1/x <sup>2</sup>	7.7
硫丹硫酸酯	13.328	1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	13.2
戊唑醇	13.565	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.6
氟苯啶啉醇	13.595	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.4
磷酸三苯酯	13.659	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.1

名称	保留时间 (min)	最低校准浓度 (ppb)	最高校准浓度 (ppb)	曲线拟合	曲线权重	%RSD
增效醚	13.662	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	5.9
氟环唑	13.876	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	8.5
螺甲螨酯	14.014	1	1000	二次拟合	1/x	15.5
胺菊酯 I	14.207	0.5	1000	二次拟合	1/x	7.4
联苯菊酯	14.179	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	4.4
EPN	14.226	10	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	5.8
溴螨酯	14.221	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	5.2
乙螨唑	14.375	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.3
吡螨胺	14.398	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.9
咪唑菌酮	14.449	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	7.4
四氯杀螨砜	14.72	5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	9.2
苯菌酮	15.648	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	6.4
联苯三唑醇 I	15.857	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	9.7
螺螨酯	15.976	5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	49.3
哒螨灵	16.081	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	5.8
氟氯氰菊酯 I	16.484	5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	22.2
腈苯唑	16.535	5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	9.5
氯氰菊酯 I	16.8	5	1000	二次拟合	1/x	23.8
啶酰菌胺	16.909	0.1	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	8.4
醚菊酯	17.096	0.5	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	5.9
苯醚甲环唑 I	18.148	1	1000	二次拟合	1/x	12.4
啉菌酯	18.787	10	1000	二次拟合	1/x <sup>2</sup>	11.2
烯酰吗啉 I	19.175	5	1000	二次拟合	1/x	15.3

## 结论

本研究展示了升级到 HES 2.0 的 Agilent 7010 系列三重四极杆分析多组分农药残留的性能。该系统表现出与原始 HES 相当或更出色的分析灵敏度以及优异的准确度和稳定性。采用 HES 2.0 的 7010 GC/TQ 与配备 MMI 进样口和 15 m × 15 m 柱中反吹配置的 Agilent 8890 气相色谱系统联用，能够在无需冷却加热区的情况下进行进样口维护，从而大幅缩短仪器停机时间。这不会影响分析方法或降低仪器性能，本应用证明该仪器能够提供稳定、可靠的分析结果，适用于具有挑战性的基质。

## 参考文献

1. Anastassiades, M.; Lehotay, S. J.; Stajnbaher, D.; Schenck, F. J. Fast and Easy Multiresidue Method Employing MeCN Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *J. AOAC Int.* **2003**, *86*, 412–431
2. Pesticide Residues in Foods by MeCN Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate. Official Methods of Analysis of AOAC International; AOAC International: Gaithersburg, MD, **2007**; Method 2007.1
3. Lehotay, S. J. QuEChERS Sample Preparation Approach for Mass Spectrometric Analysis of Pesticide Residues in Foods. *Methods Mol. Biol.* **2011**, *747*, 65–91. doi: 10.1007/978-1-61779-136-9\_4. PMID: 21643905
4. Alder, L.; Greulich, K.; Kempe, G.; Vieth, B. Residue Analysis of 500 High Priority Pesticides: Better by GC-MS or LC-MS/MS? *Mass Spectrom. Rev.* **2006**, *25*, 838–865
5. Chamkasem, N.; Ollis, L. W.; Harmon, T.; Lee, S.; Mercer, G. Analysis of 136 Pesticides in Avocado Using a Modified QuEChERS Method with LC-MS/MS and GC-MS/MS. *J. Agric. Food Chem.* **2013**, *61*(10), 2315–2329. DOI: 10.1021/jf304191c
6. Lehotay, S. J.; Han, L.; Sapozhnikova, Y. Automated Mini-Column Solid-Phase Extraction Cleanup for High-Throughput Analysis of Chemical Contaminants in Foods by Low-Pressure Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *Chromatographia* **2016**, *79*(17), 1113–1130. DOI: 10.1007/s10337-016-3116-y
7. 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**

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

DE34182072

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，2024  
2024 年 5 月 3 日，中国出版  
5994-7385ZHCN