

RTL和3路分流器在草莓提取液分析中的应用

应用摘要

Chin-Kai Meng

食品安全和环保行业应用

水果和蔬菜提取液通常分析较复杂，一般要用到气相色谱选择性强的检测器，如NPD， μ ECD和DFPD，以检测提取液中微量的农药残留物，而质谱通常用来确证GC的检测结果。在以前发布的应用^[1]中曾介绍在GC/MS系统中，色谱柱的末端加一个3路分流器，使从柱子中的流出组分2份被分流到气相色谱的检测器，一份分流到MSD。通过这种柱分流系统，每一次进样可以同时得到4种信号（2种气相色谱信号、质谱的SIM和全扫描色谱图）。元素选择检测器、SIM/scan和解卷积报告软件（DRS）的结合提供了强大的农药分析系统^[2]。由于流路分流在色谱柱的末端，所以在任何检测器中分析物浓度都有所减少。

本项研究用配置分流/不分流进样口、3路分流器和 μ ECD、DFPD的Agilent 5975C MSD检测器的Agilent 7890A GC系统。图1为相同草莓提取液2次分别进样未经任何处理的色谱图（每次进样提供2种GC信号），应用DRS、GC和MS方法，除未知组份在41min被发现外，其它目标成分均被检出并被确证。该峰在 μ ECD，DFPD（S）和PFDP（P）中具有响应。然而，在质谱全扫描信号中未发现色谱峰，因此应用全扫描的TIC很难确认未知样品峰。

由于应用保留时间锁定进行分析，因此可以通过RTL农药数据库（部件号G1672AA）进行比对。对于含电负性的原子（如Cl或O）、P和S原子可以在数据库中通过在保留时间41\ 0.5min（即40.5-41.5min）范围内的目标物进行比对。表1为RTL Pest.tab¹文件的Microsoft Excel部分，双硫磷的相对保留时间锁定在40.74min，与未知峰完

要点

分流器：一种惰性、操作简单的微板流路控制技术，将柱内流出物分流到各种检测器（如MSD、DFPD、 μ ECD等）。分流器配置提供了综合定性和定量分析系统。

在无法用质谱全扫描确证的情况下，结合RTL、选择性检测器和RTL农药数据库对痕量级农残进行检测认定。



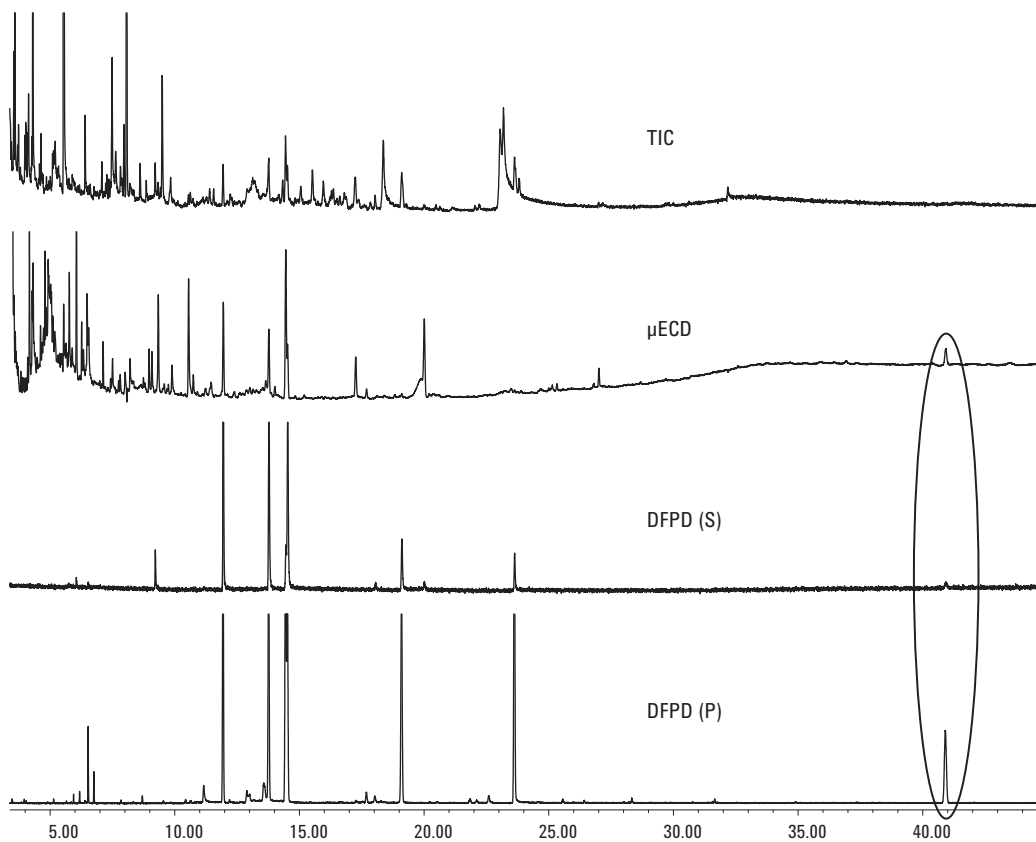


图1. 用GC检测到的草莓提取液在TIC图中未发现的未知化合物

表1. RTL Pest3.tab文件中的部分化合物表

Name	CAS	Mol form	Mol wt	R.T.	Target Ion	Q1	Q2	Q3
Fluthiacet-methyl	117337196	C ₁₅ H ₁₅ ClFN ₃ O ₃ S ₂	403.9	39.10	403	56	405	232
Benzo[g,h,i]perylene	191242	C ₂₂ H ₁₂	276.3	39.13	276	277	138	275
Temephos	3383968	C ₁₆ H ₂₀ O ₆ P ₂ S ₃	466.5	40.74	466	125	93	109
PBB 169 hexabrombiphenyl	60044260	C ₁₂ H ₄ Br ₆	627.6	40.93	308	468	148	154
Rotenone	83794	C ₂₃ H ₂₂ O ₆	394.4	41.70	192	191	394	177

全相同，为进一步确证它，提取双硫磷的4个主要碎片离子，图2为提取双硫磷的目标离子和其它3个确认离子的提取离子色谱图（EICs）。虽然离子峰较弱，但在40.9min时都能观测到这4个离子的存在，从而帮助我们确证这个未知峰为双硫磷。

1. RTL Pest3.tab文件在C:\datsbase中，运行Tools\List Screen Database...命令（在MSD增强数据分析软件）并从C:\datsbase选择RTL Pest3.scd。

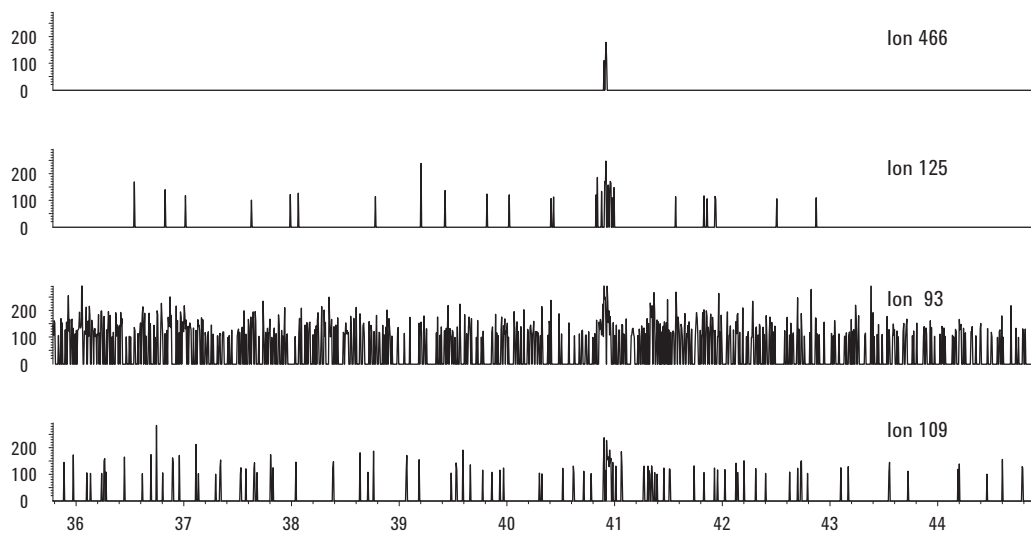


图2. 双硫磷的目标离子466和其它3个定性离子的EICS图

参考文献：

1. Chin-Kai Meng和Bruce Quimby, “农药一次进样的全扫描、SIM、 μ ECD和FPD分析”, 应用报告, 5989-3299, 2005, 7。
2. Mike Szelewski和Bruce Quimby, “高基质样品中农药快速分析的新方法”, 应用报告, 5989-1716, 2004, 10。

鸣谢：

草莓提取液由Steven Lehotay博士从美国USDA农业研究所提取得到。

更多的信息：

如需了解我们产品和服务更多的信息，请浏览我们的网站：

www.agilent.com/chem/cn。

© 安捷伦科技公司, 2006

未经安捷伦书面许可, 不得擅自修改、引用或翻译。符合
版权法者除外。

中国印刷

2006年12月13日

5989-6007CHCN



Agilent Technologies