

与 7010B 三重四极杆质谱联用的 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪上的 Agilent IDP-10 涡旋式真空干泵和前级油泵的分析评估

食品中的农药多残留分析



摘要

通过食品中农药多残留分析对 Agilent IDP-10 涡旋式干泵进行评估，并与传统的前级油泵进行分析性能比较。本研究采用与 7010B 三重四极杆质谱联用的 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪 (GC/MS-MS)。评估的参数包括真空度读数和调谐报告。

主要对柠檬基质中的 30 种农药进行分析，并检查采用两种不同配置获得的色谱图、校准曲线、重现性和 S/N。

前言

与旋片泵相比，IDP-10 泵更加紧凑、环保，且噪音更小。IDP-10 涡旋式干泵是一款无油真空泵，易于维护。在世界各地不同的频率和输入电压下，变频驱动电机均可提供均一的真空性能。密封设计（电机和所有轴承与真空环路完全隔开）延长了轴承的使用寿命，还可提供洁净、无油的真空条件。可选的集成入口保护阀内置于泵架中，可根据需要使用，不会额外增加泵的高度。

我们比较了两个单独步骤中采集的泵性能数据。第一个数据集使用前级油泵采集，第二个数据集使用 IDP-10 涡旋式真空干泵采集。执行每个步骤前，均进行调谐。

作者

Alice Borin

应用专家 — dtoLABs

Michele Pozzebon

实验室经理 — dtoLABs

分析技术

材料

Intuvo 9000 气相色谱仪和 7010B 三重四极杆质谱系统

进样口：分流/不分流

进样模式，进样量：脉冲不分流，1 μL

化合物：氟丙菊酯、联苯菊酯、溴螨酯、毒虫畏、百菌清、氯苯胺灵、毒死蜱、甲基毒死蜱、蝇毒磷、 λ -氯氟氰菊酯、溴氰菊酯、硫丹 I、硫丹 II、硫丹硫酸酯、氰戊菊酯 I、氰戊菊酯 II、氟虫腈、氟啶唑、氟胺氰菊酯 I、氟胺氰菊酯 II、灭菌丹、茚虫威、异菌脲、醚菌酯、腈菌唑、戊菌唑、二甲戊乐灵、腐霉利、啶氧灵、顺式七氟菊酯、氟醚唑、胺菊酯 I、甲基立枯磷、肟菌酯

内标：萘-d10、蒽-d12、茈-d12、菲-d10

基质：柠檬

结果和讨论

调谐和真空

必须对质谱检测器进行调谐，确保正确的 m/z 校准。采用 PFTBA（全氟三丁胺）进行调谐，通过阀门将其引入离子源。该化合物能够产生特征图谱，其中一些离子可用于设置质谱。采用前级油泵时 GC/MS-MS 设置的调谐报告和采用安捷伦科技公司的 IDP-10 涡轮泵时的调谐报告见表 1。两种系统的真空度读数接近。同时，两种系统均处于对水 (< 20%) 和空气 (氧气 < 2.5%，氮气 < 10%) 的建议限值内。两种系统均通过系统验证。

参数	前级油泵	IDP-10 涡轮泵
粗真空度, mTorr	1.29E+02	1.28E+02
高真空度, Torr	8.32E-05	8.27E-05
涡轮速率, %	100	100
涡轮功率, W	20.2	28.8
EMV, V	901	912
水, % (< 20%)	0.11	0.12
氧气, % (< 2.5%)	0.18	0.16
氮气, % (10%)	0.67	0.61

表 1. 两种配置的调谐值比较

基质前处理（柠檬）

称取 10 g (± 0.1 g) 均质柠檬样品（不含农药）

加入 600 μL 5 mmol/L NaOH 和 10 mL 4 $^{\circ}\text{C}$ 下预冷的乙腈，涡旋混合 20 分钟

加入陶瓷均质子（编号 5982-9313）和 QuEChERS 盐 EN 方法（编号 5982-5650），涡旋混合 1 分钟，离心

取 6 mL 上清液至分散式 SPE EN 方法（一般水果和蔬菜，编号 5982-5056），涡旋混合 1 分钟，离心

取 1 mL 上清液至样品瓶，用 GC/MS-MS 分析

基质校准和重现性

我们采用两种配置进行校准，且两次校准柠檬基质中浓度为 0.2、0.5、1、2、5、10、20、50 $\mu\text{g/L}$ 。图 1 为基质标准品 (20 $\mu\text{g/L}$) 的总离子流色谱图 (TIC) 和 MRM 离子对。

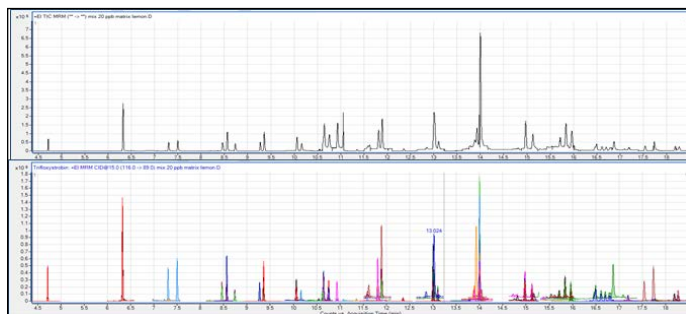


图 1. TIC 色谱图和动态 MRM 离子对 (20 $\mu\text{g/L}$ 基质标准品)

通过对 1 $\mu\text{g/L}$ 的基质标准品进行 10 次重复分析计算日间重现性 (RSD%)。表 2 总结了平均峰面积 (1 $\mu\text{g/L}$ 溶液重复分析 10 次)、基于绝对峰面积计算的 RSD% (标准偏差与 10 次重复测定平均值的比值，按百分比计)，并汇总了校准相关系数 R^2 。所有化合物的 R^2 均无显著差异，但大部分化合物的 RSD% 具有明显差异，采用 IDP-10 涡轮泵获得的化合物 RSD% 优于采用旋片泵获得的化合物 RSD%。

化合物	前级油泵			IDP-10 涡旋泵		
	峰面积	RSD%	R ²	峰面积	RSD%	R ²
氯苯胺灵	32696	7.4	0.994	48989	4.0	0.994
顺式七氟菊酯	42255	4.5	0.997	58587	3.2	0.999
百菌清	11714	5.5	0.994	13732	5.6	0.995
甲基毒死蜱	17268	3.6	0.996	21819	3.7	0.999
甲基立枯磷	40012	3.7	0.995	51890	2.7	0.999
毒死蜱	13494	6.0	0.995	17949	3.5	0.998
氟醚唑	11779	8.1	0.990	15052	5.8	0.995
二甲戊乐灵	9466	10.0	0.994	11202	6.9	0.994
戊菌唑	30970	9.2	0.993	40771	6.9	0.995
氟虫腈	6700	13.3	0.996	9487	11.6	0.994
毒虫畏	19371	10.2	0.990	27897	5.9	0.994
腐霉利	18210	7.7	0.999	25660	5.9	0.998
灭菌丹	1514	27.1	0.978	2801	12.9	0.994
硫丹 I	2057	7.3	0.999	2573	7.0	0.999
腈菌唑	49080	9.4	1.000	53917	6.7	0.999
硫丹 II	3710	7.1	0.999	5067	6.5	0.999
啶氧灵	61561	6.8	1.000	73813	5.7	0.999
硫丹硫酸酯	16348	8.5	1.000	21956	6.3	0.998
异菌脲	1714	12.8	0.995	2206	10.2	0.999
胺菊酯	56949	7.6	1.000	82908	7.7	0.997
溴螨酯	29964	8.0	1.000	43623	5.0	0.999
λ-氯氟菊酯	20046	8.1	1.000	26726	5.9	0.999
氟丙菊酯	7762	8.2	1.000	10306	7.3	0.999
氟啶唑	24979	8.4	1.000	28364	6.4	0.999
蝇毒磷	11796	6.6	1.000	14196	5.2	0.999
氟戊菊酯 I	33164	5.7	0.999	38453	5.1	0.999
τ-氟胺菊酯 I	628	10.5	0.998	1144	8.7	0.998
τ-氟胺菊酯 II	798	4.9	0.998	1189	10.0	0.998
茚虫威	10334	6.3	1.000	13169	4.0	1.000
溴氟菊酯	6943	8.2	0.999	9359	8.4	0.996

表 2. 两种配置的相关系数 (R²)、峰面积和 RSD% 总结

信噪比和峰形

采用每种化合物的均方根 (RMS) 值计算信噪比 (S/N)。结果表明，所分析的大部分化合物的 S/N 具有显著差异，与旋片泵相比，IDP-10 涡旋泵的性能更佳。表 3 列出了 S/N 比值。

化合物	RT	S/N - 前级油泵	S/N - IDP-10 涡旋泵
氯苯胺灵	7.303	17.4	16.0
顺式七氟菊酯	8.564	400.5	950.9
百菌清	8.735	318.1	326.8
甲基毒死蜱	9.271	580.1	1087.9
甲基立枯磷	9.355	334.2	406.2
毒死蜱	10.059	639.0	724.2
氟醚唑	10.159	791.1	1216.4
二甲戊乐灵	10.615	315.2	383.5
戊菌唑	10.643	829.6	813.4
氟虫腈	10.736	229.6	392.9
毒虫畏	10.754	48.7	20.4
腐霉利	10.930	210.8	517.2
灭菌丹	10.935	27.5	46.5
硫丹 I	11.352	48.6	75.3
腈菌唑	11.808	226.2	174.8
硫丹 II	12.351	149.0	175.3
啶氧灵	12.997	547.2	588.9
硫丹硫酸酯	13.097	423.7	611.9
异菌脲	13.770	57.6	129.7
胺菊酯	13.884	24.4	25.4
溴螨酯	13.994	593.8	417.6
λ-氯氟菊酯	14.965	125.3	166.3
氟丙菊酯	15.118	117.1	26.0
氟啶唑	15.952	337.3	331.4
蝇毒磷	15.955	120.0	92.8
氟戊菊酯 I	17.530	36.9	25.9
τ-氟胺氟菊酯 I	17.708	24.4	36.3
τ-氟胺氟菊酯 II	17.757	26.1	36.2
茚虫威	18.178	49.0	37.8
溴氰菊酯	18.258	90.3	52.1

表 3. 两种配置的信噪比

图 2 为两种配置的百菌清峰形。所有化合物在两种配置中的响应与峰高类似。

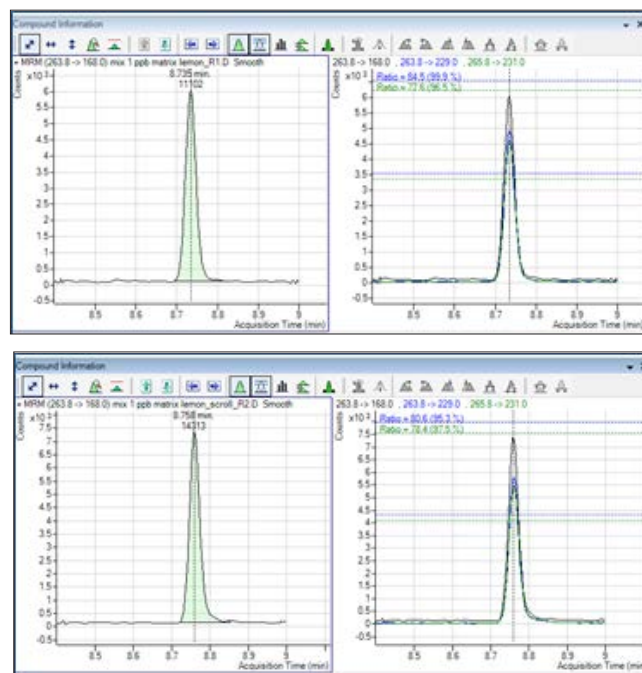


图 2. 1 µg/L 百菌清的 MRM 离子对 (1 个定量离子和 2 个定性离子)

结论

将 Agilent IDP-10 涡旋式真空干泵的分析性能与传统的前级油泵进行了比较。两种泵的真空度读数和调谐参数相近。采用 Agilent IDP-10 涡旋式真空干泵配置时，分析性能也相近。

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

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知

© 安捷伦科技（中国）有限公司
2018 年 3 月 20 日，中国出版
5991-9201ZHCN