

# 在 US EPA 规定的容许浓度下定量分析 草莓中的农药

使用 Agilent 8890/7000D 和 8890/7010B 三重四极杆  
气质联用系统

## 作者

Anastasia A. Andrianova,  
Jessica L. Westland,  
Bruce D. Quimby  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

将 Agilent 8890 气相色谱仪与 Agilent 7000D 和 7010B 三重四极杆质谱仪联用，测试系统在 US EPA 规定的容许浓度范围内 (10–25000 ppb) 测定草莓中农药的适用性。所选仪器配置有利于使用优化的脉冲不分流进样和柱中反吹，同时根据农药与环境污染数据库使用保留时间锁定 (RTL) 功能。草莓样品购自当地杂货店，并将其用于证明上述工作流程的性能。使用 Agilent 5977 系列 GC/MSD 和 Agilent 7250 GC/Q-TOF 系统对 12 个不同来源的草莓样品进行筛查，基于筛查结果获得目标农药列表并进行定量分析。

## 前言

大众对痕量食品和环境污染物的关注推动了对更快速、可靠的化学残留物鉴定和定量方法的迫切需求。众所周知，草莓对水质、土质以及病虫害非常敏感，因此商业化草莓种植非常困难。本应用简报重点介绍了从随机采购的商业草莓样品中定量分析适用于 GC 分析的农药。目标物列表基于 8890 与 5977 GC/MSD 或 7250 GC/Q-TOF 系统联用得到的初始筛查结果。

US EPA 规定的草莓中农药残留的最大容许浓度范围较大<sup>[1,2]</sup>。因此，农药定量需要较宽的校准范围，并且在容许浓度下需要保持高准确度。

食品中的农药分析面临着基质挑战，可能会给分析带来干扰。此外，对于在分析物之后洗脱的高沸点基质，需要延长烘烤时间，以防后续运行中出现交叉污染和鬼峰。沸点最高的污染物可能在柱头沉积，导致保留时间漂移，进而需要更频繁地切割色谱柱并调整 MRM 和数据分析时间窗口。按照 QuEChERS 样品前处理流程，并使用中柱反吹和 RTL，可以轻松实现在宽浓度范围内对农药进行定量分析。

## 实验部分

本研究采用的系统配置有利于更简单快速地设置靶向 MRM 方法，最大程度减少 QuEChERS 萃取后潜在的农药分析问题，并在保持足够高灵敏度的同时提高样品通量。所用的重要技术包括：

- **柱中反吹**是在最后一种分析物流出色谱柱后使载气流反向的一种技术。采集 MS 数据后，柱温箱在后运行模式下保持在最终温度下，流经第一根色谱柱的载气流反向。这一反向气流将数据采集结束时色谱柱中的所有高沸点化合物带出柱头并使其进入分流出口捕集阱中。气流反向功能由安捷伦吹扫 Ultimate 接头 (PUU) 提供。在本例中，PUU 为插在两根相同的 15 m 色谱柱之间的三通。在分析过程中，利用来自 8890 气路反吹模块 (PSD) 的少量载气补偿气流吹扫连接管路。在反吹过程中，大幅提高来自 PSD 的补偿气流速，将高沸点化合物向后吹扫出第一根色谱柱，向前吹扫出第二根色谱柱。针对本应用的系统配置，反吹时间为 1.5 分钟

- **脉冲不分流进样**可最大程度使分析物从进样口转移到气相色谱柱上，从而最大程度减少分析物在进样口的停留时间和分解率
- **PSD** 是针对反吹应用优化的 8890 气路模块。在反吹过程中的较高压力下，固定限流器可具有数百 mL/min 的废气流速。即使在较高压力下，PSD 也将保持在用户自定义的设定值（默认 3 mL/min）下，显著降低了所需的气体流速。另外，当柱中反吹配置中存在 PSD 时，脉冲不分流模式的设置得到简化，因为在脉冲过程中，色谱柱 1 和色谱柱 2 的色谱柱流速将分别增加
- **Extractor EI 源**具有高灵敏度、惰性和较宽的校准范围
- **高效离子源 (HES)** 可提供比 Extractor 离子源多达 20 倍的离子，在超痕量水平下也能实现可靠分析
- **Agilent MassHunter 农药与环境污染物质 MRM 数据库 (P&EP 4)** 中每种分析物具有多达 8 个 MRM 离子对，用户无需建立 MRM 即可创建采集方法。数据库包含恒流 20 分钟和 40 分钟 GC 柱温箱程序下的保留时间
- **动态 MRM 模式**自动确定最有效的驻留时间分布，可进行大量多分析物检测
- **RTL** 可使新色谱柱或仪器具有与 MRM 数据库精确匹配的保留时间，极大简化了方法维护

图 1 示出了所用的系统配置。

表 1 列出了仪器操作参数。使用恒温脉冲不分流进样来提高已确定的目标分析物的样品通量，并最大程度地将农药（尤其是活性农药）转移到色谱柱中。最初，由于使用乙腈作为进样溶剂，分析物峰形存在问题。众所周知，使用半非极性色谱柱并采用不分流进样时，乙腈会带来麻烦（为避免峰拖尾通常会采用溶剂放空模式进样）<sup>[3]</sup>。

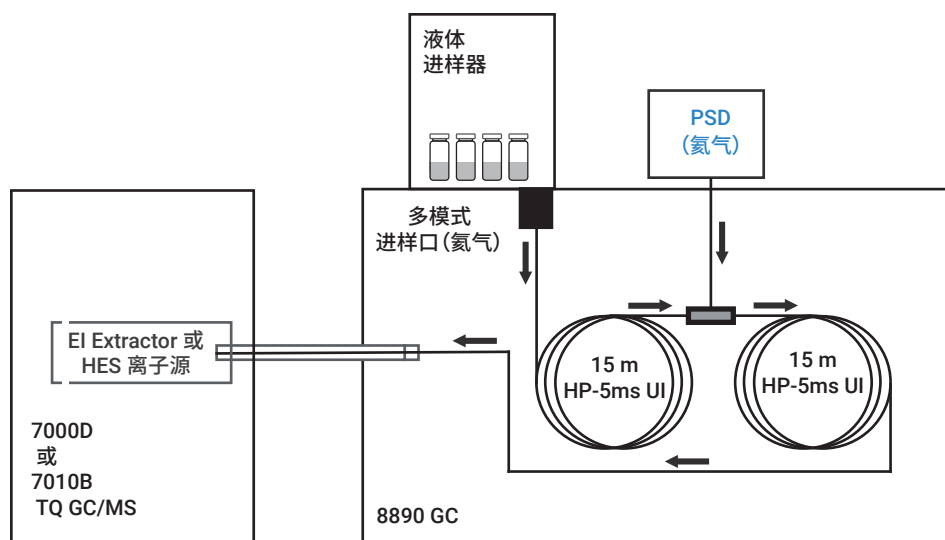


图 1. 系统配置

表 1. 农药定量的 GC/MS 条件

8890 气相色谱系统，配备快速升温柱温箱、自动进样器和样品盘	
多模式进样口 (MMI)	
模式	脉冲不分流
进样脉冲压力	50 psi, 持续至 0.75 min
分流出口吹扫流速	50 mL/min (0.7 min 时)
隔垫吹扫模式	可切换
进样量	1.0 µL
进样类型	标准
L1 气隙	0.2 µL
进样口温度	280 °C
载气	氦气
进样口衬管	安捷伦通用低压降衬管，带玻璃毛 (部件号 5190-2295)
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	120 °C
最终温度保持时间 1	0 min
升温速率 2	5 °C/min
最终温度 2	310 °C
最终温度保持时间 2	0 min
总运行时间	40.5 分钟
后运行时间	1.5 分钟
平衡时间	0.5 分钟

色谱柱	
色谱柱 1	HP-5MS UI, 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm (部件号 19091S-431UI)
控制模式	恒流
流速	1.042 mL/min
进样口连接	MMI
出口连接	PSD (PUU)
后运行流速 (反吹)	-12.906 mL/min
色谱柱 2	HP-5MS UI, 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm (部件号 19091S-431UI)
控制模式	恒流
流速	1.242 mL/min
进样口连接	PSD (PUU)
出口连接	MSD
后运行流速 (反吹)	13.429 mL/min
MSD	
型号	7000D 或 7010B
离子源	配备 3 mm 拉出透镜的惰性 Extractor 离子源或 HES
真空泵	高性能涡轮泵
调谐文件	Atunes.eiex.tune.xml 或 Atunes.eihs.tune.xml
模式	dMRM
溶剂延迟	3 分钟
电子倍增器电压增益模式	10
四极杆温度 (MS1 和 MS2)	150 °C
离子源温度	280 °C
传输线温度	280 °C
He 淬灭气体	2.25 mL/min
N <sub>2</sub> 碰撞气体	1.5 mL/min

安捷伦单锥 UI 不分流衬管 (5190-2293, 图 2 上图) 广泛应用于不分流进样, 并且适用于大多数常见的 GC 溶剂。然而, 使用乙腈时, 脉冲不分流进样会使每种分析物产生多个峰。作为替代方案, 安捷伦 UI 通用低压降衬管 (5190-2295, 图 2 下图) 可避免此问题, 因此使用其开展后续所有分析。

表 2 列出了化合物列表、保留时间以及建议的 MRM 定量和定性离子对。离子对来自 Angilent MassHunter 农药与环境污染 MRM 数据库 (P&EP 4)。

### 草莓样品前处理和校准标样配制

12 种不同包装的有机和非有机草莓购自加利福尼亚州库比蒂诺当地的零售店和农贸市场。将草莓样品切成小片, 冷冻, 然后在液氮条件下混合 (首先混合有机样品)。所用的 QuEChERS 样品前处理方法如下: 每个样品称取 10 g, 置于 50 mL 离

心管中。将两粒陶瓷均质子加入每个离心管中, 然后向每个离心管中加入 10 mL 乙腈 (HPLC 级)。以 1500 次冲程/分钟的频率将样品机械振摇 3 分钟。将 EN 方法 15662 QuEChERS 萃取盐包 (部件号 5982-6650) 加入每个离心管中。在 1500 次冲程/分钟下, 将样品机械振摇 3 分钟, 然后在 5000 rpm 下离心 5 分钟。吸取 6 mL 提取物, 转移至 15 mL QuEChERS 分散式 SPE 管 (一般水果和蔬菜, 部件号 5982-5056)。在 1500 次

冲程/分钟下, 将样品涡旋混合 3 分钟, 然后在 5000 rpm 下离心 5 分钟。将样品提取物转移至标记的自动进样器样品瓶中进行分析。

在空白基质提取物中加标农药以制备基质匹配校准标样。空白基质提取物来自其中一种有机草莓样品, 该样品中不含预筛查中检测到的农药。按要求配制 1-10000 ppb 浓度范围内的校准溶液, 以覆盖草莓中农药残留的最大容许浓度范围。

超高惰性不分流衬管 5190-2293



通用超高惰性低压降衬管 5190-2295



图 2. 评估的用于脉冲不分流进样的衬管

表 2. 用于定量离子和定性离子的 MRM 离子对

名称	分类	RT (min)	定量离子	定性离子 1	定性离子 2	定性离子 3	定性离子 4
啶虫脒	I	27.890	152.0 → 116.1	126.0 → 73.0	126.0 → 99.0	126.0 → 90.0	152.0 → 62.0
丙烯菊酯	I	21.638	123.0 → 81.0	91.0 → 65.0	107.0 → 91.0	136.0 → 93.0	107.0 → 78.9
啉菌酯	F	37.103	344.1 → 329.0	344.1 → 171.9	344.1 → 182.9	344.1 → 155.8	387.9 → 360.0
联苯肼酯	I	28.337	184.1 → 77.0	152.1 → 127.1	211.1 → 183.1	211.1 → 155.1	211.1 → 141.0
联苯菊酯	I	28.311	181.2 → 165.2	166.2 → 165.2	165.2 → 115.1	182.2 → 167.2	
啶酰菌胺	F	33.394	140.0 → 76.0	140.0 → 112.0	111.9 → 76.0	341.9 → 139.9	341.9 → 111.8
克菌丹	F	21.414	151.0 → 79.0	149.0 → 77.1	148.1 → 70.0	263.9 → 79.0	149.0 → 79.1
甲萘威	I	18.243	144.1 → 116.1	115.1 → 89.0	144.1 → 89.0	115.1 → 65.0	144.1 → 65.0
克百威	I	15.170	164.2 → 149.1	149.1 → 77.1	164.2 → 103.1	149.1 → 121.1	149.1 → 103.1
氯虫苯甲酰胺	I	28.347	278.0 → 249.0	278.0 → 215.0			
顺式-1,2,3,6-四氢邻苯二甲酰亚胺 (THPI)	F*	9.913	151.1 → 80.0	79.0 → 51.0	79.0 → 77.0	151.1 → 122.1	151.1 → 106.1
啉菌环胺	F	20.897	225.2 → 224.3	224.2 → 208.2	226.2 → 225.3	225.2 → 210.3	224.2 → 131.1
<i>p,p'</i> -DDE	I*	23.414	246.1 → 176.2	315.8 → 246.0	317.8 → 248.0	317.8 → 246.0	176.0 → 150.1
乙硫苯威	I	17.325	167.9 → 107.1	107.0 → 77.1	107.0 → 79.1	167.9 → 77.0	108.0 → 78.1
乙螨唑	I	28.619	141.0 → 63.1	141.0 → 113.0	204.0 → 176.1	299.9 → 269.9	299.9 → 284.9
环酰菌胺	F	26.187	97.1 → 55.1	177.1 → 78.0	177.1 → 113.0	179.0 → 78.0	179.0 → 115.0
仲丁威	I	12.472	121.0 → 103.1	121.0 → 77.0	149.9 → 121.1	121.0 → 93.1	102.9 → 77.0
氟啶虫酰胺	I	12.386	174.0 → 146.0	174.0 → 126.0			
咯菌腈	F	23.383	248.0 → 127.1	248.0 → 182.1	248.0 → 154.1	154.0 → 127.1	182.0 → 154.1
氟啶草酮	H	34.560	328.9 → 328.1	328.0 → 258.9	328.0 → 312.8	328.9 → 258.7	328.9 → 312.7
粉唑醇	F	22.730	123.1 → 95.0	123.1 → 75.1	219.1 → 123.1	219.1 → 95.0	164.1 → 95.0
异丙威	I	11.093	121.0 → 77.1	136.0 → 121.1	121.0 → 103.1	136.0 → 77.1	121.0 → 91.1
马拉硫磷	I	19.634	126.9 → 99.0	172.9 → 99.0	157.8 → 125.0	172.9 → 117.0	157.8 → 47.0
甲霜灵	F	18.620	234.0 → 146.1	206.1 → 132.1	234.0 → 174.1	220.0 → 192.1	248.8 → 190.1
聚乙醛	M	4.104	89.0 → 45.0	117.0 → 45.0			
腈菌唑	F	23.724	179.0 → 125.1	179.0 → 90.0	150.0 → 123.0	206.0 → 179.1	244.9 → 125.0
双苯氟脲	I	6.479	168.0 → 139.9	168.0 → 75.9	335.0 → 167.9	168.0 → 112.0	139.9 → 75.9
增效醚	PS	27.225	176.1 → 103.1	176.1 → 131.1	176.1 → 117.1	149.1 → 65.1	177.0 → 119.1
克螨特	A	27.048	135.0 → 77.1	149.9 → 135.1	135.0 → 107.1	230.9 → 135.1	149.9 → 107.1
啉霉胺	F	16.132	198.0 → 118.1	198.0 → 183.1	198.0 → 158.1	198.9 → 184.0	117.9 → 91.0
唑氧灵	F	26.039	237.0 → 208.1	271.9 → 237.1	306.8 → 237.0	306.8 → 271.9	308.8 → 237.0
氟醚唑	F	20.351	336.0 → 217.9	170.9 → 136.0	336.0 → 203.8	170.9 → 99.0	158.9 → 89.0
噻菌灵	F	21.220	201.0 → 174.0	201.9 → 175.0	173.9 → 65.0	128.9 → 102.0	201.0 → 130.0
噻虫嗪	I	20.583	212.0 → 139.0	212.0 → 125.0			
肟菌酯	F	26.492	116.0 → 89.0	172.0 → 145.1	116.0 → 63.0	131.0 → 89.0	186.0 → 145.1
3,4,5-混杀威	I	14.950	121.0 → 77.1	136.0 → 77.1	136.0 → 121.1	121.0 → 91.0	135.0 → 91.0
磷酸三(1-氯-2-丙基)酯	FR	16.276	277.4 → 124.9	279.4 → 125.0			

I - 杀虫剂  
 F - 杀菌剂  
 F\* - 杀菌剂代谢物  
 I\* - 杀虫剂降解产物  
 H - 除草剂  
 M - 灭螺剂  
 PS - 农药增效剂  
 A - 杀螨剂  
 FR - 阻燃剂

## 结果与讨论

### 草莓中的农药

使用配备 RTL 农药谱库的 8890/5977 系列 GC/MSD 和配备农药个人化合物数据库与谱库 (PCDL) 的 8890/7250 GC/Q-TOF 进行预筛查, 检测出一定浓度的 37 种农药和污染物<sup>[4]</sup>。与 GC/MSD 相比, GC/Q-TOF

使用最新精确质量筛查方法, 通常能够在每个样品中检测出更多农药。对 12 种草莓样品中的 28 种农药进行了定量, 同时还有 9 种农药处于或低于所配制的最低校准浓度, 因此未进行测定。

在草莓样品中发现的 2 种杀虫剂 (啉虫脒和腈菌唑) 的浓度超过了 US EPA<sup>[1,2]</sup> 规定的农药残留最大浓度 (表 3)。杀

虫剂噻虫嗪和农药增效剂增效醚的浓度高于 10 ppb。这些化合物在草莓中并未明确规定最大容许浓度, 因此将报告为 Presumptive Tolerance Violations (推定超出容许浓度)<sup>[2]</sup> (表 3 中突出显示为红色)。

表 3. 使用 8890/7000D 三重四极杆 GC/MS 系统获得的 12 种草莓样品的定量结果

化合物	容许浓度 (ppb)	线性校准			扩展校准*			有机草莓			非有机草莓								
		校准下限 (ppb)	线性校准上限 (ppb)	CF R2	校准下限 (ppb)	校准上限 (ppb)	CF R2	O-1	O-2	O-3	N/O-1	N/O-2	N/O-3	N/O-4	N/O-5	N/O-6	N/O-7	N/O-8	N/O-9
3,4,5-混杀威	NT**	5	500	0.9951	5	8000	0.9985	7	6	6	5	6	< LOQ	5	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
啉虫脒	600	500	1000	0.9961	500	10000	0.9991					2845							
啉菌酯	10000	500	10000	0.9930	500	10000	0.9930												534
联苯腈酯	1500	100	4000	0.9886	100	5000	0.9941				< LOQ	498			177				
联苯菊酯	3000	1	5000	0.9902	1	10000	0.9929	< LOQ			91	745	611	649	< LOQ	18	287	252	< LOQ
啉酰菌胺	4500	1	5000	0.9961	1	10000	0.9971	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	165	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	43	< LOQ	< LOQ
克菌丹	20000	10	1000	0.9794	10	10000	0.9849	349			296	> 10000*	56		7719	> 10000*	2039	200	5655
甲萘威	4000	1	1000	0.9900	1	10000	0.9978	85											
氯虫苯甲酰胺	1000	20	1000	0.9958	20	10000	0.9988												< LOQ
顺式-1,2,3,6-四氢邻苯二甲酰亚胺	25000	1	1000	0.9887	1	10000	0.9987	465	15	< LOQ	1275	1850	87	15	837	856	461	105	1098
啉菌环胺	5000	1	500	0.9915	1	10000	0.9987				29	232	< LOQ	279	289	102	5	< LOQ	< LOQ
p,p'-DDE	NT	1	1000	0.9911	1	1000***	0.9911	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ
乙螨唑	500	5	2000	0.9891	5	2000	0.9891							79					
环酰菌胺	3000	50	5000	0.9940	50	10000	0.9977					298	< LOQ	< LOQ	561	< LOQ	< LOQ		
氟啉虫酰胺	1500	1	1000	0.9766	1	1000***	0.9766	8	2	1	1	904	381	77	92	195	146	111	84
咯菌腈	2000	1	1000	0.9910	1	8000	0.9987				30	459	< LOQ	548	617	195	14	< LOQ	
粉唑醇	1500	5	2000	0.9893	5	2000	0.9893				31	< LOQ	7					7	< LOQ
马拉硫磷	8000	1	1000	0.9905	1	8000	0.9994	48	< LOQ	< LOQ	5	< LOQ	61	< LOQ	< LOQ	< LOQ	< LOQ	48	< LOQ
甲霜灵	10000	1	500	0.9974	1	10000	0.9959				48	5		3			< LOQ		90
腈菌唑	500	1	1000	0.9958	1	10000	0.9987	1			< LOQ	4	9	706	20	< LOQ	< LOQ	14	1
双苯氟脲	500	1	250	0.9910	1	8000	0.9901	462			29	284	136	< LOQ	110	< LOQ	< LOQ	376	428
增效醚	NT	5	1000	0.9961	5	5000	0.9964	1618	< LOQ										
啉霉胺	3000	1	500	0.9968	1	10000	0.9963	< LOQ	< LOQ	< LOQ	243	117	< LOQ	< LOQ	273	5	< LOQ	< LOQ	< LOQ
啉氧灵	900	1	1000	0.9754	1	1000***	0.9754				2	< LOQ	4			74	1	4	37
氟醚唑	2500	1	1000	0.9867	1	8000	0.9991					75	< LOQ		22	< LOQ			153
噻虫嗪	NT	20	1000	0.9920	20	1000***	0.9920	< LOQ	< LOQ		< LOQ	28			50	< LOQ	< LOQ		< LOQ
腈菌酯	1100	1	1000	0.9978	1	10000	0.9978				14			135	5	152			
磷酸三(1-氯-2-丙基)酯	****	1	250	0.9773	1	1000***	0.9895	< LOQ	20	10	2	3	8	11	< LOQ	< LOQ	8	< LOQ	1

扩展校准\* 是通过其他拟合方式实现的, 如美国农业部法规允许的二阶 (二次) 拟合。

NT\*\* — US EPA 未规定此农药残留在草莓中的最大容许浓度。

1000\*\*\* — 1000 ppb 是本研究中使用的最高校准标准浓度。

\*\*\*\* — 没有有关最大容许浓度的信息。

### 在容许溶度下使用 8890/7000D 和 8890/7010B 三重四极杆 GC/MS 系统定量分析农药

US EPA 规定的草莓中农药残留的最大容许浓度范围较宽 (20–25000 ppb)<sup>[1]</sup>。此外，对于未明确规定草莓中容许浓度的农药，其浓度不应超过 10 ppb<sup>[2]</sup>。为确保在一次 GC/MS 分析中准确定量受监管和禁用的农药，避免重新分析样品和进一步处理，这些农药的定量分析需要较宽的校准范围。

配备惰性 Extractor 离子源的 8890/7000D 三重四极杆 GC/MS 系统能够定量分析所有在容许浓度下可能存在的化合物，并保持 ±20% 的准确度。更宽的校准范围确保能在一次 GC/MS 运行中对容许浓度在 10 ppb (未规定容许溶度) –10000 ppb 的农药进行定量 (表 3)。在 28 种农药中，有 26 种农药可在高达 500 ppb 的常规工作范围内实现线性校准拟合。由于草莓的最低报告限值为 10 ppb，因此未在 1 ppb 以下进行校准。

杀菌剂啶酰菌胺在草莓中受监管的浓度高达 4500 ppb。1–5000 ppb 范围内的线性校准拟合覆盖了该容许浓度。如果需要在报告限值之上准确定量，可使用 1–10000 ppb 的扩展校准范围 (图 3)。

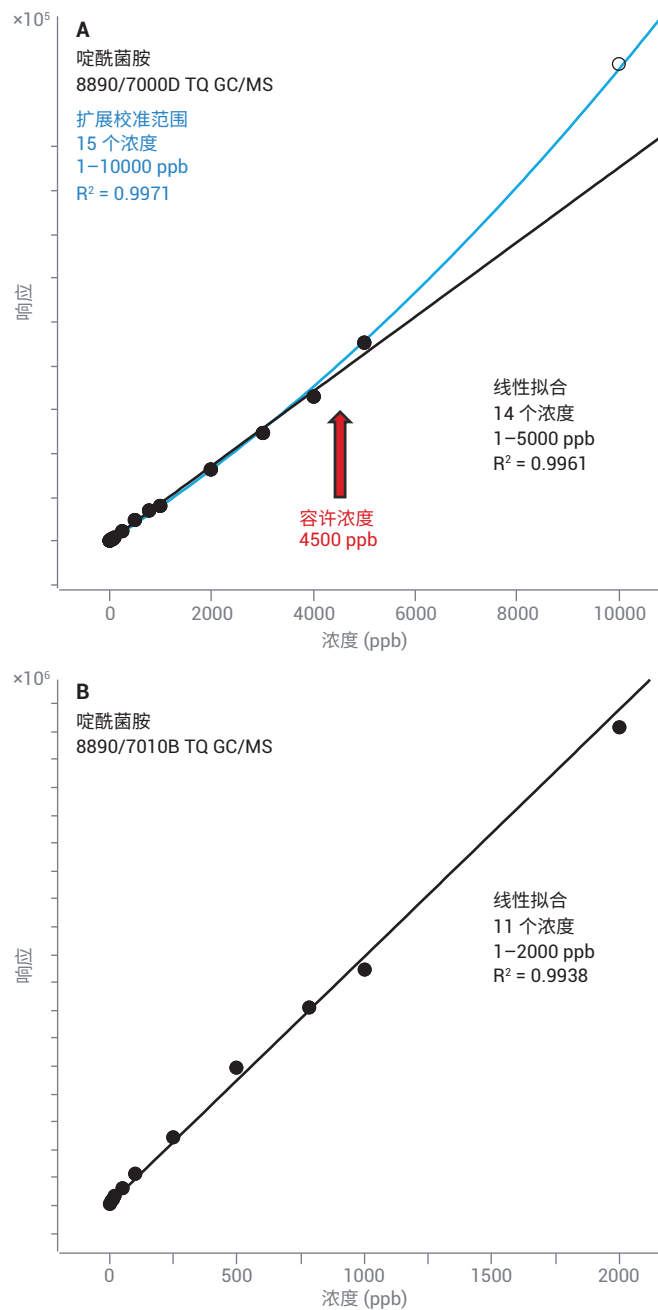


图 3. 使用 8890/7000D 和 8890/7010B 三重四极杆 GC/MS 系统获得的啶酰菌胺的基质匹配校准曲线。在 US EPA 法规允许的情况下，使用其他拟合方式 (如二阶 (二次) 拟合) 将 7000D 的校准上限扩展到 10000 ppb

杀虫剂啶虫脒的容许浓度为 600 ppb。两种三重四极杆 GC/MS 系统，即配备惰性 Extractor 离子源的 8890/7000D 和配备 HES 的 8890/7010B，都可以在草莓中的容许浓度下对啶虫脒进行定量。

杀虫剂噻虫嗪在草莓中没有规定容许浓度，因此其报告限值为 10 ppb。噻虫嗪因其热不稳定性，难以通过 GC/MS 进行分析，通常采用 LC/MS。配备 HES 离子源的 8890/7010B 三重四极杆 GC/MS 系统可以使用恒温脉冲不分流热进样模式，在 1–1000 ppb 范围内对噻虫嗪进行定量。

相比之下，使用配备惰性 Extractor 离子源的 8890/7000D 三重四极杆 GC/MS 系统时，噻虫嗪的校准范围为 20–1000 ppb (1000 ppb 为所用储备液的最高浓度)。HES 离子源在 10 ppb 时的信噪比 (S/N) 为 19.6，惰性 Extractor 离子源为 2.2 (图 4)。使用 HES 离子源时，在 10 ppb 的容许浓度下噻虫嗪可保持良好的定性/定量离子比。使用 MMI 的程序控温冷不分流进样模式，可将上述报告的噻虫嗪校准范围扩展到更低浓度<sup>[5]</sup>。

当需要在痕量和超痕量浓度下定量且分析物的建议柱上量不超过 1 ng 时，配备 HES 离子源的 8890/7010B 三重四极杆 GC/MS 是首选系统。使用 8890/7010B 三重四极杆 GC/MS 系统可以获得比 7000D 系统更低的定量限 (LOQ)。值得注意的是，在许多情况下，使用配备 HES 离子源的 7010B 获得的 LOQ 低于本研究所用的最低校准标样 1 ppb。由于草莓中残留农药的最低报告限值均高于 10 ppb，因此本研究无需在 1 ppb 下进行定量分析。



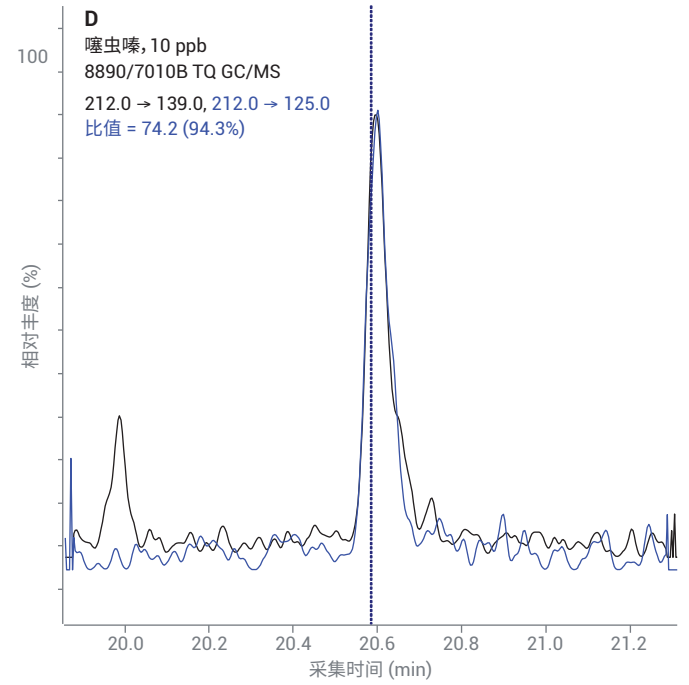
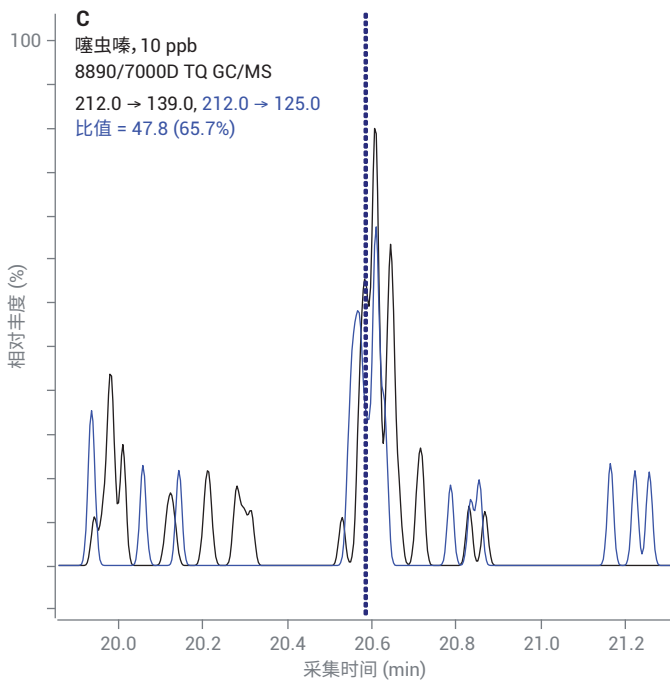
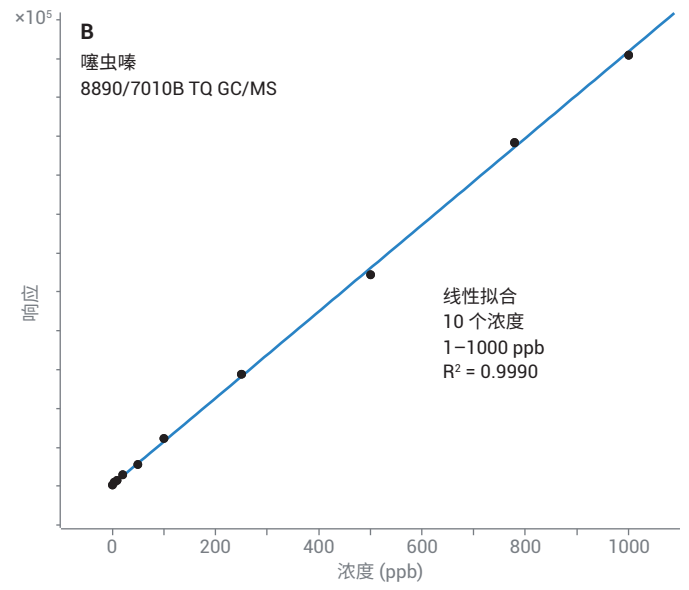
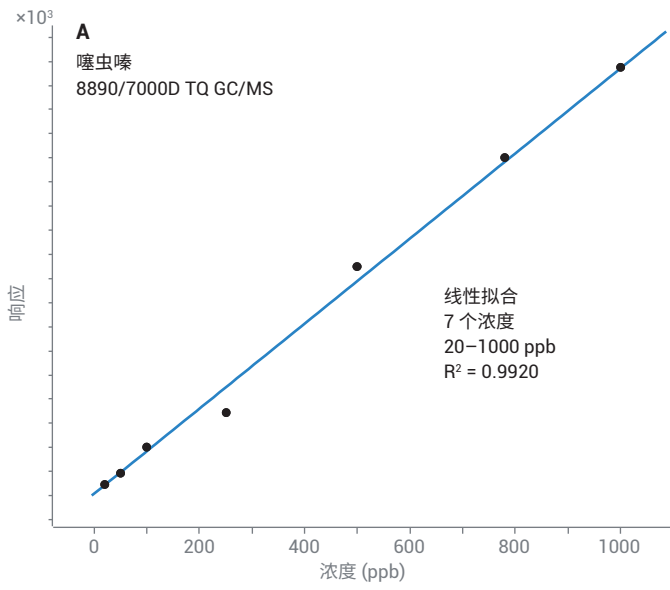


图 4. 噻虫嗪的基质匹配校准曲线以及定量和定性离子的 MRM 色谱图

## 结论

本研究证明，8890/7000D 和 8890/7010B 三重四极杆 GC/MS 系统适用于在监管浓度 (10–25000 ppb) 下定量分析草莓中的农药残留。恒温脉冲不分流进样能够在所需浓度下实现惰性样品转移，并提高样品通量。柱中反吹可缩短运行时间并降低仪器维护频率。MassHunter 农药与环境污染 MRM 数据库 (P&EP 4) 为可能存在的化合物提供了 MRM 离子对，结合动态 MRM 可以极大地简化采集方法的创建过程。使用基质匹配校准标样在容许浓度下对预筛查中检测出的化合物进行了定量。

## 参考文献

1. Index to Pesticide Chemical Names, Part 180 Tolerance Information, and Food and Feed Commodities (by Commodity). *US Environmental Protection Agency Office of Pesticide Programs*. December 12, **2012**
2. USDA, AMS, S&T, MPD - Pesticide Data Program (PDP). PDP Database Search Application – User Guide. 2019 年 1 月, <https://www.ams.usda.gov/sites/default/files/media/PDPSearchAppUserGuide.pdf>
3. K. Mastovska. GC/MS/MS Pesticide Residue Analysis. A Reference Guide (GC/MS/MS 农药残留分析, 参考指南), *安捷伦科技公司*, **2018**
4. 使用谱库搜索解卷积谱图对草莓中容许浓度的农药进行 GC/MSD 筛查, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5994-0915ZHCN, **2019**
5. Al-Taher, F. 等, GC/MS 和 LC/MS 联合对蔬菜汁中的农药残留进行全面检测, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5990-9924CHCN, **2012**

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)

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, 2019  
2019 年 11 月 13 日, 中国出版  
5994-0799ZHCN