

使用柱中反吹对高叶绿素含量叶类蔬菜中的农药进行快速、灵活、可靠的 GC/MS/MS 分析



对食品中的痕量农药残留进行常规、高通量分析面临着巨大的挑战。农药残留分析方法需要在严格的法规要求和时间限制下获得可靠、高灵敏度的数据。对数百种不同类别的农药残留进行常规筛查的分析周期通常在不到 10 分钟至 25 分钟之间。

当基质积聚时会严重影响样品通量，并降低数据质量。此时需要停止分析并进行常规维护，包括放空质谱仪、切割色谱柱和更换进样口备件。这种意外停机对实验室而言成本极高。此外，如今间歇性的氦气供应中断也会造成意外停机。可轻松换用氢气载气的方法为避免载气供应中断提供了额外的安全保障。

所示的两种 GC/MS/MS 残留筛查方法可提供常规、高通量样品分析所需的速度和灵敏度。这两种方法均采用柱中反吹技术，在分析后可反转气流方向，消除不利的基质干扰，降低维护频率。这样可以缩短仪器停机时间，提高数据可靠性。

安捷伦高通量筛查方法

在宽浓度范围内证明了校准性能。这符合 SANTE/11312/2021 指南的规定，并满足生产、包装和向公众销售食品的政府机构和私营企业以及控制食品安全的实验室的需求。

将柱中反吹与高基质去除率样品前处理流程相结合，可缩短运行时间，减少色谱柱切割需求和离子源污染。使用安捷伦 MRM 数据库 P&EP 4.0 和保留时间锁定 (RTL)，可实现快速方法开发和转换，并支持高效的日常操作。如本文所示，还可通过增加 HydroInert 离子源和调整色谱柱尺寸将该方法转换为氢气载气。

使用菠菜对该工作流程进行了考察，菠菜是一种叶绿素含量较高的叶类蔬菜，其分析极具挑战性。该工作流程还可扩展用于其他高叶绿素含量叶类蔬菜中农药的分析。

安捷伦的软件和硬件设计也便于在农药工作流程中使用。MRM 数据库 P&EP 4.0 可提供出色的价值实现速度和保留时间锁定 (RTL) 功能, HydroInert 离子源支持换用氢气载气。

结合柱中反吹、样品前处理、方法转换和保留时间锁定 (RTL) 技术, 可为方法开发、维护和转换节省成本, 为日常操作提供支持。还可通过增加 HydroInert 离子源将该方法转换为氢气载气。

优化农药分析系统配置的建议

样品前处理: 采用简化的两步流程提高基质去除效率 (图 1): 通过传统的 QuEChERS 萃取技术 (AOAC 或 EN 萃取) 进行样品萃取, 然后使用带有 Carbon S 的 Captiva 增强型基质去除 (EMR) 通过式净化技术进行净化。菠菜被认为是一种高叶绿素叶类基质, 其色素去除至关重要。Captiva EMR-HCF1 和 HCF2 专门设计用于高叶绿素叶类蔬菜基质的净化。两种小柱均可高效去除叶绿素, 而不会影响敏感农药 (包括平面结构化合物) 的回收。

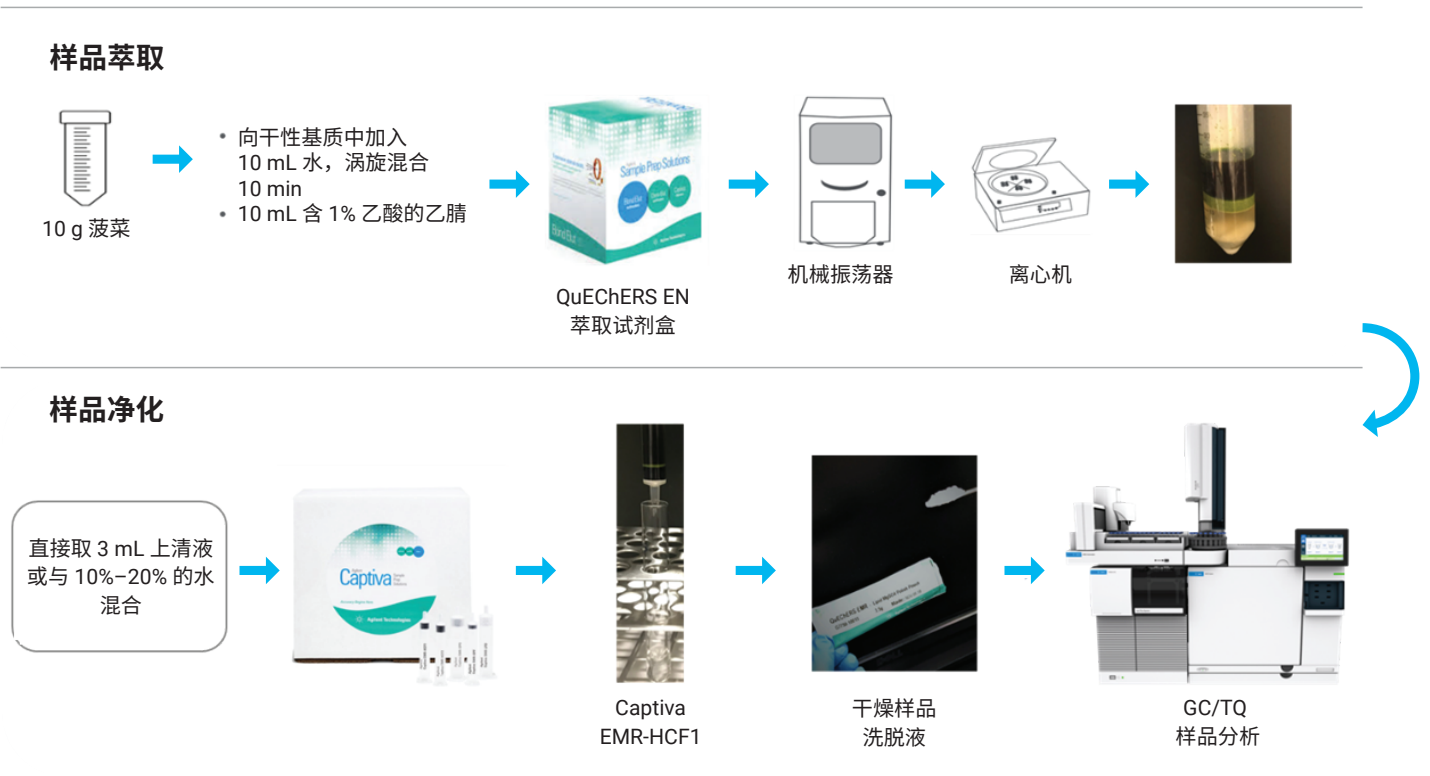
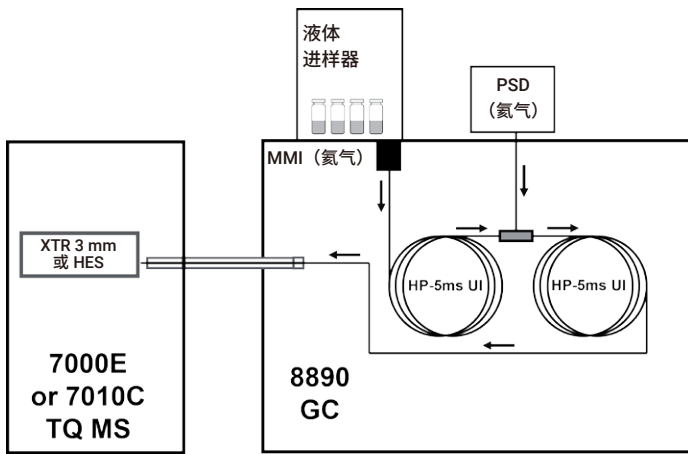
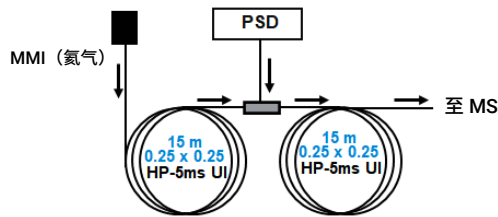


图 1. 样品前处理流程图, 包括传统的 Agilent QuEChERS 萃取以及后续的 Agilent Captiva EMR-HCF1 或 HCF2 通过式净化^[1]

系统设置：采用柱中反吹配置（图 2 和图 3）实现后运行色谱柱反吹，从而降低进样口维护、气相色谱柱切割、MS 离子源清洁或 MS 重新调谐的频率。图中显示了使用氦气和氢气载气的色谱柱配置，包括常规 20 分钟和高通量 10 分钟分析。



常规 15 × 15 m 柱中反吹配置：



窄径 10 × 10 m 柱中反吹配置：

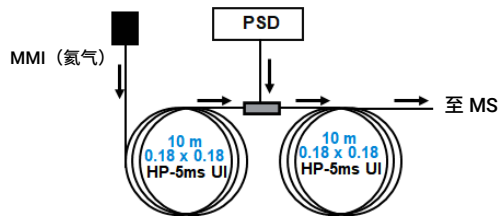


图 2. Agilent 8890/7010C GC/TQ 系统（上图）使用两种柱中反吹配置（下图）^[1]

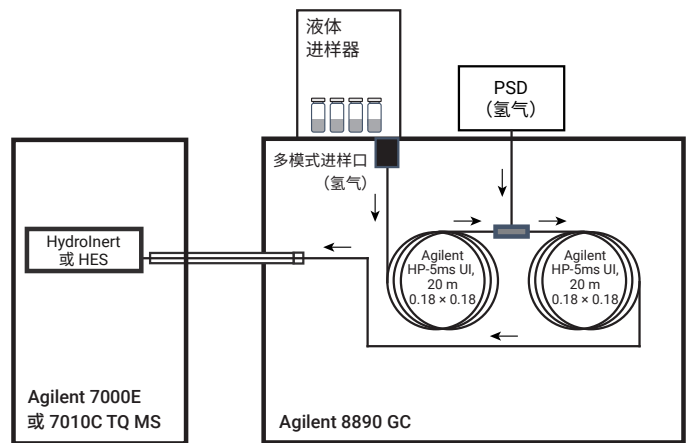


图 3. 使用氢气载气的 Agilent 8890/7010C GC/TQ 系统配置^[2]

色谱柱规格：

表 1. 用于 200 多种农药 10 分钟快速分析的推荐色谱柱规格。

	常规分析时间	高通量分析时间
氦气载气	(2) HP-5ms UI 15 m × 0.25 mm × 0.25 μm	(2) HP-5ms UI 10 m × 0.18 mm × 0.18 μm
换用氢气载气	(2) HP-5ms UI 20 m × 0.18 mm × 0.18 μm	(2) HP-5ms UI 10 m × 0.18 mm × 0.18 μm

流速：理想范围为 0.9–1.4 mL/min，取决于色谱柱配置和载气。

温度

表 2. 使用氮气载气的样品柱温箱升温程序¹

气相色谱柱温箱条件		
	15 × 15 m	10 × 10 m
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

表 3. 使用氢气载气的样品柱温箱升温程序²

气相色谱柱温箱条件	
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	2.25 min
总运行时间	20 min
后运行时间（反吹持续时间）	1.5 min
平衡时间	0.5 min

所示工作流程可以为多类别农药分析提供更高的效率和灵活性。分析时间介于常规的 20 分钟和使用高效迷你孔径色谱柱时不到 10 分钟之间。如本文所示，通过调整色谱柱规格并安装 HydroInert 离子源，可将这些工作流程转换为氢气载气，同时保持保留时间锁定。由于基质污染，可采用柱中反吹来降低常规维护的频率。

参考文献

本工作流程中涉及的应用简报：

1. 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 [5994-4967ZHCN](#)
2. 使用氢气载气通过 GC/MS/MS 分析含色素食品中的农药 [5994-6505ZHCN](#)

轻松挑选和订购信息

如需从安捷伦在线商城订购商品，请点击下表中部件号的超链接。然后输入您需要的产品数量，单击“添加至购物车”并继续结算。

或者，通过点击相应的“我的列表”标题链接，将表中的商品保存到“收藏产品”列表中。输入您需要的产品数量，单击“添加至购物车”并继续结算。该列表会保留在“收藏产品”下，供将来使用。

如果这是您首次在线订购，系统会要求您输入电子邮件地址进行账户验证。如果您已有安捷伦账户，可以直接登录。如果您尚未注册安捷伦账户，则需要[注册](#)账户。

您也可以通过客户服务中心或经销商渠道订购所有物品。

描述	部件号
我的列表：样品前处理	
Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒	5982-5650CH
Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取试剂盒	5982-5755CH
Captiva EMR-HCF1, 3 mL 过滤柱	5610-2088
Captiva EMR-HCF2, 3 mL 过滤柱	5610-2089
无水 MgSO ₄	5982-0102
正压 48 孔处理装置	5191-4101
我的列表：分析柱	
J&W HP-5ms 超高惰性气相色谱柱, 15 m, 0.25 mm, 0.25 μm, 带智能钥匙, 1/包 (需要 2 包) (推荐用于采用常规色谱柱配置的常规和快速氮气载气方法)	19091S-431UI-KEY
J&W HP-5ms 超高惰性气相色谱柱, 10 m, 0.18 mm, 0.18 μm, 7 英寸柱架, 1/包 (需要 2 包) (推荐用于快速氮气或快速氢气载气方法)	19091S-571UI
J&W HP-5ms 超高惰性气相色谱柱, 20 m, 0.18 mm, 0.18 μm, 7 英寸柱架, 1/包 (需要 2 包) (推荐用于常规氢气载气方法)	19091S-577UI
我的列表：气相色谱备件	
安捷伦超高惰性 2 mm 浅凹坑衬管	5190-2297
镀金可塑金属密封垫圈	G2855-28501
带锁定环的手拧式柱螺帽, 用于气相色谱进样口	G3440-81011

描述	部件号
带锁定环的手拧式柱螺帽, 用于 MS 传输线	G3440-81013
85:15 Vespel/石墨密封垫圈, 内径 0.4 mm, 10/包	5181-3323
进样口隔垫, 不粘连高级绿色, 11 mm, 50/包	5183-4759
ALS 进样针, 蓝色系列, 10 μL, 固定式针头, 23/42/锥形针尖, PTFE 头推杆	G4513-80220
吹扫 Ultimate 两通接头 (PUU) 工具包, 去活	G3186-80580
吹扫 Ultimate 两通接头 (PUU) 组件, 惰性	G3186-60581
配备 PSD (气路反吹模块) 的 8890	选件 310
我的列表：样品容器	
样品瓶, 螺口, 棕色, 带书写签, 去活 (硅烷化), 经认证, 2 mL	5183-2072
瓶盖, 螺口, 蓝色, 经认证, PTFE/硅橡胶/PTFE 隔垫	5182-0723
样品瓶内插管, 250 μL, 去活玻璃, 带聚合物支脚	5181-8872
我的列表：MSD 离子源部件	
灯丝, 高温, EI 离子源	G7005-60061
9 mm HydroInert 离子源提取透镜* (推荐用于 H ₂ 载气)	G7078-20909
推斥极 — HydroInert 离子源	G7078-20902
我的列表：气体过滤器	
Gas Clean 气体净化载气工具包, 1 位, 用于 7890, 1/8 英寸, 包括一个 1 位 1/8 英寸连接单元; 净化器: 一个载气净化器 (部件号 CP17973); 一个 7890 安装支架	CP17988
用于 8890 和 8860 气相色谱系统的 Gas Clean 气体净化套装。包括安装支架、连接单元及载气过滤器	CP179880
Gas Clean 载气净化器替换滤芯	CP17973
安捷伦大容量通用型捕集阱 (推荐用于 H ₂ 载气)	RMSH-2-SS
用于载气的 Agilent Gas Clean 气体净化器套件	CP17976
用于 H₂ 载气的 HydroInert 离子源	
用于 7000 TQ 的 HydroInert 离子源全套组件	G7006-67930
HydroInert 离子源 GC/TQ 升级套件	5505-0084
不锈钢安装工具包	19199S
软件	
独立的农药和环境污染物质 MRM 数据库	G9250AA
MassHunter GC/MS 软件升级包 (包括 MassHunter 采集以及 MassHunter 定性和定量分析)	G6845AA
MassHunter GC/MS 数据分析软件	G6849AA

Agilent CrossLab：洞察敏锐，成就超群

CrossLab 提供仪器之外的服务、消耗品和实验室资源管理，帮助实验室提高效率、优化操作、延长仪器正常运行时间，并提升用户技能等。

如需了解关于 Agilent CrossLab 的更多信息，以及洞察敏锐、成就超群的示例，请访问 www.agilent.com/crosslab

如需了解更多信息或其他订购指南，请访问：
www.agilent.com/chem/ordering-guides

安捷伦客户服务中心：

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

DE17956593

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。