

使用 LC/MS/MS 和 GC/MS/MS 快速分析烟草中的农药



烟草种植、生产和储存的农业生产方式通常需要使用杀虫剂来控制害虫、细菌和真菌。烟草中农药对环境和健康的影响引起了人们的广泛关注，这意味着用于安全评估的分析方法必须符合 CORESTA 规定的指导性残留限量 (GRLs)^[1]。

烟草含有多种成分，包括碳水化合物、蛋白质、脂肪酸、蜡质、色素、生物碱和尼古丁，是非常复杂的基质，难以实现多组分农药萃取和基质去除。

常见的样品前处理方法一般包括使用 QuEChERS 或改进 QuEChERS 萃取，随后进行 dSPE 净化。配备 Carbon S 小柱的 Agilent Captiva EMR 采用通过式净化方法进行快速高效的样品基质去除。Captiva EMR-普通色素干性基质 (EMR-GPD) 和 EMR-低浓度色素干性基质 (EMR-LPD) 小柱尤其适用于复杂干性基质。两种小柱均包含安捷伦独特的吸附剂 Carbon S 和

Captiva EMR-Lipid，并以优化的配方与 N-丙基乙二胺 (PSA) 和 C18 混合。

Captiva EMR-Lipid 吸附剂可提供高选择性，具有高效脂质去除能力，而 PSA 吸附剂可高效去除脂肪酸。Carbon S 吸附剂可高效去除色素，EC-C18 可进一步净化疏水基质。混合配方经过精心开发和优化，为具有不同水平色素成分的复杂干性基质提供了更出色的基质去除率与目标分析物回收率之间的平衡。对于普通色素干性基质，通常推荐使用 Captiva EMR-GPD，而 Captiva EMR-LPD 则更适合低浓度色素的复杂植物干性基质。

烟草被认为是一种色素含量较低的干性基质，因此 Captiva EMR-LPD 更适合这种基质。在传统的 QuEChERS 萃取之后，使用 Captiva EMR-LPD 柱进行通过式净化（图 1）^[2]。

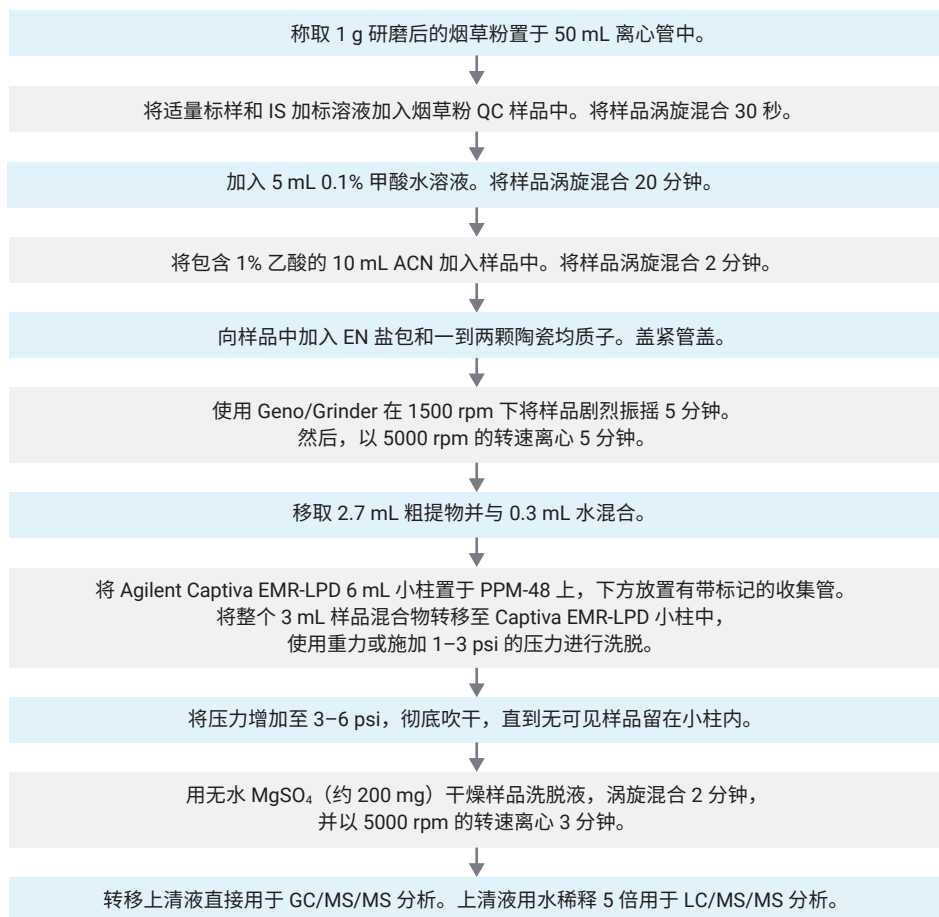


图 1. 使用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取以及 Agilent Captiva EMR-LPD 通过式净化的烟草粉样品前处理流程



图 2. 烟草萃取物：未净化（左图），经过 Agilent Captiva EMR-LPD 净化（右图）

表 1. LC/MS/MS 方法条件

液相色谱条件			
色谱柱	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (货号 959758-902) Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, UHPLC 保护柱, 2.1 × 5 mm, 1.8 μm (货号 821725-901)		
流速	0.3 mL/min		
柱温	40 °C		
进样量	2 μL		
流动相	A: 含 0.125% 甲酸 (FA)、10 mmol/L 甲酸铵、0.5 mmol/L 氟化铵的水溶液 B: 含 0.125% 甲酸、10 mmol/L 甲酸铵、0.5 mmol/L 氟化铵的 95:5 乙腈:水溶液		
进样针清洗	含 0.2% 甲酸的 1:1:1:1 乙腈:甲醇:异丙醇:水溶液		
梯度	时间 (min)	%B	流速 (mL/min)
	0.0	15	0.3
	6.0	95	0.3
	8.01	100	0.3
停止时间	10 min		
后运行时间	2.3 min		
质谱条件			
电离模式	电喷雾电离 (ESI)		
气体温度	120 °C		
气体流速	20 L/min		
雾化器	40 psi		
鞘气温度	225 °C		
鞘气流速	11 L/min		
毛细管电压	4500 V (正离子和负离子模式)		
喷嘴电压	0 V (正离子和负离子模式)		
iFunnel 参数	高压 RF: 150 V (正离子模式), 90 V (负离子模式) 低压 RF: 60 V (正离子模式), 60 V (负离子模式)		
极性	正离子和负离子, 参见参考文献 1 中的表 4。		

注: 针对 GC/MS/MS 分析, 需要用无水 MgSO₄ 粉末干燥样品洗脱液。您可以从 Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid 除脂萃取盐包中取一小刮片无水 MgSO₄ 粉末 (200–300 mg)。

表 1 列出了 LC/MS/MS 条件。有关目标分析物的动态多反应监测 (dMRM) 参数, 请参见 Zhao 的应用简报^[3]。

表 2. GC/MS/MS 方法条件

气相色谱条件	
色谱柱	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性气相色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 膜厚度 0.25 μm (两根, 货号 19091S-431UI-KEY)
载气	氦气
色谱柱 1 流速	1.016 mL/min
色谱柱 2 流速	1.216 mL/min
进样量	1 μL 冷柱头不分流
进样口衬管	安捷伦超高惰性 2 mm 浅凹坑衬管 (货号 5190-2297)
MMI 升温程序	60 °C 保持 0.1 min, 以 600 °C/min 升至 280 °C 并保持
柱温箱升温程序	60 °C 保持 1 min, 以 40 °C/min 升至 170 °C, 以 10 °C/min 升至 310 °C, 保持 2.25 min
运行时间	20 min
反吹条件	1.5 min 后运行 310 °C 柱温箱 后运行总流速 25 mL/min
传输线温度	280 °C
离子源	安捷伦惰性 Extractor 离子源, 配备 3 mm 透镜, 280 °C
真空泵	高性能涡轮泵
四极杆温度	150 °C
离子源温度	280 °C
数据监测	动态 MRM 模式 (dMRM)
电子倍增器电压增益因子	10
溶剂延迟	3 min

表 2 列出了 GC/MS/MS 条件。有关目标分析物的 dMRM 参数, 请参见 Agilent MassHunter 农药与环境污染物质 MRM 数据库 (P&EP 4, 货号 G9250AA)。

参考文献

1. CORESTA GUIDE No. 1, Agrochemical Guidance Residue Levels, 2021
2. 测定烟草中的 300 多种农药: 使用 Agilent Captiva EMR-LPD 通过式净化与 LC/MS/MS 和 GC/MS/MS 检测 [5994-5777ZHCN](#)
3. 使用 Captiva EMR-HCF 通过式净化和 LC/MS/MS 对春季沙拉菜中的多类别多残留农药进行测定 [5994-4765ZHCN](#)

轻松挑选和订购信息

要从安捷伦在线商店订购所列商品，只需单击“我的列表”标题链接。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。您的列表便会保留在“收藏产品”下，供您将来订购时使用。该功能仅在启用了电子商务功能的地区有效。

如果这是您首次使用“收藏产品”，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。但是，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。

我的列表 1：用于烟草中农药分析的样品前处理设备

描述	货号
萃取	
Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒，AOAC 2007.01，不带陶瓷均质子	5982-5755
陶瓷均质子，50 mL 管，100/包*	5982-9313
Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒，AOAC 2007.01，带陶瓷均质子	5982-5755CH
净化	
Agilent Captiva EMR-LPD 过滤柱，6 mL，30/包	5610-2092
Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid 除脂萃取盐包，3.5 g 无水 MgSO ₄	5982-0102
适用于样品前处理的其他必要备件	
安捷伦正压 48 孔处理装置**	5191-4101
离心管和管盖，聚丙烯，50 mL，25/包	5610-2049
用于 PPM-48 的 6 mL SPE 柱架**	5191-4104
用于 PPM-48 的 3 mL SPE 柱架**	5191-4103
用于 16 × 100 mm 试管的收集架**	5191-4108

* 仅在使用不带陶瓷均质子的萃取试剂盒时才需要

** 一次性购买

我的列表 2：用于干香料和烟草中的农药分析的 LC/MS/MS 色谱柱和备件

描述	货号
标准品*	
即用型 254 种化合物混标，8 × 1 mL，每种 100 µg/mL	5190-0551
HPLC 色谱柱	
Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱，95Å，2.1 × 100 mm，1.8 µm，最大耐压 1200 bar	959758-902
Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱，UHPLC 保护柱，2.1 × 5 mm，1.8 µm	821725-901
HPLC 备件	
Agilent 1290 在线过滤器，0.3 µm	5067-6189
InfinityLab Quick Connect 快速连接组件，0.12 × 105 mm，用于 UHPLC 的色谱柱入口连接	5067-5957
InfinityLab Quick Connect 快速连接组件，0.17 × 105 mm，用于 HPLC 的色谱柱入口连接	5067-6166
InfinityLab Quick Turn 接头，用于色谱柱出口	5067-5966

描述	货号
Quick Turn 毛细管，0.12 × 280 mm，用于色谱柱到检测器的连接	5500-1191
Stay Safe 废液瓶安全盖工具包，GL45，带 4 个插口和 6 L 废液瓶	5043-1221
用于废液容器的带时间标签的活性炭过滤器	5043-1193
不锈钢溶剂入口过滤器，孔径 10 µm	01018-60025
溶剂和试剂	
InfinityLab LC/MS 级超纯乙腈	5191-4496
InfinityLab LC/MS 级超纯甲醇	5191-4497
InfinityLab LC/MS 级超纯水	5191-4498
MS 溶液，甲酸，纯度 99.5%，10 mL**	US-700002341
5 mol/L 甲酸铵溶液	G1946-85021
溶剂过滤组件***	
InfinityLab 溶剂过滤组件，包括 250 mL 玻璃漏斗，膜支架玻璃底座，1 L 玻璃烧瓶，以及铝质装置夹	5191-6776
再生纤维素滤膜，47 mm，0.20 µm，100/包	5191-4340
样品瓶和瓶盖	
Agilent A-Line 认证棕色样品瓶（螺口），100/包	5190-9590
安捷伦去活样品瓶内插管，400 µL，500/包	5183-2086
安捷伦螺口盖，PTFE/硅橡胶/PTFE 隔垫，瓶盖尺寸：12 mm，100/包	5190-7024

* 请联系安捷伦，了解定制预混合农药标准品

** 不支持在线购买。请联系当地的安捷伦客户服务中心了解订购信息

*** 如果使用本表中未列出的溶剂，则推荐使用

我的列表 3：用于干香料和烟草中的农药分析的 GC/MS/MS 色谱柱和备件

描述	货号
气相色谱柱	
Agilent HP-5ms UI，15 m × 0.25 mm，0.25 µm 膜厚度（两根）	19091S-431 UI-KEY
气相色谱备件	
安捷伦超高惰性 2 mm 浅凹坑衬管	5190-2297
安捷伦蓝色系列 10 µL PTFE 头推杆锥形进样针	G4513-80203
安捷伦高级绿色隔垫，不粘连，11 mm	5183-4759
色谱柱螺帽，带锁定环，手持式，用于进样口/检测器	G3440-81011
色谱柱螺帽，带锁定环，手持式，用于 MSD	G3440-81013
可塑金属密封垫圈，镀金，内径 0.4 mm，适用于 0.1–0.25 mm 内径熔融石英管，10/包	G2855-28501
MS 备件	
用于 7010 三重四极杆 GC/MS 的 HES 灯丝	G7002-60001
提取透镜，3 mm	G7000-20444
样品瓶和瓶盖	
Agilent A-Line 认证棕色样品瓶（螺口），100/包	5190-9590
安捷伦去活样品瓶内插管，250 µL，100/包	5181-8872
安捷伦螺口盖，PTFE/硅橡胶/PTFE 隔垫，瓶盖尺寸：12 mm，100/包	5190-7024

注：农药与环境污染物 MRM 数据库包含代表多种化合物类别的 1100 多种农药与环境污染物质，可轻松快速地进行 GC/MS/MS 分析。请咨询当地安捷伦客户服务中心，货号 G9250AA。

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

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

DE52679435

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，2023
2023 年 5 月 4 日，中国出版
5994-6119ZHCN