

基于岛津GC-MS/MS的加工食品中农残分析

在加工食品类的农残分析中，由于所含杂质多，以往的农作物分析法有时不易应用。这时，为除去杂质必须探讨新的前处理方法。

此次，在对超高压灭菌袋装咖喱进行农残分析时，尝试使用了具备快速性与简便性、常用于农作物检测的QuEChERS前处理法，以及在与杂质分离中具备高选择性的GC-MS/MS装置。

实验

使用QuEChERS法对市售超高压灭菌袋装咖喱样品进行前处理，在获得的样品溶液中添加39种农药，各浓度为0.01 mg/L，配制成农药添加样品。对于配制的农药添加样品，使用GC-MS与GC-MS/MS按照Table1所示的分析条件进行了测定。测定中，GC-MS使用SIM（Selected Ion Monitoring）模式，GC-MS/MS使用MRM（Multiple Reaction Monitoring）模式。

Table 1 分析条件

GC-MS :GCMS-TQ8030

色谱柱:Rxi-5Sil MS（长30m, 0.25mm I.D., df=0.25 1m）

玻璃衬管:带无分流衬管石英棉（PN:221-48876-03）

[GC]

气化室温度:250℃

柱温箱温度:50℃ (1分) → (25℃/分) → 125℃ → (10℃/分) → 300℃ (15分)

进样模式:无分流 (高压进样250kPa, 1.5分)

载气控制:线速度 (47.2 cm/秒)

进样量:1 μL

[MS]

接口温度:250℃

离子源温度:230℃

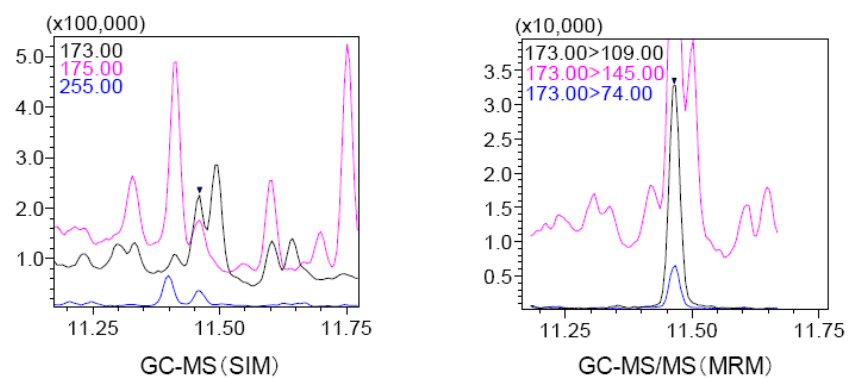
测定模式:MRM（参照以下内容）

Compound Name	Retention Time	Quantitative Transition		Qualitative Transition 1		Qualitative Transition 2	
		Precursor>Product	CE	Precursor>Product	CE	Precursor>Product	CE
Mevinphos	7.621	192.0>164.0	5	192.0>127.0	10	192.0>109.0	26
Carbofuran	10.971	164.0>149.0	10	164.0>131.0	16	164.0>103.0	25
Simazine	11.007	201.0>173.0	6	201.0>186.0	6	201.0>136.0	12
gamma-HCH (Lindane)	11.298	219.0>183.0	6	219.0>145.0	20	219.0>181.0	8
Propyzamide	11.464	173.0>145.0	15	173.0>109.0	26	173.0>74.0	30
Diazinon	11.521	304.0>179.0	12	304.0>162.0	6	304.0>195.0	10
delta-HCH	11.838	219.0>183.0	10	219.0>145.0	22	219.0>147.0	22
Ametryn	12.748	227.0>185.0	8	227.0>170.0	12	227.0>212.0	10
Fenitrothion	13.070	277.0>260.0	6	277.0>109.0	18	277.0>125.0	16
Malathion	13.246	173.0>127.0	6	173.0>99.0	15	173.0>145.0	6
Thiobencarb	13.406	257.0>100.0	8	257.0>72.0	24	257.0>224.0	4
Fenthion	13.464	278.0>109.0	20	278.0>125.0	20	278.0>169.0	16
Parathion	13.532	291.0>109.0	15	291.0>137.0	6	291.0>142.0	5
Phthalide	13.726	243.0>215.0	18	243.0>179.0	26	243.0>144.0	40
Fosthiazate-1	13.824	195.0>103.0	8	195.0>139.0	5	195.0>167.0	5
Fosthiazate-2	13.873	195.0>103.0	8	195.0>139.0	5	195.0>167.0	5
Isofenphos	14.200	213.0>121.0	16	213.0>185.0	6	213.0>93.0	28
Procymidone	14.416	283.0>95.0	12	283.0>68.0	24	283.0>255.0	12
Dimepiperate	14.419	145.0>112.0	8	145.0>99.0	16	145.0>84.0	20
Tetrachlorvinphos	14.740	329.0>109.0	20	329.0>314.0	16	329.0>79.0	28
Flutolanil	15.080	173.0>145.0	16	173.0>125.0	26	173.0>95.0	28
Isoprothiolane	15.174	290.0>204.0	6	290.0>118.0	14	290.0>162.0	18
Myclobutanil	15.393	179.0>125.0	15	179.0>152.0	10	179.0>90.0	30
Chlorfenapyr	15.630	247.0>227.0	16	247.0>200.0	26	247.0>177.0	25
Triazophos	16.381	161.0>134.0	8	161.0>106.0	14	161.0>91.0	18
Bifenthrin	17.713	181.0>166.0	12	181.0>165.0	25	181.0>179.0	12
Fenpropathrin	17.892	265.0>210.0	12	265.0>172.0	14	265.0>89.0	26
Pyridaben	19.647	147.0>117.0	22	147.0>119.0	10	147.0>132.0	14
Cypermethrin-1	20.345	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Cypermethrin-2	20.448	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Cypermethrin-3	20.506	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Flucythrinate-1	20.507	451.0>225.0	6	451.0>199.0	15	451.0>157.0	28
Cypermethrin-4	20.546	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Flucythrinate-2	20.702	451.0>225.0	6	451.0>199.0	15	451.0>157.0	28
Fenvalerate-1	21.233	419.0>225.0	6	419.0>167.0	14	419.0>125.0	28
Fluvalinate-1	21.351	250.0>200.0	18	250.0>55.0	18	250.0>145.0	26
Fluvalinate-2	21.415	250.0>200.0	18	250.0>55.0	18	250.0>145.0	26
Fenvalerate-2 (Esfenvalerate)	21.435	419.0>225.0	6	419.0>167.0	14	419.0>125.0	28
Imibenconazole	23.008	375.0>260.0	22	375.0>306.0	8	375.0>271.0	18

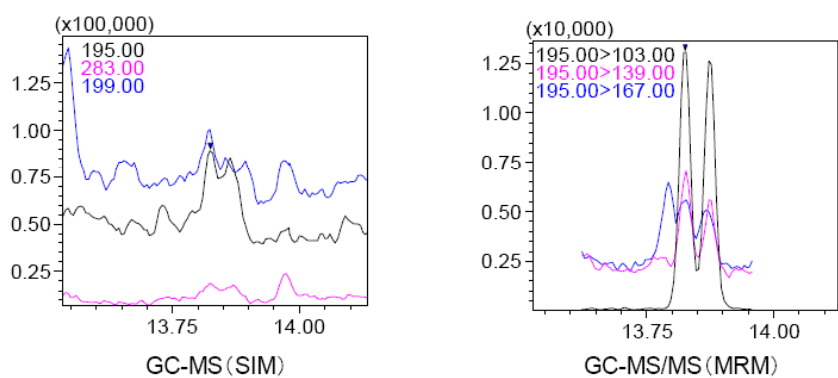
分析结果

分别以GC-MS的SIM模式与GC-MS/MS的MRM模式测定了农药添加样品（0.01 mg/L），得到的质谱图如图Fig. 1所示。从Fig. 1 的质谱图可知，采用GC-MS的SIM模式时，一部分的农药峰与杂质峰重叠，无法检测、鉴定。而采用GC-MS/MS的MRM模式时，可以选择性地检测、鉴定这样的农药成分。像超高压灭菌袋装咖喱这样杂质较多的加工食品，GC-MS/MS可以有效地分析其中的农残成分。

Propyzamide



Fosthiazate-1,2



Isofenphos

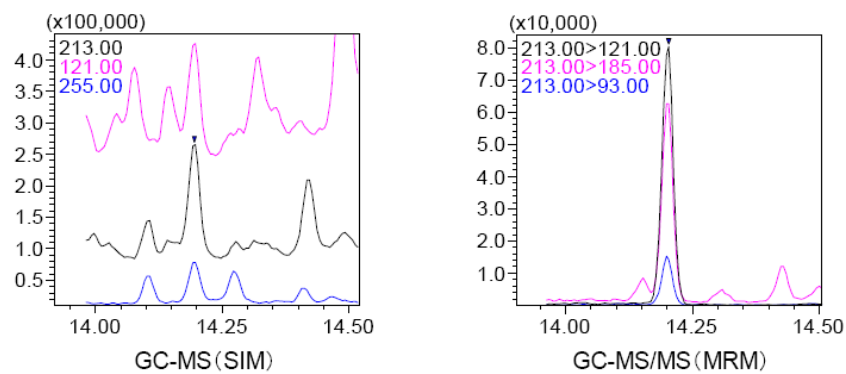


Fig. 1 各0.01 mg/L农药的质色图