



岛津
SHIMADZU

使用全扫描模式GCMS-QP2010, GCMSsolution 软件和岛津农药质谱库对农产品中的农药进行筛选

No.GCMS-007

摘要： 气质联用仪被用于农产品中农药存在性的筛选。这是因为气质联用仪可以将农产品中的农药残留与其他化合物分开，并给出可以确认农药结构的农药的质谱图。为了这个目的，气质联用仪的离子化模式通常被设为电子轰击电离模式，采集方式被设为全扫描。

电子轰击模式结合全扫描模式对于鉴定化合物是很好的，因为对大多数有机化合物来说，这种离子化方式可以产生一种广泛的碎裂，从而为分析的化合物提供一个特征性的质谱图。然而，在EI模式中的广泛的碎裂和样品基体的复杂性（也就是，在蔬菜样品中存在许多其他化合物）也会产生一个包含超过100个峰的GCMS色谱图。（见图1）

如果我们不得不逐个分析质谱图，那么在这样的色谱图中寻找农药峰是一件很繁琐的任务。特别当目标峰比干扰峰小得多的时候，工作就更加繁琐。

GCMSsolution软件（第二版）通过它的化合物搜寻特性为这个问题提供了解决方案。在这个报告里展示了化合物搜寻器的应用的一个例子。

关键词： GCMS-QP2010 快速筛查 化合物检索器

■ 仪器参数

仪器：GCMS-QP2010

色谱柱：Rtx-5SilMS, 30m, 0.25mm, 0.25 μ m

进样量：3 μ L

进样温度：250 $^{\circ}$ C

进样口：高压，不分流进样(270kPa, 2min)

载气：氦气

流量控制：恒压

进样口压力：76.1 kPa

柱温：70 $^{\circ}$ C(2min)-25 $^{\circ}$ C/min-150 $^{\circ}$ C-3 $^{\circ}$ C/min
-200 $^{\circ}$ C-8. C/min-280 $^{\circ}$ C(10min)

离子化方式：离子轰击(EI)

采集方式：全扫描

质量数范围：60 - 350 amu

扫描间隔：0.5 sec

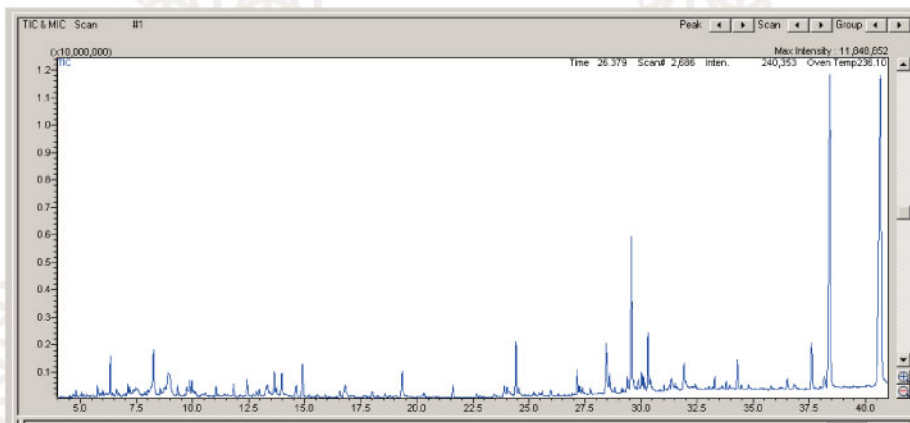


图 1. 展示在这里是一个蔬菜提取物气质联用仪全扫描的总离子流图和用化合物搜索器搜索的结果

化合物搜索器

当分析的目的是决定样品中是否含有具体的目标化合物，化合物搜索器可以迅速的发现在复杂色谱图中的化合物的峰。化合物搜索器自动比较在该谱图中的所有被检测的峰的质谱图和目标化合物的一套参考质谱图。然后化合物搜索器基于被检测峰的质谱图和参考质谱图的相似性决定目标化合物的保留时间。既然化合物搜索器已经基于质谱比较监测到了目标化合物，那么比起简单得比较标样的保留时间和样品色谱图中的峰的保留时间，这种方法更加可靠。首先，在存在干扰峰的时候，一种化合物的保留时间经常会相对于标样的保留时间发生漂移。第二，保留时间也会因为仪器或分析的原因，

比如使用不同选择性，不同长度的色谱柱，而发生漂移。当使用不同的分析条件时，应用化合物搜索器也不需要任何仪器的校准。

使用化合物搜索器筛选样品中的农药

◆ 在这个应用的例子中，化合物搜索器被用于决定是否在一个蔬菜提取物中存在甲硫威和腈菌唑（在图1中展示了这个样品的图谱）。

◆ 甲硫威和腈菌唑的参考质谱图是从岛津农药谱库中获得。

◆ 一旦执行积分，化合物搜索器就会确定在色谱图中甲硫威和腈菌唑峰的保留时间。（看图2）

ID#	Name	Type	STD Spec	m/z	Ret.Time
1	Myclobutanil	Discovery	Registered	179.00	0.000
2	Methiocarb	Discovery	Registered	168.00	0.000

峰积分前

ID#	Name	Type	SI	m/z	Ret.Time
1	Myclobutanil	Discovery	77	179.00	25.213
2	Methiocarb	Discovery	60	168.00	9.869

峰积分后

图 2. 化合物搜索器检测目标农药并确定在样品色谱途中目标农药的保留时间

◆ 图 3 & 4 展示了被化合物搜索器判定的甲硫威和腈菌唑的色谱峰的放大图,和每个峰的全扫描质谱图。就像下图展示的一样，目标峰在色谱图中的小峰的中间。

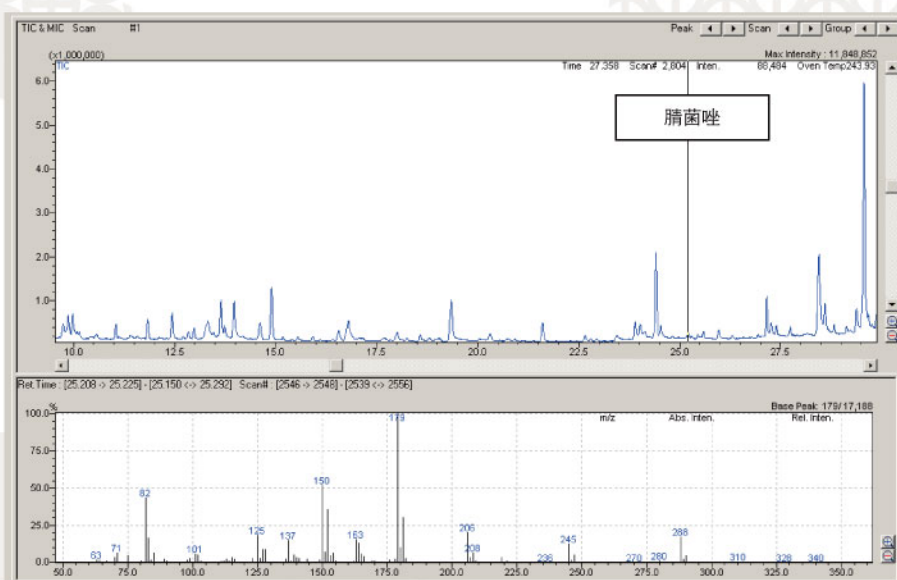


图3. 顶部的放大图展示的峰被化合物搜索器鉴定为腈菌唑，底部是这个峰的质谱图。

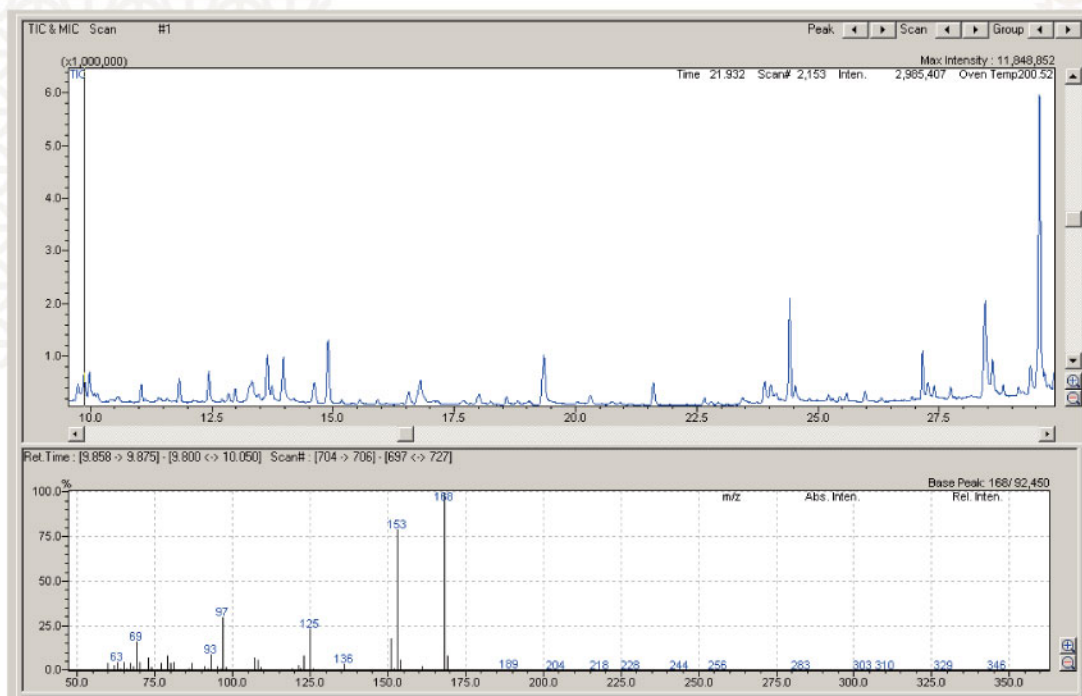


图 4. 顶部的放大图展示的峰被化合物搜索器鉴定为甲硫威，底部是这个峰的质谱图。

◆ 可用GCMSsolution的标样相似搜索功能进一步确认被鉴定峰的身份。图 5 展示了相似搜索的结果，比较了被质谱搜索器鉴定为腈菌唑（保留时间为25.2分钟）的质谱图和岛津农药库中的腈菌唑的质谱图。

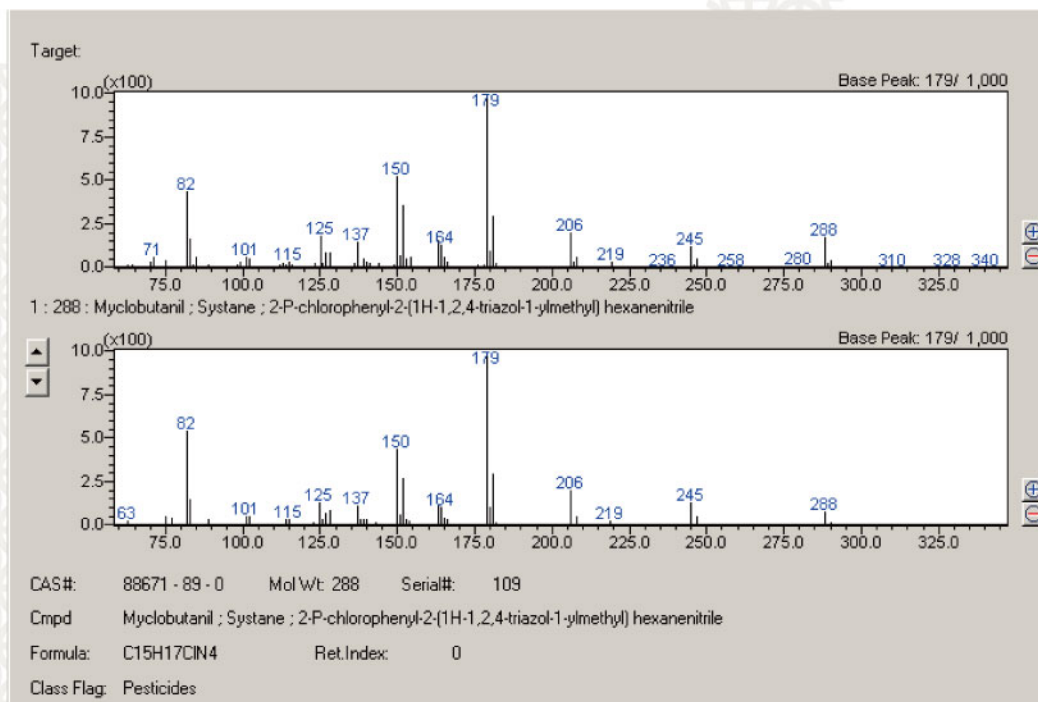


图 5. 在岛津农药库中的腈菌唑的参考质谱图和被鉴定的峰的质谱图的比较。