

# 使用微型化 QuEChERS 和 Agilent 7010 三重四极杆 气质联用系统优化食品分析

## 应用简报

食品检测与农业

### 作者

Melissa Churley 和 Joan Stevens  
安捷伦科技有限公司

### 摘要

微型化样品前处理具有许多优势。较少的溶剂用量可以降低溶剂成本，减少浪费。较少的样品量使其易于在实验室中取用、储存和处理。样品量的减少可以节约样品前处理吸附剂的成本，大幅降低使用标记化合物作为内标的成本。样品量较小时可以对复杂的分析物使用更多标记化合物，但如果样品量较大，这样做会产生高昂成本。

我们使用微型化 QuEChERS 萃取和 Agilent 7010 三重四极杆气质联用系统的超高效离子源分析食品中的农药，可将进样量减少 75%。对苹果、胡萝卜和西兰花中的 126 种农药进行了研究，其中 95% 农药的平均定量限 (LOQ)  $\leq 10 \text{ ng/g}$ 。基质进样量低可延长正常运行时间，维持高性能，从而降低维护成本。我们仅使用标准  $2 \mu\text{L}$  进样量的 25% 并采用推荐的农药分析方法，分析了浓度小于等于 EPA、EU 和日本 MRL 阈值  $0.01 \text{ mg/kg}$  ( $10 \text{ ng/g}$ ) 的农药，此浓度适用于监测暴露。



Agilent Technologies

## 前言

用于农药分析的快速、简便、经济、高效、耐用和安全 (QuEChERS) 方法由 USDA 于 2003 年首次提出 [1]。后来这种方法经过改进，加入缓冲萃取系统 [2]，可以分析较为棘手的农药。AOAC 2007.01 [3] 和 EN 15662 [4] 中规范并采纳了这两种改进方法。概括而言，这种方法采用单步缓冲乙腈萃取，同时用硫酸镁 ( $MgSO_4$ ) 从样品中盐析出水以诱导液-液分配。净化采用分散式固相萃取法 (分散式 SPE)，同时使用吸附剂和  $MgSO_4$ 。

我们分析了苹果、胡萝卜和西兰花，因为它们是美国农业部 (USDA) 农产品销售局根据农药数据项目 (PDP) [5] 规定的收获测试期间的农产品。EPA、EU 和日本均已制定最大残留限量 (MRL)，此限量是确定食品中农药最大允许浓度的安全限值。这些 MRL 能够防止非法或过量使用农药，从而保护消费者的身体健康与环境。因此，相关机构会对可能影响消费者安全以及破坏环境的农药进行持续监测，以确保产品的安全性和法规依从性 [6]。

许多食品的成分或加工方式使其变得非常复杂，这些食品中可能存在大量的干扰化合物，导致背景干扰增加。GC/MS/MS 经常用于对此类复杂基质中的痕量目标化合物进行筛查、确认与定量分析。串联质谱可以实现选择性离子对监测，因此可以消除或最大限度降低背景干扰。QuEChERS 样品前处理方法从这些复杂基质中萃取化合物，但不会彻底去除所有干扰基质。因此需要其他技术辅助除去分析系统中的污染物。例如，气相色谱柱的反吹功能可以确保基质中的高沸点化合物不会流经色谱柱，减少色谱柱流失。反吹功能还可以消除鬼峰，将质谱仪的污染降至最低 [7,8]。改善离子源内离子化 (超高效离子化) 等其他技术，可以在更低的进样量下保持对目标分析物的高灵敏度。

QuEChERS 方法基于 10 或 15 g 的均质代表性食品样品。改用较小样品量具有众多优势，表现在样品更便于处理、溶剂和标记标样用量减少，以及需要的储存空间更少。在本应用简报中，我们研究了按比例减量的 QuEChERS 萃取方法。样品、溶剂和盐可以按比例减少，同时保持样品/溶剂/盐的比例与经过验证的 QuEChERS 方法中规定的相同 [3,4]。因此，我们预期回收率或分析结果不会受到负面影响。微型化 QuEChERS 方法与 Agilent 7010 三重四极杆气质联用系统的超高效离子源相结合，可大大减少达到推荐检测限 (LOD) 和减少基质效应所需的进样量，并降低样品前处理成本。

## 实验部分

所有试剂和溶剂均为分析纯级或更高等级。乙腈 (ACN) 购自 Honeywell International, Inc. (Muskegon, MI, USA)，乙酸购自 Sigma-Aldrich 公司 (St. Louis, MO, USA)。纯度 > 95% 的 L-古洛糖酸、 $\gamma$ -内酯、L-古洛糖酸内酯和 D-山梨醇同样购自 Sigma-Aldrich 公司。定制农药组合 (15 种独特混合物) 的 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  丙酮溶液购自 AccuStandard 公司 (New Haven, CT, USA)。磷酸三苯酯 (TPP)、对硫磷- $d_{10}$  和  $^{13}\text{C}_{12}$ - $p,p$ -DDT 购自 Sigma-Aldrich 公司和 Cerilliant 公司 (Round Rock, TX)。

向 500 mL ACN 中加入 5 mL 乙酸 (HAc)，制成 1% 乙酸的乙腈溶液。L-古洛糖酸内酯、D-山梨糖醇储备液以及分析物保护剂的配制方法见“安捷伦 GC/MS/MS 农药残留分析参考指南”第 87 页。请联系安捷伦客户服务中心索取指南印刷本 [9]。

## 仪器

本研究使用 Agilent 7890 气相色谱联用带超高效离子源的 7010 三重四极杆质谱仪。气相色谱系统配备电子气路控制 (EPC)、支持风冷的多模式进样口 (MMI)、Agilent 7693A 自动液体进样器，以及基于 Ultimate 吹扫接头 (由 AUX EPC 模块控制) 的反吹系统 [7,8]。使用 Agilent MassHunter 软件进行仪器控制以及定性和定量数据分析。

## 安捷伦惰性流路组件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 5 m × 0.25 mm, 0.25 $\mu$ m (部件号 G3903-61005) 和 15 m × 0.25 mm, 0.25 $\mu$ m (部件号 19091S-431UI)
衬管:	超高惰性浅凹坑衬管, 2 mm (部件号 5190-2297)
密封垫圈:	UltiMetal Plus 可塑金属密封垫圈 (部件号 G3188-27501), 安装在用于色谱柱反吹的 Ultimate 吹扫接头上

## 其他安捷伦备件

样品萃取:	Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取盐包 (部件号 5982-6755); 用于一般水果和蔬菜的 Bond Elut QuEChERS AOAC 分散式固相萃取试剂盒 (部件号 5982-5022) 以及用于深色素水果和蔬菜的 EN 分散式固相萃取试剂盒 (部件号 5982-5221)
均质子:	用于 15 mL 试管的 Bond Elut QuEChERS 陶瓷均质子 (部件号 5982-9312)
进样针:	手动进样针, 10 $\mu$ L (部件号 5190-1491)、25 $\mu$ L (部件号 5190-1504)、100 $\mu$ L (部件号 5190-1518)、250 $\mu$ L (部件号 5190-1525)
样品瓶:	自动进样器样品瓶 (部件号 5182-0733)
样品瓶内插管:	自动进样器样品瓶内插管, 脱活玻璃, 平底 (部件号 5183-2086)

## 其他设备

- Robot Coupe 搅拌机
- VWR 涡旋振荡器
- Heraeus Labofuge 400 离心管
- Eppendorf 微量离心管

## 样品前处理

使用安捷伦萃取盐和分散试剂盒, 根据 QuEChERS 方法的 AOAC 版本 [3] 对水果和蔬菜萃取液进行前处理。将有机培植的农产品切碎、冷冻, 随后在 Robot Coupe 搅拌机中利用干冰进行均质化。将均质样品储存于  $-20^{\circ}\text{C}$  下等待萃取。

## 萃取/分离

称取 2 g 均质样品至 15 mL 离心管中, 加入两粒陶瓷均质子。向 QC 样品中加入 1  $\mu$ g/mL 农药储备液 (126 种农药), 得到浓度为 5、10 和 50 ng/g 的 QC 样品。除对照空白外, 向其余所有样品中加入 10  $\mu$ L 内标加标溶液 (10  $\mu$ g/mL 对硫磷-d<sub>10</sub>、<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-p,p-DDT 和 TPP), 使每个样品的浓度均为 50 ng/g。盖上离心管, 涡旋混合 1 分钟。

向每个管中加入 2 mL 1% HAc 的 ACN 溶液。盖上离心管, 涡旋混合 1 分钟。然后向管中直接加入 1 g Bond Elut

QuEChERS AOAC 盐 (部件号 5982-6755)。将样品管盖紧, 用手剧烈振摇 1 分钟。最后将样品离心管在 4000 rpm 的转速下离心 5 min。

## 分散式固相萃取净化

从萃取物中移取 1 mL 上层 ACN 相至 2 mL Bond Elut QuEChERS 分散式固相萃取管中。对于苹果萃取液, 使用含有 50 mg PSA 和 150 mg MgSO<sub>4</sub> 的 Bond Elut QuEChERS AOAC 分散式固相萃取试剂盒。对于西兰花和胡萝卜萃取液, 使用含有 25 mg PSA、2.5 mg GCB 和 150 mg MgSO<sub>4</sub> 的 Bond Elut QuEChERS EN 分散式固相萃取试剂盒。将管盖紧, 涡旋混合 1 分钟, 然后在微量离心管中以 13000 rpm 的速率离心 3 分钟。移取 250  $\mu$ L 萃取液至 2 mL 自动进样器样品瓶的 400  $\mu$ L 脱活玻璃平底内插管中。再向内插管加入 50  $\mu$ L 1% HAc 的 ACN 溶液 (如为萃取后加标, 则加入该混合溶液) 和 10  $\mu$ L AP (分析物保护剂) [9]。图 1 展示了微型化 QuEChERS 样品萃取步骤的工作流程。

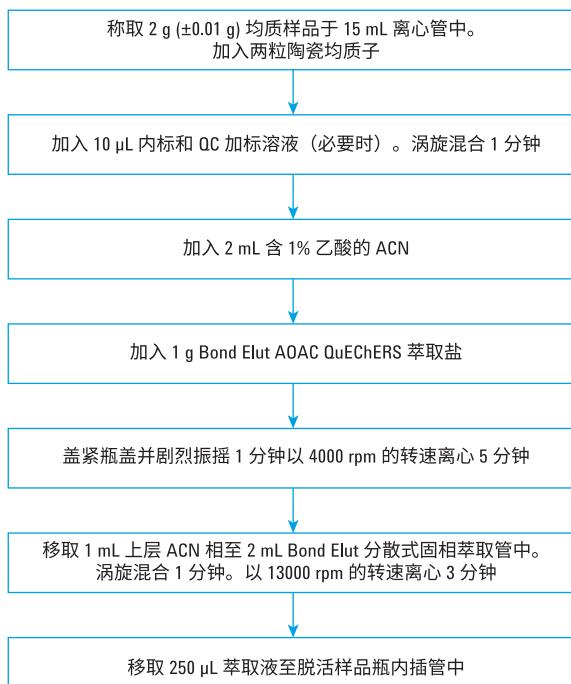


图 1. 微型化 Agilent Bond Elut QuEChERS 样品萃取步骤的工作流程

## 仪器条件

### 气相色谱条件

色谱柱 1:	Agilent J&W HP-5ms UI, 5 m x 250 $\mu$ m, 0.25 $\mu$ m, 连接 MMI 和辅助 EPC
色谱柱 2:	Agilent J&W HP-5ms UI, 15 m x 250 $\mu$ m, 0.25 $\mu$ m, 连接辅助 EPC 和真空系统
载气:	氦气
进样模式:	溶剂排空
进样量:	0.5 $\mu$ L (进样针规格 5 $\mu$ L)
溶剂清洗:	进样前, 1x 溶剂 A, 甲醇:水 (4 $\mu$ L), 1x 溶剂 B, 乙腈 (4 $\mu$ L) 进样后, 7x 溶剂 A, 甲醇:水, 7x 溶剂 B, 乙腈 (每次 4 $\mu$ L)
样品抽取次数:	5
进样速度:	快速
MMI 柱温程序:	60 °C 保持 0.35 min, 以 900 °C/min 升至 280 °C (保持 18 min), 然后以 900 °C/min 升至 300 °C, 直到分析结束
分流出口吹扫流速:	50 mL/min, 自 1.5 min 处开始
排空流速:	25 mL/min
排空压力:	5 psi 持续 0.3 min
载气节省:	关闭
隔垫吹扫流速:	3 mL/min
空气冷却 (低温):	在 125 °C 处开启 (在 GC 中选择 MMI 液氮选项 以进行风冷)
柱温程序:	60 °C 保持 1.5 min, 以 50 °C/min 升至 160 °C, 以 8 °C/min 升至 240 °C, 以 50 °C/min 升至 280 °C (保持 2.5 min), 以 100 °C/min 升至 290 °C (保持 1.6 min)
柱 1 流速程序:	0.897 mL/min 保持 15.2 min, 从 100 mL/min 至 -1.706 mL/min (与色谱柱 2 的流量平衡, 以达到 2 psi 的进样口压力), 直到分析结束, 进行色谱柱并行反吹, 后运行 -10.683 mL/min
柱 2 流速程序:	0.997 mL/min 直到分析结束, 后运行 4 mL/min
保留时间锁定:	甲基毒死蜱锁定于 8.524 min
总运行时间:	18.5 min
后运行:	290 °C, 0.5 min

### 质谱条件

质谱离子源:	-70 eV
离子源温度:	280 °C
四极杆温度:	150 °C
传输线温度:	280 °C
溶剂延迟:	4.0 min
氦气淬灭气:	2.25 mL/min
氮气碰撞气:	1.5 mL/min
采集模式:	多反应监测 (MRM)
MS1/MS2 分辨率:	宽
时间段:	参考文献 [9] 第 94 页
采集参数:	参考文献 [9] 第 95-105 页

## 结果与讨论

### 准确校准

本研究使用苹果、胡萝卜和西兰花评估此方法在常规分析中的使用。根据不同基质选择特定的分散式固相萃取试剂盒；苹果使用 PSA，胡萝卜和西兰花使用 PSA 和 2.5 mg GCB。图 2 显示了 126 种农药 (浓度 10 ng/g) 加标西兰花基质萃取物的代表性叠加谱图。在空白基质 (苹果、胡萝卜和西兰花) 萃取液中加入 1、5、10、20、50 和 100 ng/g 的农药，制得含有 126 种农药和农药异构体混合物的校准标样。将这六个标样的组合连续进样六次，取六次的中位值绘制校准曲线，采用  $1/x$  加权进行线性拟合。将其他五组标样用作 QC 样品，在图 3 中显示为蓝色三角形，用于指示方法的精密度。根据校准曲线中每个浓度的含量计算值确定 RSD 百分比 ( $n = 6$ )。在所有基质中加入的 126 种农药中，95% 农药校准数据组的相关系数 ( $R^2$ )  $> 0.99$ 。每进样一组六个浓度的校准标样后，进样一个溶剂空白。这些样品中监测到的棘手化合物如图 3 所示。

进样量为 0.5  $\mu$ L 时，5 ng/g 标样中的分析物含量为 2.5 pg，进样量为 2  $\mu$ L 时这一含量为 10 pg。样品量减少了 75%。即使进样有所减少，某些最棘手农药仍在默认 MRL 的一半或 5 ng/g 处得到最佳色谱图。

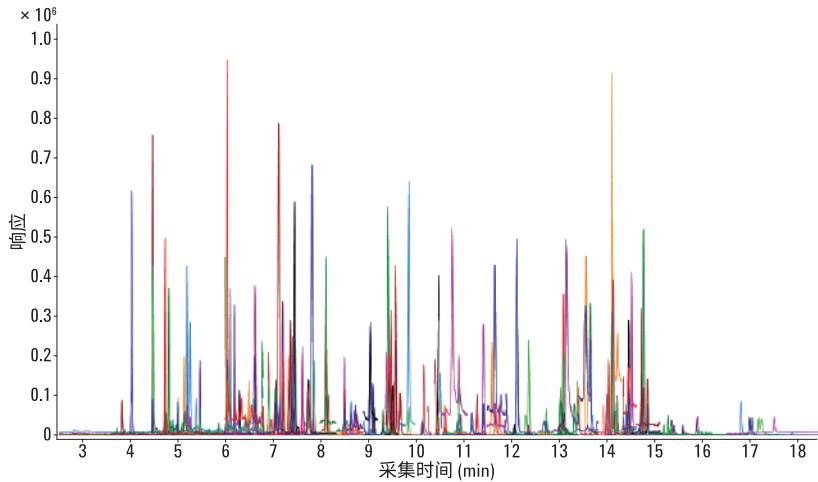


图 2. 西兰花基质萃取物中加入的 126 种农药 (浓度 10 ng/g) 的 GC/MS/MS 叠加色谱图, 进样量 0.5  $\mu$ L

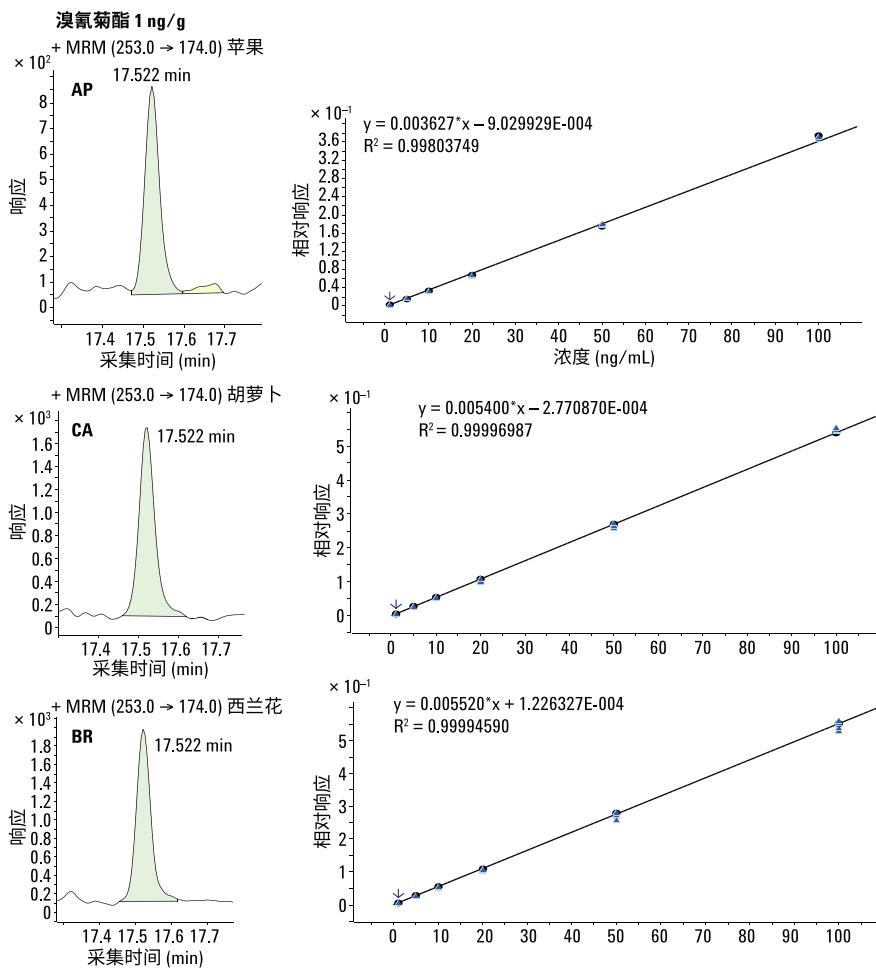


图 3. 苹果 (AP)、胡萝卜 (CA) 和西兰花 (BR) 中 1 ng/g 溴氰菊酯 (进样 0.5 pg) 和 5 ng/g 苯呋菊脂 I 和 II (每种异构体各进样 2.5 pg) 的定量离子对 (MRM) 和校准曲线 ( $n = 6$ )

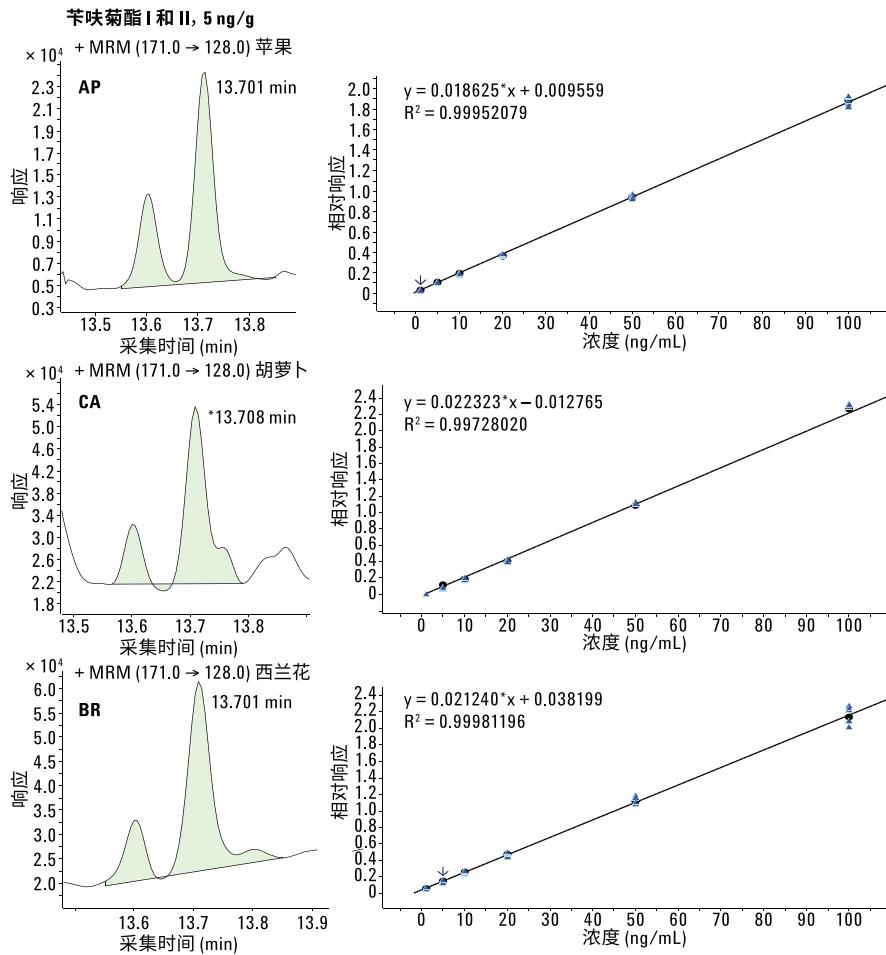


图3 (续). 苹果(AP)、胡萝卜(CA)和西兰花(BR)中1 ng/g 溴氰菊酯(进样0.5 pg)和5 ng/g 苯呋菊脂I和II(每种异构体各进样2.5 pg)的定量离子对(MRM)和校准曲线( $n = 6$ )

## 回收率

通过在苹果、胡萝卜和西兰花匀浆中加入 5、10 和 50 ng/g 的农药标样来评估回收率。根据不同基质选择特定的分散式固相萃取试剂盒；苹果使用 PSA，胡萝卜和西兰花使用 PSA 和 2.5 mg GCB。通过基质加标校准曲线对这些 QC 样品进行定量分析。每个浓度水平平行分析三次 ( $n = 3$ )。这些预加标基质的回收率分布如图 4 所示。对于苹果而言，农药浓度为 5 ng/g 时，达到 70%-120% 可接受平均回收率的比例为 95%，浓度为 10 ng/g 和 50 ng/g 时该比例均为 96%。对于胡萝卜，浓度为 5、10、50 ng/g 时，这一比例分别为 96%、95% 和 94%。对于西兰花，浓度为 5 ng/g 时比例为 97%，浓度为 10 ng/g 和 50 ng/g 时比例均为 96%。对于胡萝卜，有 11 种农药超出了 70%-120% 的范围。而这其中有 9 种农药的  $\%RSD \leq 20$ ，因此这些平均回收率数值是可以接受的。对于西兰花，也有 11 种农药超出了 70%-120% 的范围，但是其中 7 种的  $\%RSD \leq 20$ ，因而可以接受。如 SANCO/12571/2013 指南中所述：“在某些情况下（通常是多残留方法）可以接受回收率超出 70%-120% 的范围。尤其是回收率较低但保持一致（即表现出良好的精密度），且原因已经确定（例如由于分配步骤中的分析物分布），这时平均回收率低于 70% 是可以接受的” [10]。

## 达到 1 ng/g 的定量限 (LOQ)

在空白基质萃取液中加入 1.0-100 ng/g 农药，制得含有 126 种单种类农药和农药异构体混合物的校准标样。图 5 显示进样量为 0.5  $\mu$ L，浓度为 1 ng/g 和 5 ng/g 时苹果、胡萝卜和西兰花中 126 种农药的  $\%RSD$  分布。使用  $\%RSD \leq 20$  和  $S/N > 10$  ( $n = 6$ ) 的计算值估测 LOQ。表 1 列出了三种基质中共同监测的 35 种农药。进样量为 0.5  $\mu$ L 时，大多数基质的 LOQ 为 1 ng/g；目前采用 1 ng/g 或更低浓度进行的回收率 LOQ 测试会印证这一预测。

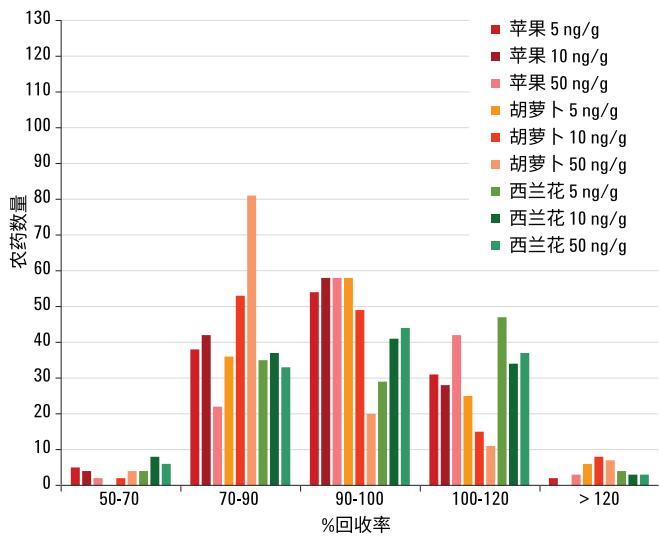


图 4. 预加标苹果、胡萝卜和西兰花中 126 种农药的回收率分布，分别使用 5、10、50 ppb 萃取物，进样量为 0.5  $\mu$ L

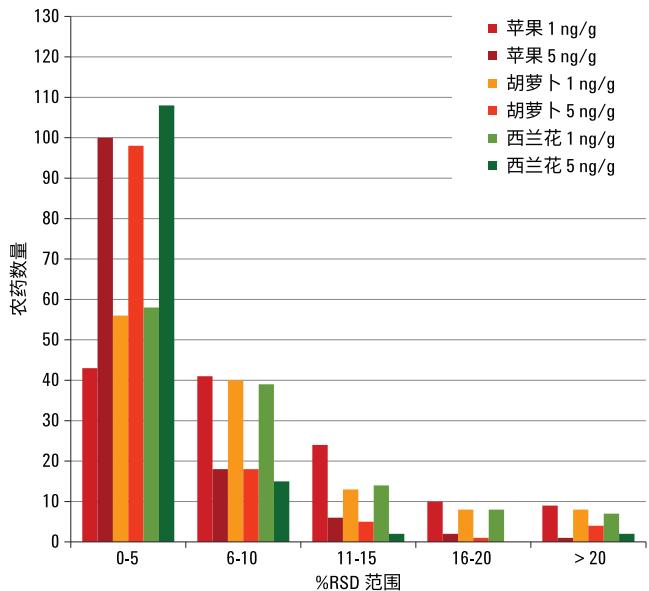


图 5. 进样量为 0.5  $\mu$ L，浓度为 1 ng/g 和 5 ng/g 时，苹果、胡萝卜和西兰花萃取物中 126 种农药的  $\%RSD$  分布 ( $n = 6$ )

表 1. 苹果、胡萝卜和西兰花中共同监测的 35 种农药的已发布 MRL 和 LOQ

农药	苹果中的 EPA/EU MRL* (ng/g)	LOQ 估测值 (ng/g)	胡萝卜中的 EPA/EU MRL* (ng/g)	LOQ 估测值 (ng/g)	西兰花中的 EPA/EU MRL* (ng/g)	LOQ 估测值 (ng/g)
联苯菊酯	500/300	1	100/50	1	600/200	1
噻嗪酮 (Z-异构体)	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1	12000/50	1
克菌丹	25000/3000	10	50/100	> 50	50/20	> 50
百菌清	10 <sup>a</sup>	1	1000/1000	1	5000/5000	1
毒死蜱	10/500	1	100/100	1	1000/50	1
异恶草松	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1	100/10	1
λ-氯氟氰菊酯 I	100/300	10	10/20	10	400/100	10
氯氰菊酯	10 <sup>a</sup>	5	10 <sup>a</sup>	1	2000/1000	1
嘧菌环胺	1700/1000	1	750/2000	1	1000/50	1
DCPA (敌草索, 二甲基敌草索)	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1	5000/10	1
溴氰菊酯	10 <sup>a</sup>	1	200/50	1	50/100	1
二嗪农	500/10	1	750/10	1	700/10	1
苯醚甲环唑 I	1000/500	5	500/400	5	1900/1000	1
二苯胺	10000/100	1	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1
硫丹 I 和 II	1000/500	1, 1	10 <sup>a</sup>	1, 1	10 <sup>a</sup>	1, 1
氯苯嘧啶醇	300/100	1	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1
甲氰菊酯	5000/100	1	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1
咯菌腈	5000/5000	1	750/1000	1	2000/700	1
灭菌丹	10 <sup>a</sup>	> 50	10 <sup>a</sup>	> 50	10 <sup>a</sup>	> 50
异丙二酮	10 <sup>a</sup>	1	5000/500	1	25000/100	1
利谷隆	10 <sup>a</sup>	1 <sup>b</sup>	1000/200	5 <sup>b</sup>	10 <sup>a</sup>	5 <sup>b</sup>
甲霜灵	200/1000	1	500/100	1	2000/200	1
异丙甲草胺	10 <sup>a</sup>	1	400/50	1	600/50	1
二甲戊乐灵	10 <sup>a</sup>	1	500/200	1	100/50	1
氯菊酯 I 和 II	50/50	1, 1	10 <sup>a</sup>	5, 5	2000/50	5, 5
亚胺硫磷	10000/500	1	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	5
增效醚	8000/10 <sup>a</sup>	1	10000/10 <sup>a</sup>	1	10000/10 <sup>a</sup>	1
哒螨灵	500/500	5	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	5
吡丙醚	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1	700/50	1
苄呋菊酯 I 和 II (总和)	3000/100	5	3000/100	5	3000/100	5
西玛津	200/10	1	10 <sup>a</sup>	1	10 <sup>a</sup>	1
氟菌唑	500/500	1	10 <sup>a</sup>	1	8000/100	1
氟乐灵	10 <sup>a</sup>	1	1000/10	5	50/10	1

\* MRL 来源于 <http://mrldatabase.com>

<sup>a</sup> 未列出, 使用默认 MRL (MRL = 0.01 mg/kg)

<sup>b</sup> 测定利谷隆最适宜的方法是 LC/MS/MS

克菌丹和灭菌丹对碱性物质敏感，因此会在分析过程中对基质的回收率和精密度造成一定影响。虽然本研究未使用到克菌丹-d<sub>6</sub> 和灭菌丹-d<sub>4</sub>，但仍建议使用这两种物质作为内标进行评估，以控制回收率并确保结果的可靠性，这种评估尤其适用于进样数超过 40 次的大批量样品分析 [11]。本研究未使用特定的标记内标，进样超过 40 次后，克菌丹在苹果中的 LOQ 估测值为 10 ng/g（低于 MRL），而在胡萝卜和西兰花中 > 50 ng/g（高于 MRL）。相反，灭菌丹在所有三种基质中的 LOQ 估测值均 > 50 ng/g，高于已制定的 MRL。在 QuEChERS 萃取中使用较小样品量 (2 g) 时，样品中加入的标记内标用量也随之减少，从而大大降低每个样品的成本。因此，可以加入克菌丹-d<sub>6</sub> 和灭菌丹-d<sub>4</sub> 等额外的标记化合物而不使每个样品的成本有明显增加，从而提高回收率和可靠性。

图 6 所示为序列分析过程中进样量不同的气相色谱进样口衬管。图 (A) 中，上方衬管已进样 0.5 μL 样品 65 次以上。下方衬管进样 2.0 μL 的同一种样品 65 次以上，可以清楚地看到沉积物的增加，这会缩短衬管的使用寿命并增加额外的维护成本。衬管 (B) 进样量较低 (0.5 μL)，但已进样 200 次以上。在放大图片中可以清楚地看到，衬管几乎没有可见沉积物，这有助于维持性能并降低维护成本。

## 结论

微型化 QuEChERS 萃取方法可以将样品前处理成本降低 80%，减少溶剂用量和浪费，同时降低内标用量。样品、溶剂和盐的比例保持不变，因此 1 g/mL 样品萃取物仍获得了符合预期的出色结果。超高效离子源可以减少气相色谱衬管更换频率，增加进样次数，从而降低样品成本。结合现有的分析方法、超高效离子源（仅需之前进样量的 25%）和微型化 QuEChERS，可在 10 ng/g 的默认阈值更低浓度下对苹果、胡萝卜和西兰花中 95% 的农药残留进行定量分析。

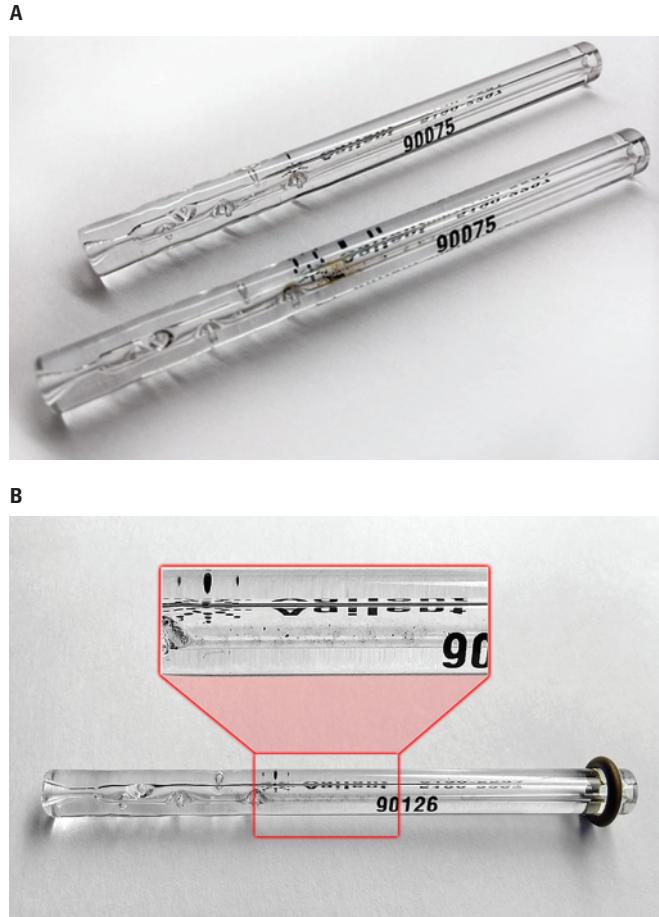


图 6. 分别进样 0.5 μL (上) 和 2 μL (下) 基质萃取物 65 次后出现的气相色谱衬管 (A) 残留沉积物；(B) 在进样 0.5 μL 基质萃取物 200 多次后几乎没有沉积物

## 参考文献

1. Anastassiades, M.; Lehotay, S. J.; Štajnbaher, D.; Schenck, F. J. Fast and Easy Multi-residue Method Employing Acetonitrile Extraction/partitioning and Dispersive Solid Phase Extraction for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *J. AOAC Int.* **2003**, *86*, 412-431
2. Lehotay, S. J.; Maštovská, K.; Lightfield, A. R. Use of Buffering and Other Means to Improve Results of Problematic Pesticides in a Fast and Easy Method for Residue Analysis of Fruits and Vegetables. *J. AOAC Int.* **2005**, *88*, 615-629
3. Lehotay, S. J. Determination of Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate: Collaborative Study. *J. AOAC Int.* **2007**, *90*, 485-520
4. European Standard EN 15662. Foods of Plant Origin-Determination of Pesticide Residues Using GC/MS and/or LC/MS/MS Following Acetonitrile Extraction/Partitioning and Cleanup by Dispersive SPE-QuEChERS Method, **2008**
5. United States Department of Agriculture, Agriculture Marketing Service.  
<http://www.ams.usda.gov/AMSV1.0/PCP>
6. *FQPA (Food Quality Protection Act of 1996)*, 1996, *Public Law 104-170*.  
<http://www.epa.gov/opp00001/regulating/laws/fqpa/>
7. Meng, C-K., 利用反吹技术提高效率并延长柱寿命, 安捷伦科技有限公司, 应用简报, 出版号 5989-6018CHCN, **2006**
8. Maštovská, K.; Wylie, P. L. Evaluation of a New Column Backflushing Set-up in the Gas Chromatographic-Tandem Mass Spectrometric Analysis of Pesticide Residues in Dietary Supplements. *J. Chrom A.* **2012**, *1265*, 155-164
9. Anon., 农药分析参考指南, GC/MS/MS 农药残留分析; 安捷伦科技有限公司, 出版号 5991-2389CHCN, **2013**
10. *Guidance Document on Analytical Quality Control and Validation Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed*, SANCO/12571/2013, 19 Nov **2013**. European Commission, Health and Consumer Protection Directorate-General, Brussels, Belgium
11. *EU Reference Laboratory for Single Residue Methods, Analysis of Captan and Folpet via QuEChERS and GC-MS(CI). Brief Description*. [http://www.crl-pesticides.eu/library/docs/srm/meth\\_captanfolpet\\_eur-l-srm.pdf](http://www.crl-pesticides.eu/library/docs/srm/meth_captanfolpet_eur-l-srm.pdf)

## 更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的详细信息, 请访问我们的网站 [www.agilent.com](http://www.agilent.com)。

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)

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、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, 2015  
2015 年 2 月 9 日, 中国出版  
5991-5507CHCN



**Agilent Technologies**