

使用安捷伦 Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒测定苹果中农药残留物的 LC/MS/MS 分析

应用摘要

食品安全

作者

Limian Zhao, David Schultz, and
Joan Stevens
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19809
USA

摘要

本应用指南介绍了一种简单、快捷、廉价、有效、耐用、安全的(QuEChERS)美国官方分析化学师协会于 2007 年 1 月制定的样品制备方法及其应用情况,该方法可用于苹果中 16 种农药残留物的萃取和净化。这 16 种农药基本代表了不同种类农药的性质。该方法包括在水/乙腈缓冲体系中的初次萃取、加盐后的萃取/分离步骤和利用分散固相萃取(分散 SPE)的净化步骤,并对样品萃取后两种不同的分散固相萃取方法(1 mL 和 8 mL)进行了评估。通过液相色谱和电喷雾电离串联质谱仪联用(LC-ESI-MS/MS),在正离子多反应监测模式下测定了苹果萃取物中的目标农药。对该方法的回收率和重现性进行了验证。本应用方法的苹果中农药的定量限(LOQ)为 5 ng/g,大大低于最大容许残留限量(MRLs)。回收试验的加标水平分别为 10、20、200 ng/g,平均回收率范围为 76%到 117%(平均 85.4%),相对标准偏差低于 15%(平均 5.5%)。



Agilent Technologies

前言

水果、蔬菜以及其它食品中农药的多残留物分析是世界各地许多法规机构实验室、行业实验室以及合同实验室的主要职能。由于农药的多样性和食品基质的复杂性，在进行分析之前，必须首先利用样品制备技术对样品进行净化处理。毫无疑问，最有效的进行农药分析的办法就是应用多类别和多残留分析方法。一旦满足了包括准确度、精度、灵敏度、选择性和动态范围等分析质量的主要要求，以适应特定的分析需要，就必须对其它考虑因素进行评价。这些额外因素包括样品处理量、耐用性、易用性、材料和劳动力成本、有毒溶剂的使用以及废弃物的产生等。

QuEChERS 方法是由美国农业部 (USDA) 科学家于 2003 年首先推出。针对某些存在问题的农药，该方法又进行了修改，包括采用缓冲提取系统。经过对 200 多种农药的全面验证，该改进方法已于 2007 年 1 月被正式通过为美国官方分析化学师协会的官方方法。概括起来，该方法是用带缓冲盐的乙腈 (1%醋酸溶液) 进行进一步萃取，然后用无水 $MgSO_4$ 从样品中析出水分，以达到液-液分层。从有机液层中分出一等份，采用分散固相萃取步骤进行进一步净化，结合使用伯氨仲氨(PSA)以从其它组分中除去脂肪酸，并用无水硫酸镁减少萃取物中的残留水量。经混合、离心后取上层液用来进行分析。

本研究选取了 16 种农药来评估安捷伦 AOAC 缓冲萃取试剂盒 (部件号 5982-5755) 和适用于一般水果和蔬菜分析的 Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒 (部件号 5982-5022 和 5982-5058) 的性能，适合常见水果和蔬菜的应用。选取了苹果作为评估基质。大部分农药都在原来的“代表性农药”列表上。根据已有经验，适合这些农药的分析方法同样适合用多类别、多残留方法常规检测的几乎所有其它农药。这 16 种农药来自于 9 种不同的农药类别，包括酸性、碱性、中性、碱敏性以及酸不稳定性农药。而且，选取的农药还适合于 LC/MS/MS 分析。随着农药类别和

食品基质的不同，这些农药的最高残留限量 (MRLs) 也有变化，其设定值为 10 ng/g 或更高。表 1 给出了苹果中各种农药的化学和法规限量信息。

实验部分

试剂和化学品

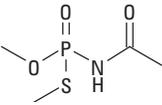
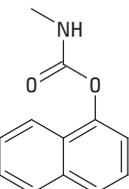
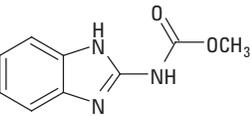
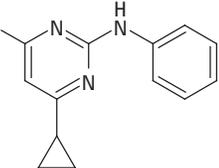
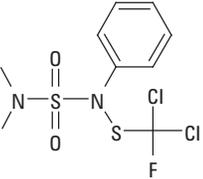
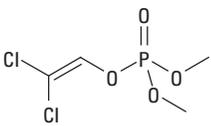
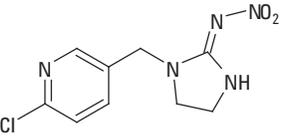
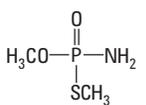
所用药品均为高效液相纯级或分析纯级。乙腈、甲醇来自霍尼韦尔 (美国，马斯基根，密歇根州)。二甲基亚砜(DMSO)、冰醋酸 (HAc) 购自 Sigma- Aldrich 公司 (美国密苏里州圣路易斯)。醋酸铵 (NH_4OAc) 购自费舍尔化工 (美国，新泽西，Fair Lawn)。甲酸 (FA) 购自 Fluka (德国，Sleinheim)。农药标准物和内标，磷酸三苯酯 (TPP) 购自 Sigma- Aldrich 公司 (美国密苏里州圣路易斯)、Chem Service 公司 (美国宾夕法尼亚州西切斯特) 或 Ultra Scientific 公司 (美国罗德岛州北金斯敦) 或 AlfaAesar (美国，马萨诸塞州，Ward Hill)。

溶剂及标准品

将 19.27 g NH_4OAc 粉末溶解在 250 mL Milli-Q 超纯水中，用 pH 计监控，用乙酸将溶液 pH 值调节到 5，得到 pH=5 的 1M 当量醋酸铵原液，并于 4 °C 低温保存。将 200 mL 甲醇混入 800 mL Milli-Q 超纯水中，加入 5 mL pH=5 的 1M 当量醋酸铵原液，混合均匀，得到 MeOH/ H_2O =20: 80、pH=5 的 5 mM 醋酸铵溶液。向 1 升乙腈中加入 5 mL pH=5 的 1M 当量醋酸铵原液，均匀混合后超声 5 min，即得含 5 mM 醋酸铵的乙腈溶液。含 1%甲酸的乙腈溶液可通过 100 mL 乙腈与 1 mL 甲酸混合均匀得到。

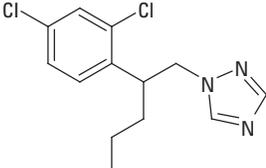
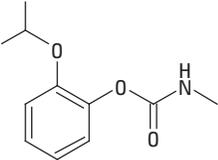
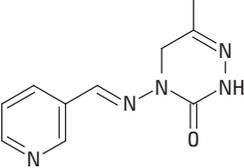
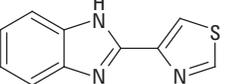
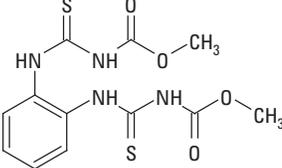
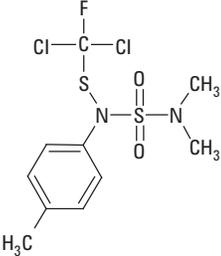
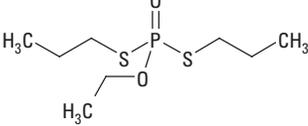
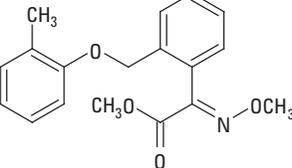
标准品和内标 (IS) 原液 (除多菌灵为 0.5 mg/ mL 外，其余均为 2.0 mg/ mL) 分别由甲醇，含 0.1% 甲酸溶液的乙腈或 DMSO 制得，于 -20 °C 下低温储存。用 1:1 乙腈/水 (含 0.1% 甲酸) 溶液配制 1.5、7.5、30 $\mu g/mL$ 的三种 QC 加标溶液，现用现配。制备标准品

表 1. 农药的化学性质和法规限量信息

名称	类别	Log P	pKa	结构	苹果中最高残留限量(ng/g)*
乙酰甲胺磷	有机磷酸酯	-0.89	8.35		20
胺甲萘	氨基甲酸酯类	2.36	10.4		50
多菌灵	苯并咪唑	1.48	4.2		100
啉菌环胺	苯氨基嘧啶	4	4.44		50
苯氟磺胺	磺酰胺	3.7	NA		5000
敌敌畏	有机磷	1.9	NA		10
吡虫啉	新烟碱类	0.57	NA		500
甲胺磷	有机磷	-0.79	NA		10

(转下页)

表 1. 农药的化学性质和法规限量信息

名称	类别	Log P	pKa	结构	苹果中最高残留限量(ng/g)*
戊菌唑	三唑	3.72	1.51		50
残杀威	氨基甲酸酯类	0.14	NA		1000
吡蚜酮	吡啶	-0.19	4.06		20
涕必灵	苯并咪唑	2.39	4.73 12.00		50
甲基硫菌灵	苯并咪唑	1.45	7.28		100
对甲抑菌灵	磺酰胺	3.9	NA		3000
灭线磷	有机磷	2.99	NA		5
醚菌酯	嗜球果伞素	3.4	NA		50

* 列于表中的最高残留限量数据适用于苹果或其他水果和蔬菜中的最低水平。在不同商品中，它们可能会更高。

的乙腈/水 (含 0.1% 甲酸) =1:1 的标准溶液, 浓度为 10 µg/mL, 并通过适当稀释标准溶液, 配制标准曲线溶液, 用于测定空白基质萃取物的校准曲线。以 1:1 乙腈/H₂O (1%甲酸) 为溶剂, 制备 15 µg/mL 的 TPP 溶液作为内标。

仪器与材料

- 配置二极管阵列检测器的 Agilent 1200 系列高效液相色谱 (美国, 加州, 圣克拉拉, 安捷伦科技有限公司)
- 带电喷雾电离的 Agilent 6410 三重串联四极杆液相色谱/质谱系统 (美国, 加州, 圣克拉拉, 安捷伦科技有限公司)
- 安捷伦 Bond Elut 有缓冲盐的 QuEChERS AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755 和用于一般水果和蔬菜的 Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒, 部件号 5982-5022 和 5982-5058 (安捷伦科技有限公司, 威明顿, 特拉华州, 美国)
- CentraCL3R 离心机 (美国马萨诸塞州 Thermo IEC)
- 瓶口移液器 (美国新泽西州, So Painfield, VWR)
- Eppendorf 微型离心机 (美国纽约, Westbury, Brinkmann 仪器公司)
- 粉碎机 (圣约瑟夫, 密歇根州, 美国)

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	安捷伦 ZORBAX 溶剂节省 Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 x 150 mm, 3.5 µm (部件号 959963-312)		
流速:	0.3 mL/min		
柱温:	30 °C		
进样量:	10 µL		
流动相:	A, PH=5 的 5 mM 醋酸铵 MeOH/H ₂ O=20:80 溶液; B, PH=5 的 5mM 醋酸铵乙腈溶液		
针清洗:	1:1:1:1 乙腈/甲醇/异丙醇/水 (0.2%甲酸)		
梯度:	时间	% B	流速 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	10.01	20	0.5
	12.0	100	0.5
	13.0	停止	

后运行: 4 min
总分析时间: 17 min

质谱条件

正离子模式
气体温度: 350 °C
气体流速: 10 L/min
雾化器: 40 psi
毛细管电压: 4000 V

与分析物相关的其它质谱条件列于表 2

表2. 仪器采集的用于16种农药LC/MS/MS分析的数据

分析物	多反应检测通道 (m/z)	碰撞电压 (伏)	CE (伏)	运行时间 (分钟)
乙酰甲胺磷	1) 184.0 > 94.9	60	3	2.55
	2) 184.0 > 111.0		15	
甲胺磷	1) 142.0 > 94.0	60	8	2.54
	2) 142.0 > 124.9		8	
吡蚜酮	1) 218.1 > 105.0	115	20	2.97
	2) 218.1 > 78.0		50	
多菌灵	1) 192.1 > 160.0	95	18	5.07
	2) 192.1 > 105.0		40	
敌敌畏	1) 221.0 > 109.0	110	13	6.57
	2) 221.0 > 95.0		40	
甲基硫菌灵	1) 343.1 > 151.0	105	17	7.08
	2) 343.1 > 117.9		65	
残杀威	1) 210.1 > 111.0	50	12	6.89
	2) 210.1 > 92.9		15	
胺甲萘	1) 202.0 > 145.0	50	3	7.30
	2) 202.0 > 115.0		40	
啉菌环胺	1) 226.1 > 93.0	120	35	9.23
	2) 226.1 > 108.0		35	
苯氟磺胺	1) 333.0 > 123.0	85	28	9.40
	2) 333.0 > 223.9		5	
灭线磷	1) 243.1 > 130.9	80	15	8.50
	2) 243.1 > 172.9		15	
戊菌唑	1) 284.1 > 158.9	80	32	8.95
	2) 284.1 > 172.9		32	
对甲抑菌灵	1) 347.0 > 136.9	60	25	9.73
	2) 347.0 > 238.0		3	
涕必灵	1) 202.1 > 175.0	110	27	5.65
	2) 202.1 > 131.0		38	
吡虫啉	1) 256.1 > 209.1	60	12	5.53
	2) 256.1 > 175.0		18	
三苯基磷	1) 327.1 > 77.0	70	45	9.49
	2) 327.1 > 151.9		45	
醚菌酯	1) 314.0 > 222.1	70	10	9.44
	2) 314.0 > 235.0		10	

- 1) 定量离子 transition 通道
2) 确认离子 transition 通道

样品

样品粉碎

为了获得最可靠的统计结果，花费必要的努力和时间进行适当的采样和均质化过程非常重要。我们从当地杂货店购买了有机肥种植的未施加农药的苹果，并将大约3磅的苹果切碎成豆子大小的方块，去皮去核。将切碎的苹果块放进一个干净的塑料袋，于-20°C下冷冻过夜，并偶尔轻轻揉捏塑料袋，以确保苹果方块松

散冷冻，避免冻结。第二天，取出一部分冷冻的苹果块，并彻底混合。混合样品时，要注意进行一些预防措施。首先，切碎的苹果块应置于冰箱中冷冻直至混合点。只取出部分需要进行均质化处理的苹果块，剩下的则置于冰箱中以备下一次粉碎。如果需要的话，加入干冰，以在粉碎时保持低温。第二，混合器的容器需保持干燥以防结块。在混合的过程中，对容器进行冲洗和干燥。第三，样品应被充分粉碎以获得最佳的样品均匀性，在最终的样品中不能见到苹果碎块。

萃取和分离

取 15g (± 0.05 g) 已均质化处理的样品置于 Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒的 50 mL 离心管中。用 100 微升 QC 加标溶液加标 QC 样品, 得到浓度为 10、50 和 200 ng/g 的 QC 样品。除了空白样品, 在所有样品中加入 100 微升 IS 加标溶液(15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ TPP 溶液), 使得每个样品浓度为 100 ng/g。盖好离心管, 涡旋混合 1 分钟。用移液器在每个离心管中加入 15 mL 含 1% 醋酸的乙腈溶液。然后, 在每个离心管中直接加入安捷伦萃取试剂盒(部件号 5982-5755)中的安捷伦 AOAC 带缓冲盐的萃取包, 试剂盒的萃取包中含有 6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 无水乙酸钠。将离心管密封紧密, 并用手用力振摇 1 分钟, 以确保溶剂与整个样品相互作用完全, 且结晶块被完全打破。用离心机将装有样品的离心管在 4000 转/分钟条件下离心 5 分钟。

分散固相萃取净化

取 1 mL 等份的上层乙腈层至 Bond Elut QuEChERS AOAC 2 mL 分散固相萃取管(部件号 5982-5022)中, 或取 8 mL 等份的上层乙腈层至 Bond Elut QuEChERS AOAC 15 mL 分散固相萃取管(部件号 5982-5058)中。2 mL 管中含有 50 mg PSA 和 150 mg 无水硫酸镁; 而 15 mL 管中含有 400 mg PSA 和 1200 mg 无水硫酸镁。盖紧试管, 涡旋混合 1 分钟。2 mL 管置于微型离心机中在 13000 转/分钟条件下离心 2 分钟, 15 mL 管则置于标准离心机中在 4000 转/分钟条件下离心 5 分钟。取 200 微升萃取液转移至自动采样瓶中。加入 800 微升水或另一种合适的标准溶液(配置成水溶液)。盖好萃取管, 并充分涡旋混合。样品可以用来做 LC/MS/MS 分析。图 1 给出了样品制备流程图。

结果与讨论

除了快速、方便、廉价、高效、耐用和安全, QuEChERS 方法另一个重要特点就是同时进行多农药残留物分析的潜力。使用新型 Bond Elut QuEChERS 试剂盒, 整个分析过程变得速度更快、更方便并节省了更多的时间和劳动力, 同时确保了结果的一致性。在几个小时之内, 一名分析人员能处理 40-50 个样品。如果将高含水量的食品样品直接加到盐中, 就可能发生放热反应, 从而会影响

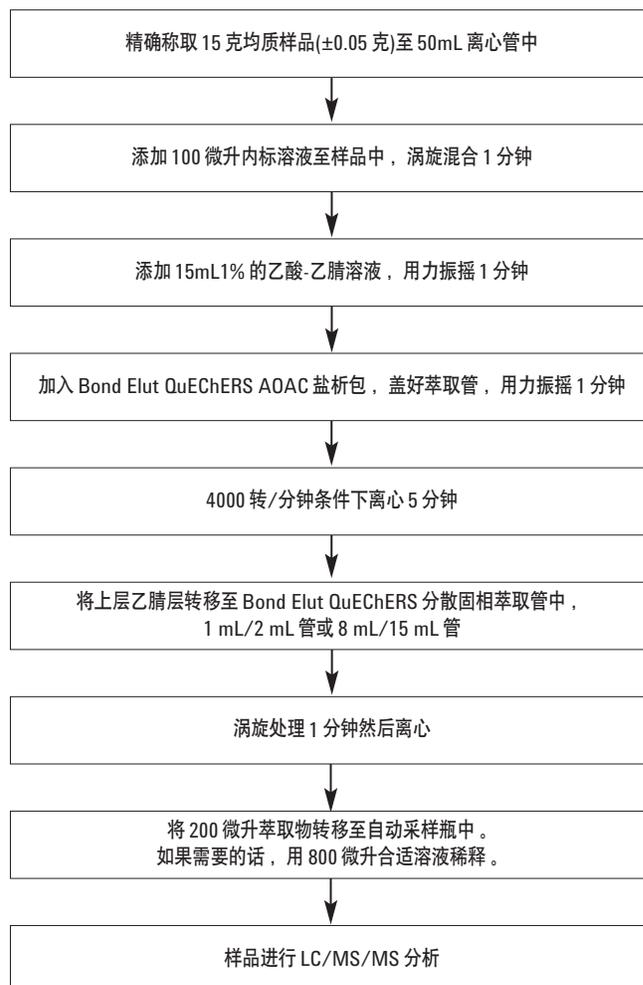


图 1. QuEChERS AOAC 样品制备流程图

响分析样品的回收率。安捷伦独特的 Bond Elut 盐和缓冲盐是在无水包中。这就允许了在样品中添加溶剂之后再添加盐和缓冲盐, 如 QuEChERS 方法中所述。由于只进行了非常简单的萃取和净化过程, 最终的 QuEChERS 样品可能会含有食品基质不纯物。最终苹果萃取物呈现出淡绿色。但是由于 LC/MS/MS 在多反应监测模式下具备有效的选择性, 经萃取后的苹果空白样品会非常的干净, 并且没有杂质, 这意味着空白苹果萃取物不会对目标化合物造成干扰。图 2 是空白苹果萃取物和 10ng/g 加标苹果萃取物的色谱图。

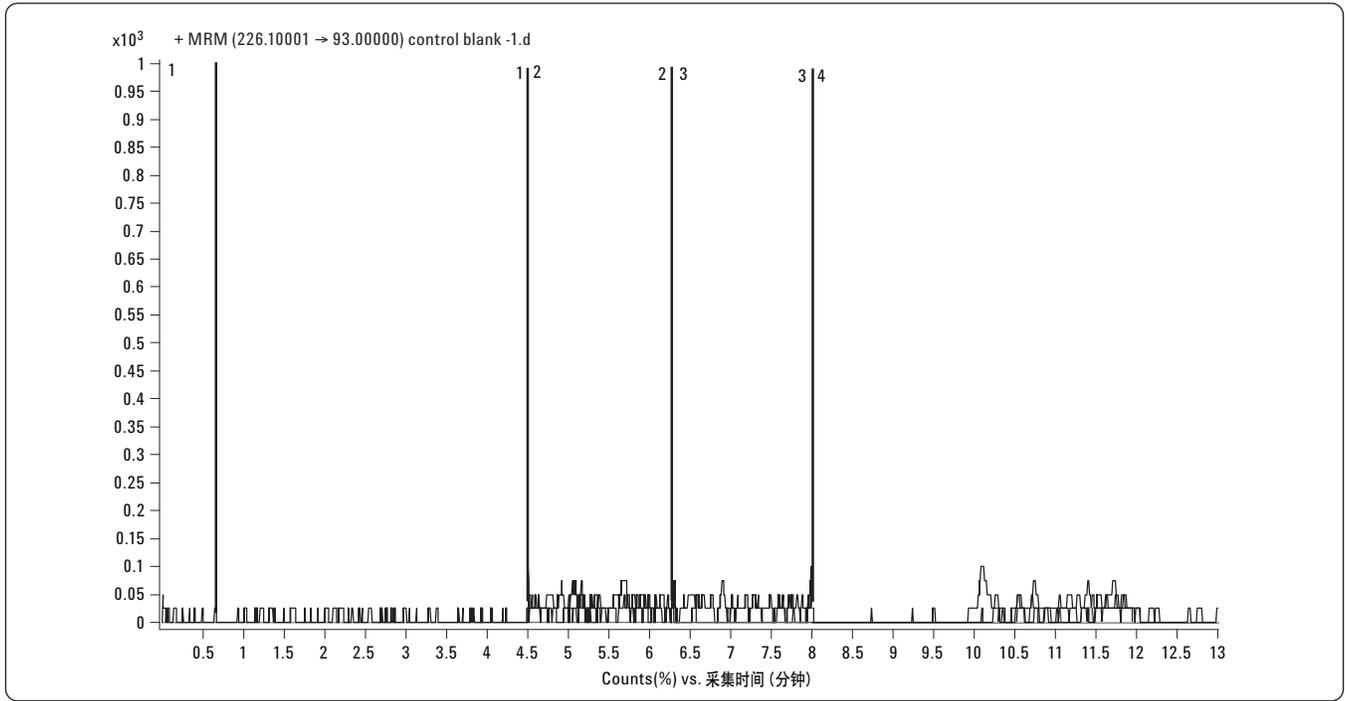


图 2a. 空白苹果萃取物的色谱图。空白样中没有发现任何干扰

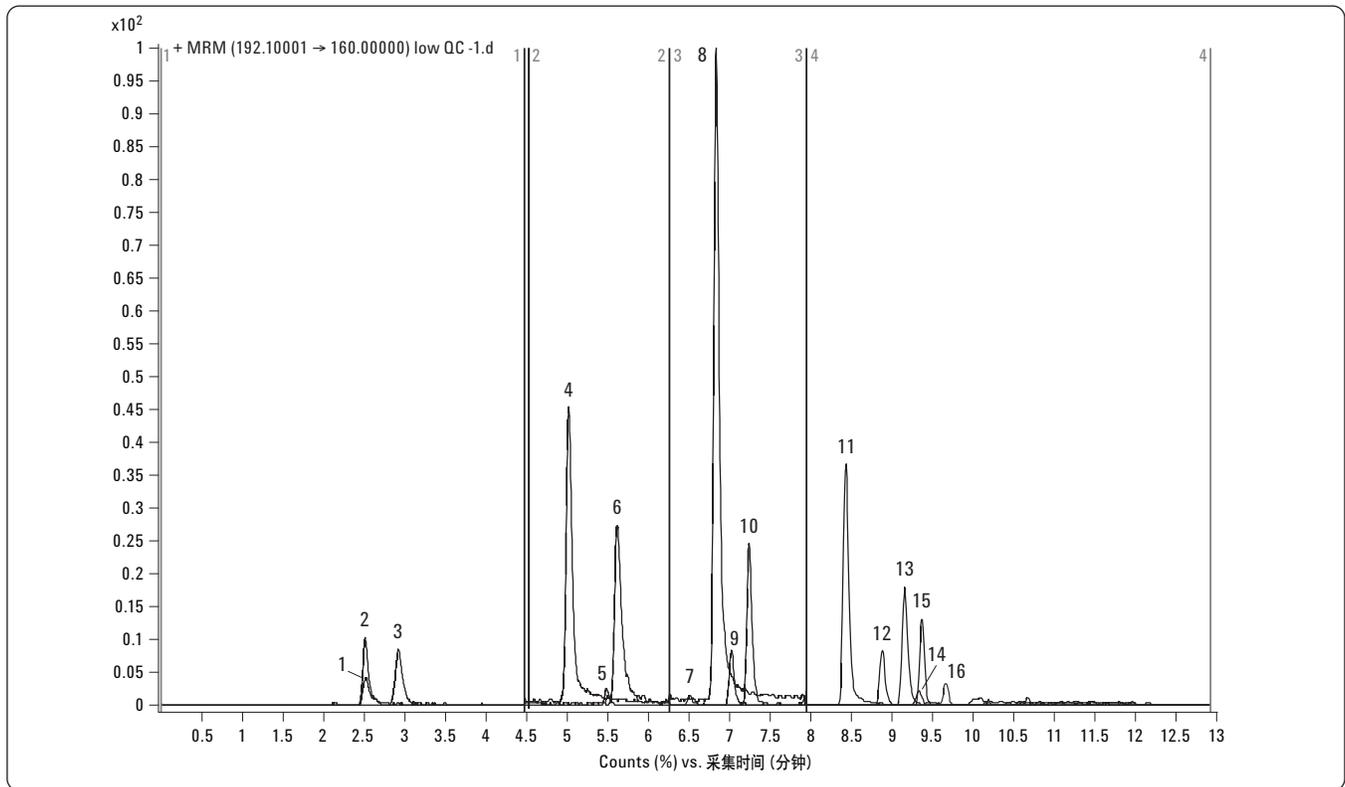


图 2b. 10ng/g 浓度加标苹果萃取物的色谱图。峰识别：1. 甲胺磷；2. 乙酰甲胺磷；3. 吡蚜酮；4. 多菌灵；5. 吡虫啉；6. 涕必灵；7. 敌敌畏；8. 残杀威；9. 甲基硫菌灵；10. 胺甲萘；11. 灭线磷；12. 戊菌唑；13. 啉菌环胺；14. 苯氟磺胺；15. 醚菌酯；16. 对甲抑菌灵

线性度和定量限 (LOQ)

所有农药的线性校正范围为 5-250ng/g。在评估和比较中使用了两种不同的分散固相萃取体积 (1 mL 和 8 mL), 分别生成了两条校正曲线。分别制备两种体积的空白基质。在空白基质中加入标准品, 配成 5、10、50、100、200 和 250 ng/g 溶液, 测定校准曲线。TPP 内标的浓度是 100 ng/g。校准曲线的绘制是通过以分析物的

相对响应值 (分析物峰面积/内标峰面积) 对分析物的相对浓度 (分析物浓度/内标浓度) 作图得到的。表 1 表明, 对所有农药所建立的 5 ng/g 的定量限 (5 ppb), 大大低于这些农药在水果和蔬菜中的最低残留限量 (MRLs)。表 3 给出了 1 mL 和 8 mL 分散固相萃取体积的线性回归方程和相关系数 (R^2)。

表 3. 苹果萃取物中农药的线性

分析物	1mL 分散固相萃取回归方程	R^2 相关系数	8mL 分散固相萃取回归方程	R^2 相关系数
甲胺磷	$Y = 0.2349X - 0.0013$	0.9949	$Y = 0.2300X - 0.0007$	0.9981
乙酰甲胺磷	$Y = 0.1118X - 0.0012$	0.9881	$Y = 0.1094X - 0.0014$	0.9980
吡蚜酮	$Y = 0.2671X - 0.0016$	0.9950	$Y = 0.2290X - 0.0014$	0.9975
多菌灵	$Y = 0.9441X + 0.0063$	0.9895	$Y = 0.8583X + 0.0006$	0.9968
吡虫啉	$Y = 0.0513X - 0.0009$	0.9905	$Y = 0.0500X - 0.0007$	0.9933
涕必灵	$Y = 0.7049X + 0.0044$	0.9868	$Y = 0.6198X + 0.0043$	0.9961
敌敌畏	$Y = 0.0265X + 0.0001$	0.9884	$Y = 0.0247X + 0.0006$	0.9439
残杀威	$Y = 2.0348X - 0.0091$	0.9951	$Y = 2.0264X - 0.0090$	0.9965
甲基硫菌灵	$Y = 0.2024X - 0.0054$	0.9307	$Y = 0.5090X - 0.0041$	0.9682
胺甲萘	$Y = 0.4984X - 0.0002$	0.9965	$Y = 0.4889X - 0.0029$	0.9976
灭线磷	$Y = 0.8203X - 0.0064$	0.9952	$Y = 0.8536X - 0.0076$	0.9971
戊菌唑	$Y = 0.1775X - 0.0006$	0.9903	$Y = 0.1783X - 0.0019$	0.9848
啉菌环胺	$Y = 0.3529X - 0.0023$	0.9960	$Y = 0.3528X - 0.0022$	0.9958
苯氟磺胺	$Y = 0.0453X - 0.0004$	0.9869	$Y = 0.0460X - 0.0006$	0.9954
醚菌酯	$Y = 0.2498X - 0.0024$	0.9932	$Y = 0.2490X - 0.0013$	0.9927
对甲抑菌灵	$Y = 0.0718X - 0.0016$	0.9823	$Y = 0.0755X - 0.0006$	0.9788

回收率与重现性

通过在均质的苹果样品中添加农药标准品来评估回收率和重现性，添加量为 10、50 和 200 ng/g。这些 QC 样品是通过加标基质校准曲线来定量的。在每个水平上都要进行 6 次重复分析。1 mL 和 8 mL 分散固相萃取的回收率和重现性(以相对标准偏差表示)数据分别列于表 4 和表 5 中。从结果可以看出，所有农药都具有可接

受的回收率(1 mL 固相萃取的平均回收率 97.5%和 8mL 固相萃取的平均回收率 93.3%)和精确度(1mL 固相萃取的平均相对标准偏差为 4.5%和 8 mL 固相萃取的平均相对标准偏差为 4.1%)。众所周知的碱敏性农药如苯氟磺胺和对甲抑菌灵表现出优异的回收率和重现性。酸不稳定农药，吡蚜酮，同样表现出可接受的回收率和重现性。

表 4. 2 mL 分散固相萃取管(部件号 5982-5022)中加标苹果样品中农药的回收率和重现性

分析物	10 ng/g 加标 QC		50 ng/g 加标 QC		200 ng/g 加标 QC	
	回收率	相对标准偏差 (n=6)	回收率	相对标准偏差 (n=6)	回收率	相对标准偏差 (n=6)
甲胺磷	83.6	5.6	81.3	2.6	83.4	1.4
乙酰甲胺磷	106.8	5.8	95.6	2.3	97.3	2.0
吡蚜酮	78.3	11.4	76.6	11.6	108.1	5.3
多菌灵	101.0	6.5	98.5	4.3	91.0	2.6
吡虫啉	107.0	6.5	97.6	3.4	107.4	3.0
涕必灵	106.2	6.6	103.7	2.6	95.5	2.0
敌敌畏	78.2	11.4	94.2	7.2	95.8	1.8
残杀威	106.3	0.8	105.7	1.2	101.2	1.6
甲基硫菌灵	79.0	15.4	76.7	15.4	102.2	8.1
胺甲萘	93.4	1.9	98.4	2.2	97.5	1.1
灭线磷	95.8	4.5	96.1	1.8	94.7	1.3
戊菌唑	117.0	4.8	111.9	2.3	111.0	1.6
啉菌环胺	106.9	4.0	102.0	2.8	102.4	1.8
苯氟磺胺	92.5	6.5	96.3	2.2	99.4	2.6
醚菌酯	98.2	9.3	101.9	2.7	104.1	1.8
对甲抑菌灵	96.6	9.5	105.1	1.8	102.2	1.7

表 5. 15 mL 分散回相萃取管(部件号 5982-5058)中加标苹果样品中农药的回收率和重现性

分析物	10 ng/g 加标 QC		50 ng/g 加标 QC		200 ng/g 加标 QC	
	回收率	相对标准偏差 (n=6)	回收率	相对标准偏差 (n=6)	回收率	相对标准偏差 (n=6)
甲胺磷	80.6	9.3	79.4	2.9	83.1	2.5
乙酰甲胺磷	94.6	7.0	93.7	3.4	95.1	2.5
吡蚜酮	88.8	12.1	87.7	10.1	118.4	5.5
多菌灵	85.9	3.9	90.4	2.7	85.5	2.2
吡虫啉	101.8	3.5	99.3	3.7	106.0	0.9
涕必灵	92.5	6.4	92.2	2.6	89.5	1.5
敌敌畏	73.7	14.8	91.8	7.3	95.5	2.0
残杀威	96.2	1.6	98.2	0.6	97.2	1.2
甲基硫菌灵	81.4	4.9	78.2	13.4	102.3	5.8
胺甲萘	86.5	2.6	90.3	1.4	91.1	1.2
灭线磷	89.6	2.9	92.1	1.0	94.1	1.1
戊菌唑	102.1	2.5	106.0	3.0	111.0	1.6
啉菌环胺	93.9	3.7	97.4	0.9	99.7	2.0
苯氟磺胺	81.7	8.7	96.9	5.6	98.1	2.6
醚菌酯	91.8	5.8	93.9	2.0	98.3	1.2
对甲抑菌灵	94.1	7.9	95.2	4.0	97.5	2.6

图3是1 mL和8 mL分散固相萃取的回收率和精确度结果。在萃取步骤完成后，使用在相同的样品管中用乙腈萃取的1 mL和8 mL萃取物进行这两个不同的分散固相萃取净化步骤样品。为了简化比较，对所有农药都使用三个加标浓度的平均回收率和精确度。我们发现，两种分散固相萃取净化步骤的结果与所使用的体积无关。这两种方法都提供了有效的样品净化，并产生了相对等效的结果。

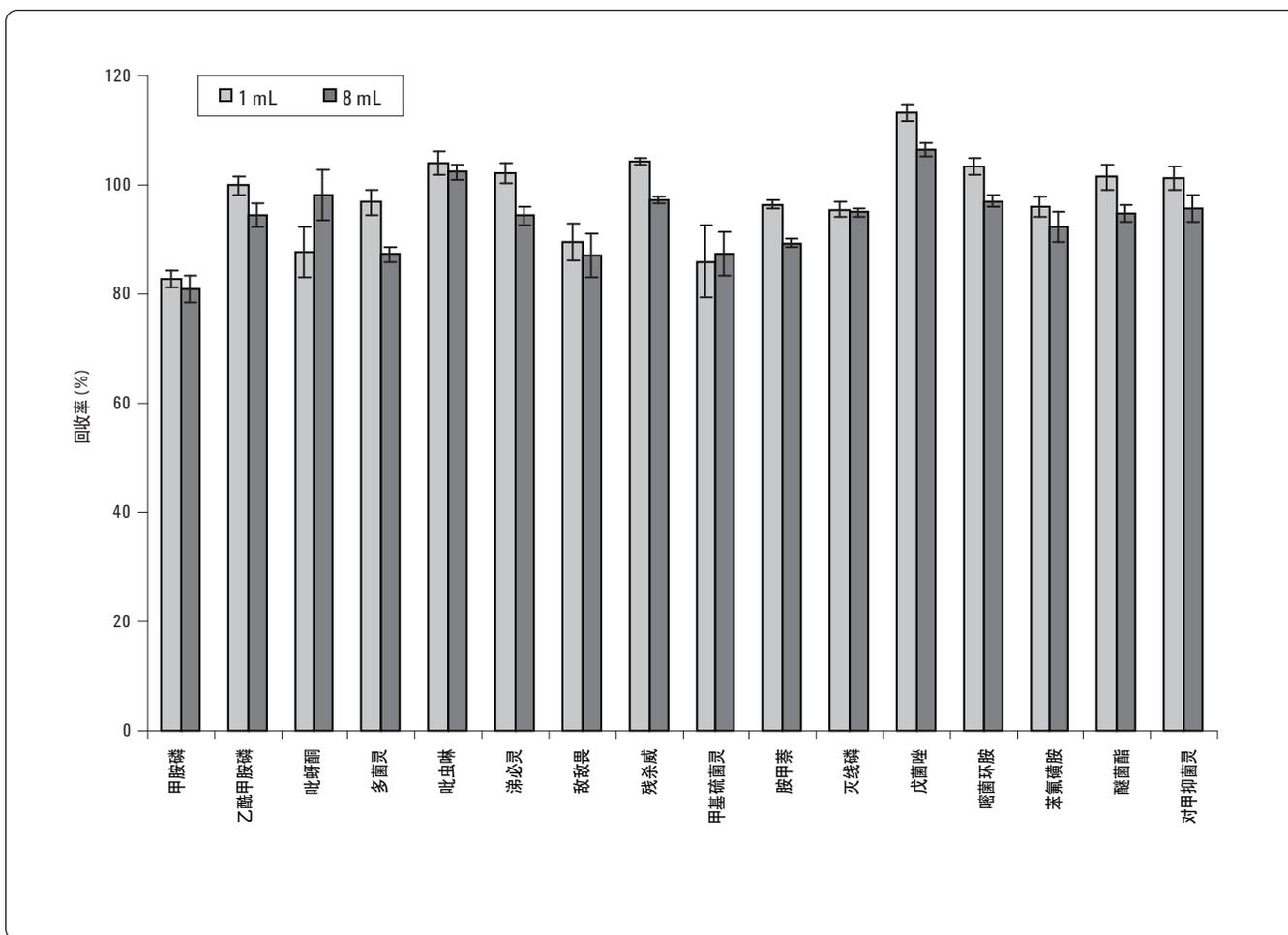


图3. 1 mL和8 mL分散固相萃取样品体积结果的比较

结论

用于一般水果和蔬菜的安捷伦 Bond Elut QuEChERS AOAC 有缓冲盐的萃取试剂盒和 Bond Elut AOAC 分散固相萃取试剂盒为分析苹果中有代表性农药提供了简单、快速和有效的净化方法。基于加标基质的样品分析，苹果中多类别和多组分残留农药的检测回收率和重现性也是可以接受的。苹果中的杂质和基质效应很小，并且不影响任何目标化合物的定量。农药的定量限明显低于法定的苹果中农药的最高残留限量（MRLs）。由于所选农药代表了各种各样不同农药的种类和属性，用于一般水果和蔬菜检测的安捷伦 Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取及分散试剂盒也可用于类似水果中的其它农药的分析。

参考文献

1. M. Anastassiades, S. J. Lehotay, "Fast and Easy Multiresidue Method Employment Acetonitrile Extraction/Partitioning and 'Dispersive Solid-Phase Extraction' for the Determination of Pesticide Residues in Produce," 2003, 86, 412- 431.
2. S. J. Lehotay, et al; "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. S. J. Lehotay, et. al.; "Determination of Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate: Collaborative Study," *J. AOAC Int.*, 2007, 90, 485-520.
4. <http://sitem.herts.ac.uk/aeru/footprint/en/index.htm>
5. <http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/search.html>
6. <http://www.mrldatabase.com/?selectvetdrug=0>

如需详细信息

有关安捷伦产品和服务的更多资讯请访问我们的网站
www.agilent.com/chem/cn。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料中出现的错误，以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本资料中涉及的信息、说明和规格，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2012
中国印刷
2012 年 1 月 6 日
5990-3937CHCN



Agilent Technologies