

用安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒进行苹果中的农药残留的 GC/MS 分析

应用报告

食品安全

作者

Limian Zhao, Philip L. Wylie and
Joan Stevens
安捷伦科技公司.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19809-1610
美国

摘要

本应用报告报导了使用欧洲标准(EN)记载的快速、简便、经济、高效、耐用和安全(QuEChERS)的样品制备方法,提取并净化苹果中17种GC控制的多种类型残留农药。该方法包括先用水/乙腈系统初步提取,然后加盐后经提取/分配步骤,再用分散固相萃取(分散SPE)进行净化。样品提取后,同时评价了两种不同的分散SPE净化步骤(1 mL和6 mL等分体积)。最后,用气相色谱/质谱(GC/MS)选择离子监测(SIM)模式对苹果提取物中目标农药进行分析。对方法的回收率和重现性进行了验证。苹果中农药的最低定量限(LOQ)为10 ng/g。本文采用安捷伦的Bond Elut QuEChERS试剂盒,所有被筛查农药的所得结果均低于最大残留限量(MRL)。回收率实验的添加浓度分别为10、50和200 ng/g。回收率范围为68%到112% (平均为86.0%),RSD低于15% (平均为4.7%)。



Agilent Technologies

前言

2003年由USDA科学家首次推出了农药分析QuEChERS方法[1]。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[2]。EN方法15662:2007是QuEChERS方法的欧洲改版[3,4]。该方法采用乙腈提取,然后用无水硫酸镁($MgSO_4$)、NaCl和缓冲的柠檬酸盐将样品中的水分盐析出来,形成液-液分配。用分散固相萃取(分散SPE)进行净化,通过结合使用伯仲胺(PSA)去除其它成分中的脂肪酸,用无水 $MgSO_4$ 吸附提取物中剩余的水分。经混合和离心后,取上清液用于分析。

虽然EN和AOAC是类似的方法,但却有几点不同。第一,EN方法中的提取缓冲系统使用的是氯化钠、柠檬酸钠和水合柠檬酸二钠,而AOAC提取步骤中使用的是醋酸钠。第二,在分散SPE步骤中,EN方法每毫升提取物使用25mg PSA,而AOAC方法每毫升提取物则使用50mg PSA。

气相色谱/质谱法(GC/MS)已在农药分析中广泛使用了许多年。许多农药是挥发性或半挥发性的,使其成为适于GC分析的化合物。我们曾用LC/MS/MS检测和定量,对安捷伦Bond Elut EN缓冲提取试剂盒和Bond Elut分散SPE试剂盒的性能进行了评价[5]。在本研究中,我们评价了Bond Elut EN缓冲提取试剂盒(部件号5982-5650)和Bond Elut EN分散SPE试剂盒(部件号5982-5021和5982-5056)对常见水果和蔬菜中挥发性和半挥发性农药的提取。该分析通过GC/MS进行分析。我们选择了17种代表多种类型的GC适用农药,包括非极性有机氯农药(OCs)、一些有机磷农药(OPs)和有机氮农药(ONs)。这些农药的最大残留限量既与农药类型有关,也与食品基质有关,设定为10 ng/g或以上。表1列出了苹果中这些农药的化学和法规信息。

实验

试剂和化学品

所有试剂和溶剂均为HPLC级或分析纯。乙腈(ACN)、甲醇(MeOH)购自Honeywell(Muskegon, MI, 美国),甲酸(FA)购自Fluka(Sleinheim, 德国)。农药标准品和内标(三苯磷, TPP)购自Sigma-Aldrich(St Louis, MO, 美国)、Chem Service(West Chester, PA, 美国)或Ultra Scientific(North Kingstown, RI, 美国)。

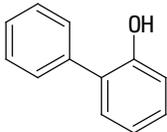
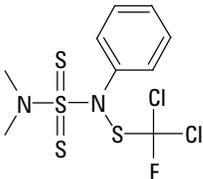
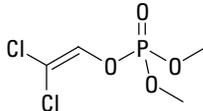
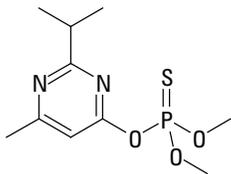
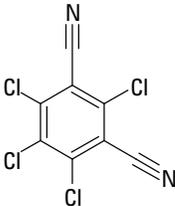
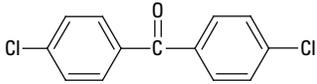
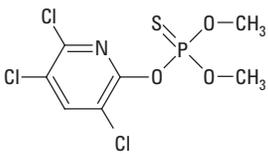
溶液和标准

标准和内标(IS)储备液(2 mg/mL)分别用甲醇配制,于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保存。三种加标QC溶液(1 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 和20 $\mu\text{g/mL}$)用1:1乙腈/水(0.1% FA)每日新配制。用2.5 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液(17种农药)经乙腈(0.1% FA)用基质空白提取物适当稀释,用于绘制校正曲线。用10 $\mu\text{g/mL}$ TPP 1:1乙腈/水(0.1% FA)加标溶液作为内标(IS)。

仪器和材料

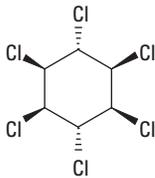
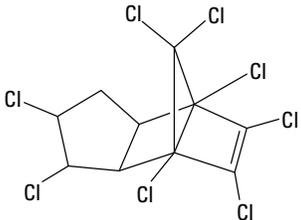
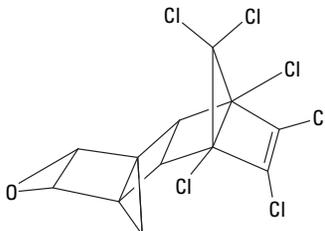
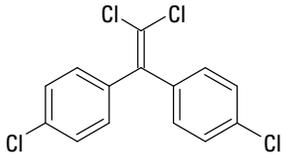
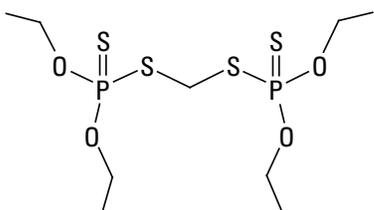
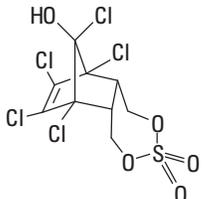
- 安捷伦气相色谱仪(安捷伦科技公司, 圣可拉拉, DE, 美国)
- Agilent 5975C 质谱仪 Mass Spectrometer (安捷伦科技公司, 圣可拉拉, DE, 美国)
- Bond Elut QuEChERS EN 提取试剂盒, 部件号 5982-5650 (安捷伦科技公司, Wilmington, DE, 美国)
- 用于一般水果和蔬菜的 Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-5021 和 5982-5056 (安捷伦科技公司, Wilmington, DE, 美国)
- CentraCL3R 离心机 (Thermo IEC, MA, 美国)
- 瓶口移液器(VWR, So Painfield, NJ, USA)
- Eppendorf 微量离心管(Brinkmann Instruments, Westbury, NY, USA)
- Grinder (St Joseph, MI USA)

表 1. 农药的化学和法规信息[6-9]

名称	类别	Log P	pKa	结构	苹果中的 MRLs 值 (ng/g)*
<i>o</i> -邻苯基苯酚	苯酚	3.18	9.4		20
抑菌灵	硫酰胺	3.7	NA		5000
敌敌畏	有机磷酸酯	1.9	NA		10
二嗪磷	有机磷酸酯	3.69	2.6		100
百菌清	氯腈	2.94	NA		10
二氯苯甲酮	有机氯	4.44	NA		500
甲基毒死蜱	有机磷酸酯	4.00	NA		500

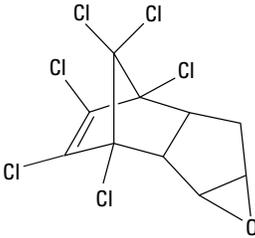
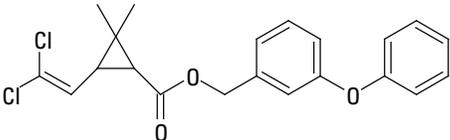
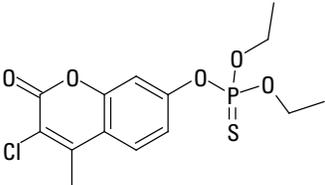
(接下页)

表 1. 农药的化学和法规信息[6-9]

名称	类别	Log P	pKa	结构	苹果中的 MRLs 值 (ng/g)*
林丹	有机氯	3.69	NA		10
氯丹	环戊二烯有机氯	2.78	NA		20
狄氏剂	氯代烃	3.7	NA		10
DDE	有机氯	6.55	NA		50
乙硫磷	有机磷酸酯	5.07	NA		300
硫丹硫酸盐	有机氯	3.13	NA		50

(接下页)

表 1. 农药的化学和法规信息[6-9]

名称	类别	Log P	pKa	结构	苹果中的 MRLs 值 (ng/g)*
环氧七氯	有机氯	5.83	NA		10
氯菊酯类	拟除虫菊酯	6.1	NA		50
蝇毒磷	有机硫磷	3.86	NA		100

* 本表所列的 MRLs 值是苹果或其它水果和蔬菜中的最低限量。在不同商品中可能更高。

仪器条件

本研究中农药分析所用的安捷伦 GC/MS 方法。[10]

气相色谱条件

进样口	不分流
进样口衬管	螺旋双锥, 去活 (部件号 5188-5398)
载气	氮气
进样口压力	分析过程中为 20.18 psi (恒压模式) 反吹时 1.0 psi
进样口温度	250 °C
进样量	1.0 µL
分流出口吹扫流量	0.75 分钟速度为 30 mL/min
柱箱升温程序	70 °C (1 分钟), 50 °C/分钟至 150 °C (0 分钟), 6 °C/分钟至 200 °C (0 分钟), 16 °C/分钟至 280 °C (6 分钟)
后运行	3 分钟

微板流路控制技术

Aux EPC 气体	氮气通至 Ultimate Union 吹扫
Aux EPC 压力	分析时为 4.0 psi, 反吹时 80.0 psi
色谱柱	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert 15 m × 0.25 mm × 0.25 µm (部件号 19091S-431UI)
连接管路	进样口与 Purged Ultimate Union 之间 (部件号 G3186B)
限流管	65 cm × 0.15 mm × 0.15 µm DB-5MS 超高惰性
连接管路	Purged Ultimate Union 与 MSD 之间
质谱条件	
调谐文件	Atune.u
模式	SIM (具体设置参数参见表 2)
离子源四极杆传输管线温度	分别为 230 °C, 150 °C 和 280 °C
溶剂延迟	2.30 分钟
倍增器电压	自动调谐电压

表 2. 用 GC/MS 分析 17 种农药的仪器采集参数

分析物	SIM	收集窗口 (分钟)	RT (分钟)
(1) 敌敌畏	184.9	2.3 – 4.0	2.88
(2) α -苯基酚	170.1, 169.1	4.0 – 5.0	4.35
(3) 林丹	180.9, 182.9	5.0 – 6.9	6.67
(4) 二嗪磷	137.1, 179.1	6.9 – 7.7	7.19
(5) 百菌清	265.9, 263.9	14.65 – 16.0	14.8
(6) 甲基毒死蜱	285.9, 287.9	7.7 – 8.6	8.25
(7) 抑菌灵	123, 167.0	8.6 – 9.35	9.16
(8) 二氯苯甲酮	139, 249.9	18.8 – 20.5	19.2
(9) 环氧七氯	352.8, 354.8	10.0 – 10.4	10.31
(10) γ -氯丹	372.8, 374.8	10.85 – 11.6	10.97
(11) DDE	245.9, 317.9	10.85 – 11.6	11.21
(12) α -氯丹	372.374.8	10.85 – 11.6	11.50
(13) 狄氏剂	262.9, 264.9	11.0 – 12.3	11.89
(14) 乙硫磷	230.9	12.3 – 13.6	12.97
(15) 硫丹硫酸盐	273.8	12.3 – 13.6	13.35
TPP (IS)	325.1, 326.1	13.6 – 15.0	13.84
(16) 表氯菊酯	183.1	15.0 – 23.0	15.69, 15.79
(17) 蝇毒磷	362.0, 225.9	15.0 – 23.0	15.83

样品制备

样品粉碎

无农药有机苹果购于当地杂货店。将约 3 磅苹果切成小块。带皮，去核。放在干净的塑料袋中， -20°C 冷冻过夜。时常揉捏袋子以防苹果块粘连。次日，取出需要量的冷冻苹果块，彻底粉碎。如有可能，粉碎时加入干冰。将样品完全粉碎，以获得最均质的样品。检查最终样品，应无可见的苹果碎块。

提取/分配

称取均质样品 10 g (± 0.1 g)，并置 50 mL 离心管中。QC 样品中加入 100 μL 相应的 GC 加标溶液。除控制空白外，每份样品都加入 100 μL IS 加标溶液 (10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ TPP)，使样品中内标浓度为 100 ng/g。离心管加盖，涡旋混合 1 分钟。用移液管向各离心管中加入 10 mL 乙腈。加盖，手摇 1 分钟。向各离心管中直接加入安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 提取盐包 (部件号 5982-5650)，包内含 4 g 无水 MgSO_4 、1 g NaCl 、1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 水合柠檬酸氢

二钠。倾倒之前，小心揉捏盐袋中结块的盐，使其分散。不要将粉末遗撒在离心管的螺纹口或边缘上。封紧离心管，用力手摇 1 分钟，确保溶剂与样品充分接触，结晶聚集物完全散开。测定样品 pH，必要时用 5M NaOH 溶液调 pH 至 5–5.5。样品离心管于 4000 rpm 离心 5 分钟。

分散 SPE 净化

取 1 mL 上层乙腈，转加至安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE 2 mL 试管 (部件号 5982-5021) 中，或取 6 mL 上清，转加至安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE 15 mL 试管 (部件号 5982-5056) 中。2 mL 试管含 25 mg PSA 和 150 mg 无水 MgSO_4 ；而 15 mL 试管含 150 mg PSA 和 900 mg 无水 MgSO_4 。盖紧离心管，涡旋混合 1 分钟。2 mL 离心管用微型离心机 13,000 rpm 下离心 2 分钟，15 mL 离心管用标准离心机于 4000 rpm 离心 5 分钟。取 500 μL 提取液转移至自动进样器样品管中，然后快速加入 25 μL 含 1% FA 的乙腈。

图 1 QuEChERS EN 样品提取流程图。

结果和讨论

采用 Bond Elut QuEChERS 试剂盒，整个过程快速、简便、省时省力，同时确保一致性。分析人员只用几个小时即可处理 40-50 份样品。安捷伦的 Bond Elut 提取盐的无水包装制备独特。如果直接将盐加到含水量很高的食品样品中，会发生放热反应，可能影响某些待测物，尤其是挥发性农药的回收率。独特的 Bond Elut 无水盐袋，在样品加有机溶剂后加入，与 QuEChERS 原方法的要求一样。

我们以前的研究表明，用安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒提取各种半挥发性到极性农药，经 LC/MS/MS 分析，显示了良好效果 [5]。由于这些农药被广泛应用很多年，所以评价 GC/MS EN 试剂盒用于分析挥发性和半挥发性农药同样具有优势。GC/MS (SIM 模式) 的选择性不如 LC/MS/MS (MRM 模式) 强。而且，在空白苹果提取物的 GC/MS 图中可以看到，QuEChERS 制备的最终样品仍含有某些食品基质杂质。因此，设置 SIM 方法时，谨慎挑选每个化合物的选择性监测离子非常重要。为了获得最高灵敏度，通常要选择丰度最高的离子；但有时，除灵敏度之外，为了获得更高的选择性，也会采用丰度较低但更有特征的离子

用 GC/MS 分析 QuEChERS 样品的另一个潜在问题，是离子源污染和 GC 柱退化。QuEChERS 食品样品经常还含有一些高沸点内源性杂质，可能会聚集在柱头，导致色谱峰拖尾和保留时间漂移。时间长了，这些杂质会进入质谱 (MS) 源，污染离子源。当其它 QuEChERS 样品，特别是半挥发性化合物进样到 GC/MS 系统时，就会发现灵敏度降低、峰形变差。因此，我们用色谱柱反吹来延长柱寿命，并保护 MS 离子源。采用安捷伦微板流路控制技术可以使柱反吹成为常规操作 [10-12]。用几种不同的微板流路控制装置都可以达到这一目的。

在本研究中，GC/MS 系统使用了 Purged Ultimate Union。分析柱连接到微板流路控制装置上。用一根短限流管 (65 cm × 0.15 mm × 0.15 μm of DB-5ms 超惰性柱) 连接微板流路控制装置和质谱仪。在以前的应用报告中 [10]，有一些关于本研究所用反吹系统

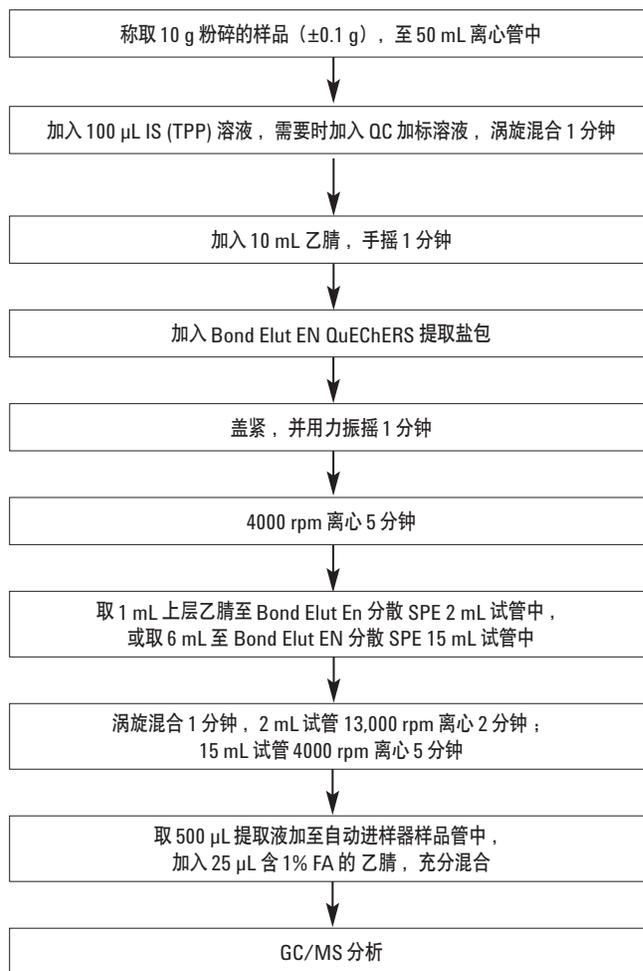


图 1. 安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 提取流程图

的图示。

图 2(a, b) 显示了空白苹果提取物和 50 ng/g 加标苹果提取物的色谱图。如图 2a 所示，空白色谱图中有干扰峰，所幸大多数农药都没有与干扰物共洗脱。有一个干扰物的保留时间和 α -苯基酚 (峰 2) 非常接近，积分时难以区分。空白提取物中该干扰物的平均响应是 215 (n=4)，而 α -苯基酚的 LOQ (10 ng/g) 的平均响应是 3196 (n=12)。干扰物的响应比 LOQ (10 ng/g) 样品中 α -苯基酚

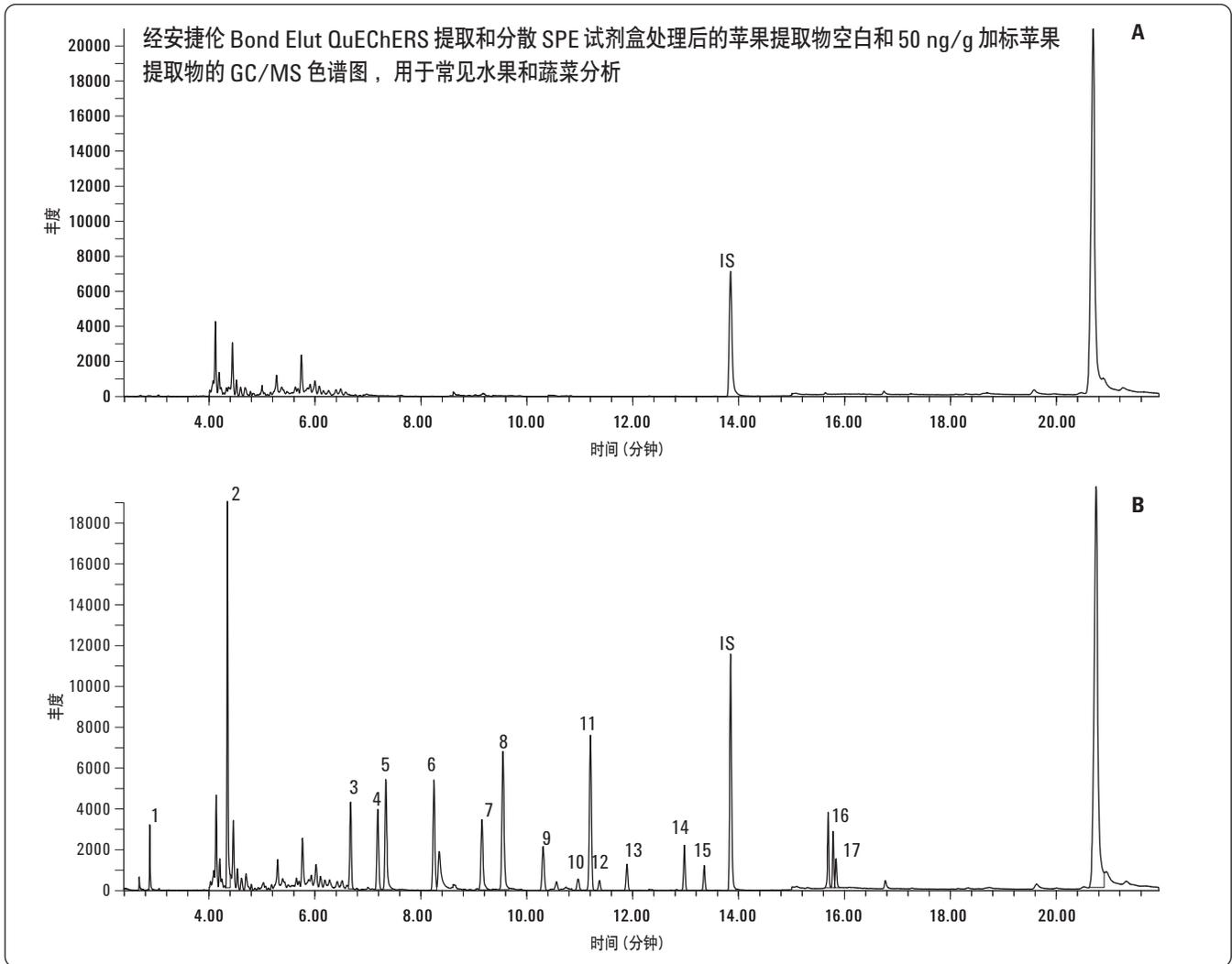


图2. 苹果提取物的GC/MS色谱图。(A)苹果提取空白；(B) 50ng/g加标苹果提取物。峰鉴定：1. 敌敌畏, 2. σ -苯基苯酚, 3. 林丹, 4. 二嗪磷, 5. 百菌清, 6. 甲基毒死蜱, 7. 抑菌灵, 8. 二氯苯甲酮, 9. 环氧七氯, 10. γ -氯丹, 11. DDE, 12. α -氯丹, 13. 狄氏剂, 14. 乙硫磷, 15. 硫丹硫酸盐, 16. 表氯菊酯, 17. 蝇毒磷. IS. 三苯磷(TPP)

峰的响应低 20%。因此认为该化合物的选择性符合要求。

线性和定量限(LOQ)

所有农药的线性校正范围是 0–400 ng/g。用两种不同分散 SPE 体积 (1 mL 和 6 mL) 进行评价和比较, 因此由各体积制备的基质空白得到两条校正曲线。校正曲线的浓度点分别为 10、20、50、100、250 和 400 ng/g。TPP 为内标 (IS), 加入浓度均为 100 ng/g。以分析物的相对响应值 (分析物峰面积/IS 峰面积) 对分析物相对浓度 (分析物浓度/IS 浓度) 作图绘制校正曲

线。表 1 显示农药的定量限 LOQ 为 10 ng/g (10 ng/g 或 10 ppb), 比水果和蔬菜中农药的 MRL 低得多。用平均响应因子进行校正曲线的回归拟合。表 3 列出了线性项和 1 mL 与 6 mL 分散 SPE 样品 RF 的相对标准偏差 (%)。RF 相对 SD 是评价校正线性的重要参数。通常, 该值越小, 曲线的线性越好, 一般要求 RF 相对 SD 低于 20%。表 3 中的数据显示, 大多数分析物校正曲线的线性良好, RF 相对 SD 低于 15%。然而, 可能由于基质影响, 乙硫磷 (1 mL 和 6 mL) 的两条标准曲线, 以及蝇毒磷的一

表 3. 苹果提取物中 17 种农药的线性

分析物	1 mL 分散 SPE		6 mL 分散 SPE	
	线性项	RF 相对标准偏差 (%)	线性项	RF 相对标准偏差 (%)
敌敌畏	4.53e-001	7.9	5.52e-001	8.6
σ -苯基苯酚	2.41e+000	7.5	2.82e+000	9.3
林丹	6.79e-001	11.5	8.09e-001	9.2
二嗪磷	8.35e-001	15.0	9.32e-001	13.6
百菌清	1.39e+000	14.1	1.69e+000	14.1
甲基毒死蜱	1.32e+000	14.7	1.31e+000	16.5
抑菌灵	1.03e+000	11.7	1.29e+000	12.9
二氯苯甲酮	6.08e-001	10.0	7.13e-001	10.4
环氧七氯	5.41e-001	12.4	5.58e-001	12.3
γ -氯丹	1.77e-001	9.3	1.83e-001	9.1
DDE	2.44e+000	10.7	2.67e+000	9.5
α -氯丹	1.34e-001	10.0	1.38e-001	9.4
狄氏剂	2.85e-001	9.8	3.09e-001	6.9
乙硫磷	7.06e-001	27.8	7.30e-001	27.9
硫丹硫酸盐	2.95e-001	11.2	3.29e-001	11.5
表氯菊酯	8.73e-001	11.8	8.20e-001	17.6
蝇毒磷	2.36e-001	19.0	2.16e-001	28.7

条标准曲线的 RF 相对 SD 值大于 20%。

回收率和重现性

在粉碎的苹果样品中加入 10 ng/g、50 ng/g 和 200 ng/g 农药标准，对回收率和重现性进行评价。用基质加标校正曲线对 QC 样品进行定量。每个浓度重复分析 6 次 (n=6)。1 mL 和 6 mL 分散

SPE 样品的回收率和重现性 (用 %RSD 表示) 分别见表 4 和表 5。从结果中可以看出，所有农药都得到了良好的回收率 (1 mL 平均 84.7%，6 mL 平均 87.2%) 和精密度 (1 mL 平均 4.3% RSD，6 mL 为 5.1% RSD)。与用 AOAC QuEChERS 方法提取农药得到的结果[13]相比，EN QuEChERS 方法回收率略低 (平均低 5–6%)，但精密度相近 (两种方法平均 RSD 4–5%)。该区别可能是由不同的

表 4. 用安捷伦 Bond Elut 分散 SPE 试管, 2 mL (部件号 5982-5021) 处理加标苹果所得的农药回收率和重现性: 回收率 84.7%, RSD 4.3% (平均)

分析物	10 ng/g 加标 QC		50 ng/g 加标 QC		200 ng/g 加标 QC	
	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)
敌敌畏	97.6	5.1	90.8	6.2	81.0	6.9
<i>o</i> -苯基苯酚	94.4	5.5	83.1	6.6	76.3	5.2
林丹	87.4	4.9	80.0	6.1	73.3	3.8
二嗪磷	83.6	5.6	79.6	5.5	69.6	5.0
百菌清	68.3	4.9	71.8	5.8	69.6	5.0
甲基毒死蜱	79.3	4.5	80.7	4.8	83.1	3.0
抑菌灵	91.8	5.6	85.8	6.9	65.2	4.7
二氯苯基苯酮	83.9	6.4	83.0	4.8	80.0	3.1
环氧七氯	80.0	4.7	82.9	5.0	81.4	1.7
γ -氯丹	79.6	4.3	80.5	5.4	78.3	1.6
DDE	80.5	3.2	80.3	5.1	76.8	1.2
α -氯丹	84.8	3.3	83.1	4.7	78.6	1.3
狄氏剂	83.4	3.1	80.5	4.3	76.2	1.1
乙硫磷	97.7	4.4	104.9	4.8	91.7	1.4
硫丹硫酸盐	93.2	5.4	88.5	4.5	87.9	1.1
表氯菊酯	88.8	6.2	93.9	4.6	104.3	0.7
蝇毒磷	101.4	4.7	111.9	3.9	111.2	1.6

表 5. 用安捷伦 Bond Elut 分散 SPE 试管, 15 mL (部件号 5982-5056) 处理加标苹果所得的农药回收率和重现性: 回收率 87.2%, RSD 5.1% (平均)

分析物	10 ng/g 加标 QC		50 ng/g 加标 QC		200 ng/g 加标 QC	
	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)
敌敌畏	99.4	8.2	90.9	2.6	85.7	4.4
σ -苯基苯酚	76.9	8.9	81.6	1.6	82.0	3.6
林丹	87.8	7.0	88.9	2.7	86.3	2.7
二嗪磷	87.0	8.3	86.6	1.8	89.3	2.7
百菌清	71.7	11.1	77.9	1.8	75.9	3.8
甲基毒死蜱	77.7	9.8	82.7	2.3	86.7	2.2
抑菌灵	80.0	7.8	86.5	6.1	76.6	5.1
二氯苯基苯酚	86.2	6.1	87.6	2.4	85.7	1.5
环氧七氯	82.6	5.7	86.7	2.8	85.9	1.9
γ -氯丹	89.6	7.1	85.1	2.9	83.6	2.1
DDE	91.9	5.5	88.7	3.5	83.8	1.8
α -氯丹	90.3	4.4	88.0	3.1	84.0	1.3
狄氏剂	93.6	7.3	88.1	4.3	83.2	1.6
乙硫磷	81.0	6.7	94.2	4.0	91.1	1.7
硫丹硫酸盐	96.4	5.3	91.2	3.9	89.8	1.2
表氯菊酯	89.3	5.6	95.5	3.9	108.9	1.3
蝇毒磷	89.0	10.8	90.7	6.6	97.1	2.0

缓冲系统和第一步提取中所用的溶剂体积不同造成的。

图 3 显示了 1 mL 分散 SPE 和 6 mL 分散 SPE 的回收率和精密度结果。按照提取步骤, 从同一样品中取 1 mL 或 6 mL 乙腈提取物, 对两种不同的分散 SPE 进行净化。为便于比较, 采用所有农药三种加标浓度的平均回收率和精密度。每种分散 SPE 净化的结果似乎与所用体积无关。两个方法都使样品得到了充分的净化, 所得结果基本一致。

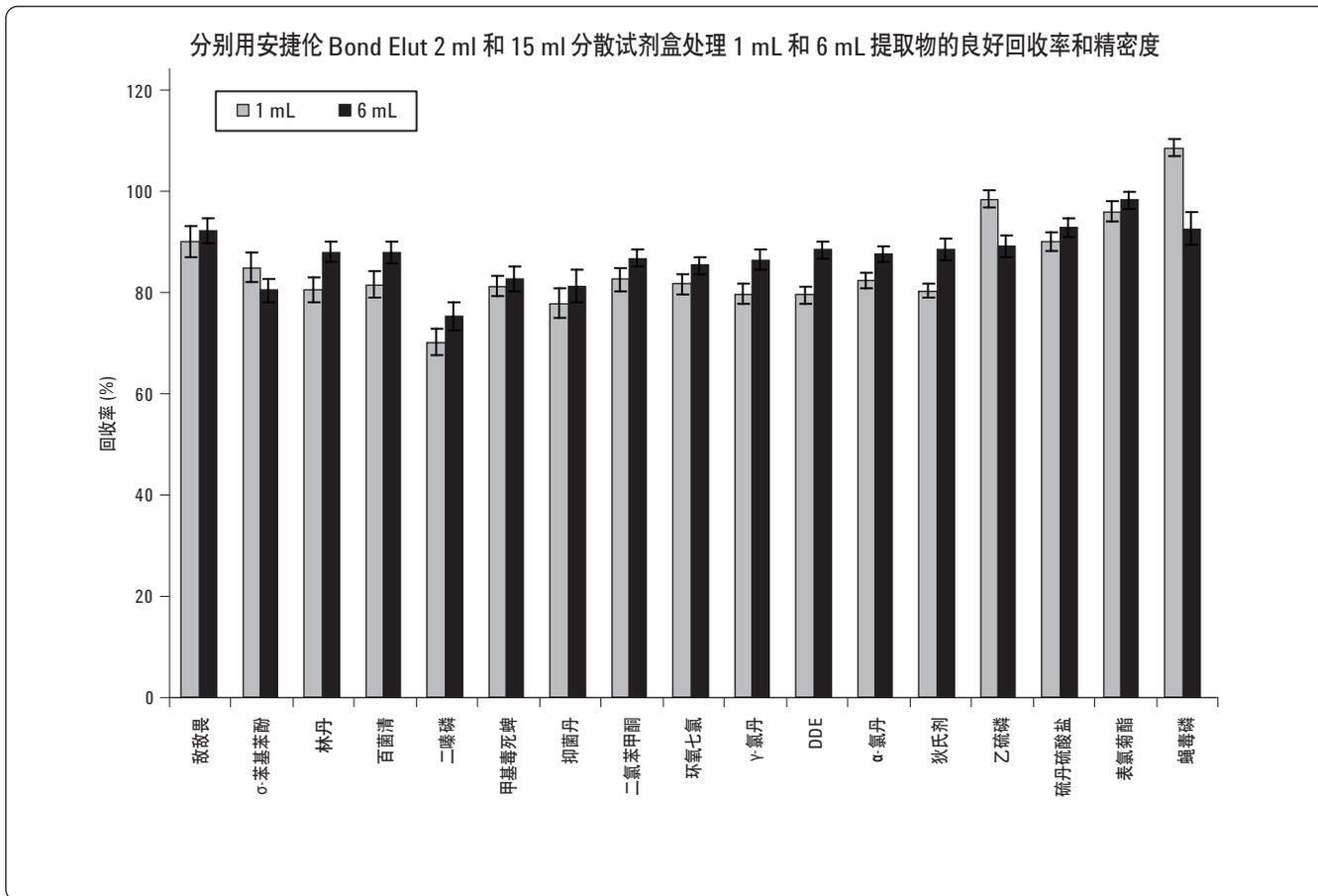


图 3. 分别用安捷伦 Bond Elut 2 ml 和 15 ml 分散试剂盒处理 1 mL 和 6 mL 提取物的回收率和精密度结果

结论

用于普通水果和蔬菜的安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 提取和分散 SPE 试剂盒，提供了对苹果中挥发性到半挥发性农药快速而有效的净化和富集方法。用基质加标测定苹果中多种类型、多种残留农药的回收率和重现性符合要求。来自苹果中的杂质和基质

效应对目标化合物的定量没有干扰。所测农药的 LOQ 均低于规定的苹果中 MRL 值。由于选择的是代表了各种不同类型和不同性质的农药，所以可以认为用于普通水果和蔬菜的安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 提取和分散 SPE 试剂盒也是类似食品基质中其它农药的完美选择。

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, *J. AOAC Int.*, 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. European Committee for Standardization/Technical Committee CEN/TC 275 (2007), 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. European Committee for Standardization, Brussels
4. P. Payá, M. Anastassiades, "Analysis of pesticide residues using the Quick Easy Cheap Effective Rugged and Safe (QuEChERS) pesticide multiresidue method in combination with gas and liquid chromatography and tandem mass spectrometric detection," *Anal Bioanal Chem.*, 2007, 389, 1697-1714.
5. L. Zhao, D. Schultz, J. Stevens, "Evaluation of the QuEChERS En Kits for Sample Preparation Following the European Standard for the Analysis of Pesticide Residues in Apple with LC/MS/MS Detection," Agilent Technologies publication 5990-3938EN.
6. <http://sitem.herts.ac.uk/aeru/footprint/en/index.htm>
7. <http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/search.html>
8. <http://www.mrldatabase.com/?selectvetdrug=0>
9. <http://www.ams.usda.gov/AMSV1.0/getfile?dDocName=PDP1995Summary>
10. P. L. Wylie, C. K. Meng, "A Method for the Trace Analysis of 175 Pesticides Using the Agilent Triple Quadrupole GC/MS/MS," Agilent Technologies publication 5990-3578EN.
11. C. K. Meng, "Improving Productivity and Extending Column Life with Backflush," Agilent Technologies publication 5989-6018EN.
12. P. L. Wylie, "Direct Injection of Fish Oil for the GC-ECD Analysis of PCBs: Results Using a Deans Switch with Backflushing," Agilent Technologies publication, 5989-6095EN.
13. L. Zhao, D. Schultz, J. Stevens, "Analysis of Pesticide Residues in Apple Using Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Kits by GC/MS," Agilent Technologies publication 5990-4068EN.

更多信息

如需了解我们产品和服务的更多信息，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任何责任。

本资料中涉及的信息、描述和规格，如有变更，恕不另行通告。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2012
2012年1月6日中国印刷
5990-4073CHCN



Agilent Technologies