

采用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒进行菠菜中残留农药的 GC/MS 分析

应用报告

食品安全

作者

Limian Zhao, Joan Stevens
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19809
美国

摘要

本应用报告描述了一个快速、简单、廉价、高效、耐用、安全的 (QuEChERS) AOAC 样品制备方法, 可用于菠菜中 18 种适合于气相色谱分析的多种农药残留样品的萃取和净化。该方法包括在水/乙腈缓冲体系中的第一次萃取、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。为了解决分散固相萃取中石墨化碳黑 (GCB) 引起的平面结构分子显著损失的问题, 对于平面结构的农药分子, 添加甲苯进行改进。利用 GC/MS 联用, 在选择性离子监控 (SIM) 模式下对菠菜中目标农药萃取物进行了分析。进行了该方法的回收率和重现性考察。大多数农药的定量限 (LOQ) 为 10 ng/g; 而菠菜中福尔培的定量限为 50 ng/g。本应用报告采用了 Bond Elut QuEChER 试剂盒, 所筛选的农药含量都大大低于最高允许残留限量 (MRLs)。回收率实验的加标浓度为 10, 50 和 200 ng/g。



Agilent Technologies

引言

AOAC QuEChERS 方法由美国农业部科学家首先引入到食品中的农药残留物分析,得到了广泛应用。总的来说,该方法是使用一缓冲乙腈(1%醋酸溶液)萃取,同时利用无水硫酸镁($MgSO_4$)从水样品中盐析出水,从而引发液-液分配。为了净化的需要,采取了分散固相萃取步骤,结合 PSA 的使用以除去脂肪酸及其它组分,无水硫酸镁则用来减少萃取物中的残留水量。萃取物经过混合、离心分离后,取上层液进行分析。根据不同的食品基质,该步骤中可能会增加其它成分,如用于除去色素和甾醇的石墨化炭黑(GCB)或者用于除去更多类脂和脂肪油的 C18 等。

由于含有大量的叶绿素,菠菜被认为是一种高色素基质。因此,所选用的有石墨化炭黑(GCB)的分散型 SPE 进行进一步的净化。石墨化炭黑可吸附平面结构分子如色素和甾醇;因而它对于色素基质如菠菜的净化是非常有利的。然而,石墨化炭黑也吸附具有平面结构的农药分子,如多菌灵,百菌清和蝇毒磷。因此,我们并不推荐将这种分散固相萃取试剂盒用于对平面结构农药分子的分析。此前,我们讨论过在分散固相萃取中添加甲苯对色素基质农药分析的影响,结果表明,这一改进可以大大提高这些难检测农药的萃取效率。传统(不用甲苯)和改进的(加入甲苯)分散固相萃取的联用,说明 Bond Elut AOAC 缓冲液萃取试剂盒和 Bond Elut AOAC 分散固相萃取试剂盒在进行菠菜中适用于 LC 检测的农药分析中性能卓越。

在本研究中,评价了用于水果和蔬菜检测的 Bond Elut AOAC 缓冲液萃取试剂盒(P/N 5982-5755)和 Bond Elut AOAC 分散固相萃取试剂盒(P/N 5982-5222 和 5982-5258)对挥发性和半挥发性杀虫剂的萃取效率。采用 GC/MS 分析。选取了代表各种农药的 17 种适于 GC 检测的农药,包括非极性有机氯农药(OCs)、某些有机磷农药(OPs)和有机氮农药(ONs)。表 1 给出了菠菜中这些杀虫剂的化学和法规信息。

实验部分

试剂和化学品

所有试剂及溶剂均为 HPLC 级或分析纯级。甲醇(MeOH)和甲苯来自于霍尼韦尔公司(美国密歇根州 Muskegon),乙腈和冰醋酸(HAc)来自于 Sigma- Aldrich 公司(美国密苏里州圣路易斯)。甲酸(FA)来自于 Fluka 公司(德国 Sleinheim)。农药标准品和内标物(磷酸三苯酯,TPP)分别购自 Sigma- Aldrich 公司(圣路易斯,密苏里州,美国)、Chem Service 公司(美国宾夕法尼亚州西切斯特)或 Ultra Scientific 公司(美国罗得岛州北金斯敦)。

溶液及标准品

在 1 升乙腈中添加 10 mL 冰醋酸得到 1%的醋酸乙腈溶液。

以为溶剂配制标准物和内标物(IS)贮备液(2 mg/mL), $-20^{\circ}C$ 的保存。三种 QC 加标溶液浓度分别为 1.5、7.5 和 30 $\mu g/mL$,由 1:1 的 ACN/H₂O 的 0.1%甲酸溶液配制,现配现用。以 0.1%甲酸溶液乙腈配制 2.5 $\mu g/mL$ 的标准品溶液,进行适当稀释,用于在空白萃取基质中绘制标准曲线。以 0.1%甲酸的 1:1 乙腈/H₂O 为溶剂,配制 15 $\mu g/mL$ 的 TPP 加标溶液,用作内部加标标准溶液。

仪器和材料

安捷伦气相色谱仪(安捷伦科技公司,美国)

Agilent 5975C 质谱仪(安捷伦科技公司,美国)

Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取试剂盒,部件号 5982-5755(安捷伦科技公司,美国)

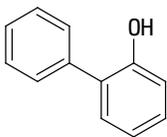
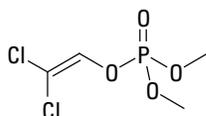
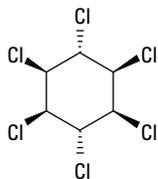
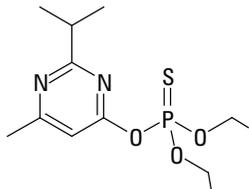
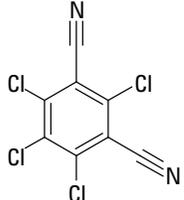
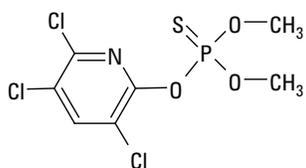
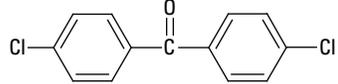
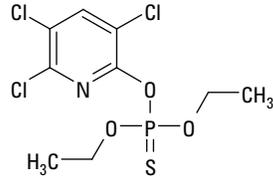
用于色素水果和蔬菜检测的 Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒,部件号 5982-5222 和 5982-5258(安捷伦科技公司,美国)

CentraCL3R 离心机(Thermo IEC, 美国)

瓶口移液器(美国新泽西州,So Painfield, VWR)

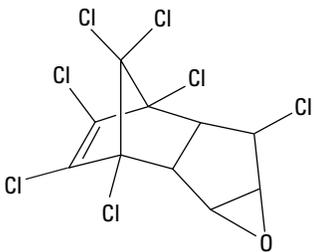
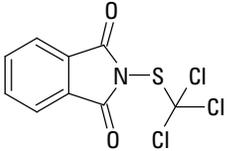
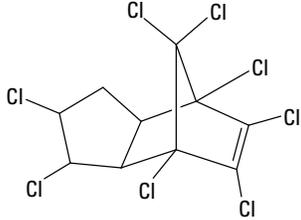
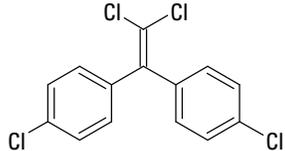
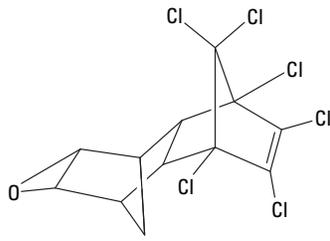
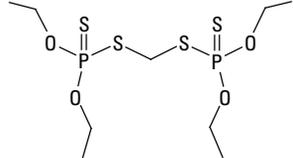
Eppendorf 微型离心机(Brinkmann 仪器公司,美国)

表 1. 农药的化学和法规信息[6-9]

名称	分类	Log P	pKa	结构	菠菜中最高允许残留限量 (ng/g)*
<i>o</i> -苯基苯酚	苯酚	3.18	9.4		2000
敌敌畏	有机磷	1.9	NA		10
林丹	有机氯	3.69	NA		10
二嗪农	有机磷	3.69	2.6		100
百菌清	氯化腈	2.94	NA		4000
甲基毒死蜱	有机磷	4.00	NA		30
二氯二苯甲酮	有机氯	4.44	NA		500
毒死蜱	有机磷	4.7	NA		10

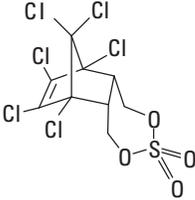
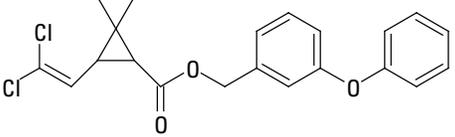
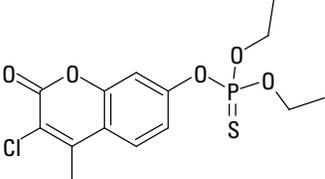
(转下页)

表 1. 农药的化学和法规信息 [6-9]

名称	分类	Log P	pKa	结构	菠菜中最高允许残留限量 (ng/g)*
环氧七氯	有机氯	5.83	NA		30
福尔培 (灭菌丹)	酰亚胺	3.02	NA		2000
氯丹	环二烯有机氯	2.78	NA		20
DDE	有机氯	6.55	NA		50
狄氏剂	氯代烃	3.7	NA		10
乙硫磷	有机磷	5.07	NA		300

(转下页)

表 1. 农药的化学和法规信息 [6-9]

名称	分类	Log P	pKa	结构	菠菜中最高允许残留量 (ng/g)*
硫丹硫酸盐	有机氯	3.13	NA		50
百灭宁	合成除虫菊酯	6.1	NA		50
蝇毒磷	有机磷酸盐	3.86	NA		100

* 表中所列的最高允许残留量 (MRL) 数据适用于苹果或其他水果和蔬菜中的最低水平。在不同产品中, MRL 可能会高一些。

仪器条件

本研究采用了 Agilent GC/MS 方法进行农药分析。[10]

气相色谱条件

进样口:	不分流
进样衬管:	螺纹锥型, 去活(部件号 5188-5398)
载气:	氮气
进样压力:	运行时 19.6psi(恒压模式), 反吹时 1.0 psi
进样温度:	250 °C
进样体积:	1.0 µL
分流出口吹扫流量:	0.75 分钟时 30mL/min
升温程序:	70 °C (保持 1 min), 以 50 °C/min 的速度升温至 150 °C (保持 0 分钟), 后以 6 °C/min 的速度升温至 200 °C(保持 0 分钟), 再 16 °C/min 的速度升温至 280 °C(保持 6 分钟)
后运行:	3 分钟
微板流控技术:	带吹扫的 Ultimate Union (p/n G3186B)-用于反吹分析柱和进样口
辅助电子气动控制载气:	氮气直通至带吹扫的 Ultimate Union
Aux EPC 压力:	运行时 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)
接口:	进样口与带吹扫的 Ultimate Union 之间(部件号: G3186B)
限流器:	65 cmx 0.15 mm, 0.15 µm DB-5MS 超高惰性
接口:	带吹扫的 Ultimate Union 和 MSD 之间
质谱条件	
调谐文件	Atune.u
模式	选择离子检测 (参考表 2 进行详细设置)
离子源、四极杆、传输线温度	分别为 230 °C、150 °C 和 280 °C
溶剂	2.30 分钟
倍增器电压	自动调谐电压

样品制备

样品制备过程包括样品粉碎、萃取和分离以及分散固相萃取净化。这一过程已在前面的一些应用中报告中进行了详细描述。除了分散固相萃取净化步骤中添加了甲苯这一不同点外, 其余采用相似的程序。

首先, 将冻存有机菠菜完全切碎匀浆。取 15 g (± 0.1 g) 的匀质样品放入 50 mL 离心管中。如果需要的话, 可先通过适当的 QC 加标溶液(100 µL)对样品进行加标, 然后再用 100 µL 内标加标溶液(15 µg/mL 的 TPP)加标。涡旋 30S, 用移液器加 15 mL 1%的醋酸乙腈溶液到每个离心管中。在每一个离心管中直接加入 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取盐包(部件号 5982-5755)。盖紧离心管, 用力摇 1 min, 然后 4000 rpm 离心 5 min。

接下来, 将乙腈萃取物分为两份, 分别用传统的和改进的分散固相萃取方法处理。改进后的分散萃取方法程序有所不同, 因此下面对它进行详细介绍。使用 2 mL 分散萃取管时, 约 14 mL 乙腈萃取物就足够用于采用传统和改进的分散固相萃取方法同时处理样品。如果使用 15 mL 分散萃取管, 则一个样品的 14 mL 乙腈萃取物不够用于两种方法的分散固相萃取 (每种分散固相萃取方法都要求至少 8 mL 样品)。因此, 需从头萃取另一样品。

取 1 mL 的上层乙腈液转入 Agilent Bond Elut QuEChERS 的 2 mL 分散固相萃取管中 (部件号 5982-5222); 或 8 mL 上层乙腈液转入 Agilent Bond Elut QuEChERS 的 15 mL 分散固相萃取管中。2 mL 管中含有 50 mg PSA, 50 mg 石墨化炭黑 (GCB) 和 150 mg 无水硫酸镁 ($MgSO_4$); 15 mL 管中含有 400 mg PSA, 400 mg 石墨化炭黑 (GCB) 和 1200 mg 无水硫酸镁 ($MgSO_4$)。

表2. 用于18种农药的GC/MS数据采集的仪器参数

分析物	选择离子检测	采集窗口 (分钟)	保留时间 (分钟)
(1) 敌敌畏	184.9	2.3 – 4.0	2.88
(2) <i>o</i> -苯基苯酚	170.1, 169.1	4.0 – 5.0	4.35
(3) 林丹	180.9, 182.9	5.0 – 6.9	6.67
(4) 二嗪农	137.1, 179.1	6.9 – 7.7	7.19
(5) 百菌清	265.8, 263.8	6.9 – 7.7	7.34
(6) 甲基毒死蜱	285.9, 287.9	7.7 – 8.6	8.25
(7) 二氯二苯甲酮	250.0, 139.0	8.6 – 10.0	9.55
(8) 毒死蜱	196.8, 198.8	8.6 – 10.0	9.57
(9) 环氧七氯	352.8, 354.8	10.0 – 10.4	10.31
(10) 福尔培 (灭菌丹)	259.9, 261.9	10.4 – 10.85	10.75
(11) γ -氯丹	372.8, 374.8	10.85 – 11.6	10.97
(12) DDE	245.9, 317.9	10.85 – 11.6	11.21
(13) α -氯丹	372.8, 374.8	10.85 – 11.6	11.50
(14) 狄氏剂	262.9, 264.9	11.0 – 12.3	11.89
(15) 乙硫磷	230.9	12.3 – 13.6	12.97
(16) 硫丹硫酸盐	273.8	12.3 – 13.6	13.35
三苯基膦 (内标物)	325.1, 326.1	13.6 – 15.0	13.84
(17) 百灭宁	183.1	15.0 – 23.0	15.69, 15.79
(18) 蝇毒磷	362.0, 225.9	15.0 – 23.0	15.83

然后, 取 375 μ L 甲苯加入 2 mL 管中, 取 3 mL 甲苯加入到 15 mL 管中。盖紧样品管, 涡旋 1 min。建议在加入甲苯前先涡旋样品几秒钟, 以防止管中可能出现沉淀。2 mL 管在微型离心机上经 13000 rpm 离心 2 min, 15 mL 管则 4000 rpm 离心 5 min。然后取 825 μ L 萃取物转移至另一个管中, 氮气吹干。后复溶为 600 μ L 含

0.1%甲酸的乙腈溶液。经过涡旋和超声助溶, 样品直接转移到进样瓶中待测。复溶后的样品直接用来绘制标准曲线。

另一份乙腈萃取物则采取传统的分散固相萃取净化步骤。图 1 显示了菠菜样品的整个萃取过程流程图 (传统和改进分散固相萃取, 2 mL 体系)。

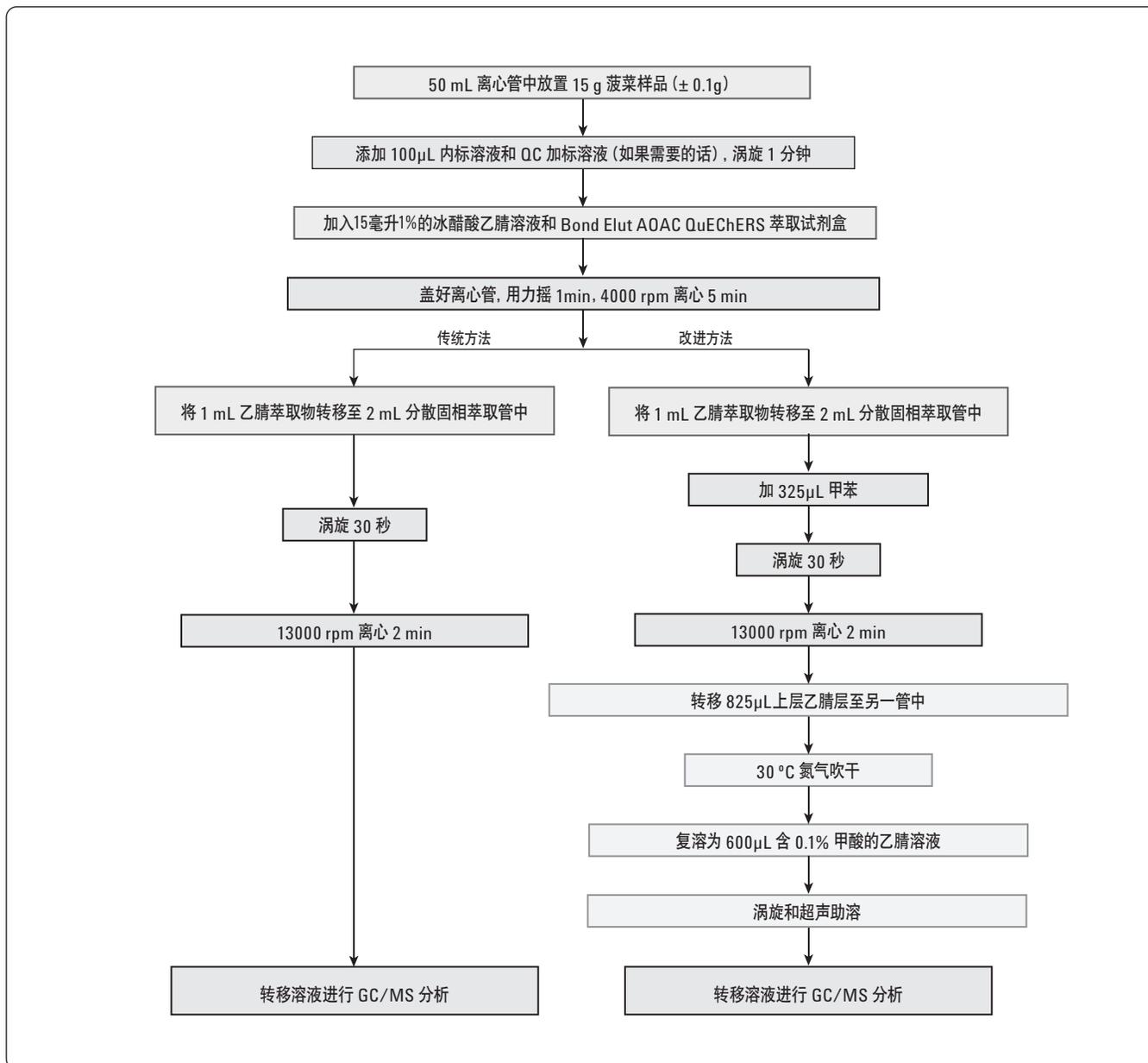


图1. 菠菜样品的整个萃取流程图（传统和改进分散固相萃取，2 mL 体系）

结果与讨论

QuEChERS 法为农药残留分析提供了获得高质量结果的快速、简便而廉价的方法。对于色素性水果和蔬菜，在分散固相萃取中添加石墨化炭黑，可以大大消除色素和甾醇的影响。为了解决平面分析结构农药严重损失的问题，可通过添加甲苯来提高平面结构农药分子的萃取效率。之前我们已经讨论过，甲苯的添加可能导致基质中更多的杂质。LC/MS/MS 分析中，分别采用传统方法或改进方法处理样品，这两种方法处理的样品色谱图上无差别，这是由于 LC/MS/MS 选择性好的原因。GC/MS (SIM) 的选择

性则不如 LC/MS/MS (MRM) 的选择性好。在 GC/MS 中，空白中会出现干扰峰。幸运的是，所测试的农药大部分都不受共流出干扰。在与 σ -苯基苯酚的保留时间附件，存在洗脱干扰，不能定量区分。空白色谱图中对干扰的响应加起来还不到 σ -苯基苯酚 LOQ (10 ng/g) 响应的 20%。因此，人们认为对于这种化合物，其选择性是可以接受的。最后，GC/MS 的空白色谱图显示，用传统和改进的方法处理的样品有微小微小，但这些差别不影响对目标分析物的分析。图 2 和图 3 显示了空白基质 (添加内标) 和 50 ng/g 加标菠菜萃取物的 GC/MS 谱图,样品采用了传统和改进分散固相萃取方法处理。

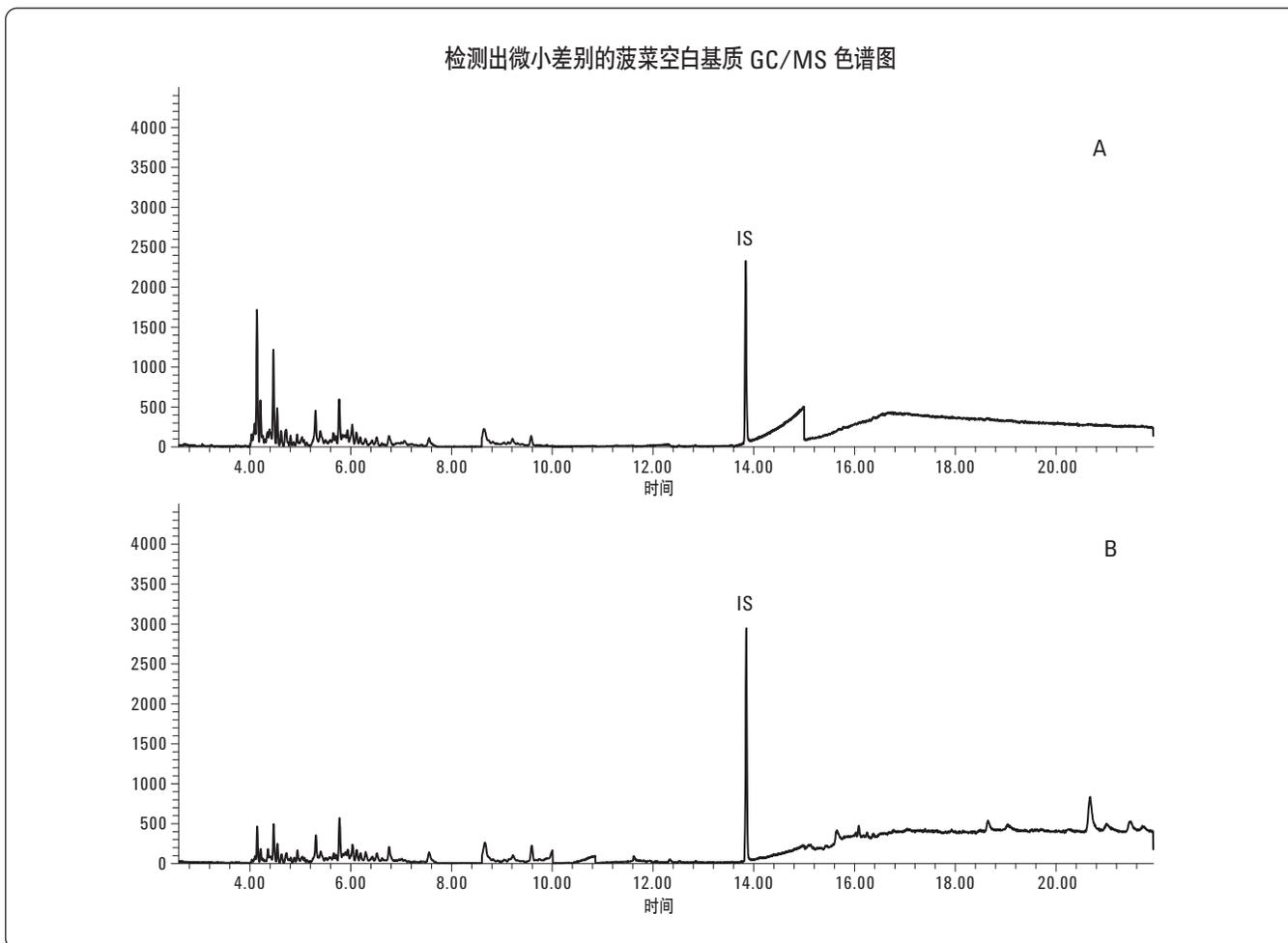


图 2. 经传统分散固相萃取法 (A) 和改进分散固相萃取法 (B) 处理的菠菜空白基质 GC/MS 色谱图。IS: 内标物-三苯基磷 (TTP)

采用传统和改进 AOAC 分散法的 50 ng/g 加标菠菜样品的 GC/MS 色谱图

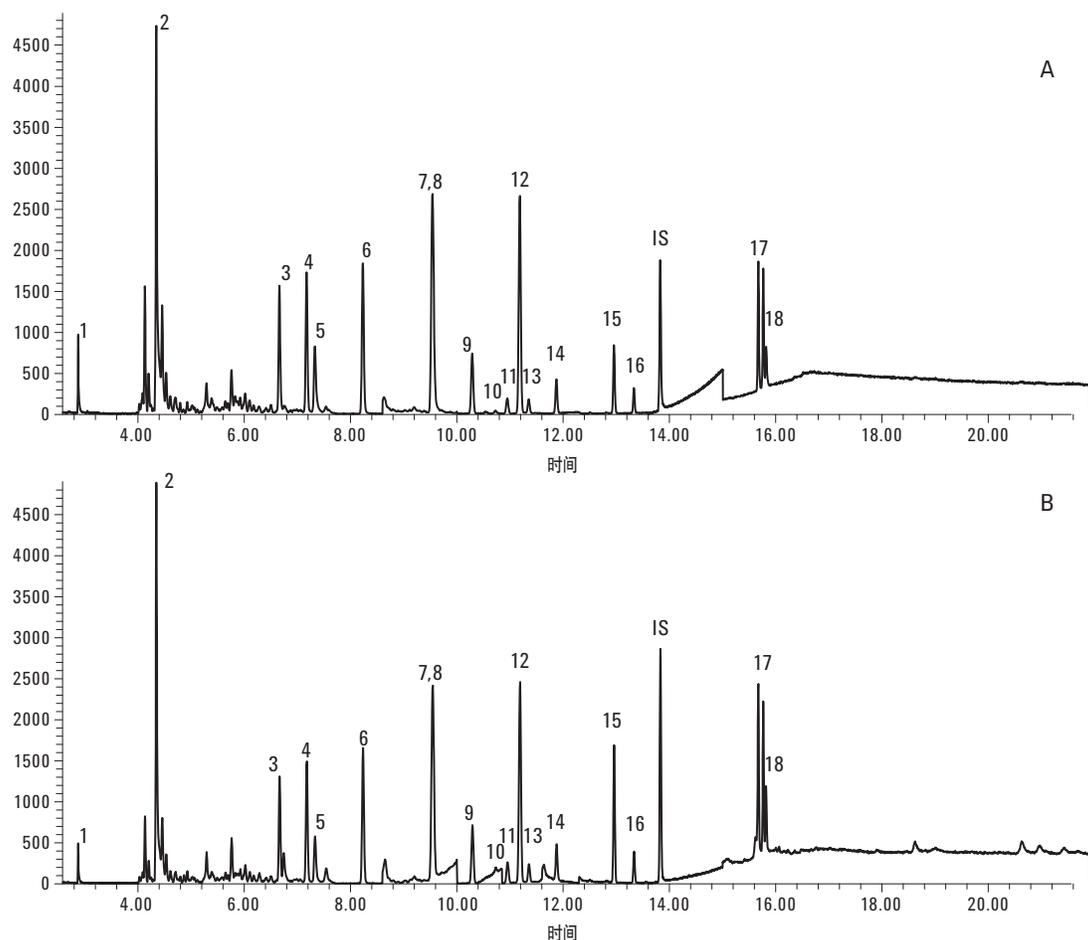


图 3. 经传统分散固相萃取法 (A) 和改进分散固相萃取法 (B) 处理的 50ng/g 加标菠菜样品萃取物的 GC/MS 色谱图。峰鉴定: 1. 敌敌畏, 2. σ -苯基苯酚, 3. 林丹, 4. 二嗪农, 5. 百菌清, 6. 甲基毒死蜱, 7. 二氯二苯甲酮, 8. 毒死蜱, 9. 环氧七氯, 10. 福尔培 (灭菌丹), 11. γ -氯丹, 12. DDE, 13. α -氯丹, 14. 狄氏剂, 15. 乙硫磷, 16. 硫丹硫酸盐, 17. 百灭宁, 18. 蝇毒磷

线性和定量限 (LOQ)

除灭菌丹外, 对所有农药的线性范围为 10-400 ng/g, 灭菌丹的线性范围为 50-400 ng/g。对于由传统和改进方法处理的样品, 用相应的空白基质绘制校准曲线。标准曲线中空白基质的加标水平分别为 10、20、100、250 和 400 ng/g。校准曲线的绘制是通过以分析物的相对响应 (分析物峰面积/内标物峰面积) 对分析物的相对

浓度 (分析物浓度/内标物浓度) 作图得到的。所建立的农药 10 ng/g 定量限 (10 ppb) 和福尔培 50 ng/g 定量限 (50 ppb) 大大低于这些农药在水果和蔬菜中的最高允许残留限量 (MRL)。用于校准曲线的回归拟合是平均响应因子。表 3 给出了 1 mL 和 8 mL 分散固相萃取的线性回归方程和相关系数 (R^2)。

表 3. 菠菜萃取物中 17 种农药的线性

农药	1 mL 分散固相萃取		1 mL 分散固相萃取	
	线性项	RF Rel Std Dev (%)	线性项	RF Rel Std Dev (%)
敌敌畏	5.55e-001	9.1	4.71e-001	6.8
<i>o</i> -苯基苯酚	2.93e+000	7.9	2.30e+000	9.3
林丹	8.34e-001	9.5	6.98e-001	8.1
二嗪农	1.03e+000	8.7	9.25e-001	11.2
百菌清 *	7.67e-001	14.2	7.83e-001	13.7
甲基毒死蜱	1.26e+000	12.5	1.20e+000	10.3
二氯二苯甲酮 *	3.03e+000	9.8	2.61e+000	12.2
毒死蜱	6.46e-001	6.9	5.99e-001	11.5
福尔培 (灭菌丹) **,	4.36e-002	10.2	3.33e-002	11.4
γ -氯丹	1.73e-001	6.2	1.38e-001	6.4
DDE	2.98e+000	7.4	2.49e+000	6.2
α -氯丹	1.37e-001	8.1	1.07e-001	8.1
狄氏剂	3.41e-001	5.1	2.92e-001	10.6
乙硫磷	1.07e+000	15.6	1.42e+000	12.2
硫丹硫酸盐	3.06e-001	4.6	2.42e-001	4.2
百灭宁	1.14e+000	6.4	1.22e+000	9.7
蝇毒磷 *	3.45e-001	6.4	2.64e-001	11.3

* 改进分散固相萃取法的结果

** 校准曲线范围：50-400 ng/g

回收率和重现性

通过在研碎的菠菜样品中添加农药标准品考察方法的回收率和重现性，添加水平为 10、50 和 200 ng/g。这些 QC 样品是通过空白基质校准曲线来定量的，每个添加水平重复 6 次。1 mL 和 8 mL 分散固相萃取的回收率和重现性数据（用 RSD 表示）分别列于表 4 和表 5 中。前面实验证明分散固相萃取的体系大小（1 mL 和 8 mL）并不影响分析结果，由于样品量限制，没有进行 8 mL 体系的改进分散固相萃取实验。在筛选的 18 种适于 GC 分析的农药中，发现有四种农药——百菌清、二氯二苯甲酮、福尔培以及蝇毒磷，在分散固相萃取中石墨化炭黑会带来负效应。随着甲苯的加入，这些农药的回收率由 50% 增加至 200%，同时还具有较高的精度。然而，改进后的方法也降低了某些传统方法成功分析农药的回收率。

这里给出的定量结果中，14 种农药的测定结果来源于传统分散固相萃取法，而另外 4 种农药的测定结果则是来源于改进的分散固相萃取法。从结果可以看出，采用传统方法处理的 14 种农药得到了良好的回收率（1 mL 固相萃取的平均回收率 88.8% 和 8 mL 固相萃取的平均回收率 86.3%）和精确度（1 mL 固相萃取的平均 RSD 为 5.4% 和 8 mL 固相萃取的平均 RSD 为 4.8%）。虽然经改进分散固相萃取法处理的四种农药回收率较低（1 mL 固相萃取的平均回收率 75.3%），但得到了较高的精密度（1 mL 固相萃取体系的平均 RSD 为 6.1%），这个结果比用传统方法得到的结果（平均回收率 41.7%，平均 RSD 为 14.9%）好得多。请参阅已出版的应用指南[4]中的详细讨论。对灭菌丹进行定量，但由于灵敏性较差，其定量限仅为 50 ng/g。

表 4. 菠菜的 AOAC 分散固相萃取, 1 mL 样品体积, 2 mL 离心管, LC/MS/MS 测定结果

农药	低 QC (10 ng/g)		中 QC (50 ng/g)		高 QC (200 ng/g)	
	回收率	RSD	回收率	RSD	回收率	RSD
敌敌畏	94.0	3.0	91.7	10.5	80.9	4.6
<i>o</i> -苯基苯酚	95.0	2.2	92.0	7.9	78.7	3.8
林丹	83.7	3.1	93.9	12.2	91.8	3.3
二嗪农	97.3	4.3	95.6	9.9	91.8	3.3
百菌清*	47.5	6.8	44.9	6.6	49.4	4.3
甲基毒死蜱	74.1	4.6	71.7	4.5	72.2	5.8
二氯二苯甲酮*	97.5	7.6	66.8	3.9	68.8	6.8
毒死蜱	88.3	3.0	79.6	3.5	77.0	3.5
环氧七氯	74.9	1.9	81.6	11.7	78.2	3.9
福尔培 (灭菌丹)*	NA	NA	98.8	6.0	77.7	6.7
γ -氯丹	106.0	4.9	112.2	3.3	93.6	5.3
DDE	80.3	2.2	86.8	9.6	75.4	3.5
α -氯丹	107.6	4.2	108.4	3.5	91.6	3.7
狄氏剂	99.7	2.6	93.7	9.6	78.9	3.4
乙硫磷	91.4	3.4	100.0	5.0	107.4	7.6
硫丹硫酸盐	93.7	4.8	97.3	8.8	89.8	4.3
百灭宁	84.7	5.7	74.8	9.9	84.6	6.0
蝇毒磷*	98.4	5.5	84.2	9.5	81.2	3.2

* 由改进的分散固相萃取法得到的结果

表 5. 菠菜 AOAC 分散固相萃取, 8 mL 体积, 15 mL 离心管, GC/MS 测定结果

农药	低 QC (10 ng/g)		中 QC (50 ng/g)		高 QC (200 ng/g)	
	回收率	RSD	回收率	RSD	回收率	RSD
敌敌畏	93.7	2.6	92.5	4.2	86.2	5.9
<i>o</i> -苯基苯酚	87.9	5.1	92.5	6.6	95.2	6.3
林丹	83.1	5.1	85.4	2.9	84.5	5.2
二嗪农	85.8	6.9	85.2	2.9	87.3	5.5
百菌清*	21.1	49.7	23.6	14.3	23.2	14.0
甲基毒死蜱	76.4	2.4	73.9	2.7	73.8	3.6
二氯二苯甲酮*	93.3	4.1	56.6	2.0	61.4	4.5
毒死蜱	77.8	3.6	70.2	4.6	69.0	3.1
环氧七氯	78.6	4.6	79.6	2.6	85.3	5.1
福尔培(灭菌丹)*	NA	NA	60.3	17.4	53.7	10.7
γ -氯丹	106.8	5.7	110.7	3.5	100.4	4.9
DDE	80.8	4.2	81.8	2.6	81.3	4.9
α -氯丹	104.2	6.2	103.6	3.3	95.8	5.3
狄氏剂	96.4	6.2	93.0	1.2	79.3	5.3
乙硫磷	83.8	4.0	82.8	2.3	85.3	4.9
硫丹硫酸盐	90.5	8.8	87.5	7.3	84.5	6.4
百灭宁	84.0	4.9	78.4	6.8	79.5	10.7
蝇毒磷*	61.2	22.2	42.6	28.8	35.3	20.6

* 由于分散固相萃取中石墨化炭黑的影响, 结果较差。可通过在分散固相萃取中添加甲苯进行改善

结论

用于色素性水果和蔬菜的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲液萃取试剂盒和分散固相萃取试剂盒为我们提供了一个对菠菜中有代表性的挥发性和半挥发性农药进行简单、快速和有效的净化方法。添加甲苯的改进分散固相萃取法, 为改善分散固相萃取中由石墨化炭黑引起的平面分子结构的农药的损失提供了一个

非常有用的选择。加标基质的回收率和重现性实验表明, 该方法可用于对菠菜中多种和多组分残留农药的检测。菠菜中的杂质和基质效应并不影响目标化合物的定量。由于所选农药代表了各种各样的不同物质种类和属性, 安捷伦公司用于色素性蔬菜和水果检测的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲液萃取及分散试剂盒也可用于类似色素性基质中其它农药的分析。

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," *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. 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. L. Zhao, J. Stevens, "Optimizing Recoveries of Planar Pesticides in Spinach Using Toluene and Agilent Bond Elut AOAC QuEChERS Kits with Graphitized Carbon," Agilent Technologies publication, 5990-4247EN.
5. L. Zhao, J. Stevens, "Analysis of Pesticide Residues in Spinach Using Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC kit by LC/MS/MS Detection," Agilent Technologies publication, 5990-4248EN.
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.mrlatabase.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

如需了解更多信息

关于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

2012年1月中国印刷

5990-4305CHCN



Agilent Technologies