

用 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒进行菠菜中残留农药的 LC/MS/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 19808
美国

摘要

本应用方法介绍了一种简单、快捷、廉价、有效、耐用、安全的(QuEChERS) EN 样品制备方法及其应用,该方法可用于菠菜中 13 种具代表性的不同种类残留农药的萃取和净化。菠菜被认为是一种高色素基质,而用于高色素瓜果和蔬菜的 EN 分散固相萃取试剂盒是有选择性的。试剂盒中将添加了 7.5 mg/mL 石墨化碳黑(GCB)的乙腈萃取剂。通过液相色谱和电喷离子化串联质谱仪联用(LC-ESI-MS/MS),正离子模式多重反应监测模式(MRM)测定菠菜萃取物中的残留农药。通常认为 GCB 对平面结构的农药萃取有显著的负影响。但是,本文研究结果显示在 EN 分散固相萃取试剂盒中添加少量 GCB 时对平面结构农药的影响可以忽略,所得定量结果也是可以接受。本指南给出的菠菜中农药的定量限(LOQ)为 5 ng/g,大大低于最高允许残留限量(MRL)。回收试验的加标水平分别为 10、20、200 ng/g,表明回收率在 60%-99%范围内(平均 85.4%),相对标准偏差低于 11%(平均 5.5%)。



Agilent Technologies

引言

EN QuEChERS 方法被广泛的用于食品中的农药分析,特别是在欧洲。该方法采用乙腈作萃取剂,然后通过利用无水硫酸镁、氯化钠和柠檬酸盐缓冲液从样品中的盐析出水来诱导液-液分层。为了净化的需要,采用了分散固相萃取步骤,结合乙二胺-N-丙基硅烷(PSA)的使用以除去脂肪酸及其它组分,无水硫酸镁则用来吸收萃取物中的残留水。根据不同的食物基质,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。

由于含有高浓度的叶绿素,菠菜被认为是一种高色素蔬菜。因此,本应用选用适用于高色素量商品的 EN 分散固相萃取试剂盒。在这些试剂盒中,除了 25 毫克 PSA 和 150 毫克 $MgSO_4$ 外,每毫升乙腈萃取剂中还加入了 7.5 毫克 GCB。GCB 可以吸附平面分子如色素和甾醇,因此它对于净化色素基质如菠菜是非常有帮助的。GCB 添加量越大,平面分子吸收得越多,可得到更干净基质的样品。EN 法和 AOAC 法在净化高色素基质方面的主要区别是在分散固相萃取步骤中 GCB 添加量不同。AOAC 法中 GCB 的添加量较高(每毫升乙腈萃取剂中添加 5 毫克 GCB),EN 法中 GCB 的添加量较低(处理“有色”产品时,每毫升乙腈萃取剂中添加 2.5 毫克 GCB;处理“深色”产品时,每毫升乙腈萃取剂中添加 7.5 毫克 GCB)。GCB 对平面农药萃取的影响随所用方法的不同而有所区别。AOAC 法可制得基质更干净的样品,但是易造成平面农药分子的大量损失;与此相反,EN 法造成的平面农药分子损失较少,但样品基质更为复杂。

之前,我们曾介绍过一种改进的 AOAC 法,即在分散固相萃取中添加甲苯可明显提高高色素基质(如菠菜)中平面结构农药的萃取效率[3]。随后,我们采用原始 AOAC 法(不含甲苯)和改进的 AOAC 法(添加甲苯)相结合阐明了 Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒在菠菜中农药残留分析方面的性能[4, 5]。在这项研究中,采用 13 种农药评价了安捷伦 EN 缓冲萃取剂(部件号 5982-5650)和 Bond Elut QuEChERS EN 分散固相萃取试剂盒在高色素水果和蔬

菜(部件号 5982-5321 和 5982-5356)分析中的性能。也验证了该方法的重现性和回收率也。表 1 是菠菜中各种农药的化学和法规信息。

实验部分

药品和试剂

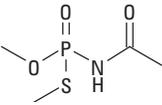
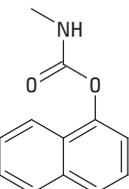
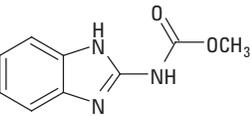
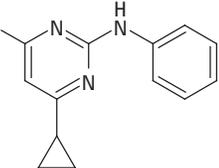
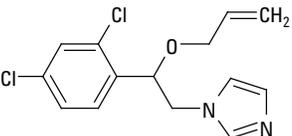
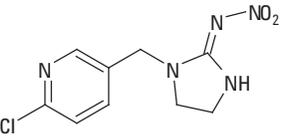
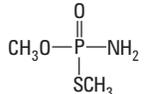
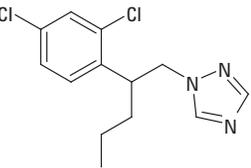
所用试剂和溶剂均为高效液相纯级或分析纯级。甲醇和甲苯购自霍尼韦尔(美国,马斯基根)。乙腈(ACN)、二甲基亚砜(DMSO)、冰醋酸(HAc)购自 Sigma- Aldrich 公司(美国,密苏里州圣路易斯)。醋酸铵(NH_4OAc)购自费舍尔化工(美国,新泽西, Fair Lawn)。甲酸(FA)购自 Fluka(德国, Sleinheim)。农药标准品和内标物(磷酸三苯酯, TPP)分别购自 Sigma- Aldrich 公司(美国密苏里州圣路易斯)、Chem Service 公司(美国宾夕法尼亚州西切斯特)、Ultra Scientific 公司(美国罗得岛州北金斯敦)或 AlfaAesar (美国,马萨诸塞州, Ward Hill)。

溶液及标准品

将 19.27 克 NH_4OAc 粉末溶解在 250 mL Milli-Q 超纯水中,用 PH 计监控,采用乙酸调溶液 PH 值到 5,得到 PH=5 的 1M 醋酸铵原液,并于 4 °C 保存。将 200mL MeOH 与 800mL Milli-Q 超纯水混合,加入 5mL PH=5 的 1M 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 1L 乙腈中加入 5mL PH=5 的 1 M 醋酸铵原液,均匀混合后超声 5 min,即得 5 mM 醋酸铵乙腈溶液。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。

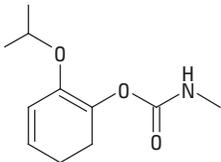
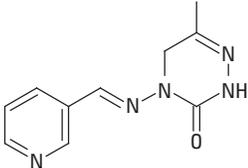
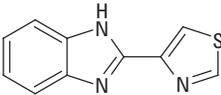
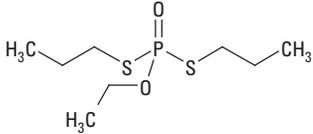
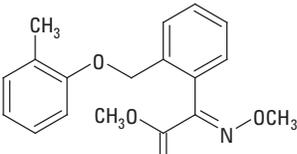
标准品和内标物(IS)储备液(除多菌灵为 0.5 mg/ mL 外,其余均为 2.0 mg/ mL)分别用 MeOH,含 0.1 %甲酸溶液的乙腈或 DMSO 配制,于 -20 °C 下低温储存。1、5、20 $\mu g/mL$ 的三种 QC 加标溶液以乙腈和 0.1%甲酸溶液的水 1:1 混合作为基质,现配现用。制备 10 $\mu g/mL$ 标准品的乙腈/水(含 0.1% FA)=1:1 的加标溶液,并通过适当稀释,用于获得空白基质加标标准曲线。以含 0.1%甲酸溶液的 1:1 乙腈/ H_2O 为溶剂,制备 15 $\mu g/mL$ 的 TPP 加标溶液。

表 1. 农药的化学和法规信息[6-8]

名称	分类	Log P	pKa	结构	菠菜中最高允许残留量 (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		500
抑菌唑	咪唑	3.82	6.53		20
吡虫啉	新烟碱类	0.57	NA		1000
甲胺磷	有机磷	-0.79	NA		10
戊菌唑	三唑	3.72	1.51		50

(转下页)

表 1. 农药的化学和法规信息[6-8]

名称	分类	Log P	pKa	结构	菠菜中最高允许残留量 (ng/g)*
残杀威	氨基甲酸酯类	0.14	NA		2000
吡蚜酮	吡啶	-0.19	4.06		600
涕必灵	苯并咪唑	2.39	4.73 12.00 0		50
灭线磷	有机磷	2.99	NA		5
醚菌酯	嗜球果伞素	3.4	NA		50

* 表中所列 MRL 数据是针对菠菜或其他蔬菜中的农药。在不同商品中，MRL 可能高一些。

仪器和材料

Agilent 1200 Series HPLC with Diode Array Detector (Agilent Technologies Inc., CA, USA)

配备二极管阵列检测器的 Agilent 1200 系列高效液相色谱系统 (美国, 加州, 安捷伦科技有限公司)

配置电喷雾离子源的 Agilent 6410 三重串联四级杆 LC / MS 系统 (美国, 加州, 安捷伦科技有限公司)

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒, 部件号 5982-5650 和用于高色素水果和蔬菜的 Bond Elut QuEChERS EN 分散固相萃取试剂盒, 部件号 5982 - 5321 和 5982- 5356 (安捷伦科技有限公司, 德州, 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)

仪器条件

LC/MS/MS 法如前所述[9]

液相色谱条件

色谱柱: Agilent ZORBAX 溶剂节省 Plus Eclipse Plus 苯基-己基柱, 3.0 x 150 mm, 3.5 μ m (部件号 959963-312)

流速: 0.3 mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 10 μ L

流动相: A, PH=5 的 5 mM 乙酸铵 MeOH/H₂O=20:80 溶液;
B, PH=5 的 5mM 乙酸铵乙腈溶液

洗针液: 1:1:1:1 乙腈/甲醇/异丙醇/水含 0.2%甲酸

梯度:

时间	% 乙腈	流速 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
13.0	停止	

后运行: 4 分钟
总分析时间: 17 分钟

质谱条件

正离子模式
气体温度: 350 $^{\circ}$ C
气体流速: 10 升/分
雾化气: 40 Psi
毛细管电压: 4000V

分析物相关的其他条件列于表 2。

样品制备

样品制备过程包括样品粉碎, 萃取/分离和分散固相萃取净化等步骤, 这在早期的应用指南上有详细的描述。[9]菠菜样品处理过程与苹果样品处理过程很相似, 但与一般的水果和蔬菜样品处理相比, 菠菜样品处理的分散固相萃取试剂盒适用于高色素量产品分析。

简单来说, 首先将冻存的有机菠菜彻底匀浆。取 10 克 (\pm 0.1 克) 匀浆后的样品放入 50 毫升离心管中。如需要, 可先通过适当的 QC 加标溶液(100 μ L)对样品进行加标, 然后加入 66.7 μ L IS 加标溶液 (15 μ g/mL 的 TPP)。涡旋 30 秒, 每个样品管中加 10 mL 乙腈, 盖紧样品管盖, 振摇 1 分钟。每一个离心管中直接加入 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取盐包(部件号 5982-5650)及 4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠, 0.5 g 柠檬酸氢钠半水合物。盖好管, 用力振摇 1 分钟, 于 4000 rpm 离心 5 分钟。

1 mL 上层乙腈层转入安捷伦分散型固相萃取柱的 2 mL 管中 (部件号 5982-5321); 或 6 mL 上清液转入安捷伦分散型固相萃取柱的 15 mL 管中 (部件号 5982-5356)。2 mL 的管中含有 25 mg PSA, 150 mg 无水硫酸镁和 7.5 mg GCB, 而 15 mL 管中则含有 150 mg PSA, 900 mg 无水硫酸镁及 45 mg GCB。盖紧管, 用力摇 1 分钟。将 2 mL 管放入微型离心机中 13000 rpm 离心 2 min, 15 mL 管在标准离心机以 4000 rpm 离心 5 min。取 200 μ L 等份的萃取液转移到进样瓶中, 立即加入 10 μ L 1% 甲酸的乙腈溶液。然后加入 800 μ L 水或者适量的标准品溶液 (制备成水溶液)。盖紧样品管, 涡旋混匀, 以备 LC/MS/MS 分析。

表2 用于13种农药的LC/MS/MS分析的仪器设置参数

分析物	多反应监测通道 (m/z)	碰撞电压 (V)	CE (V)	保留时间 (min)
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	
吡虫啉	1) 256.1 > 209.1	60	12	5.53
	2) 256.1 > 175.0		18	
噻菌灵	1) 202.1 > 175.0	110	27	5.65
	2) 202.1 > 131.0		38	
残杀威	1) 210.1 > 111.0	50	12	6.89
	2) 210.1 > 92.9		15	
西维因	1) 202.0 > 145.0	50	3	7.30
	2) 202.0 > 115.0		40	
灭线磷	1) 243.1 > 130.9	80	15	8.50
	2) 243.1 > 172.9		15	
抑霉唑	1) 297.1 > 158.9	80	22	8.52
	2) 297.1 > 200.9		15	
戊菌唑	1) 284.1 > 158.9	80	32	8.95
	2) 284.1 > 172.9		32	
啉菌环胺	1) 226.1 > 93.0	120	35	9.23
	2) 226.1 > 108.0		35	
醚菌酯	1) 314.0 > 222.1	70	10	9.44
	2) 314.0 > 235.0		10	
三苯基磷 (内标物)	1) 327.1 > 77.0	70	45	9.49
	2) 327.1 > 151.9		45	

- 1) 定量离子 transition 通道
2) 定性离子 transitio 通道

结果与讨论

QuEChERS 方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。对于含色素的水果和蔬菜，在分散型固相萃取管中添加石墨化碳黑 (GCB) 可以提高色素和甾醇的清除效率。清除效率与 GCB 的加入量有关。添加 GCB 的量越多，处理后的基质就会越干净，最终样品中的基质干扰就越少。由于 GCB 也可能导致萃取过程中的平面结构农药分子的清除，所以在 EN 分散固相萃取步骤中使用了非常少量的 GCB。与 AOAC 方法相比，用于色素性物质的 EN 方法在分散固相萃取步骤中使用了非常少量

的 GCB。对于像胡萝卜、生菜这样的普通色素性商品，每毫升乙腈萃取剂中添加 2.5 mg 的 GCB；对于高色素性商品如菠菜和红甜椒，每毫升乙腈萃取剂中则需要添加 7.5 mg 的 GCB。[1]

根据建议，我们研究中采用适用于高色素产品的 EN 分散萃取试剂盒。由于采用高色素试剂盒，EN 方法中的 GCB 用量仍然比 AOAC 方法低得多，每 mL 乙腈萃取剂中只需添加 50 mg GCB。所以，很明显，EN 方法中的基质净化效率要比 AOAC 法弱得多。通过 EN 方法处理得到的样品仍然呈现深绿色，而先前经过 AOAC 法处理后的样品几乎呈无色透明状。空白基质的紫外光谱

($\lambda = 254 \text{ nm}$) 也有差异, 如图 1 所示。EN 法处理的空白基质中干扰峰更多, 而且更多的杂质在色谱柱或离子源处累积, 可能对色谱柱及质谱仪造成不利影响。然而, 由于 LC/MS/MS 提供了卓越的选择性, 空白基质的 MRM 色谱图并没有显示任何目标分析物的干扰峰。图 2 显示了空白基质 (添加内标物) 和 50 ng/g 经过 EN 分散萃取法处理的加标菠菜萃取物的 LC/MS/MS 色谱图。

4 种农药包括多菌灵、噻菌灵、啉菌环胺和吡蚜酮, 由于具有平面结构, 在经过原来的 AOAC 分散固相萃取方法处理时明显损失。

而在固相萃取步骤中, 添加甲苯改进该方法可以提高萃取效率 [3,4]。为了研究 GCB 对于平面结构农药的影响, 我们比较了固相萃取步骤中分别添加和不添加甲苯时, 对相同农药标准品 (50 ng/g) 水平加标的菠菜样品萃取效果。结果表明, 在 EN 法中 GCB 的使用量比较少时, 平面农药很少或没有损失, 加入甲苯没有明显改善。因此, 后续实验采用了原始的 EN 方法。也考察了该方法的回收率和重现性, 还对定量结果进行了讨论。

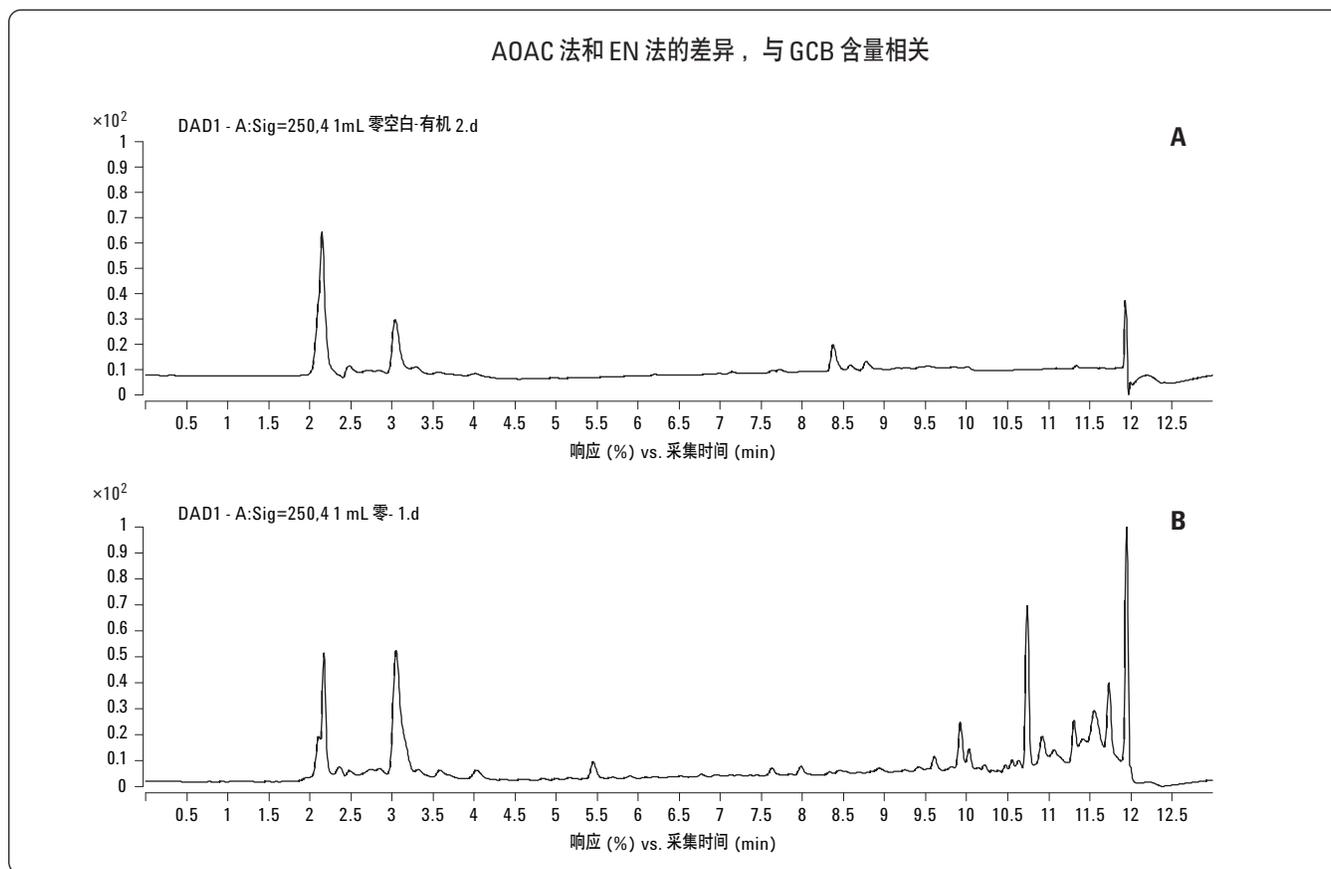


图 1. AOAC 法 (A) 和 EN 法 (B) 处理的空白基质的紫外色谱 ($\lambda = 254 \text{ nm}$)

利用 EN QuEChERS 方法观察 LC/MS/MS 对高色素量水果和蔬菜的选择性

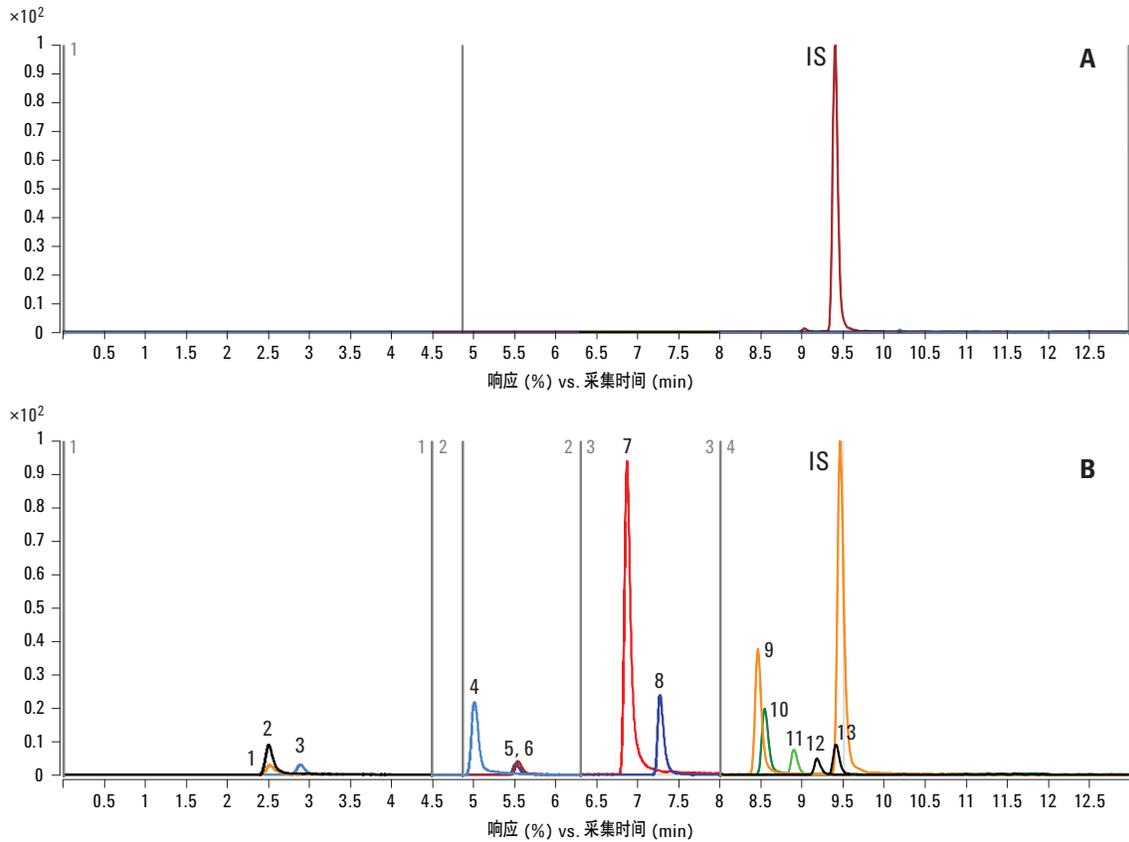


图2. 菠菜空白基质 (A) 和 50 ng/g 加标样品 (B) 经 EN 法处理后的 MRM 色谱图。峰鉴别: 1. 甲胺磷, 2. 乙酰甲胺磷, 3. 吡蚜酮, 4. 多菌灵, 5. 吡虫啉, 6. 噻菌灵, 7. 残杀威, 8. 甲萘威, 9. 灭线磷, 10. 抑霉唑, 11. 戊菌唑, 12. 啉菌环胺, 13. 醚菌甲基 IS: 内标物, 三苯基磷

线性和定量限 (LOQ)

所有检测农药的线性范围为 5-250 ng/g。标准曲线是通过空白基质加标测定的, 浓度水平为 5、10、50、100、200 和 250 ng/g。内标物 TPP 的浓度是 100 ng/g。标准曲线是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。所建立的农药定量限 (5 ppb) 5 ng/g 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)。表 3 给出了 1 mL 和 6 mL 分散固相萃取的线性回归方程和相关系数 (R^2)。

表 3. 菠菜提取物中农药的线性

分析物	1mL 分散固相 萃取回归方程	R ² 相关系数	6mL 分散固相 萃取回归方程	R ² 相关系数
甲胺磷	Y = 0.2220X + 0.0005	0.9950	Y = 0.2244X + 0.0003	0.9893
乙酰甲胺磷	Y = 0.0814X + 0.0008	0.9972	Y = 0.0797X + 0.0005	0.9974
吡蚜酮	Y = 0.2063X + 0.0009	0.9559	Y = 0.1544X - 0.0006	0.9946
多菌灵	Y = 0.9015X + 0.0164	0.9945	Y = 0.8526X + 0.0008	0.9917
吡虫啉	Y = 0.0630X + 0.0001	0.9814	Y = 0.0682X - 0.0002	0.9952
噻菌灵	Y = 0.3028X + 0.0059	0.9539	Y = 0.2315X + 0.0007	0.9968
残杀威	Y = 1.3721X + 0.0018	0.9983	Y = 1.3304X + 0.0003	0.9981
西维因	Y = 0.3459X + 0.0009	0.9968	Y = 0.3224X - 0.0003	0.9963
灭线磷	Y = 0.7588X - 0.0011	0.9979	Y = 0.7211X - 0.0023	0.9984
抑霉唑	Y = 0.4644X + 0.0007	0.9889	Y = 0.4203X + 0.0002	0.9990
戊菌唑	Y = 0.1647X - 0.0010	0.9937	Y = 0.1595X - 0.0008	0.9979
啉菌环胺	Y = 0.2575X + 0.0010	0.9884	Y = 0.2272X + 0.0007	0.9987
醚菌酯	Y = 0.1175X - 0.0003	0.9976	Y = 0.1779X - 0.0008	0.9962

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标准曲线来定量的。每个浓度水平都要进行 6 次重复实验。1 mL 和 6 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。由此可见，非平面结构的九种农药都具有良好的回收率（1 mL 固相萃取的平均回收率 90.4% 和 6 mL 固相萃取的平均回收率 94.3%）和精密度（1 mL 固相萃取的 RSD 为 4.7% 和 6 mL 固相萃取的 RSD 为 5.3%）。具有平面结构的四种农药回收率较低但仍处于可接受范围（1 mL 固相萃取的平

均回收率 71.8% 和 6 mL 固相萃取的平均回收率 79.8%）和较好的精密度（1 mL 固相萃取的 RSD 为 5.8% 和 6 mL 固相萃取的 RSD 为 4.8%）。

GBC 对平面结构农药的影响是可见的，并且随着化合物的不同而有所不同。啉菌环胺显示出良好的重现性和精密度。多菌灵的在中低水平 QC 中重现性和精密度较好，但在高水平 QCs 中重现性相对较差。吡蚜酮和噻菌灵较低重现性较差但是有可以接受的精确度。表 6 中数据显示，由 EN 法和 AOAC 法（添加甲苯）所测得的平面结构农药的结果可相媲美。

表 4. 1 mL 分散固相萃取管(部件号 5982-5321)中加标菜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	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)
甲胺磷	85.5	4.1	84.4	3.8	87.5	6.2
乙酰甲胺磷	83.7	8.3	84.6	5.9	91.6	5.8
吡蚜酮*	60.0	6.4	57.8	4.7	61.4	9.1
多菌灵*	78.0	7.1	87.7	3.9	49.8	6.8
吡虫啉	96.5	6.2	91.1	4.6	94.6	4.6
噻菌灵*	64.3	7.0	71.5	6.5	71.5	5.8
残杀威	93.7	4.7	92.0	4.1	86.7	4.3
西维因	93.8	5.6	89.4	3.6	91.4	4.1
灭线磷	97.1	4.6	89.8	2.6	83.7	4.1
抑霉唑	86.6	5.7	80.6	4.9	84.2	4.8
戊菌唑	107.8	4.9	94.4	3.2	81.2	3.7
啉菌环胺*	89.6	4.4	88.6	4.5	80.8	3.9
醚菌酯	101.5	3.8	94.6	1.4	92.8	3.8

* 含平面结构的农药

表 5. 6 mL 分散固相萃取管(部件号 5982-5321)中加标菠菜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	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)
甲胺磷	85.0	8.3	87.7	2.7	95.0	9.4
乙酰甲胺磷	88.6	5.1	84.6	3.1	94.6	9.3
吡蚜酮*	68.7	3.7	65.7	1.5	71.9	10.8
多菌灵*	94.0	5.4	91.4	2.7	53.5	9.3
吡虫啉	102.0	8.9	85.4	6.1	100.1	7.7
噻菌灵*	77.2	4.4	77.6	2.4	79.2	9.7
残杀威	98.2	5.7	96.3	1.8	93.9	7.2
西维因	98.5	3.6	94.0	1.7	97.4	7.2
灭线磷	102.3	6.0	95.3	1.7	91.0	6.8
抑霉唑	88.8	6.4	86.8	2.8	93.5	7.7
戊菌唑	104.5	2.5	96.4	2.0	84.6	5.5
啉菌环胺*	101.5	4.2	92.2	2.4	86.8	7.6
醚菌酯	99.7	6.1	97.4	1.6	95.3	6.9

* 含平面结构的农药

表 6. EN 法和 AOAC 法（添加甲苯）所测得的平面结构农药的结果比较

分析物	用于高色素量基质的 EN 方法		添加甲苯的改进 AOAC 方法	
	平均回收率 (%)	平均相对标准偏差 (%)	平均回收率 (%)	平均相对标准偏差 (%)
多菌灵	75.7	5.9	98.5	2.5
多菌灵	89.9	4.5	63.1	3.2
吡蚜酮	64.3	6.0	65.2	3.7
噻菌灵	73.2	4.9	69.7	2.7

* 此数据可查阅参考文献[4]

结论

用于高色素水果和蔬菜的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲萃取试剂盒和分散固相萃取试剂盒为我们提供了一个菠菜中代表性农药进行简单、快速和有效的净化方法。在色散固相萃取中使用小量的 GCB 并不会显著影响平面结构农药的萃取，这使高色素量基质中的萃取过程像在一般的水果和蔬菜中那样简单。加标基质的回收率和重现性表明，对于菠菜中多种类和多组分残留农药的检测也是可以接受的。然而，最终萃取的基质中包含更多杂质，可能对色谱柱和质谱仪有更多的不利影响。由于所选农药代表了不同种类和属性，安捷伦公司用于高色素蔬菜和水果检测的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲萃取及分散试剂盒也可用于类似高色素基质中其它农药的分析。

参考文献

1. 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
2. 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.

3. L. Zhao, J. Stevens, "Optimizing Recoveries of Planar Pesticides in Spinach Using Toluene and Agilent Bond Elut AOAC QuEChERS Kits with Graphized Carbon," Agilent Technologies publication 5990-4247EN.
4. 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.
5. L. Zhao, J. Stevens, "Analysis of Pesticide Residues in Spinach Using Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC Kit by GC/MS. Agilent Technologies publication 5990-4305EN.
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>

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 6 日

中国印刷

5990-4395CHCN



Agilent Technologies