

# 测定三文鱼和牛肉中的 19 种多环芳烃化合物

使用 Captiva EMR-Lipid 净化并通过 GC/MS/MS 进行分析

## 作者

Limian Zhao 和 Diana Wong  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

本应用简报介绍了用于分析三文鱼和牛肉中的多环芳烃 (PAH) 残留物的多残留方法的开发与验证。该方法使用液相萃取以及 Agilent Captiva EMR-Lipid 净化, 并通过 GC/MS/MS 进行分析。使用固/液萃取 (SoLE) 对三文鱼或牛肉样品进行萃取, 再通过 Captiva EMR-Lipid 净化。然后使用异辛烷对净化的样品洗脱液进行反萃取, 以在 GC/MS/MS 分析之前去除水。在两步法 SoLE 中使用乙酸乙酯和乙腈的混合物, 改善了脂质食品基质中 PAH 的萃取效率。Agilent Captiva EMR-Lipid 过滤柱能够实现高效选择性净化, 并采用三文鱼和牛肉样品对开发的方法进行了验证。结果表明, 所有检测的 PAH 化合物均获得了满足欧盟委员会规定 (回收率 50%–120%) 的可接受的回收率结果, RSD 低于 20%, 且三文鱼和牛肉样品中浓度为 1–500 ng/g 的分析物的校准曲线  $R^2$  高于 0.99。通过重量法测得, 三文鱼和牛肉样品中基质共萃取残留物的去除效率分别为 60% 和 92%。

## 前言

PAH 是一类普遍存在的有毒化合物，其特征是具有热力学稳定的稠合芳香环结构。这些化合物天然存在于原油和煤中，也可以于食品的加工过程中形成。PAH 化合物可根据稠合芳香环的数量进行分类，例如分为轻 PAH（具有 2-3 个环）和重 PAH（具有 4-6 个环）。重 PAH 比轻 PAH 更稳定且毒性更高。由于它们具有疑似或经证实的致突变性或致癌性，这些化合物已经得到广泛研究和监管。美国食品药品监督管理局 (FDA) 要求对海鲜中低 ppb 级的 PAH 进行分析<sup>1</sup>。欧盟委员会 (EC) 规定了四种重 PAH 化合物（苯并(a)芘、苯并(a)蒽、苯并(b)荧蒽和蒽）的分析方法标准，要求每种 PAH 的定量限 (LOQ) 达到 0.9 µg/kg 且检测限 (LOD) 达到 0.3 µg/kg<sup>2</sup>。

PAH 为强亲脂性化合物，容易在鱼、肉、油和牛奶等脂质食品中发生生物累积。脂质食品基质中 PAH 的分析所面临的主要挑战，是将目标分析物与食品基质中存在的大量脂质化合物分离。这一挑战包括从脂肪基质中高效提取 PAH，然后选择性去除不需要的脂肪基质共萃取物。常用的样品前处理技术包括索氏提取<sup>3</sup>、超声辅助固/液萃取<sup>4</sup>、加压溶剂萃取<sup>5</sup>和 QuEChERS 萃取<sup>6</sup>。这些技术可以与固相萃取<sup>7</sup> (SPE) 或凝胶渗透色谱<sup>8</sup> 等净化步骤配合使用。

安捷伦增强型脂质去除 (EMR-Lipid) dSPE 净化产品自 2015 年推出以来就备受关注。EMR-Lipid dSPE 吸附剂与脂类的无支链烃链发生选择性相互作用，在溶液中留下大量目标分析物以供后续分析。这一选择性相互作用使其成为脂质食品基质中多类别残留分析的理想选择。与传统的 Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid (50%) 相比，Captiva EMR-Lipid 过滤柱只需更少的水进行吸附剂活化 (20%)。这一变化简化了工作流程，并改善了疏水性化合物在净化过程中的回收率<sup>9</sup>。

本研究考察了使用 Captiva EMR-Lipid 过滤柱流通式净化进行样品前处理，并通过 GC/MS/MS 分析三文鱼和牛肉中的 19 种 PAH 化合物。开发此方法的目的在于，改善先前使用 Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid dSPE 净化测定食品中 PAH 的方法的局限性<sup>10</sup>。表 1 显示了所检测的农药的分类、Log P 值、保留时间和 MS/MS 离子对。

表 1. 用于分析的 PAH、Log P 值、保留时间 (RT) 和 MS/MS 条件列表

PAH 化合物 (缩写)	Log P	RT (min)	第一 MS/MS (m/z)	CE (V)	第二 MS/MS (m/z)	CE (V)
萘 (Na)	3.3	6.12	128.1 → 102.1	20	128.1 → 78	20
蒽烯 (Ac)	3.9	8.28	152.1 → 126	30	152.1 → 150.1	50
芴 (F)	4.2	9.21	166.1 → 165	50	165.1 → 164.1	20
菲 (Pa)	4.5	11.50	178.1 → 152.1	25	178.1 → 176.1	50
蒽 (A)	4.5	11.65	178.1 → 176.1	50	178.1 → 152.1	25
芘 (P)	4.9	15.61	202.0 → 202.0	50	202.0 → 200.0	50
苯并[c]芴 (BcF)	5.4	16.62	215.8 → 214.8	50	215.8 → 212.8	50
苯并[a]蒽 (BaA)	5.9	19.29	228.1 → 226.1	30	226.1 → 224.1	35
蒽 (Ch)	5.9	19.45	228.1 → 226.1	30	226.1 → 224.1	40
5-甲基蒽 (5MeCh)	6.4	20.73	241.8 → 240.8	50	241.8 → 238.8	50
苯并[b]荧蒽 (BbF)	6.4	22.52	252.1 → 226.1	30	252.1 → 252.1	50
苯并[k]荧蒽 (BkF)	6.4	22.59	252.1 → 252.1	50	252.1 → 250.1	50
苯并[j]荧蒽 (BjF)	5.7	22.69	251.7 → 251.7	50	251.7 → 249.7	50
苯并[e]芘 (BeP)	6.4	23.66	251.8 → 251.8	50	251.8 → 249.8	50
苯并[a]芘 (BaP)	6.4	23.81	252.1 → 250.1	50	125.1 → 124.1	10
芘	6.4	24.21	252.1 → 252.1	50	252.1 → 250.1	50
二苯并[a,h]蒽 (DBahA)	7.1	27.68	277.8 → 277.8	50	277.8 → 275.8	50
茚并[1,2,3-cd]芘 (IP)	7.0	27.78	277.0 → 277.0	50	276.0 → 274.0	50
苯并[g,h,i]芘 (BghiP)	6.6	29.39	275.8 → 275.8	50	275.8 → 273.8	50

## 实验部分

### 化学品与试剂

PAH 和内标来自 Ultra-Scientific (North Kingstown, RI, USA) 或安捷伦。HPLC 级乙腈 (ACN)、丙酮和乙酸乙酯 (EtOAc) 购自 Honeywell (Muskegon, MI, USA)。试剂级异辛烷购自 Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA)。

### 溶液与标准品

用丙酮配制两种浓度分别为 2000 µg/mL 和 500 µg/mL 的 PAH 储备液。用丙酮由储备液制得浓度为 4 µg/mL 的工作溶液。然后每天用丙酮新鲜配制浓度为 1 µg/mL 的加标溶液以用于样品加标。用丙酮配制包含五种浓度为 20 µg/mL 的内标化合物的内标工作溶液。两种工作溶液均置于棕色玻璃样品瓶中，在 4 °C 的冰箱中储存一个月。

配制 20:80 EtOAc/ACN 萃取溶剂和 16:64:20 ACN/EtOAc/水洗脱溶液，室温储存。

### 仪器与材料

将 Agilent 7890B 气相色谱系统与 Agilent 7000D 三重四极杆 GC/MS 联用开展研究。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 (ALS) 以及基于辅助 EPC 模块控制的吹扫 Ultimate 接头的反吹系统。采用 Agilent MassHunter 工作站软件进行数据采集和分析。

样品前处理设备包括：

- Centra CL3R 离心机 (Thermo IEC, MA, USA)
- Multi Reax 试管振荡器 (Heidolph, Schwabach, Germany)
- 2010 Geno/Grinder (Metuchen, NJ, USA)
- 移液管和重复用移液器 (Eppendorf, NY, USA)
- 安捷伦正压 48 孔处理装置 (PPM-48) (部件号 5191-4101)
- Captiva EMR-Lipid 过滤柱, 3 mL, 300 mg (部件号 5190-1003)
- 陶瓷均质子 (部件号 5992-9312)

### 仪器条件

GC/MS/MS 仪器条件基于先前发表的方法确定<sup>11</sup>。表 2 列出了 GC/MS/MS 操作条件。

表 2. 7890B 和 7000D GC/MS/MS 条件

参数	值
色谱柱 1	J&W DB-EUPAH, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm (部件号 122-9632), 前多模式进样口至辅助 EPC 4
色谱柱 2	J&W Silcotek 去活管线, 1.36 m × 0.15 mm, 0 µm (部件号 160-7625-5), 辅助 EPC 4 至 MSD
载气	氦气
模式	恒流
色谱柱 1 流速	1.1063 mL/min
色谱柱 2 流速	1.942 mL/min
进样量	2 µL 脉冲不分流
进样口衬管	4 mm 内径超高惰性细径单锥衬管, 带玻璃毛 (部件号 5190-2293)
柱温箱升温程序	80 °C 保持 1 分钟, 以 25 °C/min 升至 200 °C, 然后以 8 °C/min 升至 335 °C, 保持 9.325 分钟
最高柱温箱温度	340 °C
运行时间	32 分钟
反吹条件	后运行 2 min 柱温箱温度 335 °C 辅助 EPC 压力 50 psi, 进样口压力 2 psi
传输线温度	320 °C
离子源温度	EI 离子源, 320 °C
四极杆温度	150 °C
数据监测	动态 MRM 模式
溶剂延迟	3 min

图 1 显示了使用既定 GC/MS/MS 条件获得的加标三文鱼样品中加标浓度为 1 ng/g 的各种 PAH 化合物的典型 MRM 色谱图。

### 样品前处理

深海捕捞的三文鱼和有机牛肉购自当地杂货店，将它们切成小块，并储存在 -20 °C 下。使用机械研磨机通过干冰将冷冻样品

均质化。然后称取均质化样品 (2.5 g) 至 50 mL 离心管中，并根据需要加入标准品和内标溶液。然后使用图 2 所示的程序对三文鱼和牛肉样品进行前处理，该程序包括三个主要部分：

1. 通过两步固液萃取 (SoLE) 进行样品萃取，如浅蓝色框中所示

2. 使用 Captiva EMR-Lipid 过滤柱对样品提取物进行净化，如浅紫色框中所示
3. 使用异辛烷反萃取 (BE) 进行除水后处理，如浅绿色框中所示

整个工作流程将原始样品浓度稀释四倍。

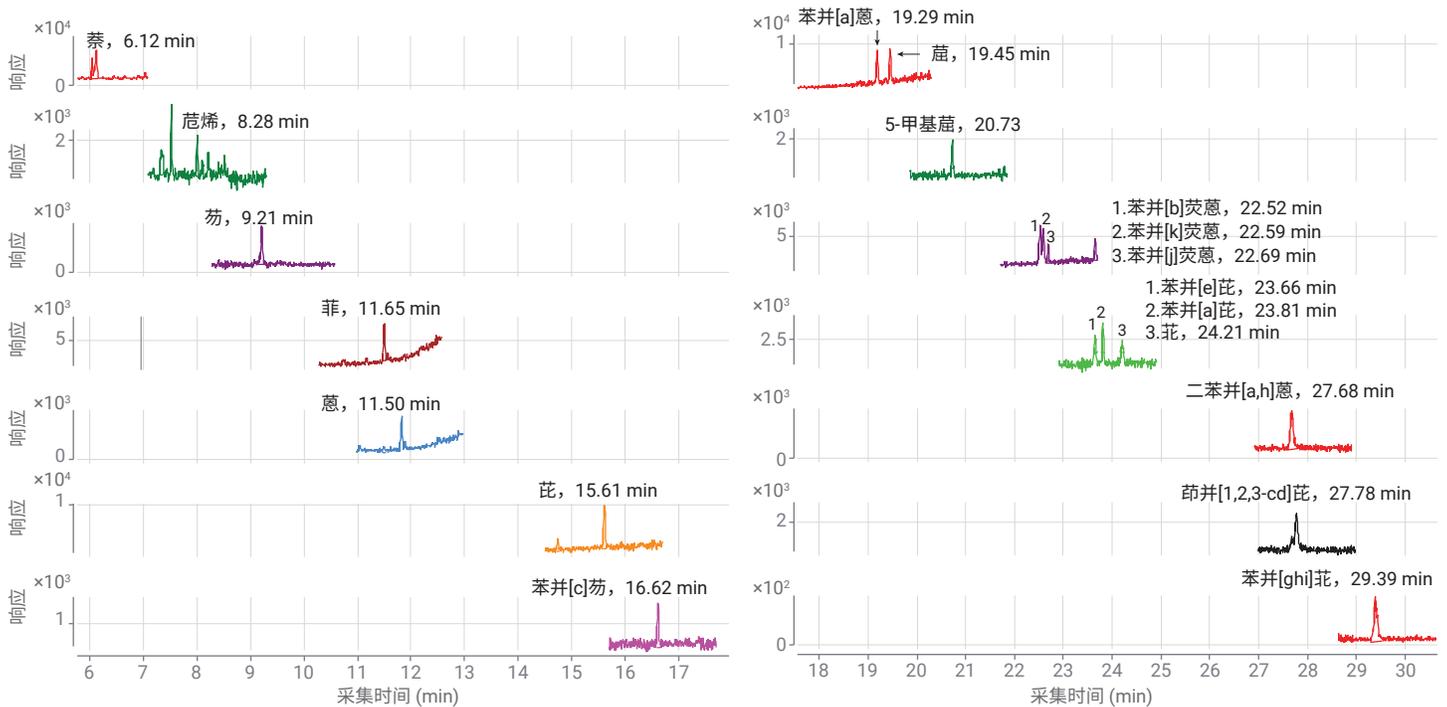


图 1. 加标三文鱼样品中浓度为 1 ng/g 的 PAH 的 GC/MS/MS MRM 色谱图

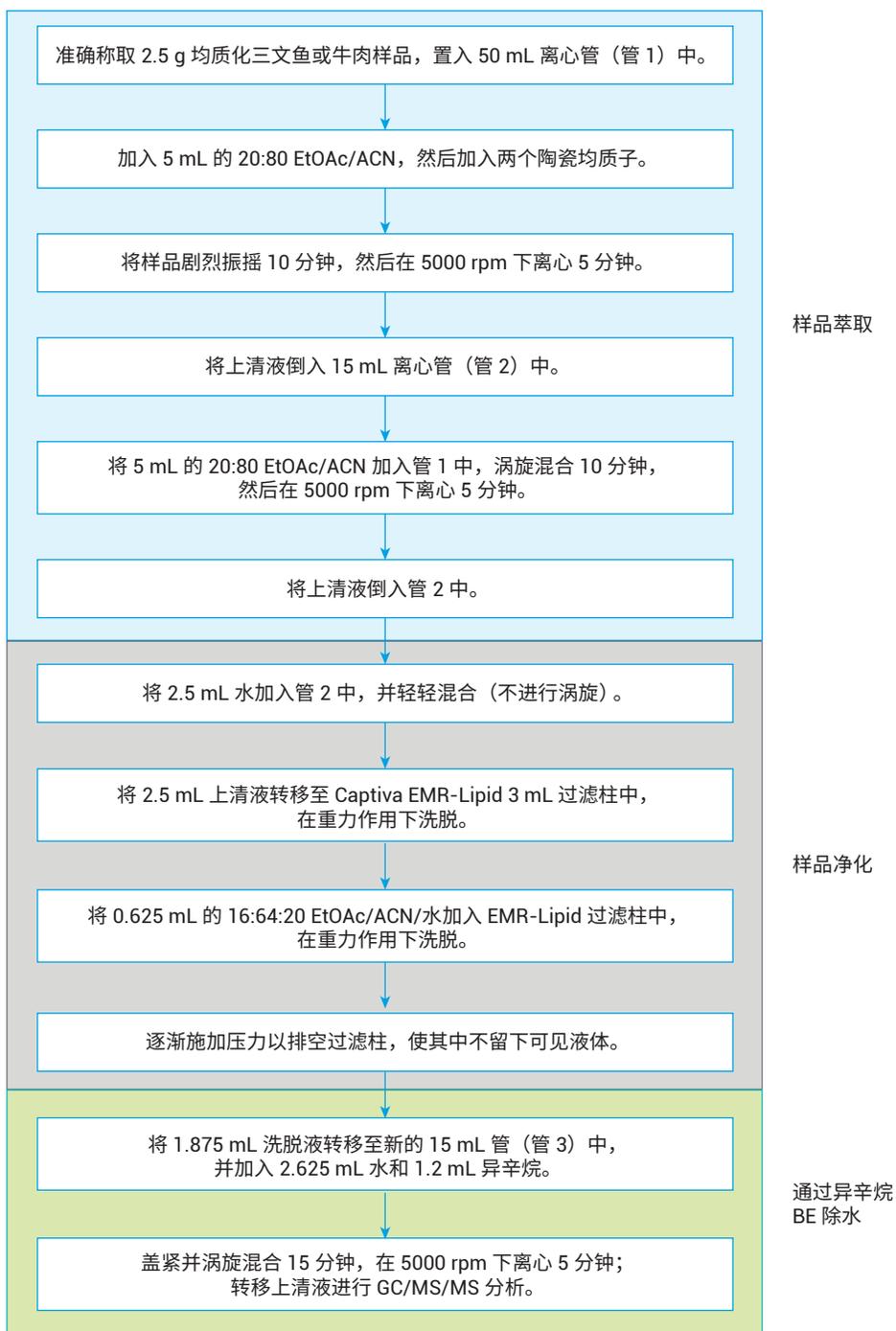


图 2. 使用固/液萃取和 Captiva EMR-Lipid 净化的三文鱼或牛肉前处理程序示意图

## 基质共萃取物去除效率评估

对样品共萃取物残留进行重量测定，由此考察基质去除率。利用失重测定法来测定共萃取物残留量<sup>9</sup>，研究样品萃取和净化程序的基质去除率。基于 1 mL 最终样品提取物 (n = 2) 来采集共萃取物残留重量，在适用的情况下校正稀释倍数，并利用平均重量确定基质去除率 (%)。

也可基于 1 mL 样品干燥后剩余的残留物的量直观观察 Captiva EMR 的净化效率。

## 方法验证

在三文鱼和牛肉样品的分析物回收率、定量准确度和精密度、定量限 (LOQ) 和校准曲线线性方面对优化的样品前处理方法进行验证。三文鱼和牛肉样品的校准曲线浓度包括 1、2、5、10、20、50、100、250、400 和 500 ng/g。根据校准曲线对三种浓度的三文鱼或牛肉 QC 样品进行定量分析，且 n = 6。这三种 QC 样品分别是低浓度 (1 ng/g)、中等浓度 (10 ng/g) 和高浓度 (100 ng/g) 样品。由保留时间和 MRM 离子对确定分析物鉴定和定量结果。

## 结果与讨论

### EMR-Lipid 吸附剂和产品

EMR-Lipid 吸附剂使用新型化学键合相，它结合了体积排阻与疏水相互作用，可提供较高的脂质去除选择性和效率。仅含有无支链烃链的类脂分子能够进入 EMR-Lipid 吸附剂孔中，并通过疏水相互作用得以保留。不含类脂结构的目标分析物无法进入吸附剂孔中，因此留在溶液中以供后续分析。因此，EMR-Lipid 吸附剂可以将脂质与其他目标分析物分开，提供较高的分析物回收率和脂质去除效率。

### 样品前处理优化

样品前处理方法优化包括三个阶段：

1. SoLE
2. Captiva EMR-Lipid 净化
3. 用于除水的后处理

萃取步骤对于实现脂肪基质中疏水性 PAH 化合物的高回收率至关重要。样品萃取的挑战在于 PAH 分析物的高疏水性和脂质食品基质的复杂性。鉴于 SoLE 先前在萃取油基质中疏水性农药方面的成功应用<sup>9</sup>，直接使用 SoLE 和 20:80 EtOAc/ACN 萃取溶剂作为初步方案。针对分析物回收率对萃取时间和多次 SoLE 进行优化，结果如图 3A 所示。结果表明，萃取时间越长，PAH 萃取回收率越高。另外，与一步法 SoLE 相比，两步法 SoLE 提高了萃取效率。因此，使用两步法 SoLE 作为最佳萃取方法，该方法采用 5 mL 萃取溶剂，并在每一步振摇 10 分钟。

然后研究了 EMR-Lipid 过滤柱净化的分析物回收率。由于 PAH 化合物具有非常强的亲脂性 (重 PAH 尤其如此)，因此使用二次洗脱对于获得良好的洗脱回收率非常重要。结果 (图 3B) 表明，二次洗脱能够使洗脱回收率平均提高约 20%–25%。此外，使用更强的溶剂 (16:64:20 EtOAc/ACN/水) 可实现重 PAH 的最佳洗脱。

对样品萃取和 EMR-Lipid 净化进行优化后，考察了用于除水的后处理步骤。用于在 GC/MS/MS 分析之前除水的 EMR-Lipid 后处理方法主要有三种：

- 使用无水 MgSO<sub>4</sub> 进行盐析
- 干燥和复溶
- 疏水性溶剂反萃取 (BE)

表 3 分别列出了这三种后处理程序的一般方法、优缺点和适用性。由于 PAH 是一类强疏水性化合物，因此非常适合采用疏水性溶剂反萃取法。该方法可实现溶剂转换和部分浓缩，并且对于轻 PAH 和重 PAH 化合物均适用。因此，在 Captiva EMR-Lipid 净化后使用异辛烷溶剂 BE 除水。图 3C 显示了异辛烷 BE 步骤的回收率。

使用这种优化的方法，在三种加标浓度下采集整个方法的分析物回收率：三文鱼和牛肉样品中加标浓度均为 1 ng/g、10 ng/g 和 100 ng/g (n = 6)。尽管不同基质间存在差异，但两种基质中不同加标浓度的所有 PAH 分析物的回收率均处于可接受的限值范围 (50%–120%)。

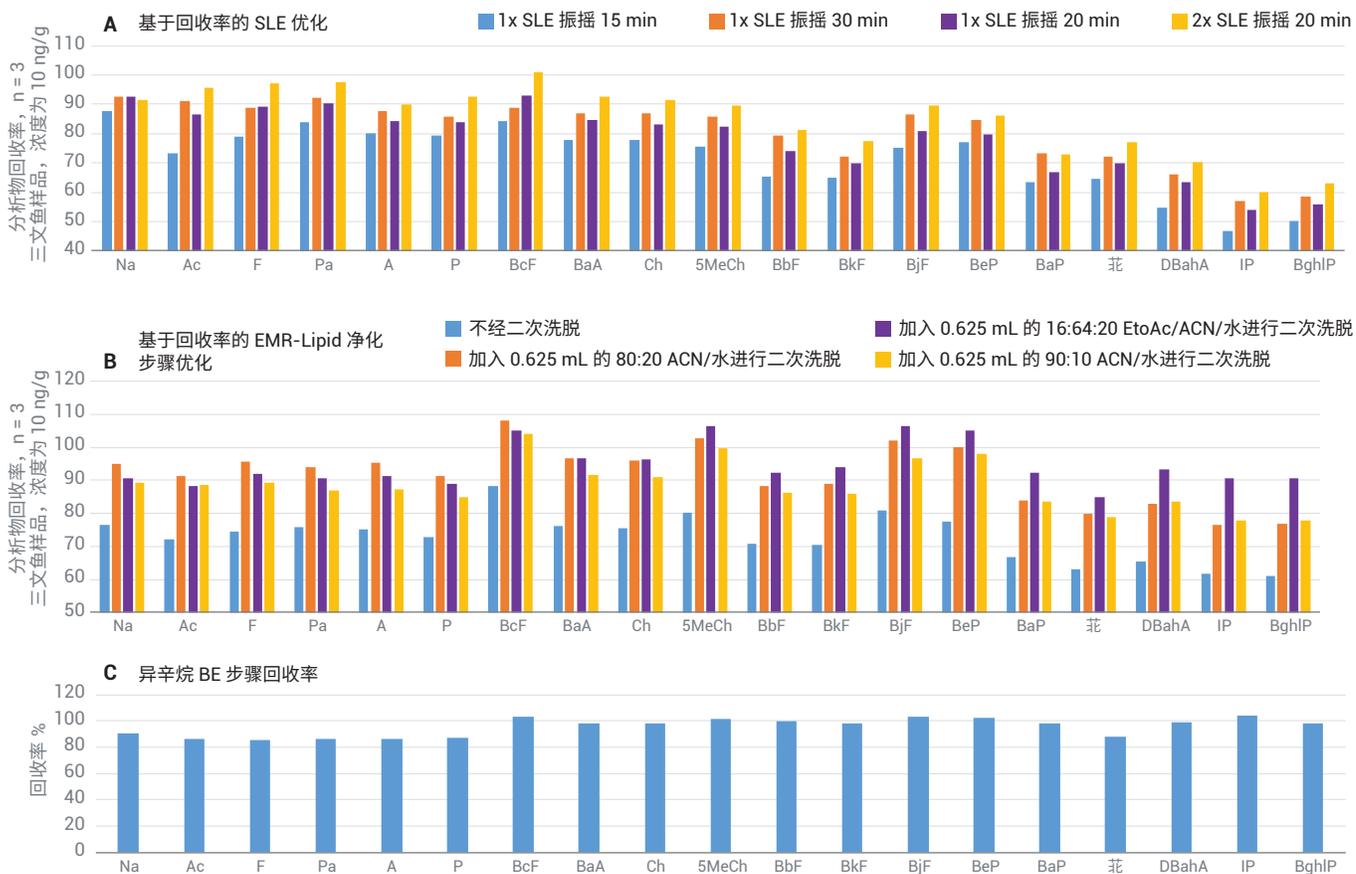


图 3. 基于固/液萃取步骤 (A)、EMR-Lipid 净化步骤 (B) 和异辛烷反萃取 (C) 的 PAH 回收率进行样品前处理方法优化

表 3. 经 Captiva EMR-Lipid 净化后用于除水的样品后处理

除水方法	一般方法	优点	缺点	适用性
使用无水 MgSO <sub>4</sub> 进行盐析	<ul style="list-style-type: none"> <li>每 1 mL EMR-Lipid 洗脱液中加入 700 mg 无水 MgSO<sub>4</sub></li> <li>剧烈涡旋混合并离心</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>通常无显著的分析物损失</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>操作费力</li> <li>耗时</li> <li>无法交换为适用于 GC 分析的溶剂</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>多残留分析</li> </ul>
干燥和复溶	<ul style="list-style-type: none"> <li>使用样品蒸发设备干燥 EMR 洗脱液 (TurboVap, CentriVap)</li> <li>复溶于适用于 GC 分析的溶剂中</li> <li>充分混合</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>操作相对容易</li> <li>可实现样品浓缩和溶剂交换</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>耗时</li> <li>损失挥发性分析物</li> <li>不稳定的化合物可能发生降解</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>稳定的非挥发性分析物</li> <li>样品可具有相对较小的体积</li> <li>需要进行浓缩来达到较低的 LOQ</li> </ul>
疏水性溶剂反萃取	<ul style="list-style-type: none"> <li>按照约 1:2 有机相/水的比例将水加入 EMR 洗脱液中</li> <li>加入异辛烷 (相当于有机相体积或略小)</li> <li>充分涡旋混合 10 分钟, 离心</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>操作相对容易</li> <li>可实现溶剂交换和部分样品浓缩</li> <li>进一步去除溶解态极性基质共萃取物</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>损失极性至中等极性化合物</li> <li>样品混合过程中可能发生泄漏</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>log P ≥ 3 的疏水性化合物</li> </ul>

## 方法验证

定量方法验证包括三种加标浓度下的检测限 (LOD)、校准曲线线性、分析物准确度和精密度。采用五种内标 (IS) 化合物：萘-D<sub>8</sub>、芘烯-D<sub>10</sub>、菲-D<sub>10</sub>、蒽-d<sub>12</sub> 和芘-D<sub>12</sub> 进行分析物定量分析。表 4 汇总了针对三文鱼和牛肉样品的方法验证结果。

四种重 PAH：苯并(a)芘、苯并(a)蒽、苯并(b)荧蒽和蒽是重点监管的化合物，要求达到极低的 LOQ (0.9 ng/g) 和 LOD (0.3 ng/g)<sup>2</sup>。在每种基质中以既定 LOQ (1 ng/g) 浓度存在的这四种化合物的色谱图如图 5 所示。鉴于两种基质中经验证

的 1 ng/g 的 LOQ (表 4) 以及 LOQ 浓度下的四种分析物的信噪比 (S/N) (图 5)，我们相信该方法能够在 0.9 ng/g LOQ 的条件下通过验证，并且 LOQ 甚至可以更低。计划开展进一步研究以考察这些分析物的更低的 LOQ 和 LOD。



图 4. 使用最佳样品前处理方法得到的三文鱼 (A) 和牛肉 (B) 样品中 PAH 的回收率

表 4. 使用优化的方法分析三文鱼和牛肉样品中的 PAH 所得到的定量验证结果

分析物缩写	内标	三文鱼						牛肉					
		校准曲线			平均准确度% (RSD%), n = 6			校准曲线			平均准确度% (RSD%), n = 6		
		LOQ (ng/g)	HLOQ (ng/g)	R <sup>2</sup>	低浓度 QC (1 ng/g)	中等浓度 QC (10 ng/g)	高浓度 QC (100 ng/g)	LOQ (ng/g)	HLOQ (ng/g)	R <sup>2</sup>	低浓度 QC (1 ng/g)	中等浓度 QC (10 ng/g)	高浓度 QC (100 ng/g)
Na*	萘-D <sub>8</sub>	1	500	0.9960	103 (5.7)	93 (4.5)	103 (2.1)	不适用	不适用	不适用	不适用	不适用	不适用
Ac	蒽-D <sub>10</sub>	1	500	0.9958	86 (13.9)	91 (3.4)	96 (3.7)	1	500	0.9953	97 (5.5)	99 (3.3)	102 (3.9)
F		1	500	0.9940	90 (11.1)	86 (6.8)	93 (5.9)	1	500	0.9935	100 (6.0)	100 (6.1)	103 (4.9)
Pa		1	500	0.9962	94 (11.6)	93 (2.2)	98 (2.7)	1	500	0.9982	90 (8.9)	96 (2.3)	93 (6.0)
A**		2	500	0.9968	75 (7.2)	86 (3.3)	93 (1.5)	1	500	0.9963	80 (10.2)	92 (3.2)	99 (3.1)
P**	菲-D <sub>10</sub>	1	500	0.9970	66 (10.9)	87 (3.7)	96 (2.5)	2	500	0.9951	90 (6.0)	104 (6.3)	105 (6.8)
BcF		1	500	0.9976	98 (8.9)	89 (2.0)	96 (3.3)	1	500	0.9970	89 (7.6)	105 (5.7)	104 (9.1)
BaA		1	500	0.9963	83 (4.0)	89 (1.0)	96 (1.5)	1	500	0.9990	87 (6.4)	91 (1.7)	99 (2.6)
Ch	蒾-D <sub>12</sub>	1	500	0.9986	91 (6.2)	88 (3.2)	98 (1.5)	1	500	0.9994	93 (10.0)	93 (1.3)	100 (2.2)
5MeCh		1	500	0.9977	80 (3.8)	86 (1.4)	93 (2.0)	1	500	0.9960	95 (7.0)	104 (8.7)	107 (2.9)
BbF		1	500	0.9949	80 (3.6)	83 (4.6)	89 (3.2)	1	500	0.9937	100 (3.8)	95 (8.5)	99 (2.9)
BkF		1	500	0.9984	75 (6.7)	80 (1.5)	85 (3.0)	1	500	0.9984	88 (9.0)	89 (10.3)	96 (4.2)
BjF		1	500	0.9977	84 (6.7)	87 (3.0)	90 (4.5)	1	500	0.9958	83 (6.8)	102 (8.2)	101 (3.8)
BeP	花-D <sub>12</sub>	1	500	0.9964	93 (4.8)	91 (2.9)	99 (1.5)	1	500	0.9968	102 (7.8)	95 (4.0)	99 (2.2)
BaP		1	500	0.9970	68 (6.4)	82 (1.2)	91 (1.1)	1	500	0.9982	90 (9.7)	84 (3.2)	86 (2.9)
花		1	500	0.9978	89 (3.0)	87 (2.2)	95 (1.1)	1	500	0.9986	84 (7.9)	91 (5.8)	96 (2.3)
DBahA		1	500	0.9974	81 (7.3)	80 (2.1)	91 (5.9)	1	500	0.9957	87 (7.7)	78 (8.5)	91 (11.1)
IP		1	500	0.9957	57 (7.2)	69 (3.5)	79 (6.3)	1	500	0.9972	72 (7.1)	65 (7.4)	73 (10.2)
BghiP		1	500	0.9979	69 (7.5)	73 (1.5)	82 (5.9)	1	500	0.9967	71 (5.2)	64 (8.2)	70 (4.0)

\* 由于浓度较高，无法对牛肉样品中的萘进行定量

\*\* 由于检测的样品空白中具有一定的浓度，因此 LOQ 有所升高

IS = 内标；LOQ = 定量限（下端）；HLOQ = 定量上限；QC = 质量控制；PAH 缩写参见表 1。

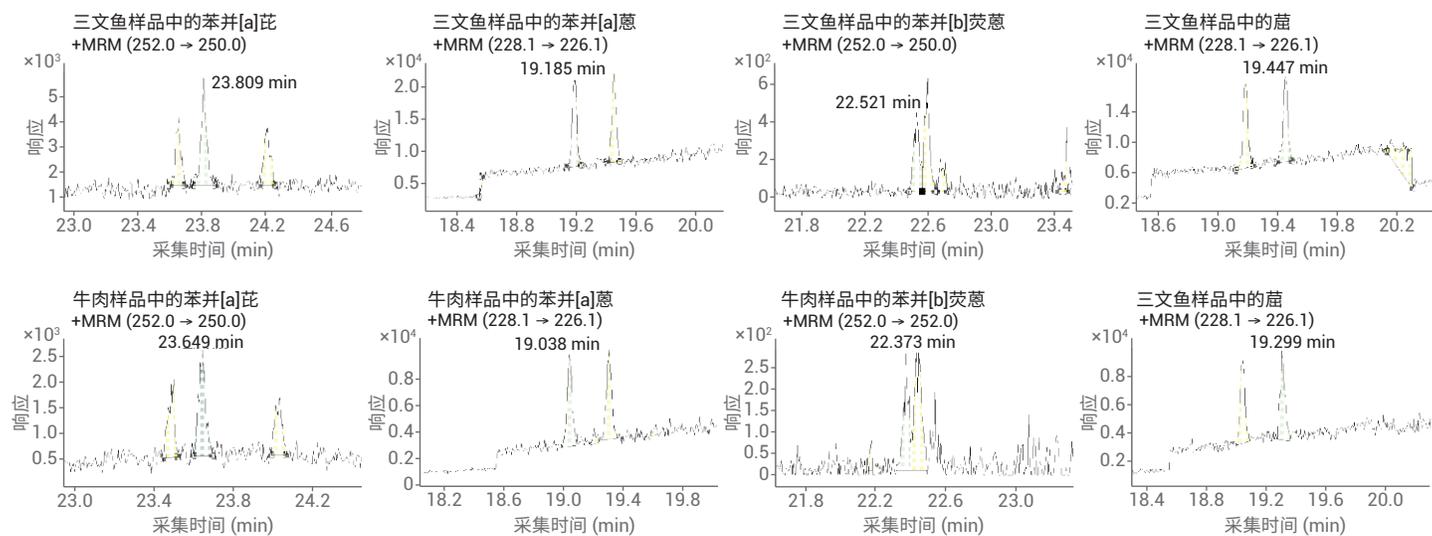


图 5. 三文鱼（上图）和牛肉（下图）样品中浓度为 LOQ (1 ng/g) 的关键 PAH 化合物的色谱图

## 基质净化度评估

对三文鱼和牛肉样品最终提取物中的样品基质残留以及通过净化实现的基质残留去除率进行考察。图 6 显示了干燥样品残留物的外观以及实际残留物重量。基于未净化和经过 EMR-Lipid 净化的样品之间干燥残留物重量的差异，EMR-Lipid 净化使三文鱼样品的基质去除率达到 60%，使牛肉样品的基质去除率达到 92%。

## 结论

开发并验证了一种采用固液萃取和 Captiva EMR-Lipid 过滤柱净化对三文鱼和牛肉中的 PAH 进行多残留分析的简单、稳定且可靠的方法。对该方法进行优化以改善萃取效率并在 Captiva EMR-Lipid 过滤柱上实现完全洗脱，然后用异辛烷反萃取进行除水和溶剂交换。定量分析结果表明，所有检测的 PAH 均获得了可接受的平均回收率 (50%–120%) 和优异的重现性，平均 RSD 低于 20%，符合 EC 合格标准。此外，对于欧盟委员会规定的四种关键 PAH，该方法有望实现更低的 LOQ。结果表明，经优化的方法为三文鱼和牛肉中 PAH 的多残留分析提供了高效基质净化、优异的分析回收率和精确的结果。

	三文鱼	牛肉
未净化 (mg/mL 粗提物, n = 2)		
	5.64	2.75
Captiva EMR-Lipid 净化		
残留物 (mg/mL 最终提取物, n = 2)	2.24	0.21
基质残留去除率 (%)	60	92

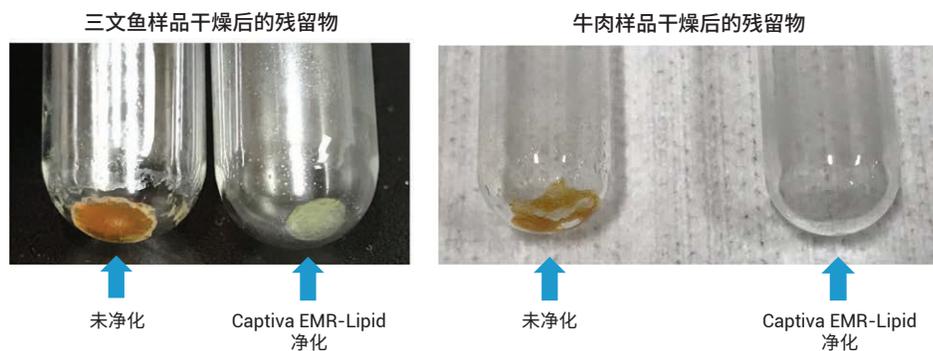


图 6. 通过残留物重量和外观评估基质残留去除率

## 参考文献

1. U.S. Food and Drug Administration, 2010. Protocol for Interpretation and Use of Sensory Testing and Analytical Chemistry Results for Re-Opening Oil-Impacted Areas Closed to Seafood Harvesting Due to the Deepwater Horizon Oil Spill, <http://www.fda.gov/food/ucm217601.htm>
2. European Commission Regulation (EC) 836/2011, *Official Journal of the European Union* **2011**, 215, 9
3. Takigami, H.; *et al.* Brominated flame retardants and other polyhalogenated compounds in indoor air and dust from two houses in Japan. *Chemosphere* **2009**, 76, 270–277
4. Viegas, O.; *et al.* A comparison of the extraction procedures and quantification methods for the chromatographic determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in charcoal grilled meat and fish *Talanta* **2012**, 88, 677–683
5. Stapleton, H. M.; *et al.* Determination of polybrominated diphenyl ethers in environmental standard reference materials. *Analytical and bioanalytical chemistry* **2007**, 387, 2365–2379
6. Forsberg, N. D.; Wilson, G. R.; Anderson, K. A. Determination of parent and substituted polycyclic aromatic hydrocarbons in high-fat salmon using a modified QuEChERS extraction, dispersive SPE and GC-MS. *Journal of agricultural and food chemistry* **2011**, 59, 8108–8116
7. Sverko, E.; *et al.* Dechlorane plus levels in sediment of the lower Great Lakes. *Environmental science & technology* **2008**, 42, 361–366
8. Saito, K.; *et al.* Development of an accelerated solvent extraction and gel permeation chromatography analytical method for measuring persistent organohalogen compounds in adipose and organ tissue analysis. *Chemosphere* **2004**, 57, 373–381
9. Zhao, L. Determination of Multiclass, Multiresidue Pesticides in Olive Oil by Captiva EMR—Lipid Cleanup and GC/MS/MS (利用 Captiva EMR-Lipid 净化和 GC/MS/MS 对橄榄油中的多类别多残留农药进行测定), *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5994-0405EN
10. Lucas, D.; Zhao, L. 增强型脂质去除产品对三文鱼的 PAH 分析, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5991-6088CHCN, **2015**
11. Szelewski, M.; Quimby, B. D. 使用安捷伦氢离子源和增强型 PAH 分析仪优化 PAH 分析, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5991-3003CHCN

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)

DE.2675115741

本文中的信息、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，2019，2020，2023  
2023年8月11日，中国出版  
5994-0553ZH-CN

