

新内容 详情见正文

Agilent Bond Elut QuEChERS 食品安全
应用手册：第 2 卷

应对目前食品分析挑战的可靠方法

The Measure of Confidence



Agilent Technologies

目录

QuEChERS	页
食品安全概述	4
什么是 QuEChERS?	5
Agilent Bond Elut 推荐的 QuEChERS 标准操作规程	14
早期的 QuEChERS 方法	
用 Agilent Bond Elut QuEChERS 预清洗试剂盒及 GC/MS 分析苹果中的农药残留 (出版号 5990-4468CHCN)	15
EN 方法	
使用安捷伦 Bond Elut QuEChERS 欧洲标准 EN 试剂盒对苹果中的农药残留进行 LC/MS/MS 分析 (出版号 5990-3938EN)	18
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 (出版号 5990-4073CHCN)	21
用 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒进行菠菜中残留农药的 LC/MS/MS 分析 (出版号 5990-4395CHCN)	24
使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 丙烯酰胺试剂盒以 HPLC-DAD 法测定食用油中的丙烯酰胺 (出版号 5990-5988EN)	26
蔬菜中农药的盲检研究——Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒和 Agilent 5975T LTM GC/MSD 的应用 (出版号 5990-6323CHCN)	28
使用安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒通过 LC/MS/MS 检测分析绿茶中的农药残留 (出版号 5990-6400EN)	30
使用 Agilent QuEChERS 进行样品制备后使用 Agilent 1290 Infinity 液相色谱和 Agilent Poroshell 120 液相色谱柱对虾中的激素进行测定 (出版号 5990-6589CHCN)	32
使用 Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒和 Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 色谱柱分析大米中的农药残留 (出版号 5990-8108CHCN)	34
AOAC 方法	
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 (出版号 5990-3937CHCN)	36
采用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒测定苹果中农药残留的 GC/MS 分析 (出版号 5990-4068CHCN)	39
采用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒进行菠菜中残留农药的 GC/MS 分析 (出版号 5990-4305CHCN)	41
采用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒测定菠菜中农药残留的 GC/MS 分析 (出版号 5990-4248CHCN)	44
用甲苯和含有石墨化炭黑的 Agilent Bond Elut AOAC QuEChERS 试剂盒优化菠菜中平面结构农药的回收率 (出版号 5990-4247CHCN)	47
使用 Agilent 1290 Infinity LC 和 Agilent 6460 三重串联四极杆液质联用仪器以 UHPLC/MS/MS 法测定婴儿食品中的农药残留 (出版号 5990-5028EN)	50

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒以 HPLC-FLD 法测定鸡肉中的磺胺类残留物 (出版号 5990-5395EN)	53
使用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒以 HPLC-FLD 法分析鱼类体内的多环芳烃 (出版号 5990-5441EN)	55
使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒以 LC/MS/MS 法分析炸薯条中的丙烯酰胺 (出版号 5990-5940CHCN)	57
使用 Agilent J&W DB-35ms 及 DB-XLB GC 色谱柱对鱼肉组织中的 PCB 进行 GC/ μ ECD 分析和确认 (出版号 5990-6236EN)	59
采用安捷伦 AOAC QuEChERS 萃取试剂盒结合通用分散 SPE 分析生菜和苹果样品中的农药残留 (出版号 5990-6558CHCN)	61
使用 Agilent J&W DB-35ms 超高惰性 GC 柱对苹果中有机磷农药的 GC/MS/FPD 分析 (出版号 5990-7165CHCN)	63
使用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒以 LC/MS/MS 法分析大米中的农药残留 (出版号 5990-8034CHCN)	65
GC/MS/MS 法定量和重复性分析种植作物中的痕量农药残留 (出版号 5990-9317CHCN)	67
GC/MS 和 LC/MS 联合对蔬菜汁中的农药残留进行全面检测 (出版号 5990-9924CHCN)	70
其他食品方法	
使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒以 LC/MS/MS 法测定牛肝脏中的喹诺酮抗生素 (出版号 5990-5085EN)	73
使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒以 LC/MS/MS 法测定牛肝脏中的磺胺类抗生素 (出版号 5990-5086EN)	76
使用 GC- μ ECD 分析并确认橄榄油中的合同实验室协议农药 (出版号 5990-5553CHCN)	78
使用改进的 Agilent Bond Elut QuEChERS 方法测定柠檬油中的农药残留 (出版号 5990-6432EN)	81
使用 QuEChERS/dSPE 样品制备方法和高效 DB-5ms 超高惰性 GC 色谱柱通过 GC/MS 分析鱼体内的多环芳烃 (PAH) (出版号 5990-6668EN)	84
使用带玻璃毛超惰性衬管的 GC/MS/MS 进行食品中农药的分析 (出版号 5990-7706CHCN)	87
使用 Agilent 7000 三重四极杆气质联用系统测定海洋贝类中的化学污染物 (出版号 5990-7714CHCN)	89
采用不同的样品制备方法对小麦中的单端孢霉烯毒素和玉米赤霉烯酮进行 LC/MS/MS 分析 (出版号 5990-9107CHCN)	92
使用优化的萃取/净化方法和 Agilent 7000 系列三重四极杆气质联用系统测定茶叶中的多种农药残留 (出版号 5990-9865CHCN)	95
采用 LC/MS/MS 结合改进的 QuEChERS 方法对动物源食品中的 36 种兽药进行筛查 (出版号 5991-0013CHCN)	97

食品安全概述

可靠的食品测试 基于可靠的样品 制备

尊敬的客户：

您承诺生产优质且绝对安全的食品和饮料。消费者的期望也同样如此。

现在，安捷伦能帮你履行这项承诺。

安捷伦的仪器、系统、色谱柱和消耗品，可以全方位地帮助您的实验室满足这些从检验、产品开发到质量保证和包装的最严格的标准。不仅如此，安捷伦还具备丰富的经验、广博的知识和富有创造力的人才，加上我们对行业发展趋势和全球法规所具有的敏锐的洞察力，这些都可以帮助您应对分析和商业挑战。

最新 Agilent Bond Elut QuEChERS 和 SPE 产品：食品安全分析的第一步

高质量的 Agilent Bond Elut SPE 产品能够帮助您从复杂的基质中高效地提取和浓缩样品，从分析的第一步开始就能确保您快速、准确和可重复地获得结果。

Bond Elut 产品系列采用严格的质量生产标准，涵盖各种形式和产品，能够完全满足食品样品前处理的需求。

- **Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒** 仅需几步简单的操作就可以让您对食物样品中的多种残留物和多类别农药进行分析
- **预装的萃取和分散固相萃取试剂盒** 能够适应特定的食物种类和筛选方案，消除疑虑
- **萃取盐** 经过预先称量并采用无水包装，您可以在需要时方便地添加萃取盐。

安捷伦科学家团队始终为您的食品检测需求提供有力支持，请务必查看 QuEChERS 网页了解新的应用和产品开发：agilent.com/chem/QuEChERS。准确分析由此起步。



Trisa Robarge
样品前处理产品经理



什么是 QuEChERS?

QuEChERS (发音同“Catchers”)由美国农业部于 2003 年开发,代表食品分析中样品制备过程的快速、简便、廉价、高效、耐用和安全。这项技术非常简单,操作步骤少,对于复杂样品的净化非常有效。

QuEChERS 技术最初用来分析水果和蔬菜中的多类别、多残留农药,最近也用来分析如鱼和肉等非蔬菜类物质中的痕量污染物。目前,关于各种水果、蔬菜、肉和坚果类物质,比如大豆和干果的分析方法已有很多报道。“官方”的方法已经施行,同时全球范围内技术标准化推广也正在进行。在美国,官方分析化学师(AOAC)协会近日发布了 2007.01 方法,与欧洲正在执行的 EN 15662 2007 方法类似。

QuEChERS 操作包括两个步骤:

1. 基于分配和盐析萃取的提取步骤,该步骤涉及水相和有机相之间的平衡
2. 分散固相萃取步骤(SPE),利用盐和多孔吸附剂的多种组合进一步净化,清除干扰物质

在分散 SPE 中,利用多孔吸附剂,如伯仲胺(PSA)、C18、石墨化碳黑能够去除在第一步中与样品同时提取出来的多种杂质。最常用的评价提取分析物的方法是 LC/MS 或 GC/MS 或其串联质谱。

窍门与技巧

为支持各种 QuEChERS 产品,我们提供了大量使用 QuEChERS 方法作为样品前处理的分析应用。本指南包括其中许多应用。根据与各种应用相关的标准方法(例如 AOAC、EN 或早期方法)分组进行介绍,并且单独设立一章介绍其他方法。还提供有便捷的索引,使您可以根据基质类型和分析物类别在本指南中进行搜索。



QuEChERS 萃取试剂盒

第一步：萃取

根据您的分析方法（AOAC 或 EN）选择相应的萃取盐包。缓冲性萃取盐适用于多数性质较不稳定的农药。向少量（10 g 或 15 g）粉碎的水果和蔬菜样品中加入溶剂和盐，可以将目标农药萃取进入有机层。安捷伦将所需要的 QuEChERS 盐和缓冲液预装入无水包装中。使您可以按 QuEChERS 方法的要求，在样品中加入溶剂后再加入这些盐和缓冲液。

在下表中，标注“CH”的产品中包括适当数量用于专用试剂盒的陶瓷均质子。更多关于陶瓷均质器的信息请参见第 13 页。



QuEChERS 萃取试剂盒可以带或不带 50 mL 离心管和盖子，并且包含 $MgSO_4$ 、NaCl 或其他缓冲盐；预称量后包装在无水盐包中



陶瓷均质子可以将萃取时间最多缩短 70%。它们随 QuEChERS 试剂盒提供或单独提供。

QuEChERS 萃取试剂盒

方法	带缓冲盐	成分	陶瓷均质子	采用 50 mL 试管 50 个/包	仅限试剂盒	
					50 个/包	200 个/包
AOAC 2007.01	是	6 g $MgSO_4$; 1.5 g 乙酸钠	是	5982-5755CH		
			否	5982-5755	5982-6755	5982-7755
早期方法 (10 g 样品)	否	4 g $MgSO_4$; 1 g NaCl	是	5982-5550CH		
			否	5982-5550	5982-6550	5982-7550
早期方法 (15 g 样品)	否	6 g $MgSO_4$; 1.5 g NaCl	是	5982-5555CH		
			否	5982-5555	5982-6555	5982-7555
EN 15662	是	4 g $MgSO_4$; 1 g NaCl; 1 g 柠檬酸钠; 0.5 g 柠檬酸二钠盐 1.5 水合物	是	5982-5650CH		
			否	5982-5650	5982-6650	5982-7650
丙烯酰胺*	否	4 g $MgSO_4$; 0.5 g NaCl	否	5982-5850		
兽药	否	4 g Na_2SO_4 ; 1 g NaCl	否	5982-0032		

* 处理步骤参考: K. Mastovska 和 S. J. Lehotay, *J. Agric. Food Chem.* 2006, 54, 7001-7008

QuEChERS 分散固相萃取试剂盒

第二步：分散固相萃取的净化

根据所分析的食品类型和所使用的方法，选择分散固相萃取试剂盒。此步骤中，第一步中萃取的样品等量加入 2 mL 或 15 mL 离心管中。离心管中含有少量的固相萃取吸附剂和 $MgSO_4$ 。吸附剂将去除样品中的干扰物质， $MgSO_4$ 可去除多余的水份并提高样品分布。供选择的试剂盒现均提供陶瓷均质器（每个离心管 2 个）。其部件号中含“CH”。



QuEChERS 分散固相萃取试剂盒，水果和蔬菜

试剂盒	规格	单位	AOAC 2007.01 方法	欧盟方法 EN 15662
			试剂盒组成部件号	试剂盒组成部件号
常规水果和蔬菜： 去除极性有机酸、某些糖和脂类	2 mL	100 个/包	50 mg PSA	25 mg PSA
			150 mg $MgSO_4$	150 mg $MgSO_4$
			5982-5022	5982-5021
			5982-5022CH	5982-5021CH
15 mL		50 个/包	400 mg PSA	150 mg PSA
			1200 mg $MgSO_4$	900 mg $MgSO_4$
			5982-5058	5982-5056
			5982-5058CH	5982-5056CH
含脂和蜡的水果和蔬菜： 去除极性有机酸、某些糖类、多数脂类和固醇类	2 mL	100 个/包	50 mg PSA	25 mg PSA
			50 mg C18EC	25 mg C18EC
			150 mg $MgSO_4$	150 mg $MgSO_4$
			5982-5122	5982-5121
		5982-5122CH	5982-5121CH	
15 mL		50 个/包	400 mg PSA	150 mg PSA
			400 mg C18EC	150 mg C18EC
			1200 mg $MgSO_4$	900 mg $MgSO_4$
			5982-5158	5982-5156
			5982-5158CH	5982-5156CH

部件号后标有“CH”表明萃取管配有陶瓷均质子。

(待续)



QuEChERS 分散固相萃取试剂盒，水果和蔬菜

试剂盒	规格	单位	AOAC 2007.01 方法 试剂盒组成部件号	欧盟方法 EN 15662 试剂盒组成部件号
含色素的水果和蔬菜: 去除极性有机酸、某些糖类和脂类，以及类胡萝卜素和叶绿素； 不能用于平面结构的农药	2 mL	100 个/包	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5222 5982-5222CH	25 mg PSA 2.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5221 5982-5221CH
	15 mL	50 个/包	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄ 5982-5258 5982-5258CH	150 mg PSA 15 mg GCB 885 mg MgSO ₄ 5982-5256 5982-5256CH
高色素含量的水果和蔬菜: 去除极性有机酸、某些糖类和脂类，以及高含量的类胡萝卜素和叶绿素；不能用于平面结构的农药	2 mL	100 个/包		25 mg PSA 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5321 5982-5321CH
	15 mL	50 个/包		150 mg PSA 45 mg GCB 855 mg MgSO ₄ 5982-5356 5982-5356CH
含脂肪和色素的水果和蔬菜: 去除极性有机酸、某些糖类和脂类，以及类胡萝卜素和叶绿素； 不能用于平面结构的农药	2 mL	100 个/包	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 50 mg C18EC 5982-5421 5982-5421CH	
	15 mL	50 个/包	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄ 400 mg C18EC 5982-5456 5982-5456CH	

QuEChERS 分散固相萃取试剂盒：其他食品方法

试剂盒	规格	单位	AOAC 007.01 方法	欧盟方法 EN 15662
			试剂盒组成部件号	试剂盒组成部件号
其他食品方法： 去除生物基质干扰，包括疏水物质（脂肪、脂类）和蛋白质	2 mL	100 个/包	25 mg C18 150 mg MgSO ₄ 5982-4921 5982-4921CH	
	15 mL	50 个/包	150 mg C18 900 mg MgSO ₄ 5982-4956 5982-4956CH	
所有食品类型： 去除所有基质干扰物，包括极性有机酸、脂类、糖类、蛋白质、类胡萝卜素和叶绿素	2 mL	100 个/包	50 mg PSA 50 mg C18 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-0028 5982-0028CH	
	15 mL	50 个/包	400 mg PSA 400 mg C18 45 mg GCB 1200 MgSO ₄ 5982-0029 5982-0029CH	
动物源性食品： 去除基质干扰，例如极性有机盐类、糖类、脂类和蛋白质	15 mL	50 个/包	50 mg PSA 150 mg C18EC 900 mg Na ₂ SO ₄ 5982-4950	

部件号后标有“CH”表明萃取管配有陶瓷均质子。










推荐用于不同食品类型和分析方法的 Bond Elut QuEChERS 分散试剂盒

商品分类	日用品	常规水果和蔬菜； EN 或 AOAC 方法	含脂肪和蜡质的 水果和蔬菜； EN 或 AOAC 方法	含色素的 水果和蔬菜； EN 或 AOAC 方法	色素含量高的 水果和蔬菜； EN 方法	含色素和脂肪的 水果和蔬菜； 仅 AOAC 方法
适用于		淡色样品	含 > 1% 脂肪/脂质的样品	有色样品 (叶绿素、类胡萝卜素)，非平面结构的农药	深色样品 (叶绿素、类胡萝卜素)，非平面结构的农药	也包含脂肪和蜡质的有色样品
水果						
 柑橘类水果	柑橘类果汁					
	葡萄柚					
	柠檬/酸橙					
	柑橘					
	橘皮					
	油桃					
	橘子					
 梨果类水果	苹果					
	苹果干					
	苹果汁					
	苹果酱					
	梨					
 核果类	扁桃					
	杏仁					
	杏仁饅					
	櫻桃					
	布拉斯李子					
	油桃					
	桃					
	桃干					
	李子					
	李子干					
 无核小水果	黑莓					
	蓝莓					
	大果越橘					
	无核葡萄干					
	接骨木果					
	醋栗, 红色					
	葡萄, 绿色					
	葡萄, 红色					
	葡萄干					
	覆盆子					
草莓						
 其他水果	鳄梨					
	香蕉					
	无花果干					
	猕猴桃					
	芒果					
	甜瓜					
	橄榄					
	木瓜					
菠萝						

(待续)

推荐用于不同食品类型和分析方法的 Bond Elut QuEChERS 分散试剂盒

商品分类	日用品	常规水果和蔬菜： EN 或 AOAC 方法	含脂肪和蜡质的 水果和蔬菜： EN 或 AOAC 方法	含色素的 水果和蔬菜： EN 或 AOAC 方法	色素含量高的 水果和蔬菜： EN 方法	含色素和脂肪的 水果和蔬菜： 仅 AOAC 方法
适用于		淡色样品	含 > 1% 脂肪/脂类的 样品	有色样品（叶绿素、 类胡萝卜素）， 非平面结构的农药	深色样品（叶绿素、 类胡萝卜素）， 非平面结构的农药	也包含脂肪和蜡质的 有色样品
蔬菜						
 根类和薯芋类蔬菜	甜菜					
	黑皮婆罗门参					
	胡萝卜					
	块根芹					
	辣根					
	欧芹根					
	马铃薯					
	萝卜					
 韭菜	细香葱					
	大蒜					
	韭葱					
	洋葱					
	冬葱					
 茄果类蔬菜	茄子					
	黄瓜					
	绿色甜胡椒粉					
	红色甜胡椒粉					
	南瓜					
	西红柿					
	西葫芦					
 西兰花	西兰花					
	球芽甘蓝					
	大白菜					
	红球甘蓝					
	皱叶甘蓝					
	白球甘蓝					
	菜花					
	甘蓝					
	大头菜					
 叶类蔬菜和草本植物	芝麻菜					
	罗勒					
	香菜					
	水芹					
	菊苣					
	野苣					
	生菜类					
	欧芹					
	菠菜					
	 茎类蔬菜	菜薹				
芦笋						
芹菜						
韭葱						
 荚果	大豆、豌豆、扁豆（干）					
	大豆、豌豆、扁豆（鲜）					

(待续)

推荐用于不同食品类型和分析方法的 Bond Elut QuEChERS 分散试剂盒

商品分类	日用品	常规水果和蔬菜； EN 或 AOAC 方法	含脂肪和蜡质的水果和蔬菜； EN 或 AOAC 方法	含色素的水果和蔬菜； EN 或 AOAC 方法	色素含量高的水果和蔬菜； EN 方法	含色素和脂肪的水果和蔬菜； 仅 AOAC 方法
适用于		淡色样品	含 > 1% 脂肪/脂类的样品	有色样品 (叶绿素、类胡萝卜素)，非平面结构的农药	深色样品 (叶绿素、类胡萝卜素)，非平面结构的农药	也包含脂肪和蜡质的有色样品
动物源性食品						
 肉类	牛肉、鸡肉、猪肉、小牛肉					
	肾、肝					
 海产品	双壳贝类					
	长须鲸					
 乳制品	乳制品					
其他食品						
 谷物	玉米、大米、小麦					
	面粉、谷物等					
 茶/咖啡	咖啡豆					
	茶叶					
 干香料	咖喱粉、胡椒粉					
	韭菜					
	胡椒籽					
 油类	油菜籽、橄榄					
	柑橘					
 婴儿食品	婴儿食品					
其他						
 农产品	可可粉					
	棉花、大麻					
	烟草					
 土壤	土壤					
 全血	全血					

QuEChERS 陶瓷均质子

陶瓷均质器增加了您整个实验室的工作效率，并且使您对结果更加自信。其以下优点使得样品萃取更容易：

- 将所需的萃取时间从 60 秒减少到 20 秒 — 每个样品节省了近 70% 的时间
- 完成仅需要三分之一的时间，保持了萃取的高回收率、高重现性
- 最大限度地减少技术人员间的差异
- 防止盐的析出，并能够均匀分散样品

也可购买与我们 QuEChERS 试剂盒中相同的均质子，能够提供同样优异的样品粉碎功能。

QuEChERS 陶瓷均质子

	单位	部件号
适用于 50 mL 萃取管的陶瓷均质子	100 个/包	5982-9313
适用于 15 mL 萃取管的陶瓷均质子	100 个/包	5982-9312
适用于 2 mL 萃取管的陶瓷均质子	200 个/包	5982-9311



QuEChERS 产品的标样

安捷伦除了提供行业领先的 QuEChERS 试剂盒外，还提供最常用的法规方法（包括 AOAC 和 EN 方法）中所需的标样，让您的分析更轻松。

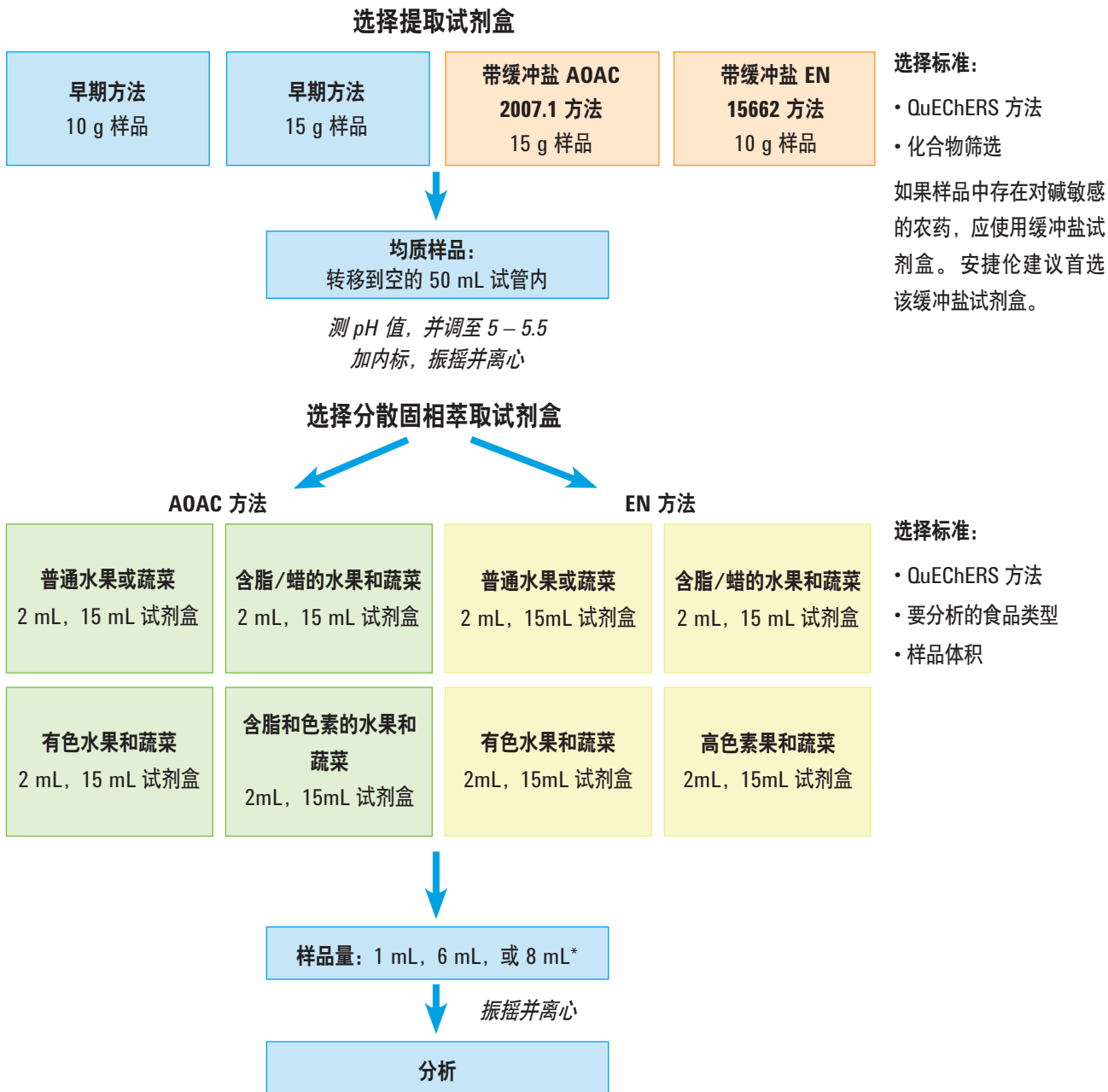
- 节省时间并且方便实验室配制标准溶液
- 既适用于气相色谱仪也适用于液相色谱仪
- 可直接用于 QuEChERS 萃取，无需稀释

QuEChERS 标样

说明	浓度	试剂盒组成	部件号
HPLC 和 GC 内标, AOAC 方法	1000 µg/mL	对硫磷-d10 (二乙基-d10)酯, α-BHC-d6 (α-HCH-d6)	5190-0502
QC 溶液, AOAC 方法	500 µg/mL	磷酸三苯酯	5190-0503
HPLC 内标, EN 方法	100 µg/mL	磷酸三(1,3-二氯异丙基)酯, 尼卡巴嗪	5190-0500
GC 内标, EN 方法	5000 µg/mL	(2,2',5,5'-四氯联苯), 三苯甲烷, 磷酸三(1,3-二氯异丙基)酯	5190-0501
GC 标样的 QC 代用品, EN 方法	500 µg/mL 1000 µg/mL	(2,2',3,4,4',5',5'-六氯联苯)蒽-d10	5190-0499

Agilent Bond Elut QuEChERS 推荐标准操作规程

以下是 QuEChERS 方法分析水果或蔬菜样品的基本步骤。只需简单的几个步骤，就可以完成多类别、多残留农药的样品制备过程。



*样品量由方法规定，而试剂盒正是根据这些指定的量而设计的。对于有酸性基团的农药（苯氧醇酸类），应直接进行 LC/MS/MS 分析（跳过分散固相萃取步骤）。在分散固相萃取过程中，酸性基团能够与 PSA 相互作用。

早期的 QuEChERS 方法

用 Agilent Bond Elut QuEChERS 预清洗试剂盒及 GC/MS 分析苹果中的农药残留 (出版号 5990-4468EN)

引言

本应用摘要介绍了用快速、简单、廉价、高效、耐用、安全的 QuEChERS 样品制备方法, 进行苹果中残留的 15 种农药成份的提取。这 15 种农药代表了水果中常见的典型挥发/半挥发性的农药。不用缓冲盐的 QuEChERS 提取方法最初在 2003 年发表。采用 GC/MS 选择离子检测 (SIM) 模式分析农药残留, 灵敏度达到 10 ng/g。



仪器条件

GC/MS 条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 毛细管柱, 30 m x 0.250 mm, 0.25 μ m (部件号 190915-433UI)
进样方式:	手动进样
进样口:	不分流
载气:	氮气恒流模式
升温程序:	70 °C (2 min), 以 25 °C/min 升温至 150 °C (0 min) 以 3 °C/min 升温至 200 °C (0 min), 以 8 °C/min 升温至 280 °C (7min)
进样量:	1 μ L
质谱条件	
调谐文件:	Atune.u
模式:	SIM
离子源、四极杆、 传输线温度:	分别为 230 °C、150 °C、280 °C
溶剂延迟时间:	4 min
倍增电压:	自动调谐电压

QuEChERS 操作步骤

QuEChERS 萃取步骤 (第一步)



QuEChERS 分散固相萃取 (第二步) 及分析



图 1. 普通水果和蔬菜的 QuEChERS 提取步骤

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 不带缓冲盐萃取试剂盒, 部件号 5982-5550

用于普通水果和蔬菜的 **Agilent Bond Elut QuEChERS 分散萃取试剂盒**, 2 mL, 部件号 5982-5022

用于普通水果和蔬菜的 **Agilent Bond Elut QuEChERS 分散固相萃取试剂盒**, 15 mL, 部件号 5982-5058

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 毛细管柱, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m, 部件号 190915-433UI

结果

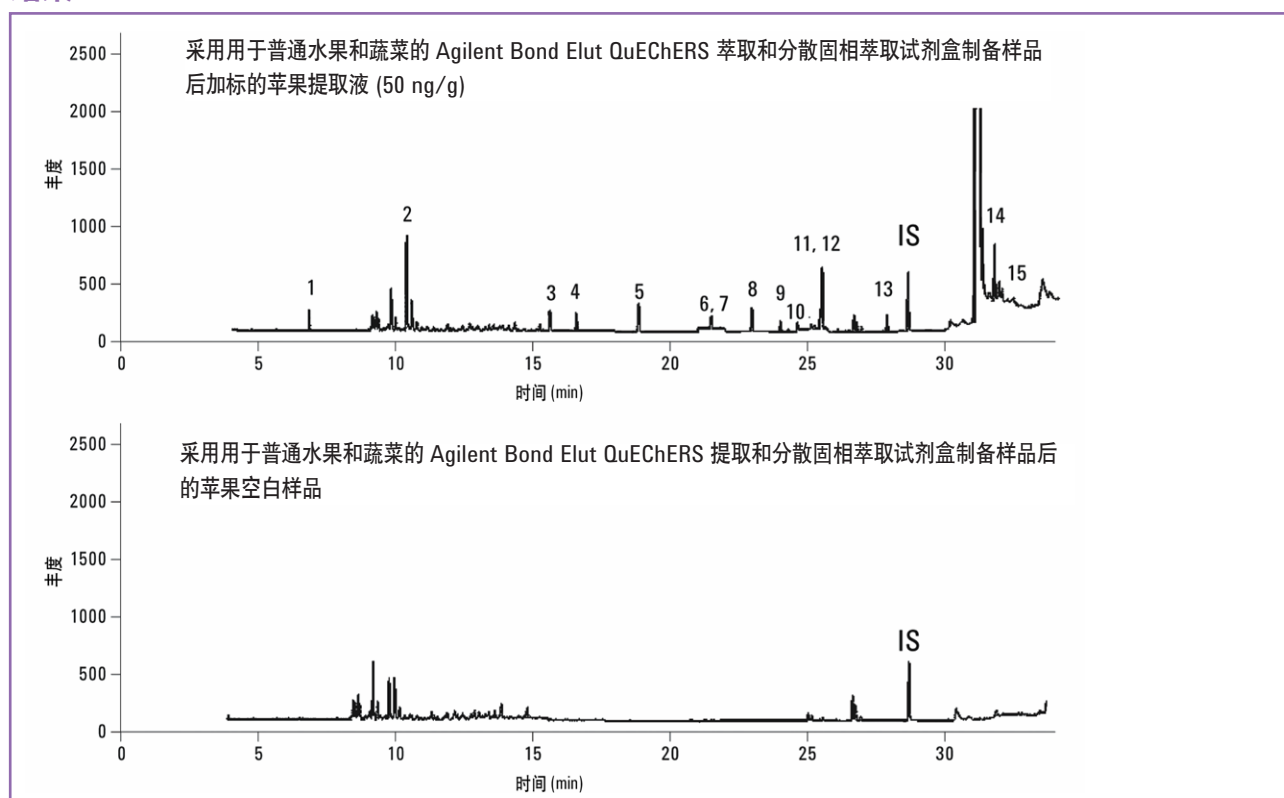


图 2. 苹果空白提取液与加标的苹果提取液比较

表 1. 早期 QuEChERS 方法处理后分析苹果中农药残留的回收率和重现性 (n=4)

农药	低 QC 10 ng/g		中等 QC 50 ng/g		高 QC 200 ng/g	
	回收率	RSD	回收率	RSD	回收率	RSD
敌敌畏	102.8	5.0	96.7	10.8	99.4	2.8
邻苯基苯酚	92.0	6.1	79.6	6.8	89.5	6.3
林丹	97.9	2.0	88.5	9.7	92.6	4.2
二嗪农	90.5	9.1	98.8	5.5	102.1	4.4
甲基毒死蜱	88.7	7.1	90.0	4.3	98.5	3.1
毒死蜱	93.5	6.5	95.6	4.0	100.2	1.2
二氯二苯甲酮	90.3	5.0	89.1	6.4	99.4	0.6
外环氧七氯	87.0	3.2	85.6	5.4	95.4	3.9
γ -氯丹	92.3	3.5	90.0	6.8	95.9	2.0
α -氯丹	95.5	4.7	85.8	6.9	93.5	2.6
狄氏剂	99.4	4.2	93.6	5.3	99.9	1.8
DDE	94.5	4.2	87.1	5.7	92.7	1.9
硫丹硫酸酯	97.8	2.3	90.8	2.8	99.5	2.3
百灭宁	100.7	4.8	93.0	3.4	97.6	2.1
蝇毒磷	72.5	4.5	79.6	3.5	96.6	3.0

如需查看本应用报告全文，请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-4468EN

EN 方法

使用安捷伦 Bond Elut QuEChERS 欧洲标准 EN 试剂盒对苹果中的农药残留进行 LC/MS/MS 分析 (出版号 5990-3938CHCN)

引言

本应用指南介绍了使用欧盟标准中的简单、快捷、廉价、有效、耐用、安全的 (QuEChERS) 样品制备方法对苹果中 16 种农药残留物的萃取和净化。通过液相色谱和电喷雾电离串联质谱仪联用 (LC-ESIMS/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。



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 μ m (部件号 959963-312)		
流速:	0.3 或 0.5 mL/min		
柱温:	30 °C		
进样量:	10 μ L		
流动相:	A: 5 mM pH 5.0 的乙酸铵甲醇/水 (20:80) 溶液 B: 5 mM pH 5.0 的乙酸铵乙腈溶液		
洗针:	1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O (0.2% 甲酸)		
梯度:	时间 (min)	% 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	STOP	
后运行:	4 min		
总的分析周期:	17 min		

质谱条件

正离子模式

气体温度:	350 °C
气体流速:	10 L/min
雾化器压力:	40 psi
毛细管电压:	4000 V

QuEChERS 操作程序



图 1. QuEChERS EN 样品制备流程图

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 方法提取试剂盒, 部件号 5982-5650

用于普通水果和蔬菜的 **Agilent Bond Elut QuEChERS EN 方法分散固相萃取试剂盒**, 2 mL 部件号 5982-5021; 15 mL 部件号 5982-5056

Agilent ZORBAX 溶剂节省 Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC 色谱柱, 3.0 x 150 mm, 3.5 μ m, 部件号 959963-312

结果

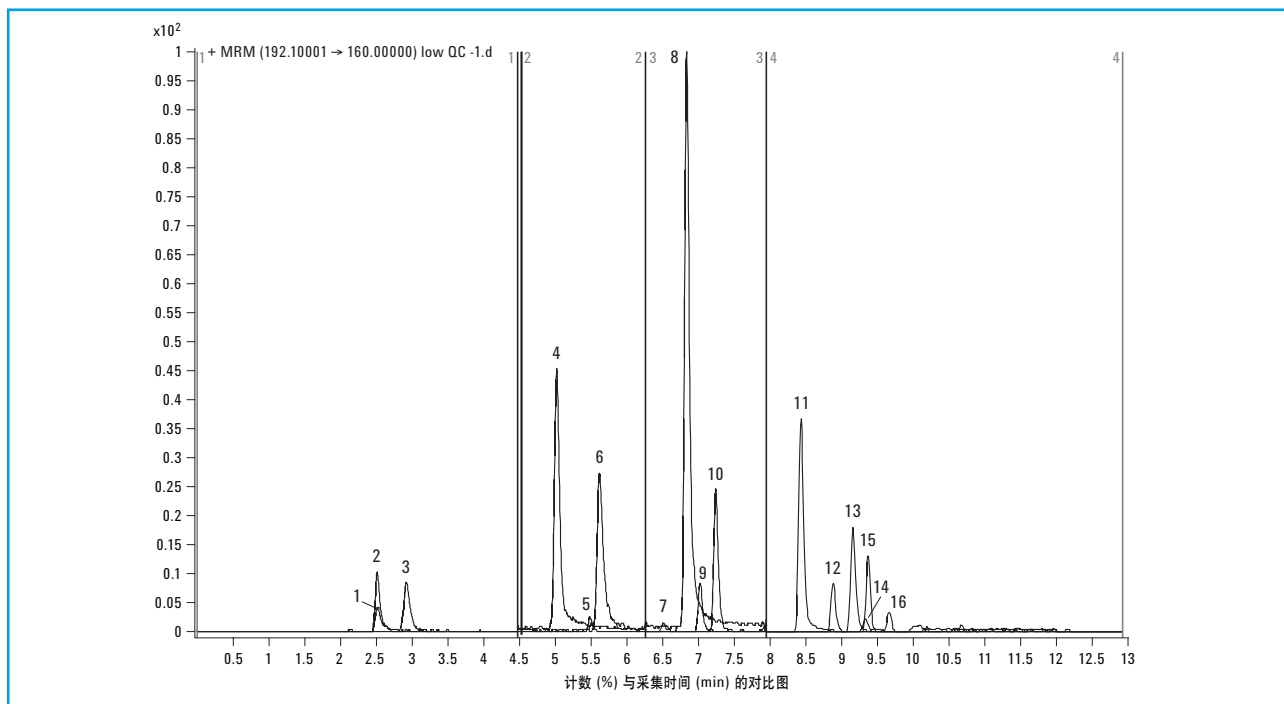


图 2. 10 ng/g 加标的苹果提取物的色谱图。峰鉴定: 1. 甲胺磷, 2. 乙酰甲胺磷, 3. 吡蚜酮, 4. 多菌灵, 5. 吡虫啉, 6. 啶菌灵, 7. 敌敌畏, 8. 残杀威, 9. 甲基硫菌灵, 10. 甲萘威, 11. 灭克磷, 12. 戊菌唑, 13. 啶菌环胺, 14. 苯氟磺胺, 15. 醚菌酯, 16. 甲苯氟磺胺

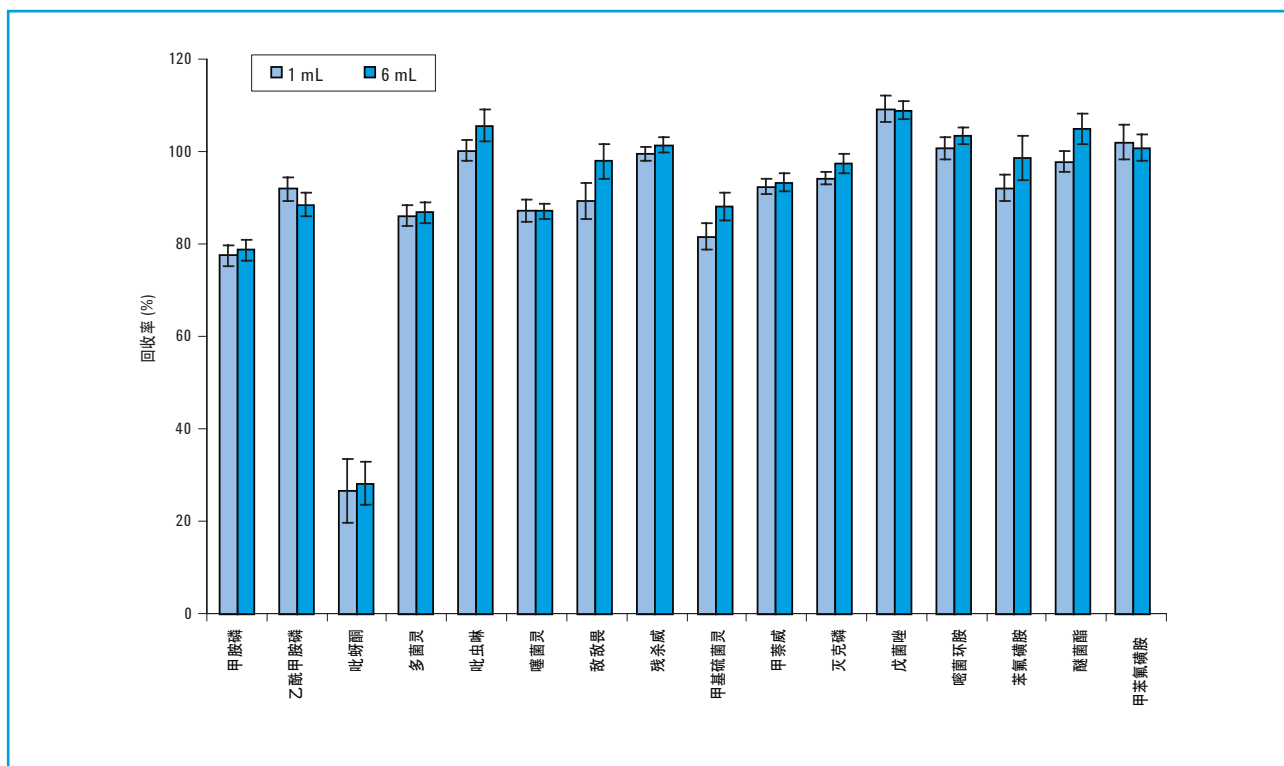


图 3. 1-mL 分散 SPE 和 6-mL 分散 SPE 的结果比较

如需查看本应用报告全文, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3938CHCN

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 (出版号 5990-4073CHCN)

引言

本应用报告报导了使用欧洲标准 (EN) 中的快速、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 分析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。用气相色谱/质谱 (GC/MS) 选择性离子监测 (SIM) 模式对苹果提取物中目标农药进行分析。

仪器条件

GC 条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 19091S-431UI)
进样口:	不分流进样
进样口衬管:	Helix 去活双锥形衬管 (部件号 5188-5398)
载气:	氦气
进样口压力:	运行过程, 20.18 psi (恒压模式); 反吹过程, 1.0 psi
进样口温度:	250 °C
进样量:	1.0 μL
分流出口吹扫流速:	30 mL/min, 在 0.75 min 处开始
柱温箱升温程序:	70 °C (保持 1 min), 以 50 °C/min 的速度升温至 150 °C (不保持), 以 6 °C/min 的速度升温至 200 °C (不保持) 以 16 °C/min 的速度升温至 280 °C (保持 6 min)
后运行:	3 min
微板流路控制技术:	吹扫 Ultimate 接头 (部件号 G3186B) — 用于反吹分析型色谱柱和进样口
辅助 EPC 气体:	氦气通入吹扫 Ultimate 接头
辅助 EPC 压力:	运行过程 4.0 psi, 反吹过程 80.0 psi
连接管路:	在进样口与吹扫 Ultimate 接头 (部件号 G3186B) 之间
限流器:	65 cm × 0.15 mm × 0.15 μm DB-5ms 超高惰性
连接管路:	在吹扫 Ultimate 接头与 MSD 之间

质谱条件

调谐文件:	Atune.u
模式:	SIM (有关详细设置请, 请参见应用摘要的表 2)
离子源、四极杆、传输线温度:	分别为 230 °C、150 °C 和 280 °C
溶剂延迟:	2.30 min
倍增器电压:	自动调谐电压

QuEChERS 操作程序

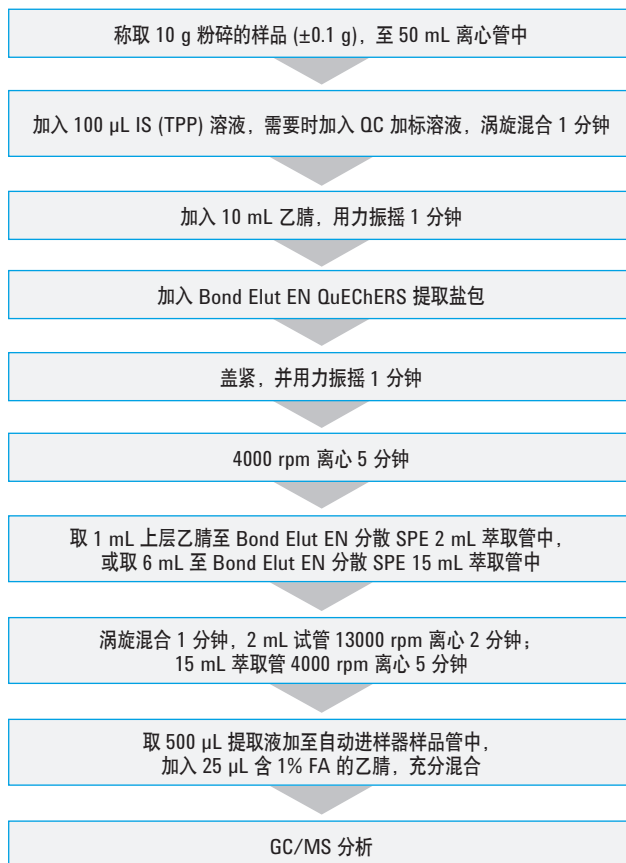


图 1. 安捷伦 Bond Elut QuEChERS EN 提取流程图

结果

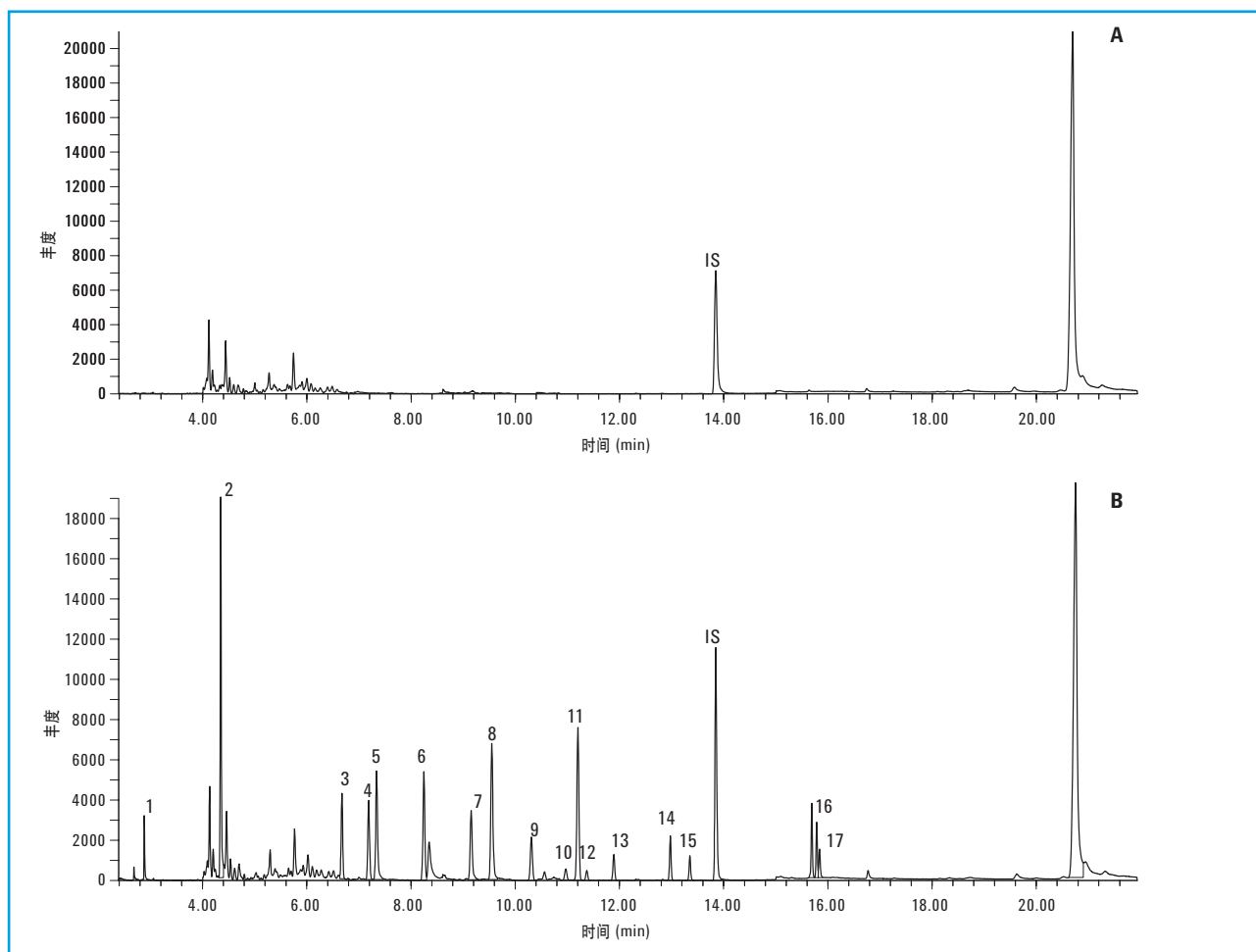


图 2. 苹果提取物的 GC/MS 色谱图。(A) 苹果提取物空白对照；(B) 50 ng/g 加标苹果提取物。峰组分：1. 敌敌畏，2. 邻苯基苯酚，3. 林丹，4. 二嗪农，5. 百菌清，6. 甲基毒死蜱，7. 苯氟磺胺，8. 二氯二苯甲酮，9. 环氧七氯，10. γ -氯丹，11. DDE，12. α -氯丹，13. 狄氏剂，14. 乙硫磷，15. 硫丹硫酸酯，16. 氯菊酯，17. 蝇毒磷。内标：磷酸三苯酯 (TPP)

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 方法萃取试剂盒，部件号 5982-5650

用于普通蔬菜和水果的 **Agilent Bond Elut QuEChERS EN 方法分散固相萃取试剂盒**，2 mL，部件号 5982-5021，15 mL，部件号 5982-5056

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 分析柱，15 m x 0.25 mm，0.25 μ m，部件号 19091S-431UI

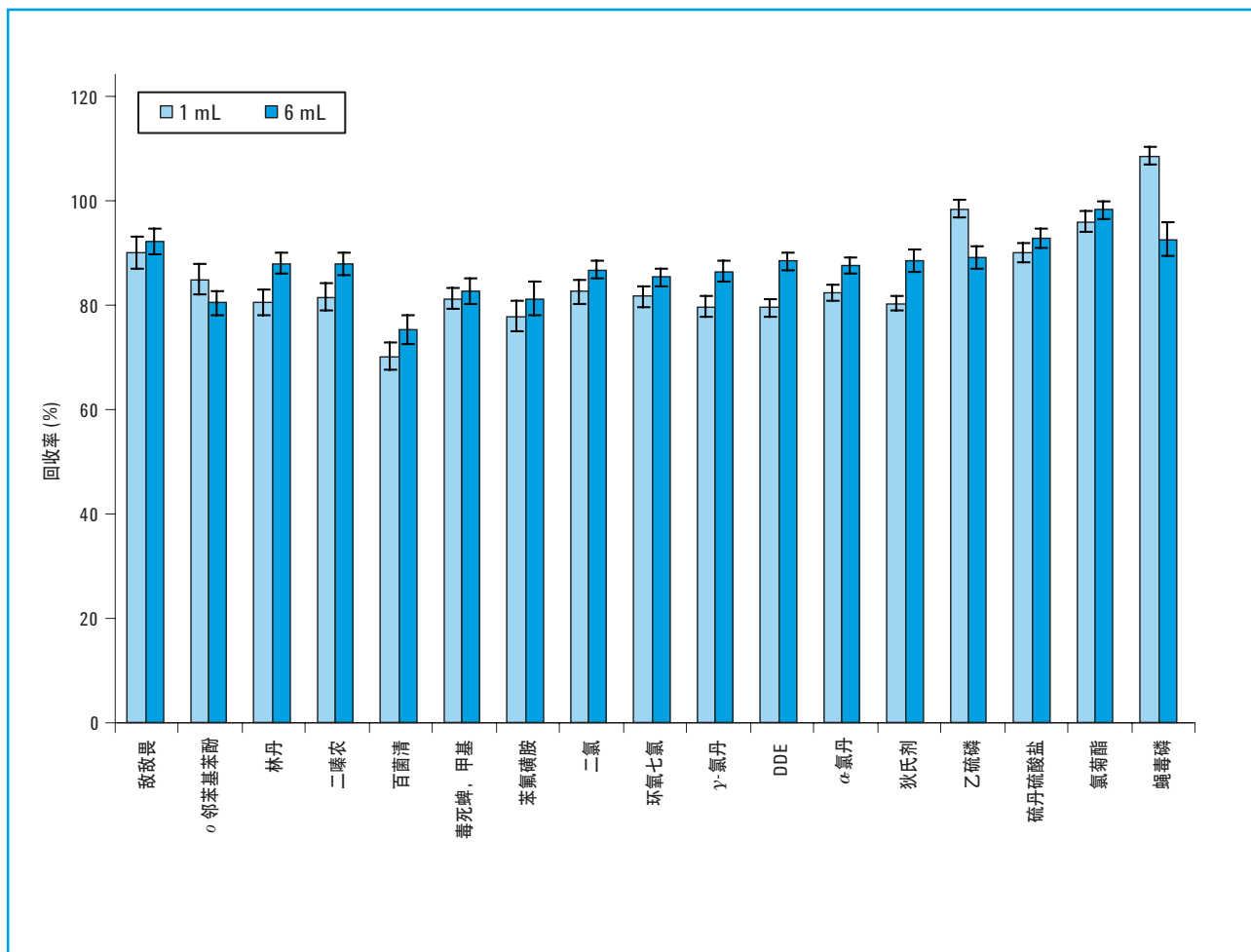


图3. 用 2 mL 和 15 mL Agilent Bond Elut 分散提取试剂盒分别提取的 1 mL 和 6 mL 样品的回收率和精密度

用 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒进行菠菜中残留农药的 LC/MS/MS 分析 (出版号 5990-4395CHCN)

引言

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 种具代表性的不同类别残留农药的萃取和净化。菠菜被认为是一种高色素基质, 因此选择了用于高色素水果和蔬菜的 EN 分散固相萃取试剂盒。试剂盒中添加了 7.5 mg/mL 石墨化炭黑 (GCB) 的乙腈萃取剂。用液相色谱和电喷雾电离串联质谱联用系统 (LC-ESI-MS/MS), 采用正离子多反应监测模式 (MRM) 测定菠菜萃取物中的残留农药。

仪器条件

高效液相色谱条件

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/H ₂ O=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 (min)	% 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 min		
总分析时间:	17 min		
质谱条件			
正离子模式			
气体温度:	350 $^{\circ}$ C		
气体流速:	10 L/min		
雾化气压力:	40 psi		
毛细管电压:	4000 V		

QuEChERS 操作程序

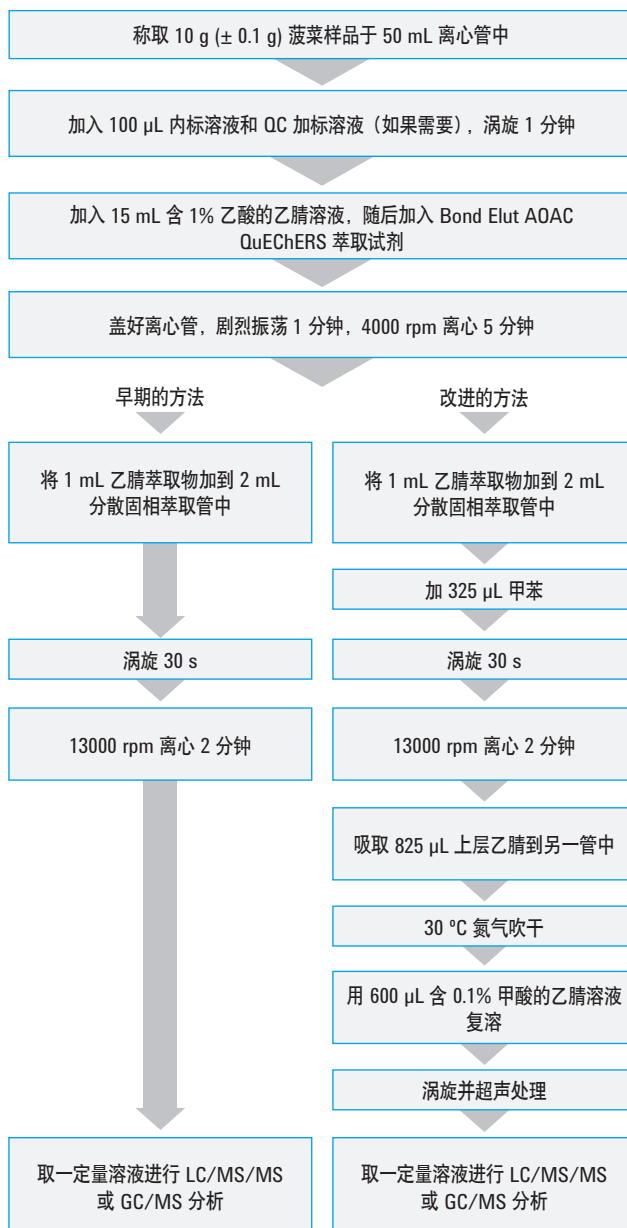


图 1. QuEChERS EN 方法操作流程 (早期和改进的分散固相萃取方法, 2 mL 体积)

结果

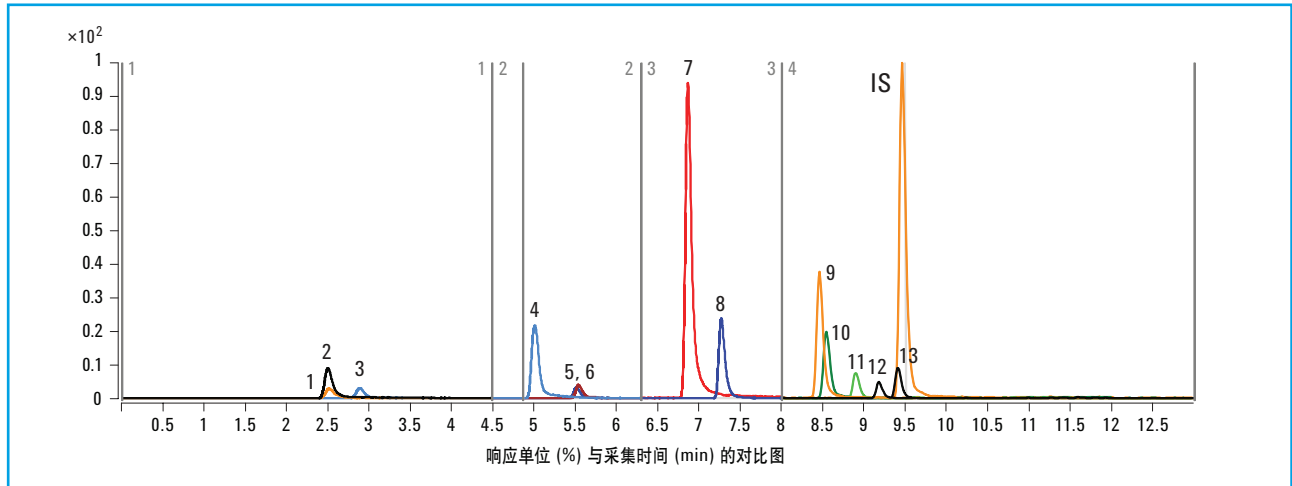


图2. 菠菜空白基质(A)和50 ng/g 加标样品(B)经EN法处理后的MRM色谱图。峰鉴别: 1. 甲胺磷, 2. 乙酰甲胺磷, 3. 吡蚜酮, 4. 多菌灵, 5. 吡虫啉, 6. 噻菌灵, 7. 残杀威, 8. 甲萘威, 9. 灭线磷, 10. 抑霉唑, 11. 戊菌唑, 12. 啉菌环胺, 13. 醚菌酯 IS: 内标物, 三苯基磷

表 1. 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

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 方法提取试剂盒, 部件号 5982-5650

用于高色素水果和蔬菜的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒, 部件号 5982-5321 和 5982-5356

Agilent ZORBAX 增强型溶剂节省 Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC 色谱柱, 3.0 x 150 mm, 3.5 μ m, 部件号 959963-312

如需查看本应用报告全文, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-4395CHCN

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 丙烯酰胺试剂盒以 HPLC-DAD 法测定食用油中的丙烯酰胺 (出版号 5990-5988EN)

引言

本应用摘要报导了以甲基丙烯酰胺为内标使用 QuEChERS 样品制备方法分析食用油中的丙烯酰胺。丙烯酰胺是存在于烹饪过程和食品热处理中的副产物。丙烯酰胺的回收率为 84% 至 93.8%。

在配置了二元泵和二极阵列 (DAD) 的 Agilent 1200 Infinity 系列仪器上、在 210 nm 处进行分析。

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX HILIC Plus, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm
流速:	0.2 mL/min
柱温:	30 °C
进样量:	5 μL
流动相:	等度洗脱: A: 3% 5 mM 乙酸 B: 97% 乙腈
运行时间:	10 min
后运行时间:	3 min
检测器:	DAD, 210 nm 处

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于食用油中丙烯酰胺分析的 QuEChERS 样品制备程序



结果

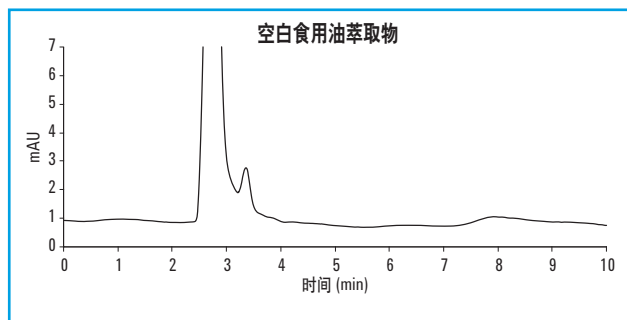


图 2. 空白食用油萃取物的色谱图

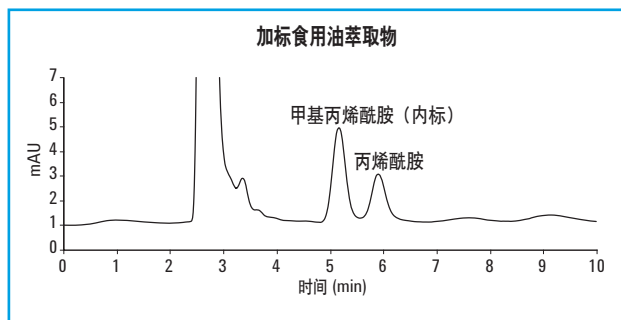


图 3. 加标食用油萃取物的色谱图

表 1. 食用油样品中丙烯酰胺的回收率和相对标准偏差 (n=6)

浓度 (ng/mL)	%回收率 (n=6)	%RSD (n=6)
500	84.0	3.2
1000	93.8	2.2
2000	92.2	1.5

上述应用摘要中所使用的产品

适用于丙烯酰胺分析的 Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒, 部件号 5982-5850

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-5156

Agilent ZORBAX HILIC Plus 色谱柱, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm, 部件号 959943-901

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-5988CHCN

蔬菜中农药的盲检研究——Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒和 Agilent 5975T LTM GC/MSD 的应用 (出版号 5990-6323CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS EN 样品制备方法鉴定茄果类蔬菜中的目标农药。使用圣女果和黄瓜作为农药基质。分析仪器是配置 Agilent 7693 自动液体进样器的 Agilent 5975T LTM GC/MSD 系统。RTL 软件是 Agilent MSD ChemStation 的特点之一。

仪器条件

仪器

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms LTM, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm
保护柱:	与分析色谱柱同相, 1 m 长色谱柱, 连接至进样器
GCMS 系统:	5975T LTM
进样口:	分流/不分流
自动进样器:	Agilent 7693

实验条件

进样口温度:	280 °C
进样量:	1 μL
进样模式:	不分流进样
载气:	氦气
柱前压:	26.878 psi, 恒压模式
方法:	保留时间锁定至甲基毒死蜱 16.593 min 处
LTM 柱温箱温度:	70 °C (保持 2 min), 以 25 °C/min 的速度升温至 150 °C (不保持) 再以 3 °C/min 的速度升温至 200 °C (不保持), 以 8 °C/min 的速度升温至 280 °C (保持 10 min)
传输线温度:	270 °C
MSD 接口温度:	270 °C
离子源温度:	230 °C
四极杆温度:	150 °C
电离模式:	EI
扫描模式:	全扫描, 50-550 u
EMV 模式:	增益因子
增益因子:	5.00
产生的电子倍增器 (EM) 电压:	1129 V
溶剂延迟:	3 min

QuEChERS 操作程序



图 1. 用于分析茄果类蔬菜中农药残留的 QuEChERS EN 操作程序

结果

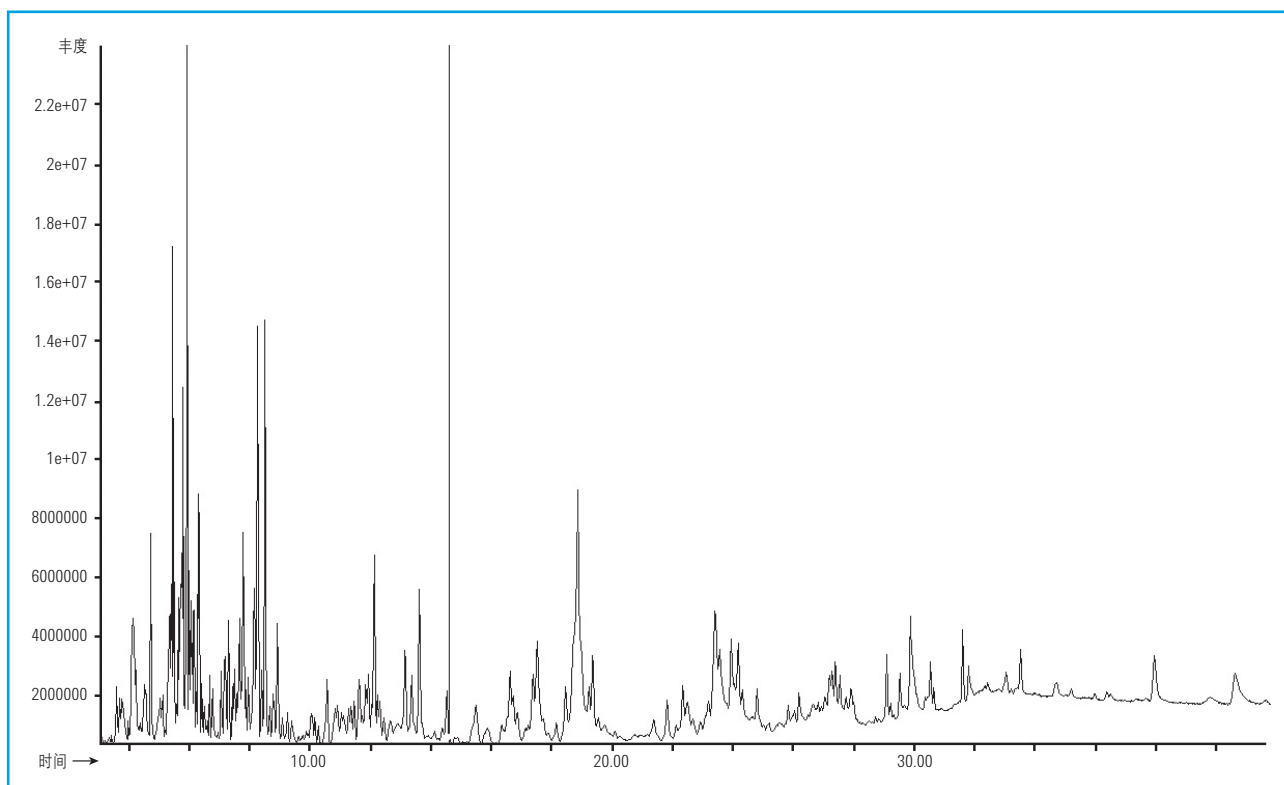


图 2. 将 0.2 至 1.0 $\mu\text{g/g}$ 的农药标样加入圣女果中分析得到的色谱图。利用 DRS 软件在 2 min 内即能找到所有目标农药



上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒, 部件号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-5156

Agilent J&W HP-5ms LTM 柱, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μm , 部件号 29091S-433LTM

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-6323CHCN

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒以 LC/MS/MS 法分析绿茶中的农药残留 (出版号 5990-6400EN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS EN 样品制备方法来萃取和净化 12 种农药残留, 这些农药代表了绿茶中的多种农药类型。由于绿茶中含有大量的叶绿素, 因而属于色素含量高的样品。通过 Agilent 1200 Infinity 系列液相色谱与在 MRM 模式下操作的电喷雾离子化 Agilent 6410 三重串联四极杆质谱仪系统联用, 来确定绿茶样品中是否存在目标农药。平均回收率在 87% 至 108% 的范围内 (平均值为 93.5%)。

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm, (部件号 695775-902)	
流速:	0.4 mL/min	
柱温:	30 °C	
进样量:	10 μL	
流动相:	A: 5 mM 甲酸 (FA) 的水溶液 B: 5 mM 甲酸的乙腈溶液	
针头清洗:	1:1:1:1 ACN:MeOH:IPA:H ₂ O w/0.2% FA	
梯度:	时间 (min)	% 乙腈
	0	5
	1	5
	3	50
	7	90
	8	90
	8.2	5
	9	5
后运行:	2 min	
总运行时间:	11 min	

MS 条件

正离子模式

气体温度:	350 °C
气体流速:	10 L/min
雾化器压力:	40 psi
毛细管电压:	3500 V

QuEChERS 操作程序



图 1. 用于分析绿茶中农药残留的 QuEChERS EN 操作程序

结果

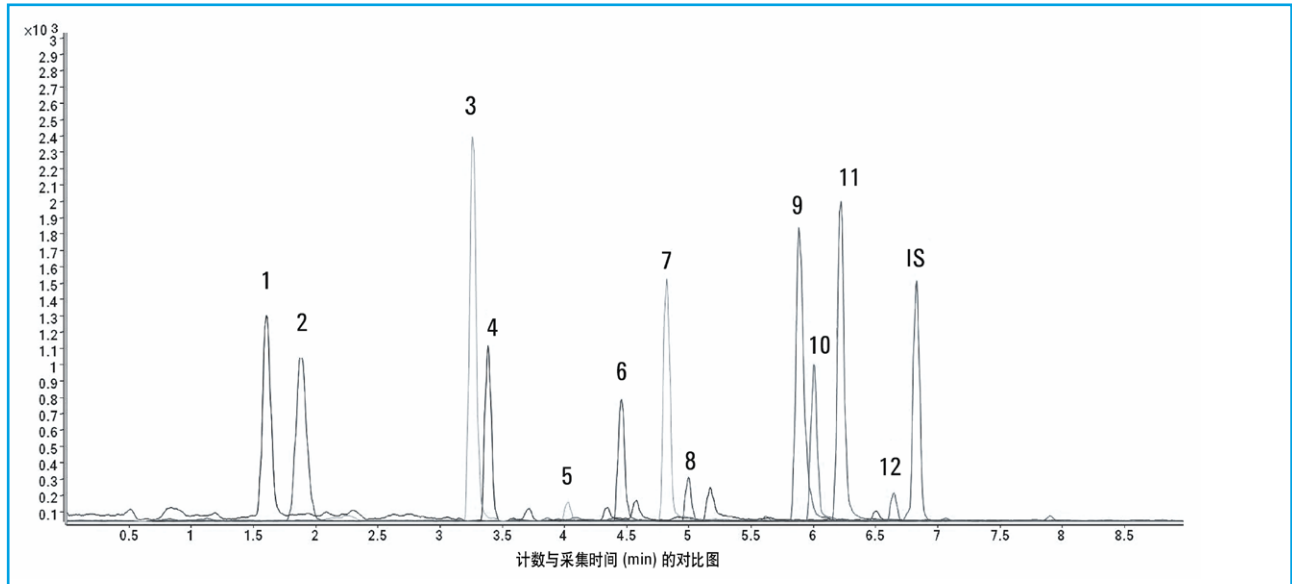


图 2. 用 EN 方法处理的 50 ng/g 加标样品的 MRM 色谱图。峰识别: 1. 高灭磷, 2. 吡蚜酮, 3. 多菌灵, 4. 涕必灵, 5. 吡虫啉, 6. 抑霉唑, 7. 残杀威, 8. 胺甲萘, 9. 啉菌环胺, 10. 灭线磷, 11. 戊菌唑, 12. 醚菌酯, 内标: TPP

表 1. 使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 测得加标绿茶的回收率和重现性

分析物	QC 加标浓度 10 ng/g		QC 加标浓度 50 ng/g		QC 加标浓度 200 ng/g	
	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)
高灭磷	80.5%	5.4%	91.7%	2.9%	88.9%	8.2%
吡蚜酮	43.1%	3.0%	42.2%	3.4%	43.4%	9.8%
多菌灵	114.6%	11.6%	97.6%	2.0%	105.0%	6.2%
啉菌灵	98.1%	6.9%	90.4%	2.4%	81.7%	5.8%
吡虫啉	104.3%	11.7%	108.6%	2.5%	93.9%	7.9%
抑霉唑	97.5%	4.4%	87.8%	5.6%	92.4%	4.6%
残杀威	98.1%	2.4%	110.2%	1.7%	107.8%	3.9%
甲萘威	89.7%	11.4%	104.9%	3.3%	108.1%	5.2%
啉菌环胺	84.9%	2.1%	92.5%	3.7%	93.9%	5.5%
灭线磷	103.4%	3.1%	111.2%	3.2%	104.9%	5.7%
戊菌唑	108.7%	2.9%	94.3%	4.5%	89.8%	3.3%
醚菌酯	105.7%	12.4%	96.4%	2.5%	99.2%	5.5%

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒, 部件号 5982-5650

用于含有色素水果和蔬菜的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒, 部件号 5982-5356

Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm, 部件号 695775-902

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-6400CHCN

使用 Agilent QuEChERS 进行样品制备后使用 Agilent 1290 Infinity 液相色谱和 Agilent Poroshell 120 液相色谱柱对虾中的激素进行测定 (出版号 5990-6589CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS EN 样品制备方法萃取分析虾中 13 种激素。本研究开发了一种使用配备有 Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱的 Agilent 1290 Infinity LC 测定虾中激素的方法。方法回收率在 91.6% 至 107.2% 的范围内。

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 3.0 × 100 mm, 2.7 μm (部件号 695975-302)		
仪器:	配置 DAD 检测器的 Agilent 1290 Infinity LC		
流速:	0.8 mL/min		
柱温:	30 °C		
进样量:	10 μL		
检测波长:	230 nm		
流动相:	水-乙腈梯度		
梯度:	时间 (min)	% 水	% 乙腈
	0	80	20
	6	50	50
	8	10	90

QuEChERS 操作程序

称取 5 g (+/- 0.05 g) 均质样品放入 50 mL 离心管中

离心 30 秒使样品沉降到管底, 然后加入适量的 QC 加标溶液

盖紧瓶盖并涡旋样品 30 秒, 再加入 5 mL 水

盖紧瓶盖并涡旋 10 秒, 然后向各个管中加入 10 mL 乙腈

盖紧瓶盖并振摇 30 秒

加入 Bond Elut EN 萃取包

盖紧瓶盖并用力振摇 1 min

在 4 °C 下以 4000 rpm 的速度离心 5 min

移取 6 mL 等分乙腈上清液加入 Bond Elut 15 mL 分散 SPE 管中

盖紧瓶盖并涡旋 1 min

在 4 °C 下以 13000 rpm 的速度离心 3 min

移取 4 mL 萃取液加入另一个试管中, 在 35 °C 下于氮气气氛中干燥

使用 2 mL 1:4 的 ACN/H₂O 溶液重新溶解

涡旋并超声处理 10 min, 然后用 0.2 μm 醋酸纤维素离心过滤膜过滤

将过滤后的样品转移至自动进样瓶中; 盖紧瓶盖并充分涡旋后进行 HPLC 分析



图 1. 用于分析虾中激素的 QuEChERS EN 操作程序

结果

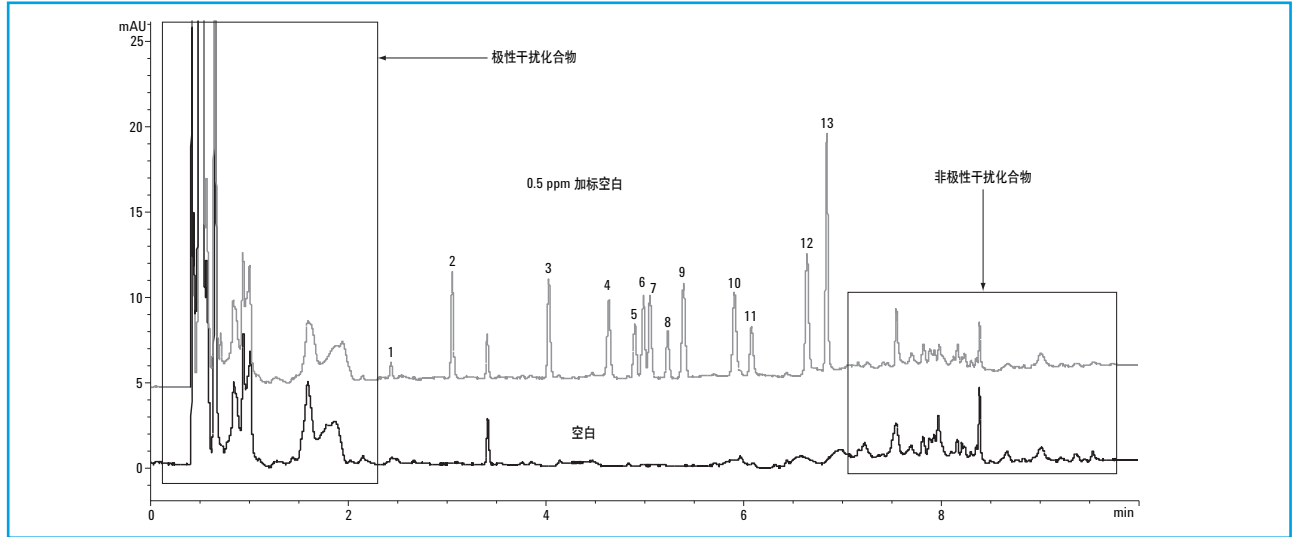


图 2. 空白样品和 0.5 ppm 加标空白样品的色谱图。

表 1. 用于虾中激素测定的 QuEChERS 方法的回收率和重现性

分析物	浓度	回收率 (%)	%RSD (n=6)
雌三醇	0.5	107.2	3.5
	10	98.2	0.98
泼尼松	0.5	97.6	2.3
	10	101.7	0.58
地塞米松	0.5	101.8	0.96
	10	96.1	1.2
勃地酮	0.5	98.9	1.5
	10	96.2	1.8
氢化可的松	0.5	103.5	1.5
	10	92.3	0.23
醋酸氟氢可的松	0.5	104.3	1.9
	10	91.8	0.17
美雄酮	0.5	100.0	1.4
	10	95.6	0.25
雌二醇	0.5	99.4	1.3
	10	97.8	0.54
睾酮	0.5	98.0	0.85
	10	98.2	0.15
甲睾酮	0.5	97.1	0.99
	10	92.1	0.63
雌酮	0.5	103.4	1.2
	10	92.5	0.68
乙烯雌酚	0.5	100.9	1.9
	10	97.3	0.79
己烷雌酚	0.5	98.5	1.6
	10	91.6	0.81

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒, 部件号 5982-5650

用于分析肉类中药物残留的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒, 15 mL, 部件号 5982-4956

Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱, 3.0 × 100 mm, 2.7 μm, 部件号 695975-302

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5989-6589CHCN

使用 Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒和 Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 色谱柱分析大米中的农药残留 (出版号 5990-8108CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS EN 样品制备方法来萃取和净化大米中的 57 种可进行 GC 分析的多农药残留。安捷伦开发的 GC 和 GC/MS RTL 数据库中 (部件号 G1672AA) 包括有 962 种农药、农药代谢物和疑似内分泌干扰物。本实验在配置 5975C 惰性 MSD 和 Agilent 7683 自动液体进样器 (ALS) 的 Agilent 7890 GC 上进行。Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 色谱柱可对多种化合物进行分离。大多数化合物的回收率在 80% 至 110% 的范围内。

仪器条件

GC 条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 19091S-433UI)
进样口温度:	250 °C
载气:	氮气, 恒压模式
保留时间锁定:	甲基毒死蜱锁定于 16.596 min
进样模式:	不分流进样, 吹扫流量 50 mL/min, 0.75 min
进样量:	1 μL
柱温箱:	70 °C (保持 2 min), 以 25 °C/min 的速度升温至 150 °C (不保持), 再以 3 °C/min 的速度升温至 200 °C, 接着以 8 °C/min 的速度升温至 280 °C (保持 10 min), 后运行: 320 °C (保持 5 min)

质谱条件

溶剂延迟:	4 min
MS 温度:	230 °C (离子源); 150 °C (四极杆)
传输线:	280 °C
MS 谱库:	Agilent RTL 农药库 (G1672AA) 和 NIST08 质谱库
MS:	EI, SIM/扫描
扫描模式:	质量范围 (50-550 amu)

QuEChERS 操作程序

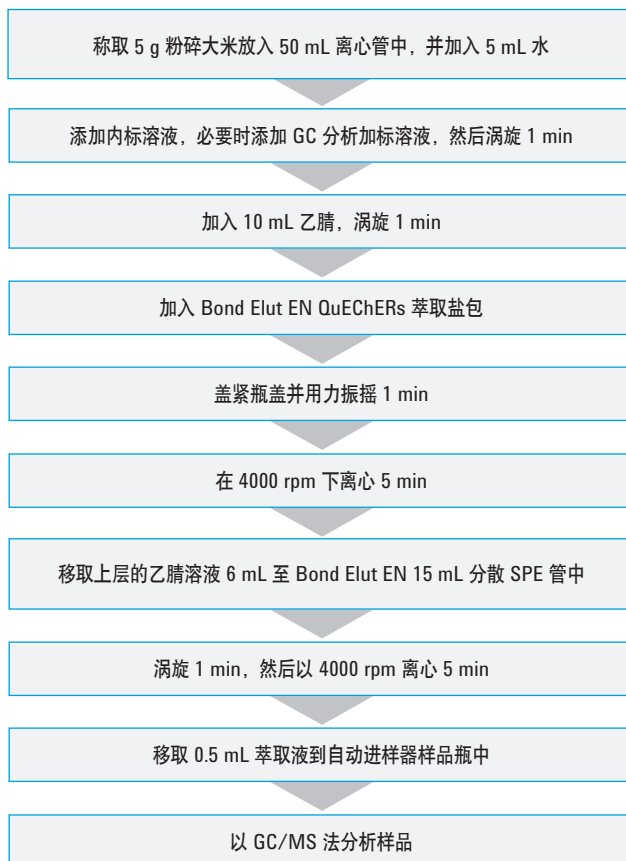


图 1. 大米中农药残留的 Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取操作程序

结果

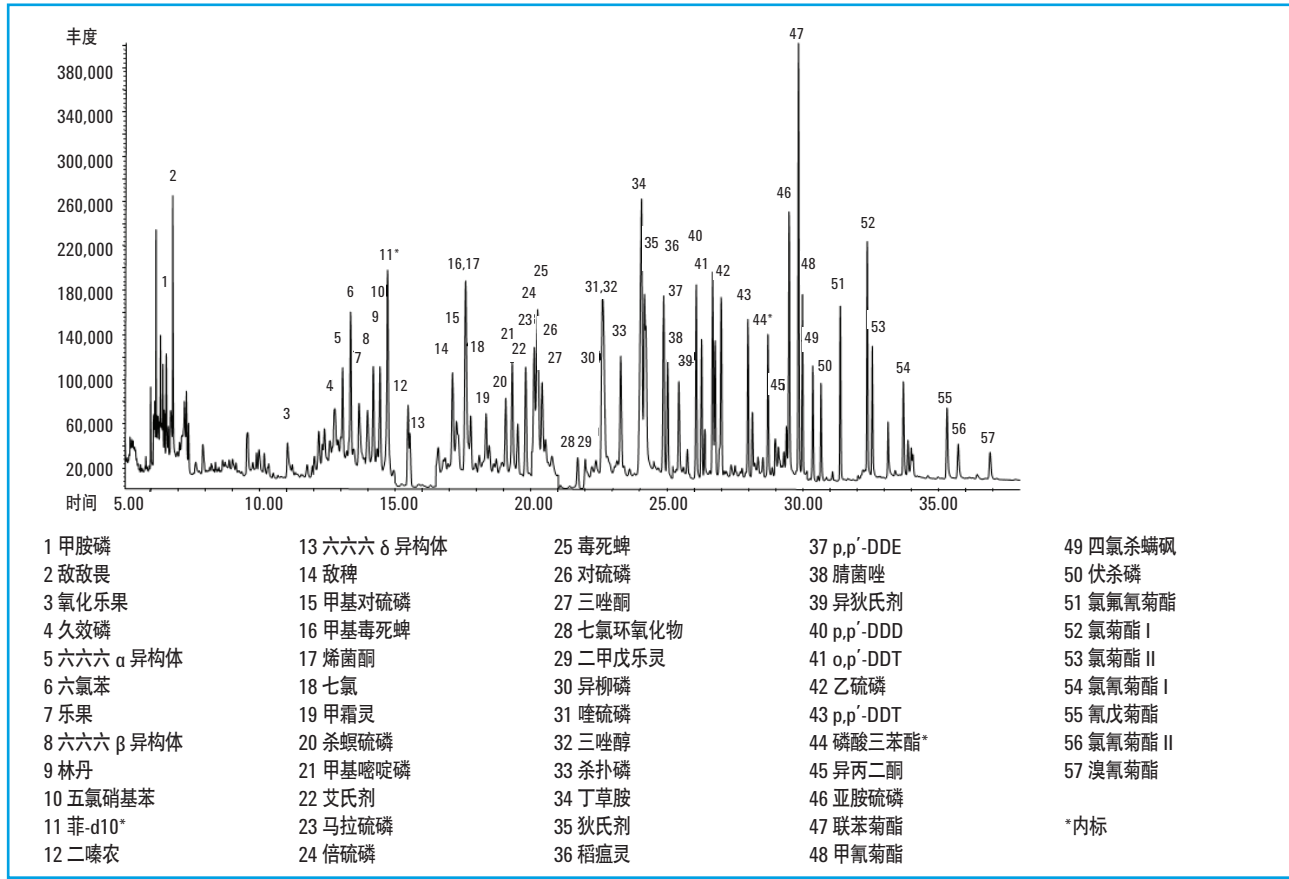


图 2. 大米中 200 ng/mL 农药的总离子流色谱图 (TIC)



上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒, 部件号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-5156

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm, 部件号 19091S-433UI

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

AOAC 方法

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 (出版号 5990-3937CHCN)

引言

本应用指南介绍了一种简单、快捷、廉价、有效、耐用、安全的 (QuEChERS) 样品制备方法, 即美国官方分析化学师协会 (AOAC) 2007.01 方法对苹果中 16 种农药残留物的萃取和净化。

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 95.4%), 相对标准偏差低于 15% (平均 4.3%)。



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 μ m (部件号 959963-312)

流速: 0.3 或 0.5 mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 10 μ L

流动相: A: PH=5 的 5 mM 乙酸铵甲醇/水=20:80 溶液;
B: PH=5 的 5 mM 乙酸铵乙腈溶液

针清洗: 1:1:1 乙腈/甲醇/异丙醇/水 (0.2%甲酸)

梯度:	时间 (min)	% 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 $^{\circ}$ C

气体流速: 10 L/min

雾化器压力: 40 psi

毛细管电压: 4000 V

QuEChERS 操作程序

精确称取 15 g 均质样品 (\pm 0.05 g) 至 50 mL 离心管中

添加 100 μ L 内标溶液至样品中, 涡旋混合 1 分钟

添加 15 mL 1% 的乙酸-乙腈溶液, 用力振摇 1 分钟

加入 Bond Elut QuEChERS AOAC 盐包, 盖好萃取管, 用力振摇 1 分钟

4000 rpm 条件下离心 5 分钟

将上层乙腈层转移至 Bond Elut QuEChERS 分散固相萃取管中,
1 mL/2 mL 管或 8 mL/15 mL 管

涡旋 1 分钟然后离心

将 200 μ L 萃取物转移至自动进样器样品瓶中。如果需要的话,
用 800 μ L 相应的溶液稀释

样品进行 LC/MS/MS 分析

图1. QuEChERS AOAC 样品制备流程图

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲盐萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

用于普通蔬菜和水果的 **Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒**, 2 mL, 部件号 5982-5022 或 15 mL, 部件号 5982-5058

Agilent ZORBAX 溶剂节省 Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC 色谱柱, 3.0 x 150 mm, 3.5 μ m, 部件号 959963-312

结果

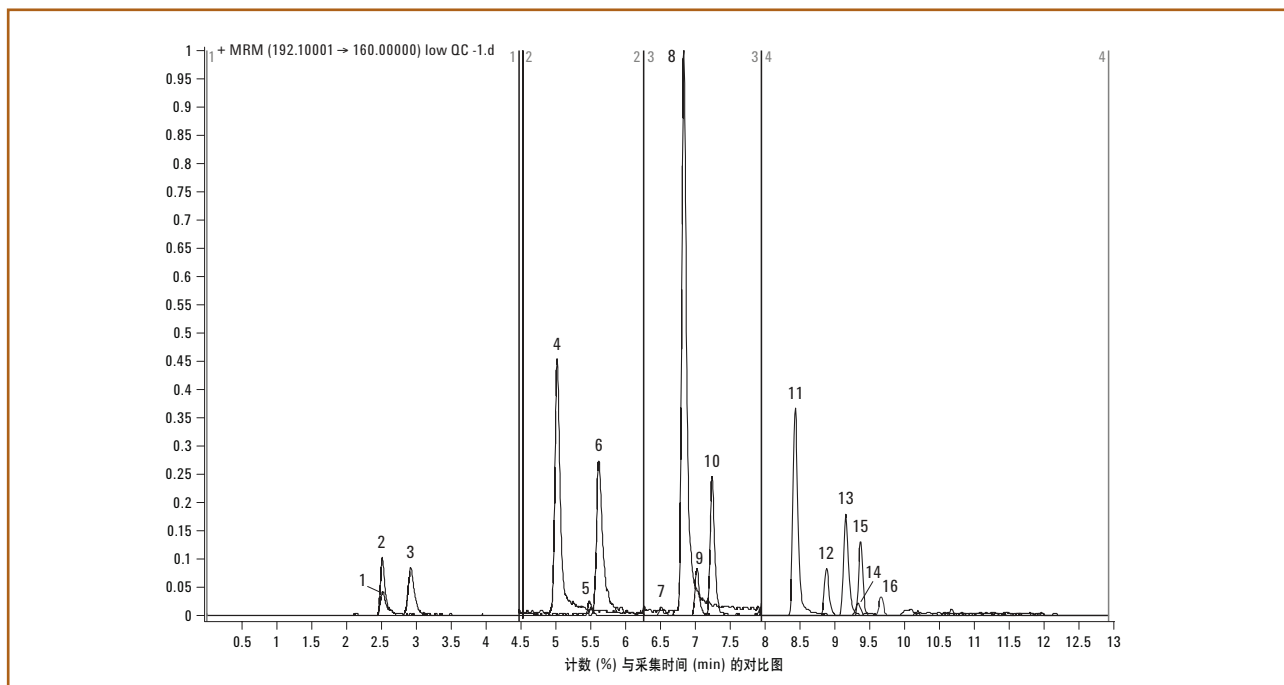


图 2. 10 ng/g 浓度加标苹果萃取物的色谱图。峰组分: 1. 甲胺磷; 2. 乙酰甲胺磷; 3. 吡蚜酮; 4. 多菌灵; 5. 吡虫啉; 6. 涕必灵; 7. 敌敌畏; 8. 残杀威; 9. 甲基硫菌灵; 10. 胺甲萘; 11. 灭线磷; 12. 戊菌唑; 13. 啶菌环胺; 14. 苯氟磺胺; 15. 醚菌酯; 16. 对甲抑菌灵

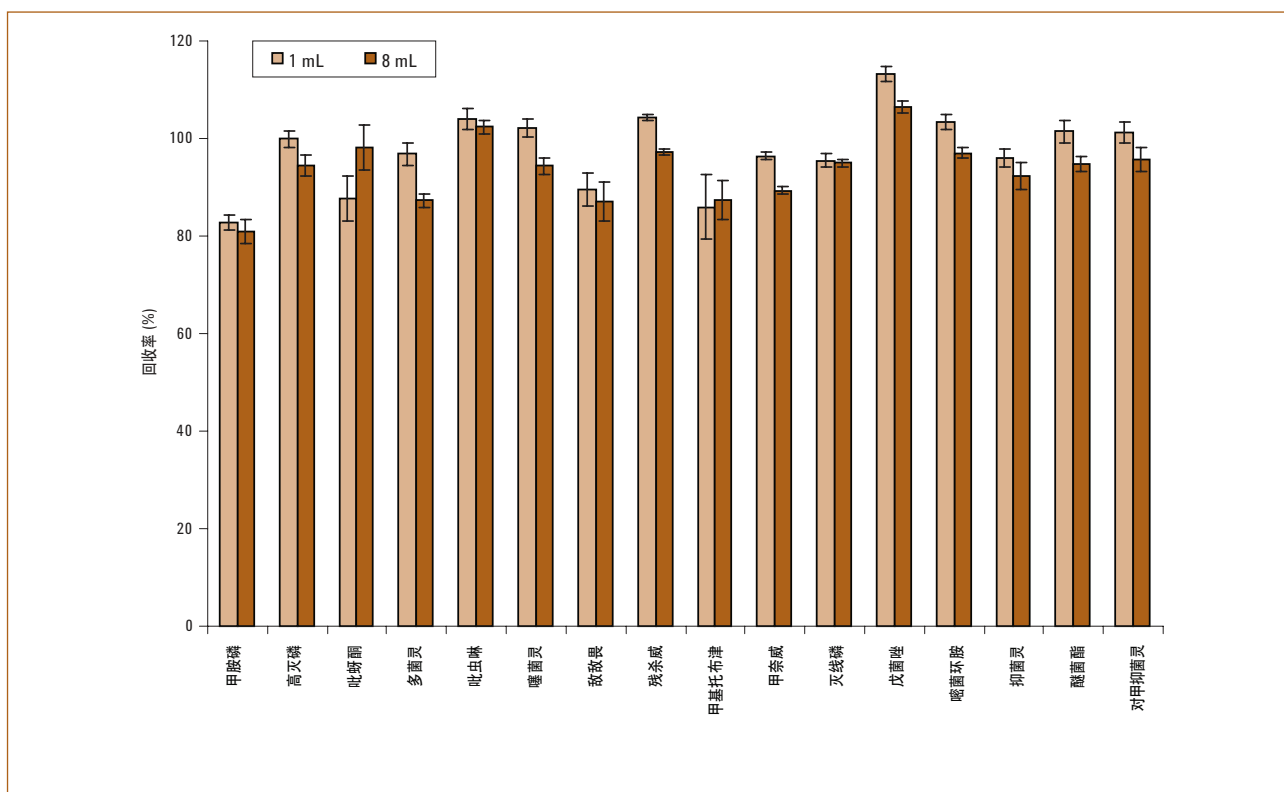


图 3. 1 mL 与 8 mL 分散 SPE 样品量的分析结果对比。

如需查看本应用报告全文, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3937CHCN

采用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒测定苹果中农药残留的 GC/MS 分析 (出版号 5990-4068CHCN)

引言

本应用报告报导了使用快速、简便、经济、高效、耐用和安全 (QuEChERS) 的 AOAC 样品制备方法, 提取并净化苹果中 17 种 GC 分析的多类别残留农药。使用气相色谱/质谱 (GC/MS) 的选择离子检测 (SIM) 模式对苹果提取物中的目标农药进行了分析。

仪器条件

气相色谱条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (Part No. 19091S-433UI)
自动采样器:	Agilent 7683 自动液体进样器
进样口:	不分流
载气:	氮气, 恒压模式
保留时间锁定:	甲基毒死蜱锁定于 16.596 分钟 (柱头压力为 22.0 psi)
柱箱升温程序:	70 $^{\circ}$ C (2 分钟), 以 25 $^{\circ}$ C/min 升到 150 $^{\circ}$ C (0 分), 以 3 $^{\circ}$ C/分钟升至 200 $^{\circ}$ C (0 分), 以 8 $^{\circ}$ C/分钟升到 280 $^{\circ}$ C (11.5 分钟)
进样量:	1.0 μ L

质谱条件

调谐文件:	Atune.u
模式:	SIM (参见应用摘要的表 2 了解有关设置的详细信息)
离子源、四极杆、传输线温度:	分别为 230 $^{\circ}$ C、150 $^{\circ}$ C 和 280 $^{\circ}$ C
自动调谐电压:	3 min
倍增电压:	自动调谐电压

QuEChERS 操作程序

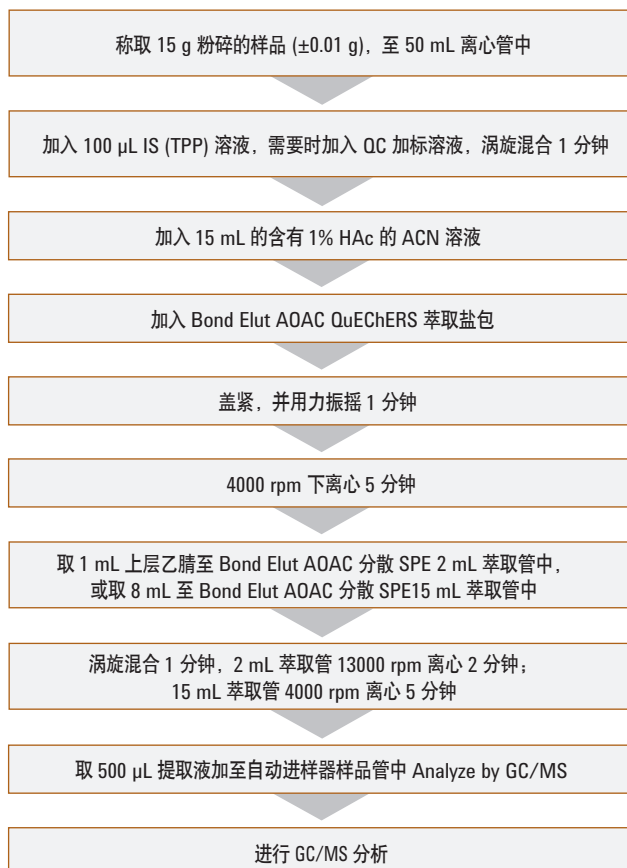


图 1. Agilent QuEChERS AOAC 样品萃取过程的流程图

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲盐萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

用于普通蔬菜和水果的 **Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒**, 2 mL, 部件号 5982-5022 或 15 mL, 部件号 5982-5058

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 毛细管柱, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m, 部件号 19091S-433UI

结果

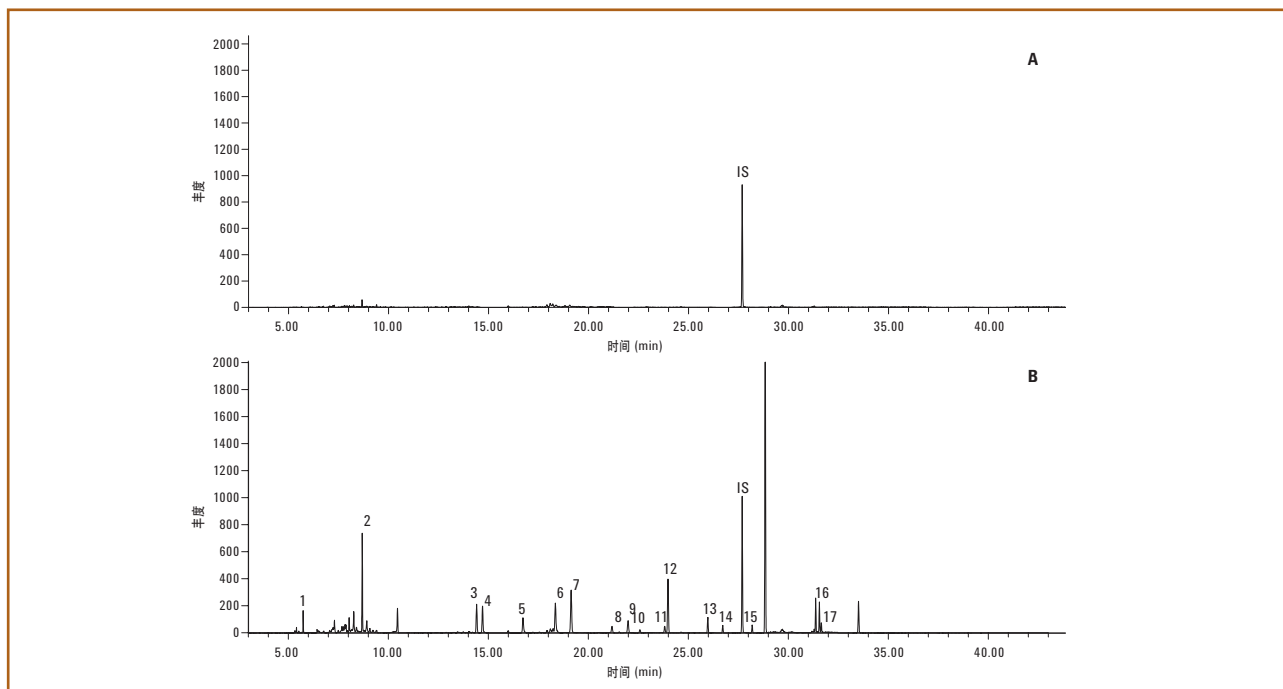


图 2. 苹果提取物的 GC/MS 色谱图。(A) 苹果提取空白；(B) 50ng/g 加标苹果提取物。峰鉴定：1. 敌敌畏，2. *s*-苯基苯酚，3. 二嗪磷，4. 百菌清，5. 西维因，6. 苯氟磺胺，7. 百灭宁，8. 灭菌丹，9. γ -氯丹，10. 硫丹，11. 狄氏剂，12. DDE，13. 乙磷酸，14. 硫丹硫酸盐，15. 异狄氏剂酮，16. 氯菊酯，17. 蝇毒磷。内标为磷酸二苯酯 (TPP)

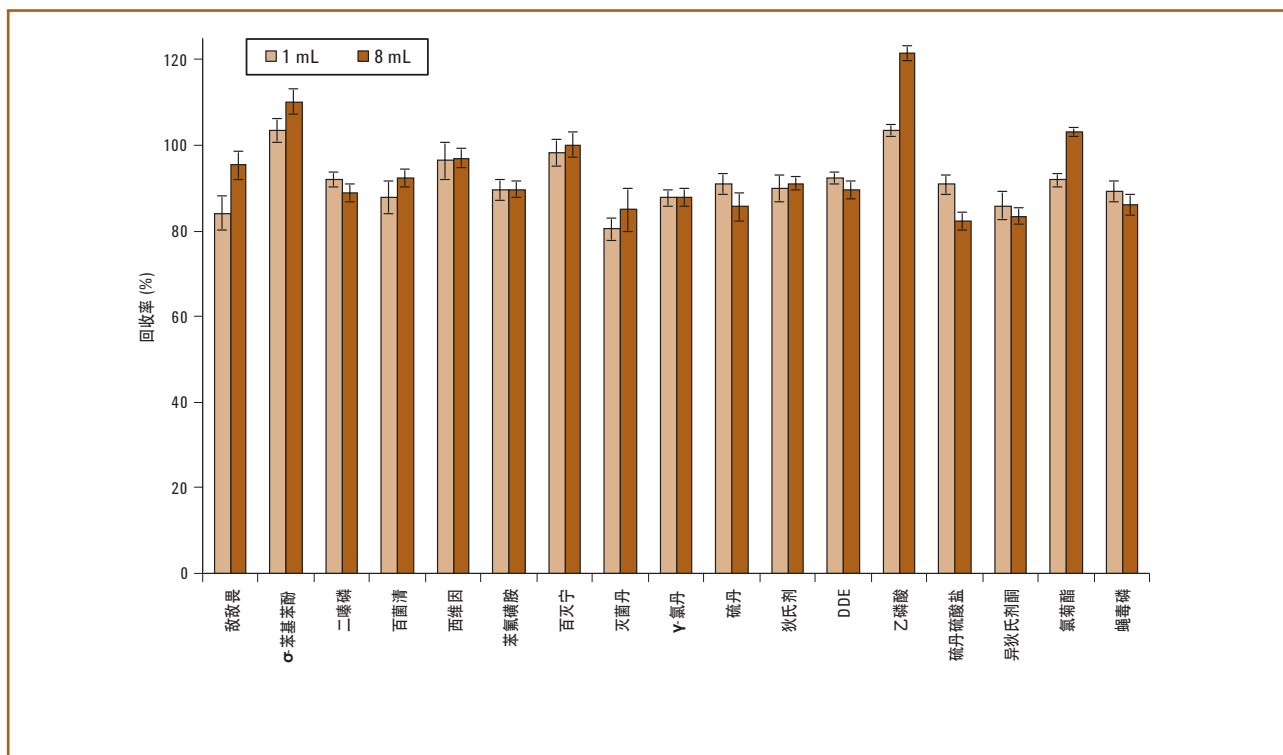


图 3. 分别用 Agilent Bond Elut 2 mL 和 15 mL 分散试剂盒处理 1 mL 和 8 mL 提取物的回收率和精密度结果

如需查看本应用报告全文，请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-4068CHCN

采用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒进行菠菜中残留农药的 GC/MS 分析 (出版号 5990-4305CHCN)

引言

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。为了解决分散固相萃取中石墨化炭黑 (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, 在选择离子检测 (SIM) 模式下对菠菜中目标农药萃取物进行了分析。

仪器条件

气相色谱条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (部件号 19091S-431UI)
进样口:	不分流
进样衬管:	螺旋锥型, 去活 (部件号 5188-5398)
载气:	氦气
进样压力:	运行时 19.6psi (恒压模式), 反吹时 1.0 psi
进样温度:	250 $^{\circ}$ C
进样量:	1.0 μ L
分流出口吹扫流量:	0.75 min 时 30mL/min
升温程序:	70 $^{\circ}$ C (保持 1 min), 以 50 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 150 $^{\circ}$ C (保持 0 分钟), 后以 6 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 200 $^{\circ}$ C (保持 0 分钟), 再以 16 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 280 $^{\circ}$ C (保持 6 分钟)
后运行:	3 min
微板流控技术:	带吹扫的 Ultimate Union (部件号 G3186B) -用于反吹分析柱和进样口
Aux EPC 气体:	氦气直通至带吹扫的 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 超高惰性柱 15 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (部件号 19091S-431UI)
限流器:	65 cm x 0.15 mm, 0.15 μ m DB-5MS 超高惰性
连接管路:	带吹扫的 Ultimate Union 和 MSD 之间
质谱条件	
调谐文件	Atune.u
模式	选择性离子
离子源、四极杆、传输线温度	分别为 230 $^{\circ}$ C、150 $^{\circ}$ C 和 280 $^{\circ}$ C
溶剂延迟	2.30 min
倍增器电压	自动调谐电压

QuEChERS 操作程序

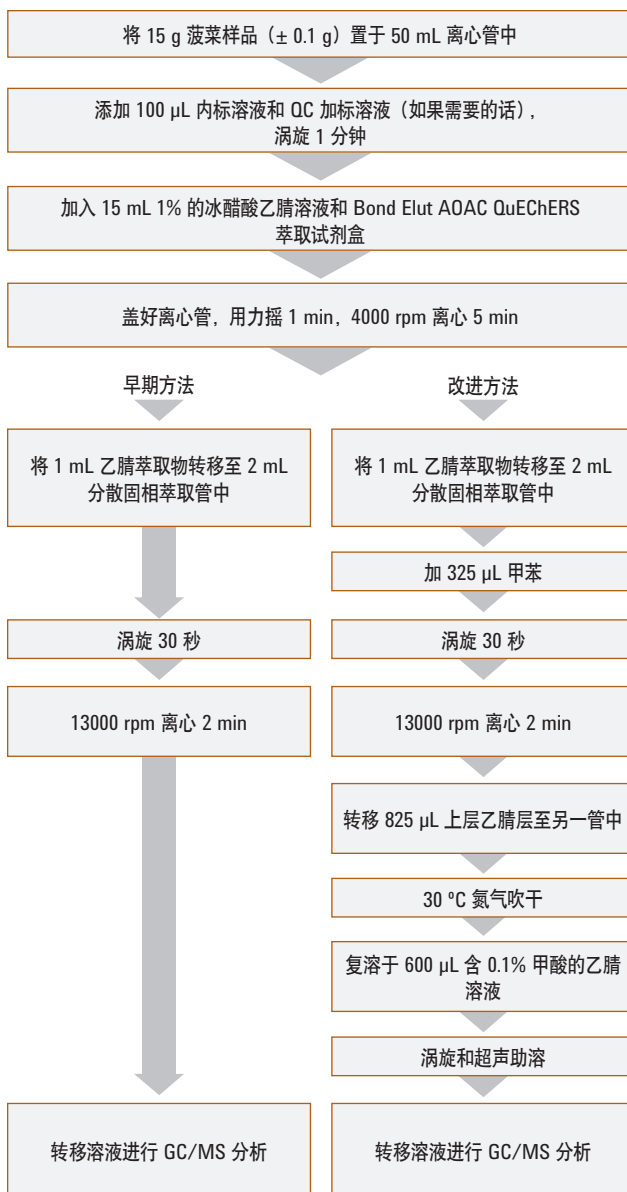


图 1. 菠菜样品的整个萃取流程图 (传统和改进分散固相萃取, 2 mL 体系)

结果

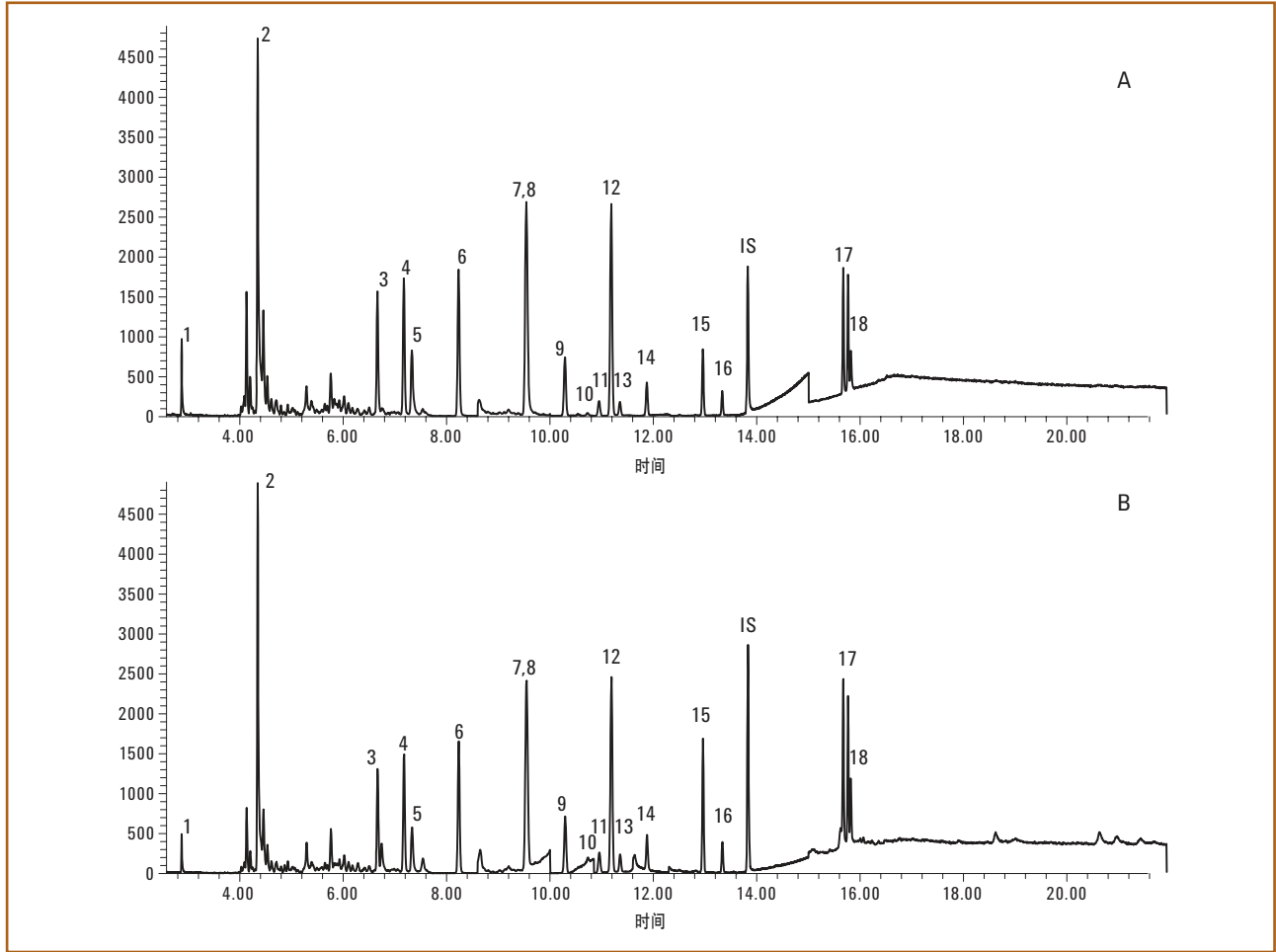


图 2. 经传统分散固相萃取法 (A) 和改进分散固相萃取法 (B) 处理的 50 ng/g 加标菠菜样品萃取物的 GC/MS 色谱图。峰鉴定: 1. 敌敌畏, 2. σ -苯基苯酚, 3. 林丹, 4. 二嗪农, 5. 百菌清, 6. 甲基毒死蜱, 7. 二氯二苯甲酮, 8. 毒死蜱, 9. 环氧七氯, 10. 福尔培 (灭菌丹), 11. γ -氯丹, 12. DDE, 13. α -氯丹, 14. 狄氏剂, 15. 乙硫磷, 16. 硫丹硫酸盐, 17. 百灭宁, 18. 蝇毒磷

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲盐提取试剂盒, 部件号 5982-5755

用于高色素水果和蔬菜的 **Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒**, 2 mL, 部件号 5982-5222 或 15 mL, 部件号 5982-5258

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性气相柱, 15 m x 0.25 mm, 0.25 μ m, 部件号 19091S-431UI

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

农药	低 QC (10 ng/g)		中等 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



如需查看本应用报告全文, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-4305CHCN

采用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒测定菠菜中农药残留的 GC/MS 分析 (出版号 5990-4248CHCN)

引言

用快速、简便、廉价、高效、耐用和安全的 (QuEChERS) AOAC 样品制备过程萃取和净化菠菜中的 13 种多类别农药残留。为了解决在分散固相萃取中的石墨化炭黑 (GCB) 明显降低平面结构农药含量的问题, 采用了加入甲苯的改进方法。菠菜萃取物中目标农药由 LC-ESI-MS/MS 多反应监测 (MRM) 测定。将原始的方法和改进后的分散固相萃取相结合, 测定了感兴趣的分析物的回收率和重现性, 对方法进行了验证。

仪器条件

高效液相色谱条件

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

流速: 0.3 或 0.5 mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 10 μ L

流动相: A: pH 为 5.0 含 5 mM 乙酸铵的 20:80 甲醇/水溶液
B: pH 为 5.0 含 5 mM 乙酸铵的乙腈溶液

针清洗: 含 0.2% 甲酸的 1:1:1:1 ACN/甲醇/异丙醇 (IPA)/H₂O

梯度:	时间 (min)	% 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
	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 $^{\circ}$ C

气体流速: 10 L/min

雾化器压力: 40 psi

毛细管电压: 4000 V

QuEChERS 操作程序

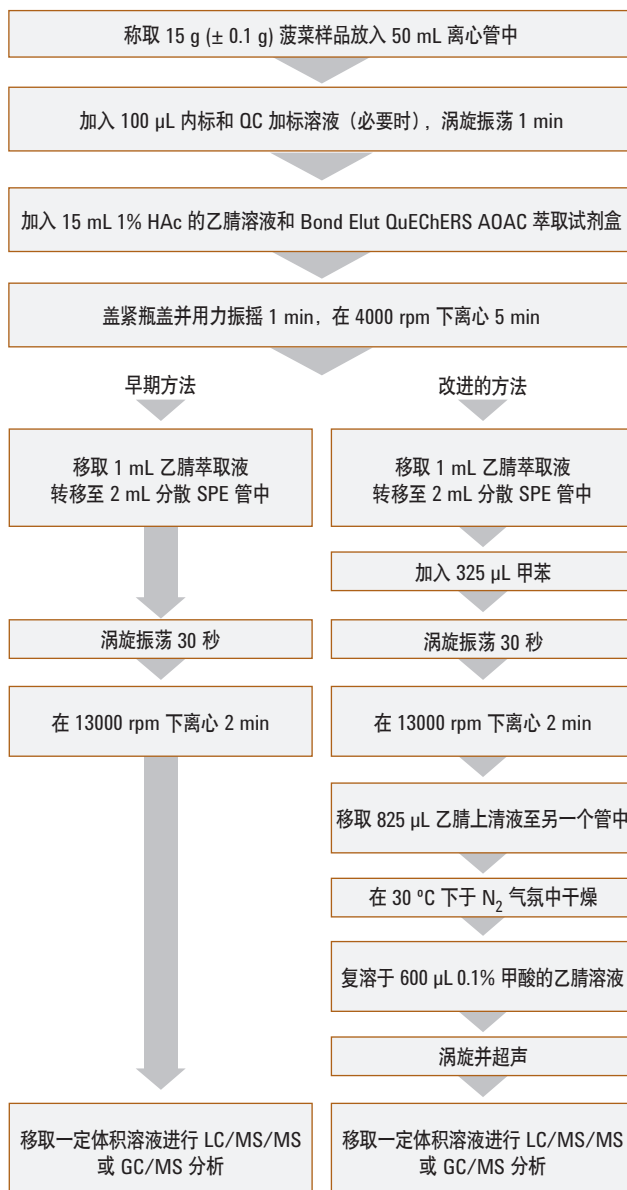


图 1. 所示流程图为菠菜样品的整个萃取过程 (原始和改进后的分散固相萃取方法)

结果

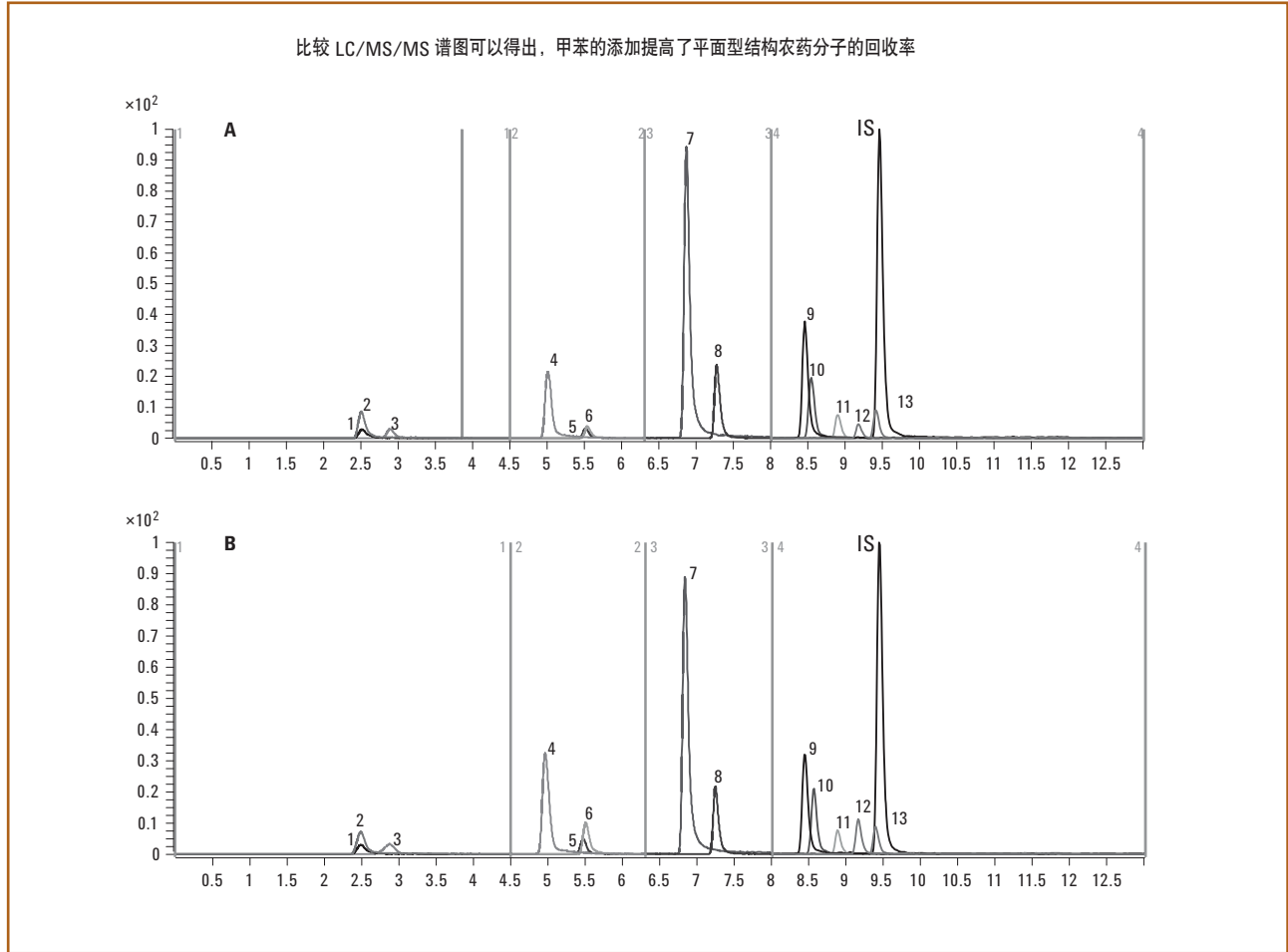


图 2. 50 ng/g 加标菠菜样品通过原始分散固相萃取 (A) 和改进分散固相萃取 (B) 萃取过程的 LC/MS/MS 谱图，峰识别：1. 甲胺磷，2. 乙酰甲胺磷，3. 吡蚜酮，4. 多菌灵，5. 益达胺，6. 噻苯咪唑，7. 残杀威，8. 胺甲奈，9. 灭克磷，10. 抑菌唑，11. 戊菌唑，12. 啉菌环胺，13. 醚菌酯 IS: 内标，TPP

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 缓冲提取试剂盒，部件号 5982-5755

用于高色素水果和蔬菜的 **Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒**，2 mL，部件号 5982-5222 或 15 mL，部件号 5982-5258

Agilent ZORBAX 增强型溶剂节省 Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC 色谱柱，3.0 x 150 mm，3.5 μ m，部件号 959963-312

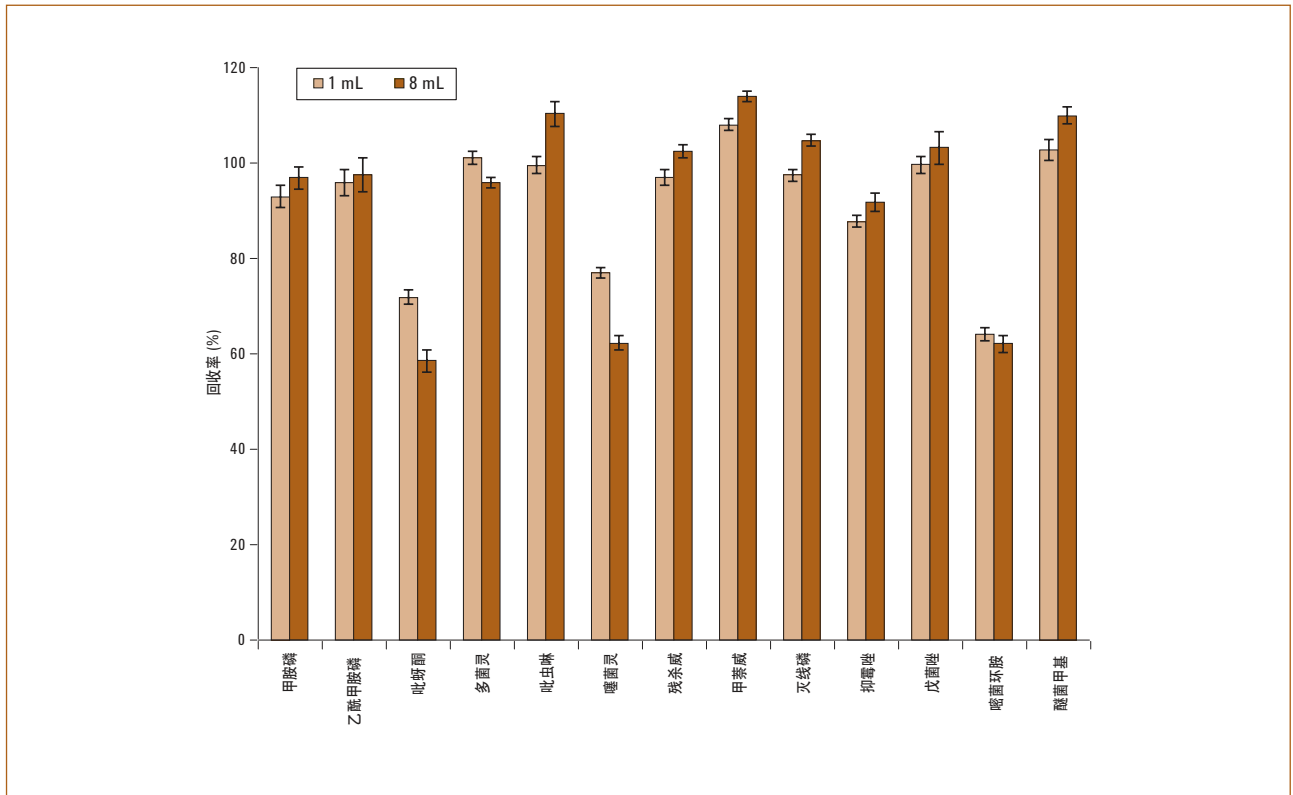


图 3. 1 mL 分散固相萃取和 8 mL 分散固相萃取的回收率和精密度结果



如需查看本应用报告全文，请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-4248CHCN

用甲苯和含有石墨化炭黑的 Agilent Bond Elut AOAC QuEChERS 试剂盒优化菠菜中平面结构农药的回收率（出版号 5990-4247CHCN）

引言

这一应用报告描述了在分散固相萃取 (SPE) 步骤加入甲苯对于分析菠菜中农药的影响，分析使用了安捷伦的专门用于高色素的水果和蔬菜的 Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒。使用改进过的 AOAC 方法，8 种难分析农药的回收率大幅度提高了 50% 到 300%，并且 RSD < 10%

QuEChERS 操作程序

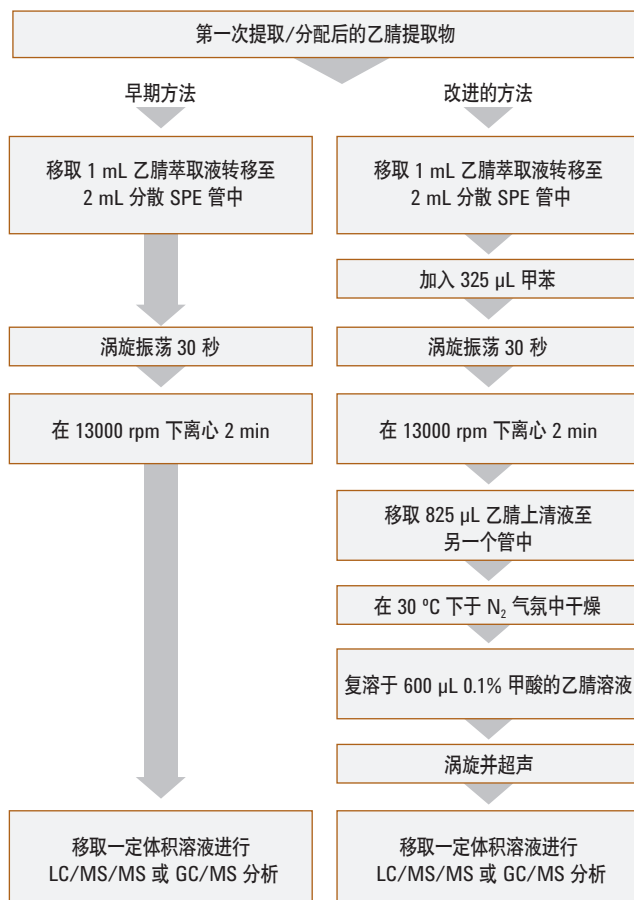


图 1. 传统方法（不加甲苯）和改进方法（加入甲苯）的分散 SPE 步骤

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX 溶剂节省柱 Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 × 150 mm, 3.5 µm (部件号: 959963-312)	
流速:	0.3 或 0.5 mL/min	
柱温:	30 °C	
进样量:	10 µL	
流动相:	A: 5 mM pH 5.0 的醋酸铵甲醇/水 (20:80) 溶液; B: 5 mM pH 5.0 的醋酸铵乙腈溶液	
针清洗:	1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O 含 0.2% FA	
梯度:	时间 (min)	流速 (mL/min)

时间 (min)	% 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
13.0	停止	
后运行:	4 min	
总分析时间:	17 min	

气相色谱仪条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm (部件号: 19091S-431UI)
进样方式:	不分流
进样口衬管:	Helix 双锥型, 去活 (部件号: 5188-5398)
载气:	氦气
进样压力:	运行时 19.6 psi (恒压模式), 反吹时 1.0 psi
进样温度:	250 °C
进样量:	1.0 µL
分流出口吹扫流量:	0.75 min 时速度为 30 mL/min
柱箱升温程序:	70 °C 保持 1 min, 以 50 °C/min 的速度升到 150 °C, 保持 0 min, 再以 6 °C/min 的速度升到 200 °C, 保持 0 min, 再以 16 °C/min 的速度升到 280 °C, 保持 6 min
后运行:	3 min
毛细管:	带吹扫的 Ultimate Union (部件号: G3186B) – 用于反吹分析柱和进样口
Aux EPC 气体:	氦气通至带吹扫的 Ultimate Union 毛细管吹扫
Aux EPC 压力:	运行时为 4.0 psi, 反吹时为 8 0.0 psi
连接管路:	进样口和带吹扫的 Ultimate Union 毛细管 (部件号: G3186B) 之间
限流器:	65 cm x 0.15 mm, 0.15 µm DB-5 ms 超高惰性
连接管路:	带吹扫的 Ultimate Union 毛细管和 MSD 之间

结果

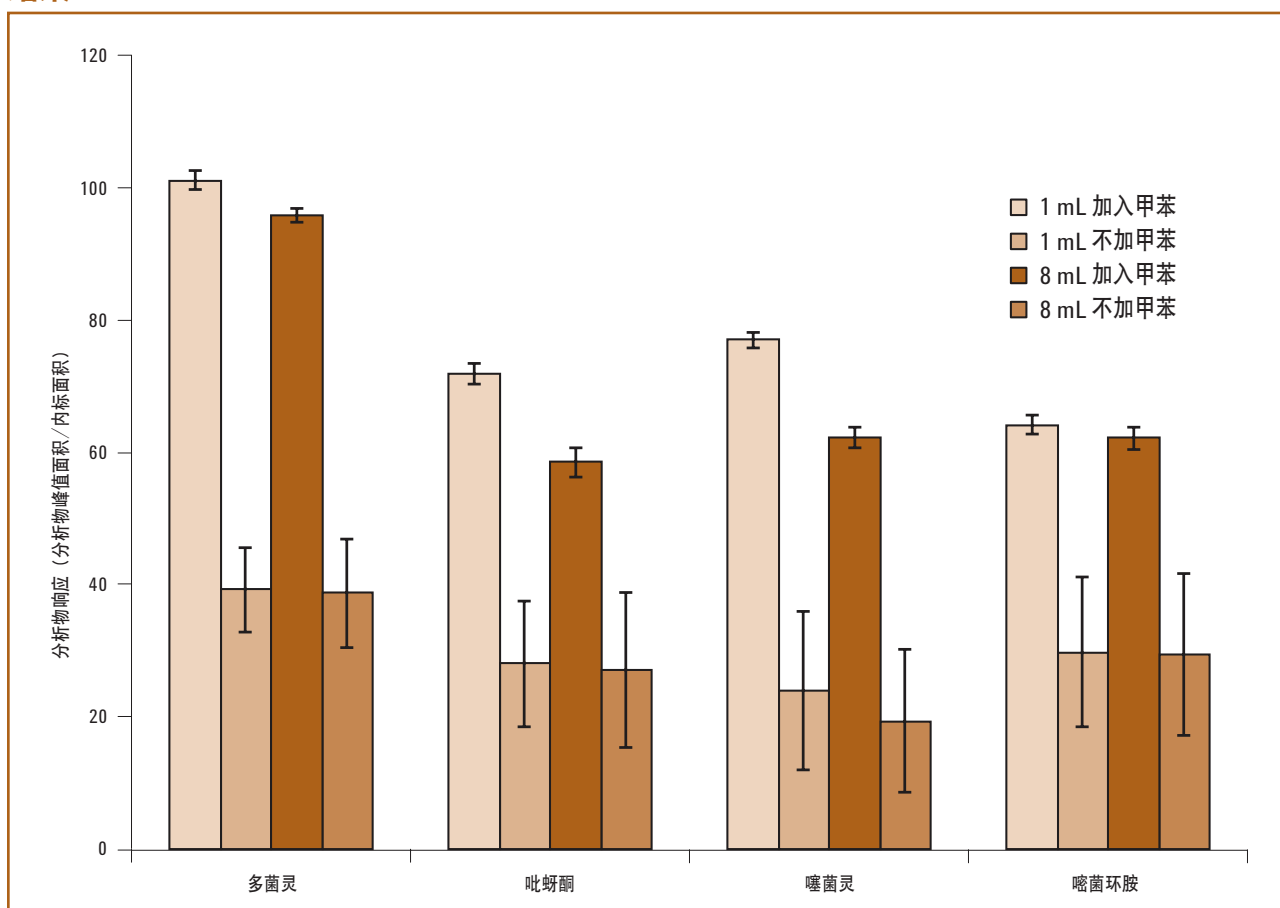


图 2. 使用改进方法（加入甲苯）和传统方法（不加甲苯）对于 1 mL 和 8 mL 分散 SPE 的结果比较

上述应用摘要涉及的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 提取试剂盒, 部件号 5982-5755

用于高色素水果和蔬菜的 **Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒**, 2 mL, 部件号 5982-5222 或 15 mL, 部件号 5982-5258

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 毛细管柱, 15 m x 0.25 mm x 0.25 μ m, 部件号 19091S-431UI

Agilent ZORBAX 溶剂节省 Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl 液相色谱柱, 3.0 x 150 mm, 3.5 μ m, 部件号 959963-312

表 1. 加入甲苯改进的分散 SPE 对于一些农药的影响

分析物	传统方法 (不加甲苯)		改进方法 (加入甲苯)		改进方法的影响	检测方法
	回收率	RSD (n=6)	回收率	RSD (n=6)		
多菌灵	38.9	14.6	98.5	2.5	效果好	LC/MS/MS
噻菌灵	21.8	19.7	69.7	2.7	效果好	LC/MS/MS
吡蚜酮	27.6	21.2	65.2	3.7	效果好	LC/MS/MS
噁菌环胺	29.6	23.4	63.1	3.2	效果好	LC/MS/MS
百菌清	21.1	16.4	47.3	5.9	效果好	GC/MS
蝇毒磷	30.1	24.0	87.9	6.1	效果好	GC/MS
二氯苯甲酮	53.7	4.5	77.7	6.1	效果好	GC/MS
灭菌丹	62.0	14.6	88.2	6.3	效果好	GC/MS
敌敌畏	88.8	6.0	20.4	89.8	效果很差	GC/MS
o-苯基苯酚	88.6	4.6	73.7	7.4	效果略差	GC/MS
二嗪农	94.9	5.9	81.3	4.0	效果略差	GC/MS
氯丹	103.9	4.5	101.3	4.5	无	GC/MS
合成菊脂	81.4	7.2	83.3	5.1	无	GC/MS
高灭磷	95.5	5.6	99.8	4.7	无	LC/MS/MS
胺甲萘	108.0	2.5	109.1	1.9	无	LC/MS/MS
残杀威	97.0	3.19	96.7	2.5	无	LC/MS/MS



如需查看本应用报告全文，请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-4247CHCN

使用 Agilent 1290 Infinity LC 和 Agilent 6460 三重串联四极杆 LC/MS 以 UHPLC/MS/MS 法测定婴儿食品中的农药残留 (出版号 5990-5028EN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 样品制备方法萃取和净化婴儿食品中浓度低于欧盟条例 396/2005 中规定的最高残留限量 (MRL) (对于水果或蔬菜, MRL 为 10 µg/kg) 的 40 种农药。使用 UHPLC 和三重串联四极杆 MS 来定性和定量分析婴儿食品基质中的痕量农药。

根据重现性、线性和灵敏度对方法和萃取的效果进行评估。此外,还考察了附加分散固相萃取净化的影响。检测限在 500 ng/kg 至 10 ng/kg (ppt) 的范围内,远低于欧盟强制执行的 10 µg/kg (ppb) MRL 标准。

仪器条件

方法参数

色谱柱:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18, 2.1 × 150 mm, 1.8 µm	
流动相:	A: 0.05% (w/v) 甲酸铵 + 0.01% (v/v) 甲酸水溶液 B: 甲醇	
流速:	0.5 mL/min	
梯度:	时间 (min)	% B
	0 至 5	10 至 65
	5 至 6.5	65 至 95
	6.5 至 8.5	95
	8.5 至 10	10
温度:	45 °C	
进样量:	2 µL, 带针头清洗 (冲洗口, 5 s, 水/甲醇 1/1)	
检测器:	MS/MS	
离子化模式:	电喷雾模式, 正电离	

喷射流参数

干燥气温度:	250 °C
干燥气流速:	10 L/min
喷雾器压力:	30 psig
鞘气温度:	340 °C
鞘气流速:	11 L/min
毛细管电压:	4500 V
喷嘴电压:	500 V

采集

动态多反应监测:	参见应用摘要的表 1
Delta EMV:	50
周期时间:	200 ms

QuEChERS 操作程序



图 1. 婴儿食品中农药残留的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 萃取操作程序

结果

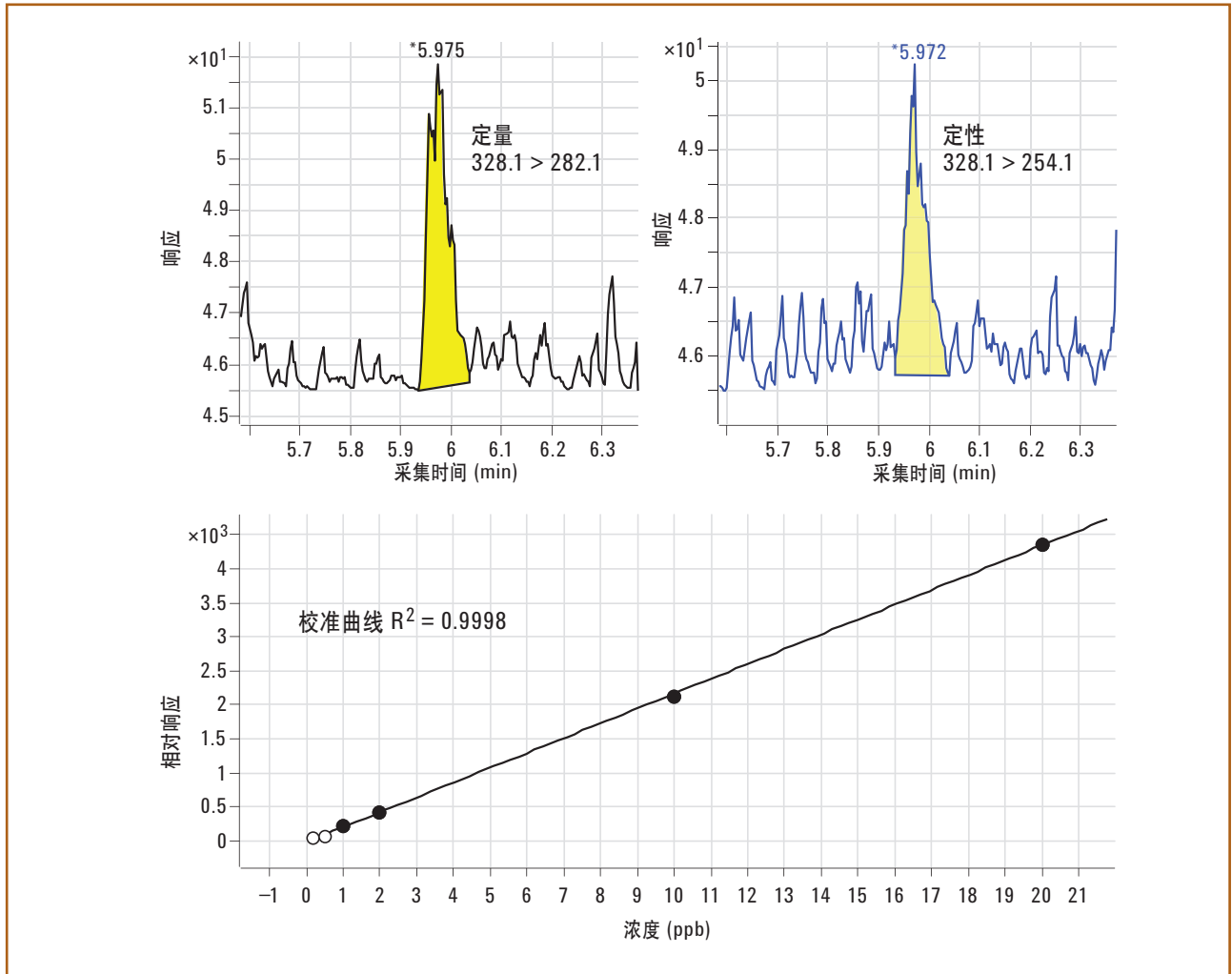


图 2. LOD 处 (0.5 ppb 标准溶液) 的两个 transitions 的离子流色谱图以及婴儿食品中吡氟禾草灵校准曲线



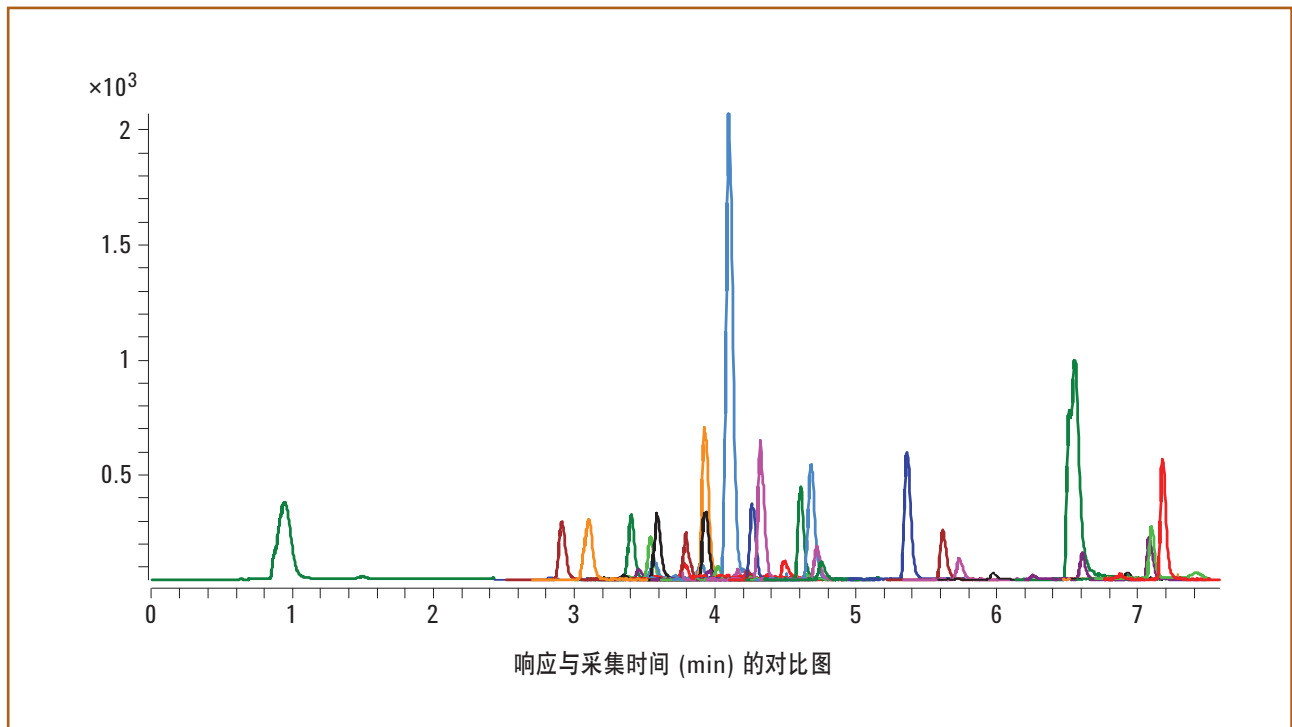


图 3. 加标 1 ppb 的婴儿食品样品 2 萃取物的 MRM 谱图 (仅显示定量转换)。该样品未执行分散 SPE 净化。未显示内标的转换

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

用于多脂样品的 Agilent Bond Elut AOAC 分散 SPE 管, 部件号 5982-5158

Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18 色谱柱, 2.1 × 150 mm, 1.8 μm, (部件号 959759-902)

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-5028EN

使用 Agilent SampliQ QuEChERS AOAC 试剂盒以 HPLC-FLD 法测定鸡肉中的磺胺类残留物（出版号 5990-5395EN）

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS EN 样品制备方法，在用荧光胺柱前衍生化后，以 HPLC-FLD 法测定鸡肉中的磺胺类药物。回收率在 76.8% 至 95.2% 的范围内，开发并验证了一种可测定九种磺胺类药物的 HPLC-荧光检测 (FLD) 方法。

分析仪器是配置二元泵和荧光检测器 (DAD) 的 Agilent 1200 Infinity 系列 HPLC，DAD 设置为 $\lambda_{\text{ex}} = 405 \text{ nm}$ 且 $\lambda_{\text{em}} = 495 \text{ nm}$ 。采用 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱实现化合物的分离。采用 HPLC 2D ChemStation 软件对数据进行处理。

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 4.6 × 75 mm, 3.5 μm	
流速:	1 mL/min	
柱温:	25 °C	
进样量:	5 μL	
流动相:	A: 0.05 M 乙酸钠, pH 4.5 B: 甲醇	
梯度:	时间 (min)	%B
	0	35
	35	41
	50	55
检测器:	Ex = 405 nm Em = 495 nm	

QuEChERS 操作程序



图 1. 用于分析鸡肉中磺胺类药物残留的 QuEChERS AOAC 样品制备程序

结果

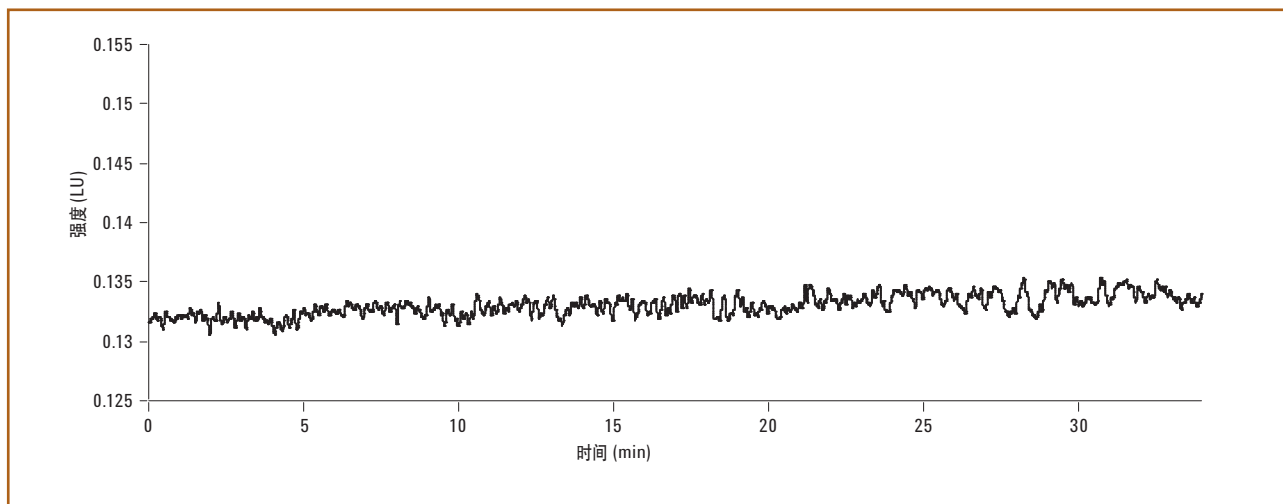


图 2. 空白鸡肉萃取物的色谱图

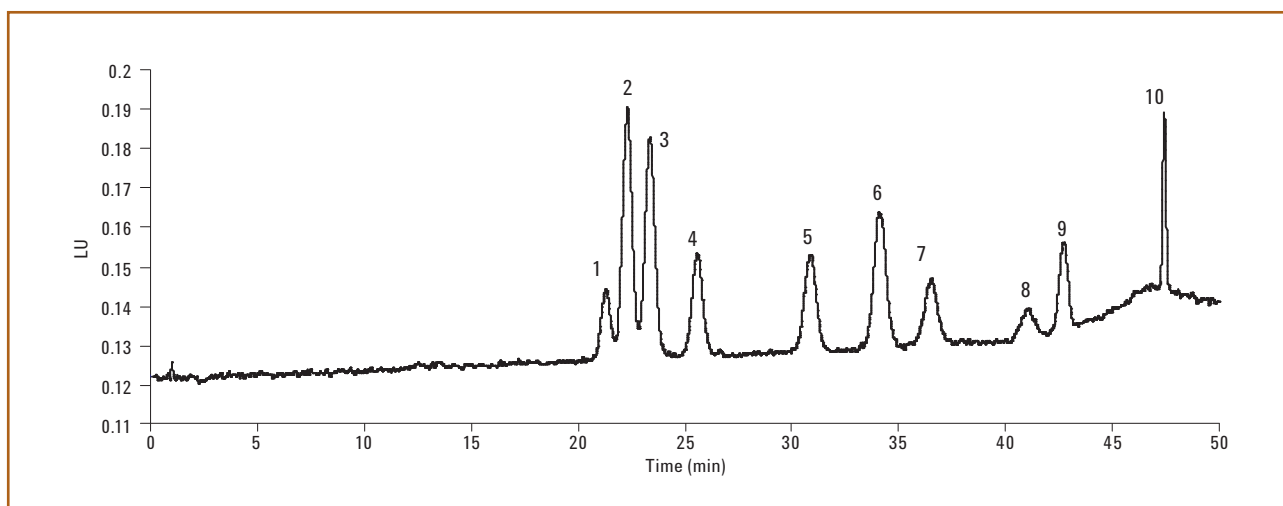


图 3. 浓度为 50 ng/g 加标鸡肉萃取物的色谱图: 1. 磺胺嘧啶; 2. 磺胺噻唑; 3. 磺胺吡啶 (内标); 4. 磺胺甲噁啶; 5. 磺胺甲基噁啶; 6. 磺胺甲噻二唑; 7. 磺胺甲氧噻唑; 8. 磺胺氯噻唑; 9. 磺胺甲基异恶唑; 10. 磺胺二甲噁啶

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-5158

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱, 4.6 × 75 mm, 3.5 μm, 部件号 959933-902

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-5395CHCN

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒以 HPLC-FLD 法分析鱼类体内的多环芳烃 (出版号 5990-5441EN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS AOAC 样品制备方法来自测定鱼排中的十六种多环芳烃 (PAH)。分析物在三个不同配方水平下的回收率在 83.4% 到 101% 范围内, 相对标准偏差在 0.6% 到 1.9% 范围内。

分析仪器是配置二元泵和荧光检测器 (DAD) 的 Agilent 1200 Infinity 系列 HPLC, 采用 HPLC 2D ChemStation 软件对数据进行处理。获得了高回收率和优异的精度。因此, 本方法适合对实际样品中的 PAH 进行质量控制测试。

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX Eclipse PAH C18, 4.6 × 50 mm, 1.8 μm	
流速:	0.8 mL/min	
柱温:	18 °C	
进样量:	5 μL	
流动相:	A: 去离子水 B: CH ₃ CN	
梯度:	时间 (min)	%B
	0	60
	1.5	60
	7	90
	13	100
检测器:	230 nm 紫外检测 (范), 荧光激发 (Ex) 和发射 (Em) 波长可变	

波长:

时间 (min)	Ex/Em 波长 (nm)	检测的 PAH
0 - 5 (深蓝色)	260/352	萘、二氢萘、芴、菲、苯并菲
0 - 14 (红色)	260/420	蒽、苝、苯并[e]苝、二苯并[a,h]蒽、苯并[g,h,i]
0 - 14 (浅蓝色)	260/460	荧蒽、1,2-苯并[a]蒽、苯并[e]蒽、苯并[k]荧蒽、苊并[1,2,3-cd]苝

QuEChERS 操作程序



图 1. 用于分析鱼类中 PAH 残留的 QuEChERS AOAC 样品制备程序

结果

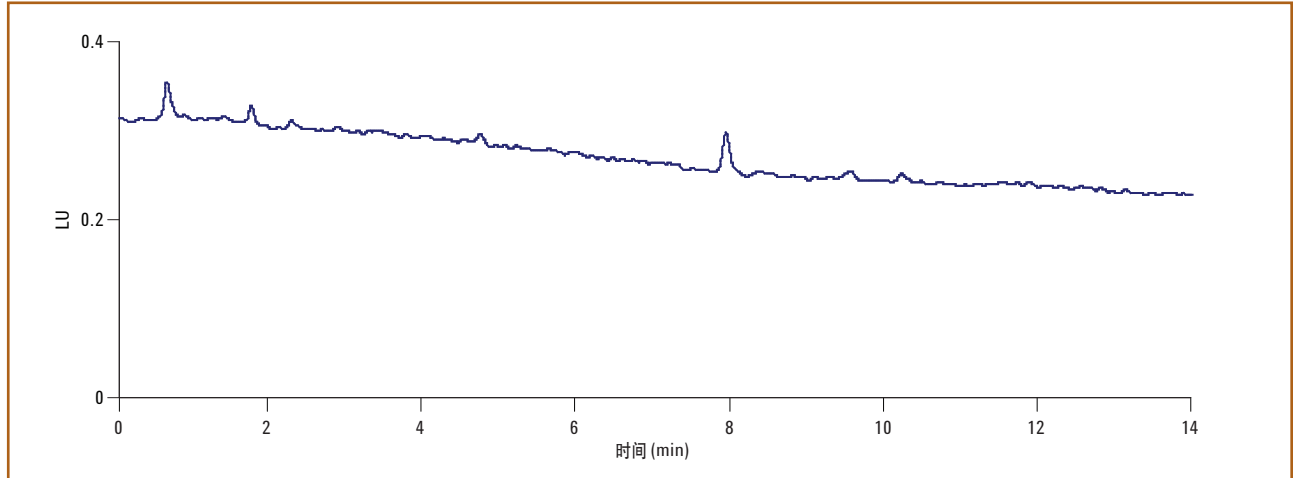


图 2. 空白鱼类萃取物的色谱图。色谱条件列于应用摘要的表 1 中。基线色谱图采用下列激发/发射波长: 260 nm/352 nm。其他的激发/发射条件没有显示其他干扰

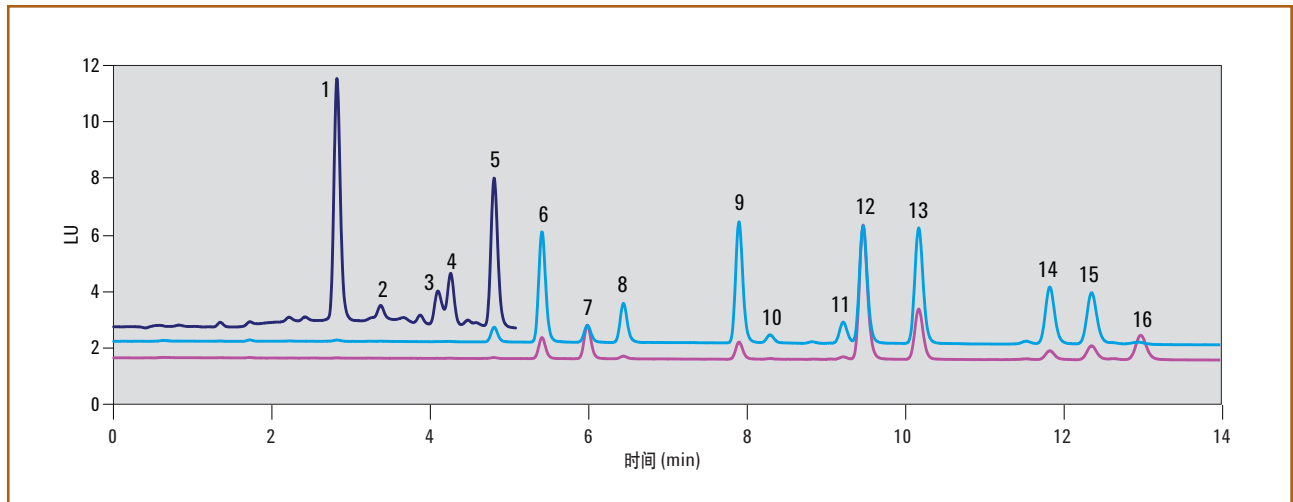


图 3. 加标鱼类样品的重叠 HPLC-FLD 色谱图包含: 1. 萘; 2. 苎; 3. 苎; 4. 苎; 5. 菲; 6. 蒽; 7. 荧蒽; 8. 苝; 9. 1,2-苯并蒽; 10. 屈; 11. 苯并[e]苝; 12. 苯并[e]苎; 13. 苯并[k]荧蒽; 14. 二苯并[a,h]苎; 15. 苯并[g,h,i]苝; 16. 苝并[1,2,3-cd]苝。此样品加标水平为 1 级 (参见应用摘要的表 3)。色谱图的蓝色部分采用下列激发/发射波长: 260 nm/352 nm; 红色部分: 260 nm/420 nm; 浅蓝色部分: 260 nm/440 nm。对于苎, 紫外检测采用的是 230 nm

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

Agilent Bond Elut AOAC 脂肪分散 SPE 试剂盒, 15 mL, 部件号 5982-5158

Agilent ZORBAX Eclipse PAH C18 色谱柱, 4.6 × 50 mm, 1.8 μm, 部件号 959941-918

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒以 LC/MS/MS 法分析炸薯条中的丙烯酰胺（出版号 5990-5940CHCN）

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 丙烯酰胺萃取步骤结合 AOAC dSPE 净化样品制备方法，以 $^{13}\text{C}_3$ -丙烯酰胺作为内标，并以 LC/MS/MS 法分析炸薯条中的丙烯酰胺。丙烯酰胺的回收率为 97% 至 116%。使用 Agilent 1200 Infinity 系列仪器与 Agilent 6460 三重串联四极杆 LC/MS 联用来进行分析。

基于适用于丙烯酰胺萃取和净化的 Agilent Bond Elut QuEChERS 开发出了简单快捷的 LC/MS/MS 分析方法，该方法可获得高萃取率和优异的精度。

仪器条件

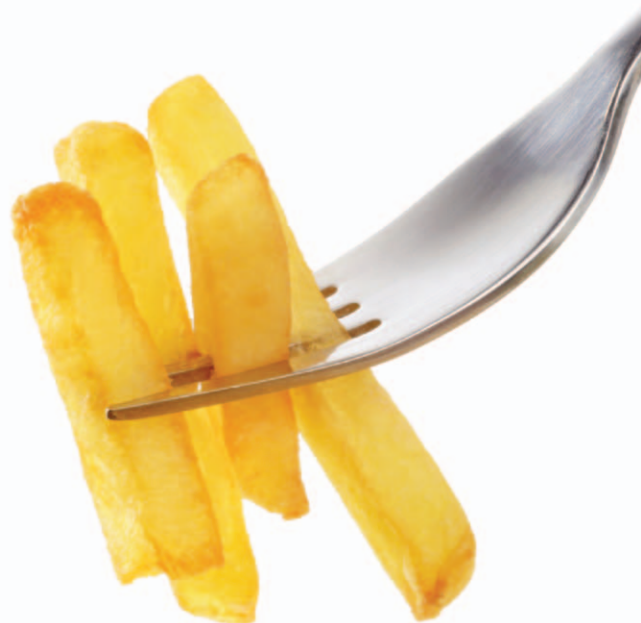
LC/MS/MS 条件

色谱柱:	反相 C18 柱, 2.1 × 150 mm, 3 μm
柱温:	30 °C
等度模式 (%B):	2.5% 的甲醇/97.5% 的 0.1% 甲酸溶液
流速:	0.2 mL/min
进样量:	10 μL
运行时间:	7 min
后运行时间:	3 min
质谱仪:	喷射流离子聚焦离子源, 正离子模式
毛细管电压:	4000
喷嘴电压:	500 V
鞘气温度:	325 °C, 5 L/min
干燥气温度:	325 °C, 11 L/min

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于炸薯条中丙烯酰胺分析的 QuEChERS 样品制备程序



结果

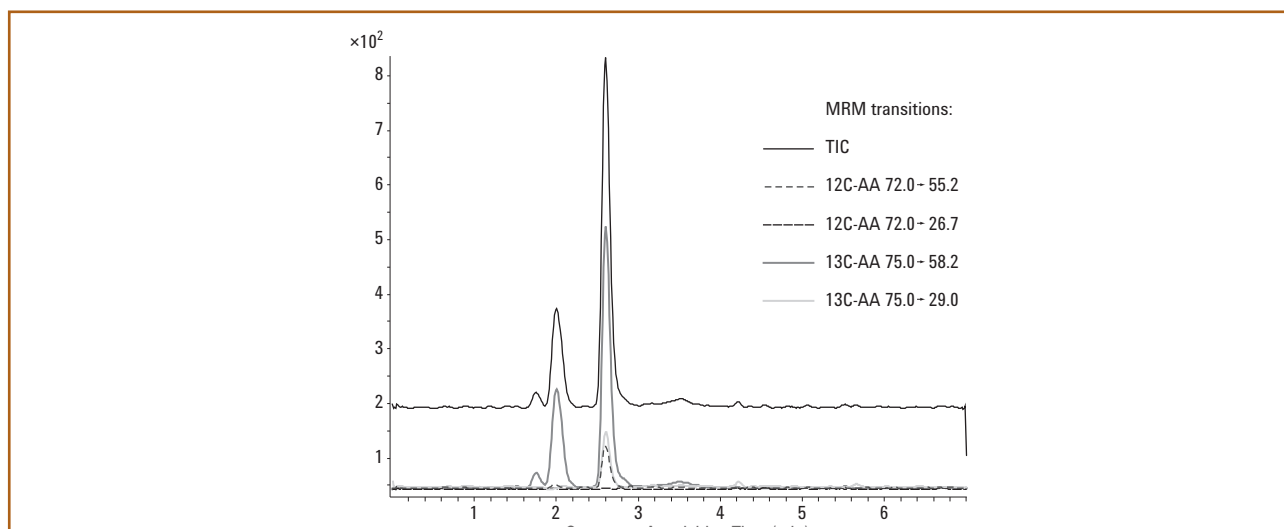


图 2. 浓度为 10 ng/mL 的丙烯酰胺标准和浓度为 500 ng/mL ¹³C₃-丙烯酰胺内标的色谱图

表 1. 丙烯酰胺标样添加的炸薯条样品和 1:1 乙腈水溶液的回收率和相对标准偏差 (n=3)

基质	丙烯酰胺的加标浓度 (ng/mL)	%回收率 (n=3)	%RSD (n=3)
1:1 水:乙腈	50	116.6	4.07
1:1 水:乙腈	100	114.06	4.85
炸薯条	100	97.14 (背景校正之后)	5.04
炸薯条	200	97.50 (背景校正之后)	2.55

上述应用摘要中所使用的产品

适用于丙烯酰胺分析的 Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒, 部件号 5982-5850

Agilent Bond Elut AOAC 分散 SPE 试剂盒, 2 mL, 部件号 5982-5022

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-5940CHCN

使用 Agilent J&W DB-35ms 及 DB-XLB GC 色谱柱对鱼肉组织中的 PCB 进行 GC/ μ ECD 分析和确认 (出版号 5990-6236EN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 样品制备方法萃取和净化鱼肉组织中的 19 种 PCB (多氯联苯) 同系物。加标回收率在 72% 至 116% 的范围内。使用配置双 μ ECD 检测器和双毛细管 GC 色谱柱的 Agilent 7890A GC 系统, 能够通过一次进样同时鉴定和确认 19 种 PCB。GC 还配置有未吹扫的两通分流毛细管微板流路控制技术 (CFT) 装置。

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于鱼类样品的 Agilent Bond Elut QuEChERS 改进的 AOAC 萃取程序

仪器条件

高效液相色谱条件	
色谱柱 1:	Agilent J&W DB-35 ms, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m (部件号 122-3832)
色谱柱 2:	Agilent J&W DB-XLB, 30 m \times 0.25 mm, 0.50 μ m (部件号 122-1236)
GC:	配置双 μ ECD 检测器的 Agilent 7890A
进样器:	Agilent 7873B 5.0 μ L 进样针 (部件号 5181-1273)
微板流路控制技术装置:	两通未吹扫的分流微板流路控制技术装置 (部件号 G3181B)
载气:	氢气 85 cm/s, 恒定流速 3.5 mL/min
进样量:	1.0 μ L 不分流进样; 250 $^{\circ}$ C 0.3 min 时吹扫流速 60 mL/min, 2 min 时载气节省开启, 流速 20 mL/min
柱温箱:	110 $^{\circ}$ C (保持 0.1 min), 以 25 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 200 $^{\circ}$ C (保持 0.5 min), 以 10 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 240 $^{\circ}$ C (保持 0.5 min), 以 30 $^{\circ}$ C/min 的速度 升温至 325 $^{\circ}$ C (保持 1.5 min)
进样量:	1 μ L 不分流进样, 250 $^{\circ}$ C 下, 0.3 min 时吹扫流速 50 mL/min, 2 min 时载气 节省开启, 流速 50 mL/min
双 μ ECD 检测器:	350 $^{\circ}$ C, N ₂ 作尾吹气; 色谱柱流速 + 尾吹气流速 = 30 mL/min 并保持恒定

流路消耗品

样品瓶:	琥珀色螺纹盖玻璃样品瓶 (部件号 5183-2072)
样品瓶盖:	蓝色螺口盖 (部件号 5182-0717)
样品瓶内插管:	100 μ L 玻璃/聚合物支脚 (部件号 5181-8872)
进样针:	5 μ L (部件号 5181-1273)
隔垫:	高级绿色隔垫 (部件号 5183-4759)
进样口密封垫:	分流平板进样口密封垫 (部件号 5188-5367)
进样口衬管:	去活双锥形直接连接衬管 (部件号 G1544-80700)
密封圈:	0.4 mm 内径短密封圈; 85/15 Vespel/ 石墨密封圈 (部件号 5181-3323)
CFT 接头:	内螺母 (部件号 G2855-20530)
CFT 密封圈:	SilTite 密封圈, 内径 0.25 mm (部件号 5188-5361)
20 倍放大器:	20 倍放大器环 (部件号 430-1020)

结果

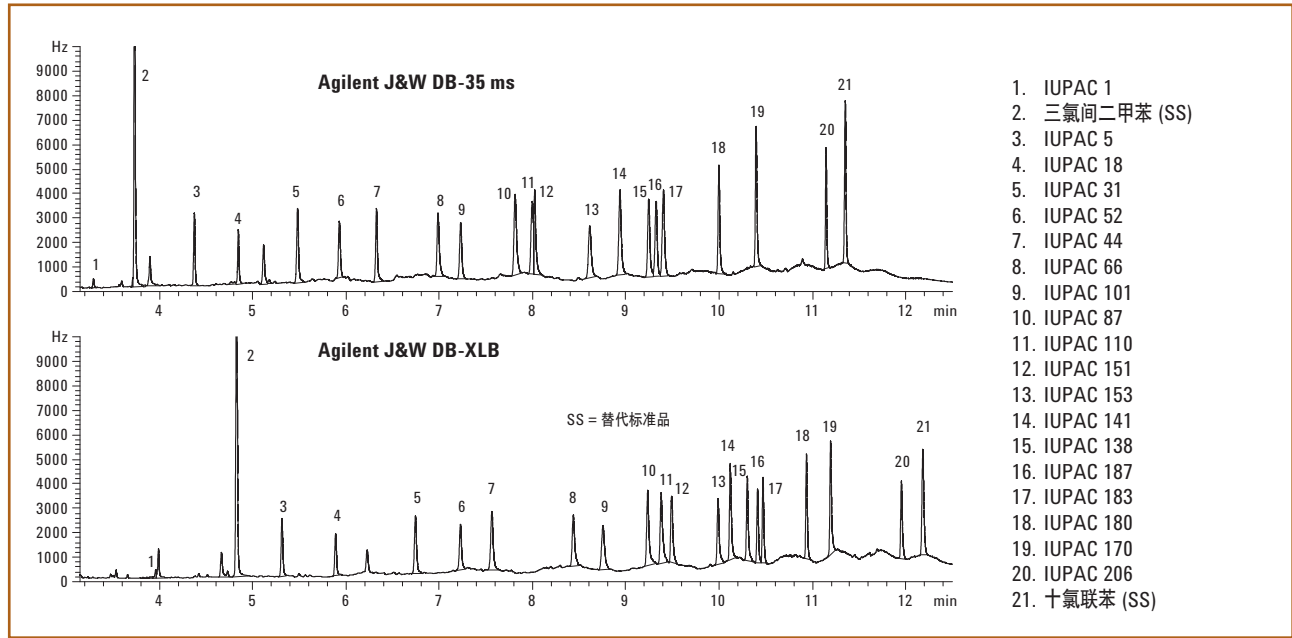


图 2. 在 Agilent J&W DB-35ms 和 DB-XLB GC 色谱柱上分析 50 ng/mL 加标鱼类萃取物得到的 GC/ μ ECD 色谱图。色谱条件列于应用摘要的表 1 中

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 脂肪样品分散 SPE, 2 mL, (部件号 5982-5122) 或 15 mL, 部件号 5982-5158

Agilent J&W DB-35ms 色谱柱, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m, 部件号 122-3832

Agilent J&W DB-XLB 色谱柱, 30 m \times 0.25 mm, 0.50 μ m。部件号 122-1236

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-6236CHCN

采用安捷伦 AOAC QuEChERS 萃取试剂盒结合通用分散 SPE 分析生菜和苹果样品中的农药残留（出版号 5990-6558CHCN）

引言

本应用摘要报导了依次使用 AOAC 缓冲萃取方法、通用分散 SPE 方法制备生菜和苹果样品，并最终通过 GC/MS 进行残留物分析，共研究了 26 种不同类型的农药。使用 Agilent 7890 GC 系统与在选择性离子监测 (SIM) 模式下操作的 Agilent 5975C 系列 GC/MSD 联用执行该分析。所有化合物均不存在干扰，表现出优异的线性。

仪器条件

GC 条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 190915-433UI)
进样器:	Agilent 7683 自动液体进样器, 使用可容纳 100 个样品的样品盘
进样口:	不分流进样
载气:	氮气, 恒流模式
柱温箱升温程序:	70 °C (保持 2 min), 以 25 °C/min 的速度升温至 150 °C (不保持), 以 3 °C/min 的速度升温至 200 °C (不保持), 8 °C/min 升温至 280 °C, 保持 7 min
进样量:	1 μL

质谱条件

调谐文件:	Atune.u
模式:	SIM
离子源、四极杆、传输线温度:	分别为 230 °C、150 °C、280 °C
溶剂延迟:	4 min
倍增器电压:	自动调谐电压

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于分析生菜和苹果中农药残留的 QuEChERS 样品制备程序



结果

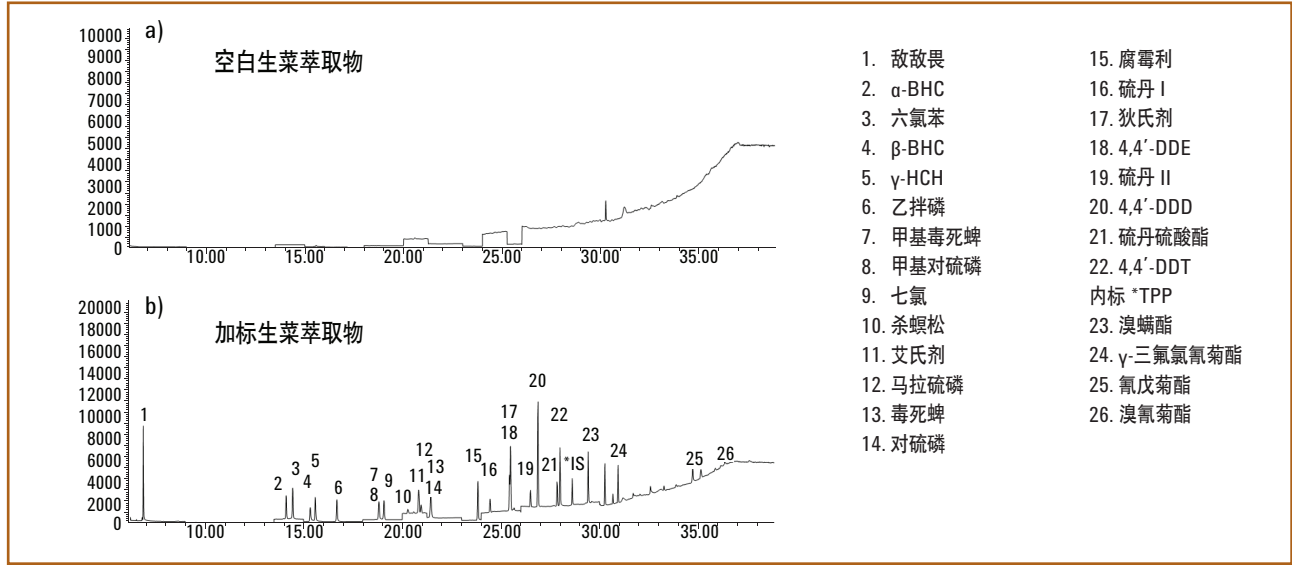


图 2. 生菜萃取物的 GC/MS 谱图。(a) 经过 QuEChERS 样品制备后的空白生菜萃取物和 (b) 加标生菜萃取物

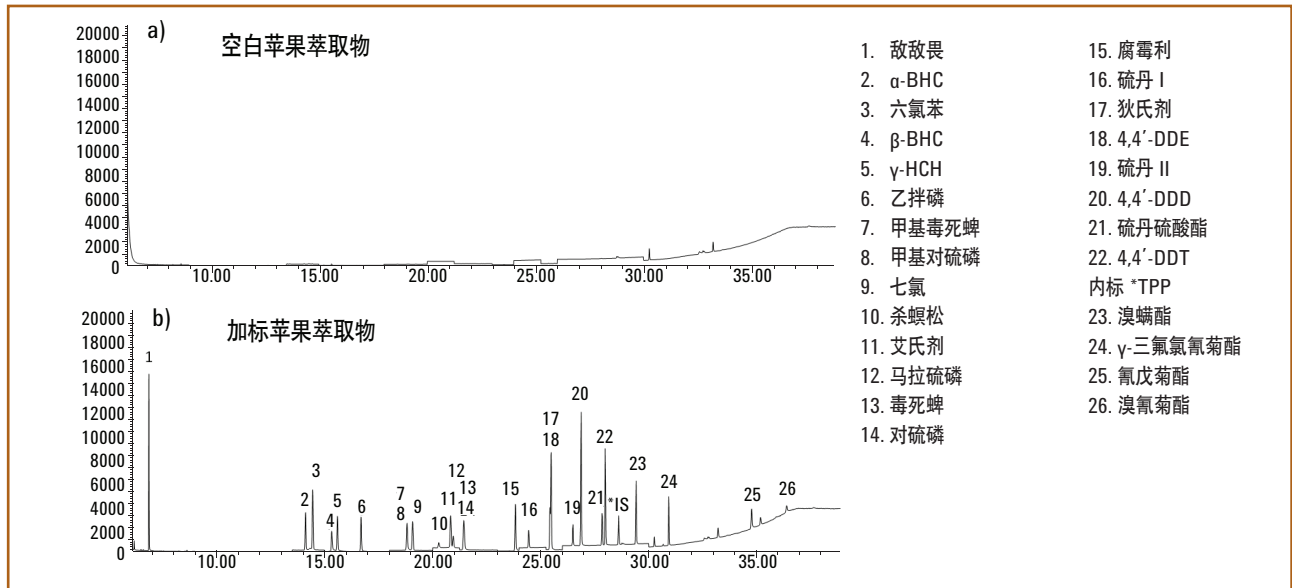


图 3. 苹果萃取物的 GC/MS 谱图：(a) 经过 QuEChERS 样品制备后的空白苹果萃取物和 (b) 加标苹果萃取物

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

适用于所有食品类型的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散试剂盒, 部件号 5982-0029

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m, 部件号 190915-433UI

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5989-6558CHCN

使用 Agilent J&W DB-35ms 超高惰性 GC 柱对苹果中有机磷农药的 GC/MS/FPD 分析 (出版号 5990-7165CHCN)

引言

本应用摘要详细报导了一种检测苹果萃取物中低至 ppm 及痕量级有机磷 (OP) 农药残留的快速、高效分析方法。使用中等极性的超高惰性 GC 色谱柱 (具有反吹功能的惰性流路) 以及 QuEChERS 样品净化方法获得了优异的结果, 即使对于极性更强的 OP 农药也是如此。该系列实验在配置火焰光度检测器的 Agilent 7890 GC 与 Agilent 5975C MSD 联用仪上进行, 并用 Agilent 7683B 自动液体进样器进样。

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于苹果样品的 Agilent QuEChERS 萃取程序

仪器条件

GC 条件	
色谱柱:	Agilent J&W DB-35ms 超高惰性色谱柱, 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm (部件号 121-3822UI)
GC/MSD:	Agilent 7890 GC/Agilent 5975C 系列 GC/MSD
进样器:	Agilent 7683B 自动液体进样器, 5.0 μL 进样针 (部件号 5181-1273)
微板流路控制技术装置:	可吹扫的两路分流器 (部件号 G3180B) 分流比 MSD:FPD = 3:1
MSD 限流器:	1.2 m × 0.15 mm 内径去活熔融石英管
FPD 限流器:	1.4 m × 0.15 mm 内径去活熔融石英管
PCM 1:	3.8 psi 恒压
进样口:	1 μL 不分流进样; 250 °C; 0.25 min 时开始吹扫, 吹扫流速 60 mL/min; 2 min 时载气节省开启, 流量 20 mL/min
载气:	氮气, 恒压模式, 95 °C 时为 43.5 psi
柱温箱:	95 °C (保持 1.3 min), 以 15 °C/min 的速度升温至 125 °C, 后以 5 °C/min 升温至 165 °C, 后以 2.5 °C/min 升温至 195 °C, 最后以 20 °C/min 升温至 280 °C, 保持 3.75 min
后运行反吹:	280 °C 下保持 5 min, 反吹过程中 PCM 1 压力为 70 psi, 进样口压力为 2 psi
MSD:	传输线, 300 °C; 离子源, 300 °C; 四极杆, 150 °C

流路消耗品

样品瓶:	琥珀色钳口盖玻璃样品瓶 (部件号 5183-4496)
样品瓶盖:	钳口盖 (部件号 5181-1210)
样品瓶内插管:	250 μL 玻璃/聚合物支脚 (部件号 5181-8872)
进样针:	5 μL (部件号 5181-1273)
隔垫:	高级绿色隔垫 (部件号 5183-4759)
进样口衬管:	去活双锥形 Helix 衬管 (部件号 5188-5398)
密封圈:	0.4 mm 内径短密封圈; 85/15 Vespel/石墨密封圈 (部件号 5181-3323)
PCT 接头:	内螺母 (部件号 G2855-20530)
PCT 密封圈:	SiITite 密封圈, 内径 0.25 mm (部件号 5188-5361)
20 倍放大器:	20 倍放大器环 (部件号 430-1020)

结果

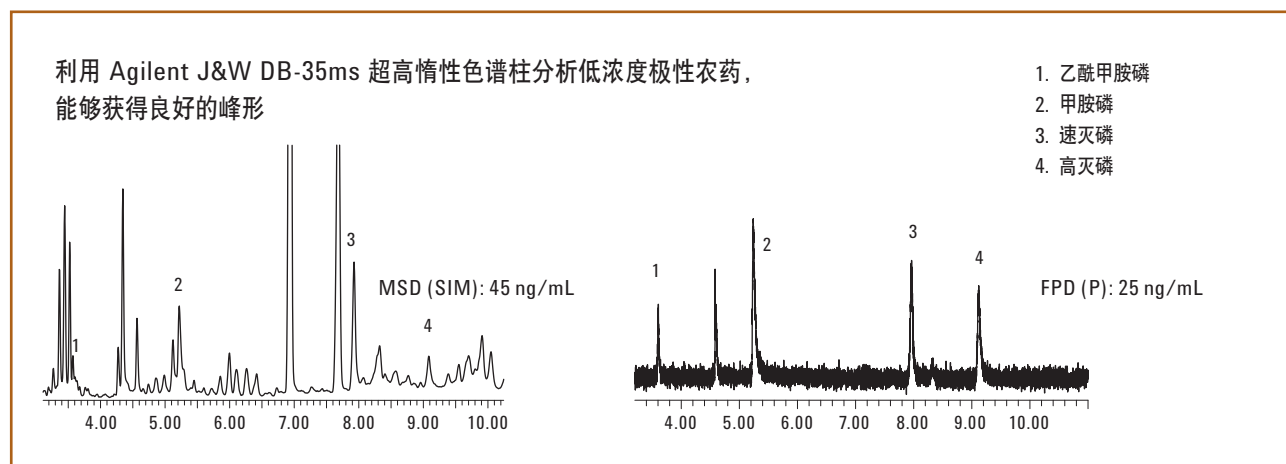


图 2. 使用 Agilent J&W DB-35ms 超高惰性毛细管柱分析较难处理的极性农药所得到的 GC/MS/SIM 及 FPD 色谱图的放大部分。色谱条件列于应用摘要的表 1 中。流出物分流比为 MSD:FPD = 3:1



上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取盐包，部件号 5982-5555

Agilent Bond Elut QuEChERS 通用型水果和蔬菜分散 SPE，15 mL 管，部件号 5982-5058

Agilent J&W DB-35ms 超高惰性色谱柱，20 m × 0.18 mm，0.18 μm，部件号 121-3822UI

要查看本应用摘要的完整版本，请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-7165EN

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 试剂盒以 LC/MS/MS 法分析大米中的农药残留 (出版号 5990-8034CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS AOAC 样品制备方法萃取和净化 12 种农药残留, 这些农药代表了大米中的多种农药类型。分析仪器是 Agilent 1200 Infinity 系列液相色谱仪与配置电喷雾离子化的 Agilent 6460 三重串联四极杆 LC/MS。平均回收率在 76% 至 108% 的范围内 (平均值为 97.8%)。

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm (部件号 695775-902)																
流速:	0.4 mL/min																
柱温:	30 °C																
进样量:	5 μL																
流动相:	A: 0.1% 甲酸 (FA) 的水溶液 B: 0.1% 甲酸的乙腈溶液																
梯度:	<table><thead><tr><th>时间 (min)</th><th>% B</th></tr></thead><tbody><tr><td>0</td><td>5</td></tr><tr><td>1</td><td>5</td></tr><tr><td>3</td><td>50</td></tr><tr><td>7</td><td>90</td></tr><tr><td>8</td><td>90</td></tr><tr><td>8.2</td><td>5</td></tr><tr><td>9</td><td>5</td></tr></tbody></table>	时间 (min)	% B	0	5	1	5	3	50	7	90	8	90	8.2	5	9	5
时间 (min)	% B																
0	5																
1	5																
3	50																
7	90																
8	90																
8.2	5																
9	5																

后运行: 2 min
总运行时间: 11 min

MS 条件

正离子模式

气体温度:	350 °C
气体流速:	10 L/min
雾化器压力:	40 psi
毛细管电压:	3500 V

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于大米样品的 Agilent QuEChERS 萃取程序

结果

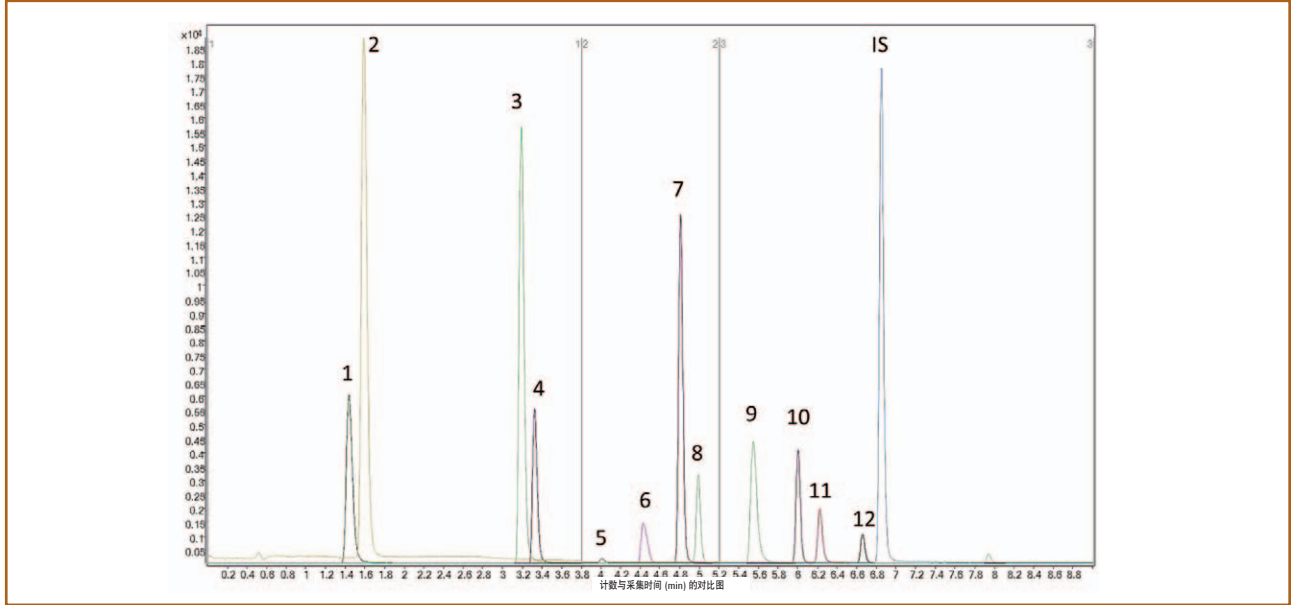


图 2. 用 AOAC 方法处理的 10 ng/g 加标样品的 MRM 色谱图。峰识别: 1. 吡蚜酮, 2. 高灭磷, 3. 多菌灵, 4. 涕必灵, 5. 吡虫啉, 6. 抑霉唑, 7. 残杀威, 8. 胺甲萘, 9. 啉菌环胺, 10. 灭线磷, 11. 戊菌唑, 12. 醚菌酯, 内标物: TPP

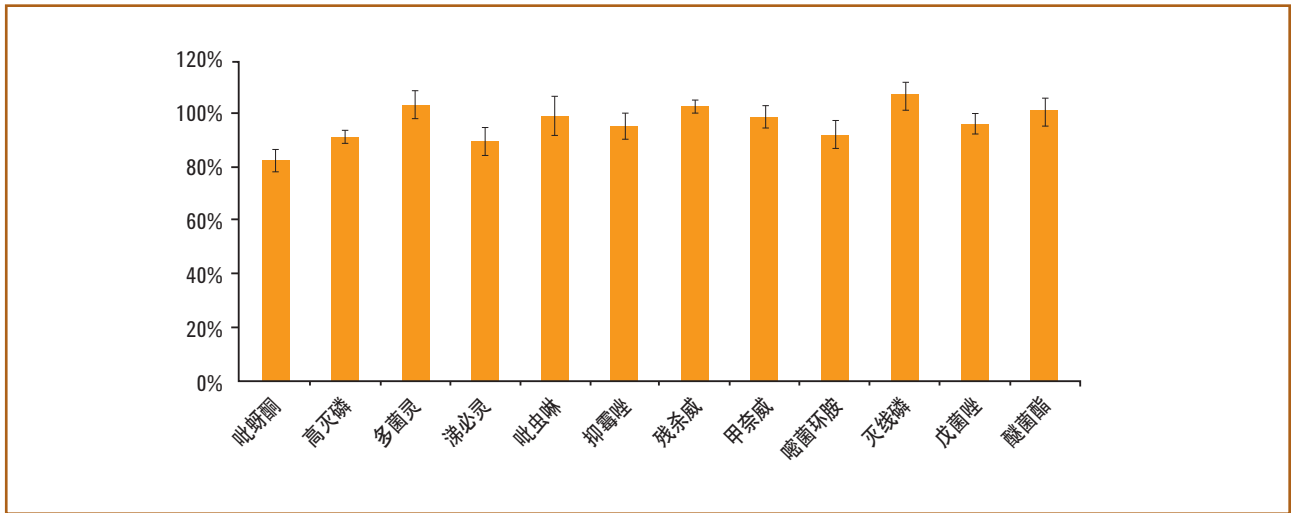


图 3. 大米中 12 种农药的回收率和精密度

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

用于含有脂和蜡的水果和蔬菜的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒, 部件号 5982-5158

适用于 50 mL 萃取管的安捷伦陶瓷均质子, 部件号 5982-9313

Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm, 部件号 695775-902

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

GC/MS/MS 法定量和重复性分析种植作物中的痕量农药残留 (出版号 5990-9317CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 样品制备方法来萃取和净化六种植物 (包括梨、橙子、草莓、面粉、辣椒和菠菜) 中的 33 种代表性农药残留。该分析在 Agilent 7890 GC 与 Agilent 7000 三重串联四极杆 GC/MS/MS 分析仪上进行, 该仪器系统中包含农药和环境污染物的 MRM 数据库。

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于种植作物的 QuEChERS AOAC 萃取程序

仪器条件

GC 条件

分析型色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 19091-431UI)
色谱柱连接:	在进样口与吹扫 Ultimate 接头之间 (部件号 G3182-61580)
GC:	Agilent 7890 系列 GC
自动进样器:	Agilent 7693 自动进样器和样品盘 5 μL 进样针 (部件号 5181-5246), 1 μL 进样量 进样后溶剂 A (丙酮) 清洗次数: 3 进样后溶剂 B (乙腈) 清洗次数: 3 样品抽取次数: 3
载气:	氦气, 恒压模式
进样口:	多模式进样口 (MMI)
进样口温度:	280 °C
进样模式:	脉冲不分流模式
进样脉冲压力:	36 psi 持续 1 min
分流出口吹扫流速:	50 mL/min, 在 1 min 处开始
进样口压力:	运行期间 18.35 psi (保留时间锁定), 反吹期间 1.0 psi
保留时间锁定:	甲基毒死蜱, 8.298 min
柱温箱升温程序:	100 °C (保持 2 min), 以 50 °C/min 的速度升温至 150 °C, 再以 6 °C/min 升温至 200 °C, 最后以 16 °C/min 升温至 280 °C 并保持 6 min
后运行:	2 min, 280 °C
微板流路控制技术:	吹扫 Ultimate 接头 (部件号 G3182-61580) — 用于反吹分析型色谱柱及进样口。 辅助 EPC 气体: 氦气通入吹扫 Ultimate 接头
Bleed line:	0.0625 in 外径 × 0.010 in 内径 × 100 cm, 316 不锈钢管线, 柱温箱上方
辅助气压力:	运行过程 4 psi, 反吹过程 75 psi
限流器:	惰性熔融石英管, 0.65 m × 0.15 mm (部件号 160-7625-5)。
限流器连接:	吹扫 Ultimate 接头与 MS 之间
MS:	Agilent 7000 三重四极杆气质联用系统
模式:	多反应监测模式
数据库:	安捷伦农药和环境污染物的数据库 (部件号 G9250AA)
传输线温度:	280 °C
离子源温度:	300 °C
四极杆温度:	Q1 和 Q2 = 150 °C
溶剂延迟:	2.3 min
碰撞气流速:	淬灭气氦气流速 2.35 mL/min, N ₂ 碰撞气流速 1.5 mL/min
质谱分辨率:	MS1 和 MS2 = 1.2 amu (低分辨率或宽范围设定)

结果

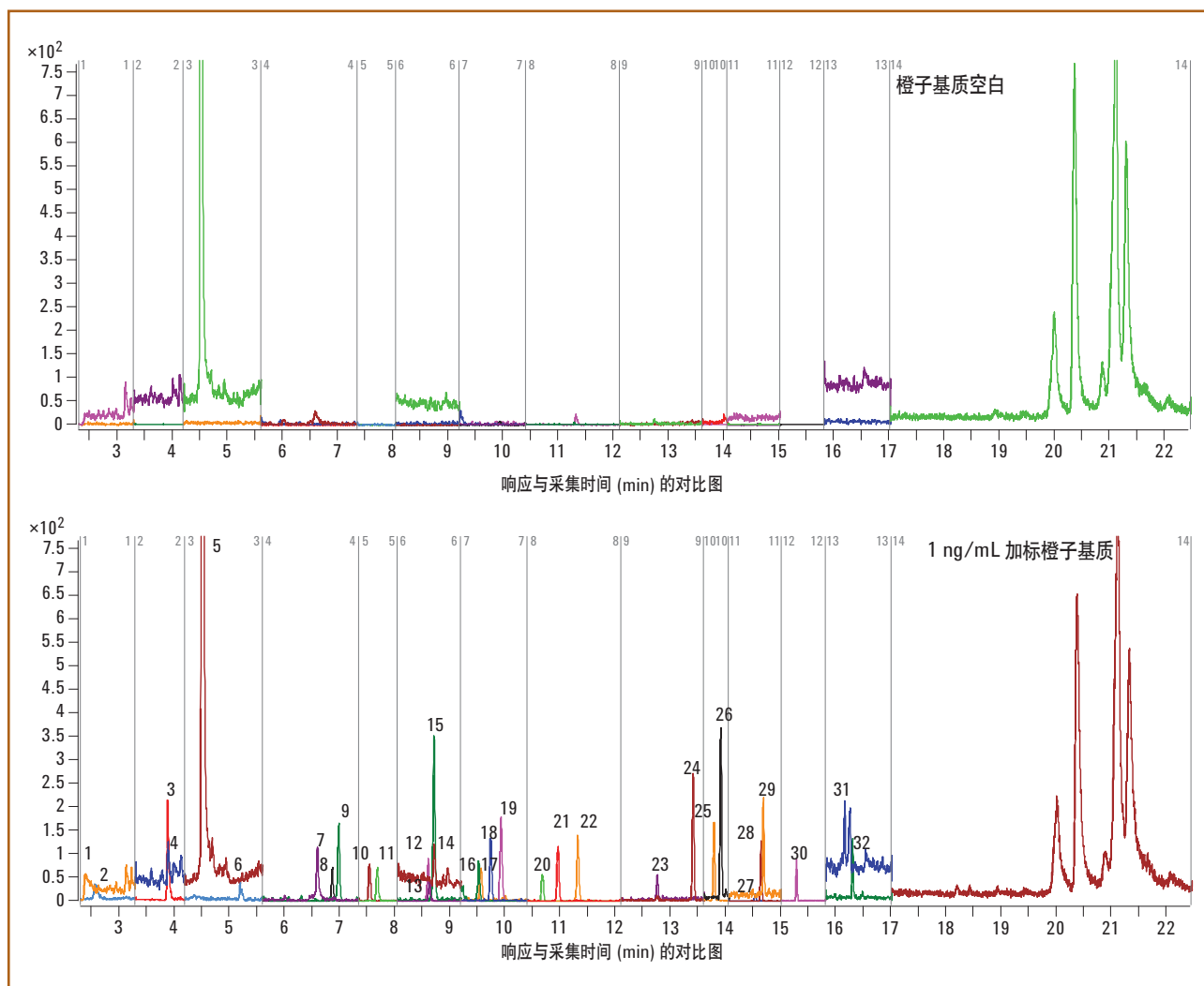


图2. 橙子基质空白和1 ng/mL 橙子基质农药残留加标溶液的GC/QQQ MRM 色谱图。峰鉴别参见应用摘要的表3。由于响应低, 在橙子基质中未能鉴别出1 ng/mL 的溴氰菊酯(33)

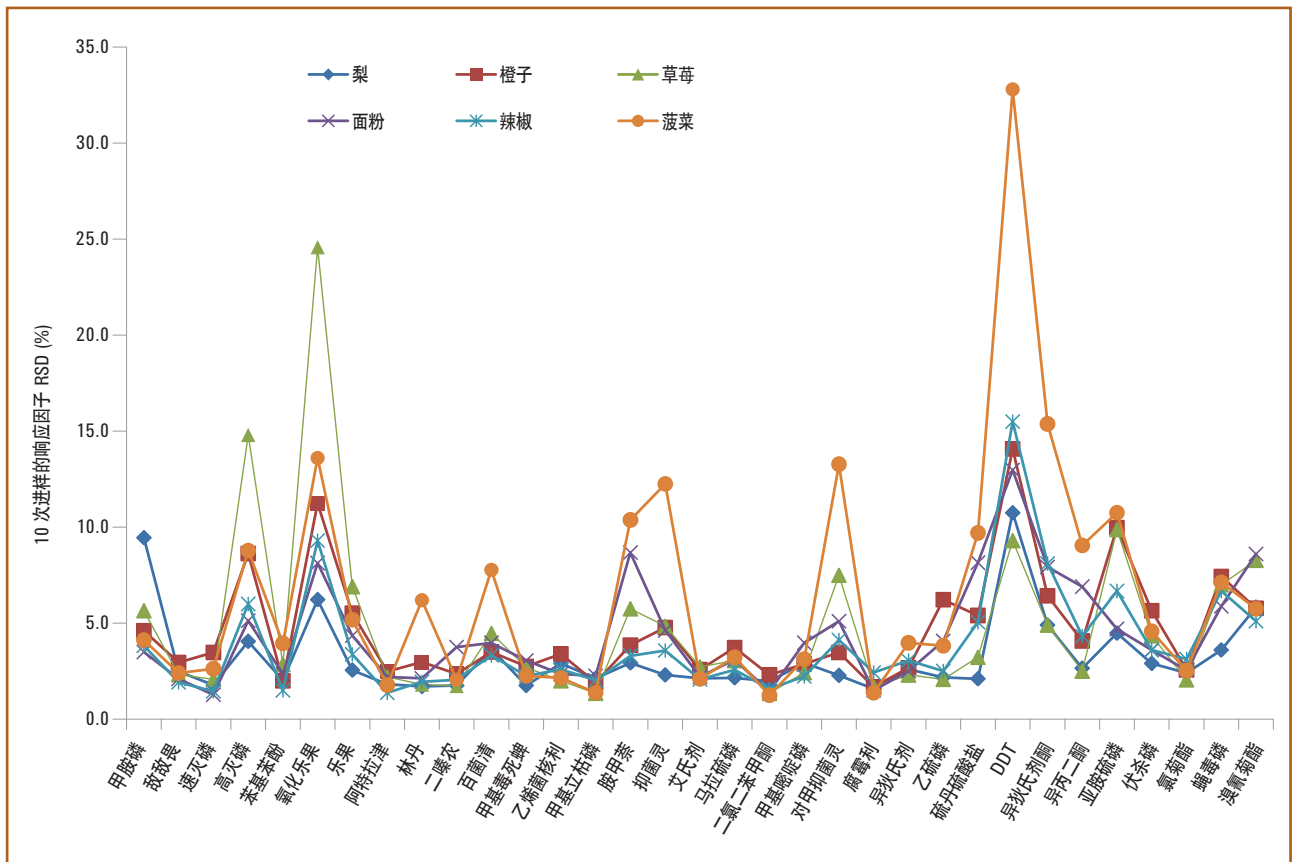


图 3. 不同基质中 10 次进样的重复性 (响应系数 %RSD) 比较

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS 通用型分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-5022

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm, 部件号 19091-431UI

安捷伦农药和环境污染物的 MRM 数据库, 部件号 G9250AA

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

GC/MS 和 LC/MS 联合对蔬菜汁中的农药残留进行全面检测 (出版号 5990-9924CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 样品制备方法有效利用三种质谱技术 — GC/MS、GC/MS/MS 和 LC/MS/MS — 全面分析蔬菜汁中的 39 种农药。GC/MS 实验使用 Agilent 7890A 系列 GC 与配置三轴检测器并在电子电离模式下操作的 Agilent 5975C 系列 GC/MS 惰性 XL MSD 联用系统。GC/MS/MS 实验使用 Agilent 7890A 系列 GC 与在电子电离模式下操作的 Agilent 7000B 三重串联四极杆 GC/MS 联用系统。LC/MS/MS 实验使用 Agilent 1200 Infinity 系列 HPLC 与使用喷射流技术的 Agilent 6460 系列三重串联四极杆 LC/MS 联用系统。该全面分析方法涵盖了多种农药类型，可对蔬菜汁中的 39 种农药进行可靠的筛查和确认。

注意：下列程序为使用 QuEChERS 萃取和 dSPE 净化步骤对饮品进行萃取的常规方法。

QuEChERS 操作程序

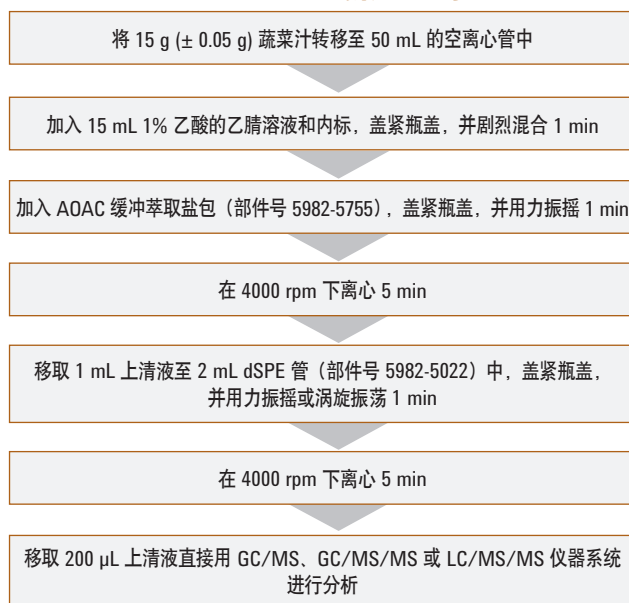


图 1. Agilent QuEChERS 萃取程序。注意：该程序为使用 QuEChERS 萃取和分散 SPE 净化步骤对饮品进行萃取的常规方法

GC/MS 条件

GC 条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm (部件号 19091S-433UI)
进样量:	1 µL
进样模式:	使用多模式进样口进行冷不分流进样
进样口升温程序:	60 °C (保持 0.35 min); 以 900 °C/min 的速度升温至 280 °C (保持 15 min); 以 900 °C/min 的速度升温至 300 °C。
柱温箱升温程序:	扫描模式 70 °C 保持 1 min 以 50 °C/min 的速度从 70 °C 升温至 150 °C 以 6 °C/min 的速度从 150 °C 升温至 200 °C 以 16 °C/min 的速度从 200 °C 升温至 280 °C, 保持 5 min 290 °C 时增加 4 min 以反吹色谱柱

SIM 模式

60 °C 保持 1.5 min
以 50 °C/min 的速度从 60 °C 升温至 150 °C
以 8 °C/min 的速度从 150 °C 升温至 240 °C
以 50 °C/min 的速度从 240 °C 升温至 280 °C, 保持 2.5 min
以 100 °C/min 的速度从 280 °C 升温至 290 °C, 保持 2.05 min
290 °C 时增加 4 min 以反吹色谱柱

SIM 模式下的流速:	1 mL/min, 恒流模式
扫描模式下的初始流速:	2.7 mL/min (标称值, 恒压模式)
保留时间锁定:	甲基毒死蜱锁定于 8.298 min, 在扫描运行过程中
限流器:	0.7 m × 0.15 mm 去活 (部件号 160-7625-5)
传输线温度:	280 °C
反吹配置:	分析柱连接在多模式进样口与吹扫 Ultimate 接头之间。0.7 m 限流器连接在吹扫 Ultimate 接头与 MSD 之间。吹扫 Ultimate 接头处的压力用辅助 EPC 模块设置为 4 psig。

MSD 条件

扫描模式:	扫描和 SIM 模式独立运行
模式:	电子电离 (EI)
离子源温度:	300 °C
四极杆温度:	200 °C

GC/MS/MS 条件

GC 条件

色谱柱:	两根 Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 19091S-431UI), 这两根色谱柱通过吹扫 Ultimate 接头相连
进样量:	1 μL
进样模式:	使用多模式进样口进行冷不分流进样
进样口升温程序:	60 °C (保持 0.35 min); 以 600 °C/min 的速度升温至 270 °C
柱温箱升温程序:	60 °C (保持 1 min) 以 40 °C/min 的速度从 60 °C 升温至 170 °C 以 10 °C/min 的速度从 170 °C 升温至 310 °C, 保持 1.25 min
流速:	1.224 mL/min (恒流模式)
溶剂延迟:	2.3 min
流量模式:	恒流, 甲基毒死蜱保留时间锁定在 9.143 min
传输线温度:	300 °C
运行时间:	19 min
反吹配置:	吹扫 Ultimate 接头 (PUU) 连接在两根 15 m 分析柱之间。在运行结束时, 色谱柱 1 在 310 °C 柱温箱温度下反吹 4 min, 进样口压力 1 psi, PUU 压力保持在 60 psi。

三重串联四极杆质谱条件

模式:	电子电离 (EI), MRM
离子源温度:	300 °C
四极杆温度:	均为 180 °C

LC/MS/MS 条件

LC 条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (部件号 959758-902)
柱温:	40 °C
进样量:	5 μL
流动相:	A: 0.1% 甲酸水溶液 B: 0.1% 甲酸的乙腈溶液
运行时间:	15 min
流速:	0.3 mL/min
梯度:	初始为 5% B; 10 min 内升至 95% B, 然后在 5 min 内升至 100% B

三重串联四极杆质谱条件

模式:	ESI, 正离子模式, MRM
鞘气:	350 °C, 11 L/min
干燥气流速:	11 L/min
喷雾器压力:	40 psi
毛细管电压:	4000 V
喷嘴电压:	1000 V



结果

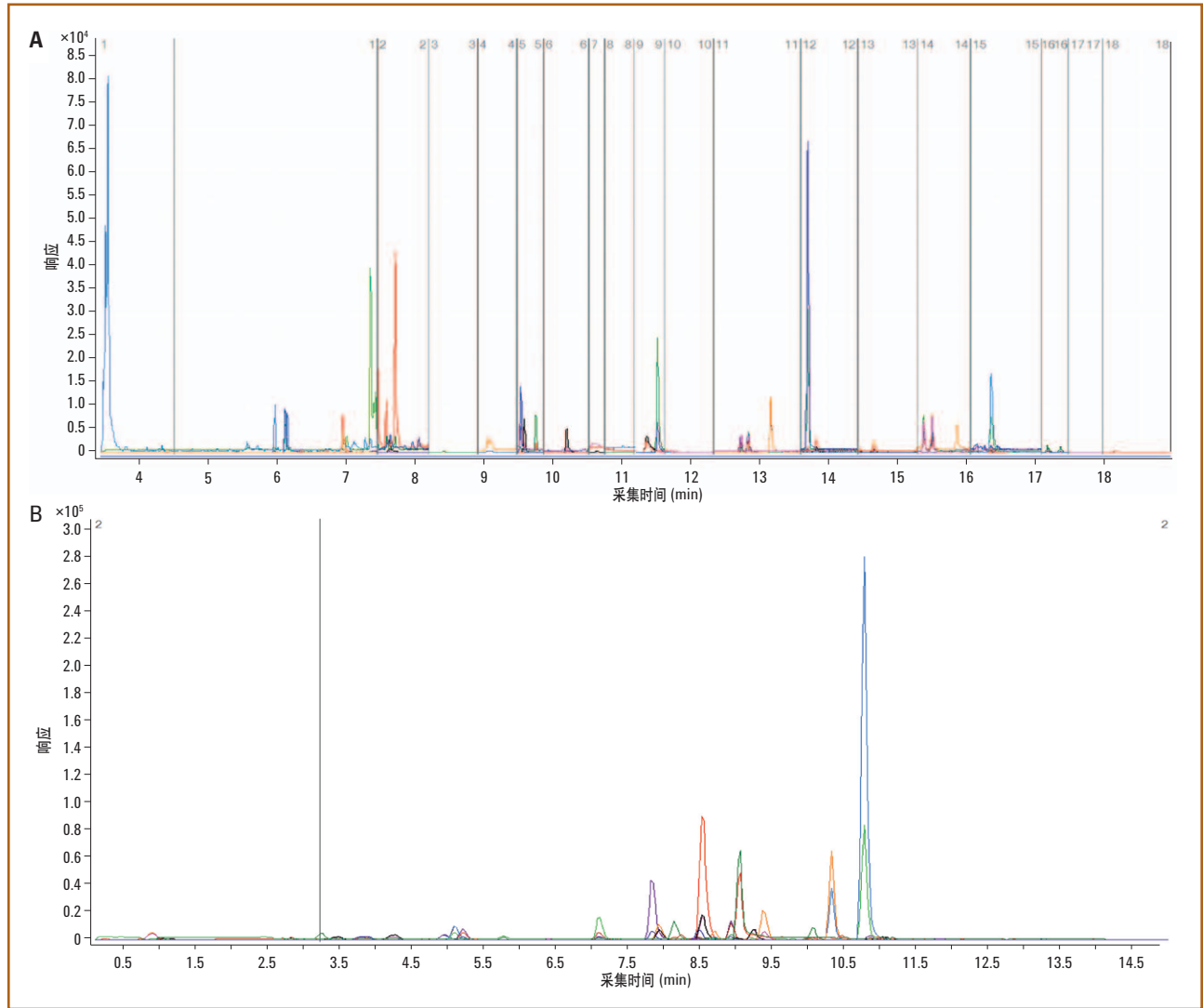


图2. 以GC/MS/MS (图2A) 和LC/MS/MS (图2B) 法分析蔬菜汁混合基质中的10 ppb (ng/mL) 农药所获得的MRM transitions 色谱图 (叠加图)

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

用于水果和蔬菜的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散固相萃取试剂盒, 部件号 5982-5022

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱, 2.1×100 mm, $1.8 \mu\text{m}$, 部件号 959758-902

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, $15 \text{ m} \times 0.25$ mm, $0.25 \mu\text{m}$, 部件号 19091S-431UI

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

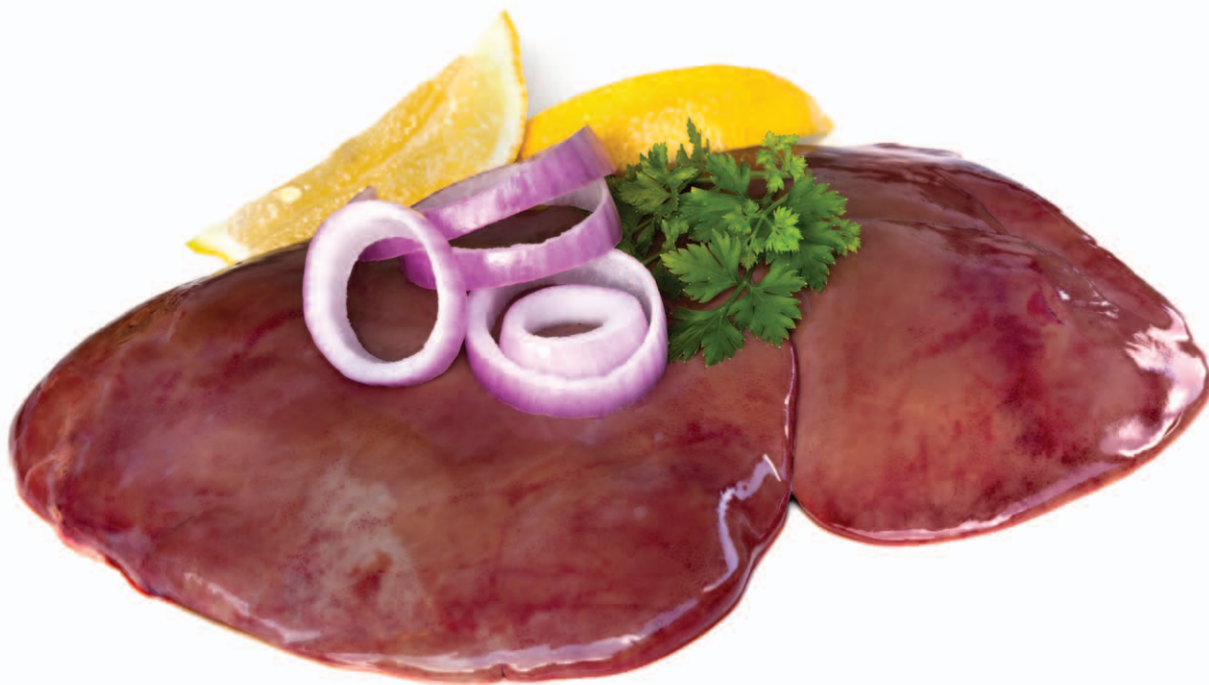
其他食品方法

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒以 LC/MS/MS 法测定牛肝脏中的喹诺酮抗生素（出版号 5990-5085EN）

引言

报导了一种测定牛肝脏中 11 种喹诺酮抗生素的分析方法：

- 使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒对牛肝脏中的分析物进行萃取和净化
- 萃取过程使用 Bond Elut EN 萃取试剂盒和 5% 甲酸 (FA) 的乙腈溶液
- 净化过程使用 Bond Elut 分散 SPE 试剂盒，部件号 5982-4921（内含 25 mg C18 和 150 mg MgSO₄）
- 萃取后的样品采用 LC/MS/MS 分析
- 定量限 (LOQ) 为 5.0 ng/g
- 校准曲线的线性范围为 5.0 至 400 ng/g
- 预加标样品的回收率在 62.0% 与 113.1% 之间，RSD (n=6) 值在 2.2% 至 13.4% 之间



仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱: Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl, 3.0 × 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: 5 mM 乙酸铵水溶液, pH 3.0
B: 1:1 甲醇:乙腈

后运行时间: 4 min

梯度:	时间 (min)	% B	流速 (mL/min)
	0	15	0.3
	0.2	15	0.3
	8.0	75	0.3
	9.0	100	0.3
	11.5	停止	

质谱条件

极性: 正

气体温度: 325 °C

气体流速: 8 L/min

雾化器压力: 50 psi

毛细管电压: 4000 V

QuEChERS 操作程序



图 1: Agilent QuEChERS 抗生素萃取流程图

结果



图 2: 牛肝中十一种喹诺酮类抗生素的回收率和重现性

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒, 部件号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE 试剂盒, 2 mL 管 (部件号 5982-4921) 或 15 mL 管 (部件号 5982-4956)

Agilent ZORBAX Solvent Saver Plus Eclipse Plus Phenyl-Hexyl LC 色谱柱, 3.0 × 150 mm, 3.5 μm, 部件号 959963-312

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-5085EN

使用 Bond Elut QuEChERS EN 试剂盒以 LC/MS/MS 法测定牛肝脏中的磺胺类抗生素 (出版号 5990-5086EN)

引言

报导了一种测定牛肝脏中九种磺胺类抗生素的分析方法:

- 使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 试剂盒对牛肝脏中的分析物进行萃取和净化
- 萃取过程使用 Bond Elut EN 萃取试剂盒和 1% 乙酸 (AA) 的乙腈溶液
- 净化过程使用 Bond Elut EN 脂肪分散 SPE 试剂盒, 6 mL (内含 150 mg PSA、150 mg C18 和 900 mg MgSO₄)
- 萃取后的样品采用 LC/MS/MS 分析
- 定量限 (LOQ) 为 2.0 ng/g
- 校准曲线的线性范围为 2.0 至 400 ng/g
- 预加标样品的回收率在 53.0% 与 92.8% 之间, RSD (n=6) 值在 2.1% 至 16.8% 之间

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX Eclipse Rapid Resolution HT Plus C18, 3.0 × 50 mm, 1.8 μm (部件号 959941-302)												
流速:	0.3 mL/min												
柱温:	30 °C												
进样量:	10 μL												
流动相:	A: 5 mM 乙酸铵水溶液, pH 3.0 B: 1:1 甲醇:乙腈												
后运行时间:	3.5 min												
梯度:	<table><thead><tr><th>时间 (min)</th><th>% B</th></tr></thead><tbody><tr><td>0</td><td>15</td></tr><tr><td>0.2</td><td>15</td></tr><tr><td>6.0</td><td>60</td></tr><tr><td>6.01</td><td>100</td></tr><tr><td>7.0</td><td>停止</td></tr></tbody></table>	时间 (min)	% B	0	15	0.2	15	6.0	60	6.01	100	7.0	停止
时间 (min)	% B												
0	15												
0.2	15												
6.0	60												
6.01	100												
7.0	停止												

质谱条件

极性:	正
气体温度:	325 °C
气体流速:	8 L/min
雾化器压力:	50 psi
毛细管电压:	4000 V

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于牛肝脏中九种磺胺类抗生素的 Agilent QuEChERS 操作程序

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 萃取试剂盒,
部件号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 脂肪分散 SPE 试剂盒,
部件号 5982-5156

Agilent ZORBAX Eclipse Rapid Resolution HT Plus C18 LC 色谱柱, 3.0 × 50 mm, 1.8 μm, 部件号 959941-302

安捷伦离心过滤膜, 0.22 μm 乙酸纤维膜, 部件号 5185-5990

结果

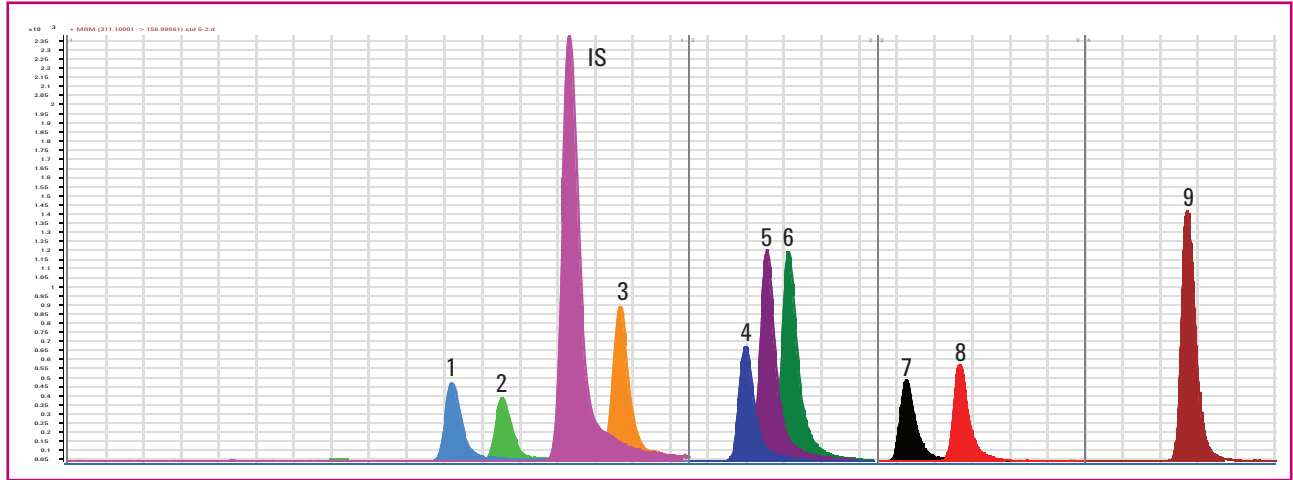


图 2. 100 ng/g 加标肝脏萃取物的 LC/MS/MS 色谱图。峰识别: 1. 磺胺嘧啶, 2. 磺胺噻唑, 3. 磺胺二甲嘧啶, 4. 磺胺甲噻二唑, 5. 磺胺甲基嘧啶, 6. 磺胺甲氧吡嗪, 7. 磺胺氯吡嗪, 8. 磺胺甲基异恶唑, 9. 磺胺二甲氧嘧啶, IS (内标物)

表 1. 定量结果 – 回收率和重现性 (n=6)

化合物	低浓度质量控制 (5 ng/g)		中等浓度质量控制 (100 ng/g)		高浓度质量控制 (400 ng/g)	
	回收率	RSD	回收率	RSD	回收率	RSD
磺胺嘧啶	73.9	15.6	90.0	13.7	81.9	5.3
磺胺噻唑	62.9	16.8	75.3	8.4	67.9	5.8
磺胺二甲嘧啶	77.6	11.5	92.8	6.6	82.0	4.2
磺胺甲噻二唑	62.8	4.7	60.7	6.5	53.0	2.1
磺胺二甲基嘧啶	87.4	6.9	90.0	10.7	83.4	3.4
磺胺甲氧吡嗪	81.8	9.4	84.8	8.1	76.4	2.9
磺胺氯吡嗪	84.2	10.0	78.6	6.3	73.8	3.6
新诺明	85.9	7.6	82.3	5.9	78.1	3.3
磺胺二甲氧嘧啶	77.8	8.4	80.9	4.9	75.6	3.3

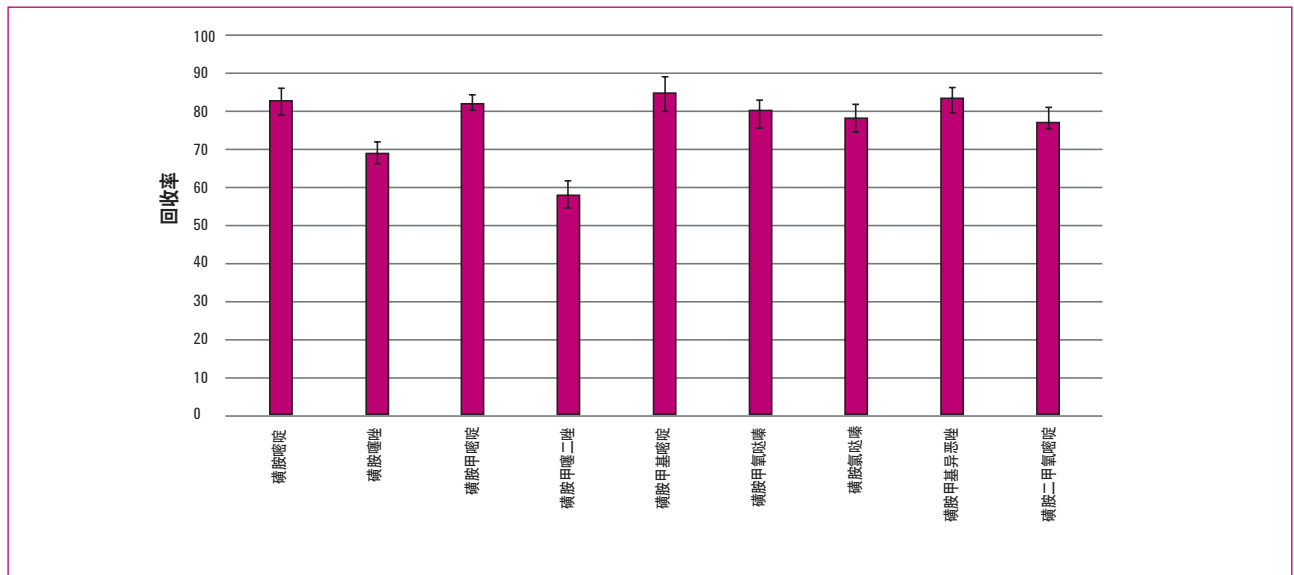


图 3. 牛肝脏中九种磺胺类药物的回收率和重现性

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-5086EN

使用 GC- μ ECD 分析并确认橄榄油中的合同实验室协议农药 (出版号 5990-5553CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 样品制备方法对购自本地杂货店的橄榄油样品进行 20 种合同实验室协议 (CLP) 农药的分析。双 μ ECD 和双毛细管 GC 柱方法能够同时完成对橄榄油样品中存在的硫丹硫酸酯和硫丹 1 的基本分析和确认性分析。本应用摘要成功开发出一种用于监测橄榄油中 CLP 农药的、稳定且效费比高的分析方法，以应对日益严峻的食品安全形势。该方法可灵活选用双柱 μ ECD 以代替 GC/MS 作为常规的橄榄油筛查方法。

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于分析橄榄油中农药残留的 Agilent QuEChERS 操作程序

*加标样品添加量

仪器条件

GC 条件	
色谱柱 1:	Agilent J&W DB-35 ms, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m (部件号 122-3832)
色谱柱 2:	Agilent J&W DB-XLB 30 m \times 0.25 mm, 0.50 μ m (部件号 122-1236)
GC/双 μ ECD:	配置双 μ ECD 检测器和 7873B 自动进样器的 7890A
微板流路控制技术装置:	两通未吹扫的分流微板流路控制技术装置 (部件号 G3181B)
载气:	氢气, 流速为 56 cm/s
柱温箱:	110 $^{\circ}$ C (保持 1.4 min), 以 21 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 285 $^{\circ}$ C (保持 1 min), 以 30 $^{\circ}$ C/min 的速度升温至 300 $^{\circ}$ C (保持 2 min)
进样量:	1 μ L 不分流进样, 250 $^{\circ}$ C 下, 0.3 min 时吹扫流速 50 mL/min, 2 min 时载气节省开启, 流速 50 mL/min
双 μ -ECD:	350 $^{\circ}$ C, N ₂ 作尾吹气; 恒定色谱柱流速 + 尾吹气流速 = 30 mL/min

流路消耗品

样品瓶:	琥珀色螺纹盖玻璃样品瓶 (部件号 5183-2072)
样品瓶盖:	螺口盖 (部件号 5182-0723)
样品瓶内插管:	100 μ L 玻璃/聚合物支脚 (部件号 5181-8872)
进样针:	5 μ L (部件号 5183-4729)
隔垫:	高级绿色隔垫 (部件号 5183-4759)
进样口密封垫:	分流平板进样口密封垫 (部件号 5188-5367)
进样口衬管:	双锥形直接连接衬管 (部件号 G1544-80700)
密封圈:	0.4 mm 内径短密封圈, 85/15 Vespel/ 石墨密封圈 (部件号 5181-3323)
CFT 接头:	内螺母 (部件号 G2855-20530)
CFT 密封圈:	SilTite 密封圈, 内径 0.25 mm (部件号 5188-5361)
20 倍放大器:	20 倍放大器环 (部件号 430-1020)

结果

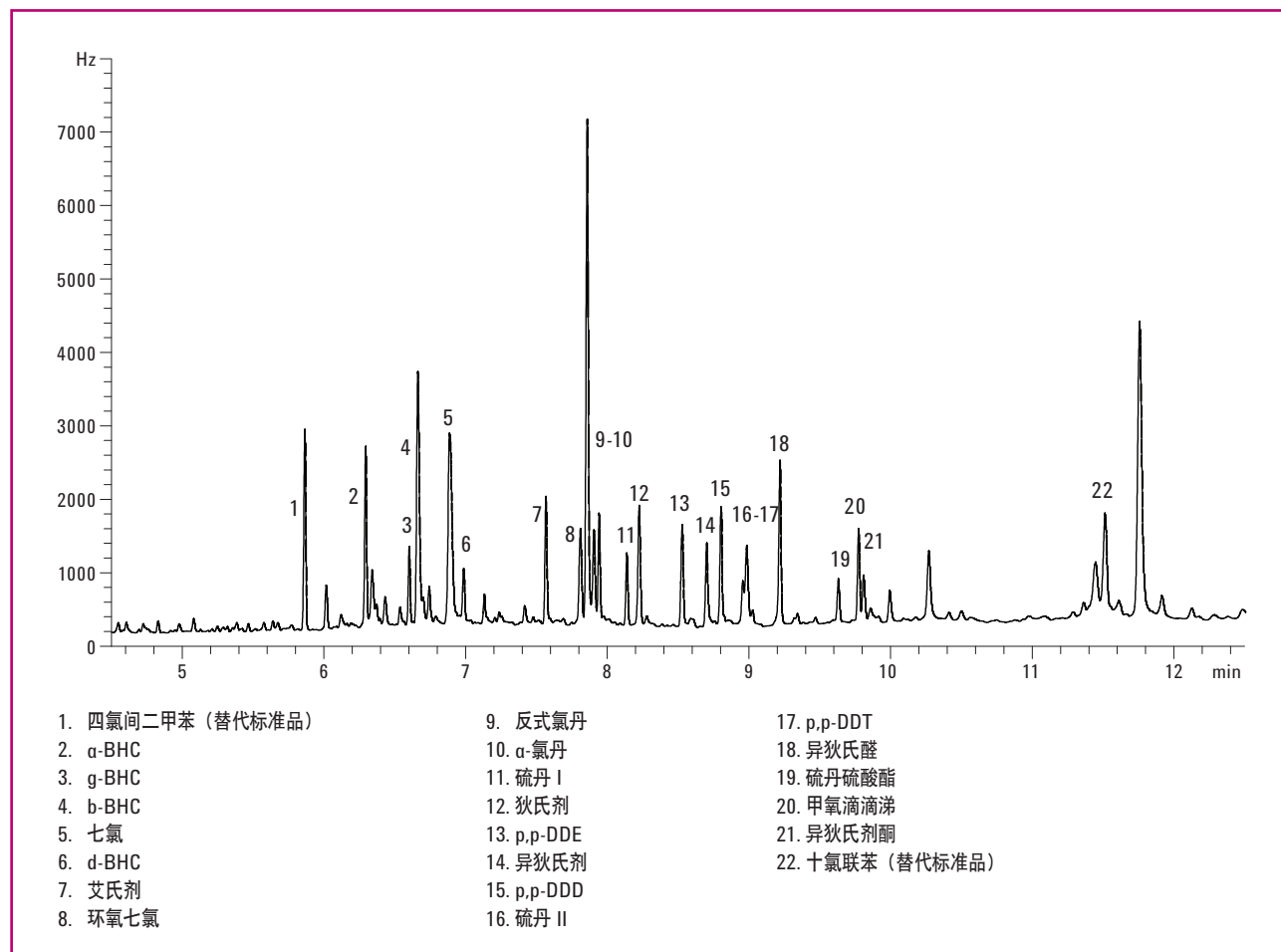


图 2. 加入 80 ng/mL CLP 农药和 20 ng/mL 替代标准品的橄榄油样品的 GC-μECD 色谱图



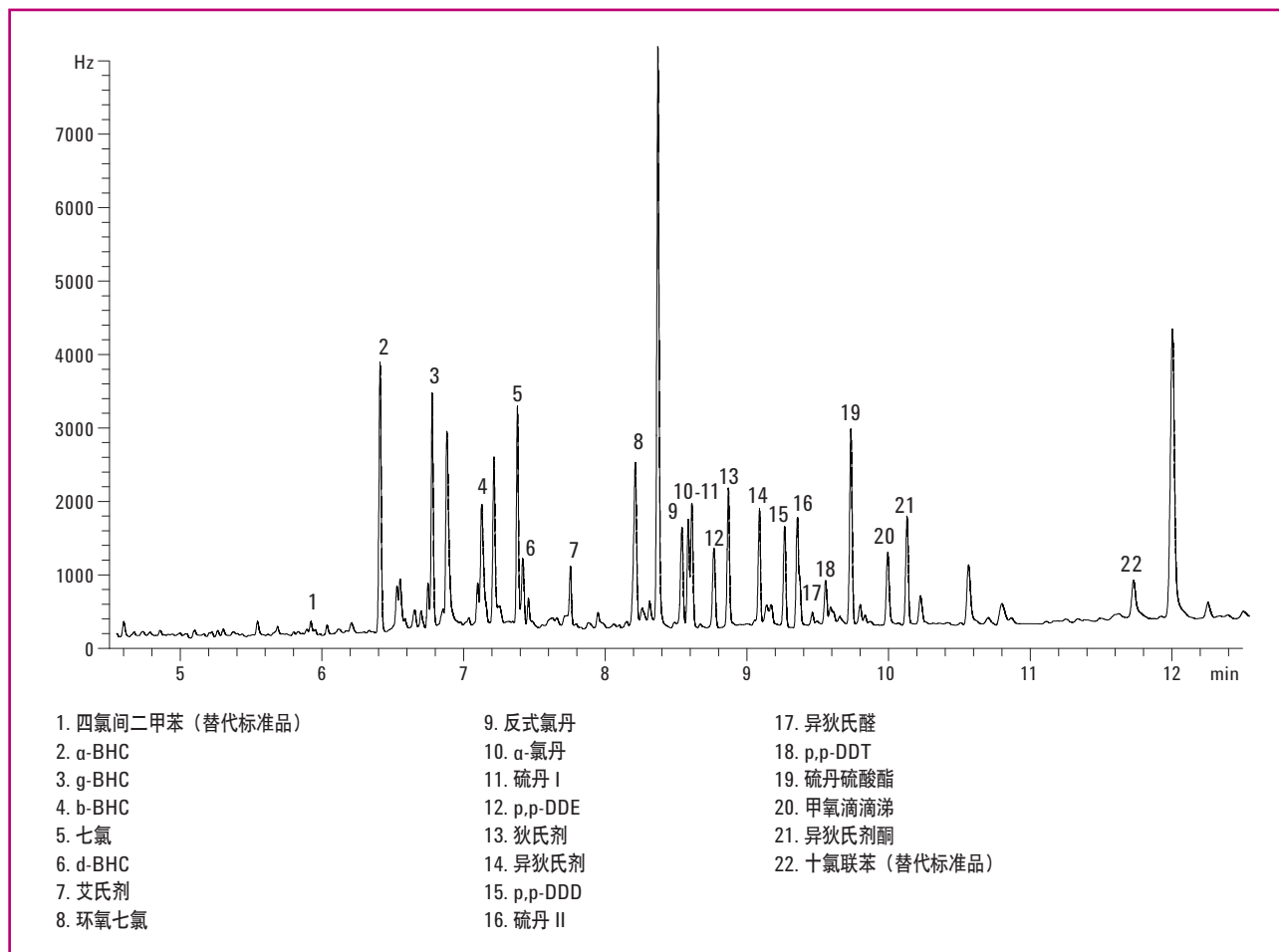


图 3. 加入 80 ng/mL CLP 农药和 20 ng/mL 替代标准品的橄榄油样品的 GC-μECD 色谱图

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut Original QuEChERS 萃取盐包, 部件号 5982-5550

适用于多脂样品的 2 mL Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE 管, 部件号 5982-5122

Agilent J&W DB-35ms 色谱柱, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm, 部件号 122-3832

Agilent J&W DB-XLB 色谱柱, 30 m × 0.25 mm, 0.50 μm, 部件号 122-1236

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-5553CHCN

使用改进的 Agilent Bond Elut QuEChERS 方法测定柠檬油中的农药残留 (出版号 5990-6432EN)

引言

本应用摘要报导了使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 及改进的分散 SPE 与安捷伦气相色谱仪及 Agilent 5975C 系列 GC/MSD 联用, 简便、快速地萃取并分析柠檬精油中的农药残留。由于油性基质的复杂性, 萃取精油中的农药残留是非常困难的。本文所报导的方法使用多步分散 SPE 并在初始萃取步骤中使用己烷, 从而得到更为洁净的萃取物, 可以 GC/MS 法在电子电离模式下采用选择离子监测 (SIM) 进行分析。

仪器条件

GC 条件

色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm
进样口:	不分流进样
进样口衬管:	Helix 去活双锥形衬管 (部件号 5188-5398)
载气:	氦气
进样口压力:	19.6 psi (恒压模式)
进样口温度:	250 °C
进样量:	1.0 μL
分流出口吹扫流速:	30 mL/min, 在 0.75 min 处开始
柱温箱升温程序:	70 °C (保持 1 min) 以 50 °C/min 的速度升温至 150 °C (不保持) 以 6 °C/min 的速度升温至 200 °C (不保持) 以 16 °C/min 的速度升温至 280 °C (保持 6 min)

质谱条件

调谐文件:	Atune.u
模式:	SIM (有关详细设置信息, 请参见应用摘要的表 3)
离子源、四极杆、 传输线温度:	分别为 230 °C、150 °C 和 280 °C
溶剂延迟:	2.30 min
倍增器电压:	自动调谐电压

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于柠檬油中农药残留的安捷伦改进的 QuEChERS EN 操作程序

结果

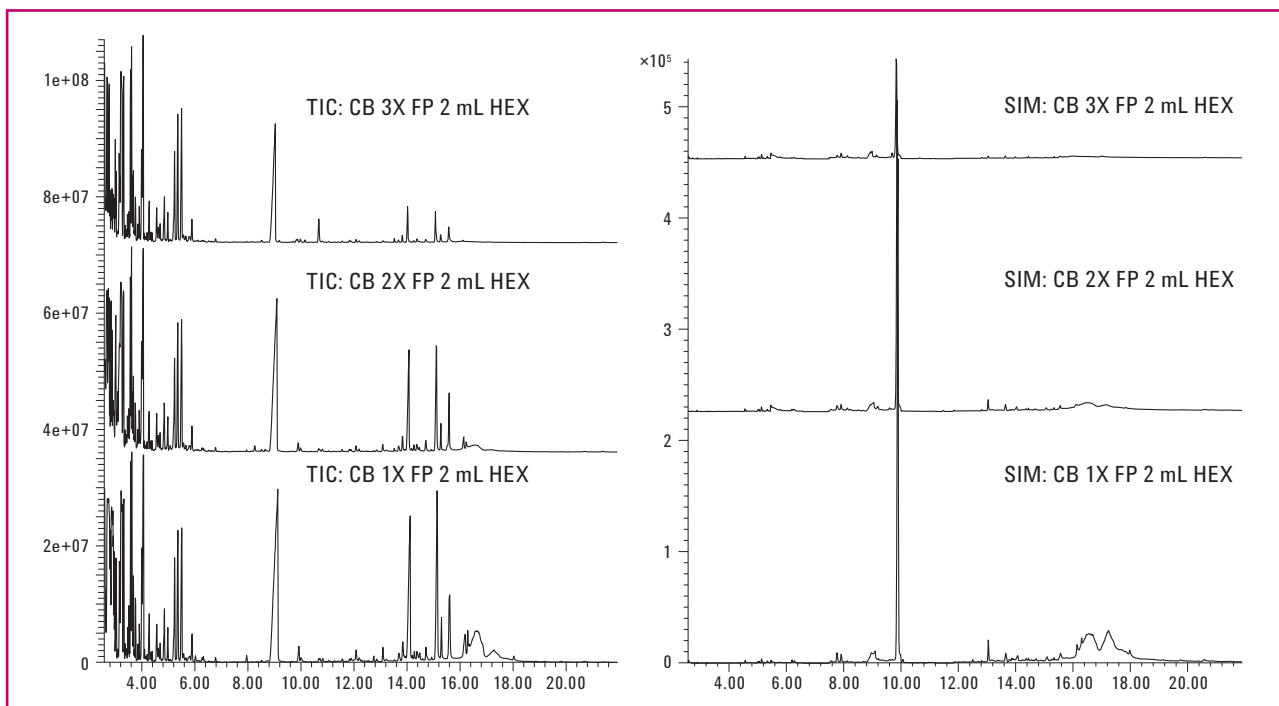


图 2. 方法开发实验中对萃取程序加以优化，包括添加己烷和采用多步分散 SPE。CB (对照空白样品)，FP (适用于多脂含色素样品的 AOAC 分散 SPE)，HEX (己烷)



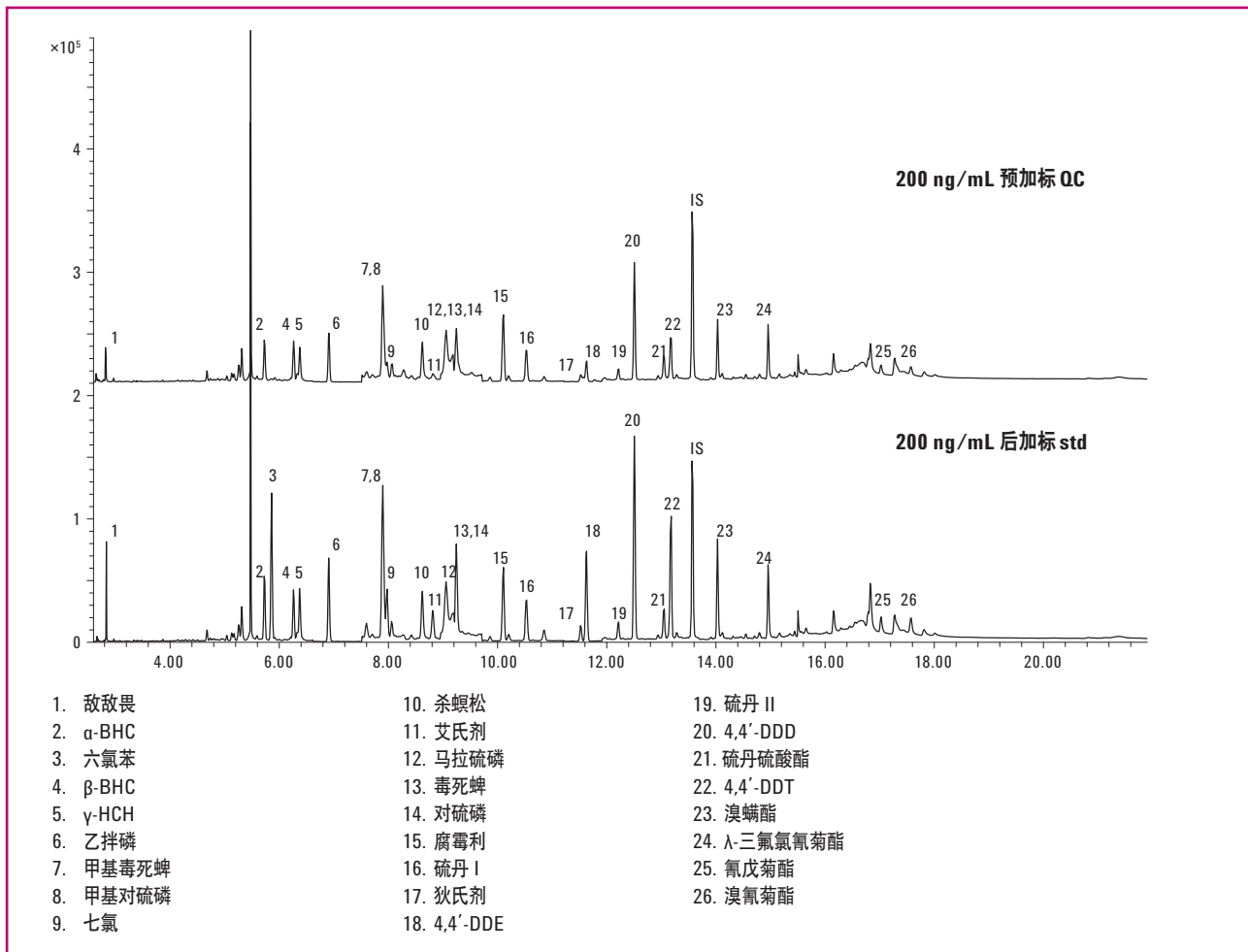


图 3. 200 ng/mL 萃取前与萃取后在基质中添加标样所获得的 GC/MS 色谱图。该图显示了预加标和后加标柠檬油萃取物的色谱图。二十六种农药中的二十五种表现出高度重现的结果，平均 RSD < 5%

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 EN 萃取试剂盒，部件号 5982-5650

适用于多脂和含色素作物的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOCAC 分散固相萃取试剂盒，部件号 5982-5421

Agilent J&W HP-5MS 超高惰性色谱柱，15 m × 0.25 mm，0.25 μm，部件号 19091S-431UI

要查看本应用摘要的完整版本，请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-6432EN

使用 QuEChERS/dSPE 样品制备方法和高效 DB-5ms 超高惰性 GC 色谱柱通过 GC/MS 分析鱼体内的多环芳烃 (PAH) (出版号 5990-6668EN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 分散固相萃取 (dSPE) 样品制备方法测定鱼类体内低浓度和痕量多环芳烃 (PAH)。分析仪器是 Agilent 7890 GC 和配置多模式进样口 (MMI) 及 Agilent 7693 自动液体进样器的 Agilent 5975B GC/MS 系统。同时, 该 GC 还安装有柱后压力控制三通装置 (PCT), 以实现自动反吹。回收率在 80% 至 139% 范围内。

QuEChERS 操作程序



图 1. Agilent Bond Elut QuEChERS 改进的适用于鱼类样品的萃取程序

仪器条件

GC 条件	
色谱柱:	Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm (部件号 122-5522UI)
GC/MSD:	Agilent 7890 GC/Agilent 5975B GC/MS 系统
进样器:	Agilent 7693 自动液体进样器, 5.0 μL 进样针 (部件号 5181-1273)
PCT 装置:	吹扫 Ultimate 接头 (部件号 G3186-60580)
载气:	氦气, 恒流模式, 1.7 mL/min
限流器:	0.7 m × 0.15 mm 内径的去活石英管
PCM 1:	3.8 psi 恒压
MMI:	0.5 μL 不分流进样, 320 °C, 0.8 min 时开始吹扫, 吹扫流速 50 mL/min; 2 min 时载气节省开启, 流速 30 mL/min
柱温箱:	50 °C (保持 0.4 min), 以 25 °C/min 的速度升温至 195 °C (保持 1.5 min), 以 8 °C/min 的速度升温至 265 °C, 以 20 °C/min 的速度升温至 315 °C (保持 1.25 min)
后运行反吹:	315 °C, 保持 7 min, 反吹压力 70 psi, 反吹过程中 进样口压力 2 psi
MSD:	传输线温度 340 °C, 离子源温度 340 °C, 四极杆温 度 150 °C

流路消耗品

样品瓶:	琥珀色螺纹盖玻璃样品瓶 (部件号 5183-2072)
样品瓶盖:	蓝色螺口盖 (部件号 5182-0717)
样品瓶内插管:	100 μL 玻璃/聚合物支脚 (部件号 5181-8872)
进样针:	5 μL (部件号 5181-1273)
隔垫:	高级绿色隔垫 (部件号 5183-4759)
进样口衬管:	去活双锥形 Helix 衬管 (部件号 G5188-5398)
密封圈:	0.4 mm 内径短密封圈; 85/15 Vespel/ 石墨密封圈 (部件号 5181-3323)
PCT 接头:	内螺母 (部件号 G2855-20530)
PCT 密封圈:	SilTite 密封圈, 内径 0.25 mm (部件号 5188-5361)
20 倍放大器:	20 倍放大器环 (部件号 430-1020)

Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱上 16 种 PAH 的分离结果

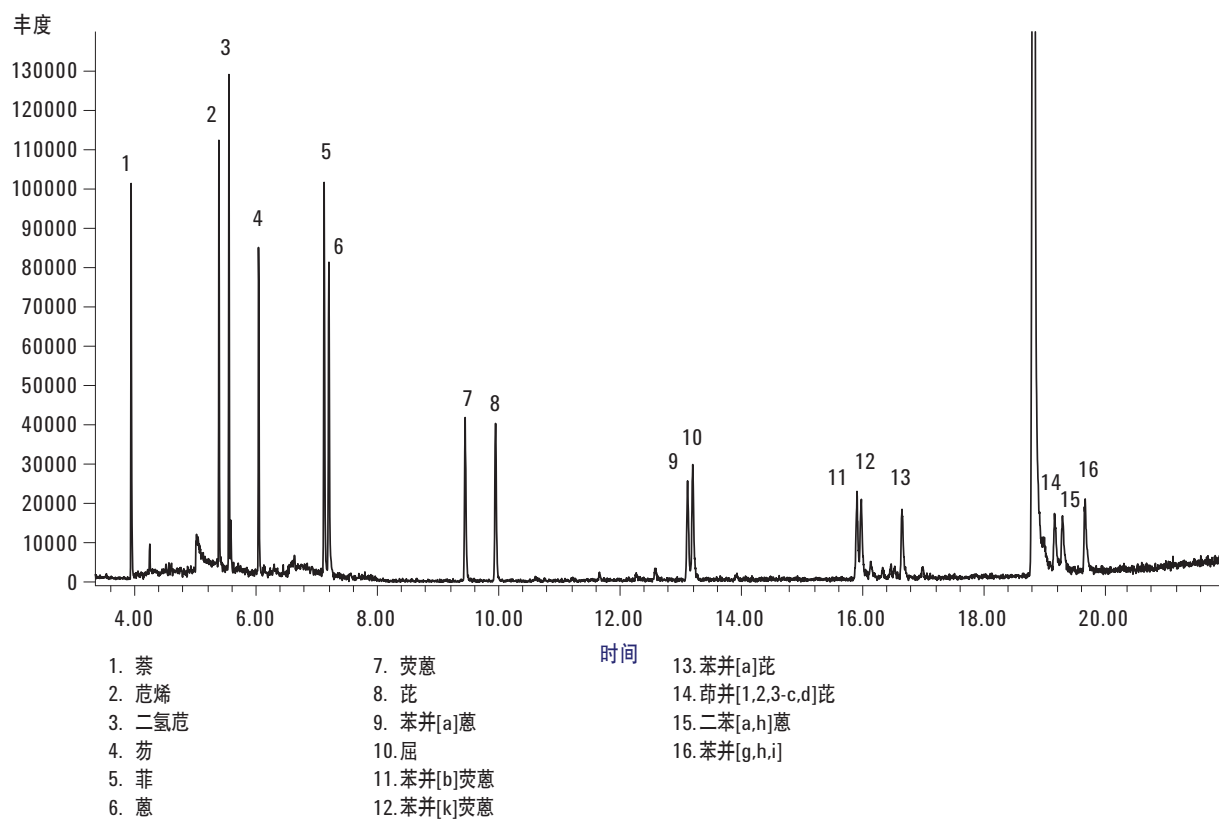


图 2. 在 Agilent J&W DB-5ms 超高惰性 GC 毛细管柱 (部件号 122-5522UI) 上分析含有 500 ng/mL PAH 标准品的样品基质所得到的 GC/MS 色谱图。色谱条件列于应用摘要的表 1 中



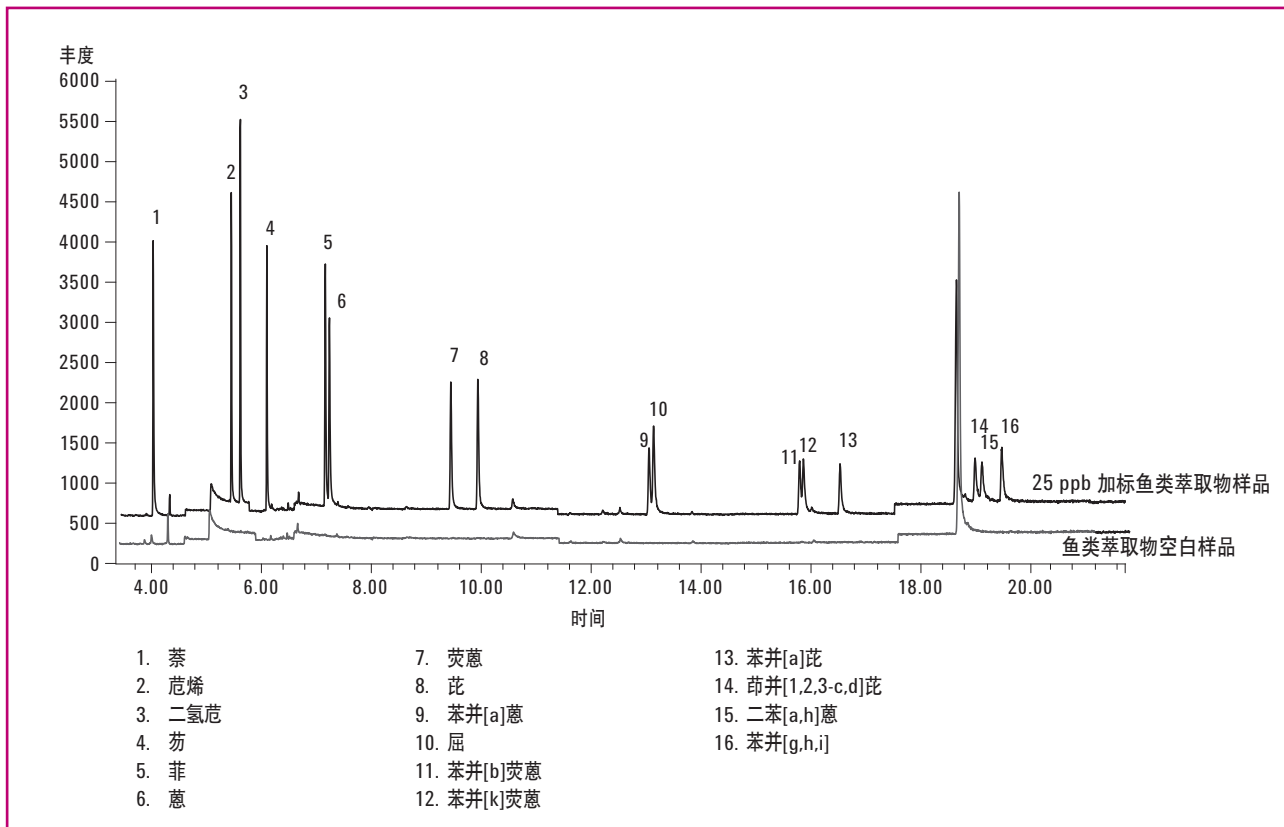


图 3. 在 Agilent J&W DB-5ms 超高惰性 GC 毛细管柱上分析鱼类萃取物空白样品和 25 ng/mL 加标鱼类萃取物样品所得到的 GC/MS SIM 色谱图。色谱条件列于应用摘要的表 1 中

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取盐包, 部件号 5982-6555

适用于多脂样品的 15 mL Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE 管, 部件号 5982-5158

Agilent Bond Elut QuEChERS 陶瓷均质子, 适用于 50 mL 管, 部件号 5982-9313

Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱, 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm, 部件号 122-5522UI

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

使用带玻璃毛超惰性衬管的 GC/MS/MS 进行食品中农药残留的分析 (出版号 5990-7706CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 样品制备方法来分析多种农药残留。选择了五种水果和蔬菜：野花、香蕉、草莓、梨以及生菜。选择了 33 种具有代表性的农药对安捷伦超高惰性衬管进行评估。将农药标准品加入到由 QuEChERS AOAC 方法萃取的水果和蔬菜基质空白样品中。所有测试均使用配置 7693B 自动进样器的 Agilent 7890A GC 与 7000 系列三重串联四极杆 MSD 系统。使用了萃取样品以证实带玻璃毛的安捷伦超高惰性衬管的性能优势。

QuEChERS 操作程序

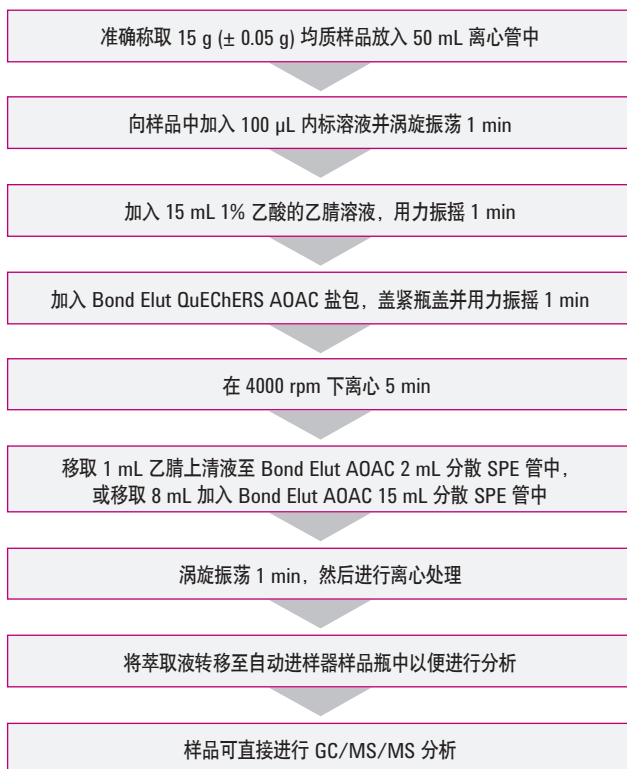


图 1. 适用于分析食品中农药残留的 QuEChERS AOAC 样品制备程序

仪器条件

GC 条件

分析型色谱柱:	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 19091-431UI)
GC:	Agilent 7890A 系列
自动进样器:	Agilent 7693 自动进样器和样品盘, 5 μL 进样针 (部件号 5181-5246), 1 μL 进样量。进样后溶剂 A (丙酮) 清洗次数: 3 样品抽取次数: 3 进样后溶剂 B (乙腈) 清洗次数: 3
载气:	氦气, 恒压模式
进样口:	MMI 进样口, 脉冲不分流模式: 280 °C
进样脉冲压力:	36 psi 持续 1 min
分流出口吹扫流速:	50 mL/min, 在 1 min 处开始
进样口压力:	运行期间 18.35 psi (保留时间锁定), 反吹期间 1.0 psi
保留时间锁定:	甲基毒死蜱, 8.298 min
柱温箱升温程序:	100 °C 保持 2 min, 然后以 50 °C/min 的速度升温至 150 °C, 以 6 °C/min 的速度升温至 200 °C, 再以 16 °C/min 的速度升温至 280 °C 并保持 6 min (样品运行); 100 °C 保持 1 min, 然后以 100 °C/min 的速度升温至 280 °C, 保持 5.2 min (对于基质空白运行)
后运行:	2 min, 280 °C
微板流路控制技术:	吹扫 Ultimate 接头 (部件号 G3182-61580) - 用于反吹分析型色谱柱和进样口
辅助 EPC 气体:	氦气通入吹扫 Ultimate 接头
Bleed line:	0.0625 in 外径 × 0.010 in 内径 × 100 cm, 316 不锈钢管线, 柱温箱上方
辅助气压力:	运行过程 4 psi, 反吹过程 75 psi
接口:	在进样口与吹扫 Ultimate 接头 (部件号 G3182-61580) 之间
限流器:	惰性熔融石英管, 0.65 m × 0.15 mm (部件号 160-7625-5)
接口:	在吹扫 Ultimate 接头与 MSD 之间
MSD:	配置高性能电路的 Agilent 7000 惰性三重四极杆 MSD
真空泵:	高性能涡轮泵
模式:	多反应监测模式
调谐文件:	Atune.u
传输线温度:	280 °C
离子源温度:	300 °C
四极杆温度:	Q1 和 Q2, 150 °C
溶剂延迟:	2.3 min
碰撞气流速:	氦气淬灭气流速 2.35 mL/min, N ₂ 碰撞气流速 1.5 mL/min
质谱分辨率:	MS1 和 MS2, 1.2 u

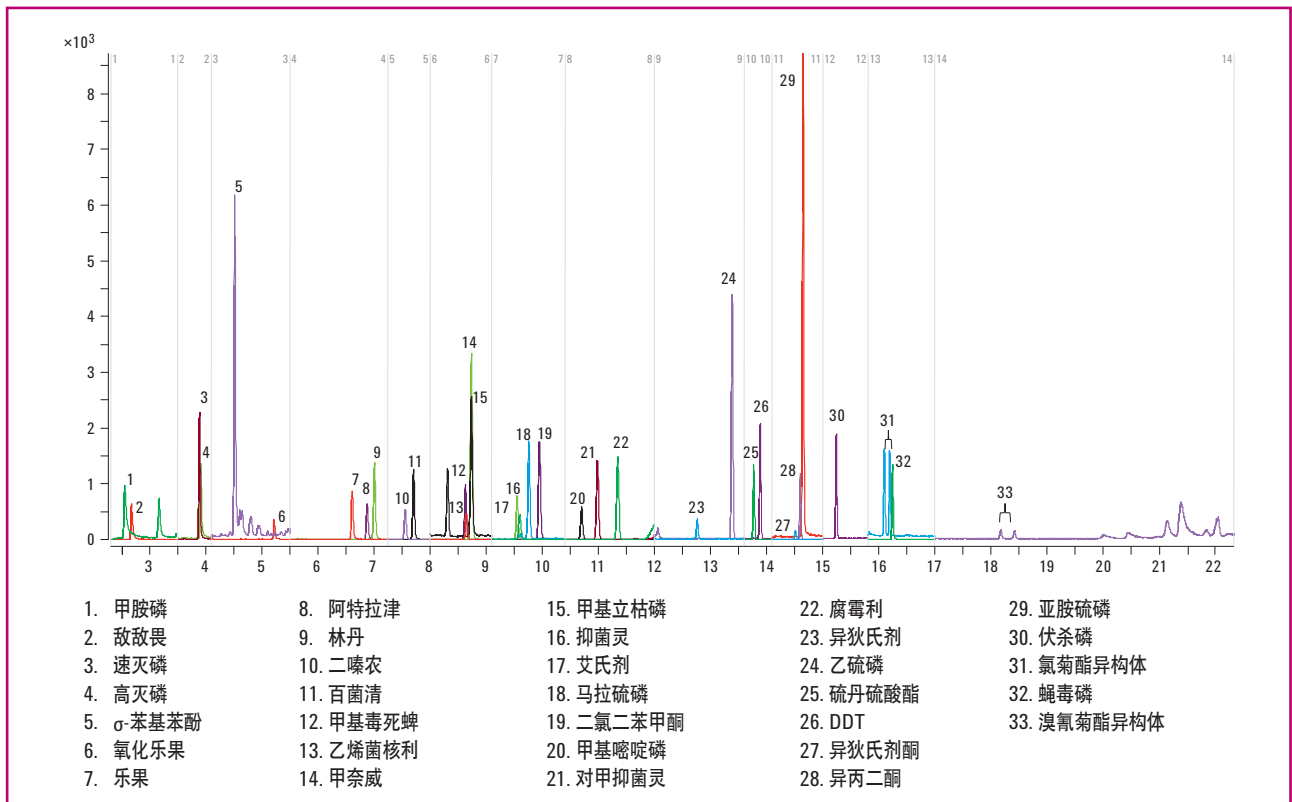


图 2. 使用超高惰性带玻璃毛衬管对加标 10 ppb 的 QuEChERS 样品进行分析所得到的 GC/MS/MS 色谱图 (MRM)

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

适用于水果和蔬菜的 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 2 mL 分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-5022

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性 GC 色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μ m, 部件号 19091-431UI

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

使用 Agilent 7000 三重四极杆气相色谱/质谱系统测定海洋贝类中的化学污染物 (出版号 5990-7714CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用 QuEChERS 样品制备方法测定海洋贝类组织中的选定有机氯农药、多环芳烃和多氯联苯同系物。分析仪器是配置二氧化碳冷却的多模式进样口 (MMI) 和 Agilent 7693A 自动液体进样器的 Agilent 7890 GC 与 Agilent 7000 三重串联四极杆 GC/MS 系统。在本应用中, 将 QuEChERS 萃取与基于溶剂和管的 SPE 净化方法相结合, 得到适用于 GC/QQQ 分析的最终萃取物, 然后确认目标分析物。



仪器条件

GC 条件

色谱柱 (1):	Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm 内径, 0.25 μm (部件号 122-5512UI)
色谱柱 (2):	Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱, 0.65 m × 0.15 mm 内径, 0.15 μm (摘自部件号为 165-6626 的产品)
进样模式 (1):	1 μL 冷脉冲不分流进样, 使用 CO ₂ 进行冷却的多模式进样口 (MMI) 和 10 μL 进样针
进样口升温程序:	50 °C, 保持 0.05 min, 以 600 °C/min 升温至 325 °C
进样口压力脉冲:	13.0 psig, 0.75 min
分流出口吹扫流速:	50 mL/min, 在 1.0 min 处开始
进样口衬管:	2 mm 内径, 多阻板 (部件号 5190-2296)
进样模式 (2):	10 μL 溶剂排空, 使用 CO ₂ 冷却的多模式进样口 (MMI) 和 25 μL 进样针
进样口升温程序:	40 °C, 保持 0.31 min, 以 600 °C/min 升温至 325 °C
进样口排空压力:	5.0 psig
进样口排空流速:	100 mL/min
进样口排空时间:	0.31 min
出口压力:	0 psig
进样速度:	100 μL/min
分流出口吹扫流速:	50 mL/min, 在 1.0 min 处开始
进样口衬管:	2 mm 内径, 多阻板 (部件号 5190-2296)
载气:	氦气, 恒流模式, 1.2 mL/min
柱温箱升温程序:	50 °C (保持 1 min), 20-200 °C/min (保持 0 min), 10 °C/min, 300 °C (保持 1.5 min)
RTL 化合物:	PCB 118, 锁定于 12.370 min 处
压力控制三通:	G3186B, 在 2.0 psig 恒压模式下运行
反吹条件:	进样口压力

质谱条件

MS 传输线温度:	325 °C
MS 离子源温度:	300 °C
MS 四极杆 1、2 温度:	150 °C、150 °C
碰撞池气体:	氮气 1.5 mL/min, 氦气 2.25 mL/min
MS1/MS2 分辨率:	宽/宽
MRM 设置:	参见应用摘要的表 3
电子能量:	-70 eV
电离模式:	电子碰撞 (EI)
EI 自动调谐:	增益归一化
增益因子:	5

QuEChERS 操作程序

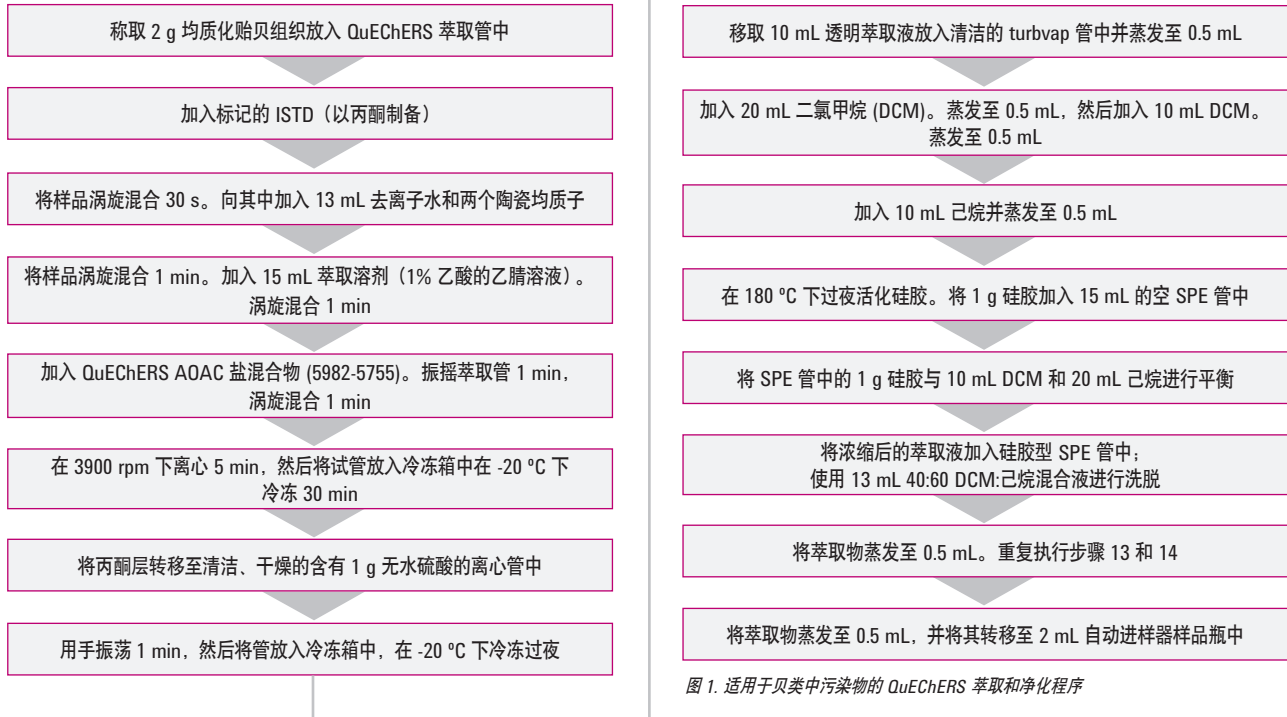


图 1. 适用于贝类中污染物的 QuEChERS 萃取和净化程序

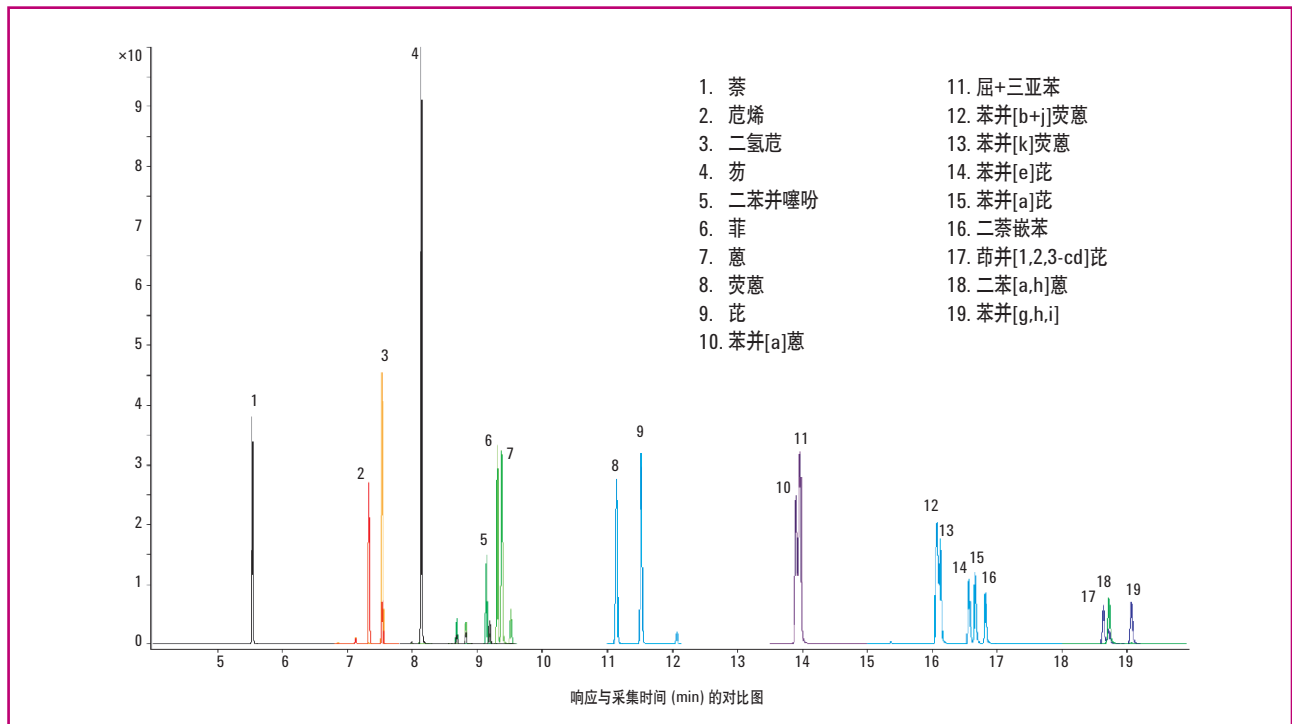


图 2. PAH 分析物的 TIC MRM 色谱图

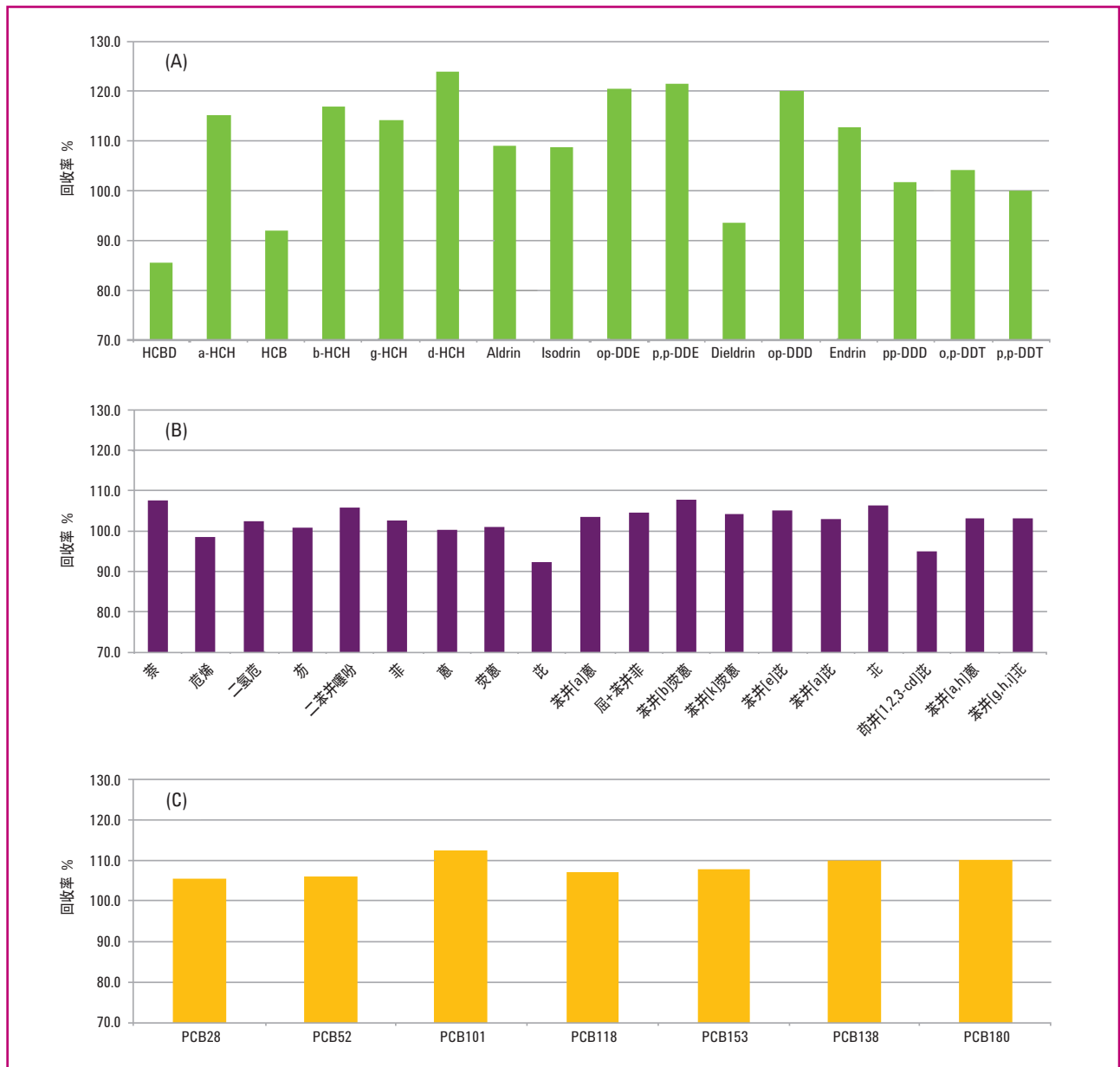


图 3. 加标贻贝组织中的 (a) OCP、(b) PAH 和 (c) PCB 同系物的分析物百分比回收率图示

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 缓冲 AOAC 萃取试剂盒, 部件号 5982-5755

Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm, 部件号 122-5512UI

Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱, 0.65 m × 0.15 mm, 0.15 μm, 截自部件号为 165-6626 的产品

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn

采用不同的样品制备方法对小麦中的单端孢霉烯毒素和玉米赤霉烯酮进行 LC/MS/MS 分析 (出版号 5990-9107CHCN)

引言

本应用摘要报导了利用改进的 QuEChERS 方法和 Agilent Bond Elut Mycotoxin SPE 进行样品制备, 然后以 LC/MS/MS 法检测单端孢霉烯毒素和玉米赤霉烯酮。结合 Agilent 6460 三重串联四极杆 LC/MS 与 MassHunter Optimizer 软件对样品进行分析。相对于免疫吸附提取的回收率为 72% 至 105%。QuEChERS 方法与使用 Mycotoxin 柱的传统 SPE 净化方法均可获得良好的回收率。使用 SPE 净化制备的样品更纯, 从而可以获得更低的检测限; 而使用 QuEChERS 制备样品更加快速。

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX Rapid Resolution HT Eclipse Plus C18 色谱柱, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (部件号 959764-902)
仪器:	Agilent 6460 三重串联四极杆 LC/MS, Agilent 1290 Infinity LC
流速:	0.25 mL/min
柱温:	30 °C
进样量:	10 μL
流动相:	A: 水 + 0.2% 乙酸, 5 mM 乙酸铵 B: 甲醇 + 0.2% 乙酸, 5 mM 乙酸铵

MS/MS 条件

配置安捷伦喷射流的 ESI 参数, 正/负极性快速切换。

干燥气温度:	200 °C
干燥气流速:	8 L/min
喷雾器压力:	45 psi
鞘气温度:	400 °C
鞘气流速:	12 L/min
毛细管电压:	± 3000 V
喷嘴电压:	± 500 V
Delta EMV:	500 V
分辨率:	单位, 单位

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于谷物的 QuEChERS AOAC 样品制备程序

Bond Elut Mycotoxin 方法



图 2. 适用于谷物中霉菌毒素的 Bond Elut Mycotoxin SPE 样品制备方法

表 1. 单端孢霉烯毒素和玉米赤霉烯酮的 MS 分析条件

毒枝菌素	前体离子	子离子	碎片	碰撞能量	极性
15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	356	321	95	5	正
15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	356	137	95	8	正
15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	339	137	105	12	正
3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	397	337	95	4	负
3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	397	59	95	20	负
二乙酰氧基镰草镰刀菌醇 (DAS)	384	307	105	4	正
二乙酰氧基镰草镰刀菌醇 (DAS)	384	247	105	6	正
脱氧雪腐镰刀菌醇 (DON)	355	265	95	4	负
脱氧雪腐镰刀菌醇 (DON)	355	59	95	20	负
镰刀菌烯酮-X	413	263	95	8	负
镰刀菌烯酮-X	413	59	95	28	负
HT-2 毒素	442	263	105	4	正
HT-2 毒素	442	215	105	4	正
新茄病镰刀菌烯醇	400	215	95	16	正
新茄病镰刀菌烯醇	400	185	95	16	正
雪腐镰刀菌烯醇	371	311	108	4	负
雪腐镰刀菌烯醇	371	281	108	8	负
雪腐镰刀菌烯醇	371	59	108	24	负
T-2 毒素	484	215	120	16	正
T-2 毒素	484	185	120	14	正
玉米赤霉烯酮	317	175	190	16	负
玉米赤霉烯酮	317	131	190	24	负
玉米赤霉酮	319	275	185	16	负
玉米赤霉酮	319	205	185	16	负

表 2. 改进的 QuEChERS 和柱筒式 SPE 方法处理的 50 µg/kg (n=9) 加标小麦样品的回收率数据比较

分析物	分析物保留时间 (min)	改进的 QuEChERS 回收率 (%)	改进的 QuEChERS RSD (%)	BE Mycotoxin SPE 回收率 (%)	BE Mycotoxin SPE RSD (%)
雪腐镰刀菌烯醇	5.6	73	7	93	11
脱氧雪腐镰刀菌醇	6.4	85	8	84	11
镰刀菌烯酮-X	6.8	81	9	89	9
新茄病镰刀菌烯醇	6.8	94	9	77	9
15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	7.2	88	9	72	10
3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	7.2	100	9	92	11
二乙酰氧基镰草镰刀菌醇	7.7	105	2	104	3
HT-2	8.0	83	8	99	4
T-2 毒素	8.2	83	8	100	4
玉米赤霉烯酮	8.4	87	8	79	9

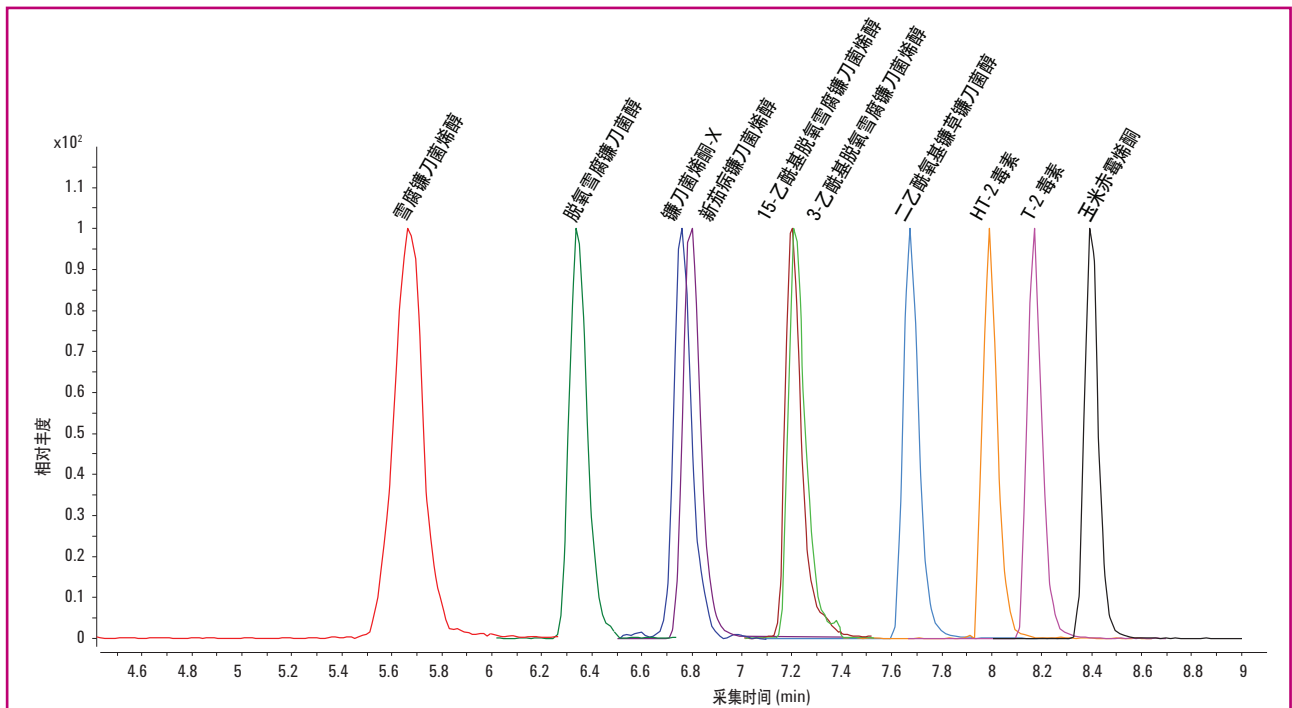


图 3. 50 ppb 小麦基质标准品：一级 transitions 的归一化色谱图。请注意该方法不需要对同分异构体 15-乙酰基 DON 和 3-乙酰基 DON 进行色谱分离，可通过使用不同的质谱极性对它们进行区分

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 非缓冲萃取包，部件号 5982-5550

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE 试剂盒，部件号 5982-5022

Agilent Bond Elut Mycotoxin SPE 柱，500 mg，3 mL，部件号 12102167

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 快速分离高通量色谱柱，2.1 × 100 mm，1.8 μm，部件号 959764-902



要查看本应用摘要的完整版本，请访问 www.agilent.com/chem/cn

使用优化的萃取/净化程序和 Agilent 7000 系列三重四极杆气质联用系统测定茶叶中的多农药残留 (出版号 5990-9865CHCN)

引言

本应用摘要报导了使用优化的 QuEChERS 样品制备方法有效萃取茶叶中的农药残留, 同时将咖啡因和其他可能影响色谱峰形、导致保留时间漂移和灵敏度损失的共萃取物的萃取率降至最低。在 MRM 模式下通过 GC/MS/MS 对茶叶萃取物进行分析, 分析采用 Agilent 7890 GC 和 Agilent 7000B 三重四极杆 GC/MS 系统。这种全新的方法使用 QuEChERS 萃取与液相萃取净化相结合, 可获得一致的结果。

QuEChERS 操作程序

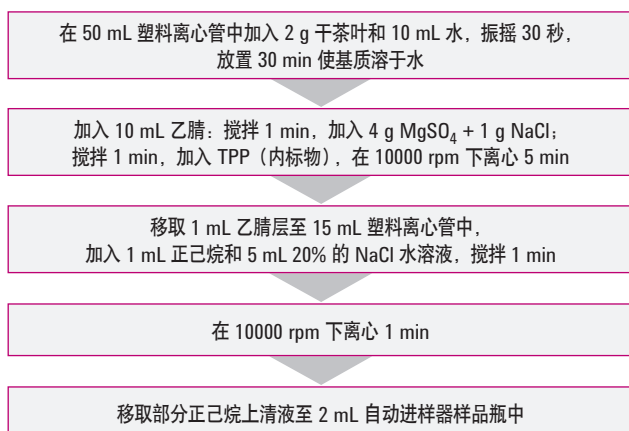


图 1. 适用于茶叶的 QuEChERS 萃取和净化流程图

仪器条件

GC 条件

色谱柱 (1):	Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 19091S-431UI)
色谱柱 (2):	Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱, 0.50 m × 0.15 mm, 0.15 μm (截至部件号为 165-6626 的产品)
微板流路控制装置:	配置微板流路控制模块 (PCM) 的压力控制三通 (PCT)
自动进样器:	Agilent 7693A 自动液体进样器
进样量:	2 μL 冷不分流进样, 使用 CO ₂ 冷却的多模式进样口 (MMI)
不分流进样持续时间:	1 min
进样量:	2 mm 内径带凹槽去活衬管 (部件号 5190-2296)
进样口升温程序:	50 °C, 保持 0.1 min, 以 600 °C/min 升温至 300 °C
分流出口吹扫流速:	50 mL/min, 在 1.0 min 处开始
RTL 化合物:	氟乐灵, 锁定在 6.219 min 处
载气:	氦气
进样口压力:	17.460 psi 恒压模式 (运行期间)
PCM 压力:	2.0 psi 恒压模式 (运行期间)
柱温箱升温程序:	50 °C (保持 1.0 min), 以 50 °C/min 的速度升温至 150 °C, 以 6 °C/min 的速度升温至 200 °C, 以 16 °C/min 的速度升温至 280 °C (保持 4.07 min)
后运行时间:	2.0 min
后运行温度:	280 °C
后运行压力:	进样口压力 1.0 psig, PCM 压力 60.0 psig
MS 传输线温度:	280 °C

质谱条件

电离模式:	电子电离
电子能量:	-70 eV
调谐:	EI 自动调谐
EM 增益因子:	10
MS1 分辨率:	最大半峰宽 1.2 amu
MS2 分辨率:	最大半峰宽 1.2 amu
转换:	参见应用摘要的参考文献 [2]
碰撞能量:	参见应用摘要的参考文献 [2]
驻留时间:	2-28 ms, 根据每个时间窗口的转换数, 实现 5 个循环/秒
碰撞池气体流速:	氮气 1.5 mL/min, 氦气 2.35 mL/min
MS 温度区域:	离子源 280 °C, Q1 150 °C, Q2 150 °C

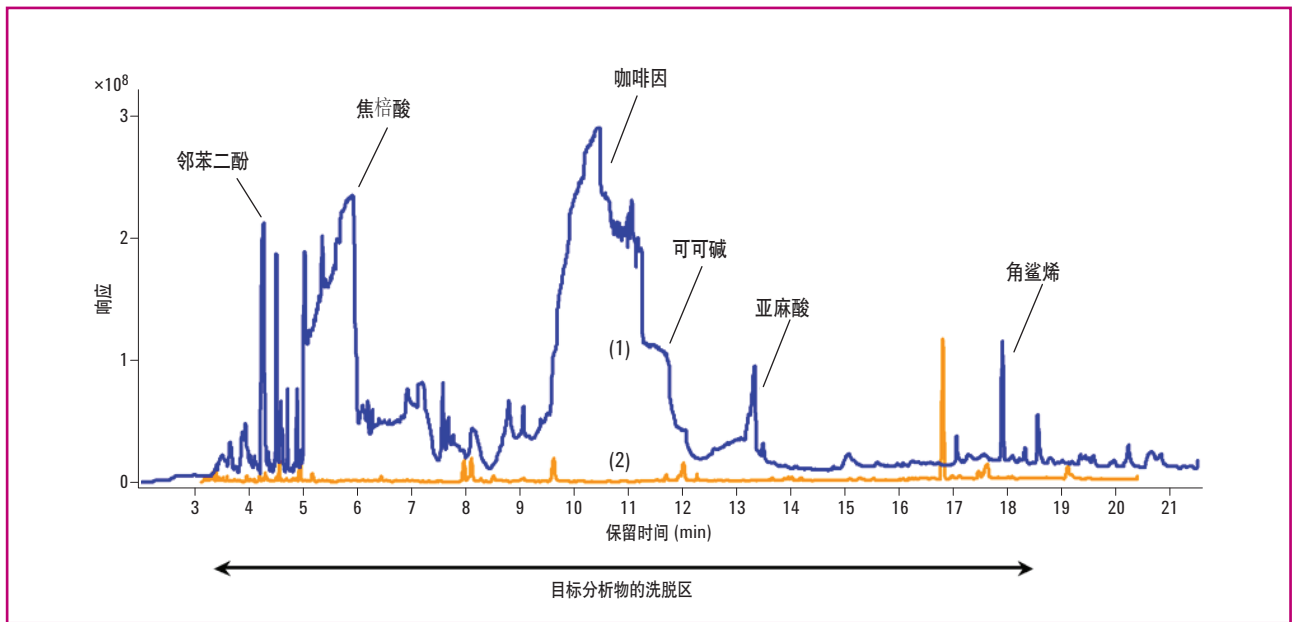


图 2. 经乙腈萃取后的 QuEChERS 萃取液的全扫描质谱谱图显示有大量咖啡因和其他共萃取物存在 (1 蓝色曲线), 与之形成鲜明对比的是经过液液萃取后, 最终萃取液中咖啡因和其他共萃取物的丰度显著下降 (黄色曲线)

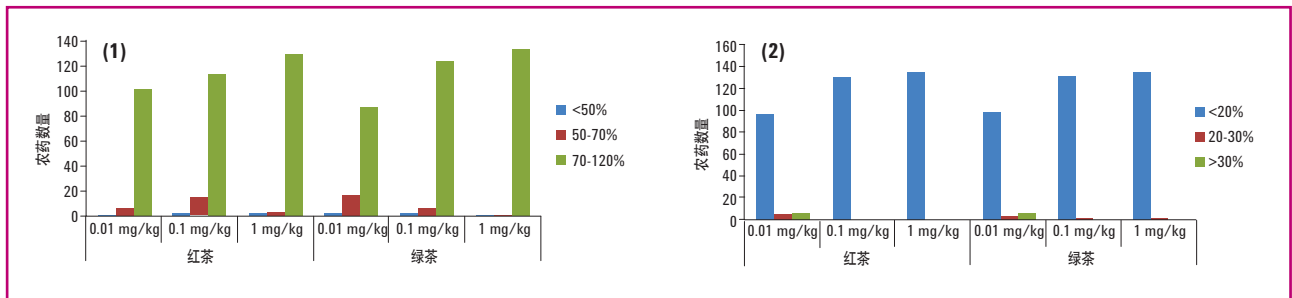


图 3. 加标浓度分别为 0.01、0.1 和 1 mg/kg 的绿茶和红茶样品中农药残留的 (1) 总体回收率和 (2) RSD 分布图

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut QuEChERS 非缓冲萃取包, 部件号 5982-5550

Agilent J&W HP-5ms 超高惰性色谱柱, 15 m × 0.25 mm, 0.25 μm, 部件号 19091S-431UI

Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱, 0.50 m × 0.15 mm, 0.15 μm, 截自部件号为 165-6626 的产品

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-9865CHCN

采用 LC/MS/MS 结合改进的 QuEChERS 方法对动物源食品中的 36 种兽药进行筛查 (出版号 5991-0013CHCN)

引言

本应用简报介绍了一种改进的 QuEChERS 方法, 可对食品中的四类兽药: 磺胺类、大环内酯类、喹诺酮类和氯吡多进行筛查。采用该方法萃取这四类兽药均可获得满意的回收率。采用配置二极管阵列检测器的 Agilent 1260 Infinity LC 与配置安捷伦喷射流技术电喷雾离子源的 Agilent 6460 三重串联四极杆 LC/MS 仪器系统进行分析。除肉类基质以外, 该方法还可成功用于鸡蛋、牛奶和蜂蜜样品的分析。

QuEChERS 操作程序



图 1. 适用于动物源食品中兽药的 QuEChERS AOAC 样品制备程序

仪器条件

高效液相色谱条件

色谱柱: Agilent ZORBAX Solvent Saver HD Eclipse Plus C18 色谱柱, 3.0 × 100 mm, 1.8 μm

流速: 0.5 mL/min

柱温: 30 °C

进样量: 5 μL

流动相: A: H₂O 0.1% 甲酸
B: 乙腈

梯度:	时间 (min)	%A	%B
	0.0	90	10
	0.5	90	10
	1.0	80	20
	4.0	75	25
	8.0	40	60
	9.0	5	95
	12.0	5	95
	12.1	90	10
	15.0	90	10

质谱条件

极性: 正

气体温度: 300 °C

气体流速: 7 L/min

雾化器压力: 50 psi

毛细管电压: 3000 V

鞘气温度: 350 °C

鞘气流速: 10 L/min

扫描模式: DMRM



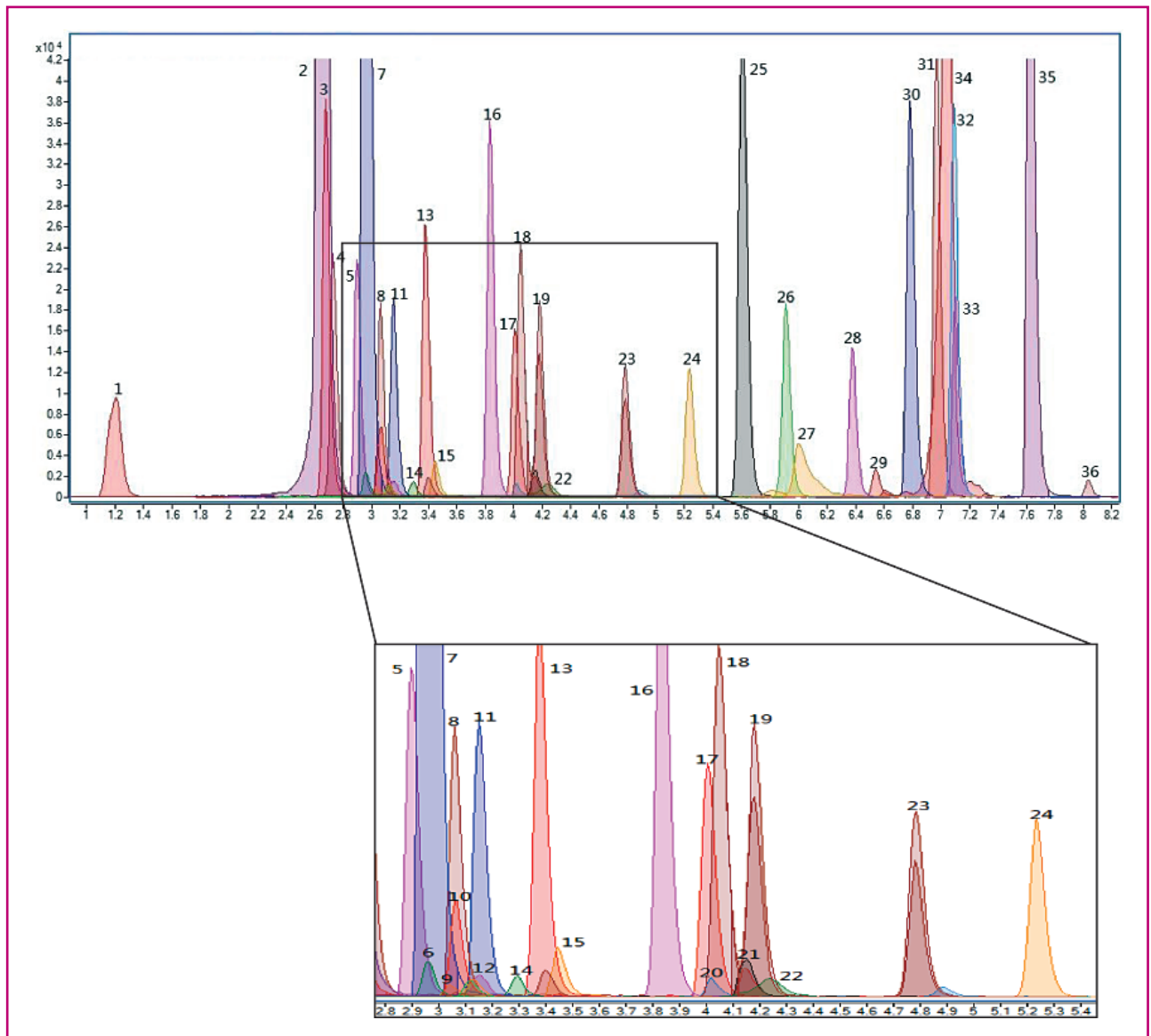


图 2. 兽药的 MRM 提取离子流色谱图

表 1. 萃取步骤的不同方法优化结果。选用含有 Na₂SO₄ 的萃取盐混合物可获得更高的回收率

方法	1	2	3	4
萃取盐	MgSO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl
分散 SPE 混合物	C18EC+MgSO ₄	C18EC+Na ₂ SO ₄	C18EC+Na ₂ SO ₄	C18EC+Na ₂ SO ₄
萃取溶剂	1% 甲酸乙腈	1% 甲酸乙腈	1% 甲酸乙腈	1% 甲酸乙腈
水	8 mL	8 mL	4 mL	4 mL
大环内酯类药物的平均回收率	22.95%	43.66%	45.12%	70.46%
磺胺类药物的平均回收率	10.86%	25.96%	33.25%	54.35%
喹诺酮类药物的平均回收率	86.79%	47.69%	62.69%	64.44%
氯吡多的平均回收率	55.12%	38.02%	49.89%	65.37%
玉米赤霉烯酮	8.4	87	8	79

表 2. 分散 SPE 参数优化结果。选用包含 PSA 的 dSPE 混合物可获得更高的通用性。

方法	1	2	3	4	5
萃取盐	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl	Na ₂ SO ₄ +NaCl
分散 SPE 混合物	50 mg PSA+ 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	100 mg PSA+ 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	50 mg SAX+ 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	100 mg NH ₂ + 150 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄	300 mg C18EC+ 900 mg Na ₂ SO ₄
萃取溶剂	1% 乙酸 乙腈	1% 乙酸 乙腈	1% 乙酸 乙腈	1% 乙酸 乙腈	1% 乙酸 乙腈
水	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL
大环内酯类药物的平均回收率	54.57%	42.23%	59.87%	33.70%	66.10%
磺胺类药物的平均回收率	64.37 %	63.27 %	77.35%	51.71%	71.80%
喹诺酮类药物的平均回收率	73.88%	88.34 %	76.82%	97.03%	84.66%
氯吡多的平均回收率	85.12%	100.11%	71.57%	70.27%	91.17%

上述应用摘要中所使用的产品

Agilent Bond Elut 萃取管, 部件号 5982-0032

适用于药物残留的 Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE 试剂盒, 部件号 5982-4950

Agilent ZORBAX Solvent Saver HD Eclipse Plus C18 色谱柱, 3.0 × 100 mm, 1.8 μm, 部件号 959757-302

要查看本应用摘要的完整版本, 请访问 www.agilent.com/chem/cn 搜索 5990-0013CHCN

利用安捷伦 LC 和 GC 仪器快速准确地测量 萃取所得分析物

LC 和 LC/MS 仪器

卓越的性能克服严峻的定性和定量分析

从最好的液相技术到高准确度和精密度的质谱，再到 TOF-MS 系统，使您无需谱库即可确定经验公式，安捷伦 LC/MS 仪器助您轻松实现目标化合物分析、定性及定量。



Agilent 6230 TOF LC/MS



Agilent 1290 Infinity LC

GC/MS 仪器

高灵敏度和选择性用于苛刻环境下的复杂基质样品

无论您的气相应用目的是定量目标化合物还是开发未知化合物，使低检测限和高速测量得到关键结合的最佳方法是使用专门为 GC/MS/MS 应用设计的系统



7000B 三重四极杆 GC/MS

安捷伦的色谱柱和配件对难以应对的任务至关重要

食品安全检测的风险已达到了前所未有的高度，分析的任何阶段都需要谨慎，不能对分析效率和结果产生不利影响。正是出于这个原因，安捷伦将其制造的色谱柱和消耗品设计得较竞争对手更耐久，同时又确保仪器在其整个寿命期都能保持对复杂食品应用至关重要的巅峰性能。

色谱柱和标样使您对结果完全放心

- 用于 HPLC 和 UHPLC 的 Agilent ZORBAX 和 Poroshell 120 色谱柱
- GPC/SEC 色谱柱和标准品 — 包括 PLgel 柱、PL aquagel-OH 柱、专用柱和 EasiVial 标准品
- Agilent J&W GC 色谱柱 — 包括超惰性柱、高效柱、高选择性柱和 PoraBOND PLOT 色谱柱
- 用于 GC、LC 和 MS 的测试和性能验证标准物
- 适用于独特应用的 GC 和 LC 色谱柱

安捷伦设计的配件保证仪器最佳性能

- 利用 GC 的安捷伦惰性流路组件 — 超高惰性衬管和分流平板、UltiMetal Plus 灵活金属密封圈等，使您分析食品应用中复杂、活性化合物的能力得到提高
- 用于 GC、LC、MS 以及原子和分子光谱的多种产品组合
- 安捷伦 CrossLab 是可用于主要品牌分析仪器的 GC 和 LC 消耗品产品组合
- 经 MS 测试的样品瓶套装，超惰性进样口衬管和其它新型的配件
- 安捷伦的 pH 计和电极是专为色谱工作者量身打造



索引

分析物

丙烯酰胺	26, 57
抗生素	53, 73, 76, 97
激素	32
真菌毒素	92
农药	15, 18, 21, 24, 28, 30, 34, 36, 39, 41, 44, 47, 50, 61, 63, 65, 67, 70, 78, 81, 87, 95
多环芳烃 (PAH)	55, 84, 89
多氯联苯 (PCB)	59, 89
多核芳香烃 (PNA)	84, 89
单端孢霉烯毒素	92
兽药	97
玉米赤霉烯酮	92

基质

页码

苹果	15, 18, 21, 36, 39, 61, 63
婴儿食品	50
香蕉	87
鸡肉	53
黄瓜	28
鸡蛋	97
鱼类	55, 59, 84
面粉	67
蜂蜜	97
生菜	61, 87
肝脏	73, 76
牛奶	97
食用油	26
柠檬油	81
橄榄油	78
橙子	67
梨	67, 87
胡椒	67
猪肉	97
马铃薯	57
大米	65
贝类, 贻贝	89
贝类, 虾	32
菠菜	24, 41, 44, 47, 67



草莓	67, 87
茶叶	30
番茄	28
蔬菜汁	70
小麦	92
野花	87
QuEChERS 定义	5
QuEChERS 分散试剂盒	7-9
QuEChERS 萃取试剂盒	6
QuEChERS 陶瓷均质子	13
QuEChERS AOAC 方法	36-72
QuEChERS EN 方法	18-35
QuEChERS 早期方法	15
QuEChERS 其他方法	73-99
QuEChERS 标准方法	14
QuEChERS 选择指南	10-12
适用于 QuEChERS 产品的标准品	13

Agilent Bond Elut SPE

全套样品前处理产品满足您的各种需求



作为全球食品行业领先的测量公司，安捷伦具有独一无二的优势，能够以多种化学及生物技术帮助您应对当前和将来的挑战。这些技术包括：

- 鉴定、表征和定量目标化合物与未知化合物，例如农药、毒枝菌素、二噁英、硝酸盐、抗生素、类固醇、海洋毒素以及重金属
- 更快、更准确地发现更多化合物/污染物，有些化合物您从未想到会存在其中
- 符合最严苛的食品安全和法规
- 信心十足地鉴定食品种类、确认食品来源地、鉴别病原体以及检测过敏原
- 最大限度提高仪器正常运行时间，确保从样品前处理到最终报告的整个工作流程平稳顺利

如需了解更多：agilent.com/chem/food

本手册中涉及的 QuEChERS 试剂盒仅是安捷伦众多固相萃取 (SPE) 产品中 Bond Elut 系列的一部分。QuEChERS 产品在美国严格按照 ISO-9001 标准、采用与生产世界闻名的 Agilent ZORBAX HPLC 色谱柱填充材料相同的工艺制造而成，Agilent Bond Elut SPE 产品源自业内顶级色谱仪、色谱柱和备件制造商，性能更胜一筹，满足您的所有期望。

- 聚合物、硅胶和其他吸附剂形式多样，从多尺寸柱筒到 96 孔板，选择广泛
- 硅胶采用三官能键合工艺，比单键合相具有更好的稳定性，还能显著提高溶剂兼容性
- 行业领先的质量控制过程确保一致的填料粒径，从而获得流畅的洗脱和出色的性能
- 完整的一系列真空夹和附件可以帮助您应对所有的 SPE 挑战

要观看 QuEChERS 标准操作流程的演示，请访问

agilent.com/chem/quechersdemo

了解如何能够使您的食品安全分析水平更上层楼

Agilent Bond Elut SPE 产品：

agilent.com/chem/SamplePreparation

安捷伦食品安全检测解决方案：

agilent.com/chem/foodsafety

在线购买：

agilent.com/chem/store

查找您所在地区的安捷伦客户中心

或安捷伦授权经销商：

agilent.com/chem/contactus

安捷伦客户服务中心：

免费专线：800-820-3278

400-820-3278（手机用户）

联系我们：

customer-cn@agilent.com

本资料中的信息如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013
2013 年 3 月 21 日，中国印制
5990-4977CHCN



Agilent Technologies