

茶叶中百草枯和敌草快的分析

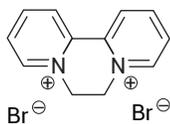
Agilent Bond Elut CBA SPE 和 LC/MS/MS 方法

作者

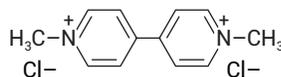
Xia Yang
安捷伦科技有限公司

前言

许多国家/地区都对茶叶中的百草枯和敌草快提出了广泛的监测和监管要求^[1-2]。本应用简报开发了一种采用 Agilent Bond Elut CBA 的简单样品前处理工作流程以及 LC/MS/MS 方法，该方法使用 Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z 色谱柱对百草枯和敌草快进行分析。



敌草快
LogP: -4.6



百草枯
LogP: -4.5

仪器与材料

- Agilent 1290 Infinity II LC
- 配备安捷伦喷射流电喷雾离子源的 Agilent 6470A 三重四极杆液质联用系统
- Agilent Bond Elut CBA LRC 柱, 500 mg, 10 mL (部件号 12113037)
- Agilent Vac Elut 20 真空萃取装置 (部件号 12234101)

样品前处理试剂

- 200 mmol/L EDTA 溶液
- 5% 氢氧化铵溶液
- 20 mmol/L 磷酸盐缓冲液 (pH 7): 由磷酸氢二钾和磷酸二氢钾配制得到
- SPE 洗脱液: 甲醇/水/甲酸 (FA) 溶液 (50:45:5)

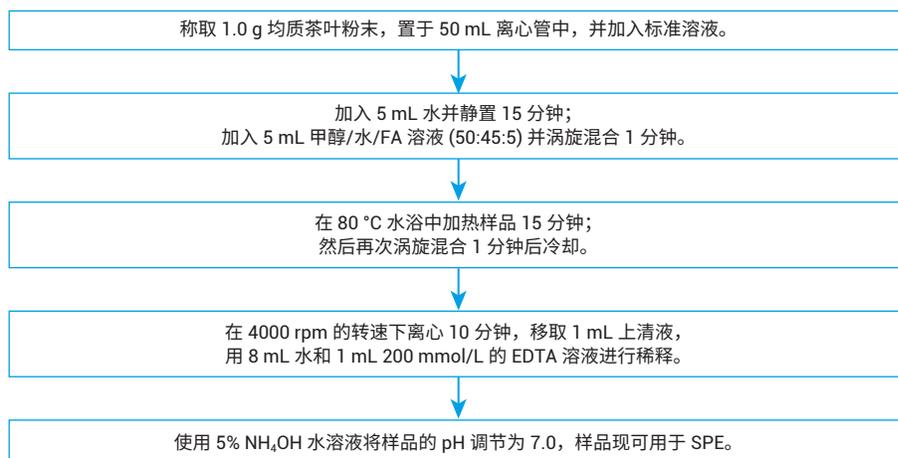
HPLC 条件		
色谱柱	Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm, 部件号 685775-924	
柱温	35 °C	
自动进样器温度	15 °C	
进样量	2 μL	
流动相	A) 50 mmol/L 甲酸铵水溶液, pH = 3 B) 0.1% 甲酸的乙腈溶液	
流速	0.5 mL/min	
	时间 (min)	B%
	0	95
	1	95
	2	90
	2.5	75
	5	55
	6	95
停止时间	8.5 min	
质谱参数		
电离模式	正离子	
加速电压	3	
气体温度	325 °C	
气体流速	10 L/min	
雾化器	45 psi	
鞘气温度	400 °C	
鞘气流速	11 L/min	
毛细管	3000 V	

名称	保留时间 (min)	离子对 (m/z)	碰撞能量 (eV)
敌草快	5.17	183→157	24
		183→130	40
敌草快-d4	5.16	188→156	20
百草枯	4.88	186→171	20
		171→77	45
百草枯-d8	4.87	194→179	20

样品前处理

分析物储备液、样品前处理和分析所用的所有样品瓶必须为塑料瓶。绿茶空白样品购自本地超市，并将其研磨成粉末。将 5 mL 水加入 1 g 茶叶粉末中形成匀浆。SPE 净化之前的预处理过程如图 1 所示。考察了不同的萃取溶剂，结果表明，含 5% FA 的 MeOH/H₂O (1:1) 对百草枯和敌草快的萃取效率最佳 (图 2)。加入 EDTA 溶液 (最终浓度约为 20 mmol/L) 以掩蔽金属离子，否则在 SPE 过程中，它们将与分析物发生竞争 (图 3)。

预处理



SPE 净化: Agilent Bond Elut CBA LRC 柱, 500 mg, 10 mL (部件号 12113037)

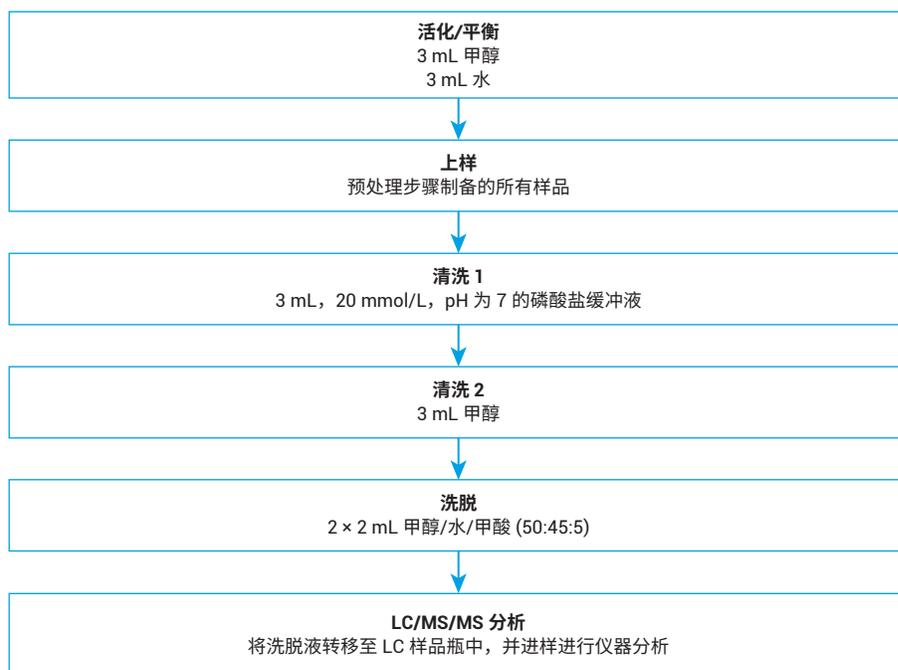


图 1. 采用 Agilent Bond Elut CBA SPE 的绿茶样品前处理流程

结果与讨论

按与茶叶相对应的加标浓度（2、10、20、40、100、200 和 400 ng/g）将标准溶液加标至 MeOH/H₂O（1:1）中以配制溶剂标准曲线。将含有敌草快-D4 和百草枯-D8 的内标溶液以 100 ng/g 的浓度加标至茶叶样品中。如图 4 所示，具有两性离子键合相的 InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z 色谱柱对这两种极性农药均可以获得良好的峰形。通过溶剂加标 IS 校正标准曲线，在两种 QC 浓度下，对该方法进行了验证，结果如表 1 所示。

结论

本研究展示了一种采用 Agilent Bond Elut CBA SPE 的简单样品前处理工作流程，用于对茶叶中的百草枯和敌草快进行 LC/MS/MS 分析。所有回收率数据均高于 80%，RSD 低于 10%。

参考文献

1. 中国国家标准 GB 2763.1-2018
2. European Commission Regulation (EU), EU Pesticides database. <https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=pesticide.residue.selection&language=EN>

www.agilent.com/chem

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
2019 年 11 月 7 日，中国出版
5994-1453ZHCN

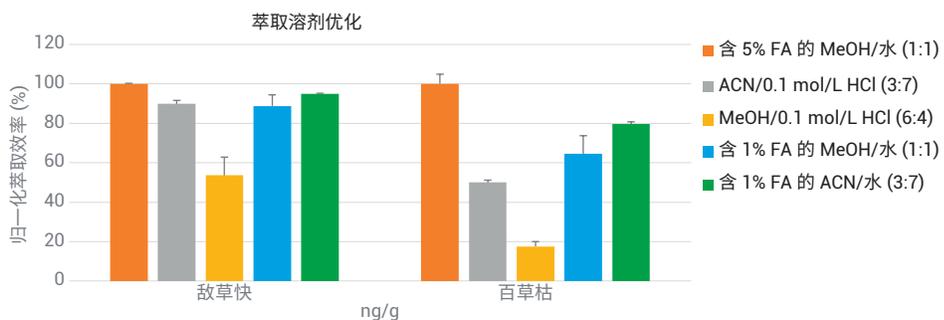


图 2. 当茶叶中加标浓度为 400 ng/g 时，采用不同的萃取溶剂，茶叶中敌草快和百草枯的归一化萃取效率 (n = 2)

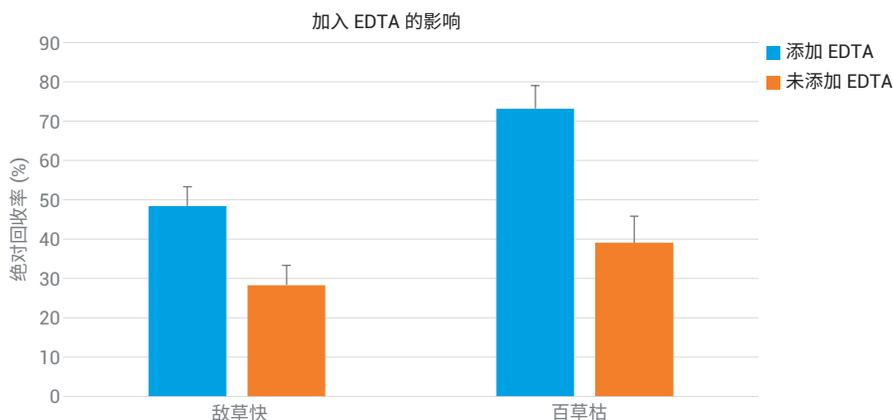


图 3. 当茶叶中加标浓度为 200 ng/g 时，在添加和不添加 EDTA 的情况下，经预处理和 SPE 净化后，茶叶中敌草快和百草枯的绝对回收率 (n = 2)

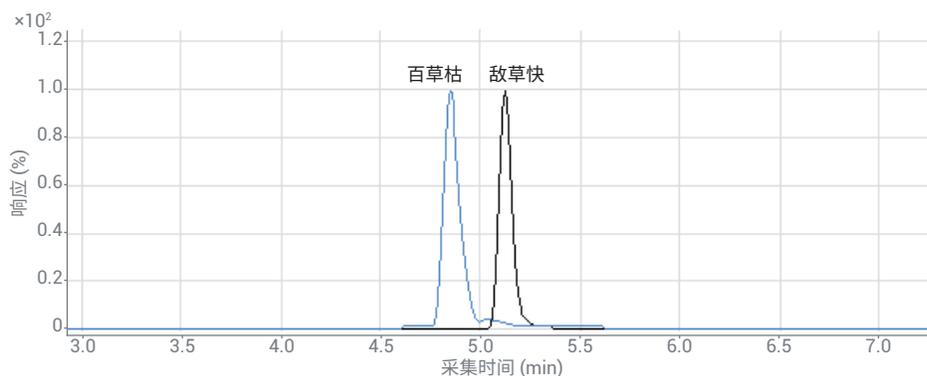


图 4. 当加标浓度为 20 ng/g 时，SPE 净化后茶叶中百草枯和敌草快的色谱图

表 1. 绿茶中加标浓度为 20 ng/g 和 200 ng/g 时，敌草快和百草枯的方法定量结果 (n = 4)

	线性范围 (ng/g)	R ²	20 ng/g		200 ng/g	
			回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
敌草快	2-400	0.991	88.0	5.0	93.1	4.2
百草枯	10-400	0.998	110.9	8.6	102.4	3.8