

## 月旭“豆芽中植物生长调节剂残留检测标准操作程序”解决方案（适用于国家食品污染和有害因素风险监测工作手册）

### 1、适用范围

适用于豆芽中 2,4-D-乙酯，2,4-D-丁酯，4-氯苯氧乙酸(CPA)，2,4-二氯苯氧乙酸(2,4-D)， $\beta$ -萘乙酸，吲哚乙酸，吲哚丁酸，多效唑，激动素，6-苄基腺嘌呤(6-BA)等 10 种植物生长调节剂的检测。

### 2、原理

豆芽中 10 种植物生长调节剂先用酸性乙腈提取,浓缩后用甲醇复溶,部分经 QuEChERS 试剂盒净化后用 GC/ MS 分析 2,4-D-乙酯 2,4-D-丁酯。另一部分经 MCS 固相萃取柱净化，先用 5mL 甲醇洗脱得组分 1，再用 5%氨化甲醇洗脱得组分 2；组分 1 浓缩后用 10%三氟化硼甲醇溶液甲酯化，提取后 GC/MS 测定 4-氯苯氧乙酸、 $\alpha$ -萘乙酸、2,4-二氯苯氧乙酸、吲哚乙酸、吲哚丁酸，组分 2 浓缩后用 GC/ MS 测定多效唑、激动素、6-苄基腺嘌呤。

### 3、提取步骤

(1) 称取捣碎的均质豆芽 10.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈、40  $\mu$ L 甲酸，涡旋混匀 1 min，超声提取 30 min，8000 r/min 离心 5 min。

(2) 上清液转移至另一支 50 mL 离心管, 加入 3.0 g 氯化钠, 涡旋混匀, 8000 r/min 离心 5 min。

(3) 吸出乙腈层, 用 1 g 无水硫酸钠脱水后收集到圆底烧瓶, 50 °C 水浴真空浓缩至溶液量少于 0.5 mL, 圆底烧瓶加入 2 mL 甲醇超声溶解。

#### 4、SPE 净化步骤

**QuEChERS 净化管:** 00537-20020, 规格 300 mg/2ml(含  $\text{MgSO}_4$  150mg、PSA 50 mg、C18E 50 mg 和石墨化碳 50 mg)

**SPE 柱:** 月旭 Welchrom® MCS 豆芽中植物生长调节剂检测专用柱(规格: 500 mg/6mL)

##### 具体前处理净化步骤

(1) 2,4-D-乙酯和 2,4-D-丁酯:

取 1 mL 提取好的样品溶液, 加入到 QuEChERS 试净化管中, 混匀, 静置 5 min, 混匀, 10000 r/min 离心 2 min, 上清液直接进 GC/MS 测定。

(2) 4-氯苯氧乙酸(CPA), 2,4-二氯苯氧乙酸(2,4-D),  $\beta$ -萘乙酸, 吲哚乙酸, 吲哚丁酸:

另取 1 mL 提取好的样品溶液, 加入 9 mL 40 mmol/L HCl 溶液, 超声混匀, 转移至离心管中, 8000 r/min 离心 5 min, 上清液待净化。

先用 5 mL 甲醇、5 mL 水、5 mL 40 mmol/L HCl 活化 MCS 柱，活化结束后上清液转移到 MCS 柱内，待样液过柱后，用 5 mL 水淋洗除杂，真空抽干柱内液体；随后加入 5 mL 甲醇洗脱，收集于 10 mL 具塞试管内，得组分 1。

组分 1 加入 1 mL 10% 三氟化硼甲醇衍生溶液，涡旋混匀，70℃ 加热衍生 30 min，取出冷却后再加入 1.0 mL 20% 乙酸乙酯-正己烷混合液和 2 mL 纯水，涡旋混匀，4000 r/min 离心 5 min，取出上层有机相进行 GC/MS 分析，以测定。

### (3) 多效唑、激动素、6-BA

用 5 mL 5% 氨化甲醇继续洗脱 MCS 固相萃取小柱（用于净化组分 1），收集洗脱液，得组分 2，洗脱液分别 50℃ 下用氮气吹干。组分 2 用 0.5 mL 甲醇溶解后进行 GC/MS 分析，测定。

## 5、色谱和质谱条件

### (1) 气质联用

DB-5MS 毛细管色谱柱(30 m\*0.25mm\*0.25 μm)；进样口温度 260；柱温：初温 80，保持 1min，10/min 升至 300 后运行 2min；载气是氦气，纯度 99.999%，流速 1mL/min；进样量 1，电离方式：EI 源，70eV；离子源温度：230；不分流；扫描范围：m/Z 35-450

### (2) 液相色谱

色谱柱：月旭 Ultimate® XB C18, 4.6×250 mm, 5 μm；

流动相：甲醇-水(55:45 V/V，甲酸调 PH=3.0)；

流速：1.0 mL/min;

柱温 35℃;

检测波长：272 nm

进样量：20  $\mu$ L

## 6.液相色谱图或加标回收率结果

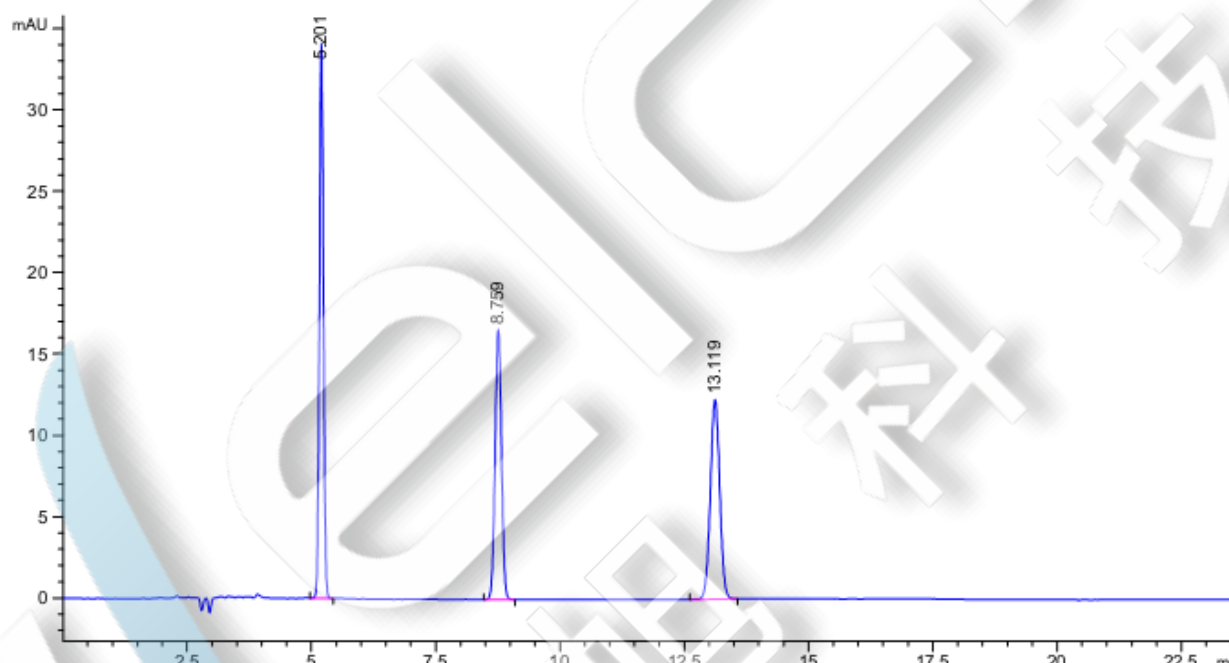


图 1：三种标准品色谱图（从左到右分别为：吲哚乙酸、吲哚丁酸、萘乙酸，进样浓度为：1 $\mu$ g/mL）

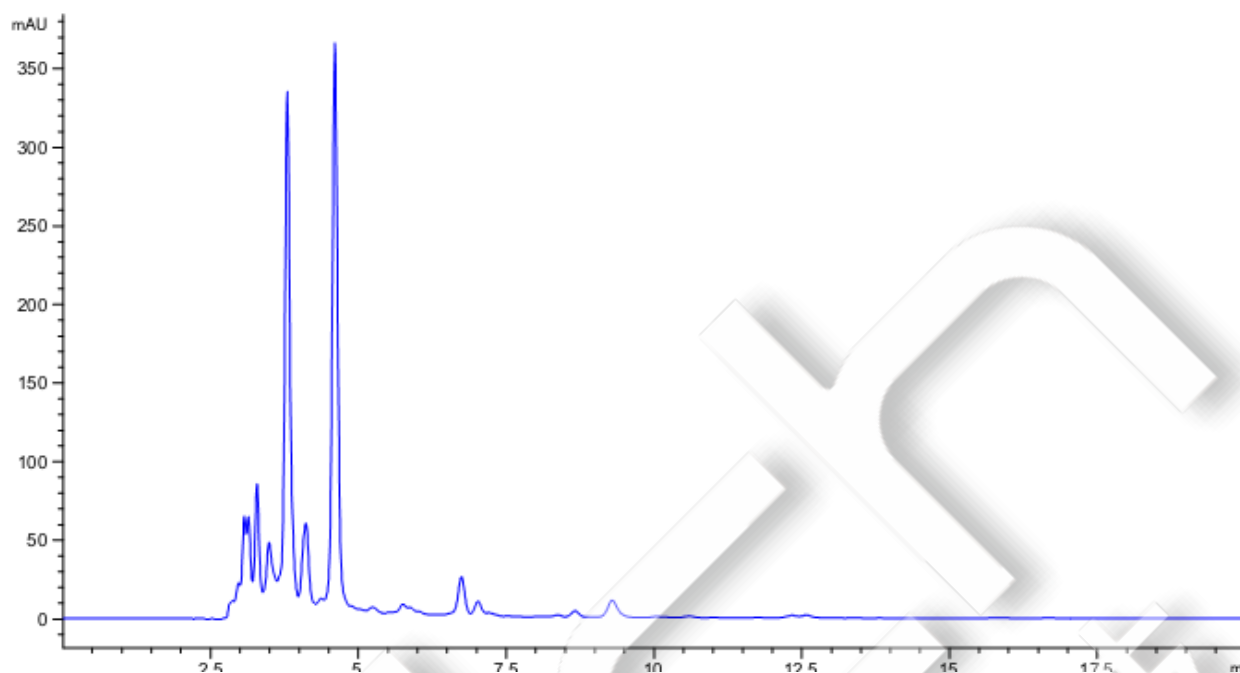


图 2: 豆芽实际样品色谱图

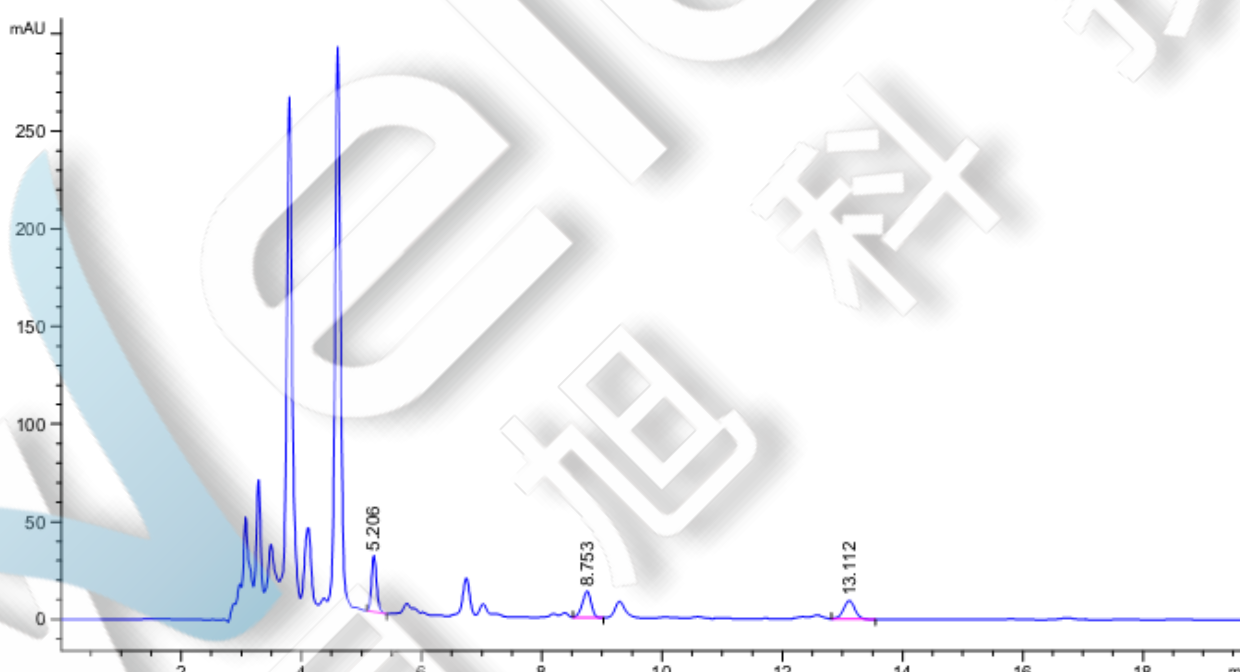


图 3: 豆芽加标色谱图进样 (浓度为: 1µg/g)

表 1: 加标回收率测定结果

样品名称	加标含量 (mg/kg)	吡啶乙酸回收 率(%)	吡啶丁酸回收 率(%)	$\beta$ -萘乙酸回收 率(%)
豆芽	1	87.28%	94.49%	75.36%