

PC-02 液相層析串聯質譜儀結合自動化 QuEChERS 前處理設備進行食品中 殘留農藥檢驗方法之研究

盧昭吟、馬惠真、林燕萍、蔣青蓉、李盈霖、林聖哲

臺南市政府衛生局

現行國內對食品中殘留農藥檢驗方法係依據衛生福利部 103 年 7 月 3 日部授食字第 1031900615 號公告修正食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(五),該方法樣品前處理採用 QuEChERS 方法(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe),主要步驟分為萃取與淨化,處理後的樣品再以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)及氣相層析串聯質譜儀(gas chromatograph/tandem mass spectrometer, GC/MS/MS)分析,樣品由前處理至儀器分析,再至後續數據處理及判讀等過程費時且需耗費人力。本研究在提昇檢驗效率考量下,以本現行公告方法為基礎,開發 Agilent 6460 液相層析串聯質譜儀(LC/MS/MS)結合 GERSTEL MPS 自動化 QuEChERS 前處理設備,檢體以手動進行萃取步驟後,所得萃取液即可自動進行後續淨化、吹乾回溶及上機分析,所得分析結果以巨研科技股份有限公司開發 Data Link 軟體彙整進行數據判讀。經實際測試結果顯示,以蕃茄作為基質,添加 Acetamiprid、Dimethomorph、Pencycuron、Profenophos、Diflubenzuron、Boscalid、Carbendazim、Methomyl、Prochloraz、Propargite 等標準品 20ng/g,進行添加分析 7 重覆,樣品之添加回收率皆介於 70%-120%,重複分析之相對差異百分比<15%;從淨化、吹乾回溶、上機分析及數據判讀等步驟,於 7.5 小時可以完成 32 件樣品,可節省前處理人力及數據判讀的時間,約可節省半個人力。因此,由本研究得知,該檢驗方法確實可達省時、省人力等優點。

前言

自動化 QuEChERS 是由 Gerstel MPS 產品為基礎來設計整體流程,搭配 Agilent 的 LC QQQ 來執行,再利用 Agilent 的 MassHunter 軟體處理好分析完的數據,匯入由巨研公司編寫的 Data Link 軟體,可以協助人員更快速整理 310 種農藥樣品報告,以下圖一所示表示自動化 QuEChERS 線上 LC QQQ 流程示意圖。

自動化 QuEChERS 線上 LCQQQ 穩定性

在番茄基質中添加標準品各 20ng/g 濃度,由 MPS_LCQQQ 萃取分析,不同天以 LC/MS/MS 分析 10 種品管農藥,其結果圖表四中可清楚看到回收率平均落在 70~120%,表示在 MPS_LCQQQ 機台上執行穩定性良好。



圖一、自動化 QuEChERS 線上 LC QQQ 流程示意圖

自動化 QuEChERS 過程

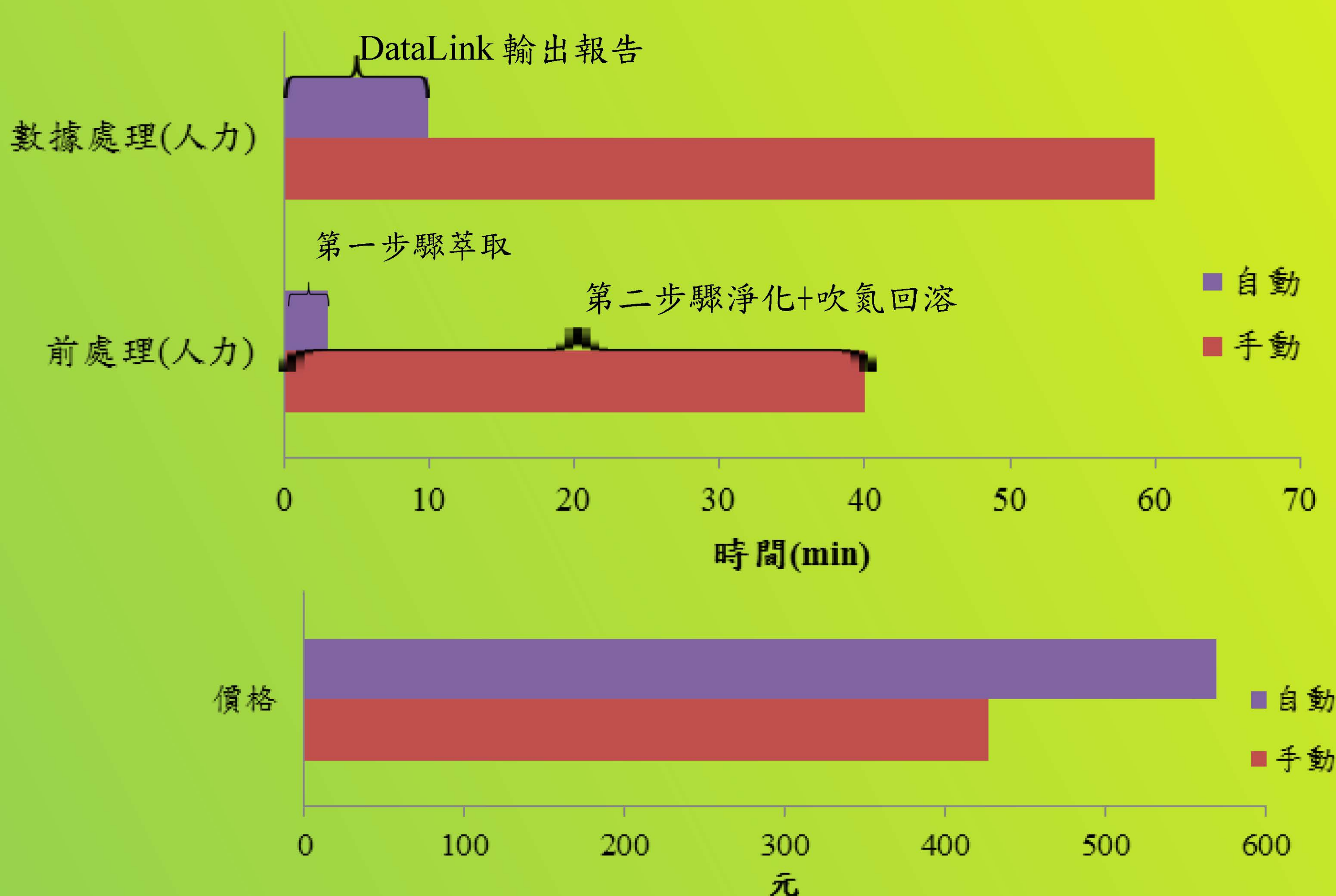
執行自動化萃取過程是由 Gerstel MPS 機台執行,第一步萃取由手動萃取後,第二步淨化過程由 Gerstel MPS 完成,手動與自動化步驟其完整如圖二所示。

公告方法(五) 手動萃取	公告方法(五) 自動化萃取
<ul style="list-style-type: none">稱取 10 g 樣品至 50 mL 離心管加 10 mL 1% 醋酸乙腈以及萃取粉劑和均質石高速震盪 1 分鐘離心 1 分鐘取 6 mL 上清液至淨化粉劑管高速震盪 1 分鐘離心 2 分鐘分別取出 1 mL 上清液給 GC/QQQ 和 LC/QQQ吹乾 1 mL 上清液回溶適當溶劑上機分析	<ul style="list-style-type: none">稱取 10 g 樣品至 50 mL 離心管加 10 mL 1% 醋酸乙腈以及萃取粉劑和均質石高速震盪 1 分鐘離心 1 分鐘取 6 mL 上清液至含淨化粉劑 10 mL 樣品瓶中MPS 的離心機執行震盪與離心自動分別取 1 mL 檢液抽乾並回溶適當溶劑給 GC/QQQ 和 LC/QQQ上機分析

圖二、手動與自動化 QuEChERS 步驟比較表

手動與自動化 QuEChERS 之效益比較

自動化 QuEChERS 設計目的是減少人力與減少接觸有機溶劑時間,在圖三中比較手動與自動化的 QuEChERS 萃取粉劑組價格、操作 QuEChERS 前處理時間相較值、數據處理所花費人力時間相較值,在價格上雖未比較低,但在人力時間確實大幅減少,前處理中較費時的吹氮過程因自動化設備可執行抽乾並回溶作業等,減少等待時間,農藥分析最複雜的數據處理可藉由 DataLink 軟體自動將有農藥的樣品直接篩選出,減少人員數據處理時間。



圖三、手動與自動化 QuEChERS 評估表(評估標準:一個樣品)



圖四、LC/MS/MS 10 種品管農藥藉由 MPS_LCQQQ 萃取回收率圖表

結果與討論

自動化 QuEChERS 線上 LC QQQ 從機台穩定性與效益比較結果,從淨化、吹乾回溶、上機分析及數據判讀等步驟,於 7.5 小時可以完成 32 件樣品,可節省前處理人力及數據判讀的時間,約可節省半個人力。因此,由本研究得知,該檢驗方法確實可達省時、省人力等優點。

參考文獻

- 行政院衛生福利部。2013。食品中殘留農藥檢驗方法-多重殘留分析方法(五)。103.07.03 部授食字第 1031900615 號公告修正。
- 巨研科技股份有限公司-農藥殘留公告方法(五)--QuEChERS 淨化步驟(全自動化)。
- 巨研科技股份有限公司-儀器連線(Data-Link)。
- WWW.gerstel.com/en/Solutions-Articles-SPE.htm。
- K. Purschke, S. Heintz, O. Lerch, F. Erdmann & F. Veit, Anal Bioanal Chem, DOI 10.1007/s00216-016-9537-5。