

色谱质谱样本前处理应用手册

SPE / SLE / QuEChERS / 免疫亲和柱/多功能净化柱 **第八版**



食品安全



织物检测



环境监测

企业荣誉

- ◆ 国家高新技术企业
- ◆ 深圳市专精特新中小企业
- ◆ 中国医药保健品进口协会会员
- ◆ 深圳市医疗器械行业协会理事单位
- ◆ 获得ISO9001体系认证;ISO13485体系认证
- ◆ 广东省吸附分离与过滤产品工程技术研究中心
- ◆ 深圳市医疗器械质量管理促进会理事单位
- ◆ 《一次性使用采样拭子》团体标准第一起草单位
- ◆ 《样本保存管(含保存液)》团体标准主要起草单位
- ◆ 获国家发明专利与实用新型专利授权60余项、软著授权10项



品牌介绍

- Copure®致力于复杂基质样品的前处理,并努力达成以下目标:
- 可靠(consistent)——每个目标物均达到满意的回收率和重复性。
- 纯净(pure)——有效去除样品中的干扰成分,获得“纯净”的谱图。
- 与其他品牌的前处理产品相比,Copure®系列具有突出的特征:

Copure®品牌产品包括:聚合物填料SPE,硅胶填料SPE,固相支持液液萃取(SLE),分散基质固相萃取(QuEChERS)和专用柱系列。

-  **性能验证**——每批次产品均通过性能验证,相关数据可向逗点生物索取。
-  **应用文集**——逗点生物免费提供应用文集,并持续更新。
-  **客户服务**——扫一扫包装上的二维码,逗点生物技术支持微信号为您解答。

订购指南

任何有关产品订购或咨询事宜,均可通过以下途径联系我们:
电话: 400-878-7248
邮箱: info@biocomma.com
网址: www.biocomma.cn

在线订购



逗点商城官方直营

企业微信



技术支持微信号



官方公众号

目录

农残篇

兽残篇

GB 31658.17-2021 多兽残处理方案 (Copure® HLB)	88
动物源性食品中 14 种喹诺酮类药物残留测定 - 液相色谱 - 质谱 / 质谱法 (Copure® HLB)	90
猪肉中 β - 受体激动剂残留量的测定 (Copure® MCX)	92
水产品中土霉素、四环素、金霉素和多西环素残留量的测定 (Copure® HLB)	96





动物源性食品中氯霉素的测定 (Copure® C18)	97
动物性食品中五氯酚残留量的测定 (Copure® MAX)	98
鸡肉中环丙氨嗪残留量的测定 (Copure® MCX)	99
鸡蛋中多西环素残留量的测定 (Copure® HLB)	100
虾肉中孔雀石绿和结晶紫残留量液相色谱 - 串联质谱法测定 (Copure® ALN 中性氧化铝柱)	101
猪肉中喹乙醇代谢物的 UPLC-MS/MS 测定 (Copure® MAX 固相萃取柱)	103
动物源性食品中金刚烷胺和金刚乙胺残留量的 UPLC-MS/MS 分析 (Copure® MCX)	104
蜂蜜中链霉素和双氢链霉素的测定 (Copure® HLB)	105
食品中 4- 甲基咪唑的固相萃取法 (Copure® MCX)	106
动物源性食品中利巴韦林残留量的 UPLC-MS/MS 分析 (Copure® PBA)	107
鸡蛋中利巴韦林残留量的 UPLC-MS/MS 检测 (Copure® 利巴韦林专用净化管)	108
猪肉中对乙酰氨基酚的固相萃取方法 (Copure® 专用柱)	109
猪肉中硝基咪唑类药物残留量的测定 (Copure® MCX)	110
Copure® HLB Lim 多兽残分析专用净化柱 - 针对 2022 年国抽细则新增方法 GB 31658.17 中 36 种兽残测定的快速简便应用方案	112
猪肉、猪肝中地塞米松、倍他米松和阿托品的测定 (Copure® HLB Lim)	115
猪肉中阿莫西林残留的测定 (Copure® HLB Lim)	116
HLB Lim- 用于 38 种多兽药残留的快速净化 (Copure® HLB-Lim)	117
HLB Lim- 水产品应用系列之大环内酯 (Copure® HLB-Lim)	120
HLB Lim- 水产品应用系列之 β - 受体激动剂 (Copure® HLB-Lim)	123
HLB Lim- 水产品应用系列之磺胺 & 喹诺酮 (Copure® HLB-Lim)	124
GB 31658.17-2021 多兽残 QuEChERS 处理方案 (QuE-UPLC-MS/MS)	125
Copure® 磺胺专用净化管 QuEChERS 方法对猪肉中 19 种磺胺类兽药残留的 UPLC-MS-MS 测定	128
水产品中大环内酯类兽残检测方案——QuEChERS-UPLC-MS/MS 法	131
HLB Lim 24 孔净化板 -36 种兽残高通量检测应用方案	133

食品添加剂、污染物

牛奶中三聚氰胺检测的固相萃取方法 (Copure® MCX)	135
乳粉中三聚氰胺的液相色谱 - 紫外检测器检测方案 (Copure® MCX)	136
植物油中苯并 (a) 芘检测的固相萃取方法 (Copure® 苯并芘检测专用柱)	137
植物油中苯并 (a) 芘检测的分子印迹固相萃取方法 (Copure® 苯并芘分子印迹专用柱)	137
食品中 7 种合成着色剂检测的固相萃取方法 (Copure® PA)	138
茶叶中合成着色剂检测的固相萃取方法 (Copure® PA)	140
食品中 11 种合成着色剂的固相萃取方法 (Copure® PWAX)	141
奶茶中 8 种合成着色剂的含量测定 (Copure® PWAX)	143
辣椒酱中酸性橙 II 号的测定 (Copure® 酸性橙 II 专用柱)	144
食品中 N- 二甲基亚硝胺的测定 (QuEChERS 结合 GC-MS/MS 外标法)	145
豆制品中碱性嫩黄的测定 (Copure® QuEChERS 净化管)	146
豆芽中 4 种植物生长素的 UPLC/MS/MS 测定 (Copure® QuEChERS)	147
辣椒粉中苏丹红的测定 (CLB 苏丹红专用净化柱)	148
辣椒粉中苏丹红检测的分子印迹固相萃取方法 (Copure® 苏丹红分子印迹专用柱)	149
辣椒粉中苏丹红检测的固相萃取方法 (Copure® 苏丹红检测专用柱)	150
茶叶和婴幼儿配方奶粉中氯酸盐和高氯酸盐 LC-MS/MS 测定 (Copure® HLB Lim)	151
食用油中抗氧化剂检测的固相萃取方法 (Copure® 抗氧化剂专用柱)	152
食用油中氯丙醇脂肪酸酯的测定 (GC-MS/MS 同位素内标法) (Copure® 氯丙醇专用柱)	153
粗粮中乙二胺四乙酸二钠含量的测定 (Copure® MAX 固相萃取柱)	154
饮料中乙酰磺胺酸钾的测定 (Copure® ALN)	155
发酵乳中三氯蔗糖检测的固相萃取方法 (Copure® C18)	156
饮料中纽甜检测的固相萃取方法 (Copure® C18)	157
食品中丙酸检测的固相萃取方法 (Copure® HLB)	158
酸奶中的有机酸检测的固相萃取方法 (Copure® SAX)	159
QuEChERS 方法用于食用油中丙烯酰胺的检测	159

牛奶中苯甲酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)	160
饲料中苯甲酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)	160
咸鸭蛋中苯甲酸、山梨酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)	161
食用植物油中辣椒素检测的固相萃取方法 (Copure® C18)	162
食用植物油中辣椒素检测的固相萃取方法 (Copure® Silica)	163
蜂蜜中寡糖成分的测定 (Copure® 蜂蜜专用柱)	164
油炸品中丙烯酰胺检测的固相萃取方法 (Copure® HLB)	164
食品中罗丹明 B 的 UPLC-MS/MS 测定 (Copure® MCX)	165
进出口食品中罗丹明 B 的检测的固相萃取方法 (Copure® ALN)	166
饮料中富马酸二甲酯的固相萃取方法 (Copure® HLB)	166
银耳中米酵菌酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)	167
奶粉中香草醛检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)	167
奶粉中双酚 A 的 HPLC 测定	168
皮革中六价铬含量的测定 (Copure® 聚酰胺固相萃取专用柱)	169
纺织品中禁用偶氮染料检测的固相萃取方法 (Copure® AZO)	170

真菌毒素

大米中黄曲霉毒素 B1 的测定 (Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱)	171
植物油中黄曲霉毒素 B1 的测定 (Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱)	172
花生中黄曲霉毒素的测定 (Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱)	173
牛奶中黄曲霉毒素 M1 检测的免疫亲和柱法 (Copure® 黄曲霉毒素 M1 免疫亲和柱法)	174
咖啡中赭曲霉毒素 A 的测定 (Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱)	175
食品中赭曲霉毒素 A 含量检测的免疫亲和柱法 (Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱)	176
咖啡豆中赭曲霉毒素 A 的测定 (Copure® MAX 固相萃取柱)	177
食品中 T-2 毒素的 UPLC-MS-MS 测定《GB 5009.118-2016 食品中 T-2 毒素的测定》	178
食品中伏马毒素的 UPLC-MS\MS 测定 (Copure® 伏马毒素免疫亲和柱)	179
苹果汁中展青霉素的测定 (Copure® MAX 混合阴离子交换柱)	180
猫粮中维生素 B12 的液相测定 (Copure® 维生素 B12 免疫亲和柱)	181
植物油中黄曲霉毒素含量检测的固相萃取方法 (Copure®226 多功能净化柱)	182
花生油中黄曲霉毒素 B1 含量检测的多功能净化柱法 (Copure® 226 多功能净化柱)	184
玉米粉中黄曲霉毒素检测的固相萃取方法 (Copure® 228 多功能净化柱)	185
小麦粉中三种真菌毒素检测的多功能净化柱法 (Copure® 228 多功能净化柱)	187
苹果制品中展青霉素含量检测的多功能净化柱法 (Copure® 228 多功能净化柱)	188
牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的固相萃取方法 (Copure® 223 多功能净化柱)	189
玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的固相萃取方法 (Copure® 224 多功能净化柱)	190
小麦粉中呕吐毒素检测的的固相萃取方法 (Copure® 230 多功能净化柱)	192
大豆粉中赭曲霉毒素 A 检测的的固相萃取方法 (Copure® 229 多功能净化柱)	194
小麦粉中 10 种真菌毒素检测的固相萃取方法 (Copure® 302 多功能净化柱)	195
玉米粉中黄曲霉毒素检测的高通量固相萃取方法 (Copure® 226 多功能净化板)	197
苹果醋中展青霉素含量检测的高通量固相萃取方法 (Copure®228 多功能净化板)	199
玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的高通量固相萃取方法 (Copure® 224 多功能净化板)	200
小麦粉中呕吐毒素检测的高通量固相萃取方法 (Copure® 230 多功能净化板)	202
牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的高通量固相萃取方法 (Copure® 223 多功能净化板)	203
大豆粉中赭曲霉毒素 A 的高通量固相萃取方法 (Copure® 229 多功能净化板)	204
玉米粉中 10 种真菌毒素检测的固相萃取方法 (Copure® 302 多功能净化板)	205

其他

黄连中盐酸小檗碱的固相萃取方法 (Copure® HLB)	207
人参中的人参皂苷 Re 检测的固相萃取方法 (Copure® C18)	208
保健品中淫羊藿苷检测的固相萃取方法 (Copure® PA)	209
水体中布洛芬检测的固相萃取方法 (Copure® HLB)	209
银杏提取物中山奈酚和异鼠李素的固相萃取方法 (Copure® HLB)	210



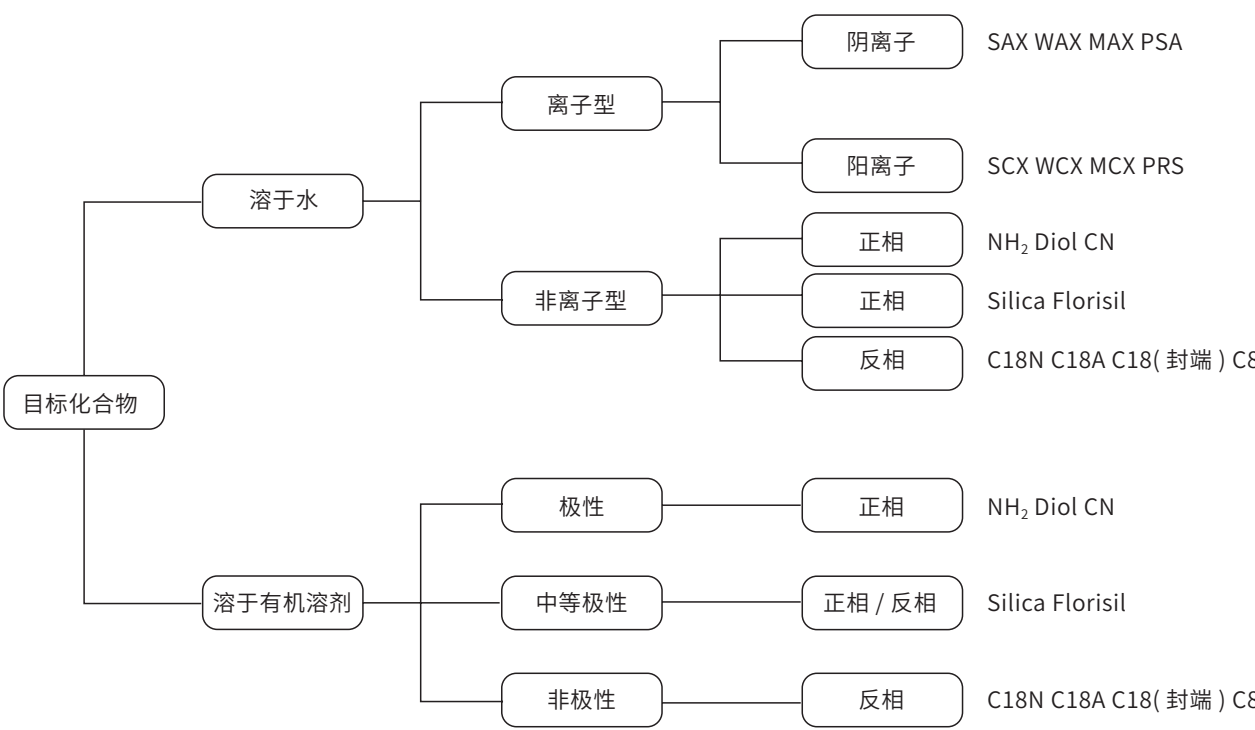
biocomma® Copure® 固相萃取柱

概述

固相萃取 (Solid Phase Extraction) 技术基于液 - 固相色谱理论, 采用选择性吸附、选择性洗脱的方式对样品进行富集、分离、净化。SPE 是一个包括液相和固相的物理萃取, 在固相萃取过程中, 吸附剂对目标化合物的吸附力大于样品母液, 当样品通过 SPE 柱时, 目标化合物被吸附在固体表面, 其他组分则随样品母液通过柱子, 最后再用适当的溶剂将目标化合物洗脱并收集, 然后进行色谱分析。近年来, 固相萃取作为样品前处理技术, 在实验室中得到了越来越广泛的应用。

固相萃取柱填料的选择

根据目标化合物与干扰物的差异, 如极性、分子量、pKa 值等, 选择合适的填料。



固相萃取柱分类



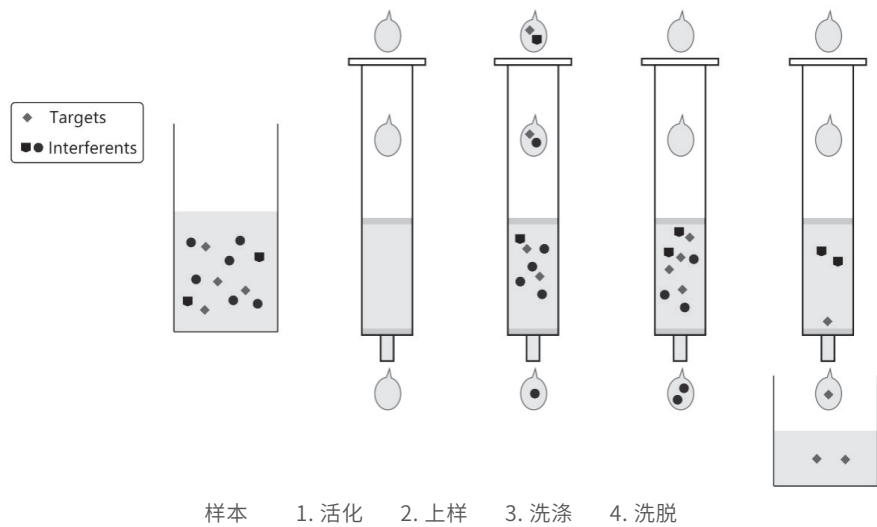
操作步骤

针对填料保留机理的不同（填料保留目标化合物或保留杂质），操作稍有不同。

1. 填料保留目标化合物

固相萃取操作一般有四步（见图 1）

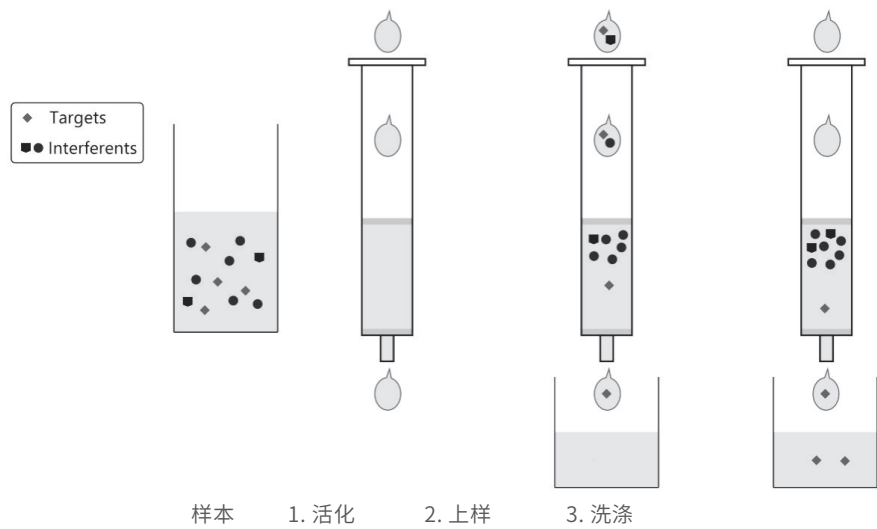
- (1) 活化 ---- 除去小柱内的杂质并活化填料且创造一定的溶剂环境。
- (2) 上样 ---- 将样品用一定的溶剂溶解，转移入柱并使组分保留在柱上。
- (3) 淋洗 ---- 最大程度除去干扰物。
- (4) 洗脱 ---- 用小体积的溶剂将被测物质洗脱下来并收集。



2、填料保留杂质

固相萃取操作一般有三步（见图 2）

- (1) 活化 ---- 除去柱子内的杂质并活化填料且创造一定的溶剂环境。
- (2) 上样 ---- 将样品转移入柱，此时大部分目标化合物会随样品基液流出，杂质被保留在柱上，故此步骤要开始收集。
- (3) 洗脱 ---- 用小体积的溶剂将组分淋洗下来并收集，合并收集液。



蔬菜、茶叶中农药及其代谢物残留量的测定（Copure® QuEChERS）

GB 23200.113—2018《食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱 - 质谱联用法》

一、样品前处理

1.1 深色蔬菜

称取 10 g 试样于 50 mL 塑料离心管中，加入 10 mL 乙腈、4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠及 1 颗陶瓷均质子（货号：COQ050010CH），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 6000 r/min 离心 4 min。吸取 6 mL 上清液加到内含 900 mg 硫酸镁、150 mg PSA 及 15 mg GCB（货号：COQ015020H）的 15 mL 塑料离心管中涡旋混匀 1 min。6000 r/min 离心 4 min，准确吸取 2 mL 上清液于 10 mL 试管中，40℃ 水浴中氮气吹至近干。加入 1 mL 乙酸乙酯复溶，过微孔滤膜，用于测定。

1.2 茶叶

取称取 2 g 试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 15 mL、1% 醋酸乙腈溶液、6g 无水硫酸镁、1.5g 醋酸钠及 1 颗陶瓷均质子（货号：COQ050020CH），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 9000 r/min 离心 4 min。吸取 8 mL 上清液加到内含 1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA、400mg C18 及 200 mg GCB（货号：COQ015047H）的 15 mL 塑料离心管中，涡旋混匀 1 min。7500 r/min 离心 5 min，准确吸取 2 mL 上清液于 10 mL 试管中，40℃ 水浴中氮气吹至近干。加入 1 mL 乙酸乙酯复溶，过微孔滤膜，用于测定。

1.3 标准曲线的制备

精确吸取一定量的混合标准溶液，用乙酸乙酯稀释成质量浓度为 0.05mg/L 的标准工作溶液。空白基质溶液氮气吹干，加入 1 mL 上述标准工作溶液复溶，过微孔滤膜配制成基质混合标准工作溶液，供气相色谱 - 质谱联用仪测定。

二、仪器条件

仪器设备：气相色谱串联质谱仪 (TSQ 9000)

色谱柱：TG-5LPGC-MS

16m×0.53mmID×1um+5m×0.18mmID

流速：1.6 mL/min

柱温：65℃ 保持 0.5min，然后以 35℃ /min 程序升温至 320℃，保持 1.3min

进样量：1.0 μL；

进样口温度：280℃；

进样方式：不分流进样；

电子轰击源：70eV；

离子源温度：320℃；

传输线温度：280℃

质谱条件：

检测方式：多反应监测（MRM）；

表 1 离子选择参数

项目	保留时间 (min)	定量离子对	碰撞能量	定性离子对	碰撞能量
乙酰甲胺磷	3.74	136.0-42.1	8	136.0-94.0	12
艾氏剂	5.59	330.0-298.9	10	262.7-191.0	30
乙丁氟灵	4.56	292.0-159.7	20	292.0-206.1	10
甲羧除草醚	6.90	172.9-137.9	16	341.1-281.0	12
联苯菊酯	6.77	181.0-165.9	10	165.1-163.6	24
溴螨酯	6.81	340.8-185.0	14	183.0-155.0	15
丁草胺	5.96	160.0-131.7	12	188.1-160.1	10
毒虫畏	5.79	323.0-266.9	14	266.9-159.0	16
氯苯甲醚	3.97	190.9-113.0	14	206.0-190.9	12
氯苯胺灵	4.49	213.0-127.0	14	171.0-127.0	8
毒死蜱	5.56	313.9-257.9	12	196.7-107.0	36
异噁草酮	4.84	125.0-89.0	16	138.0-74.9	24
蝇毒磷	7.39	226.0-163.0	18	209.9-182.0	10
氟氯菊酯	7.52	226.0-206.1	10	163.0-127.1	6
氯氟菊酯	7.61	163.0-127.1	6	180.9-152.1	20
环丙唑醇	6.24	222.0-82.1	10	222.0-89.3	38
啉菌环胺	5.71	224.1-196.9	20	225.1-209.7	16
溴氟菊酯	8.06	252.8-172.0	8	250.7-172.0	5
二嗪磷	4.96	137.1-84.1	12	179.1-121.5	26
敌草腈	3.39	172.8-99.8	24	170.9-99.9	24
敌敌畏	2.96	185.0-93.0	12	186.9-93.0	12
氯硝胺	4.78	206.0-176.0	10	160.0-124.1	8
三氯杀螨醇	6.27	250.9-139.0	12	111.0-74.9	12
苯醚甲环唑	8.00	323.0-265.0	16	265.0-138.9	36
乐果	4.78	87.0-42.1	10	93.0-63.0	8
二苯胺	4.41	169.2-167.1	22	168.1-139.0	38
敌瘟磷	6.51	172.9-109.0	8	310.0-109.0	26
α-硫丹	6.00	240.6-205.9	12	194.7-125.0	22
β-硫丹	6.32	240.6-205.8	12	158.9-123.0	12
硫丹硫酸盐	6.32	271.7-234.0	12	238.7-203.9	12
氟环唑	6.71	192.0-111.0	22	165.0-138.0	8
灭线磷	4.43	200.0-158.0	6	157.9-96.9	16
乙螨唑	6.84	204.0-176.1	10	140.9-62.9	26
咪唑菌酮	6.88	268.0-77.1	34	238.1-103.1	22
腈苯唑	7.51	198.1-129.1	8	129.0-77.8	18
甲氟菊酯	6.83	181.0-151.9	22	181.0-126.8	28
倍硫磷	5.55	278.0-109.0	18	245.3-125.0	12
倍硫磷砒	6.34	309.9-105.0	10	135.9-92.0	10
倍硫磷亚砒	6.31	278.0-109.0	15	278.0-169.0	15
氟戊菊酯	7.90	167.0-125.0	10	167.0-89.0	32
氟虫腈	5.79	368.8-214.9	30	366.9-212.9	28
吡氟禾草灵	6.19	383.1-282.1	14	282.0-91.1	18
氟氯戊菊酯	7.67	199.1-107.1	22	157.0-107.1	12
咯菌腈	6.10	248.0-127.0	26	248.0-153.8	18
氟酰胺	6.02	281.0-173.0	10	173.0-95.0	28

地虫硫磷	4.95	246.0-137.0	6	246.0-109.0	14
抑霉唑	6.07	215.0-173.0	8	172.8-109.0	26
异菌脲	6.73	314.0-245.0	12	314.0-56.0	22
氯唑磷	5.05	257.0-162.0	8	161.0-119.1	5
水胺硫磷	5.60	136.0-108.0	12	136.0-69.0	30
甲基异柳磷	5.70	199.0-121.0	10	241.1-121.1	20
稻瘟灵	6.05	290.0-118.0	12	204.0-85.0	28
醚菌酯	6.15	116.0-89.0	14	130.9-130.1	10
高效氯氟氰菊酯	7.07	197.1-141.1	10	207.9-180.9	8
马拉硫磷	5.48	173.1-99.0	12	92.8-63.0	8
甲胺磷	2.92	141.0-64.0	18	141.0-79.0	20
杀扑磷	5.91	145.0-58.0	14	145.0-85.0	6
甲氧滴滴涕	6.84	227.1-141.1	32	227.1-169.1	22
异丙甲草胺	5.54	238.1-162.2	10	238.1-132.8	26
速灭磷	3.68	192.0-127.0	10	127.0-95.0	14
禾草敌	4.11	187.1-126.1	6	126.1-55.1	12
久效磷	4.63	96.9-82.0	10	127.0-95.0	16
腈菌唑	6.14	179.0-90.0	28	179.0-125.0	14
二溴磷	2.96	145.0-112.9	16	145.0-109.0	12
氧乐果	4.33	156.0-110.0	8	110.0-79.0	10
噁霜灵	6.37	163.1-132.1	8	163.1-117.0	24
多效唑	5.94	236.0-125.0	12	125.0-89.0	18
戊菌唑	5.76	248.0-192.0	12	248.0-157.0	22
二甲戊灵	5.75	252.1-161.0	14	252.1-162.0	8
氯菊酯	7.33	183.1-168.0	12	183.1-153.0	12
甲拌磷	4.64	260.0-75.0	8	121.0-65.0	8
甲拌磷砒	5.54	199.0-143.0	10	153.0-96.9	10
甲拌磷亚砒	5.50	96.9-65.0	16	153.0-97.0	10
伏杀硫磷	7.01	182.0-111.0	14	182.0-74.8	30
硫环磷	5.81	195.8-139.9	10	139.9-60.0	15
亚胺硫磷	6.82	160.0-50.9	38	160.0-76.9	22
磷胺	4.99	264.1-127.0	12	127.0-94.9	16
增效醚	6.62	176.1-103.1	22	176.1-117.0	18
丙草胺	6.07	238.1-146.1	10	202.1-145.5	14
腐霉利	5.86	283.0-96.1	8	95.9-67.1	8
丙溴磷	6.07	336.9-308.9	8	336.9-266.9	12
敌稗	5.23	217.0-161.0	8	160.9-99.0	24
丙环唑	6.54	172.9-74.0	38	172.9-145.0	16
哒螨灵	7.36	147.1-132.1	12	147.1-117.1	20
吡丙醚	7.01	136.1-96.0	10	226.1-186.1	12
喹硫磷	5.82	157.1-102.0	22	146.0-118.1	10
喹氧灵	6.52	307.0-237.0	18	237.0-208.0	26
五氯硝基苯	4.94	294.8-236.9	14	213.8-141.9	28
治螟磷	4.59	322.0-202.0	10	202.0-145.9	10
戊唑醇	6.62	250.0-125.0	20	125.0-89.0	16
吡螨胺	6.84	318.1-131.1	14	276.1-171.0	10
四氯硝基苯	4.36	214.8-143.6	20	214.8-178.7	10
特丁硫磷	4.91	230.9-128.9	22	230.9-174.9	12
特丁硫磷砒	5.76	199.0-143.0	10	199.0-97.0	20
杀虫畏	5.96	330.8-108.9	15	328.8-108.9	15
四氯醚唑	5.59	336.0-204.0	28	100.9-51.0	10
三唑酮	5.58	208.0-111.0	20	208.0-126.7	12
三唑醇	5.82	128.0-65.0	18	168.2-70.0	10
三唑磷	6.42	161.0-134.1	8	172.1-77.1	25
肟菌酯	6.48	145.0-95.0	14	116.1-63.0	24

三、实验结果

表 2 0.250mg/kg 红茶中农药加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
乙酰甲胺磷	111	102	97.4	103	6.55
艾氏剂	90.3	93.0	86.9	90.1	3.41
乙丁氟灵	96.9	101	90.4	96.1	5.47
甲羧除草醚	101	102	100	101	0.792
联苯菊酯	96.6	97.9	94.5	96.3	1.75
溴螨酯	98.1	103	96.0	99.1	3.76
丁草胺	84.5	87.5	87.2	86.4	1.92
毒虫畏	89.6	91.4	80.7	87.2	6.54
氯苯甲醚	87.4	91.3	88.1	88.9	2.34
氯苯胺灵	95.3	95.1	93.6	94.7	0.963
毒死蜱	96.4	92.6	91.5	93.5	2.76
异噁草酮	101	104	94.0	99.5	5.13
蝇毒磷	82.0	88.5	82.2	84.2	4.42
氟氯氰菊酯	96.8	98.6	91.7	95.7	3.71
氯氰菊酯	94.0	96.9	95.4	95.4	1.52
环丙唑醇	91.3	90.8	91.2	91.1	0.275
啉菌环胺	78.5	86.4	81.2	82.1	4.89
溴氰菊酯	91.5	87.8	77.0	85.4	8.86
二嗪磷	98.4	96.8	96.9	97.4	0.929
敌草腈	84.3	90.1	85.0	86.5	3.64
敌敌畏	97.3	98.8	94.6	96.9	2.23
氯硝胺	100	101	105	102	2.29
三氯杀螨醇	100	102	96.9	99.9	2.79
苯醚甲环唑	86.7	91.6	89.3	89.2	2.74
乐果	102	97.1	97.1	98.6	2.59
二苯胺	95.2	97.3	93.3	95.3	2.08
敌瘟磷	92.0	88.7	83.2	88.0	5.06
α- 硫丹	90.3	105	87.2	94.1	9.97
β- 硫丹	95.5	102	96.4	98.1	3.81
硫丹硫酸盐	87.6	93.6	85.2	88.8	4.85
氟环唑	93.9	103	94.8	97.2	5.03
灭线磷	83.5	87.1	87.7	86.1	2.60
乙螨唑	86.4	91.5	85.3	87.7	3.77
咪唑菌酮	97.8	99.5	94.4	97.2	2.68
腈苯唑	90.1	94.9	92.0	92.3	2.62
甲氰菊酯	93.2	95.3	93.1	93.8	1.32
倍硫磷	94.4	94.8	87.8	92.3	4.22
倍硫磷砒	101	94.2	81.0	92.2	11.2
倍硫磷亚砒	91.3	98.0	97.4	95.5	3.89
氟戊菊酯	90.5	90.5	84.4	88.5	3.97
氟虫腈	96.3	97.2	91.9	95.1	2.98
吡氟禾草灵	92.2	91.5	84.9	89.5	4.53
氟氧戊菊酯	102	102	94.7	99.7	4.36
咯菌腈	98.0	99.9	101	99.7	1.62
氟酰胺	96.3	98.6	96.8	97.3	1.23
地虫硫磷	83.7	86.0	85.4	85.0	1.40
抑霉唑	76.9	80.6	76.7	78.1	2.83
异菌脲	87.7	86.8	83.8	86.1	2.35

氯唑磷	103	101	97.9	100	2.32
水胺硫磷	94.8	91.4	92.2	92.8	1.91
甲基异柳磷	98.2	98.8	95.3	97.4	1.92
稻瘟灵	91.6	98.2	91.8	93.9	3.97
醚菌酯	95.2	93.4	95.7	94.8	1.27
高效氯氟氰菊酯	92.9	97.7	92.4	94.3	3.08
马拉硫磷	87.6	81.2	87.3	85.4	4.19
甲胺磷	103	98.4	98.8	100	2.49
杀扑磷	105	98.6	98.2	101	3.58
甲氧滴滴涕	102	108	99.0	103	4.14
异丙甲草胺	99.6	98.8	98.7	99.1	0.493
速灭磷	108	105	99.4	104	4.34
禾草敌	76.1	76.9	73.1	75.4	2.63
久效磷	92.1	94.3	82.6	89.7	6.96
腈菌唑	95.3	99.7	96.2	97.0	2.37
二溴磷	95.5	98.6	95.7	96.6	1.79
氧乐果	96.2	84.5	73.3	84.7	13.5
噁霜灵	94.2	97.7	94.3	95.4	2.06
多效唑	87.6	99.9	92.9	93.5	6.59
戊菌唑	96.8	103	96.5	98.8	3.82
二甲戊灵	103	105	93.1	101	6.37
氯菊酯	92.8	90.9	91.5	91.7	1.09
甲拌磷	81.3	82.0	76.0	79.8	4.13
甲拌磷砒	90.2	93.4	92.2	91.9	1.74
甲拌磷亚砒	99.5	102	99.0	100	1.42
伏杀硫磷	95.1	96.0	90.7	94.0	3.01
硫环磷	112	109	105	109	3.52
亚胺硫磷	91.3	92.7	84.4	89.5	4.99
磷胺	103	105	95.5	101	4.95
增效醚	99.7	103	103	102	1.79
丙草胺	78.1	86.3	82.0	82.1	4.98
腐霉利	93.5	95.7	93.1	94.1	1.47
丙溴磷	85.9	86.0	83.6	85.2	1.61
敌稗	78.4	82.0	86.0	82.1	4.63
丙环唑	93.2	94.4	95.8	94.5	1.39
哒螨灵	90.6	93.7	90.7	91.7	1.92
吡丙醚	96.3	103	93.6	97.6	4.85
喹硫磷	103	97.3	92.3	97.4	5.35
喹氧灵	72.7	78.5	74.9	75.4	3.90
五氯硝基苯	88.2	90.5	88.2	89.0	1.50
治螟磷	87.3	88.1	82.0	85.8	3.88
戊唑醇	93.5	93.4	94.0	93.6	0.357
吡螨胺	91.6	93.7	87.8	91.0	3.29
四氯硝基苯	86.6	93.7	90.1	90.1	3.97
特丁硫磷	95.0	98.8	92.3	95.4	3.41
特丁硫磷砒	101	99.7	96.5	98.9	2.20
杀虫畏	102	108	105	105	3.28
四氯醚唑	82.4	87.9	82.1	84.2	3.87
三唑酮	107	109	101	106	3.80
三唑醇	92.5	86.1	90.8	89.8	3.66
三唑磷	101	104	97.2	101	3.53
肟菌酯	98.3	103	101	101	2.38

表 3 0.100mg/kg 上海青中农药加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
乙酰甲胺磷	88.6	86.3	83.9	86.3	2.73
艾氏剂	94.5	104	98.1	98.7	4.66
乙丁氟灵	102	103	99.5	101	1.62
甲羧除草醚	98.9	102	91.4	97.3	5.47
联苯菊酯	96.0	99.4	97.9	97.8	1.75
溴螨酯	93.6	99.4	99.1	97.4	3.34
丁草胺	89.8	89.3	93.7	90.9	2.65
毒虫畏	93.8	95.9	92.1	93.9	2.05
氯苯甲醚	97.6	101	98.6	99.1	1.79
氯苯胺灵	98.6	103	101	101	2.00
毒死蜱	100	98.4	99.2	99.3	1.03
异噁草酮	100	103	103	102	1.54
蝇毒磷	93.0	95.9	92.5	93.8	1.97
氟氯氰菊酯	94.9	97.9	92.7	95.2	2.76
氯氰菊酯	97.5	101	96.4	98.4	2.61
环丙唑醇	88.6	97.3	94.8	93.6	4.78
啉菌环胺	92.7	93.6	101	95.6	4.59
溴氰菊酯	93.2	94.9	93.0	93.7	1.12
二嗪磷	94.4	98.9	97.7	97.0	2.39
敌草腈	98.4	103	102	101	2.30
敌敌畏	97.3	99.9	96.9	98.1	1.67
氯硝胺	97.1	101	99.2	99.1	1.89
三氯杀螨醇	89.6	94.6	96.4	93.5	3.76
苯醚甲环唑	94.4	100	101	98.5	3.66
乐果	93.8	98.4	95.5	95.9	2.45
二苯胺	101	103	102	102	0.937
敌瘟磷	92.0	88.3	83.3	87.9	4.96
α -硫丹	99.3	104	91.2	98.1	6.48
β -硫丹	95.7	97.1	95.7	96.2	0.810
硫丹硫酸盐	87.7	104	96.9	96.2	8.44
氟环唑	93.8	96.3	94.9	95.0	1.34
灭线磷	96.4	103	100	99.8	3.24
乙螨唑	95.8	102	103	100	3.94
咪唑菌酮	89.8	94.5	93.9	92.7	2.73
腈苯唑	94.2	99.1	100	97.9	3.31
甲氧菊酯	97.0	102	99.4	99.6	2.69
倍硫磷	99.4	96.6	98.3	98.1	1.44
倍硫磷砒	91.0	92.5	82.1	88.5	6.32
倍硫磷亚砒	94.3	92.1	95.2	96.1	2.53
氟戊菊酯	94.6	99.3	97.2	97.0	2.43
氟虫腈	99.1	100	101	100	0.935
吡氟禾草灵	87.8	90.1	87.6	88.5	1.60
氟氧戊菊酯	93.8	101	97.6	97.5	3.73
咯菌腈	97.1	102	100	99.7	2.44
氟酰胺	92.4	98.6	95.6	95.5	3.23
地虫硫腈	95.3	99.3	101	98.4	2.82
抑霉唑	93.5	96.9	101	97.2	3.87
异菌脲	78.1	76.9	71.6	75.5	4.58
氯唑磷	93.6	102	103	99.5	5.10
水胺硫磷	96.1	91.6	96.5	94.7	2.88
甲基异柳磷	96.9	98.0	99.3	98.0	1.25
稻瘟灵	92.8	98.8	94.5	95.4	3.22
醚菌酯	97.2	101	96.1	98.2	2.78
高效氯氟氰菊酯	99.2	95.9	98.3	97.8	1.73

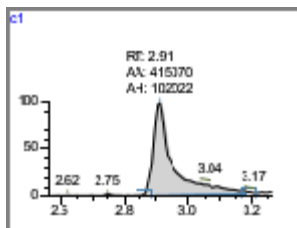
马拉硫磷	95.9	98.0	102	98.7	3.25
甲胺磷	99.0	96.6	99.2	98.3	1.46
杀扑磷	90.7	95.9	89.5	92.0	3.72
甲氧滴滴涕	79.4	79.4	74.5	77.8	3.65
异丙甲草胺	93.9	96.2	94.7	95.0	1.22
速灭磷	102	101	98.7	101	1.62
禾草敌	96.2	94.7	96.4	95.8	0.964
久效磷	87.6	88.3	89.2	88.3	0.919
腈菌唑	95.2	95.5	99.2	96.6	2.31
二溴磷	99.4	101	101	101	0.965
氧乐果	91.9	87.3	82.2	87.1	5.60
噁霜灵	96.0	96.4	97.9	96.8	1.05
多效唑	92.6	101	98.8	97.5	4.51
戊菌唑	94.7	101	101	99.0	3.80
二甲戊灵	101	90.9	87.3	93.0	7.52
氯菊酯	96.8	101	96.7	98.3	2.63
甲拌磷	102	100	101	101	0.819
甲拌磷砒	98.6	101	98.1	99.1	1.37
甲拌磷亚砒	98.0	88.7	97.7	94.8	5.56
伏杀硫磷	92.6	94.9	87.1	91.5	4.40
硫环磷	96.6	98.0	99.8	98.1	1.65
亚胺硫磷	91.6	89.1	85.4	88.7	3.55
磷胺	88.7	89.8	83.4	87.3	3.90

增效醚	96.6	101	100	99.2	2.24
丙草胺	93.9	98.7	95.6	96.1	2.53
腐霉利	98.3	101	102	100	1.78
丙溴磷	95.9	92.0	89.6	92.5	3.43
敌稗	94.7	103	98.4	98.8	4.40
丙环唑	97.2	100	102	99.8	2.37
哒螨灵	98.3	101	99.6	99.7	1.50
吡丙醚	97.4	98.0	98.2	97.9	0.444
唑硫磷	92.8	91.7	90.7	91.7	1.17
唑氧灵	94.2	96.8	95.4	95.5	1.36
五氯硝基苯	102	99.9	102	101	1.27
治螟磷	93.9	97.9	96.9	96.2	2.19
戊唑醇	88.5	92.2	95.4	92.0	3.77
吡螨胺	96.5	96.1	99.0	97.2	1.62
四氯硝基苯	93.7	94.3	98.7	95.6	2.88
特丁硫磷	96.8	99.3	98.2	98.1	1.29
特丁硫磷砒	96.2	93.0	102	96.9	4.46
杀虫畏	90.3	86.8	85.5	87.5	2.83
四氯醚唑	98.6	98.4	100	99.1	1.03
三唑酮	102	99.5	102	101	1.21
三唑醇	100	82.2	99.6	94.0	10.9
三唑磷	93.7	98.8	92.9	95.2	3.35
肟菌酯	99.0	97.4	104	100	3.36

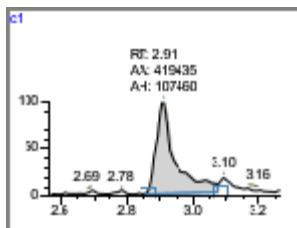
甲胺磷

敌敌畏

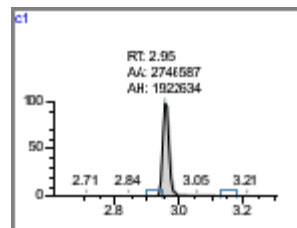
141.000->64.000



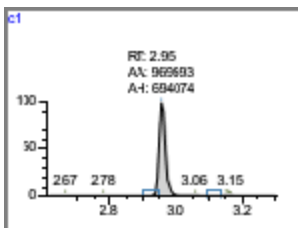
141.000->79.000



185.000->93.000



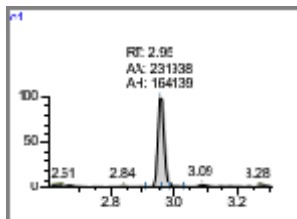
186.900->93.000



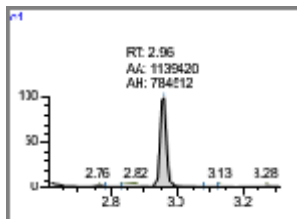
二溴磷

敌草腈

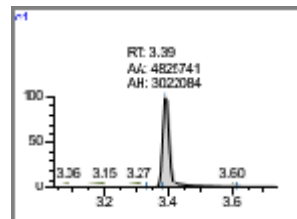
145.000->112.900



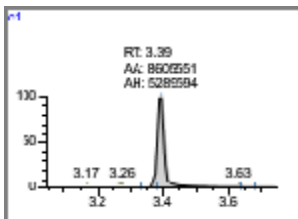
145.000->109.000



172.800->99.800



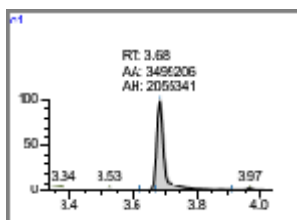
170.900->99.900



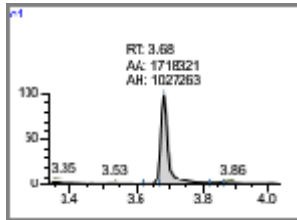
速灭磷

乙酰甲胺磷

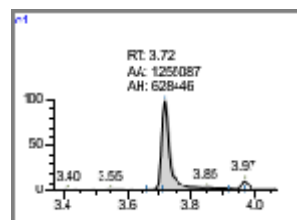
192.000->127.000



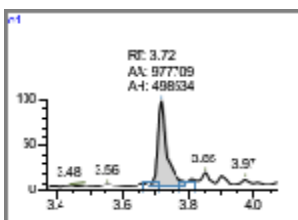
127.000->95.000



136.000->42.100

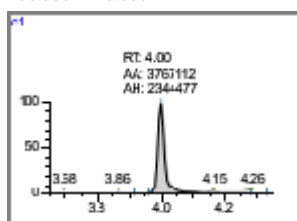


136.000->94.000



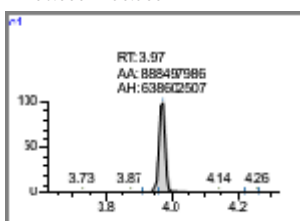
氯苯甲醚

190.900->113.000

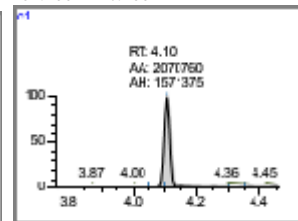


禾草敌

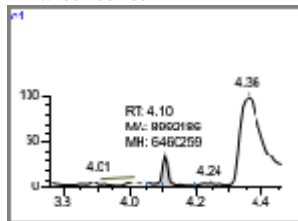
206.000->190.900



187.100->126.100

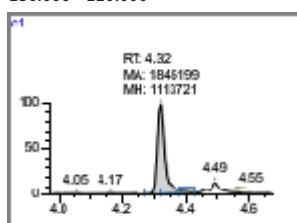


126.100->55.100

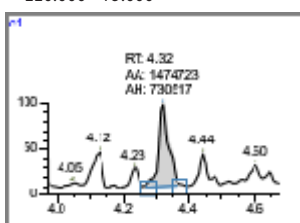


氧乐果

156.000->110.000

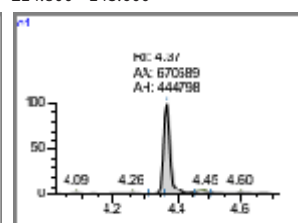


110.000->79.000

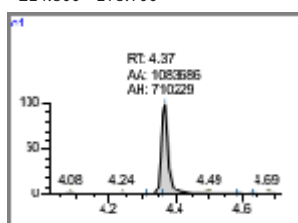


四氯硝基苯

214.800->143.600

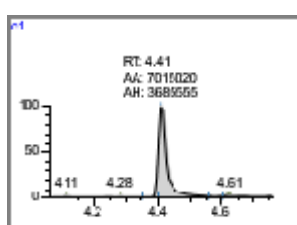


214.800->178.700

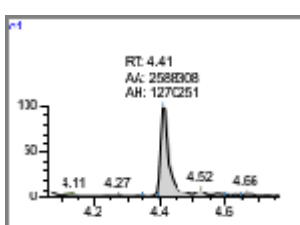


二苯胺

169.200->167.100

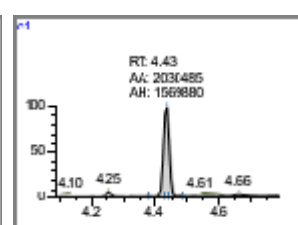


168.100->139.000

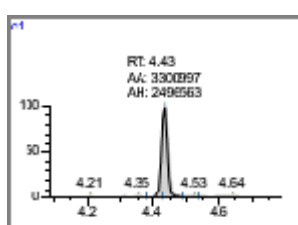


灭线磷

200.000->158.000

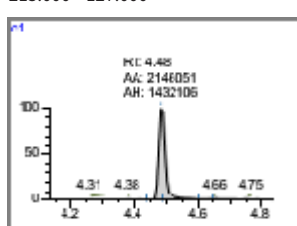


157.900->96.900

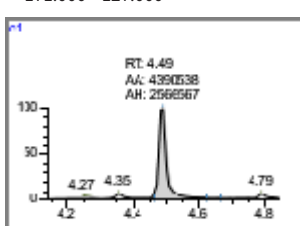


氯苯胺灵

213.000->127.000

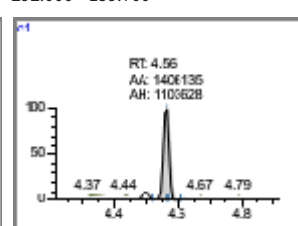


171.000->127.000

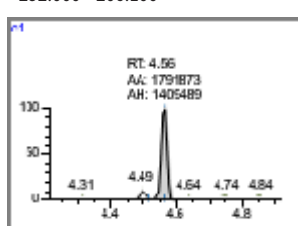


乙丁氟灵

292.000->159.700

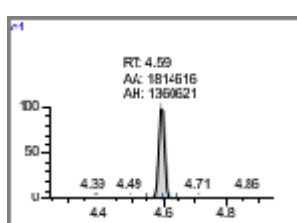


292.000->206.100

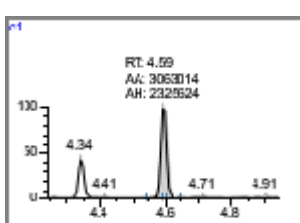


治螟磷

322.000->202.000

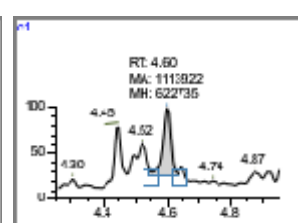


202.000->145.900

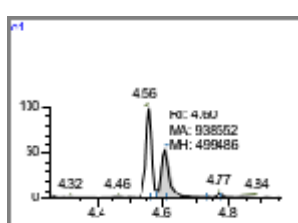


久效磷

96.900->82.000

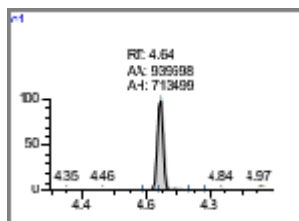


127.000->95.000



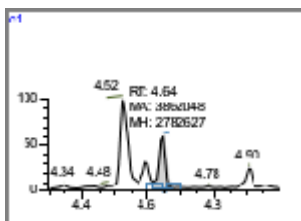
甲拌磷

260.000->75.000

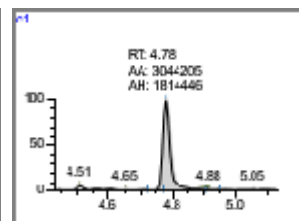


氯硝胺

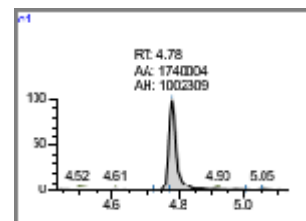
121.000->65.000



206.000->176.000

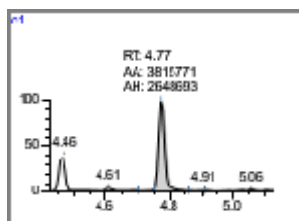


160.000->124.100

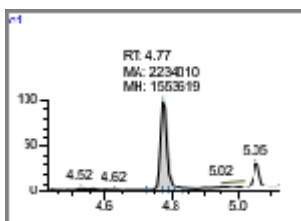


乐果

87.000->42.100

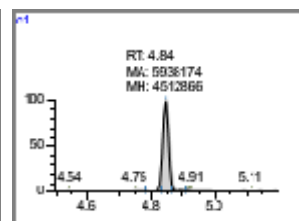


93.000->63.000

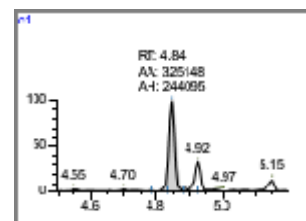


异噁草酮

125.000->89.000

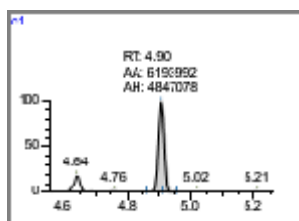


138.000->74.900

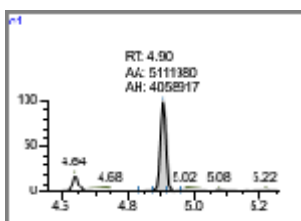


特丁硫磷

230.900->128.900

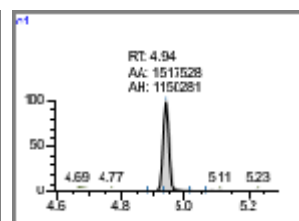


230.900->174.900

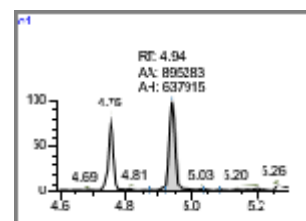


五氯硝基苯

294.800->236.900

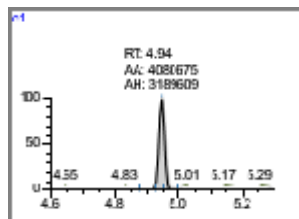


213.800->141.900

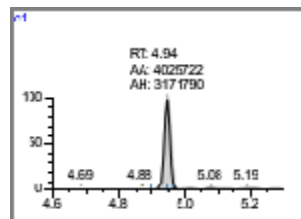


地虫硫磷

246.000->137.000

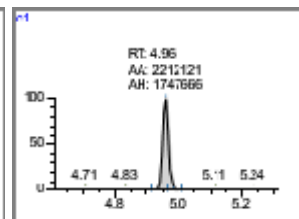


246.000->109.000

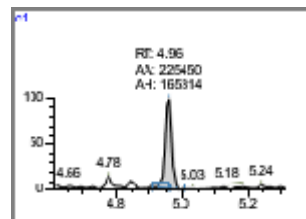


二嗪磷

137.100->84.100

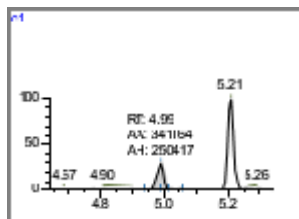


179.100->121.500

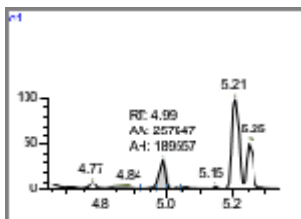


磷胺

264.100->127.000

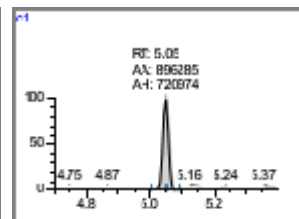


127.000->94.900

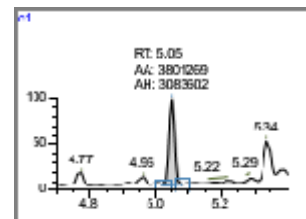


氯唑磷

257.000->162.000

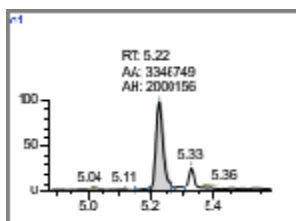


161.000->119.100



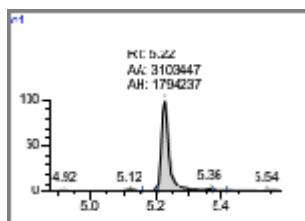
敌稗

217.000->161.000

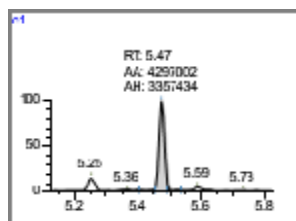


马拉硫磷

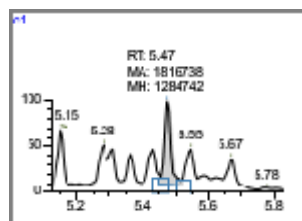
160.900->99.000



173.100->99.000

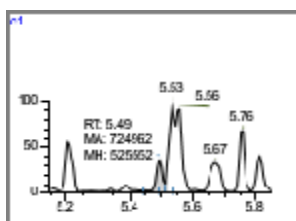


92.800->63.000



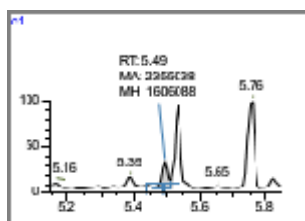
甲拌磷亚砷

96.900->65.000

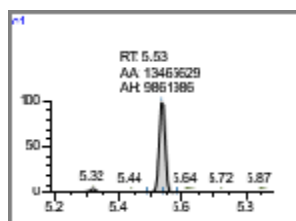


异丙甲草胺

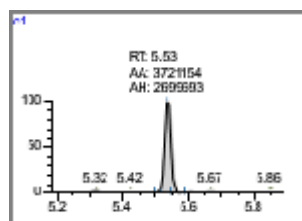
153.000->97.000



238.100->162.200

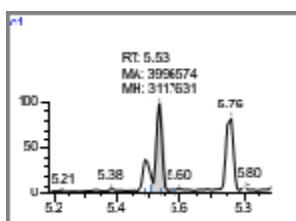


238.100->132.800



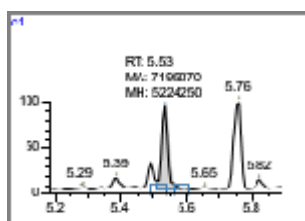
甲拌磷砷

199.000->143.000

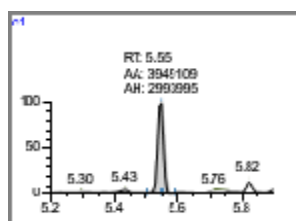


倍硫磷

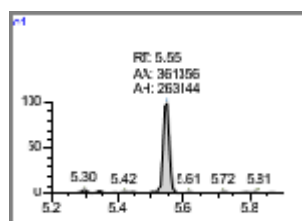
153.000->96.900



278.000->109.000

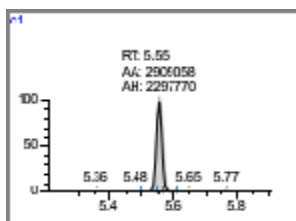


245.300->125.000



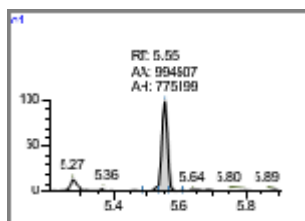
毒死蜱

313.900->257.900

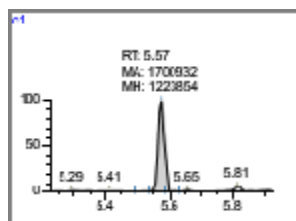


三唑酮

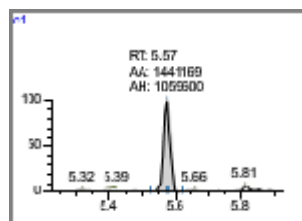
196.700->107.000



208.000->111.000

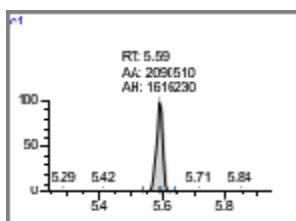


208.000->126.700



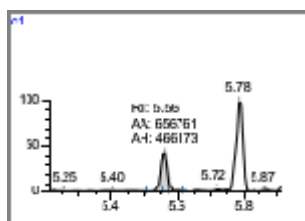
艾氏剂

330.000->298.900

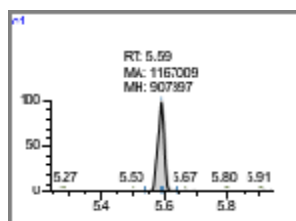


四氟醚唑

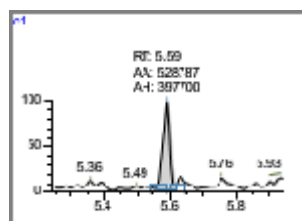
262.700->191.000



336.000->204.000

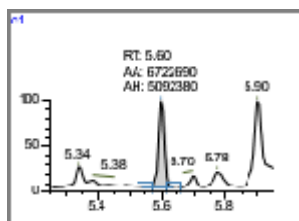


100.900->51.000



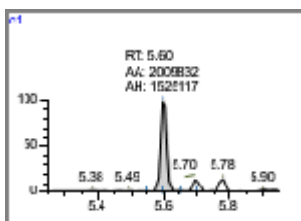
水胺硫磷

136.000->108.000

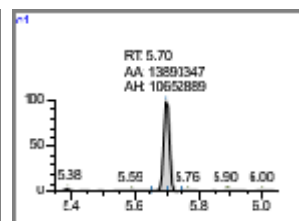


甲基异柳磷

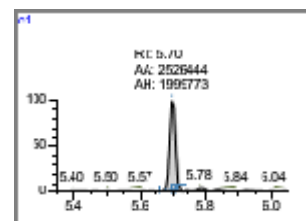
136.000->69.000



199.000->121.000

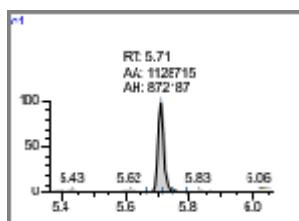


241.100->121.100

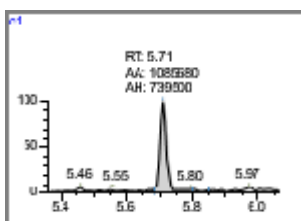


啉菌环胺

224.100->196.900

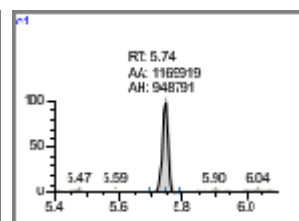


225.100->209.700

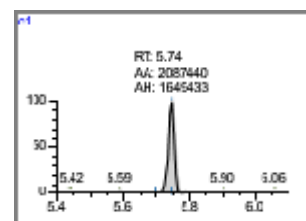


二甲戊灵

252.100->161.000

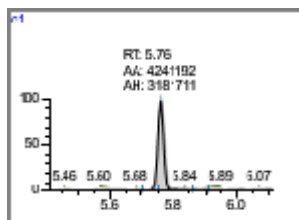


252.100->162.000

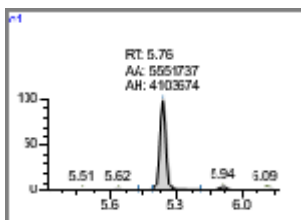


戊菌唑

248.000->192.000

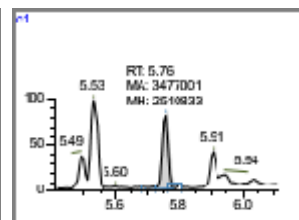


248.000->157.000

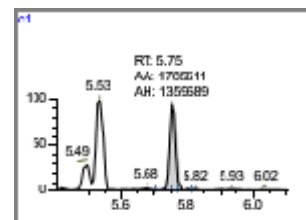


特丁硫磷

199.000->143.000

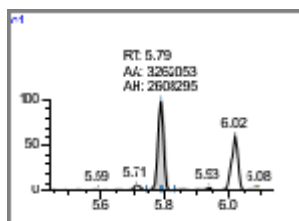


199.000->97.000

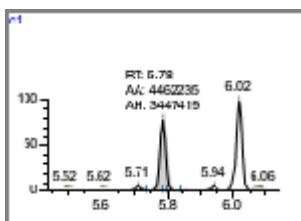


毒虫畏

323.000->266.900

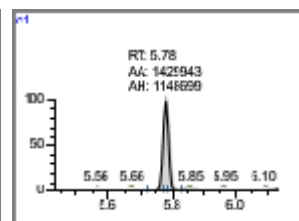


266.900->159.000

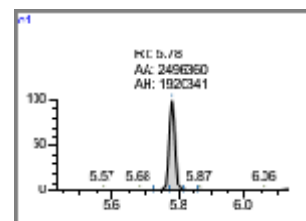


氟虫腈

368.800->214.900

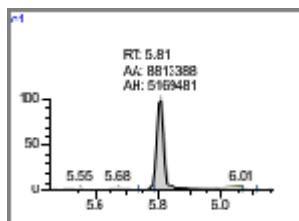


366.900->212.900

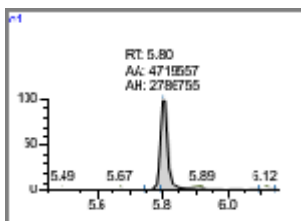


硫环磷

195.800->139.900

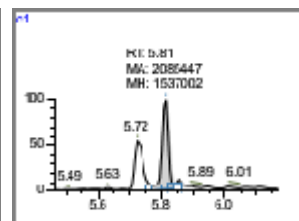


139.900->60.000

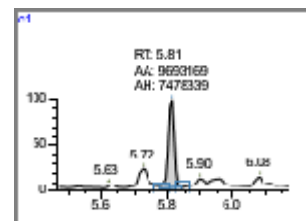


噻硫磷

157.100->102.000

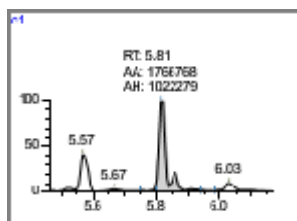


146.000->118.100



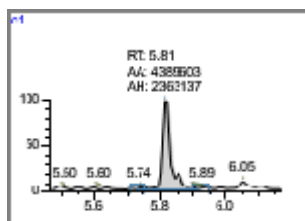
三唑醇

128.000->65.000

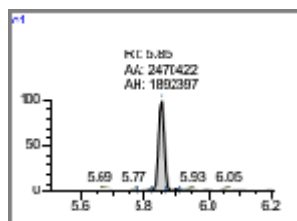


腐霉利

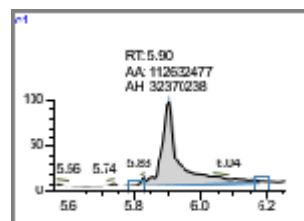
168.200->70.000



283.000->96.100

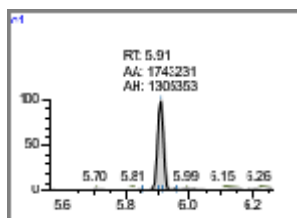


95.900->67.100



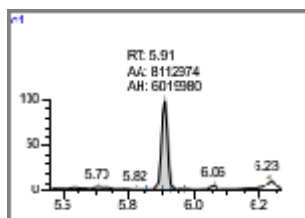
杀扑磷

145.000->58.000

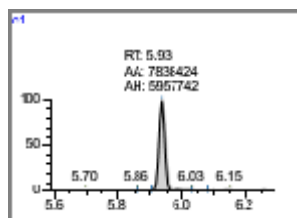


多效唑

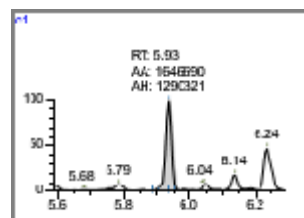
145.000->85.000



236.000->125.000

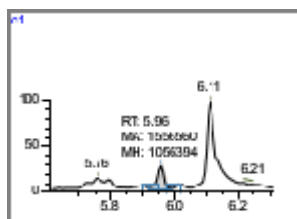


125.000->89.000



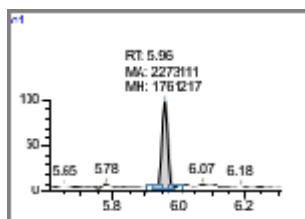
丁草胺

160.000->131.700

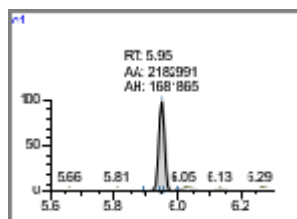


杀虫畏

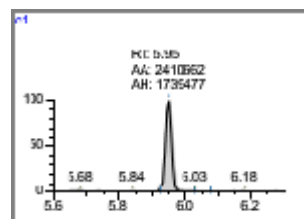
188.100->160.100



330.800->108.900

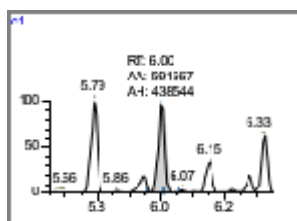


328.800->108.900



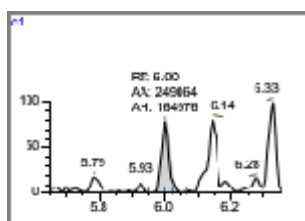
α-硫丹

240.600->205.900

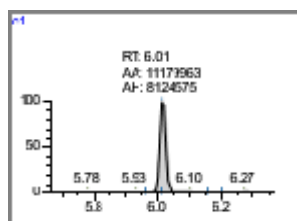


氟酰胺

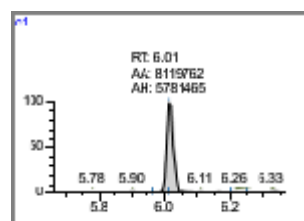
194.700->125.000



281.000->173.000

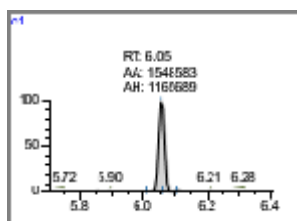


173.000->95.000



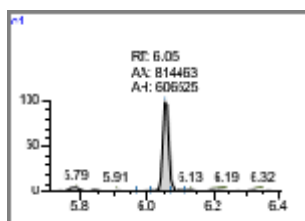
稻瘟灵

290.000->118.000

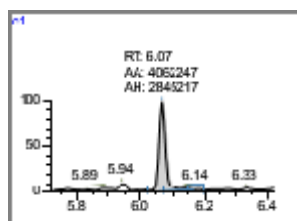


抑霉唑

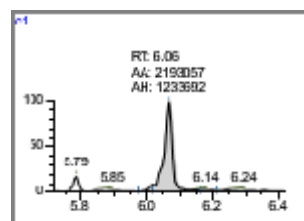
204.000->85.000



215.000->173.000

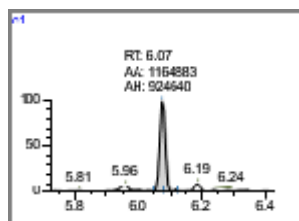


172.800->109.000



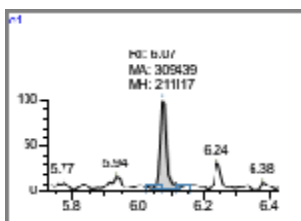
丙草胺

238.100->146.100

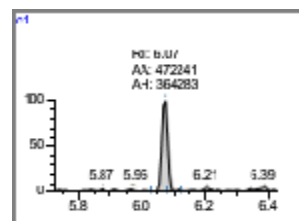


丙溴磷

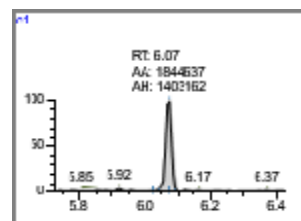
202.100->145.500



336.900->308.900

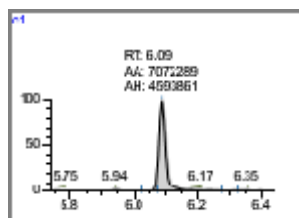


336.900->266.900



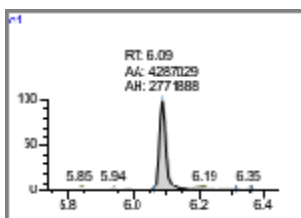
咯菌腈

248.000->127.000

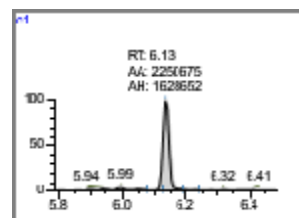


腈菌唑

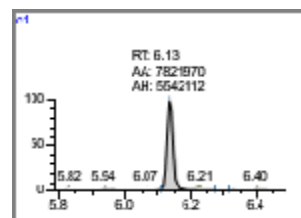
248.000->153.800



179.000->90.000

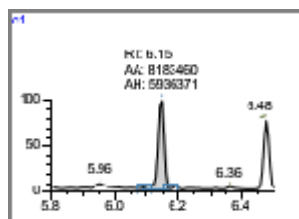


179.000->125.000



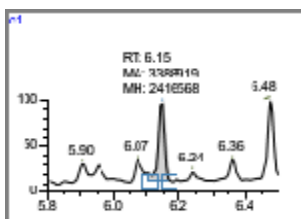
醚菌酯

116.000->89.000

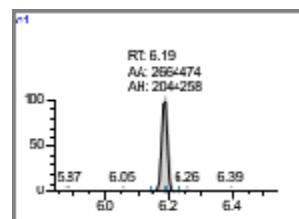


吡氟禾草灵

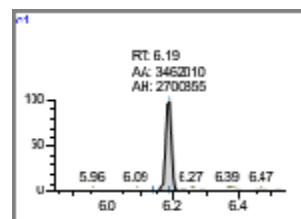
130.900->130.100



383.100->282.100

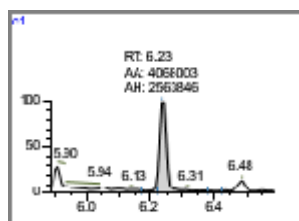


282.000->91.100



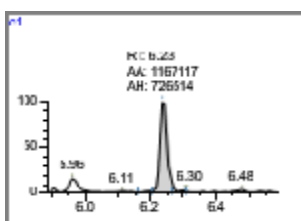
环丙唑醇

222.000->82.100

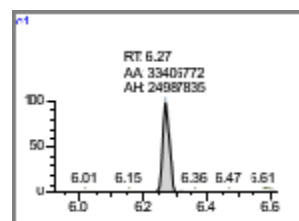


三氯杀螨醇

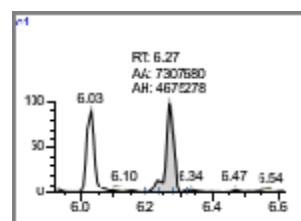
222.000->89.300



250.900->139.000

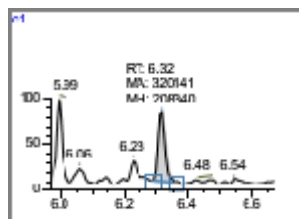


111.000->74.900



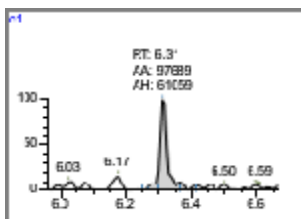
倍硫磷亚砷

278.000->109.000

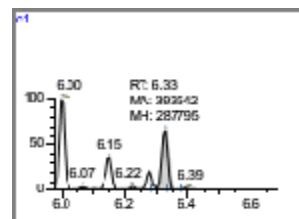


β-硫丹

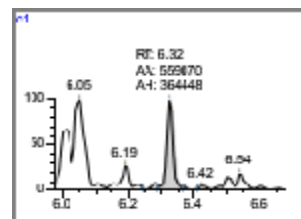
278.000->169.000



240.600->205.800

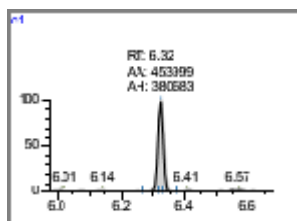


158.900->123.000



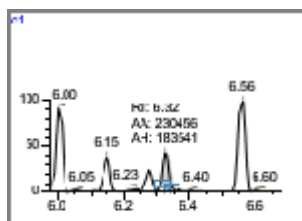
硫丹硫酸盐

271.700->234.000

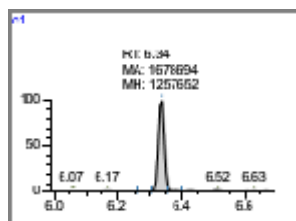


倍硫磷

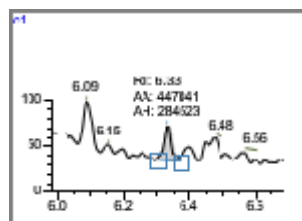
238.700->203.900



309.900->105.000

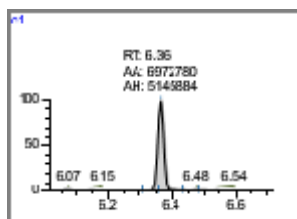


135.900->92.000



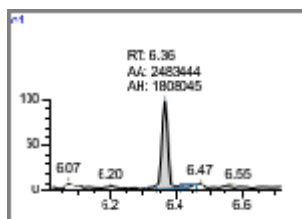
噁霜灵

163.100->132.100

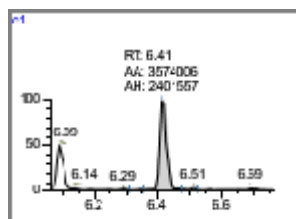


三唑磷

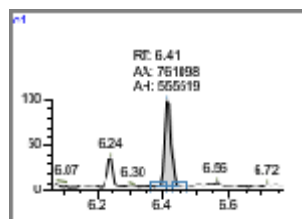
163.100->117.000



161.000->134.100

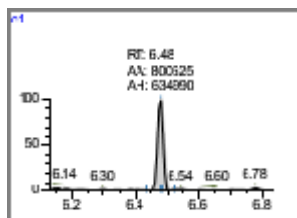


172.100->77.100



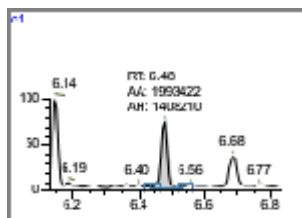
肟菌酯

145.000->95.000

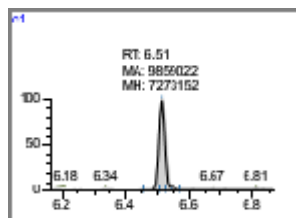


敌瘟磷

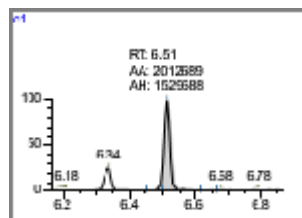
116.100->63.000



172.900->109.000

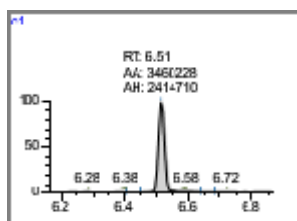


310.000->109.000



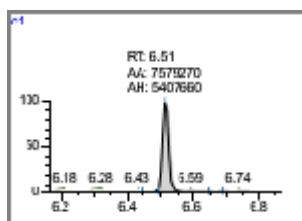
噻氧灵

307.000->237.000

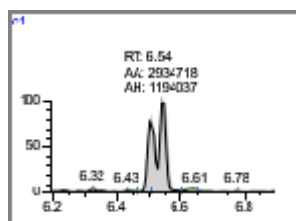


丙环唑

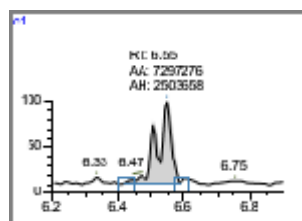
237.000->208.000



172.900->74.000

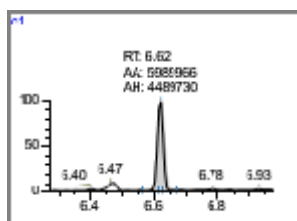


172.900->145.000



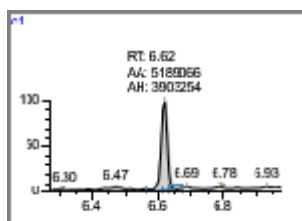
增效醚

176.100->103.100

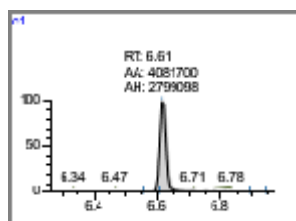


戊唑醇

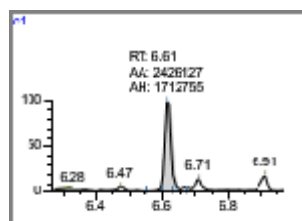
176.100->117.000



250.000->125.000

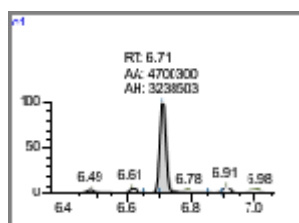


125.000->89.000



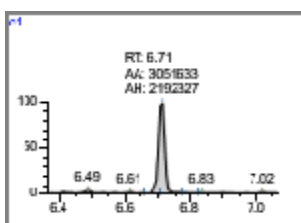
氟环唑

192.000->111.000

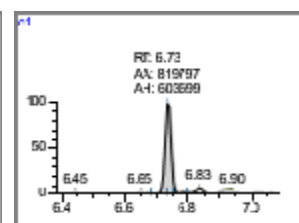


异菌脲

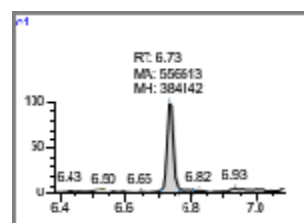
165.000->138.000



314.000->245.000

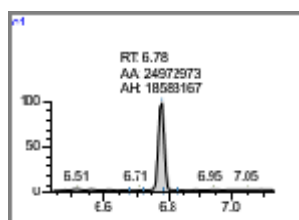


314.000->56.000



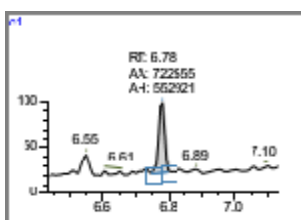
联苯菊酯

181.000->165.900

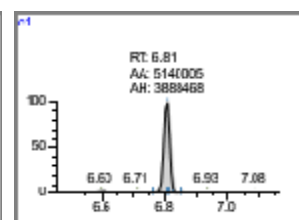


溴螨酯

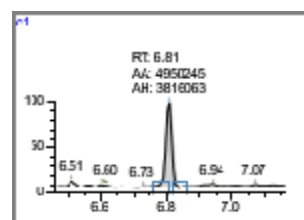
165.100->163.600



340.800->185.000

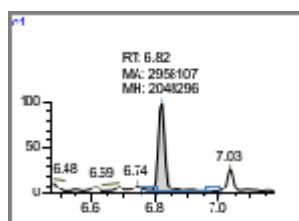


183.000->155.000



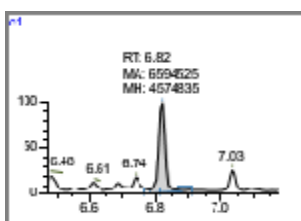
亚胺硫磷

160.000->50.900

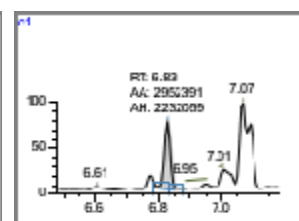


甲氧菊酯

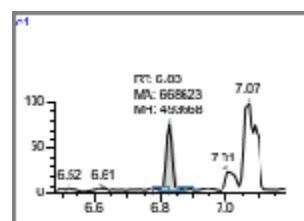
160.000->76.900



181.000->151.900

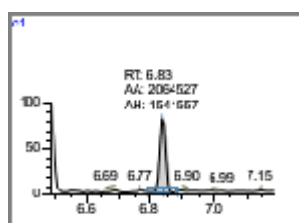


181.000->126.800



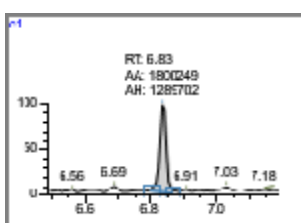
乙螨唑

204.000->176.100

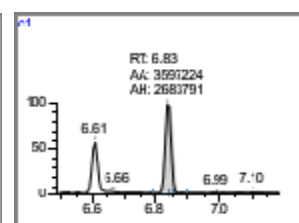


甲氧滴滴涕

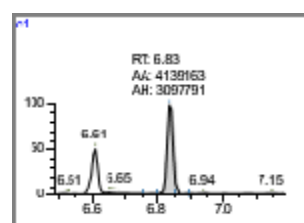
140.900->62.900



227.100->141.100

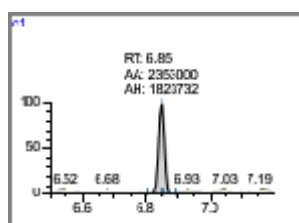


227.100->169.100



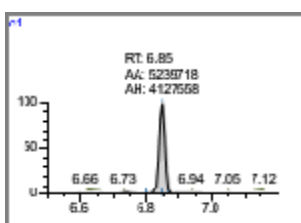
吡螨胺

318.100->131.100

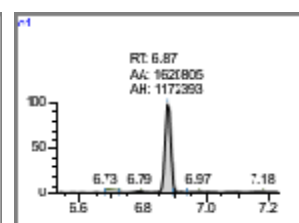


咪唑菌酮

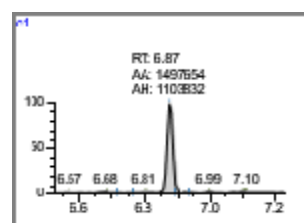
276.100->171.000



268.000->77.100

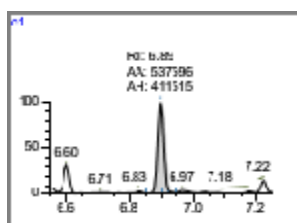


238.100->103.100



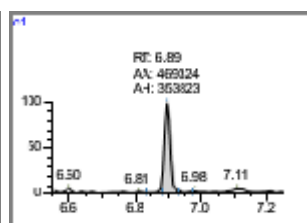
甲羧除草醚

172.900->137.900

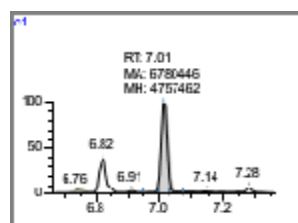


伏杀硫磷

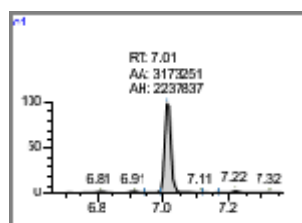
341.100->281.000



182.000->111.000

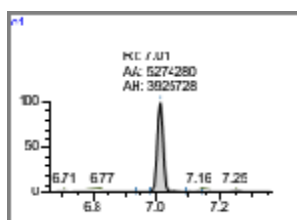


182.000->74.800



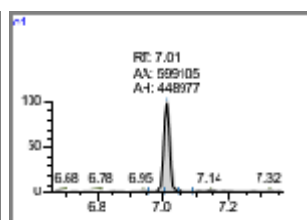
吡丙醚

136.100->96.000

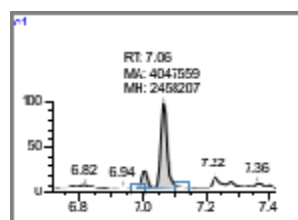


高效氯氟菊酯

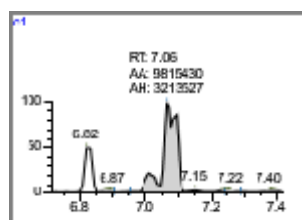
226.100->186.100



197.100->141.100

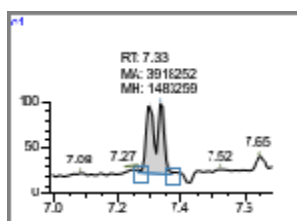


207.900->180.900



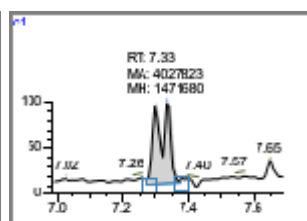
氯菊酯

183.100->168.000

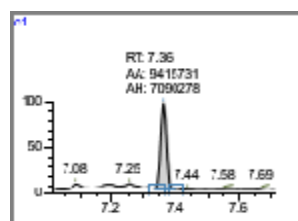


哒螨灵

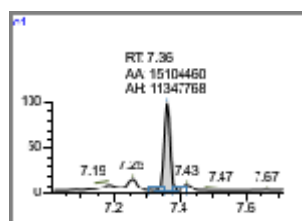
183.100->153.000



147.100->132.100

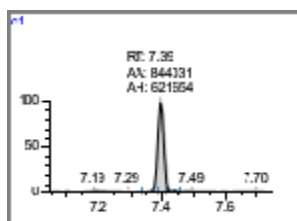


147.100->117.100



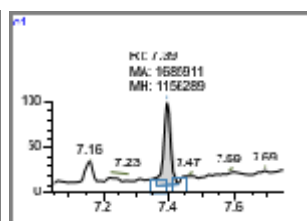
蝇毒磷

226.000->163.000

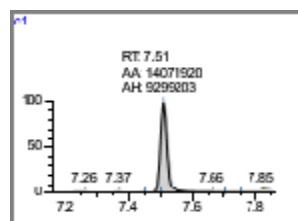


腈苯唑

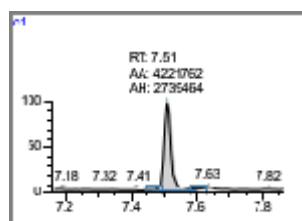
209.900->182.000



198.100->129.100

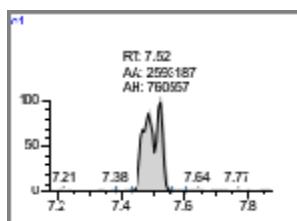


129.000->77.800



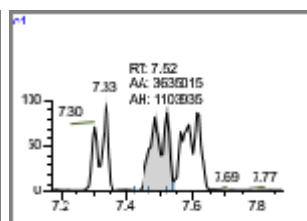
氟氯菊酯

226.000->206.100

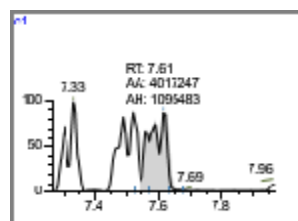


氯氟菊酯

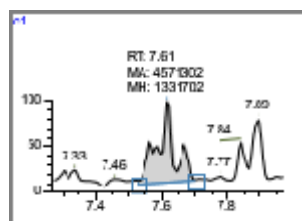
163.000->127.100



163.000->127.100



180.900->152.100



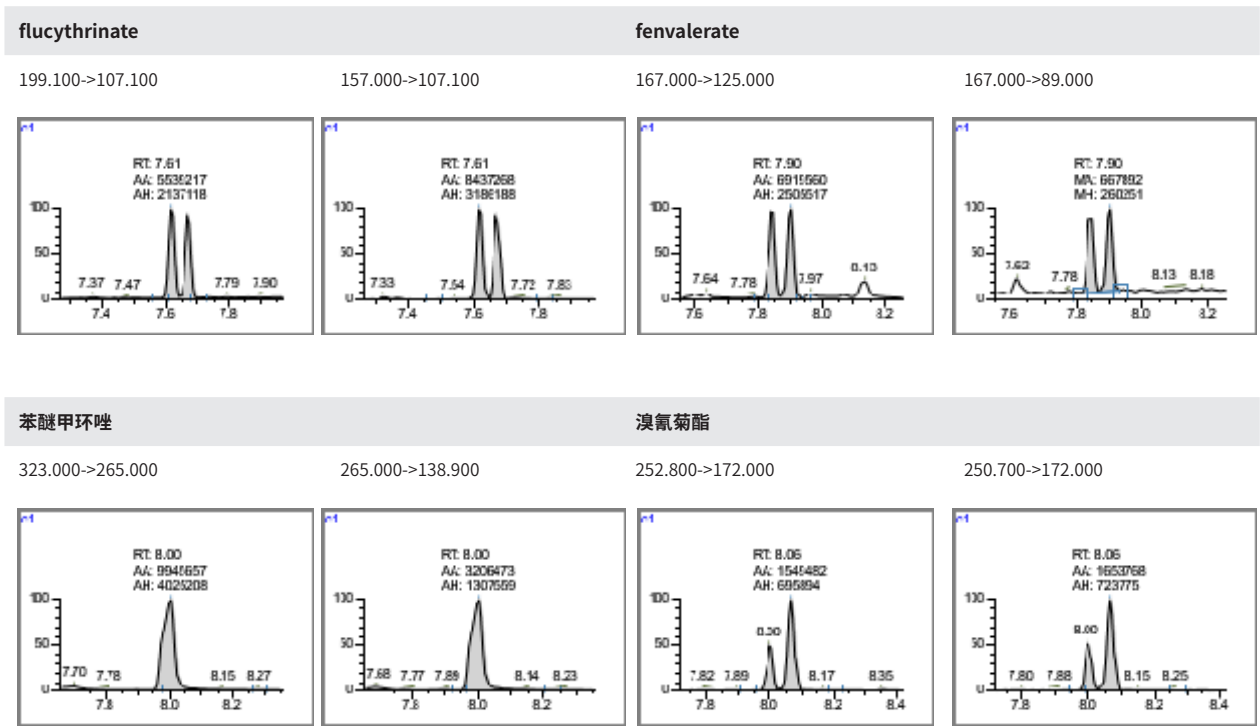


图 1 农药多反应监测色谱图 (0.0500mg/L)

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010CH	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸钠 + 陶瓷均质子，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ050020CH	6g 无水硫酸镁、1.5g 醋酸钠 + 陶瓷均质子，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015020H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、15 mg GCB，15 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015047H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA、400mgC18 及 200 mg GCB，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

深色果蔬及茶叶中农药多残留的测定（Copure® QuEChERS）

GB 23200.121-2021 《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱 - 质谱联用法》

一、样品前处理

1.1.1 深色果蔬样品提取与净化

称取 10 g(精确至 0.01 g) 试样于 50 mL 塑料离心管中, 加入 10 mL 乙腈及 1 颗陶瓷均质子, 剧烈振荡 1 min, 加入 4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠二水合物、0.5 g 柠檬酸钠盐倍半水合物 (货号: COQ050010CH), 剧烈振荡 1 min 后 5000 r/min 离心 5 min。吸取 6 mL 上清液加到内含 900 mg 硫酸镁、150 mg PSA 及 15 mg GCB (货号: COQ015020H) 的 15 mL 塑料离心管中涡旋混匀 1 min。7500 r/min 离心 2 min, 吸取上清液过微孔滤膜, 待测定。

1.1.2 茶叶样品提取与净化

称取 2 g(精确至 0.01g) 于 50 mL 塑料离心管中, 加 10 mL 水涡旋混匀, 静置 30 min。加入 15 mL 乙腈 - 乙酸溶液及 1 颗陶瓷均质子, 剧烈振荡 1 min, 加入 6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠 (货号: COQ050020CH), 剧烈振荡 1 min 后 7500 r/min 离心 5 min。吸取 8mL 上清液加到内含 1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA、400mg C18 及 200 mg GCB (货号: COQ015047H) 的 15 mL 塑料离心管中, 涡旋混匀 1 min。7500 r/min 离心 2min, 吸取上清液过微孔滤膜, 待测定。

1.2 标准曲线的制备

选择与被测样品性质相同或相似的空白样品按照 1.1 部分进行前处理, 得到空白基质溶液。精确吸取一定量的混合标准溶液, 逐级用空白基质溶液稀释成质量浓度为 0.002 mg/L, 0.005 mg/L, 0.01 mg/L, 0.02 mg/L, 0.05 mg/L 和 0.1 mg/L 的基质匹配标准工作溶液, 根据仪器性能和检测需要选择不少于 5 个浓度点, 供液相色谱 - 质谱联用仪测定。以农药定量用子离子的质量色谱图峰面积为纵坐标, 相对应的基质匹配标准工作溶液质量浓度为横坐标, 绘制基质匹配标准工作曲线。

二、仪器条件

仪器设备: 串联四级杆线性离子阱质谱仪 AB SCIEXQTRAP4500
色谱柱: ACQUITY UPLC BEH C18 1.7μm 2.1×50mm Column

色谱条件:

柱温: 40℃

进样量: 1μL

梯度洗脱:

时间 (min)	流速 (mL/min)	5mmol/L 乙酸铵溶液 (0.01% 甲酸)	甲醇 (0.01% 甲酸)
初始	0.300	90.0	10.0
1.50	0.300	50.0	50.0
3.00	0.300	10.0	90.0
5.00	0.300	10.0	90.0
5.10	0.300	90.0	10.0
6.00	0.300	90.0	10.0

质谱条件:

检测方式: 多反应离子监测 (MRM);

表 1 离子源控制条件

电离方式	ESI+
Curtain Gas(CUR)	40.0 Psi
Collision Gas(CAD)	9 Psi
IonSpray Voltage(IS)	5500.0 V
Temperature(TEM)	400.0 °C
Ion Source Gas 1(GS1)	50 Psi
Ion Source Gas 1(GS2)	40 Psi

表 2 离子选择参数

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	DP (V)	CE (V)
啶虫脒	223	126*	1.75	65	28
	223	99	1.75	65	60
涕灭威	208	116*	2.02	20	11
	208	89	2.02	20	25
涕灭威砒	240.1	148*	1.29	30	17
	240.1	166	1.29	30	16
涕灭威亚砒	207	132*	1.19	55	9
	207	89	1.19	55	20
莠灭净	228.1	186.2*	2.68	90	25
	228.1	96	2.68	90	35
莎稗磷	368	199*	3.03	80	19
	368	125	3.03	80	45
阿维菌素	890.5	305*	3.82	60	33
	890.5	567.3	3.82	60	20
保棉磷	318	132*	2.59	58	22
	318	125	2.58	58	33
啮菌酯	404.1	372*	2.59	80	20
	404.1	344.1	2.59	80	34
草除灵	272	198*	2.65	65	20
	272	170	2.65	65	33
恶虫威	224.1	167*	2.21	64	12
	224.1	109	2.21	64	23
苯腈特	364.1	199*	3.1	20	12
	364.1	105	3.1	20	36
啉酰菌胺	343	307*	2.71	100	28
	343	140	2.71	100	27
乙啉磺酸酯	317	166*	2.95	90	31
	317	210	2.95	90	33
噻嗪酮	306.2	201.1*	3.34	60	17
	306.2	116.2	3.34	60	22
甲萘威	202.1	145*	2.3	56	15
	202.1	127	2.3	56	40
多菌灵	192	160*	1.88	80	25
	192	132	1.87	80	41
克百威	222.1	165*	2.2	70	16
	222.1	123.1	2.2	70	29

3- 羟基克百威	238	181*	1.73	70	16
	238	163	1.73	70	18
氯虫苯甲酰胺	483.9	452.9*	2.54	45	25
	483.9	285.9	2.54	45	19
氟啶脲	540	383*	3.59	70	30
	542	385	3.59	70	30
杀草敏	222	104*	1.8	90	28
	222	92	1.8	90	35
绿麦隆	213.1	72.1*	2.44	60	36
	213.1	46.1	2.44	60	33
环虫酰胺	395.2	175*	2.82	80	18
	395.2	339	2.82	80	9
四螨嗪	303	138*	3.14	51	21
	303	102	3.14	51	47
异噁草酮	240.1	125*	2.6	73	28
	240.1	89.1	2.61	73	65
噻虫胺	250	169.1*	1.68	35	17
	250	132	1.68	35	21
氰草津	241.1	214.1*	2.1	60	24
	241.1	104.1	2.09	60	40
溴氰虫酰胺	475	286*	2.29	30	18
	475	444	2.29	30	27
丁氟螨酯	465.2	173*	3.19	40	30
	465.2	249.1	3.19	40	19
霜脍氰	199.1	128*	1.85	53	12
	199.1	111	1.85	53	24
噻菌环胺	226.1	93*	3.07	96	50
	226.1	108.1	3.07	96	35
除虫脲	311	158*	2.98	45	20
	311	141.2	2.99	45	49
吡氟酰草胺	395.1	266*	3.18	30	34
	395.1	246	3.18	30	46
精二甲吩草胺	276.1	244.1*	2.7	60	20
	276.1	168.1	2.7	60	33
醚菌胺	327.2	205*	3	64	14
	327.2	238.1	2.98	64	15
呋虫胺	203.1	129*	1.23	35	16
	203.1	157	1.22	35	11
氟环唑	330	121*	2.89	85	55
	330	101	2.88	85	70
噁唑菌酮	392	331*	3.04	45	12
	392	238	3.04	45	24
烯肟菌胺	434.1	171*	3.21	60	36
	434.1	212	3.2	60	21
苯线磷	304.2	217.1*	2.93	90	31
	304.2	202	2.93	90	47
苯线磷砒	336	308*	2.22	90	21
	336	266	2.22	90	29
苯线磷亚砒	320.1	233*	2.17	100	32
	320.1	171	2.17	100	30
喹螨醚	307.2	161*	3.79	30	22
	307.2	131.1	3.79	30	60
氯吡脲	248.1	129*	2.54	50	23
	248.1	93	2.54	50	47
安硫磷	258	199*	2.08	20	12
	258	125	2.08	20	32

噻唑磷	284	228*	2.35	65	14
	284	104	2.35	65	30
呋线威	383.2	195*	3.28	85	25
	383.2	252	3.28	85	17
庚烯磷	251	127*	2.52	65	20
	251	125	2.52	65	18
噻螨酮	353	228*	3.43	56	21
	353	168	3.43	56	33
吡虫啉	256.1	175*	1.64	45	27
	256.1	209	1.64	45	22
氯噻啉	262.1	181.1*	1.71	57	19
	262.1	122	1.71	57	36
茚虫威	528	293*	3.13	50	18
	528	249	3.14	50	23
氯唑磷	316	164*	2.8	70	23
	316	122	2.8	70	35
异丙威	194	95*	2.46	57	19
	194	137	2.45	57	12
甲硫威	226.1	169.2*	2.72	61	13
	226.1	121.1	2.72	61	23
甲硫威亚砒	242	185*	1.65	37	18
	242	122	1.65	37	38
灭多威	163	88*	1.41	38	12
	163	106	1.41	38	14
烯虫酯	279	191*	3.89	80	11
	279	237	3.89	80	9
甲氧虫酰胺	369.2	149.1*	2.74	70	21
	369.2	133	2.74	70	15
异丙甲草胺	284.1	251.9*	2.92	60	19
	284.1	176	2.92	60	33
速灭威	166.1	109*	2.11	50	18
	166.1	94.2	2.11	50	40
苯菌酮	409	209.1*	3.14	71	21
	409	227.1	3.14	71	27
噻草酮	215.1	187.1*	2.23	60	24
	215.1	84.1	2.23	60	28
速灭磷	225	127*	1.89	55	21
	225	193	1.89	55	9
啉氧菌酯	368.1	205.1*	2.92	54	13
	368.1	145.1	2.92	54	27
咪鲜胺	376.2	308*	3.11	20	15
	376.2	266	3.11	20	22
咪鲜胺 - 脱氨基咪唑	325	282*	3.12	90	21
	327	284	3.12	90	23
咪鲜胺 - 脱咪唑甲酰胺基	353	308*	3.1	80	19
	355	310	3.1	80	20
吡唑醚菌酯	388.1	194*	3.06	50	18
	388.1	163	3.06	50	36
吡草醚	413	339*	3	40	28
	413	253	3	40	45
唑胺菌酯	382.1	194.1*	2.93	30	16
	382.1	163	2.93	30	34
吡啶磺隆	415.1	182*	2.79	30	25
	415.1	139	2.79	30	59
除虫菊素 I	329.2	161.1*	3.52	75	13
	329.2	133.1	3.53	75	22

啉啉肟草醚	610.2	413.1*	3.24	30	17
	610.2	180.1	3.24	30	48
啉啉胺	200	183*	2.71	30	33
	200	168	2.72	30	40
多杀霉素 D	746.4	142*	3.14	110	34
	746.4	98	3.14	110	101
螺螨酯	411.2	313.1*	3.56	83	15
	411.2	71.1	3.56	83	30
螺甲螨酯	388	273*	3.43	65	23
	388	255	3.44	65	38
螺虫乙酯	374	302*	2.81	87	24
	374	330	2.8	87	20
虫酰肼	353.1	133.1*	2.93	35	24
	353.1	297.1	2.93	35	11
丁噻隆	229.1	172*	2.25	30	23
	229.1	116.1	2.25	30	35
氟苯脲	381.1	158.2*	3.41	71	23
	381.1	141.2	3.41	71	53
特丁硫磷	289.1	103.1*	3.32	53	13
	289.1	233.2	3.33	53	9
特丁硫磷砒	321	97*	2.62	75	57
	321	115	2.63	75	39
特丁硫磷亚砒	305	187*	2.62	57	20
	305	131	2.62	57	38
噻虫嗪	292	211*	1.47	30	16
	292	181	1.47	30	30
苯酰菌胺	336	186.9*	3.1	90	31
	336	204	3.1	90	23
唑螨酯	422	366.1*	3.54	90	23
	422	135.1	3.54	90	43
咯菌腈	266.1	229*	2.73	30	17
	266.1	158	2.74	30	46
氟噻草胺	364	194*	2.84	70	16
	364	152	2.84	70	27
氟虫脲	489	158.1*	3.45	71	27
	489	141.2	3.45	71	65
氟吡菌胺	382.9	172.9*	2.72	50	35
	382.9	364.9	2.73	50	23
氟吡菌酰胺	397	207.9*	2.8	60	30
	397	172.9	2.8	60	40
乙羧氟草醚	465.1	344*	3.16	40	19
	465.1	223	3.17	40	43
呋草酮	334.1	247.1*	2.64	50	30
	334.1	303	2.64	50	20
氟硅唑	316	247.1*	2.93	50	26
	316	165	2.92	50	37
醚菊酯	394.2	177.1*	4.13	30	19
	394.2	107.1	4.13	30	59
粉唑醇	302.1	123*	2.42	69	39
	302.1	109	2.42	69	43
氟唑菌酰胺	382.1	362*	2.73	90	20
	382.1	342.1	2.73	90	28

注：* 为定量离子。

三、实验结果

表 3 0.0200 mg/kg 上海青中农药多残留加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
啉虫脒	89.5	88.0	86.0	87.8	2.00
涕灭威	85.5	87.0	80.0	84.2	4.38
涕灭威砒	92.5	90.5	89.0	90.7	1.94
涕灭威亚砒	91.0	88.0	83.5	87.5	4.31
莠灭净	90.0	83.0	86.5	86.5	4.05
莎稗磷	94.0	84.5	79.5	86.0	8.56
阿维菌素	93.5	80.5	75.5	83.2	11.2
保棉磷	95.0	88.5	88.0	90.5	4.32
啉菌酯	92.0	88.5	86.5	89.0	3.13
草除灵	86.0	83.0	86.5	85.2	2.22
恶虫威	90.0	89.0	84.5	87.8	3.34
苯螨特	93.5	92.5	82.0	89.3	7.13
啉酰菌胺	92.5	90.0	85.0	89.2	4.28
乙啉酚磺酸酯	97.0	95.5	81.5	91.3	9.36
噻嗪酮	88.0	87.5	83.0	86.2	3.19
甲萘威	90.0	88.5	87.5	88.7	1.42
多菌灵	92.0	90.0	93.5	91.8	1.91
克百威	116	118	110	115	3.62
3- 羟基克百威	87.5	88.0	87.5	87.7	0.329
氯虫苯甲酰胺	98.0	95.5	98.5	97.3	1.65
氟啉脲	97.5	85.5	87.5	90.2	7.13
杀草敏	88.0	85.0	86.5	86.5	1.73
绿麦隆	89.0	90.0	92.0	90.3	1.69
环虫酰肼	91.0	90.0	81.0	87.3	6.31
四螨嗪	93.5	80.0	91.5	88.3	8.25
异噁草酮	91.0	91.0	88.5	90.2	1.60
噻虫胺	75.0	81.5	78.0	78.2	4.16
氟草津	98.0	92.0	96.5	95.5	3.27
溴虫虫酰胺	86.5	79.5	87.5	84.5	5.16
丁氟螨酯	79.5	83.0	81.0	81.2	2.16
霜脲氰	88.5	87.0	88.5	88.0	0.984
啉菌环胺	88.0	75.0	81.5	81.5	7.98
除虫脲	82.0	93.5	83.5	86.3	7.24
吡氟酰草胺	90.5	91.0	91.0	90.8	0.318
精二甲吩草胺	99.5	91.5	95.5	95.5	4.19
醚菌胺	92.0	84.0	87.5	87.8	4.57
呋虫胺	88.0	89.5	85.5	87.7	2.30
氟环唑	88.0	87.0	84.0	86.3	2.41
噻唑菌酮	96.0	88.5	98.5	94.3	5.52
烯肟菌胺	86.5	86.5	76.5	83.2	6.94
苯线磷	87.5	83.5	82.0	84.3	3.37
苯线磷砒	100	96.0	90.5	95.5	4.99
苯线磷亚砒	93.0	89.0	90.0	90.7	2.30
啉啉醚	82.0	79.5	78.5	80.0	2.25
氯吡脲	85.0	85.0	80.5	83.5	3.11
安硫磷	73.0	71.5	80.5	75.0	6.43
噻唑磷	89.5	85.5	85.0	86.7	2.84
呋线威	90.0	80.5	92.0	87.5	7.02

庚烯磷	89.5	92.0	86.5	89.3	3.08
噻螨酮	79.0	78.5	82.5	80.0	2.72
吡虫啉	83.0	93.5	82.0	86.2	7.39
氯噻啉	79.0	83.0	80.0	80.7	2.58
茚虫威	116	98.5	112	109	8.41
氯唑磷	95.0	91.5	82.0	89.5	7.52
异丙威	94.0	88.0	89.5	90.5	3.45
甲硫威	103	98.0	100	100	2.52
甲硫威亚砷	85.0	88.5	80.0	84.5	5.06
灭多威	89.5	87.5	88.0	88.3	1.18
烯虫酯	86.0	81.5	77.5	81.7	5.20
甲氧虫酰胺	89.0	106	93.0	96.0	9.26
异丙甲草胺	87.5	87.0	80.0	84.8	4.94
速灭威	91.5	89.5	89.5	90.2	1.28
苯菌酮	83.0	87.5	90.5	87.0	4.34
噻草酮	93.0	94.5	98.5	95.3	2.98
速灭磷	89.5	88.5	90.0	89.3	0.855
啉氧菌酯	96.5	102	92.0	96.8	5.17
咪鲜胺	82.0	78.0	76.5	78.8	3.61
咪鲜胺-脱氨基咪唑	87.5	76.5	83.5	82.5	6.75
咪鲜胺-脱咪唑甲酰胺基	91.0	100	99.5	96.8	5.23
吡唑醚菌酯	99.5	93.5	96.0	96.3	3.13
吡草醚	97.5	94.5	92.0	94.7	2.91
唑胺菌酯	97.0	102	92.0	97.0	5.15
吡啶磺隆	69.0	63.5	71.0	67.8	5.73
除虫菊素 I	77.5	84.0	76.5	79.3	5.14
啉啉肟草醚	83.5	90.5	78.5	84.2	7.16
啉霉胺	92.5	90.0	100	94.2	5.52
多杀霉素 D	79.0	82.0	77.5	79.5	2.88
螺螨酯	80.5	73.5	74.5	76.2	4.97
螺甲螨酯	89.0	83.0	78.0	83.3	6.61
螺虫乙酯	78.0	81.0	83.0	80.7	3.12
虫酰胺	96.5	86.0	83.0	88.5	8.01
丁噻隆	94.5	97.5	88.0	93.3	5.21
氟苯脲	79.0	90.5	88.5	86.0	7.14
特丁硫磷	94.5	94.5	86.5	91.8	5.03
特丁硫磷砷	90.5	93.5	87.5	90.5	3.31
特丁硫磷亚砷	86.0	87.0	91.0	88.0	3.01
噻虫嗪	95.5	90.0	82.5	89.3	7.31
苯酰菌胺	91.5	98.0	81.5	90.3	9.20
唑菌酯	79.5	83.0	81.5	81.3	2.16
咯菌腈	103	112	99.0	105	6.34
氟噻草胺	79.5	89.5	77.0	82.0	8.07
氟虫脲	90.5	82.5	77.0	83.3	8.15
氟吡菌胺	91.0	100	92.0	94.3	5.23
氟吡菌酰胺	77.5	92.0	93.0	87.5	9.91
乙羧氟草醚	88.0	89.5	91.0	89.5	1.68
呋草酮	85.5	93.5	76.5	85.2	9.98
氟硅唑	104	110	96.5	104	6.50
醚菊酯	81.5	78.0	75.5	78.3	3.85
粉唑醇	95.0	89.0	89.5	91.2	3.65
氟唑菌酰胺	100	93.5	98.5	97.3	3.50

表 4 0.375mg/kg 茶叶中农药多残留加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
啉虫脒	91.2	93.3	93.9	92.8	1.53
涕灭威	92.0	94.7	91.2	92.6	1.98
涕灭威砷	92.0	92.0	90.1	91.4	1.20
涕灭威亚砷	84.3	84.5	84.5	84.4	0.137
莠灭净	93.6	78.9	87.7	86.7	8.53
莎稗磷	96.0	81.3	91.7	89.7	8.43
阿维菌素	87.7	76.5	86.9	83.7	7.46
保棉磷	89.3	77.1	83.7	83.4	7.32
啉菌酯	88.8	81.1	96.0	88.6	8.41
草除灵	92.5	87.2	98.1	92.6	5.89
恶虫威	89.3	83.7	85.9	86.3	3.27
苯螨特	90.9	84.3	93.6	89.6	5.34
啉酰胺	80.5	84.5	86.9	84.0	3.85
乙啉磺酸酯	93.9	103	101	99.3	4.82
噻啉酮	81.3	81.3	84.3	82.3	2.10
甲萘威	91.5	86.9	89.1	89.2	2.58
多菌灵	75.7	62.9	76.3	71.6	10.6
克百威	90.9	91.5	88.5	90.3	1.76
3- 羟基克百威	94.4	99.5	93.9	95.9	3.23
氯虫苯甲酰胺	91.7	79.2	86.7	85.9	7.32
氟啉脲	90.9	79.5	89.3	86.6	7.13
杀草敏	83.7	89.3	85.3	86.1	3.35
绿麦隆	86.1	81.3	91.2	86.2	5.74
环虫酰胺	95.2	88.0	93.3	92.2	4.05
四螨嗪	82.9	76.8	77.3	79.0	4.29
异噁草酮	87.7	80.5	90.1	86.1	5.80
噻虫胺	86.9	90.9	87.7	88.5	2.39
氟草津	93.3	88.3	93.1	91.6	3.09
溴氟虫酰胺	88.8	77.1	84.0	83.3	7.06
丁氟菌酯	101	104	89.1	98.0	8.04
霜脲氟	93.1	100	92.5	95.2	4.38
啉菌环胺	86.7	69.6	90.9	82.4	13.7
除虫脲	83.5	71.7	79.7	78.3	7.69
吡啉酰胺	93.6	85.9	93.9	91.1	4.98
精二甲吩草胺	89.3	88.5	92.5	90.1	2.35
醚菌胺	89.3	80.8	91.5	87.2	6.48
呋虫胺	88.3	85.3	86.1	86.6	1.79
氟环唑	77.6	82.9	89.1	83.2	6.92
啉唑啉酮	96.5	104	87.7	96.1	8.49
烯肟菌胺	82.1	84.3	91.7	86.0	5.85
苯线磷	91.7	86.1	85.3	87.7	3.98
苯线磷砷	89.9	90.7	89.3	90.0	0.780
苯线磷亚砷	93.3	85.9	87.7	89.0	4.34
啉啉醚	79.7	74.1	76.3	76.7	3.68
氟吡脲	72.0	57.1	67.2	65.4	11.6
安硫磷	86.7	78.1	80.5	81.8	5.43
噻啉啉	89.6	86.1	88.8	88.2	2.08
呋线威	84.5	82.1	82.4	83.0	1.58
庚烯磷	93.9	92.0	91.5	92.5	1.37
噻啉酮	81.3	82.9	91.7	85.3	6.57
吡虫啉	91.7	99.2	94.4	95.1	3.99
氯噻啉	92.5	91.2	94.9	92.9	2.02
茚虫威	106	84.5	83.7	91.4	13.8
氯唑磷	86.9	78.4	88.3	84.5	6.34
异丙威	94.1	90.9	90.1	91.7	2.31
甲硫威	89.3	84.5	91.7	88.5	4.14
甲硫威亚砷	82.9	88.5	84.5	85.3	3.38
灭多威	90.1	97.1	92.8	93.3	3.78
烯虫酯	88.3	82.4	82.4	84.4	4.04
甲氧虫酰胺	93.1	86.9	95.7	91.9	4.92

异丙甲草胺	92.0	82.1	91.7	88.6	6.36
速灭威	88.5	85.3	89.3	87.7	2.41
苯菌酮	98.4	101	103	101	2.28
噻草酮	88.5	96.5	95.7	93.6	4.71
速灭磷	89.3	93.3	88.3	90.3	2.93
啉氧菌酯	94.1	79.7	85.9	86.6	8.34
咪鲜胺	89.6	102	84.8	92.1	9.64
咪鲜胺-脱氨基咪唑	88.5	78.9	86.7	84.7	6.02
咪鲜胺-脱咪唑甲酰胺基	86.9	78.9	75.2	80.3	7.45
吡唑醚菌酯	77.9	74.7	82.4	78.3	4.94
吡草醚	99.7	94.9	102	98.9	3.66
唑胺菌酯	94.1	80.5	94.1	89.6	8.76
吡啶磺隆	81.6	72.8	80.5	78.3	6.12
除虫菊素 I	91.7	85.1	85.3	87.4	4.30
啉啉除草醚	91.2	83.7	82.9	85.9	5.33
啉霉胺	80.5	70.9	78.9	76.8	6.70
多杀霉素 D	48.5	44.0	41.3	44.6	8.16
螺螨酯	94.1	89.9	88.5	90.8	3.21
螺甲螨酯	92.5	84.5	88.8	88.6	4.52
螺虫乙酯	88.8	72.0	90.9	83.9	12.4

虫酰肼	82.1	79.2	82.7	81.3	2.30
丁噻隆	92.5	85.1	88.3	88.6	4.19
氟苯脲	80.5	75.5	82.9	79.6	4.74
特丁硫磷	76.5	89.3	85.6	83.8	7.86
特丁硫磷砒	95.7	84.5	89.9	90.0	6.22
特丁硫磷亚砒	93.6	86.1	83.7	87.8	5.88
噻虫嗪	92.3	85.6	86.1	88.0	4.24
苯酰菌胺	91.2	92.5	99.5	94.4	4.73
唑螨酯	90.9	82.9	87.7	87.2	4.62
咯菌腈	95.5	94.1	95.7	95.1	0.917
氟噻草胺	94.7	86.1	88.5	89.8	4.94
氟虫脲	94.9	87.7	93.3	92.0	4.11
氟吡菌胺	100	93.9	102	98.6	4.28
氟吡菌酰胺	95.7	87.7	95.7	93.0	4.97
乙羧氟草醚	86.1	82.1	88.0	85.4	3.53
咪草酮	95.7	85.6	96.3	92.5	6.50
氟硅唑	88.3	85.3	110	94.5	14.3
醚菊酯	91.7	91.2	88.0	90.3	2.22
粉唑醇	86.9	84.0	90.1	87.0	3.51
氟唑菌酰胺	94.7	89.3	97.3	93.8	4.35

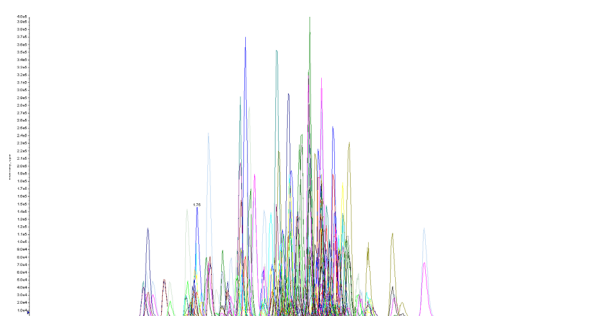


图 1 上海青中农药多残留总离子流图

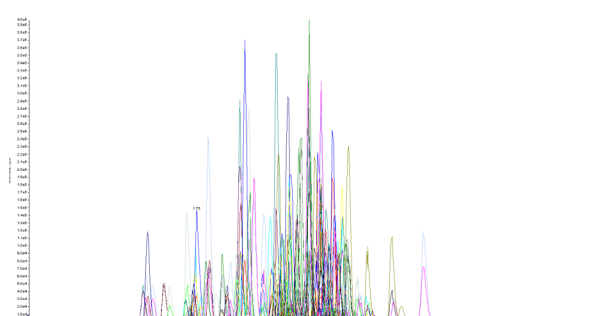
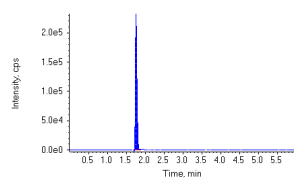


图 2 茶叶中农药多残留总离子流图

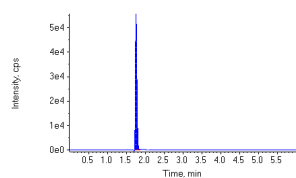
啉虫脒

223.000/126.000 Da



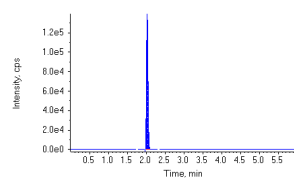
啉虫脒 (定性)

223.000/99.000 Da



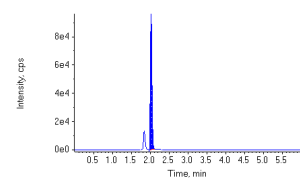
涕灭威

208.000/116.000 Da



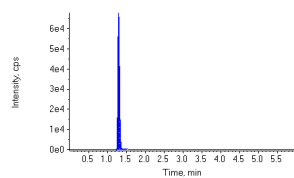
涕灭威 (定性)

208.000/89.000 Da



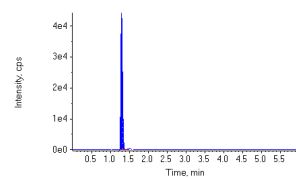
涕灭威砒

240.100/148.000 Da



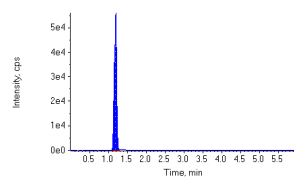
涕灭威砒 (定性)

240.100/166.000 Da



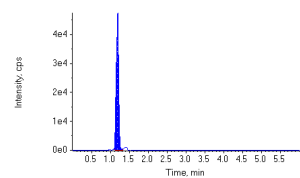
涕灭威亚砒

207.000/132.000 Da



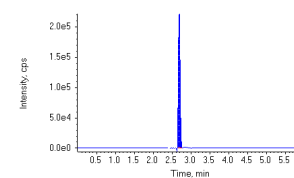
涕灭威亚砒 (定性)

207.000/89.000 Da



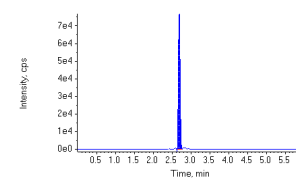
莠灭净

228.100/186.200 Da



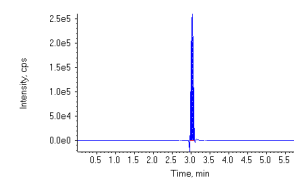
莠灭净 (定性)

228.100/96.000 Da



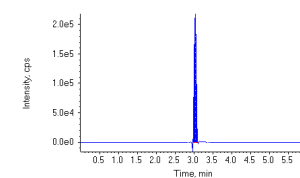
莎稗磷

368.000/199.000 Da



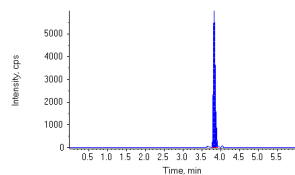
莎稗磷 (定性)

368.000/125.000 Da



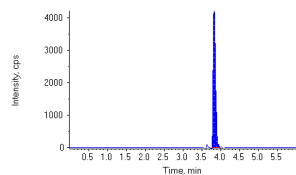
阿维菌素

890.500/305.000 Da



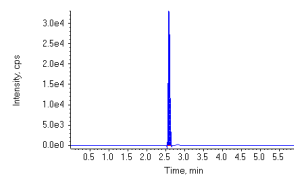
阿维菌素 (定性)

890.500/567.300 Da



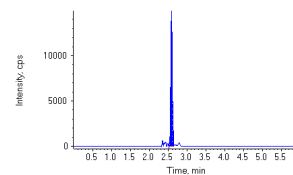
保棉磷

318.000/132.000 Da



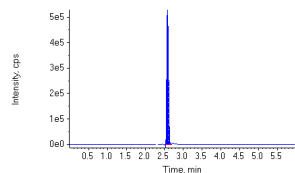
保棉磷 (定性)

318.000/125.000 Da



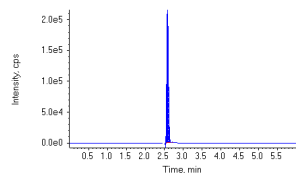
啞菌酯

404.100/372.000 Da



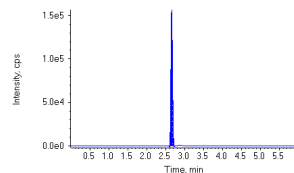
啞菌酯 (定性)

404.100/344.100 Da



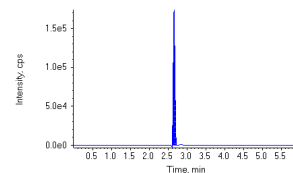
草除灵

272.000/198.000 Da



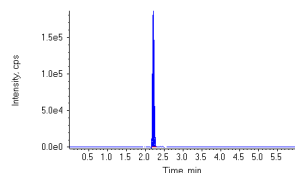
草除灵 (定性)

272.000/170.000 Da



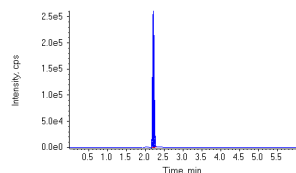
恶虫威

224.100/167.000 Da



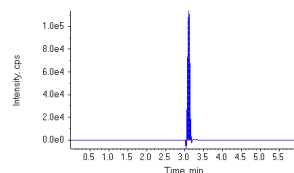
恶虫威 (定性)

224.100/109.000 Da



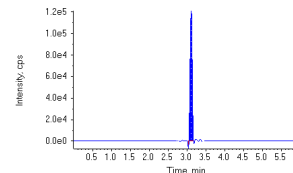
苯螨特

364.100/199.000 Da



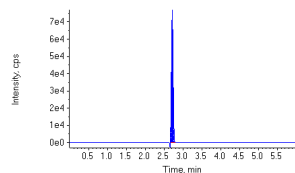
苯螨特 (定性)

364.100/105.000 Da



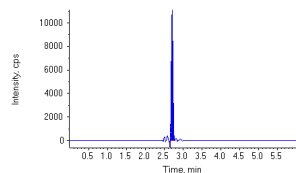
啶酰菌胺

343.000/307.000 Da



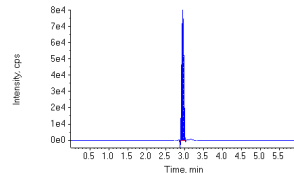
啶酰菌胺 (定性)

343.000/140.000 Da



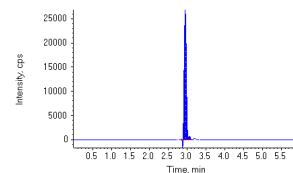
乙啶酚磺酸酯

317.000/166.000 Da



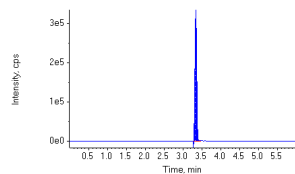
乙啶酚磺酸酯 (定性)

317.000/210.000 Da



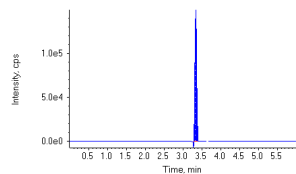
噻嗪酮

306.200/201.100 Da



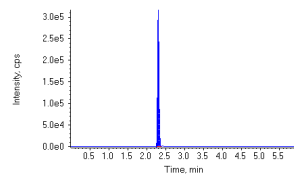
噻嗪酮 (定性)

306.200/116.200 Da



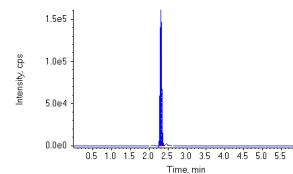
甲萘威

202.100/145.000 Da



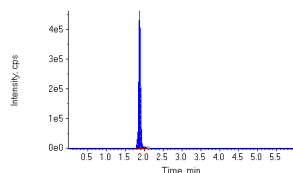
甲萘威 (定性)

202.100/127.000 Da



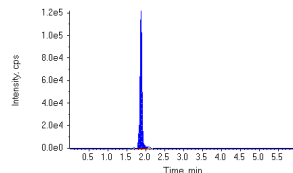
多菌灵

192.000/160.000 Da



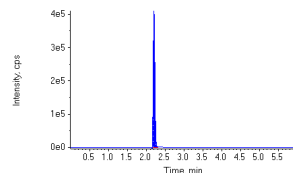
多菌灵 (定性)

192.000/132.000 Da



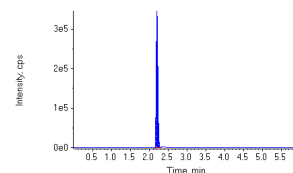
克百威

222.100/165.000 Da



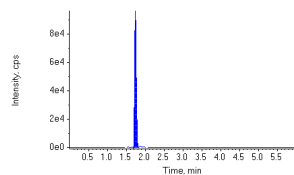
克百威 (定性)

222.100/123.100 Da



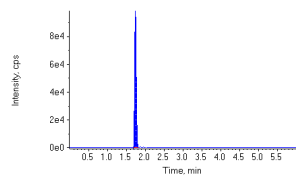
3- 羟基克百威

238.000/181.000 Da



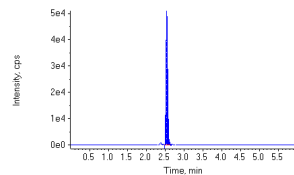
3- 羟基克百威 (定性)

238.000/163.000 Da



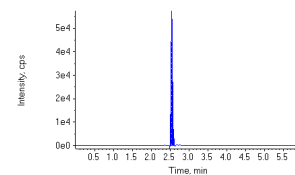
氯虫苯甲酰胺

483.900/452.900 Da



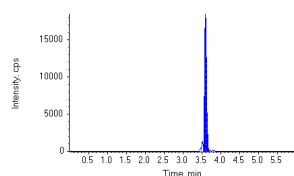
氯虫苯甲酰胺 (定性)

483.900/285.900 Da



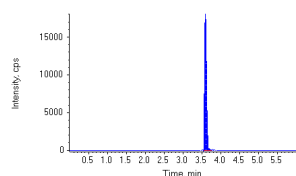
氟啶脲

540.000/383.000 Da



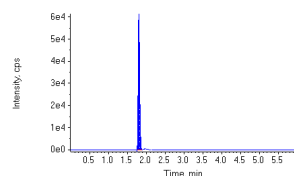
氟啶脲 (定性)

542.000/385.000 Da



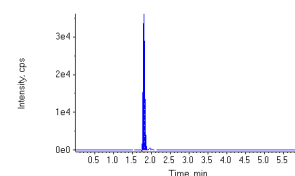
杀草敏

222.000/104.000 Da



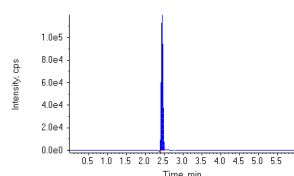
杀草敏 (定性)

222.000/92.000 Da



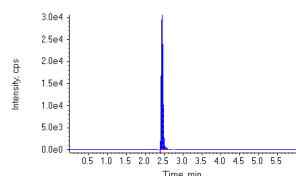
绿麦隆

213.100/72.100 Da



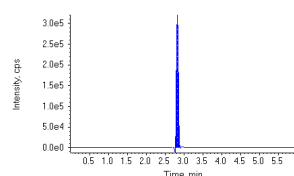
绿麦隆 (定性)

213.100/46.100 Da



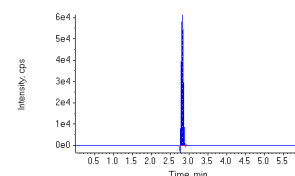
环虫酰肼

395.200/175.000 Da



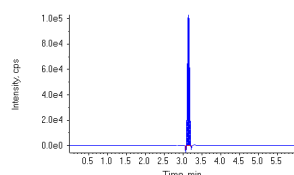
环虫酰肼 (定性)

395.200/339.000 Da



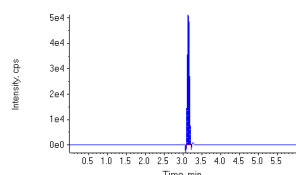
四螨嗪

303.000/138.000 Da



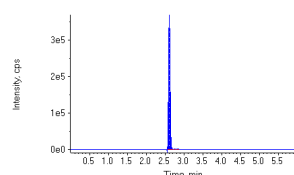
四螨嗪 (定性)

303.000/102.000 Da



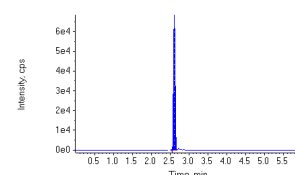
异噁草酮

240.100/125.000 Da



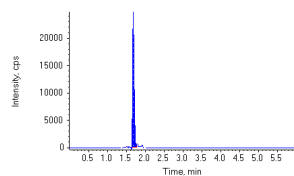
异噁草酮 (定性)

240.100/89.100 Da



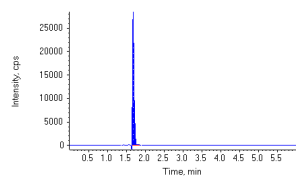
噻虫胺

250.000/169.100 Da



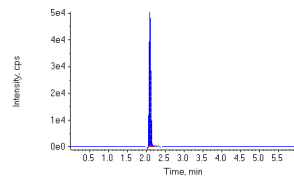
噻虫胺 (定性)

250.000/132.000 Da



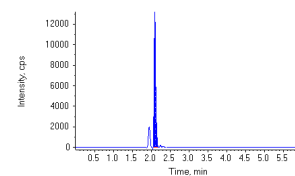
氰草津

241.100/214.100 Da



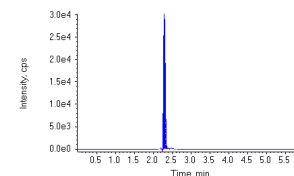
氰草津 (定性)

241.100/104.100 Da



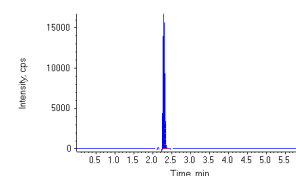
溴氰虫酰胺

475.000/286.000 Da



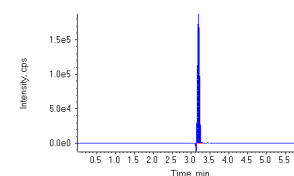
溴氰虫酰胺 (定性)

475.000/444.000 Da



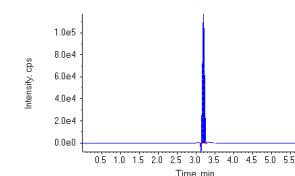
丁氟螨酯

465.200/173.000 Da



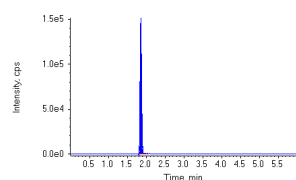
丁氟螨酯 (定性)

465.200/249.100 Da



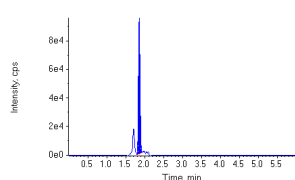
霜脍氰

199.100/128.000 Da



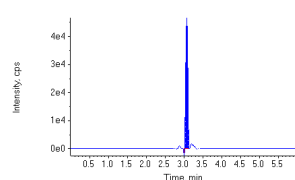
霜脍氰 (定性)

199.100/111.000 Da



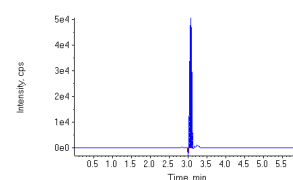
啞菌环胺

226.100/93.000 Da



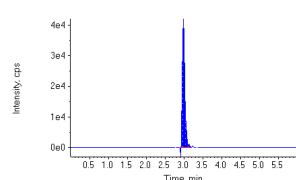
啞菌环胺 (定性)

226.100/108.100 Da



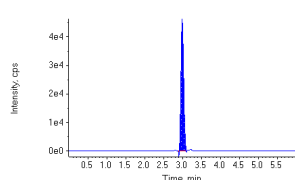
除虫脲

311.000/158.000 Da



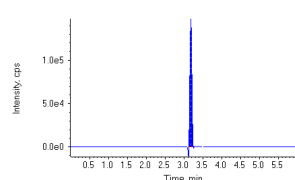
除虫脲 (定性)

311.000/141.200 Da



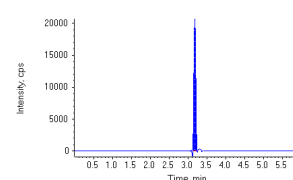
吡氟酰草胺

395.100/266.000 Da



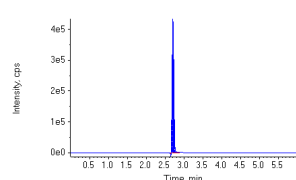
吡氟酰草胺 (定性)

395.100/246.000 Da



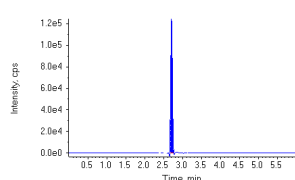
精二甲吩草胺

276.100/244.100 Da



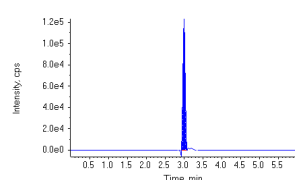
精二甲吩草胺 (定性)

276.100/168.100 Da



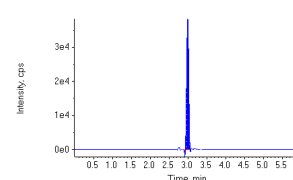
醚菌胺

327.200/205.000 Da



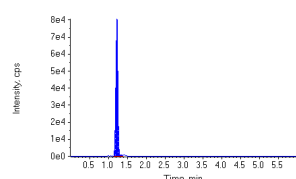
醚菌胺 (定性)

327.200/238.100 Da



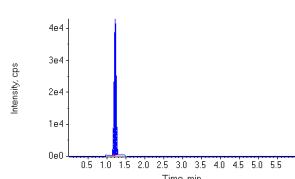
呋虫胺

203.100/129.000 Da



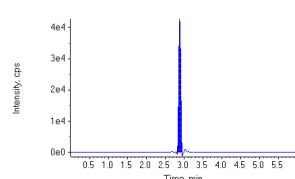
呋虫胺 (定性)

203.100/157.000 Da



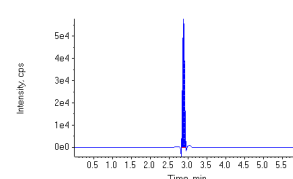
氟环唑

330.000/121.000 Da



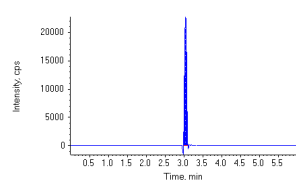
氟环唑 (定性)

330.000/101.000 Da



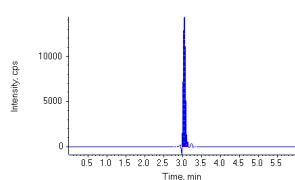
噁唑菌酮

392.000/331.000 Da



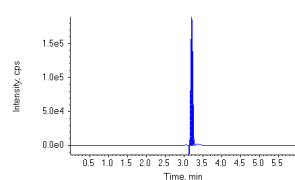
噁唑菌酮 (定性)

392.000/238.000 Da



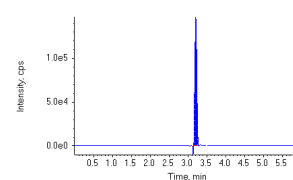
烯肟菌胺

434.100/171.000 Da



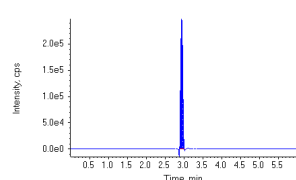
烯肟菌胺 (定性)

434.100/212.000 Da



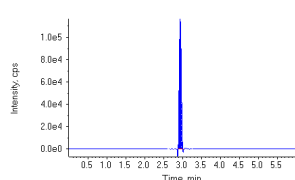
苯线磷

304.200/217.100 Da



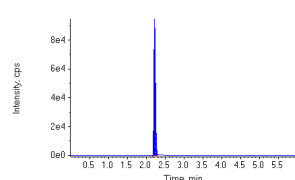
苯线磷 (定性)

304.200/202.000 Da



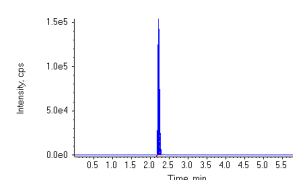
苯线磷砒

336.000/308.000 Da



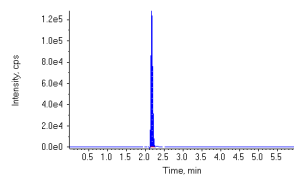
苯线磷砒 (定性)

336.000/266.000 Da



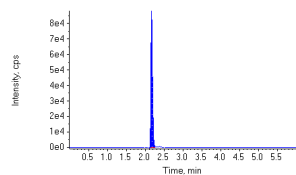
苯线磷亚砷

320.100/233.000 Da



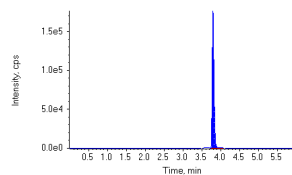
苯线磷亚砷 (定性)

320.100/171.000 Da



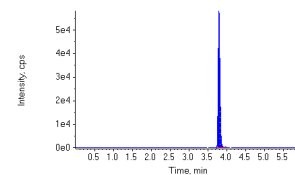
喹螨醚

307.200/161.000 Da



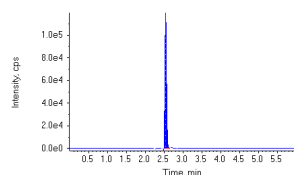
喹螨醚 (定性)

307.200/131.100 Da



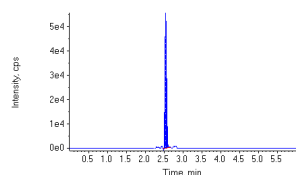
氯吡脲

248.100/129.000 Da



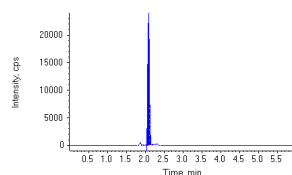
氯吡脲 (定性)

248.100/93.000 Da



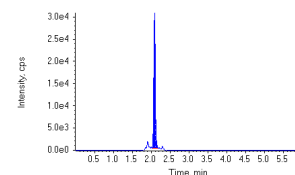
安硫磷

258.000/199.000 Da



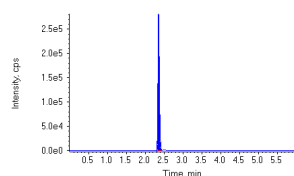
安硫磷 (定性)

258.000/125.000 Da



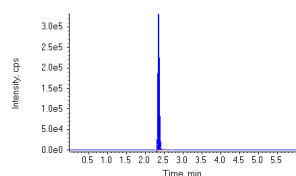
噻唑磷

284.000/228.000 Da



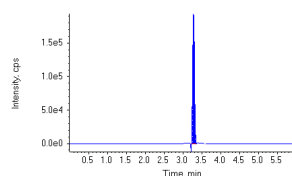
噻唑磷 (定性)

284.000/104.000 Da



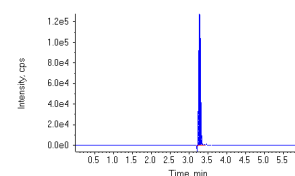
呋线威

383.200/195.000 Da



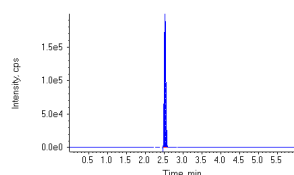
呋线威 (定性)

383.200/252.000 Da



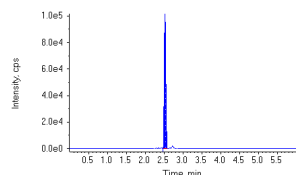
庚烯磷

251.000/127.000 Da



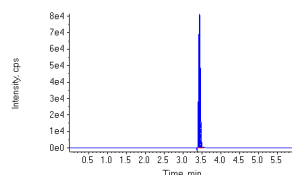
庚烯磷 (定性)

251.000/125.000 Da



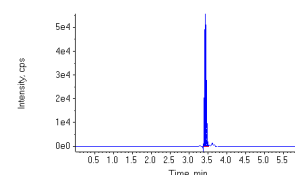
噻螨酮

353.000/228.000 Da



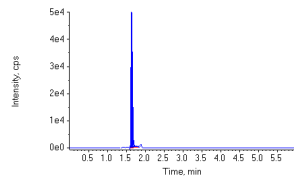
噻螨酮 (定性)

353.000/168.000 Da



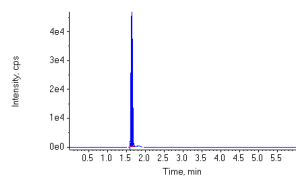
吡虫啉

256.100/175.000 Da



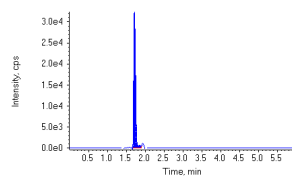
吡虫啉 (定性)

256.100/209.000 Da



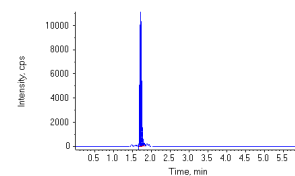
氯噻啉

262.100/181.100 Da



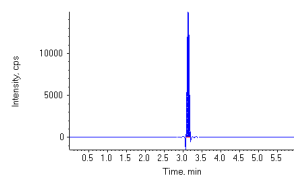
氯噻啉 (定性)

262.100/122.000 Da



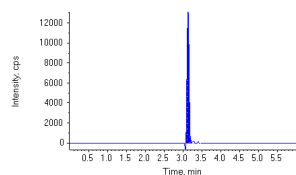
茚虫威

528.000/293.000 Da



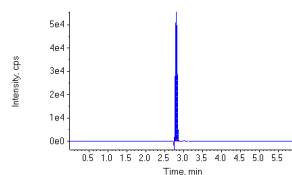
茚虫威 (定性)

528.000/249.000 Da



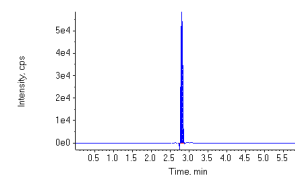
氯唑磷

316.000/164.000 Da



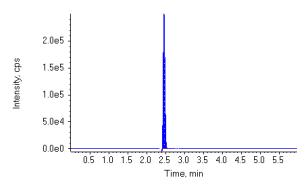
氯唑磷 (定性)

316.000/122.000 Da



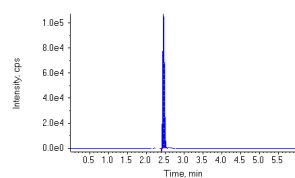
异丙威

194.000/95.000 Da



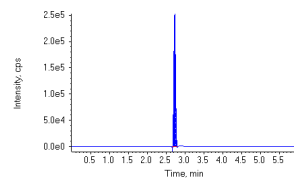
异丙威 (定性)

194.000/137.000 Da



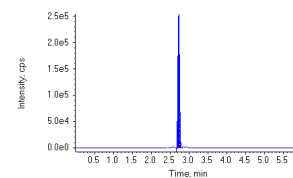
甲硫威

226.100/169.200 Da



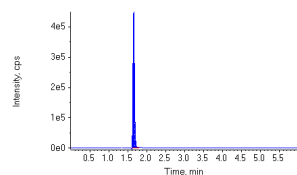
甲硫威 (定性)

226.100/121.100 Da



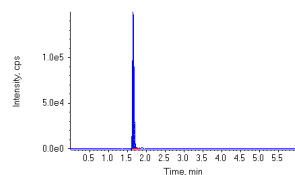
甲硫威亚砷

242.000/185.000 Da



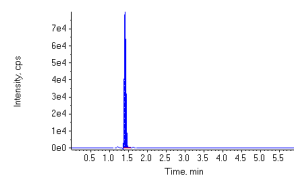
甲硫威亚砷 (定性)

242.000/122.000 Da



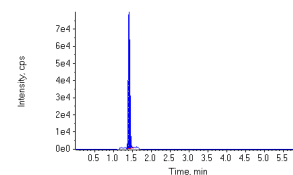
灭多威

163.000/88.000 Da



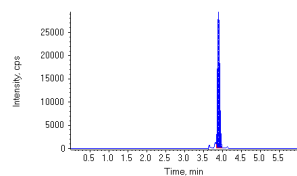
灭多威 (定性)

163.000/106.000 Da



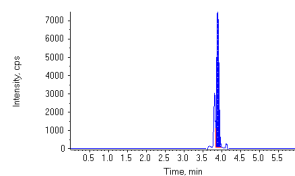
烯虫酯

279.000/191.000 Da



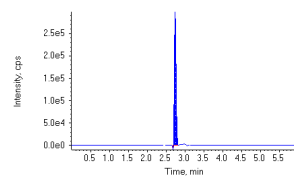
烯虫酯 (定性)

279.000/237.000 Da



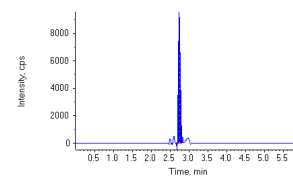
甲氧虫酰肼

369.200/149.100 Da



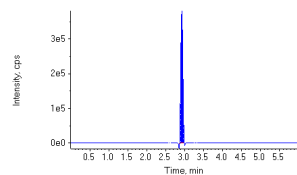
甲氧虫酰肼 (定性)

369.200/133.000 Da



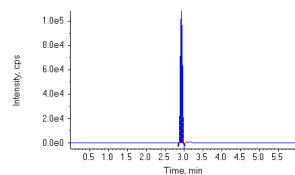
异丙甲草胺

284.100/251.900 Da



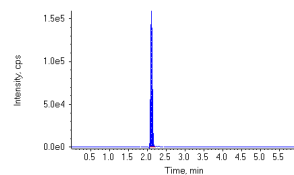
异丙甲草胺 (定性)

284.100/176.000 Da



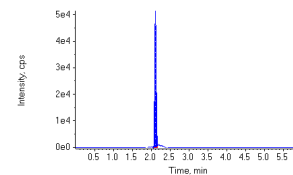
速灭威

166.100/109.000 Da



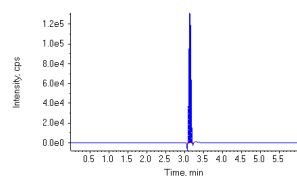
速灭威 (定性)

166.100/94.200 Da



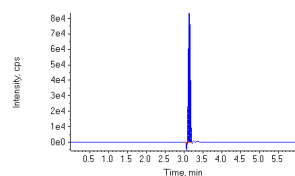
苯菌酮

409.000/209.100 Da



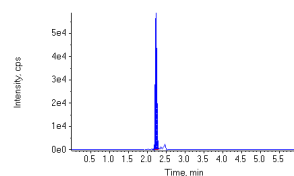
苯菌酮 (定性)

409.000/227.100 Da



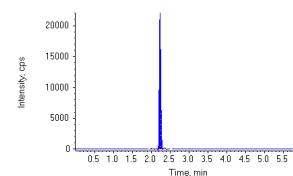
噻草酮

215.100/187.100 Da



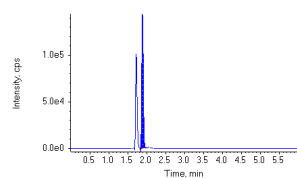
噻草酮 (定性)

215.100/84.100 Da



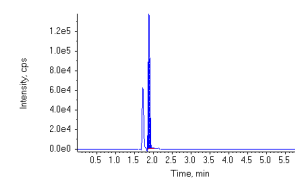
速灭磷

225.000/127.000 Da



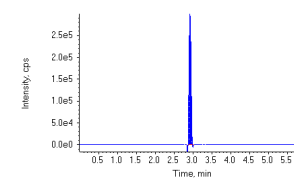
速灭磷 (定性)

225.000/193.000 Da



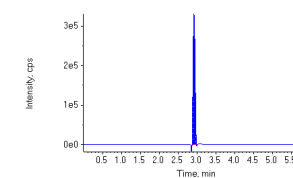
啉氧菌酯

368.100/205.100 Da



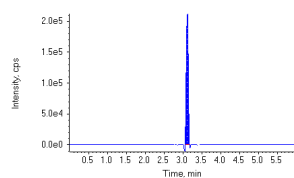
啉氧菌酯 (定性)

368.100/145.100 Da



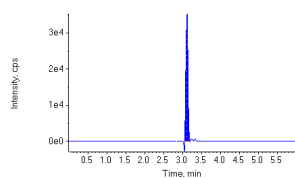
咪鲜胺

376.200/308.000 Da



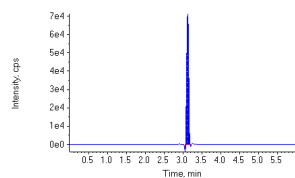
咪鲜胺 (定性)

376.200/266.000 Da



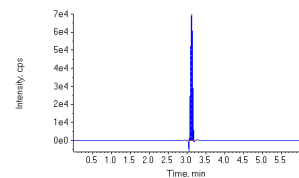
咪鲜胺 - 脱氨基咪唑

325.000/282.000 Da



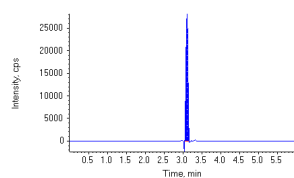
咪鲜胺 - 脱氨基咪唑 (定性)

327.000/284.000 Da



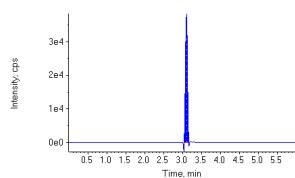
咪鲜胺 - 脱咪唑甲酰胺基

353.000/308.000 Da



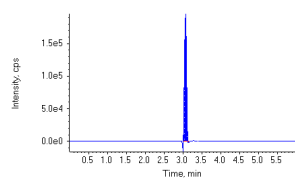
咪鲜胺 - 脱咪唑甲酰胺基 (定性)

355.000/310.000 Da



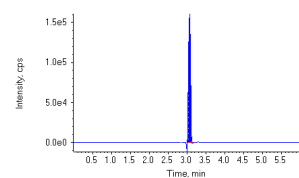
吡唑醚菌酯

388.100/194.000 Da



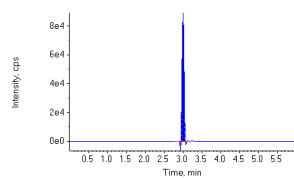
吡唑醚菌酯 (定性)

388.100/163.000 Da



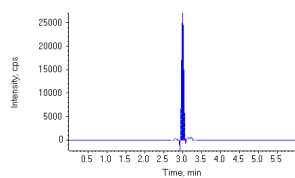
吡草醚

413.000/339.000 Da



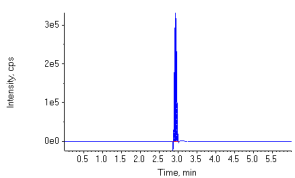
吡草醚 (定性)

413.000/253.000 Da



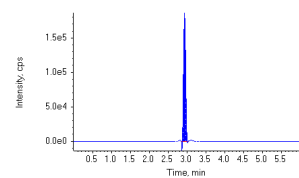
唑胺菌酯

382.100/194.100 Da



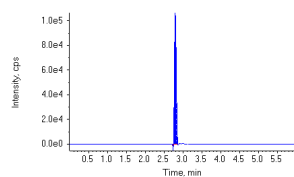
唑胺菌酯 (定性)

382.100/163.000 Da



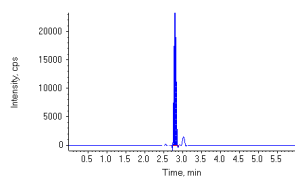
吡啶磺隆

415.100/182.000 Da



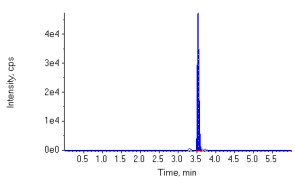
吡啶磺隆 (定性)

415.100/139.000 Da



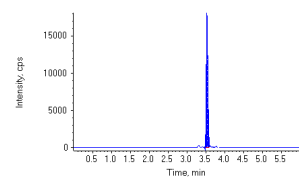
除虫菊素 I

329.200/161.100 Da



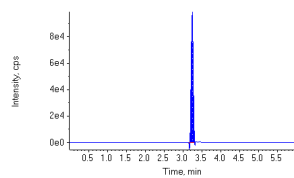
除虫菊素 I (定性)

329.200/133.100 Da



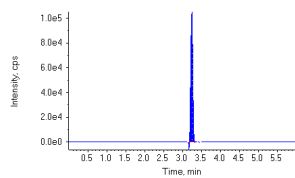
啞啞肟草醚

610.200/413.100 Da



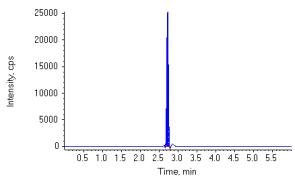
啞啞肟草醚 (定性)

610.200/180.100 Da



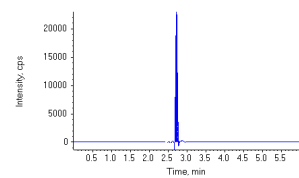
啞霉胺

200.000/183.000 Da



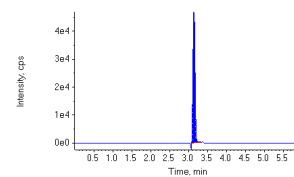
啞霉胺 (定性)

200.000/168.000 Da



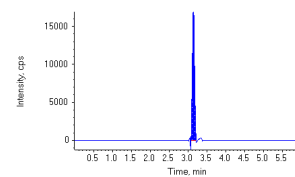
多杀霉素 D

746.400/142.000 Da



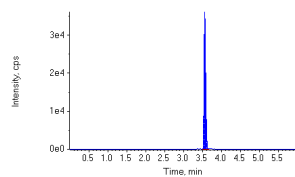
多杀霉素 D (定性)

746.400/98.000 Da



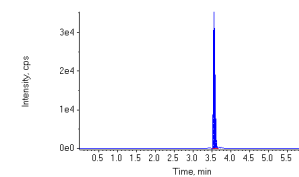
螺螨酯

411.200/313.100 Da



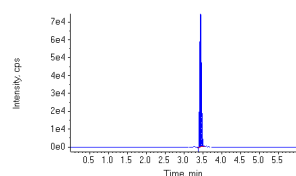
螺螨酯 (定性)

411.200/71.100 Da



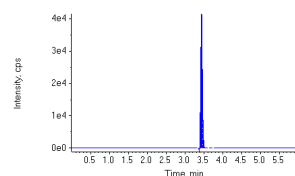
螺甲螨酯

388.000/273.000 Da



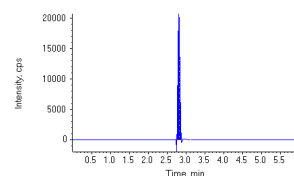
螺甲螨酯 (定性)

388.000/255.000 Da



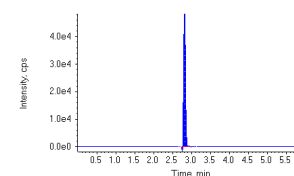
螺虫乙酯

374.000/302.000 Da



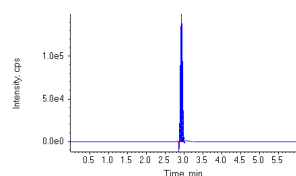
螺虫乙酯 (定性)

374.000/330.000 Da



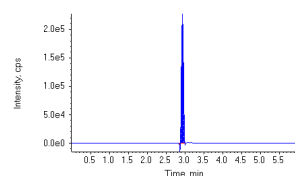
虫酰肼

353.100/133.100 Da



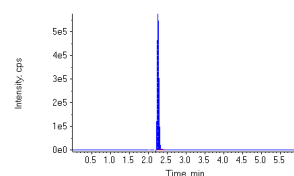
虫酰肼 (定性)

353.100/297.100 Da



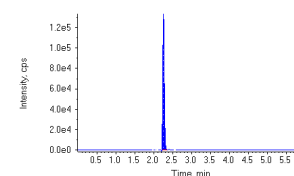
丁噻隆

229.100/172.000 Da



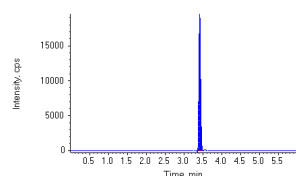
丁噻隆 (定性)

229.100/116.100 Da



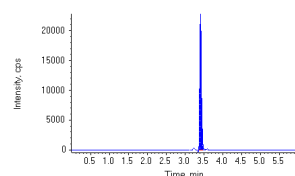
氟苯脲

381.100/158.200 Da



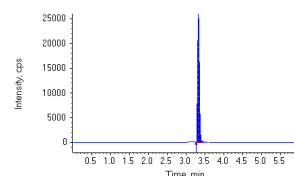
氟苯脲 (定性)

381.100/141.200 Da



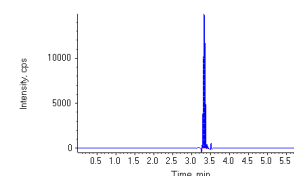
特丁硫磷

289.100/103.100 Da



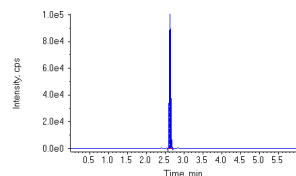
特丁硫磷 (定性)

289.100/233.200 Da



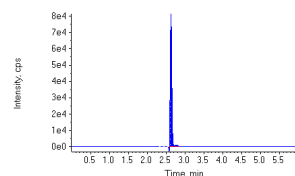
特丁硫磷砒

321.000/97.000 Da



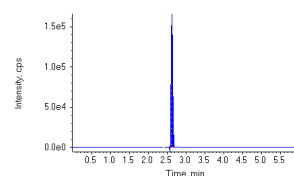
特丁硫磷砒 (定性)

321.000/115.000 Da



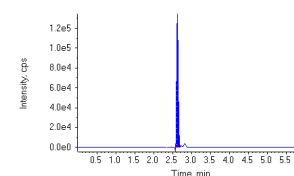
特丁硫磷亚砒

305.000/187.000 Da



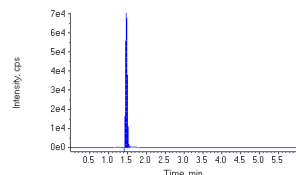
特丁硫磷亚砒 (定性)

305.000/131.000 Da



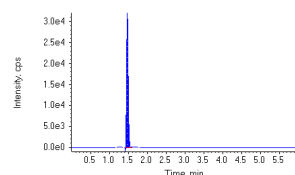
噻虫嗪

292.000/211.000 Da



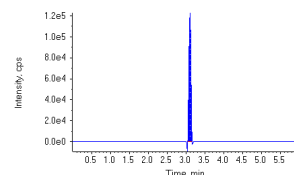
噻虫嗪 (定性)

292.000/181.000 Da



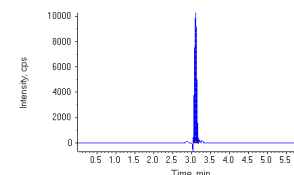
苯酰菌胺

336.000/186.900 Da



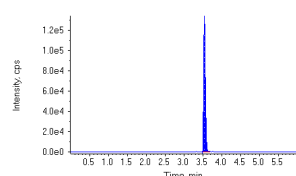
苯酰菌胺 (定性)

336.000/204.000 Da



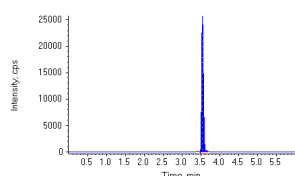
啉螨酯

422.000/366.100 Da



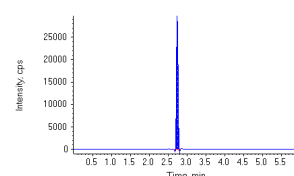
啉螨酯 (定性)

422.000/135.100 Da



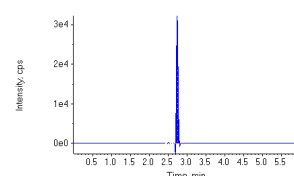
咯菌腈

266.100/229.000 Da



咯菌腈 (定性)

266.100/158.000 Da



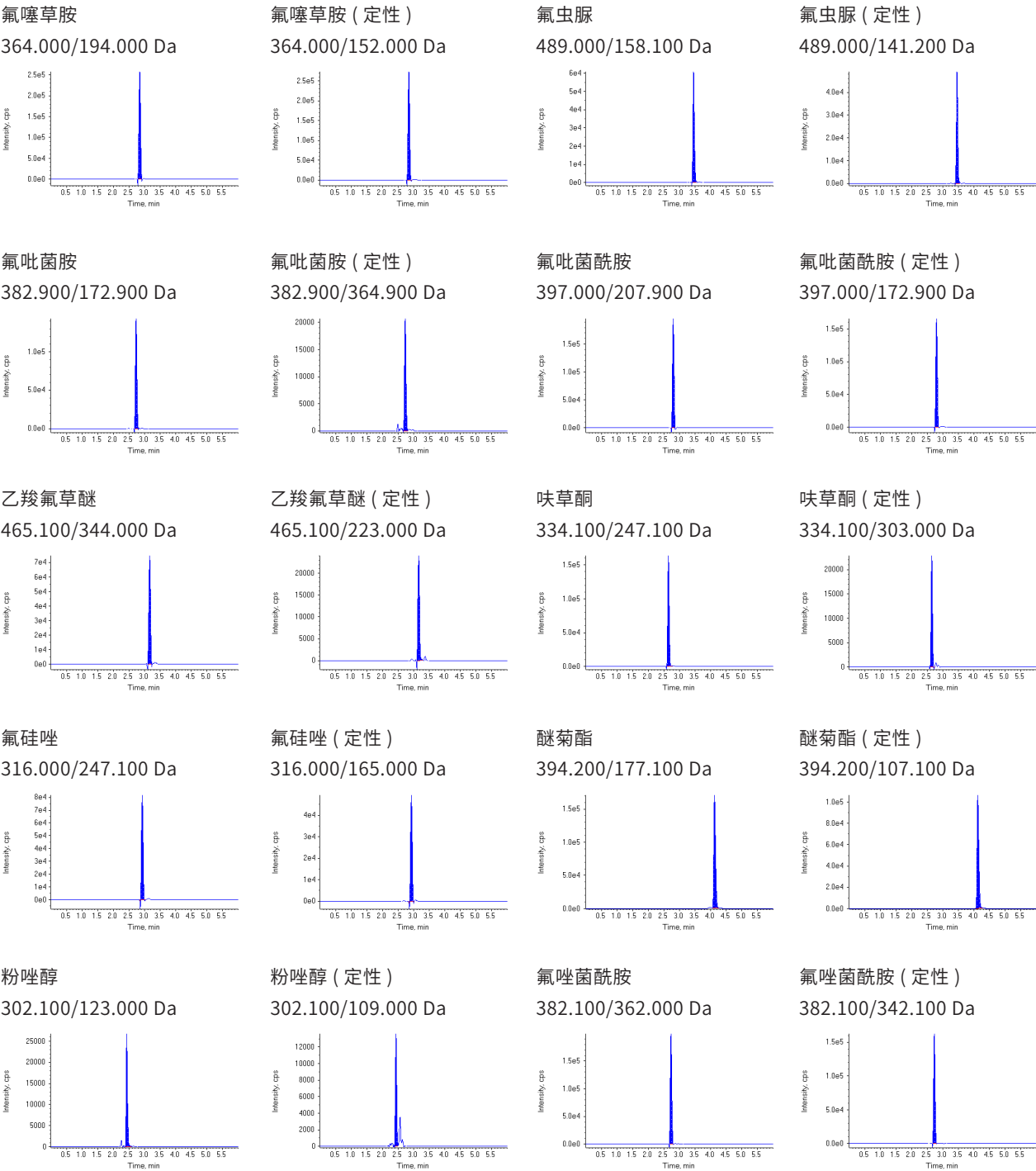


图 3 农药多残留标准溶液特征离子质谱图 (0.0200mg/L)

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010CH	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸二钠 + 陶瓷均质子，50 ml 离心管	50 支 / 盒
COQ050020CH	6g 无水硫酸镁、1.5g 醋酸钠 + 陶瓷均质子，50 ml 离心管	50 支 / 盒
COQ015020H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、15 mg GCB，15 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015047H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA、400mgC18 及 200 mg GCB，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

GB 23200.121-2021 《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》

准确称取黄瓜试样 10.0 g (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入乙腈 10 mL, 涡旋混合 5 min., 加入 QuEChERS 萃取盐包 (Cat: COQ050010H) 立即摇散, 剧烈振荡 1 min, 然后再涡旋混合 5 min, 最后以 8000 r/min 离心 5 min。

取上述提取物的上清液 6 mL 于 QuEChERS 净化管 (Cat: COQ015022H) 中, 涡旋振荡 5 min, 以 8000 r/min 离心 5 min, 精密移取上清液 1 mL 置氮吹仪于 40°C 浓缩至近干, 用初始流动相定容至 1 mL, 涡旋混匀, 过 0.22 μm 尼龙滤膜, 上机测试。

称取 10.0 g 试样按照上述一、二步骤操作至浓缩约 0.2 mL, 作为空白基质底液。分别准确移取一定量的混合标准液加入空白基质底液, 用初始流动相定容至 1mL, 配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液, 过 0.22 μm 尼龙滤膜, 上机测试。

表 1 流动相及其梯度条件

时间 /min	A/%	B/%
0.0	98	2
2.0	95	5
8.0	70	30
16.5	30	70
17.5	30	70
19	2	98
21	2	98
21.5	98	2
22	98	2

表2 组分名称、保留时间及特征离子一览表(*为定量离子)

名称	保留时间/min	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)
甲胺磷	1.48	142.1	94.1*,125.1
久效磷	6.86	224.1	192.9*,109.1
克百威	12.17	222.3	165.0*,123.1
水胺硫磷	14.49	312.0	269.9,235.9*
硫环磷	10.54	256.0	227.9*,139.9
甲基硫环磷	6.78	228.0	167.9*,109.1
吡虫啉	7.76	256.1	209.0*175.1
马拉硫磷	16.26	331.0	127.1*,199.0
啶虫脒	8.71	223.2	126.0*,99.0

乐果	8.17	230.0	198.9*,125.1
氧化乐果	3.69	214.1	182.9*,125.0
硫双威	13.73	355.1	88.1*,107.8
残杀威	11.97	210.0	111.0*,168.0
异丙威	13.71	194.0	95.1*,137.1
苯线磷砒	13.04	336.1	266.0*,308.1
内吸磷	15.01	259.1	89.1*,61.2
苯线磷亚砒	12.72	320.1	233.0*,292.0
涕灭威砒	12.17	233.2	166.0*,72.0
特丁硫磷亚砒	15.33	305.0	248.9*,187.2
特丁硫磷砒	15.39	321.1	274.9*,171.0
甲拌磷砒	13.89	293.1	247.0*,251.9
灭线磷	16.74	243.1	172.9*,214.9
3- 羟基克百威	8.74	238.2	181.0*,163.0
甲拌磷亚砒	13.57	277.1	125.1*,259.0
多菌灵	4.76	192.1	160.1*,132.0
磷胺	11.62	300.0	174.0*,127.0
甲磺隆	12.74	382.0	167.3*,198.9
猛杀威	15.27	208.0	109.0*,151.1
氯唑磷	16.62	314.0	162.3*,271.9

表 3 加标回收率结果 (加标水平为 100 $\mu\text{g/kg}$)

目标物	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
甲胺磷	81.0	75.9	72.1	76.3	5.8
久效磷	92.1	95.8	88.8	92.3	3.8
克百威	73.4	78.9	72.0	74.8	4.9
水胺硫磷	97.6	108.9	107.6	104.7	5.9
硫环磷	89.9	95.8	91.0	92.2	3.4
甲基硫环磷	87.7	93.5	89.0	90.1	3.4
吡虫啉	88.6	95.1	86.5	90.1	5.0
马拉硫磷	67.1	70.4	62.6	66.7	5.8
啶虫脒	90.8	94.3	86.4	90.5	4.4
乐果	82.3	92.6	85.0	86.6	6.2
氧化乐果	86.6	94.6	86.2	89.1	5.3
硫双威	75.3	79.8	71.8	75.6	5.3
残杀威	86.7	92.5	85.1	88.1	4.4
异丙威	79.6	84.5	80.3	81.5	3.2
苯线磷砒	95.3	98.9	99.1	97.8	2.2
内吸磷	80.9	94.0	86.1	87.0	7.6
苯线磷亚砒	100.3	98.1	94.5	97.6	3.0
涕灭威砒	74.3	66.9	71.1	70.8	5.3
特丁硫磷亚砒	75.1	70.7	67.7	71.1	5.2
特丁硫磷砒	78.1	84.7	74.9	79.2	6.3
甲拌磷砒	84.6	83.3	75.0	81.0	6.5
灭线磷	71.9	75.8	70.1	72.6	4.0
3- 羟基克百威	86.6	93.8	91.6	90.7	4.1
甲拌磷亚砒	85.3	90.0	86.3	87.2	2.8
多菌灵	88.4	90.0	82.5	87.0	4.6
磷胺	87.9	93.5	87.5	89.6	3.7
甲磺隆	60.1	62.1	58.0	60.1	3.4
猛杀威	62.0	68.1	60.3	63.5	6.4
氯唑磷	63.3	67.7	60.8	63.9	5.5

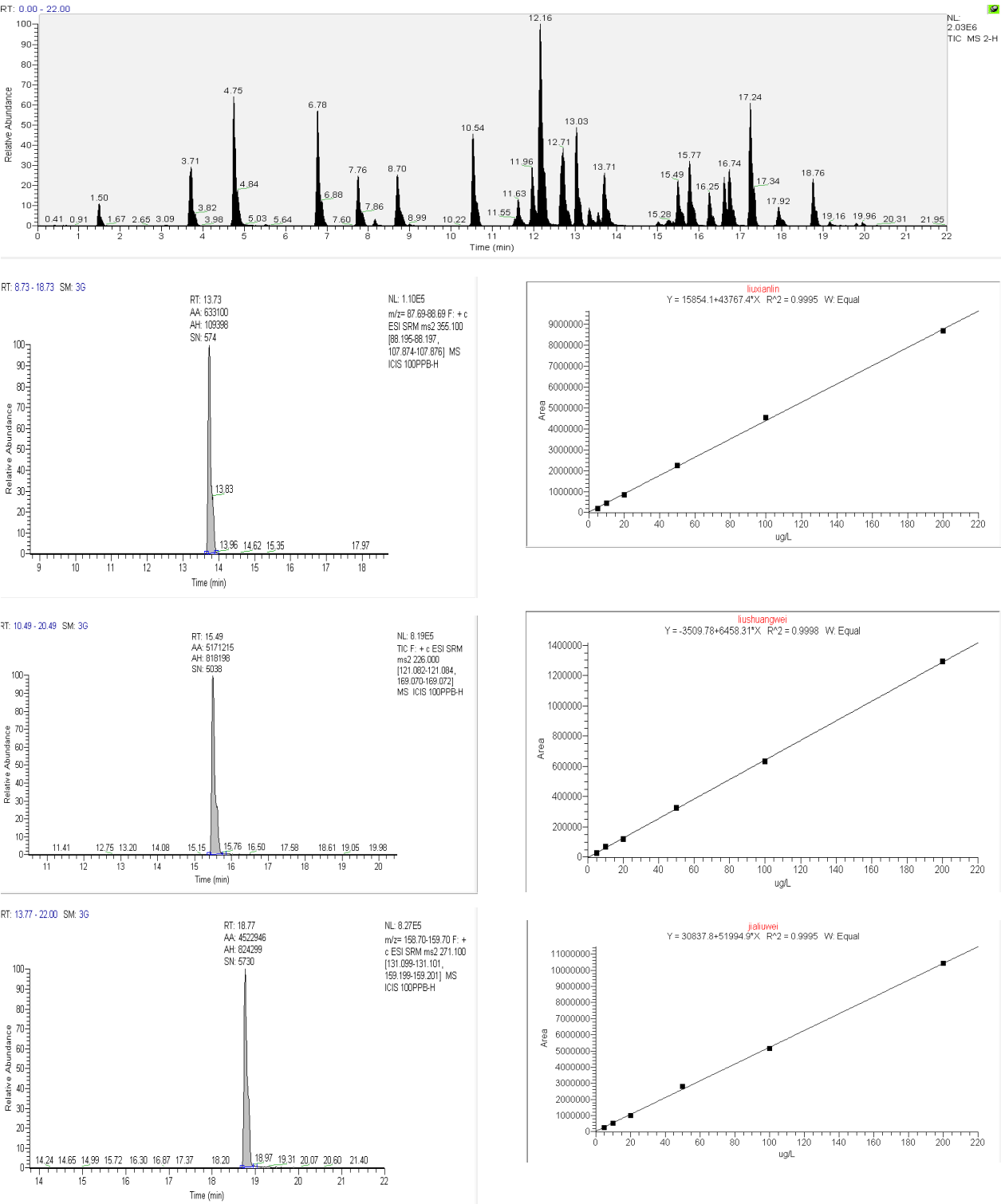


图1 加标水平 100 µg/kg 的多种农药残留总离子流及部分提取离子色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4g MgSO ₄ 、1g NaCl、1g 柠檬酸钠、0.5g 柠檬酸钠二钠，50mL 离心管，内含离心管架，	50 支 / 盒
COQ015022H	900mg 无水 MgSO ₄ 、150mg PSA、15mL 离心管，内含离心管架	50 包 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

QuEChERS 方法对茶叶中多种农药残留的 UPLC-MS/MS 测定

《GB 23200.113-2018 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定》

一、样品提取

准确称取 2.0 g 经粉碎的绿茶于 50 mL 离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀 30s，静置 30 min，加入 15 mL 1% 乙酸乙腈，2500 rpm 涡旋 2 min，然后加入 6 g 无水硫酸镁，1.5 g 醋酸钠盐包（Cat.No.COQ050020H），手动混匀后 2500 rpm 涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min，上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取 8 mL 待净化液加入至 15 mL QuEChERS 净化管（Cat.No.COQ015047H），涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min，准确吸取 2 mL 上清液于另一干净 15 mL 离心管中，40℃水浴氮气吹至近干，用 1 mL 60% 乙腈水溶液重新溶解，过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、标曲配制

称取空白茶叶样品 2.0 g 按照上述一、二步骤进行至氮吹近干，作为空白基质提取液；
分别精密量取一定量的混合标准液加入到空白基质提取液中，用 60% 乙腈水溶液定容至 1 mL，配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸） B：甲醇（0.1% 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	98	2
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	30	70
9.0	30	70
10.0	2	98
13.5	2	98
14.0	98	2
15.0	98	2

流速：0.4 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	甲胺磷	0.98	142.1	94.083*, 125.0
2	乙酰甲胺磷	2.95	184.0	143.0*, 125.0
3	久效磷	5.30	224.1	192.929*, 109.071
4	甲基硫环磷	5.35	228.0	167.917*, 109.083
5	内吸磷	7.10	259.1	230.917*, 141.929
6	硫环磷	7.11	256.0	139.917*, 227.917
7	磷胺	7.46	300.0	174.0*, 127.0
8	水胺硫磷	8.8	312.0	269.887*, 235.958
9	马拉硫磷	9.79	331.0	99.083*, 127.071
10	氯唑磷	10.7	314.0	162.0*, 271.917
11	灭线磷	10.16	243.1	214.988*, 172.917
12	苯线磷	10.29	304.1	216.917*, 233.929
13	甲基异硫磷	10.53	332.2	230.917*, 121.071
14	治螟磷	10.63	323.0	294.917*, 170.929
15	蝇毒磷	10.68	363.0	226.917*, 306.917
16	伏杀硫磷	10.72	368.1	181.917*, 321.946
17	倍硫磷	10.73	279.0	246.917*, 168.958
18	地虫硫磷	10.75	247.0	109.083*, 137.0
19	甲拌磷	10.83	261.0	75.238*, 170.845
20	多菌灵	4.56	192.1	160.054*, 132.012
21	乐果	6.22	230.0	198.988*, 125.125
22	氧乐果	3.55	214.1	182.917*, 125.0
23	啉虫脒	6.29	223.2	126*, 90.179
24	吡虫啉	5.82	256.1	209.0*, 175.083
25	硫双威	8.46	355.1	88.196*, 107.875
26	涕灭威亚砷	3.90	207.1	89.167*, 132.054
27	克百威	7.89	222.3	165.012*, 123.083
28	丁硫克百威	11.53	381.2	118.1*, 160.146
29	甲磺隆	8.02	382.0	167.0*, 198.929
30	氯磺隆	8.29	358.0	167.0*, 141.042
31	胺苯磺隆	8.42	411.1	196.0*, 168.0
32	莠去津	8.69	216.0	173.946*, 132.083
33	啉菌酯	8.02	404.0	372.083*, 344.143
34	啉菌环胺	9.86	226.1	210.083*, 108.298
35	肟菌酯	10.89	409.3	186.0*, 145.0
36	除虫脲	10.38	311.0	158.071*, 141.071
37	密霉胺	8.67	200.0	183.054*, 182.03
38	丁草胺	11.09	312.0	238.083*, 162.137
39	特丁硫磷	11.09	289.1	103.125*, 57.363
40	毒死蜱	11.22	350.0	197.905*, 321.905

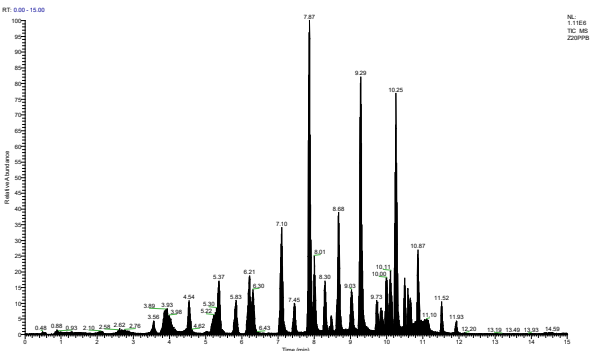


图 1 添加浓度为 20 μg/L 的 40 种农药残留检测的总离子流图

五、实验结果

表 3 绿茶中 40 种农药残留加标回收结果

目标物	加标浓度 (mg/kg)	回收率				平均回 收率 %	RSD %
		1	2	3	4		
甲胺磷	0.375	93.50	95.26	90.02	94.89	93.4	2.6
	0.500	86.30	85.48	83.44	81.48	84.2	2.6
乙酰甲胺 磷	0.375	94.77	91.90	93.05	96.14	94.0	2.0
	0.500	85.95	87.82	87.45	84.46	86.4	1.8
氧乐果	0.375	94.35	94.13	86.86	94.10	92.4	4.0
	0.500	98.56	103.99	100.69	97.38	100.2	2.9
涕灭威亚 矾	0.375	87.68	106.83	93.02	88.44	94.0	9.4
	0.500	110.81	104.14	90.93	105.29	102.8	8.2
多菌灵	0.375	79.85	76.13	69.55	74.57	75.0	5.7
	0.500	77.77	80.34	78.07	75.99	78.0	2.3
久效磷	0.375	80.77	86.43	89.67	78.75	83.9	6.0
	0.500	127.14	102.76	120.45	75.35	106.4	21.7
甲基硫环 磷	0.375	83.53	84.11	82.54	77.98	82.0	3.4
	0.500	87.93	103.83	99.07	76.16	91.7	13.5
吡虫啉	0.375	90.94	91.04	86.28	78.76	86.8	6.7
	0.500	91.63	71.99	77.40	82.58	80.9	10.3
乐果	0.375	87.36	94.66	89.69	94.76	91.6	4.0
	0.500	89.77	92.57	94.66	96.46	93.4	3.1
啉虫脒	0.375	86.60	83.96	82.70	83.23	84.1	2.1
	0.500	84.75	83.13	85.85	91.07	86.2	4.0
内吸磷	0.375	81.25	87.00	85.49	77.31	82.8	5.3
	0.500	87.08	83.95	85.80	82.12	84.7	2.6
硫环磷	0.375	97.60	96.31	91.93	93.63	94.9	2.7
	0.500	91.64	92.06	91.75	93.56	92.2	1.0
磷胺	0.375	100.00	102.76	98.27	97.51	99.6	2.3
	0.500	90.51	92.44	94.48	94.44	93.0	2.0
克百威	0.375	113.18	110.92	107.06	102.80	108.5	4.2
	0.500	107.98	104.91	111.24	107.99	108.0	2.4
甲磺隆	0.375	81.52	82.93	76.87	76.69	79.5	4.0
	0.500	75.90	77.25	77.65	78.14	77.2	1.2
氯磺隆	0.375	62.05	59.20	58.55	58.11	59.5	3.0
	0.500	59.72	58.90	64.41	60.88	61.0	4.0
胺苯磺隆	0.375	95.80	86.70	85.17	82.49	87.5	6.6
	0.500	84.07	84.91	88.35	92.10	87.4	4.2
硫双威	0.375	89.22	84.02	79.81	81.35	83.6	4.9
	0.500	75.77	72.60	79.59	79.16	76.8	4.3
灭霉胺	0.375	82.82	83.21	81.60	77.43	81.3	3.3
	0.500	76.40	76.01	80.33	77.57	77.6	2.5
秀去津	0.375	94.89	95.29	91.28	88.90	92.6	3.3
	0.500	87.60	86.69	92.07	93.05	89.9	3.5
水胺硫磷	0.375	87.89	101.94	100.58	97.34	96.9	6.5
	0.500	92.13	91.69	84.77	82.52	87.8	5.5
啉菌酯	0.375	102.39	100.91	99.60	96.35	99.8	2.6
	0.500	93.23	89.52	96.54	97.36	94.2	3.8
马拉硫磷	0.375	84.75	87.95	82.87	85.06	85.2	2.5
	0.500	86.09	79.61	80.76	82.99	82.4	3.5

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 硫酸镁、1.5 g 无水醋酸钠，50 mL 离心管，带离心管架	50 支 / 盒
COQ015047H	1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA、400 mg C18、200 mg GCB，15 mL 离心管，带离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	尼龙 /Φ47 mm/0.22 μm/ 有机系	200 片 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

啉菌环胺	0.375	82.58	87.75	81.88	83.91	84.0	3.1
	0.500	78.37	76.22	83.72	81.94	80.1	4.2
氯唑磷	0.375	90.57	92.09	90.46	86.98	90.0	2.4
	0.500	86.81	85.68	85.56	86.90	86.2	0.8
灭线磷	0.375	93.17	92.97	90.98	89.82	91.7	1.8
	0.500	82.77	82.91	87.02	87.06	84.9	2.9
苯线磷	0.375	89.62	93.13	89.20	89.69	90.4	2.0
	0.500	80.85	80.15	85.95	85.92	83.2	3.8
除虫脲	0.375	85.66	86.01	86.25	82.06	85.0	2.3
	0.500	78.16	77.44	82.00	82.77	80.1	3.3
甲基异硫 磷	0.375	90.27	92.40	89.23	90.69	90.6	1.5
	0.500	82.96	84.77	88.74	86.63	85.8	2.9
治螟磷	0.375	89.73	91.74	88.63	89.30	89.8	1.5
	0.500	79.30	77.89	83.75	84.95	81.5	4.2
蝇毒磷	0.375	92.17	91.22	88.96	89.39	90.4	1.7
	0.500	78.28	78.94	81.78	82.63	80.4	2.6
伏杀硫磷	0.375	90.35	93.47	84.54	84.98	88.3	4.9
	0.500	81.69	78.38	80.65	80.26	80.2	1.7
倍硫磷	0.375	90.61	87.86	82.13	74.41	83.8	8.5
	0.500	76.61	71.34	78.97	74.90	75.5	4.3
地虫硫磷	0.375	88.85	86.47	88.61	84.27	87.1	2.5
	0.500	76.13	76.45	81.75	82.53	79.2	4.3
甲拌磷	0.375	86.61	87.82	88.97	82.15	86.4	3.5
	0.500	78.50	81.91	82.23	90.33	83.2	6.0
肟菌酯	0.375	97.64	98.16	88.71	90.57	93.8	5.2
	0.500	92.31	91.54	97.13	97.35	94.6	3.3
丁草胺	0.375	88.42	88.29	84.32	84.10	86.3	2.8
	0.500	80.75	76.21	83.02	87.85	82.0	5.9
特丁硫磷	0.375	88.74	77.40	83.17	73.77	80.8	8.1
	0.500	80.76	84.26	78.75	75.38	79.8	4.7
毒死蜱	0.375	72.91	63.96	66.38	64.44	66.9	6.2
	0.500	69.73	66.96	76.19	68.69	70.4	5.7
丁硫克百 威	0.375	17.27	19.25	19.17	19.06	18.7	5.1
	0.500	12.75	13.12	15.05	15.35	14.1	9.4

六、注意事项

- 1) 该实验采用 UPLC-MS/MS 进行茶叶中多种农药残留的测定，QuEChER 方法净化，外标法定量，建议配制基质标曲进行定量，否则会存在基质效应，影响仪器准确定量；
- 2) 从表 3 绿茶中多农残添加回收结果可知：大部分农药回收率都在 70%-110% 之间，RSD 小于 10%，可以满足绝大多数客户测试需求。但该法不适合做丁硫克百威，回收率 20% 以下，是因为丁硫克百威在酸性条件下会分解为克百威，因此在酸性条件下检测出克百威，还需调整方法重新验证。
- 3) 茶叶样本需先加水静置 30 min，因为干燥的茶叶是蜷缩的，如采用此法直接用乙腈提取一次会造成提取不充分，结果假阴性。因此需先加水使茶叶舒展，提高乙腈的提取效率，EN15662-2018 中对此也有详细的描述。

茶叶中草甘膦和氨甲基膦酸残留量的测定（Copure® 草甘膦专用柱）

草甘膦（GLY）是一种高效、低毒、廉价的内吸传导型广谱灭生性除草剂，被广泛施用于茶园等农业生产中。随着草甘膦的广泛使用，其在茶叶、水果等植物源食品中残留量的检测越来越受到关注。草甘膦及其代谢物氨甲基膦酸具有极性、易溶于、难溶于各种有机溶剂，这给常规检测带来了极大的困难和挑战。

逗点生物在 2021 年推出过检测茶叶中 Copure® 草甘膦的专用柱（货号：COGLY3000）及其应用方案。然而，客户在方法开发时依然遇到了很多问题，如方法很难重现，峰形不好，质谱找不到母离子等，鉴于此我司对该法进行了完善，详细考察了其前处理条件，并用优化后的方法对红茶、绿茶、青茶进行了样品处理，都能够获得满意的实验结果。本文把完善后的方案及优化过程一并呈现给大家，供参考。

一、样品提取

准确称取经粉碎的茶叶 1.0 g 于 50 mL 离心管中，加入浓度为 10 µg/mL 草甘膦内标 100 µL，再加入 10 mL 水，涡旋混匀 15 min，超声提取 15 min，以 10000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® 草甘膦专用柱）

移取 5 mL 上清液至 50 mL 离心管中，加入 5 mL 二氯甲烷，涡旋混匀 5 min，以 10000 r/min 离心 5 min，取 2.5 mL 上清液过固相萃取柱（使用前用 3 mL 甲醇和 3 mL 水活化），弃掉前端几滴液体，再收集后续流出液，待衍生。

三、衍生

取 1.0 mL 上述的净化液，加入 0.2 mL 50 g/L 硼酸钠缓冲溶液，涡旋混匀，再加入 0.2 mL 10 g/L FMOC-Cl 丙酮衍生液，涡旋混匀后置于 45 °C 下衍生 2 h，以 10000 r/min 离心 5 min，过 0.22 µm 滤膜，上机测试。

四、标曲配制

吸取一定量的混合标准溶液和同位素内标溶液，用水稀释定容至 1.0 mL，使每毫升混合标准工作液含有同位素内标 100 ng/mL。加入 50 g/L 硼酸钠缓冲溶液 0.2 mL，混匀，再加入 10 g/L FMOC-Cl 溶液 0.2 mL，涡旋混匀后同样品置于 45 °C 下衍生 2 h，配制上机浓度分别为 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL。

五、仪器条件（Thermo Fisher TSQ Endura）

液相部分：

色谱柱：Commail® BEH T-C18(2.1 mm×100 mm,3 µm)

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液

B：乙腈

流速：0.4 mL/min

柱温：30 °C

进样量：5 µL

洗脱程序：梯度洗脱表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.0	95	5
4.0	70	30
6.0	70	30
6.1	5	95
6.6	5	95
7.1	95	5
7.4	95	5

质谱条件：

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：10 arb

离子传输管：260 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

名称	母离子	子离子
草甘膦-FMOC-Cl	392	213.9, 179.0*
氨甲基膦酸-FMOC-Cl	334	156.0, 179.1*
1,2-C13N15 草甘膦-FMOC-Cl	395	91.2

六、实验结果

5.1 测试数据

表 3 加标回收率结果

名称	0.10 mg/kg				0.50 mg/kg				1.0 mg/kg			
	草甘膦		氨甲基膦酸		草甘膦		氨甲基膦酸		草甘膦		氨甲基膦酸	
	回收率%	RSD %	回收率%	RSD %	回收率%	RSD %	回收率%	RSD %	回收率%	RSD %	回收率%	RSD %
龙井茶	78.6	8.1	74.5	7.2	80.3	5.3	78.6	5.7	89.7	4.9	87.6	4.6
铁观音	87.1	5.2	82.5	5.6	94.2	4.0	97.6	4.2	92.2	2.1	91.1	2.8
金骏眉	82.7	6.3	80.9	5.9	95.6	4.4	90.4	4.8	100.3	3.2	95.7	3.5
翠竹	76.4	7.1	75.1	7.5	81.2	5.1	79.8	5.6	88.2	5.0	85.6	4.7

5.2 测试色谱图

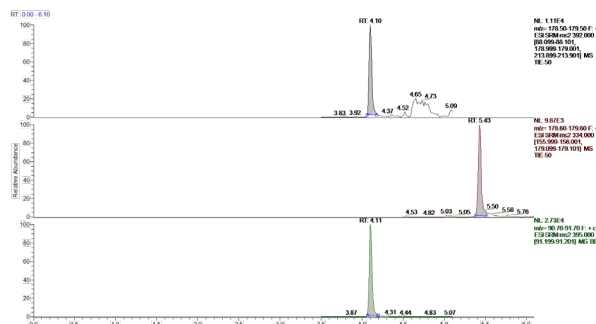


图 1 添加水平为 0.50 mg/kg 的铁观音总离子流图

七、实验过程分析

6.1 衍生剂浓度

如图 2 所示，考察衍生剂浓度分别为 1g/L、5g/L、6g/L、8g/L、10g/L 和 20g/L，添加量为 0.2 mL 时标液中目标物

的峰面积变化，从图中可以看出衍生剂加入量 $\geq 6\text{g/L}$ 时，目标物峰面积无明显变化。考虑到样本中的基质会消耗一定量的衍生剂，建议适当增大衍生剂的浓度，方案中衍生剂的浓度为 10g/L 。

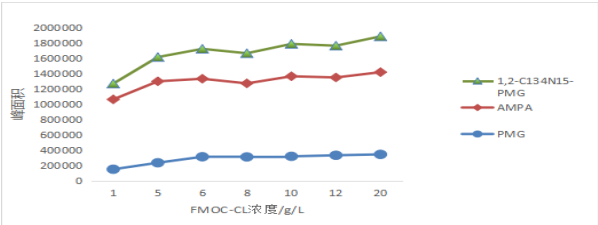


图 2 衍生剂浓度对目标物的影响

6.2 衍生时间

考察不同衍生时间， $0.5\sim 4$ 小时（衍生温度 40°C ）及 12 小时（室温过夜 20°C ）。结果如图 3 所示，草甘膦和氨甲基磷酸在衍生时间 ≥ 2 小时，目标物峰面积无明显变化，室温过夜有利于衍生完成。综合考虑时效性，方案中衍生时长为 2 小时。

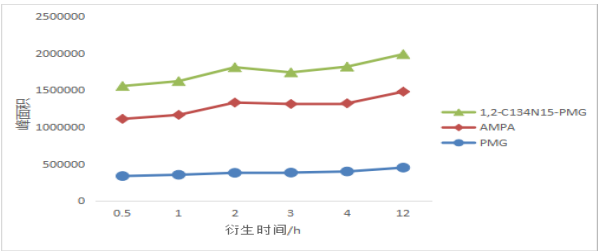


图 3 衍生时间对目标物的影响

6.3 衍生温度

考察不同温度对衍生的影响，衍生温度大于 35°C 时，草甘膦和氨甲基磷酸以及内标的峰面积无太大差异，方案中选择 45°C 为衍生温度。

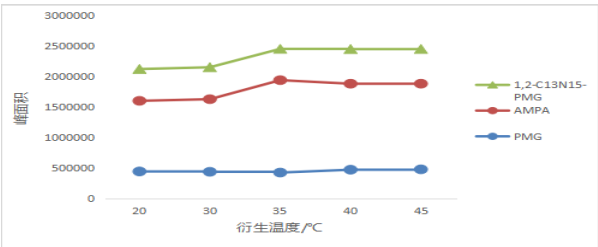


图 4 衍生温度对目标物的影响

6.4 硼酸钠浓度

如图 5，不同浓度硼酸钠缓冲溶液对草甘膦和氨甲基磷酸以及内标的衍生影响较小， 50g/L 硼酸钠缓冲溶液已经能获得较为理想的衍生效果，而浓度高的硼酸钠溶液会污染质谱，方案采用 50g/L 的硼酸钠。

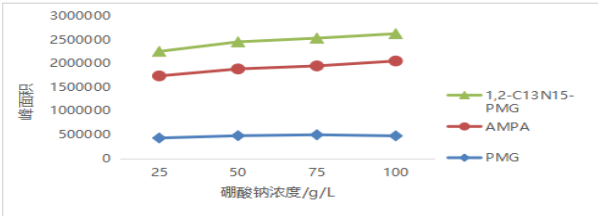


图 5 硼酸钠浓度对目标物的影响

6.5 衍生剂存储时间

考察不同存储时间的 FMOC-Cl 对目标物的影响，实验结果如图 6 所示。FMOC-Cl 存储时间对于草甘膦及其内标影响较小，但对氨甲基磷酸有显著影响，储存时间越长峰面积越小。

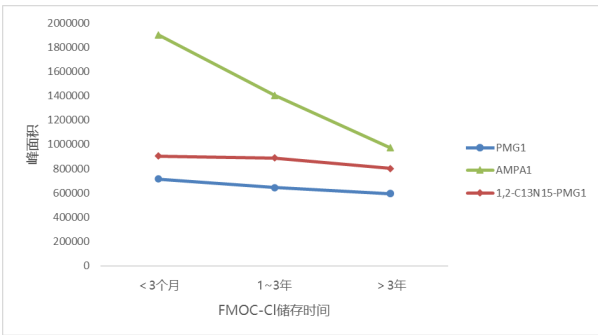


图 6 衍生剂存储时间对目标物的影响

说明：

1. 不同类型的茶叶所含干扰基质不一样，实际处理时可对方法进行适当调整，如对颜色深的提取液可多次加入二氯甲烷净化，且在衍生时提高衍生剂的浓度。
2. 前处理中可加入微量饱和醋酸铅溶液（如 $20\text{ }\mu\text{L}$ ），用于沉淀酚类干扰物，此时可获得较为澄清的上机溶液。值得注意的是，醋酸铅的加入会导致氨甲基磷酸响应变低，但不会影响草甘膦的响应，可综合考虑选择性使用。
3. 仪器条件优化，草甘膦和氨甲基磷酸受基质抑制影响严重，灵敏度低的仪器在优化时很难找到相应的母离子，此时，可直接参考文献或者标准输入同类型仪器的参数。

订购信息

货号	描述	包装
COGLY3000	Copure® 草甘膦专用柱	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PES	水系针式过滤器，直径 13 mm，孔径 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ ，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 $11.6^{\circ}32\text{ mm}$ ，9-425	100 个 / 盒

QuEChERS 对蔬菜和谷物基质中农药多残留测定效果比对

(参考方法 GB 23200.121)

实验导读

农药残留是食品安全最常见的威胁之一，尤其是在如蔬菜，谷物，水果，茶叶等常见农产品中。如何对农产品中的农药残留进行痕量分析及样品前处理已成为业内的一大挑战。QuEChERS (quick、easy、cheap、effective、rugged and safe) 方法具有快速、简便、高效、安全等特点，能够对蔬果、谷物等基质中痕量农残进行有效分离。近年来，配合液质、气质仪器的高灵敏度、选择性，QuEChERS 技术得到了长足的发展。

本实验参考 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》标准中的 QuEChERS 前处理方案，选用不同基质的样品（简单基质 - 白菜，复杂基质 - 韭菜，谷物 - 玉米粉），以 Copure® 品牌的 QuEChERS 产品与进口 A 品牌的 QuEChERS 产品分别进行实验，进行净化效果及回收率比对。从实验结果可以看出，不论哪种基质，Copure® 品牌都能达到与进口 A 品牌等同效果。

一、分析步骤

1.1 蔬菜样品提取

分别准确称取粉碎后的试样 10.0 g（精确至 0.001 g）于 50 mL 离心管中，加入乙腈 10 mL，涡旋振荡 1 min，再分别加入两种品牌的 QuEChERS 萃取盐包（Copure® 品牌：COQ050010H，A 品牌：#1），盖上离心管盖，立即摇散，剧烈振摇 1 min，再涡旋混合 5 min，最后以 4000 r/min 离心 5min。上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

分别取上述白菜的待净化液 6 mL 至 15 mL QuEChERS 净化管（Copure® 品牌：Cat.COQ015022H，A 品牌：#2），韭菜的待净化液 6 mL 至 15 mL QuEChERS 净化管（Copure® 品牌：Cat.COQ015020H，A 品牌：#3）中，涡旋振荡 1 min，以 4000 r/min 离心 5 min，精密移取上清液 2 mL 置氮吹仪于 40 °C 水浴锅浓缩至近干，用初始流动相定容至 1 mL，涡旋混匀，过 0.22 μm 尼龙滤膜，上机测试。

1.3 谷物类样品提取

准确称取玉米粉 5.0g（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 15 mL 乙腈 - 醋酸溶液（99+1），涡旋震荡 5 min，然后放入超声提取仪超声 10 min，再加入 QuEChERS 萃取盐包（Copure® 品牌：Cat.COQ050020H，A 品牌：#4），盖上离心管盖子，立即摇散，剧烈振摇 1 min，再涡旋混合 5 min，最后以 4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

1.4 样品净化

取上述待净化液 6 mL 于 QuEChERS 净化管（Copure® 品牌：Cat.COQ015033H，A 品牌：#5），涡旋振荡 5 min，以 4000 r/min 离心 5 min，精密移取上清液 2 mL 置氮吹仪于 40 °C 浓缩至近干，用初始流动相定容至 1 mL，涡旋混匀，过 0.22 μm 尼龙滤膜，上机测试。

二、标曲配制

称取试样按照上述步骤一操作，按照供试品溶液的制备方法处理至“2mL 置氮吹仪于 40 °C”至浓缩至近干，作为空白基质底液。分别准确移取一定量的混合标准液加入空白基质底液，用初始流动相定容至 1 mL，配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液，过 0.22 μm 尼龙滤膜，上机测试。

三、仪器条件（Thermo Fisher TQS Endura）

液相部分：

色谱柱：Hypersil GOLD C18(2.1 mm×100 mm,1.9 μm)

流动相：A：0.1 % 甲酸水

B：甲醇

流速：0.4 mL/min

柱温：35°C 进样量：5 μL

洗脱程序：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.0	98	2
2.0	95	5
8.0	70	30
16.5	30	70
17.5	30	70
19	2	98
21	2	98
21.5	98	2
22	98	2

质谱条件：

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)
甲胺磷	142.1	94.1*,125.1
氧化果	214.1	182.9*,125.0
涕灭威砒	233.2	166.0,72.0*
久效磷	224.1	192.9*,109.1
吡虫啉	247.0	209.0*,175.1
乐果	230.0	198.9*,125.1
3- 羟基克百威	238.2	181.0*,163.0
涕灭威	213.1	89.1*,98.1
硫环磷	312.0	139.9*,227.9
磷胺	300.0	174.0*,127.0
残杀威	210.0	111.1*,168.0
克百威	222.3	165.0*,123.1
苯线磷亚砒	320.1	233.0*,292.0
苯线磷砒	336.1	266.0*,308.1
甲拌磷亚砒	277.1	125.1*,259.0
异丙威	194.0	95.1*,137.1
甲拌磷砒	293.1	247.0*,251.9
水胺硫磷	312.0	269.9*,235.9
内吸磷	259.1	89.1*,61.2
特丁硫磷	321.1	274.9*,171.0
特丁硫磷亚砒	305.0	248.9*,187.2
甲硫威	226.0	169.1*,121.1
猛杀威	208.0	109.0*,151.1
马拉硫磷	331.0	127.1*,199.0
灭线磷	243.1	172.9*,214.9
治螟磷	323.0	170.9*,294.9
地虫硫磷	247.0	137.0*,109.8

实验结果

4.1 白菜 (颜色浅)

表 3 加标回收率结果 (加标浓度为 0.05 mg/kg)

	目标名称	回收率 (%)	
		Biocomma	A 品牌
1	甲胺磷	80.3	87.7
2	氧化果	73.6	84.3
4	涕灭威砒	103.6	99.0
5	久效磷	83.5	88.4
6	吡虫啉	83.6	98.9
7	乐果	97.9	119.9
8	3- 羟基克百威	96.3	93.8
9	涕灭威	114.7	108.9
10	硫环磷	88.5	87.4
11	磷胺	87.0	85.8
12	残杀威	91.7	88.1
13	克百威	89.8	84.1
14	苯线磷亚砒	83.0	82.9
15	苯线磷砒	87.8	99.5
16	甲拌磷亚砒	95.9	95.6
17	异丙威	89.3	89.6
18	甲拌磷砒	95.5	98.7
19	水胺硫磷	91.3	99.6
20	内吸磷	82.9	78.6
21	特丁硫磷	90.0	84.5
22	特丁硫磷亚砒	74.5	99.6
23	甲硫威	68.2	64.8
24	猛杀威	78.6	75.3
25	马拉硫磷	81.0	80.9
26	灭线磷	79.9	77.8
27	治螟磷	53.0	46.1
28	地虫硫磷	51.2	44.5

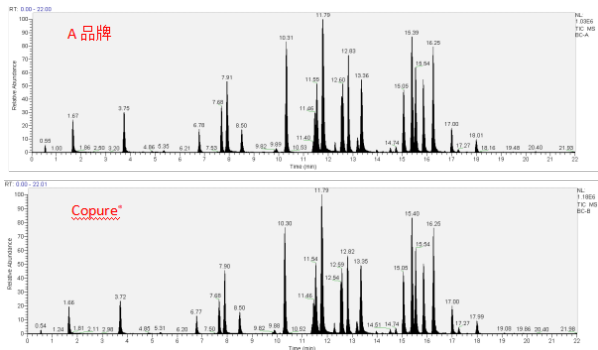


图 1 白菜加标样品总反应监测图

4.2 韭菜 (颜色深)

表 4 加标回收率结果 (加标浓度为 0.05 mg/kg)

	目标名称	回收率 %	
		Biocomma	A 品牌
1	甲胺磷	86.5	88.2
2	氧化果	67.1	67.5
3	涕灭威砒	101.9	119.9
4	久效磷	67.9	77.6
5	吡虫啉	88.5	99.9
6	乐果	97.4	112.5
7	3- 羟基克百威	89.4	94.3
8	涕灭威	115.6	101.6
9	硫环磷	94.8	93.6
10	磷胺	93.4	95.0
11	残杀威	95.1	94.7
12	克百威	91.5	94.4
13	苯线磷亚砒	86.4	84.6
14	苯线磷砒	82.5	85.8
15	甲拌磷亚砒	91.4	93.6
16	异丙威	77.7	75.5
17	甲拌磷砒	85.3	86.1
18	水胺硫磷	88.3	85.7
19	内吸磷	71.1	70.0
20	特丁硫磷	64.3	64.9
21	特丁硫磷亚砒	81.5	85.0
22	地虫硫磷	52.0	55.1
23	灭线磷	54.3	54.5
24	马拉硫磷	49.5	52.8

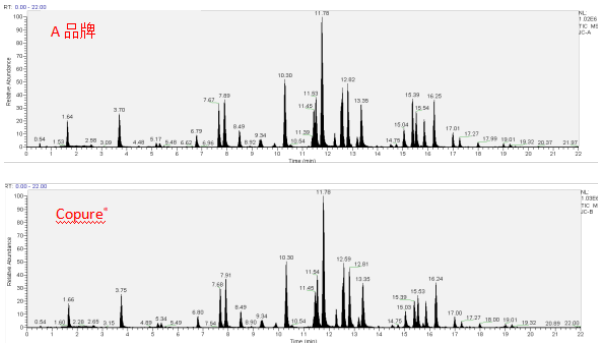


图 2 韭菜加标样品总反应监测图

4.3 谷物（玉米粉）

表 5 加标回收率结果（加标浓度为 0.3 mg/kg）

	目标名称	回收率 %	
		Biocomma	A 品牌
1	甲胺磷	69.6	67.6
2	氧化果	90.6	83.3
3	涕灭威砷	93.6	93.4
4	久效磷	77.3	77.3
5	吡虫啉	82.4	80.7
6	乐果	104.9	109.1
7	3- 羟基克百威	98.6	98.0
8	涕灭威	101.9	102.0
9	硫环磷	81.2	85.1
10	磷胺	85.4	85.8
11	残杀威	93.6	80.5
12	克百威	86.4	86.1
13	苯线磷亚砷	83.5	81.6
14	苯线磷砷	103.5	109.9
15	甲拌磷亚砷	90.4	90.3
16	异丙威	67.5	61.9
17	甲拌磷砷	80.8	85.2
18	水胺硫磷	82.1	96.1
19	内吸磷	76.9	80.9
20	特丁硫磷	69.8	70.9
21	特丁硫磷亚砷	75.8	71.8
22	猛杀威	65.0	62.8
23	灭线磷	62.1	59.9
24	胺苯磺隆	57.9	58.4

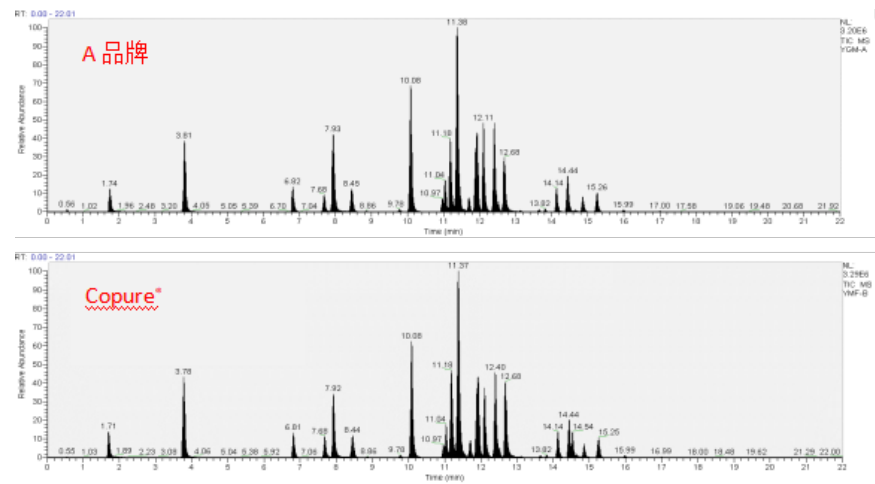


图 3 玉米粉加标样品总反应监测图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸二钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015022H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA，15 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015020H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、15 mg GCB，15 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸镁，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ05033H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mgPSA、400 mgC18，50 mL 离心管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

普洱中农药多残留检测的固相萃取方法（Copure® GCB/NH₂）

本方法适用于茶叶中有机磷类、有机氯类、拟除虫菊酯类和氨基甲酸酯类农药多残留的测定

一、样品提取

称取粉碎好的普洱 2.00 g(精确到 0.01 g), 加入 50 mL 离心管中, 加 10 mL 水涡旋混匀, 再加 10 mL 乙腈, 7 g NaCl, 剧烈振荡 1 min, 静置 30 min, 4000 r/min 离心 5 min, 上清液待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® GCB/NH₂, 500mg/500mg/6mL）

活化: GCB/NH₂ 固相萃取柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠, 使用前使用 10 mL 乙腈 - 甲苯 (3:1, v/v) 活化。

上样和洗脱: 当溶液液面到达柱吸附层表面时, 立即倒入上述待净化溶液 4 mL, 用鸡心瓶接收流出液, 逐步加入 25 mL 乙腈 - 甲苯 (3:1, v/v) 洗涤小柱, 收集上述所有流出液于鸡心瓶中。

重新溶解: 流出液于 40℃水浴中旋蒸至 1 mL 左右, 加入 2 mL 乙腈转移至 10 mL 试管中, 于 40℃下氮气吹干, 加入 1 mL 乙腈溶解残渣, 0.22 μm 微孔滤膜过滤, 分别供 GC-ECD 和 LC-MS/MS 上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件:

气相仪器: Agilent 7890A

色谱柱: Agilent J&W HP-5(30 m×0.32 mm, 0.25 μm) 或者相当者

进样口温度: 220℃

检测器温度: 300℃

升温程序: 180℃ (保持 2 min)

以 10℃/min 升温到 230℃ (保持 2 min)

以 2℃/min 升温到 260℃ (保持 2 min)

以 25℃/min 升温到 270℃ (保持 1.6 min)

载气: 氦气

流速: 1.6 mL/min

进样方式: 分流进样, 分流比 10:1

LC-MS/MS 条件:

质谱仪: API 4000

色谱柱: Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相: A: 10 mmol/L 乙酸铵 (含 0.1% 甲酸)

B: 甲醇

表 1 流动相梯度洗脱

时间/min	A(%)	B(%)
--	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40℃

进样体积: 5 μL

离子源: 电喷雾 (ESI)

扫描模式: 正离子模式

检测方式: 多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间(min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
啉虫脒	6.83	223.4/126.1	70	10	29	12
		223.4/90.0	70	10	46	12

四、实验结果

表 4 0.25 mg/kg 普洱中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
乙烯菌核利	84.5	76.0	80.0	80.2	5.3
腐霉利	110.5	102.0	105.0	105.8	4.1
异菌脲	112.0	107.5	119.0	112.8	5.1
联苯菊酯	94.5	87.5	90.5	90.8	3.9
甲氧菊酯	109.5	100.0	106.5	105.3	4.6
高效氟氯氰菊酯	84.0	79.5	82.5	82.0	2.8
氟氯氰菊酯	86.5	86.8	94.1	89.1	4.8
氟氯戊菊酯	120.5	114.0	120.0	118.2	3.1
氟戊菊酯	95.5	85.0	92.9	91.1	6.0
氟胺氰菊酯	70.4	72.8	81.0	74.7	7.4

表 5 0.05 mg/kg 普洱中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	95.6	87.2	90.0	90.9	4.7
克百威	84.4	78.0	82.2	81.5	4.0
涕灭威砒	77.4	83.0	81.4	80.6	3.6
涕灭威亚砒	70.0	74.4	75.0	73.1	3.7
啉虫脒	82.4	94.0	88.4	88.3	6.6

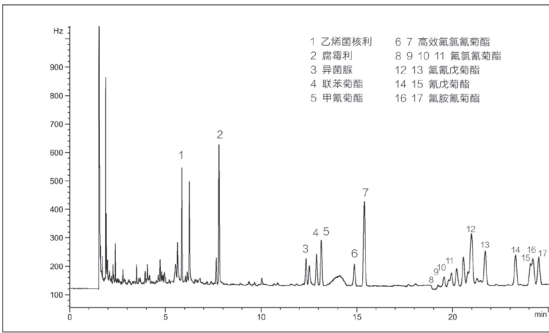


图 1 添加水平为 0.25 mg/kg 普洱中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

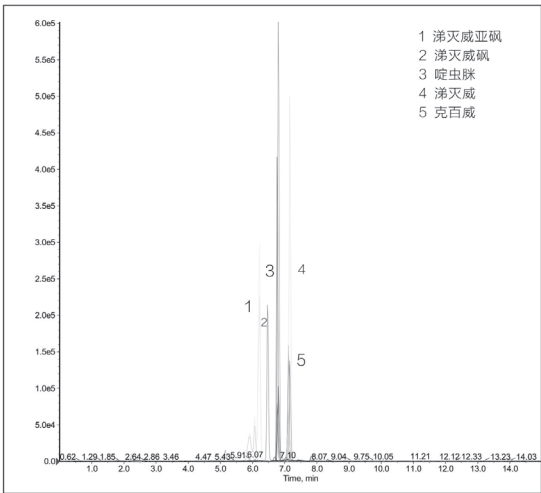


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 普洱中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
CONHGC655	Copure® GCB/NH ₂ 固相萃取柱，500 mg/500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

茶叶中多种农药残留的 UPLC-MS/MS 测定（Copure® 茶叶专用柱）

《GB 23200.13-2016 茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定》

一、样品提取

准确称取 10.0 g 经粉碎的茶叶于 50 mL 离心管中，加入 30 mL 乙腈，2500 rpm 涡旋 10 min，5000 r/min 离心 5 min，上清液转移至 100 mL 鸡心瓶中，残渣加 30 mL 乙腈，2500 rpm 涡旋 10 min，5000 r/min 离心 5 min，上清液转移并入鸡心瓶中，残渣再加 20 mL 乙腈重复提取一次，合并上清液于鸡心瓶中，45℃水浴旋蒸浓缩至近干，转移至 15 mL 离心管中，用乙腈定容至 5 mL 待净化。

二、样品净化（Copure® 茶叶专用柱，12 mL）

活化：茶叶柱加入约 2 cm 高无水硫酸钠，用 5 mL 乙腈 - 甲苯溶液（3:1）预洗柱；弃去流出液

上样和洗脱：茶叶柱下接鸡心瓶，取待净化液 1 mL 过柱，收集流出液；然后加入 25 mL 乙腈 - 甲苯溶液（3:1）进行洗脱，收集流出液。

重新溶解：洗脱液于 45℃氮吹至干，用 1 mL 60% 乙腈水溶液复溶，过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、标曲配制

称取空白茶叶样品 10.0 g 按照上述一、二步骤进行至氮吹近干，作为空白基质提取液。

分别精密量取一定量的混合标准液加入到空白基质提取液中，用 60% 乙腈水溶液定容至 1 mL，配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸）

B：甲醇（0.1% 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	98	2
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	30	70
9.0	30	70
10.0	2	98
13.5	2	98
14.0	98	2
15.0	98	2

流速：0.4 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

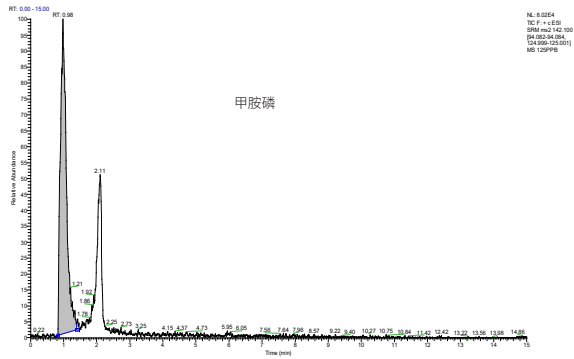
序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	甲胺磷	0.98	142.1	94.083*, 125.0
2	久效磷	5.30	224.1	192.929*, 109.071
3	甲基硫环磷	5.35	228.0	167.917*, 109.083
4	内吸磷	7.10	259.1	230.917*, 141.929
5	硫环磷	7.11	256.0	139.917*, 227.917
6	磷胺	7.46	300.0	174.0*, 127.0
7	水胺硫磷	8.8	312.0	269.887*, 235.958
8	马拉硫磷	9.79	331.0	99.083*, 127.071
9	氯唑磷	10.7	314.0	162.0*, 271.917
10	灭线磷	10.16	243.1	214.988*, 172.917
11	苯线磷	10.29	304.1	216.917*, 233.929
12	甲基异硫磷	10.53	332.2	230.917*, 121.071
13	治螟磷	10.63	323.0	294.917*, 170.929
14	蝇毒磷	10.68	363.0	226.917*, 306.917
15	伏杀硫磷	10.72	368.1	181.917*, 321.946
16	倍硫磷	10.73	279.0	246.917*, 168.958
17	地虫硫磷	10.75	247.0	109.083*, 137.0
18	甲拌磷	10.83	261.0	75.238*, 170.845
19	多菌灵	4.56	192.1	160.054*, 132.012
20	乐果	6.22	230.0	198.988*, 125.125
21	氧乐果	3.55	214.1	182.917*, 125.0
22	啶虫脒	6.29	223.2	126*, 90.179
23	吡虫啉	5.82	256.1	209.0*, 175.083
24	硫双威	8.46	355.1	88.196*, 107.875
25	涕灭威亚砷	3.90	207.1	89.167*, 132.054
26	克百威	7.89	222.3	165.012*, 123.083
27	丁硫克百威	11.53	381.2	118.1*, 160.146
28	莠去津	8.69	216.0	173.946*, 132.083
29	啶菌酯	8.02	404.0	372.083*, 344.143
30	啶菌环胺	9.86	226.1	210.083*, 108.298
31	肟菌酯	10.89	409.3	186.0*, 145.0
32	除虫脲	10.38	311.0	158.071*, 141.071
33	密霉胺	8.67	200.0	183.054*, 182.03
34	丁草胺	11.09	312.0	238.083*, 162.137
35	特丁硫磷	11.09	289.1	103.125*, 57.363
36	毒死蜱	11.22	350.0	197.905*, 321.905

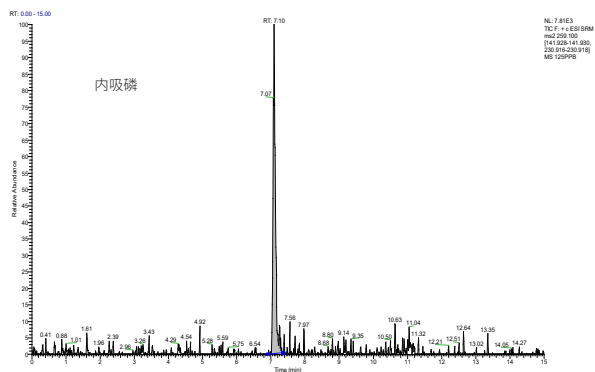
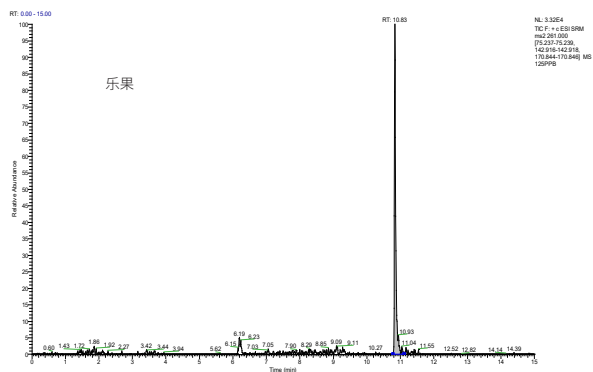
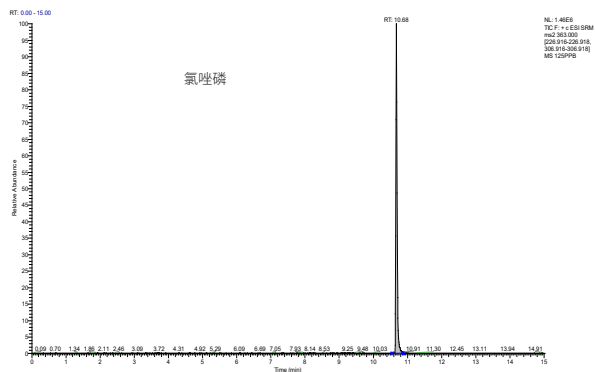
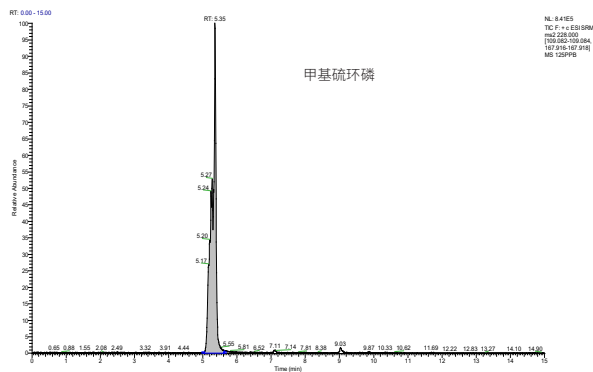
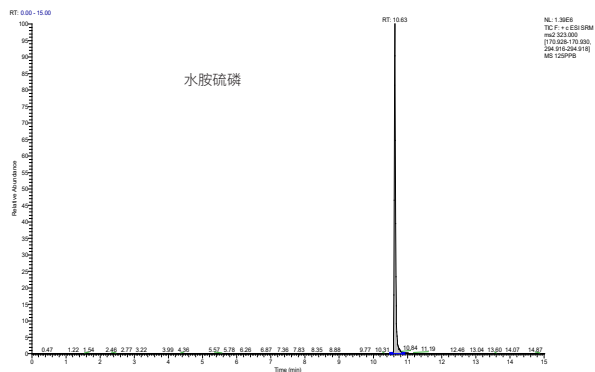
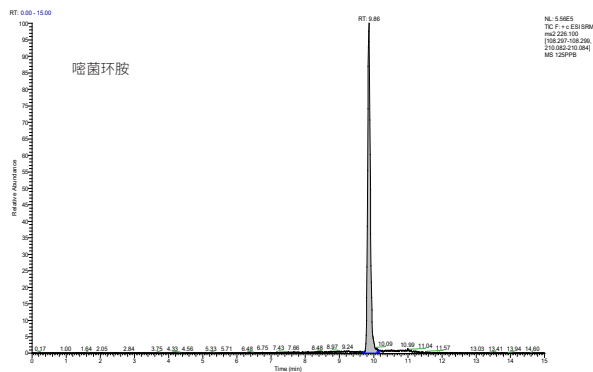
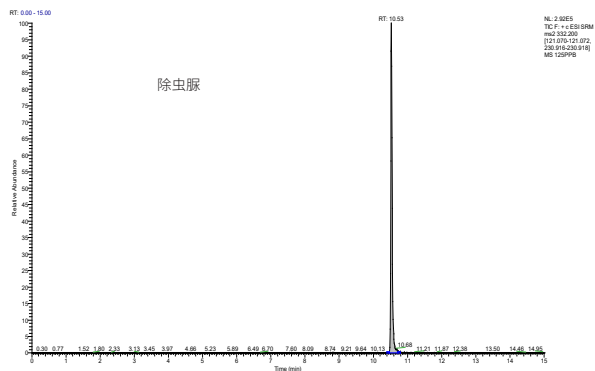
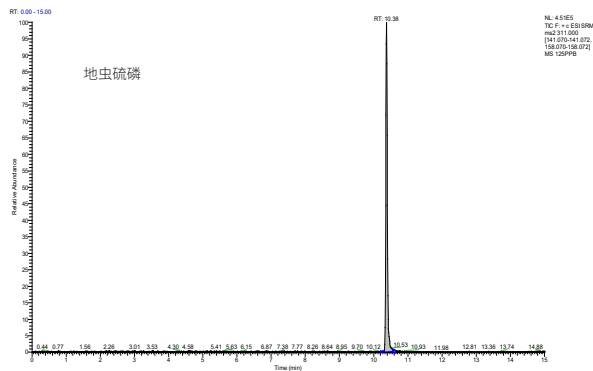
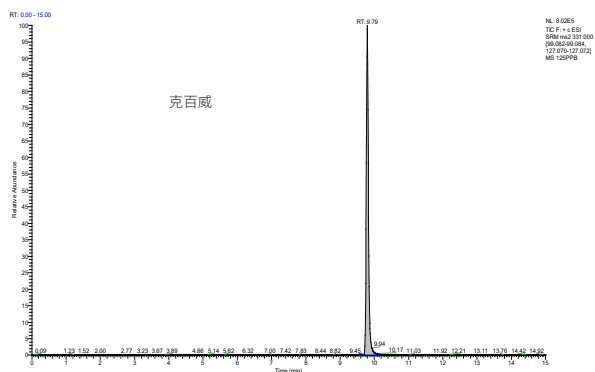
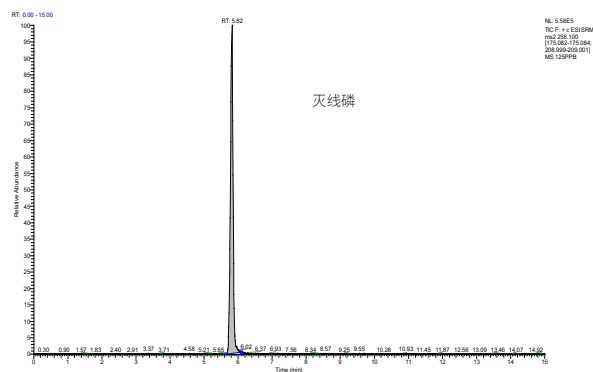
五、实验结果

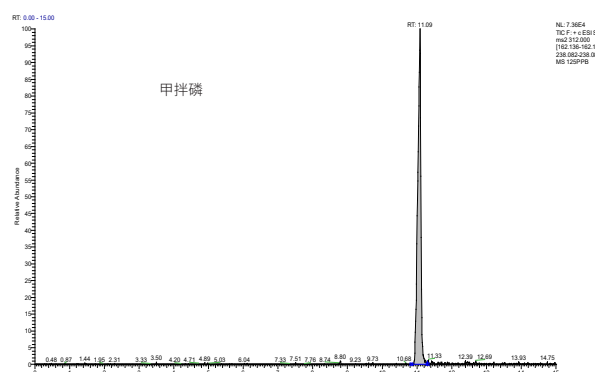
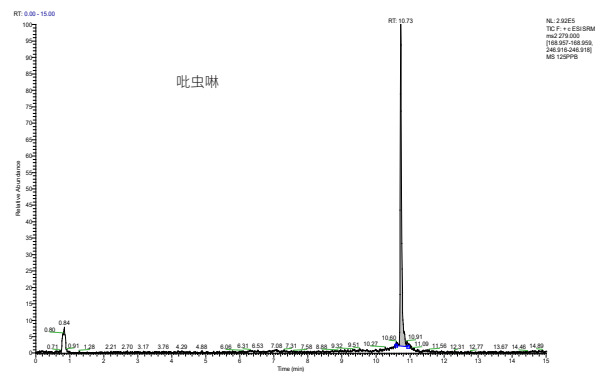
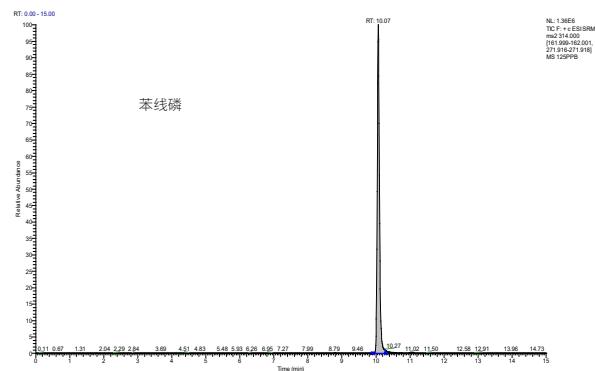
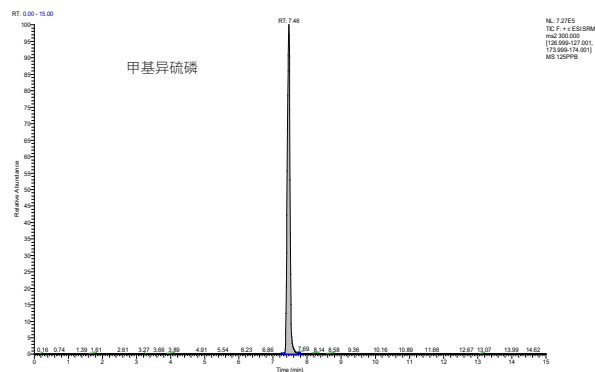
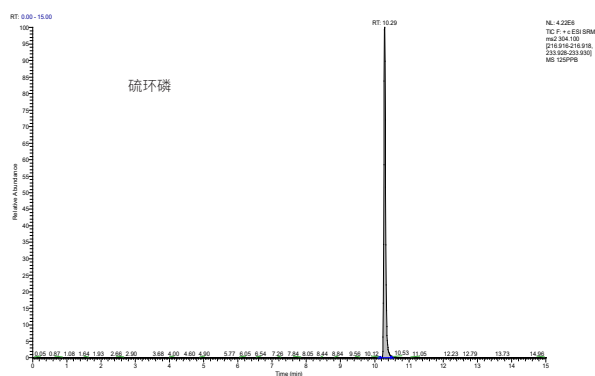
表 3 茶叶中多种农药残留加标回收结果 (0.5 mg/kg)

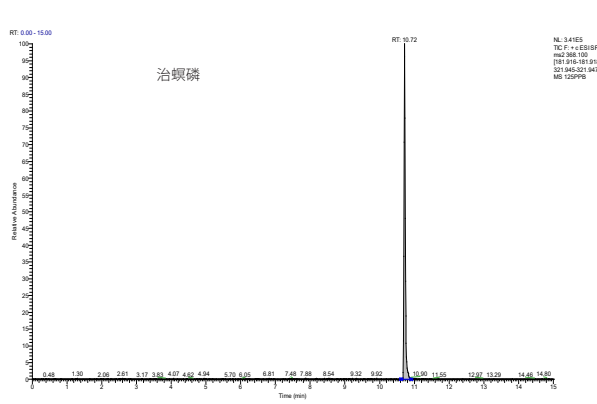
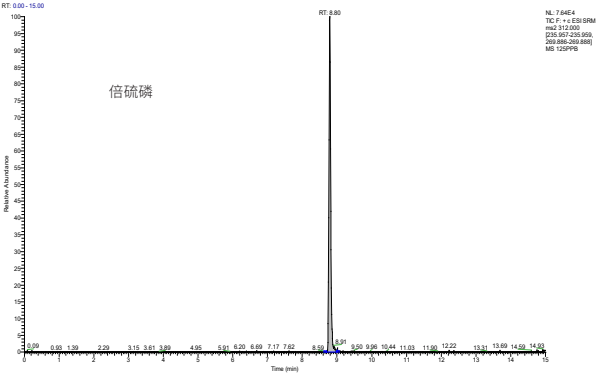
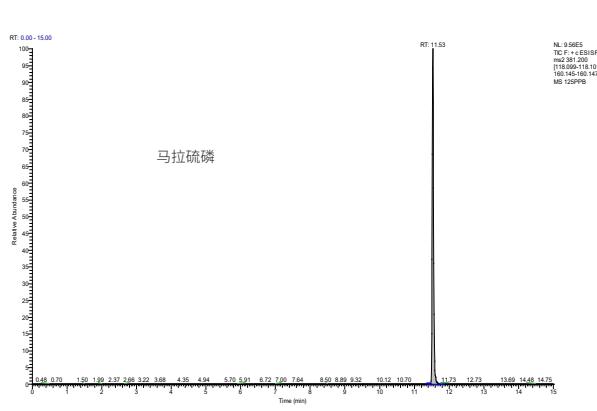
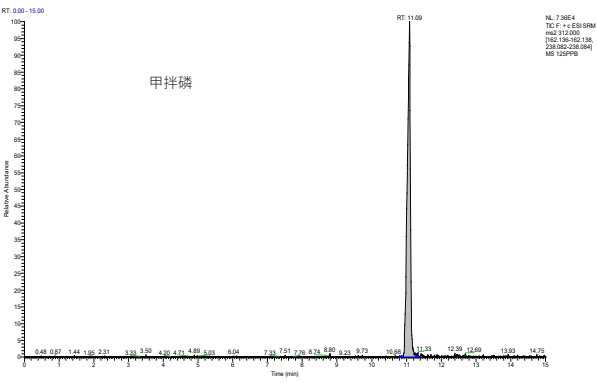
目标物	回收率 (%)				平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3	4		
甲胺磷	64.64	61.45	60.95	60.08	61.8	3.2
氧乐果	92.34	95.68	91.82	88.65	92.1	3.1
涕灭威亚砷	83.06	77.39	88.17	93.94	85.6	8.3
多菌灵	4.60	4.11	3.91	3.75	4.1	9.0
久效磷	104.24	101.33	103.60	92.34	100.4	5.5
甲基硫环磷	114.59	120.33	106.47	108.7	112.5	5.5
吡虫啉	96.17	99.19	95.28	88.15	94.7	4.9
乐果	91.38	101.42	96.32	82.55	92.9	8.7
啶虫脒	92.43	99.05	103.08	93.22	96.9	5.2
内吸磷	106.32	105.04	95.35	94.87	100.4	6.1
硫环磷	99.28	101.99	97.57	90.12	97.2	5.2
磷胺	90.67	91.93	92.60	88.52	90.9	2.0
克百威	95.48	93.49	94.07	90.47	93.4	2.3
硫双威	80.68	85.72	88.29	81.94	84.2	4.1
灭霉胺	83.13	82.98	79.54	89.60	83.8	5.0
秀去津	93.89	96.50	95.33	96.71	95.6	1.4
水胺硫磷	97.71	103.63	95.60	102.67	99.9	3.9
啉菌酯	85.46	90.72	82.46	82.60	85.3	4.5
马拉硫磷	93.09	94.80	90.78	89.13	92.0	2.7
啉菌环胺	71.23	85.23	76.39	84.91	79.4	8.6
氯唑磷	88.66	88.91	82.63	84.20	86.1	3.7
灭线磷	82.39	81.64	74.67	78.57	79.3	4.4
苯线磷	87.55	93.09	94.74	97.65	93.3	4.6
除虫脲	86.77	84.96	85.71	93.10	87.6	4.2
甲基异硫磷	95.06	96.51	94.03	90.77	94.1	2.6
治螟磷	82.30	75.26	70.30	70.48	74.6	7.6
蝇毒磷	91.66	100.19	94.62	95.31	95.4	3.7
伏杀硫磷	91.55	101.10	91.56	89.48	93.4	5.6
倍硫磷	79.70	80.13	76.20	84.94	80.2	4.5
地虫硫磷	77.52	77.14	75.38	76.00	76.5	1.3
甲拌磷	59.74	68.72	61.06	66.05	63.9	6.6
肟菌酯	93.54	96.91	97.05	99.17	96.7	2.4
丁草胺	86.28	90.65	88.81	89.78	88.9	2.1
特丁硫磷	76.13	79.01	76.64	66.55	74.6	7.4
毒死蜱	86.74	83.17	81.77	78.66	82.6	4.1
丁硫克百威	73.86	78.21	83.12	90.42	81.4	8.7

茶叶中多种农药检测色谱图如下：









六、结果与讨论

该实验采用 UPLC-MS/MS 进行茶叶中多种农药残留的测定，外标法定量，建议配制基质标曲进行定量，否则会在存在基质效应，影响仪器准确定量；茶叶柱能将茶叶中大部分色素除去，除杂效果佳，极大程度上降低了杂质对目标分析物的干扰。

订购信息

货号	描述	包装
COTPT12	茶叶专用柱，12 mL	20 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

油菜芯中多种农药残留检测的固相萃取方法（Copure® Florisil）

《NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定 第二部分》

一、样品提取

取试样油菜芯，粉碎混匀，称取样品 10.00 g(精确到 0.01 g)，加入 20 mL 乙腈，均质 2 min，加入 5-7 g 氯化钠，盖上盖子剧烈震荡 5 min，在室温下静置 30 min，5000 r/min 离心 4 min，使乙腈和水相分层，取乙腈层待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® Florisil, 1000 mg/6 mL）

活化：Florisil 固相萃取柱使用前依次使用 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 和 5 mL 正己烷活化。

上样和洗脱：当溶液液面到达柱吸附层表面时，立即倒入上述待净化溶液 2 mL，用 15 mL 离心管接收流出液，用 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 分两次淋洗小柱。流速控制在 1 mL/min 内，收集流出液，合并流出液。

重新溶解：流出液于 40℃氮吹吹干，用 1 mL 正己烷定容，0.45 μm 微孔滤膜过滤，供 GC-ECD 上机测定。

三、仪器条件

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：HP-5 柱 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm) 或相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：100℃ (保持 1 min)

以 20℃ /min 升温到 160℃ (保持 3 min)

以 25℃ /min 升温到 200℃ (保持 4 min)

以 8℃ /min 升温到 240℃ (保持 4 min)

以 25℃ /min 升温到 280℃ (保持 3 min)

载气：氮气，流速为 1 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

四、实验结果

表 1 0.5 mg/kg 油菜芯中部分农药添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	89.8	91.4	92.6	91.3	1.5
乙烯菌核利	89.2	92.6	93.2	91.7	2.4
腐霉利	86.6	92.0	92.0	90.2	3.5
甲氧菊酯	100.0	100.2	102.6	100.9	1.4
联苯菊酯	87.0	86.8	93.0	88.9	4.0
高效氟氯菊酯	88.0	84.0	92.0	88.0	4.6
氟氯菊酯	96.2	104.0	97.0	99.1	4.3

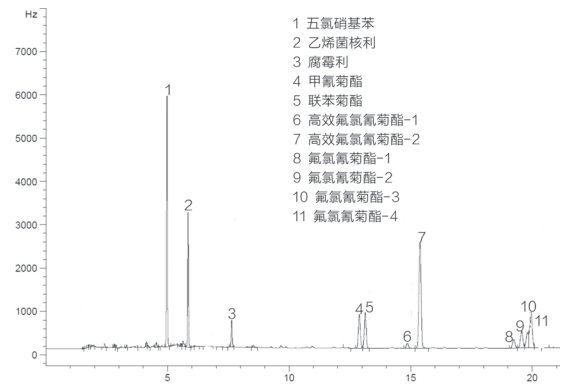


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 油菜芯中部分农药残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COFL61000	Copure® Florisil 固相萃取柱, 1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

韭菜中 13 种氨基甲酸酯类农药多残留的 UPLC-MS/MS 测定（Copure®NH₂）

《NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定 第三部分》

一、样品提取

准确称取 10.0 g 经粉碎的韭菜于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈，振荡提取 20 min，加入 7 g 氯化钠，振荡 10 min，8000 r/min 离心 5 min，上层乙腈层待净化。

样品净化（Copure® NH₂, 500 mg/6 mL）

活化: 向 NH₂ 柱中加入 4 mL 甲醇 - 二氯甲烷（1+99）活化，弃去流出液；

二、上样和洗脱: 向柱中加入 10 mL 乙腈提取液，重力作用下自然流出，收集流出液；再加 5 mL 乙腈洗脱并收集，合并两次流出液。

重新溶解: 收集的流出液于 45℃ 氮吹至近干，用 1 mL 甲醇 -0.1% 甲酸水溶液（10:90）复溶，过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、标曲配制

称取阴性韭菜样品 10.0 g 按照上述一、二步骤进行至氮吹近干，作为空白基质提取底液；

分别精密量取一定量的混合标准液加入到空白基质提取底液中，用甲醇 -0.1% 甲酸水溶液（10:90）定容至 1 mL，配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱柱: CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)

流动相: A: 水（0.1% 甲酸） B: 甲醇（0.1% 甲酸）

洗脱方式: 梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
2.0	70	30
4.0	30	70
5.5	30	70
6.0	5	95
8.0	5	95
8.5	95	5
10.0	95	5

流速: 0.4 mL/min 柱温: 35℃ 进样量: 5 μL

质谱条件

离子源: HESI

电喷雾电压: 3500 V

鞘气压力: 20 arb

辅气压力: 2 arb

离子传输管: 320℃

辅气温度: 350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	涕灭威亚砷	2.66	207.0	89.125*, 132.0
2	涕灭威砷	2.91	223.0	86.154, 148.075*
3	杀线威	3.05	242.1	72.25*, 121.042
4	灭多威	4.07	163.0	87.0, 107.0*
5	3- 羟基克百威	4.08	238.0	163.083*, 181.083
6	涕灭威	4.55	208.1	89.15, 116.196*
7	残杀威	4.86	210.0	111.083*, 168.012
8	克百威	4.90	222.3	123.054, 165.083*
9	甲萘威	5.07	202.0	117.125, 145.075*
10	异丙威	5.29	194.0	95.155*, 137.083
11	仲丁威	5.71	208.1	95.125*, 151.0
12	甲硫威	5.94	226.0	121.083, 169.071*
13	猛杀威	6.04	208.0	109.012*, 151.113

五、实验结果

表 3 韭菜中 13 种氨基甲酸酯类农药加标回收结果

目标物	加标浓度 μg/kg	回收率 (%)				平均回收 率 (%)	RSD (%)
		1	2	3	4		
涕灭威亚砷	0.02	81.83	84.81	89.00	89.02	86.17	4.1
涕灭威砷	0.02	91.18	92.26	93.43	95.86	93.18	2.2
杀线威	0.01	118.83	115.20	114.26	107.39	113.92	4.2
灭多威	0.01	105.23	113.44	101.73	107.47	106.97	4.6
3- 羟基克百威	0.01	99.41	93.74	94.09	92.85	95.02	3.1
涕灭威	0.02	96.54	91.08	82.29	83.30	88.30	7.6
残杀威	0.01	105.72	90.49	95.85	86.05	94.53	9.0
克百威	0.01	103.75	97.19	93.50	91.77	96.55	5.5
甲萘威	0.01	96.02	89.06	93.21	83.31	90.40	6.1
异丙威	0.01	96.50	84.68	88.18	77.44	86.70	9.1
仲丁威	0.01	89.94	77.11	82.53	70.28	79.96	10.4
甲硫威	0.01	76.15	66.53	70.65	64.96	69.57	7.2
猛杀威	0.01	86.86	76.74	80.96	71.20	78.94	8.4

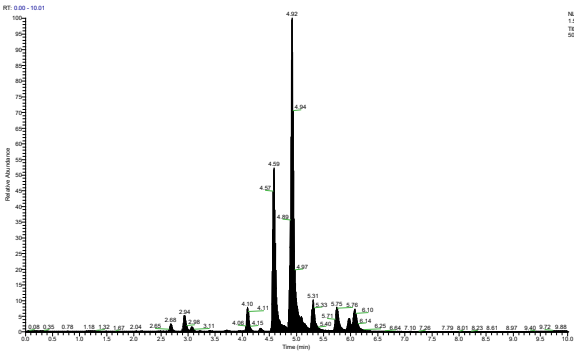


图 1 13 种添加水平为 20 μg/L 氨基甲酸酯类农药标准 TIC 图

订购信息

货号	描述	包装
CONH6500	Copure® 固相萃取柱 NH ₂ , 500 mg/6 mL	20 支 / 盒
CS211003ODS	CommaSil® ODS 色谱柱, 2.1 mm×100 mm, 3 μm	1 根 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	尼龙滤膜, 直径 47 mm, 孔径 0.22 μm, 水系	200 片 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

乳制品中多种有机氯农药残留检测的固相萃取（Copure® Florisil）

本方法适用于牛奶中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的测定

一、样品提取

称取牛奶样品 10.00 g(精确到 0.01 g) 加入 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 涡旋混合 1 min, 再依次加入 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v), 5-7 g 氯化钠, 2 mL 200 g/L 乙酸铅溶液, 涡旋振荡 5 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液 10 mL, 待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® Florisil, 1000 mg/6 mL）

活化: Florisil 固相萃取柱使用前用 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 活化。

上样和洗脱: 当溶液液面到达柱吸附层表面时, 立即倒入上述待净化溶液 10 mL, 用 15 mL 离心管接收流出液, 加入 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 洗脱固相萃取柱。流速控制在 1 mL/min 内, 合并收集流出液。

重新溶解: 流出液于 40℃氮吹吹干, 用 1 mL 正己烷定容, 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 供 GC-MS 上机测定。

三、仪器条件

仪器: Agilent 7890A

色谱柱: Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm) 或相当者

进样口温度: 260℃

升温程序: 100℃（保持 2 min）

以 10℃ /min 升温到 240℃（保持 2 min）

载气: 氮气

流速: 0.8 mL/min

进样体积: 1 μL

进样方式: 不分流

表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

化合物	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
α-666	9.473	217	183,254
β-666	10.071	217	183,254
γ-666	10.693	217	183,254
δ-666	11.573	217	187,254
p,p'-DDE	14.296	235	165,318
p,p'-DDD	15.095	235	165
p,p'-DDT	15.144	235	165
o,p'-DDT	15.378	235	165

四、实验结果

表 2 0.5 mg/kg 牛奶中部分农药添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
α-666	86.0	88.0	90.0	88.0	2.3
β-666	90.0	90.0	92.0	90.7	1.3
γ-666	84.0	88.0	92.0	88.0	4.6
δ-666	90.0	96.0	98.0	94.7	4.4
p,p'-DDE	94.0	88.0	94.0	92.0	3.8
p,p'-DDD	90.0	98.0	94.0	94.0	4.3
p,p'-DDT	92.0	90.0	94.0	92.0	2.2
o,p'-DDT	98.0	100.0	94.0	97.3	3.1

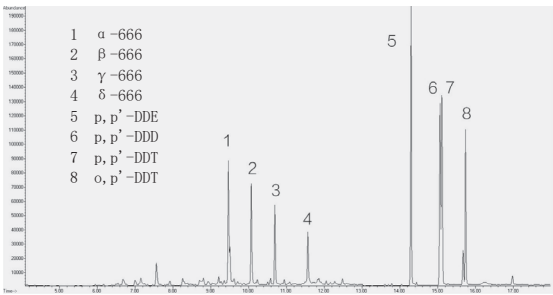


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 牛奶中部分农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COFL61000	Copure® Florisil 固相萃取柱, 1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

生姜中涕灭威及其代谢物检测的固相萃取方法（Copure® NH₂）

《SN/T 2441-2010 进出口食品中涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒残留量检测方法液相色谱 - 质谱 / 质谱法》

一、样品提取

称取经粉碎的 5.00 g 生姜试样 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈，均质 2 min，振荡提取 20 min，上清液过无水硫酸钠收集到分液漏斗中，残渣再加入 20 mL 乙腈，重复上述操作一次，合并 2 次滤液，加入 20 mL 用乙腈饱和的正己烷，振荡 10 min，静置分层，弃去正己烷层，乙腈层于 40℃ 下旋转蒸发浓缩至干，用 2 mL 甲醇 - 二氯甲烷 (1:99,v/v) 溶解，待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® NH₂, 500mg/3 mL）

活化: 加入 5 mL 甲醇 - 二氯甲烷 (1:99,v/v) 活化，弃去流出液。
上样: 加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内，收集流出液。
洗脱: 用 5 mL 乙腈洗脱，接收流出液，并重复一次，合并步骤 (2)、(3) 流出液。
浓缩定容: 40℃ 缓慢氮气流条件下吹至近干 (约 0.5 mL) 后挥干，用 1.0 mL 乙腈 - 0.1% 甲酸水溶液 (10:90,v/v) 定容至 1 mL，过 0.45 μm 微孔滤膜，上 LC-MS/MS 测定。

三、仪器条件

质谱仪: API 4000
色谱柱: Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm,5 μm)
流动相: A: 乙腈
B: 0.05% 甲酸水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱，见表 1

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	10.0	90.0
1.5	10.0	90.0
4.0	100.0	0.0
8.0	100.0	0.0
8.1	10.0	90.0
13.0	10.0	90.0

流速: 0.3 mL/min
柱温: 30℃
进样量: 5 μL
离子源: 电喷雾 (ESI)
扫描模式: 正离子
检测方式: 多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	30
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	600
Interface Heater(ihe)	On

表 3 涕灭威、涕灭威砒及涕灭威亚砒的母离子和子离子参数表

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.47	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
涕灭威亚砒	2.86	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威砒	5.40	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12

四、实验结果

表 4 10.0 μg/kg 生姜中涕灭威、涕灭威砒及涕灭威亚砒的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	89.2	96.7	92.9	92.9	4.0
涕灭威砒	94.6	87.0	92.4	91.3	4.3
涕灭威亚砒	94.6	93.3	90.0	92.6	2.6

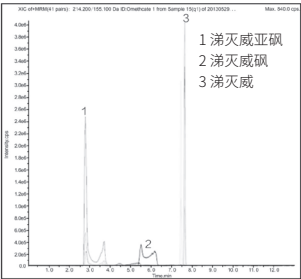


图 1 涕灭威及其代谢物总离子流图

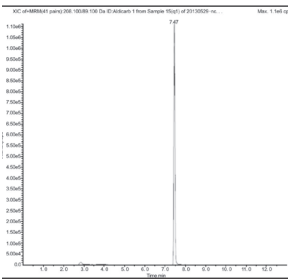


图 2 涕灭威 (Aldicarb)(208.1/89.1) 质谱图

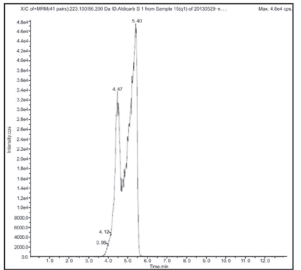


图 3 涕灭威砒 (Aldicarb S)(223.1/86.2) 质谱图

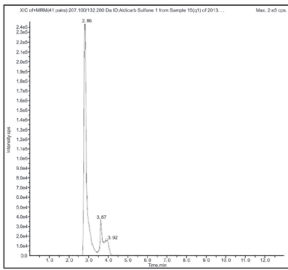


图 4 涕灭威亚砒 (Aldicarb Sulfone)(207.1/132.2) 质谱图

订购信息

货号	描述	包装
CONH3500	Copure® NH ₂ 固相萃取柱, 500 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 不开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

蜂蜜中氟胺氰菊酯的检测 (Copure® Florisil)

GB 31657.1-2021 《食品安全国家标准 蜂蜜和蜂王浆中
氟胺氰菊酯残留量的测定 气相色谱法》

一、样品前处理

1.1 样品提取

称取蜂蜜 5 g 于 50 mL 离心管中，加水 10 mL，涡旋混合 1 min 使溶解。加正己烷-丙酮溶液 (1: 1) 20 mL，涡旋 3 min，9500 r/min 离心 5 min，取上层于 150 mL 鸡心瓶。用正己烷-丙酮溶液 (1: 1) 20 mL 重复提取一次，合并上层液，40℃ 水浴减压浓缩至近干，加正己烷 3 mL 使溶解，备用。

1.2 样品净化 (Copure® Florisil 固相萃取柱)

弗罗里硅土固相萃取柱依次用正己烷-丙酮溶液 (95: 5)、正己烷 5 mL 活化。取备用液过柱，再用正己烷 3 mL 洗涤鸡心瓶，洗液过柱，弃去此部分流出液。用正己烷-丙酮溶液 (95: 5) 10 mL 洗脱，收集洗脱液。洗脱液 40℃ 水浴氮气吹至近干，用正己烷 1.0 mL 复溶，供气相色谱仪测定。

二、仪器条件

仪器设备：气相色谱仪 (Agilent 7890B)

色谱柱：Agilent Technologies DB-35MS UI (30 m × 0.25 mm 0.25 Micron)

载气：氮气 (纯度 ≥ 99.999%) 进样口温度：280℃

检测器温度：300℃

柱温：初始柱温 80℃，保持 1 min，以 40℃/min 升温至 220℃，保持 1 min，再以 10℃/min 升温至 300℃，保持 1.5 min

载气流速：1.2 mL/min 进样量：1 μL

进样方式：不分流进样

三、实验结果

表 1 添加水平为 10 μg/kg 蜂蜜中氟胺氰菊酯加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
氟胺氰菊酯	84.3	79.3	78.1	80.6	4.08

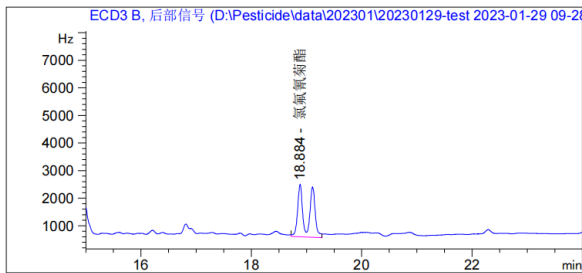


图 1 添加水平为 10 μg/kg 蜂蜜中氟胺氰菊酯检测的气相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COFL61000	Copure® Florisil 固相萃取柱, 1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙针式过滤器 / Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒

QuEChERS 方法用于蔬菜中丁硫克百威残留的检测 (Copure® 丁硫克百威专用 QuEChERS)

本方法适用于蔬菜中丁硫克百威残留的测定

一、样品提取

准确称取捣碎好的黄瓜 10.0 g 于 50 mL QuEChERS 提取管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋 1 min，再加入 QuEChERS 盐包 (Cat. No.COQ050022)，涡旋 10 min，4000 rpm 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 6 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管 (900 mg MgSO₄、150 mg PSA 和 15 mg GCB) 中，再加入 1 mL 甲苯，涡旋 1 min，4000 rpm 离心 5 min，过 0.22 μm 滤膜，直接上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：211 nm

流动相：A：乙腈 B：水

洗脱方式：等度洗脱，A：B=90：10

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 0.2 mg/kg 黄瓜中丁硫克百威的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
丁硫克百威	108.2	101.5	92.2	100.6	7.9

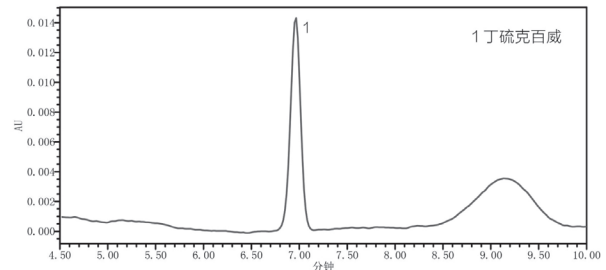


图 1 0.2 mg/kg 黄瓜中丁硫克百威添加回收率的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050022H	丁硫克百威专用提取包, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015020H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、15 mg GCB, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

生活饮用水中灭草松检测的固相萃取方法（Copure® HLB）

本方法适用于水中灭草松的测定

一、样品提取

取自来水样 1 L，用磷酸调节 pH=3.0，超声 20 min，静置过夜；取 50 mL 水样待净化。

二、SPE 净化（Copure® HLB，60 mg/3 mL）

活化：加入 6 mL 甲醇，6 mL 水活化柱子，弃去流出液。
淋洗和洗脱：加入待净化水样，待样品快流尽时，加入 6 mL pH=3.0 磷酸水淋洗，弃去流出液，抽干小柱，加 3×2 mL 甲醇洗脱，收集流出液（整个过程保持流速 1 mL/min）。
重新溶解：于 50℃ 氮气吹至近干，加甲醇定容至 1 mL，旋涡混匀，经 0.22 μm 滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：Ultimate XB-C8 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2487 紫外检测器
检测波长：224 nm
流动相：水
洗脱方式：等度洗脱，A：B=55：45
流速：1.0 mL/min
进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 4.0 μg/L 自来水中灭草松的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
灭草松	91.5	94.0	84.0	89.8	5.8

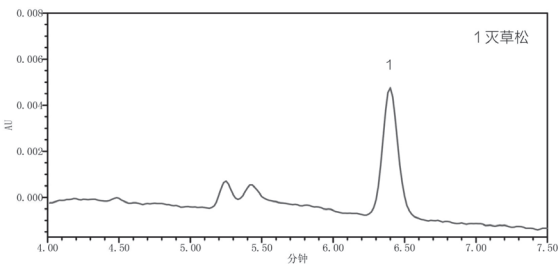


图 1 添加水平为 4.0 μg/L 自来水中灭草松检测的液相色谱图

QuEChERS 方法用于水果中阿维菌素残留的检测

本方法适用于水果中阿维菌素残留的测定

一、样品提取

准确称取粉碎好的橘子 10.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋样品 10 min，加入 QuEChERS 萃取盐包 (Cat. No.COQ050050H)，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化（Copure® 阿维菌素专用 QuEChERS）

取待净化的上层乙腈层 1 mL 于 2 mL QuEChERS 净化管 (Cat. No.COQ002028H) 中，涡旋 5 min，12000 r/min 离心 5 min。取上清液过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2996 DAD 检测器
检测波长：268 nm
流动相：A：乙腈
B：水
洗脱方式：等度洗脱，A：B=30：70
流速：1.0 mL/min
进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 10.0 mg/kg 水果中阿维菌素残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
阿维菌素	83.6	82.8	81.5	82.6	1.3

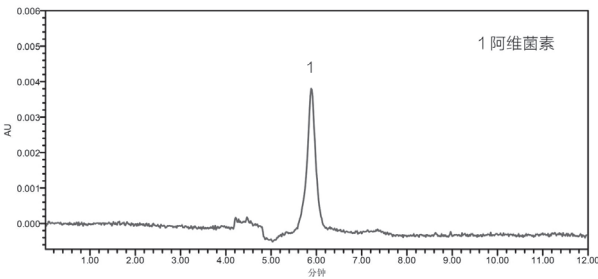


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 水果中阿维菌素残留的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure® HLB 固相萃取柱，60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

订购信息

货号	描述	包装
COQ050050H	专用提取包，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ002028H	阿维菌素专用净化包，2 mL 离心管	100 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS 方法用于鸡蛋中氟虫腈的检测

本方法适用于鸡蛋中氟虫腈的测定

一、样品提取

准确称取搅拌均匀的鸡蛋 2.0 g 于 50 mL QuEChERS 提取管中，加入 2 mL 水，涡旋 1 min，再加入 4 mL 1% 乙酸乙腈，再加入 QuEChERS 盐包 (Cat.No.COQ050050H)，涡旋 1 min，超声 10 min，5000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 1 mL 于 2 mL QuEChERS 净化管 (Cat.No.COQ002602H) 中，涡旋 1 min，12000 r/min 离心 5 min，过 0.22 μ m 滤膜，直接上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：Phenomenex kinetex®-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μ m)
检测器：Waters 2996 DAD 检测器
检测波长：268 nm

流动相：A：乙腈
B：水
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	A(%)	B(%)
--	45.0	55.0
3.0	20.0	80.0
5.0	20.0	80.0
8.0	45.0	55.0
10.0	45.0	55.0

流速：1.0 mL/min
进样体积：20 μ L

四、实验结果

表 2 20.0 μ g/kg 鸡蛋中氟虫腈的添加回收率结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
氟虫腈	100.4	102.0	100.3	100.9	0.9

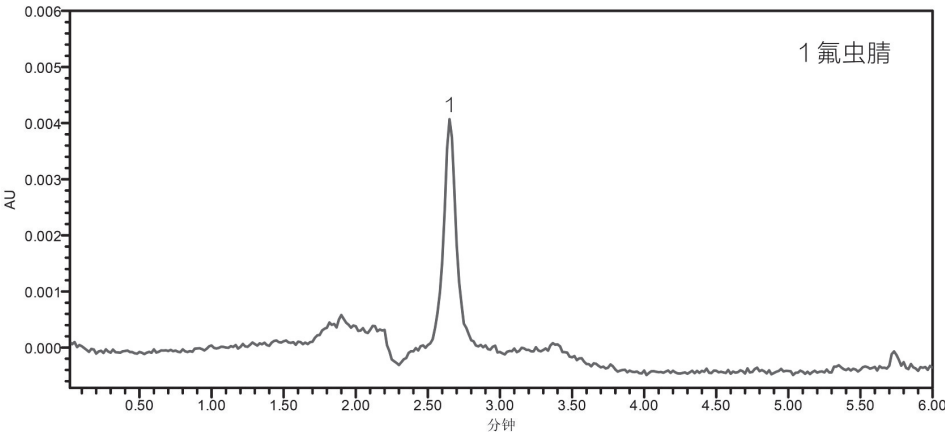


图 1 添加水平为 20.0 μ g/kg 鸡蛋中氟虫腈的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050051H	兽残专用提取包，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ002602H	兽残专用净化管，2 mL 离心管	100 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 / ϕ 13 mm/0.22 μ m/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/ ϕ 47 mm/0.45 μ m/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/ ϕ 47 mm/0.45 μ m/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS EN 方法用于黄瓜中农药多残留的检测

本方法适用一般基质的水果和蔬菜中农药多残留的测定

一、样品提取

将黄瓜在 -18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取已粉碎好的黄瓜 10.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋 10 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠），涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 6 mL 至 15 mL QuEChERS 净化管（900 mg MgSO₄ 和 150 mg PSA）中，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件：

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm)
或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：180℃ (保持 2 min)

以 10℃ /min 升温到 230℃ (保持 2 min)

以 2℃ /min 升温到 260℃ (保持 2 min)

以 25℃ /min 升温到 270℃ (保持 1.6 min)

载气：氦气

流速：1.6 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

LC-MS/MS 条件：

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
啉虫脒	6.83	223.4/126.1	70	10	29	12
		223.4/90.0	70	10	46	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1/160.1	68	10	34	12
		192.1/132.2	68	10	42	12

四、实验结果

表 4 0.05 mg/kg 黄瓜中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	92.0	100.0	101.2	97.7	5.1
克百威	94.0	95.6	91.4	93.7	2.3
灭多威	100.0	94.4	89.0	94.5	5.8
涕灭威砒	94.0	94.2	91.4	93.2	1.7
涕灭威亚砒	99.4	95.0	89.5	94.6	5.2
啉虫脒	103.6	102.6	92.8	99.7	6.0
甲萘威	95.2	93.8	92.5	93.8	1.4
多菌灵	97.6	96.4	95.6	96.5	1.5

表 5 0.2 mg/kg 黄瓜中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
α-666	97.5	91.0	89.5	92.7	4.6
β-666	101.5	94.0	91.5	95.7	5.4
γ-666	100.5	94.5	91.0	95.3	5.0
δ-666	98.5	96.5	95.4	96.8	1.6
p,p'-DDE	90.0	86.0	83.0	86.3	4.1
p,p'-DDD	100.5	91.2	91.0	94.2	5.8
p,p'-DDT	101.0	100.0	92.0	97.7	5.0
o,p'-DDT	100.0	98.5	89.0	95.8	6.2
五氯硝基苯	104.0	102.5	97.0	101.2	3.6
乙烯菊酯	85.2	82.5	86.5	84.7	2.4
腐霉利	115.0	112.0	110.0	112.3	2.2
联苯菊酯	96.5	94.5	89.5	93.5	3.9
甲氰菊酯	105.0	103.5	96.0	101.5	4.8
高效氯氟菊酯	96.2	94.3	89.8	93.4	3.5
氟氯菊酯	91.1	102.2	89.5	94.3	7.3
氯菊酯	91.5	92.1	85.9	89.8	3.8
氟氯戊菊酯	100.8	92.1	102.5	98.5	5.7
氰戊菊酯	106.1	116.5	112.0	111.5	4.7
氰胺菊酯	116.5	107.0	114.0	112.5	4.4
溴氰菊酯	102.5	93.4	104.8	100.2	6.0

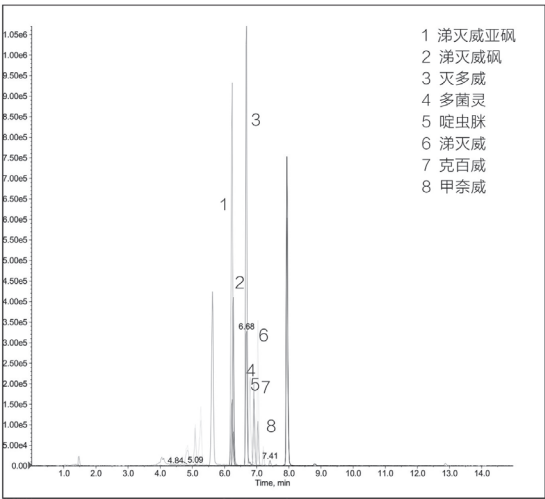


图 1 添加水平为 0.05 mg/kg 黄瓜中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

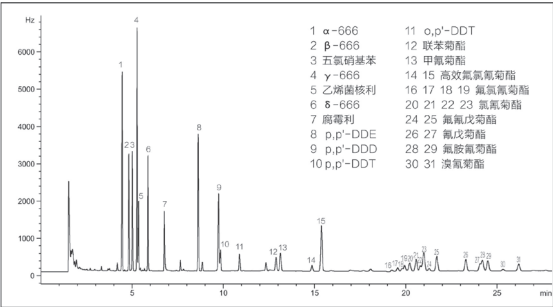


图 2 添加水平为 0.2 mg/kg 黄瓜中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4g 无水硫酸镁, 1g 氯化钠, 1g 柠檬酸钠、0.5g 柠檬酸二钠, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015022H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS AOAC 方法用于黄瓜中农药多残留的检测

本方法适用于一般基质的水果和蔬菜中农药多残留的测定

一、样品提取

将黄瓜在 -18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的黄瓜 15.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 1% 乙酸乙腈溶液，再加入 QuEChERS 萃取盐包（6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 无水醋酸钠），涡旋 10 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 8 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管 (1.2 g MgSO₄ 和 400 mg PSA) 中，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 流动相梯度洗脱

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1/160.1	68	10	34	12
		192.1/132.2	68	10	42	12

四、实验结果

表 4 0.05 mg/kg 黄瓜中农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	101.6	94.2	104.2	100.0	5.2
克百威	110.6	117.0	117.2	114.9	3.3
灭多威	111.8	104.4	108.4	108.2	3.4
多菌灵	98.0	92.0	94.6	94.9	3.2
涕灭威砒	118.0	113.0	110.0	113.7	3.6
涕灭威亚砒	100.8	95.2	98.6	98.2	2.9
甲萘威	110.2	99.4	96.2	101.9	7.2

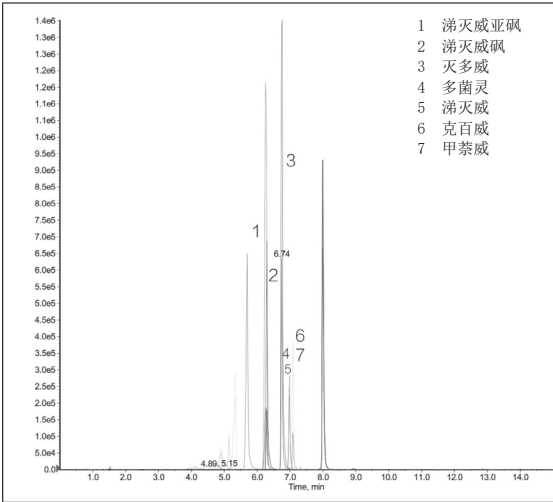


图 1 添加水平为 0.05 mg/kg 黄瓜中农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015031H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙筛针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS EN 方法用于黄瓜中有机磷类农药多残留的检测

本方法适用一般基质的水果和蔬菜中农药多残留的测定

一、样品提取

将黄瓜在 -18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取已粉碎好的黄瓜 10.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋 10 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（4 g 无水硫酸镁，1 g 氯化钠，1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠），涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 6 mL 至 15 mL QuEChERS 净化管 (900 mg MgSO₄ 和 150 mg PSA) 中，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.45 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件 (GC-FPD)

气相仪器：Agilent 7890B

色谱柱：DB-1701 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm) 或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：100℃ (保持 2 min)

以 16℃/min 升温到 190℃ (保持 2 min)

以 5℃/min 升温到 280℃ (保持 1 min)

载气：氮气

燃气：氢气

助燃气：空气

流速：1.6 mL/min

进样方式：不分流

四、实验结果

表 1 黄瓜中有机磷类农药多残留 0.1 mg/kg 的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
敌敌畏	98.7	96.6	99.7	98.3	1.6
甲拌磷	102.1	103.9	109.6	105.2	3.7
二嗪磷	100.9	103.0	107.3	103.7	3.1
毒死蜱	105.9	106.8	115.8	109.5	5.0
甲基对硫磷	101.3	103.2	109.8	104.8	4.3
杀螟硫磷	99.4	103.4	112.9	105.2	6.6
三唑磷	112.8	112.5	125.2	116.8	6.2
亚胺硫磷	115.9	114.7	113.4	114.7	1.1

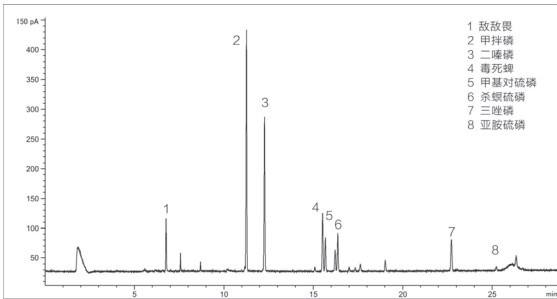


图 1 添加水平为 0.1 mg/kg 黄瓜中有机磷类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4g 无水硫酸镁、1g 氯化钠、1g 柠檬酸钠、0.5g 柠檬酸二钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015022H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-45-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS EN 方法用于菜芯中农药多残留的检测

本方法适用于含色素较多的水果和蔬菜中农药多残留的测定

一、样品提取

将菜芯在 -18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取已粉碎好的菜芯 10.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋 10 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠），涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

首先在 15 mL QuEChERS 净化管（900 mg MgSO₄、150 mg PSA 和 45 mg GCB）中加入 2 mL 甲苯，混匀，然后再取待净化的上层乙腈层 6 mL 至 15 mL QuEChERS 净化管中，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件：

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm)
或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：180℃ (保持 2 min)

以 10℃/min 升温到 230℃ (保持 2 min)

以 2℃/min 升温到 260℃ (保持 2 min)

以 25℃/min 升温到 270℃ (保持 1.6 min)

载气：氦气

流速：1.6 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

LC-MS/MS 条件：

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	A(%)	B(%)
--	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
啉虫脒	6.83	223.4/126.1	70	10	29	12
		223.4/90.0	70	10	46	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12

四、实验结果

表 4 0.26 mg/kg 菜芯中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
α-666	92.5	95.5	93.5	93.8	1.6
β-666	93.0	98.1	95.5	95.5	2.7
γ-666	96.0	95.5	93.0	94.8	1.7
δ-666	98.0	95.5	95.0	96.2	1.7
p,p'-DDE	87.0	89.5	87.5	88.0	1.5
p,p'-DDD	91.5	98.2	96.5	95.4	3.6
p,p'-DDT	102.5	105.0	98.0	101.8	3.5
o,p'-DDT	99.5	97.5	97.5	98.2	1.2
五氯硝基苯	84.0	87.5	83.6	85.0	2.5
乙烯菌核利	85.2	82.5	88.5	85.4	3.5
腐霉利	102.5	99.8	99.0	100.4	1.8
联苯菊酯	91.5	90.5	87.5	89.8	2.3
甲氰菊酯	103.0	100.0	96.0	99.7	3.5
高效氯氟氰菊酯	96.2	93.5	95.6	95.1	1.5

表 50.06 mg/kg 菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	91.2	85.7	90.6	89.2	3.4
克百威	99.6	91.6	90.4	93.9	5.3
灭多威	94.4	90.4	88.4	91.1	3.4
涕灭威砒	96.4	91.0	90.8	92.7	3.4
涕灭威亚砒	94.0	88.0	91.0	91.0	3.3
啶虫脒	102.0	94.0	92.8	96.3	5.2
甲萘威	82.0	74.0	80.0	78.7	5.3

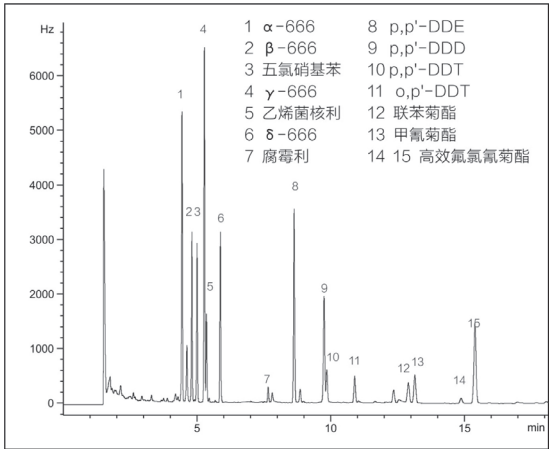


图 1 添加水平为 0.26 mg/kg 菜芯中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

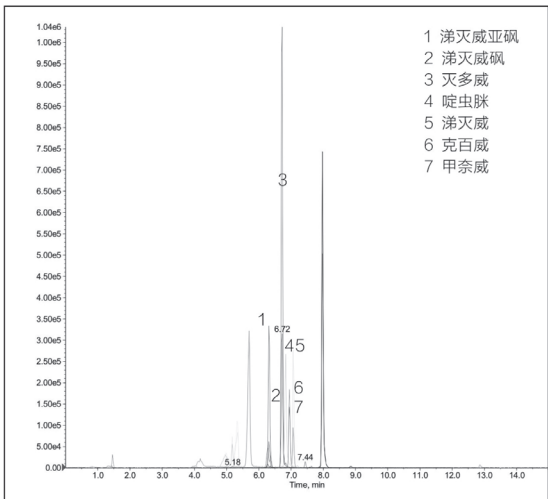


图 2 添加水平为 0.06 mg/kg 菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4g 无水硫酸镁、1g 氯化钠、1g 柠檬酸钠、0.5g 柠檬酸二钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015024H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、45 mg GCB，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混合仪	1 台 / 箱

QuEChERS AOAC 方法用于菜芯中农药多残留的检测

本方法适用于含色素较多的水果和蔬菜中农药多残留的测定

一、样品提取

将菜芯在 -18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的菜芯 15.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 1% 乙酸乙腈溶液，涡旋 10 min，再加入 QuEChERS 萃取盐包（6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 无水醋酸钠），涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

首先在 15 mL QuEChERS 净化管 (1.2 g MgSO₄、400 mg PSA 和 400 mg GCB) 中加入 3 mL 甲苯，取待净化的上层乙腈层 8 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管中，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件：

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm)

或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：180℃ (保持 2 min)

以 10℃ /min 升温到 230℃ (保持 2 min)

以 2℃ /min 升温到 260℃ (保持 2 min)

以 25℃ /min 升温到 270℃ (保持 1.6 min)

载气：氦气

流速：1.6 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

LC-MS/MS 条件：

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
--	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12

四、实验结果

表 4 0.1 mg/kg 菜芯中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
乙烯菌核利	101.1	89.1	90.9	93.7	6.9
三唑酮	113.0	114.5	106.2	111.2	4.0
腐霉利	87.6	84.7	82.4	84.9	3.1
异菌脲	119.8	115.1	122.9	119.3	3.3
联苯菊酯	114.9	108.6	108.3	110.6	3.4
甲氧菊酯	91.4	89.4	85.5	88.8	3.4
高效氟氯氧菊酯	105.2	114.1	110.9	110.1	4.1
氟氯氧菊酯	108.1	104.2	101.5	104.6	3.2
氯菊酯	77.3	78.8	70.2	75.4	6.1
氟氯戊菊酯	93.3	82.2	84.8	86.8	6.7
氰戊菊酯	107.8	100.8	104.7	104.4	3.4
氟胺菊酯	82.1	80.1	87.4	83.2	4.5
溴氰菊酯	113.3	108.2	105.3	108.9	3.7

表 50.05 mg/kg 菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	102.2	110.6	111.2	108.0	4.7
克百威	110.4	116.4	119.8	115.5	4.1
灭多威	104.6	108.4	110.0	107.7	2.6
涕灭威砒	106.2	107.4	111.6	108.4	2.6
涕灭威亚砒	88.6	81.6	87.0	85.7	4.3
甲萘威	101.4	102.4	100.6	101.5	0.9

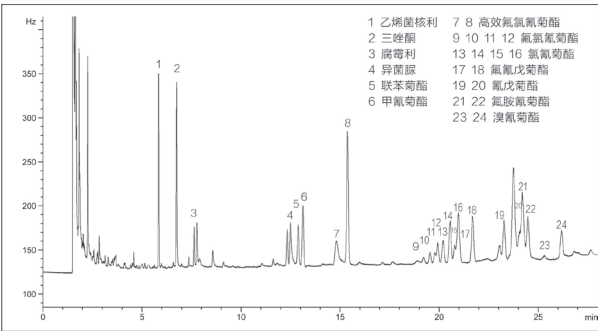


图 1 添加水平为 0.1 mg/kg 菜芯中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

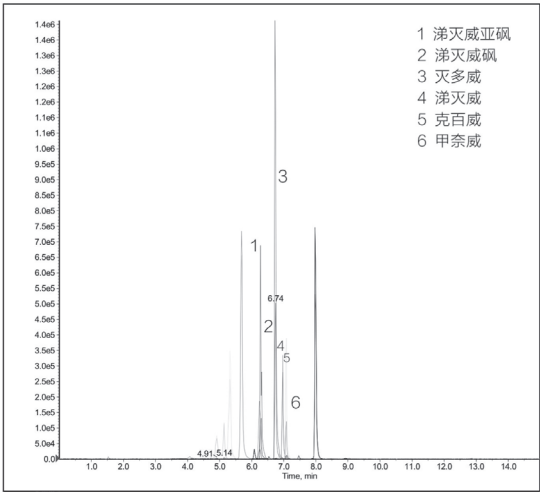


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015036H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA、400 mg GCB，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS AOAC 方法用于茄子中农药多残留的检测

本方法适用于含脂肪和色素较多的蔬菜水果中农药多残留的测定

一、样品提取

将茄子在 -18℃ 下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的茄子 15.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 1% 乙酸乙腈溶液，混匀，再加入 QuEChERS 萃取盐包（6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 无水醋酸钠），涡旋 10 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

首先在 15 mL QuEChERS 净化管 (1.2 g MgSO₄、400 mg PSA、400 mg GCB 和 400 mg C18) 中加入 3 mL 甲苯，混匀取待净化的上层乙腈层 8 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管中，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件：

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm)
或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：180℃ (保持 2 min)
以 10℃ /min 升温到 230℃ (保持 2 min)
以 2℃ /min 升温到 260℃ (保持 2 min)
以 25℃ /min 升温到 270℃ (保持 1.6 min)

载气：氮气

流速：1.6 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

LC-MS/MS 条件：

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：0.1% HCOOH+10 mM 乙 酸 铵 (取 1 mL HCOOH 和 0.77 g 乙酸铵至 1 L 水溶液中)

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12

四、实验结果

表 4 0.1 mg/kg 茄子中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	79.8	73.2	70.4	74.5	6.5
百菌清	80.3	77.3	75.4	77.7	3.2
乙烯菌核利	103.1	94.2	93.9	97.1	5.4
三唑酮	121.9	111.3	111.3	114.8	5.3
腐霉利	113.6	102.4	100.2	105.4	6.8
异菌脲	130.6	126.3	128.0	128.3	1.7
联苯菊酯	120.9	107.5	109.6	112.7	6.4
甲氰菊酯	103.9	94.4	96.2	98.2	5.1
高效氯氟氰菊酯	100.7	91.6	93.9	95.4	5.0
氟氯氰菊酯	96.1	87.5	85.6	89.7	6.2
氯氰菊酯	80.6	75.8	73.3	76.6	4.9
氟氯戊菊酯	102.4	104.7	112.4	106.5	4.9
氰戊菊酯	97.2	87.1	85.0	89.8	7.3

表 5 0.05mg/kg 茄子中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	87.2	84.4	93.8	88.5	5.5
克百威	77.6	73.6	72.4	74.5	3.6
灭多威	75.8	85.6	84.2	81.9	6.5
涕灭威砒	92.2	101.0	104.0	99.1	6.2
涕灭威亚砒	92.0	92.2	88.8	91.0	2.1
甲萘威	77.0	72.1	73.4	74.2	3.4

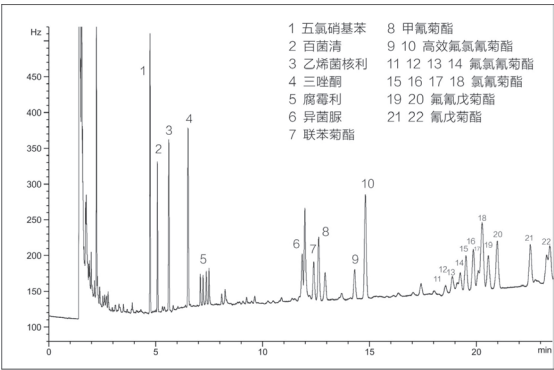


图 1 添加水平为 0.1 mg/kg 茄子中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

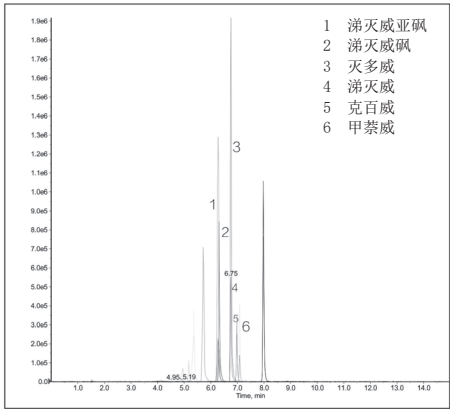


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 茄子中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015040H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA、400 mg C18、400 mg GCB，15mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS AOAC 方法用于大米中农药多残留的检测

本方法适用于含脂类和蜡类物质较多的水果、蔬菜和谷物等中农药多残留的测定

一、样品提取

将大米在 -18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的大米 5 g 于 50 mL 离心管中，加水 10 mL 混匀，然后加入 15 mL 1% 乙酸乙腈溶液，涡旋 10 min 加入 QuEChERS 萃取盐包（6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 无水醋酸钠），涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 8 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管（1.2 g MgSO₄、400 mg PSA 和 400 mg C18）中，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件：

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm)
或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：180℃ (保持 2 min)

以 10℃ /min 升温到 230℃ (保持 2 min)

以 2℃ /min 升温到 260℃ (保持 2 min)

以 25℃ /min 升温到 270℃ (保持 1.6 min)

载气：氦气

流速：1.6 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

LC-MS/MS 条件：

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
--	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1/160.1	68	10	34	12
		192.1/132.2	68	10	42	12

四、实验结果

表 4 0.2 mg/kg 大米中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	92.0	101.5	103.3	98.9	6.1
乙烯萘核利	93.5	100.4	102.2	98.7	4.6
三唑酮	114.5	122.5	126.5	121.2	5.0
腐霉利	81.5	84.5	86.1	84.0	2.8
异菌脲	113.0	109.0	113.5	111.8	2.2
联苯菊酯	120.5	120.0	122.0	120.8	0.9
甲氰菊酯	100.5	99.3	101.5	100.4	1.1
高效氟氯氰菊酯	101.5	100.6	102.5	101.5	0.9
氟氯氰菊酯	101.7	96.7	96.3	98.2	3.1
氯氰菊酯	78.7	70.2	70.9	73.3	6.4
氟氯戊菊酯	126.0	130.0	119.5	125.2	4.2
氰戊菊酯	110.01	99.5	111.4	107.0	6.1
氟胺氰菊酯	100.5	100.2	97.4	99.4	1.7
溴氰菊酯	122.5	111.6	120.0	118.0	4.8

表 5 0.05 mg/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	111.2	118.6	117.6	115.8	3.5
克百威	92.6	85.2	93.4	90.4	5.0
灭多威	90.0	101.4	98.2	96.5	6.1
多菌灵	70.6	79.4	70.2	73.4	7.1
涕灭威砒	107.2	114.0	111.6	110.9	3.1
涕灭威亚砒	114.0	119.8	117.8	117.2	2.5
甲萘威	92.4	98.4	92.0	94.3	3.8

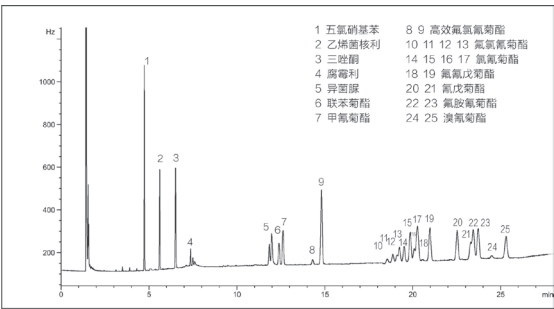


图 1 添加水平为 0.2 mg/kg 大米中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

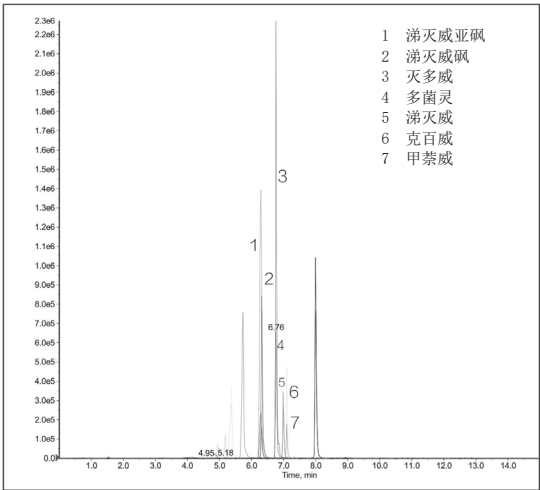


图 2 添加水平为 0.05 m/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015033H	1200 mg 无水硫酸镁、400 mg PSA、400 mg C18，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS EN 方法用于大米中农药多残留的检测

本方法适用于含脂类和蜡类物质较多的水果、蔬菜和谷物等中农药多残留的测定

一、样品提取

将大米在 -18℃下冷冻，彻底粉碎。称取经粉碎的大米 5.0 g 于 50 mL 离心管中，加水 10 mL 混匀，放置 30 min，然后加入 10 mL 乙腈，涡旋 10 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠），涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取待净化的上层乙腈层 6 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管（900 mg MgSO₄、150 mg PSA 和 150 mg C18）中，涡旋 5 min，4000 r/min 离心 5 min。取上清液 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

GC-ECD 条件：

仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm)
或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：180℃ (保持 2 min)

以 10℃ /min 升温到 230℃ (保持 2 min)

以 2℃ /min 升温到 260℃ (保持 2 min)

以 25℃ /min 升温到 270℃ (保持 1.6 min)

载气：氮气

流速：1.6 mL/min

进样方式：分流进样，分流比 10:1

LC-MS/MS 条件：

质谱仪：API 4000

色谱柱：Venusil ASB C18 (2.1 mm×150 mm, 5 μm)

流动相：A：10 mmol/L 乙酸铵（含 0.1% 甲酸）

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	95.0	5.0
1.5	95.0	5.0
6.0	5.0	95.0
11.0	5.0	95.0
11.1	95.0	5.0
15.0	95.0	5.0

流速：0.35 mL/min

柱温：40℃

进样体积：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子模式

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS 1)	50
Ion Source Gas 2(GS 2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	On

表 3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1/89.1	30	10	22	12
		208.1/116.0	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3/123.1	48	10	16	12
		222.3/165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2/88.1	36	10	15	12
		163.2/106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1/86.2	69	10	21	12
		223.1/148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1/132.2	60	10	13	12
		207.1/89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1/145.2	58	10	12	12
		202.1/127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1/160.1	68	10	34	12
		192.1/132.2	68	10	42	12

四、实验结果

表 4 0.2 mg/kg 大米中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	82.0	81.0	83.0	82.0	1.2
百菌清	84.0	86.0	91.5	87.2	4.5
乙烯菌核利	84.0	86.0	84.0	83.2	1.7
三唑酮	103.5	99.0	102.5	101.7	2.3
腐霉利	98.4	94.5	97.5	96.8	2.1
异菌脲	103.5	98.0	100.0	100.5	2.8
联苯菊酯	107.5	101.5	107.5	105.5	3.3
甲氧菊酯	86.5	81.5	85.0	84.3	3.0
高效氯氟氰菊酯	92.0	87.5	88.4	89.3	2.7
氟氯菊酯	87.6	85.4	85.8	86.3	1.3
氯菊酯	71.5	76.8	71.2	73.2	4.3
氟氯戊菊酯	131.2	123.2	124.5	126.3	3.4
氰戊菊酯	102.5	98.5	88.0	96.3	7.8
氟胺氰菊酯	92.9	90.4	90.7	91.3	1.5
溴氰菊酯	117.5	111.5	109.0	112.7	3.9

表 5 0.05 mg/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
涕灭威	94.6	93.6	99.2	95.8	3.1
克百威	89.6	91.6	91.2	90.8	1.2
灭多威	107.6	114.4	111.2	111.1	3.1
多菌灵	75.8	82.0	82.6	80.1	4.7
涕灭威亚砷	97.2	104.4	101.2	100.9	3.6
涕灭威亚砷	93.0	100.0	101.6	98.2	4.7
甲萘威	86.6	85.8	92.6	88.3	4.2

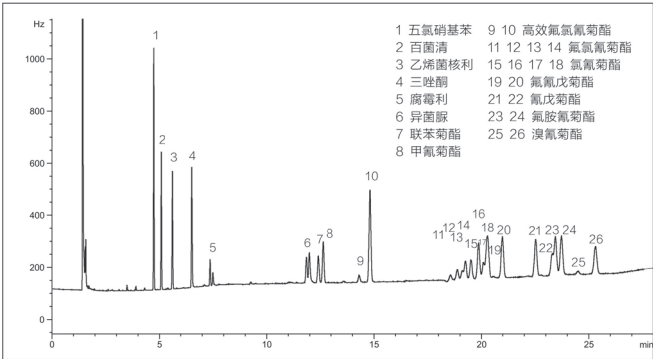


图 1 添加水平为 0.2 mg/kg 大米中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

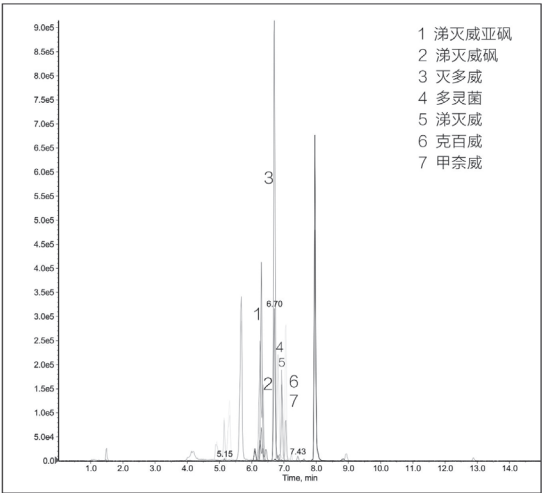


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸二钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015032H	900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、150 mg C18，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

QuEChERS 法对中药中多种禁用农药残留的分析测定

2020 版《中国药典·四部 2341 农药残留量测定法》

一、样品提取

准确称取 3.0 g 经粉碎的供试品于 50 mL 离心管中，加入 1% 冰乙酸溶液 15 mL，涡旋 30s 使药粉充分浸润，静置 30 min，精密加入 15 mL 乙腈，2500 rpm 涡旋 5 min，加入 6 g 无水硫酸镁，1.5 g 醋酸钠盐包 (Cat. No.COQ050020H) 立即打散，2500 rpm 涡旋 3 min，5000 r/min 离心 5 min，上层乙腈层待净化。

二、样品净化

取 9 mL 待净化液加入至 15 mL QuEChERS 净化管 (Cat. No.COQ015050H)，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min，准确吸取 5 mL 上清液于另一干净 15 mL 离心管中，40℃水浴氮吹至近干，用 1 mL 乙腈重新溶解，过 0.22 μm 尼龙滤膜供液质测试。

三、标曲配制

称取对应的中药空白样品 3.0 g 按照上述一、二步骤至氮吹近干，然后分别精密量取含 0，10，20，40，80，100 ng 的混合标准液加入到上述样品中，用乙腈分别定容至 1 mL，配制成浓度为 0，10，20，40，80，100 ng/mL 的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm，3.0 μm)

流动相：A：水 (0.1% 甲酸)

B：甲醇 (0.1% 甲酸)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	98	2
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	30	70
9.0	30	70
10.0	2	98
13.5	2	98
14.0	98	2
15.0	98	2

流速：0.4 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	甲胺磷	0.98	142.1	94.083*, 125.0
2	乙酰甲胺磷	2.95	184.0	143.0*, 125.0
3	甲基硫环磷	5.35	228.0	167.917*, 109.083
4	硫环磷	7.11	256.0	139.917*, 227.917
5	磷胺	7.46	300.0	174.0*, 127.0
6	水胺硫磷	8.8	312.0	269.887*, 235.958
7	马拉硫磷	9.79	331.0	99.083*, 127.071
8	氯唑磷	10.7	314.0	162.0*, 271.917
9	灭线磷	10.16	243.1	214.988*, 172.917
10	苯线磷	10.29	304.1	216.917*, 233.929
11	甲基异硫磷	10.53	332.2	230.917*, 121.071
12	治螟磷	10.63	323.0	294.917*, 170.929
13	蝇毒磷	10.68	363.0	226.917*, 306.917
14	伏杀硫磷	10.72	368.1	181.917*, 321.946
15	倍硫磷	10.73	279.0	246.917*, 168.958
16	地虫硫磷	10.75	247.0	109.083*, 137.0
17	乐果	6.22	230.0	198.988*, 125.125
18	氧乐果	3.55	214.1	182.917*, 125.0
19	啉虫脒	6.29	223.2	126*, 90.179
20	吡虫啉	5.82	256.1	209.0*, 175.083
21	硫双威	8.46	355.1	88.196*, 107.875
22	涕灭威亚砷	3.90	207.1	89.167*, 132.054
23	克百威	7.89	222.3	165.012*, 123.083
24	甲磺隆	8.02	382.0	167.0*, 198.929
25	氯磺隆	8.29	358.0	167.0*, 141.042
26	胺苯磺隆	8.42	411.1	196.0*, 168.0
27	莠去津	8.69	216.0	173.946*, 132.083
28	啉菌酯	8.02	404.0	372.083*, 344.143
29	啉菌环胺	9.86	226.1	210.083*, 108.298
30	肟菌酯	10.89	409.3	186.0*, 145.0
31	除虫脲	10.38	311.0	158.071*, 141.071
32	啉霉胺	8.67	200.0	183.054*, 182.03
33	丁草胺	11.09	312.0	238.083*, 162.137
34	毒死蜱	11.22	350.0	197.905*, 321.905

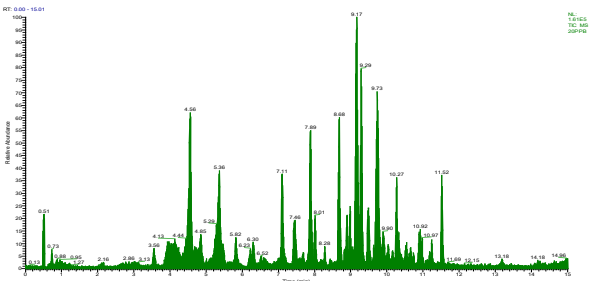


图 1 34 种禁用农药标准品溶液总离子流图 (20 ng/mL)

五、实验结果

表 3 银杏叶、甘草和枸杞药材中 34 种农药多残留的加标回收结果

目标物	银杏叶				甘草				枸杞	
	0.025 mg/kg		0.05 mg/kg		0.02 mg/kg		0.05 mg/kg		0.025 mg/kg	
	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)	回收率 %	RSD%(n=4)
甲胺磷	86.6	4.3	87.5	5.2	85.9	7.3	75.6	7.0	87.3	5.5
乙酰甲胺磷	96.4	3.2	95.2	8.8	81.2	5.7	79.1	5.7	84.1	6.9
氧乐果	110.1	9.5	91.9	10.7	80.8	6.5	76.2	5.2	85.7	3.9
涕灭威亚砷	79.6	4.9	87.8	4.3	72.9	7.2	67.1	2.3	95.2	8.0
甲基硫环磷	90.6	5.9	93.3	0.8	85.6	1.7	81.9	3.8	85.8	7.4
吡虫啉	83.4	2.8	91.3	4.8	83.8	3.3	74.2	6.2	76.8	3.4
乐果	91.2	4.7	97.5	5.5	98.2	3.4	97.3	1.4	82.2	4.8
啶虫脒	95.7	4.9	84.0	0.3	84.3	2.6	86.9	5.9	83.0	8.2
硫环磷	89.0	2.8	91.2	0.8	82.1	6.9	81.2	7.8	83.5	5.6
磷胺	92.0	1.4	91.7	4.4	94.9	7.1	93.6	6.0	89.5	6.6
克百威	88.1	5.5	88.5	3.4	96.5	6.7	90.7	4.1	92.9	3.5
甲磺隆	81.8	2.4	81.2	4.3	71.9	9.4	74.9	4.6	73.9	3.3
氯磺隆	80.2	7.8	77.4	4.5	62.8	6.4	64.4	5.8	67.5	3.9
胺苯磺隆	89.7	3.2	86.2	2.8	78.1	7.9	84.2	1.5	68.9	5.0
硫双威	86.4	7.7	89.8	6.1	91.7	9.0	79.9	5.2	76.9	6.7
啉霉胺	78.3	5.0	71.5	5.2	91.5	7.7	84.3	7.5	76.1	6.2
莠去津	86.8	4.0	84.8	0.5	89.6	8.6	85.3	4.6	86.7	6.8
水胺硫磷	69.5	9.4	69.0	2.7	85.9	7.8	85.4	7.0	93.4	5.5
啉菌酯	93.8	2.0	93.1	2.1	79.2	7.4	67.9	3.0	80.9	8.2
马拉硫磷	95.4	7.3	92.9	1.5	84.3	7.1	86.2	7.2	89.5	6.9
啉菌环胺	53.0	1.2	55.5	7.2	81.9	5.9	71.9	6.8	61.6	5.5
氯唑磷	95.0	7.1	88.7	3.5	89.7	1.0	87.9	6.5	83.3	5.9
灭线磷	91.3	2.8	91.1	6.4	84.2	4.4	82.8	2.4	79.7	5.2
苯线磷	70.7	3.4	71.0	4.0	85.4	8.0	78.1	2.1	72.7	6.2
除虫脲	87.7	4.4	101.1	5.3	72.1	6.4	109.4	1.7	89.3	7.8
甲基异硫磷	87.7	6.2	89.5	6.8	84.0	5.1	74.4	6.1	84.3	6.1
治螟磷	78.6	8.6	78.4	8.2	94.3	4.0	86.1	8.7	84.3	8.1
蝇毒磷	85.3	4.8	80.0	3.1	98.0	7.0	86.7	8.8	77.3	7.1
伏杀硫磷	99.2	5.3	83.7	8.0	78.5	6.3	87.3	6.4	87.4	3.4
倍硫磷	80.5	7.9	81.3	9.3	76.6	7.2	79.3	9.2	80.7	8.2
地虫硫磷	75.0	6.1	87.7	8.4	97.3	4.9	75.7	7.7	79.0	4.6
肟菌酯	87.3	4.7	88.9	6.0	77.8	7.8	85.9	2.2	86.0	6.2
丁草胺	117.5	3.7	101.0	9.1	75.1	7.9	75.5	4.8	72.6	7.9
毒死蜱	84.2	6.9	85.4	8.3	85.4	5.2	86.1	5.6	69.8	5.4

订购信息

快速样品处理法（QuEChERS 法）

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 硫酸镁、1.5 g 无水醋酸钠，50 mL 离心管，带离心管架	50 支 / 盒
COQ015050H	900 mg 硫酸镁、300 mg PSA、300 mg C18、90 mg GCB、300 mg 硅胶，15 mL 离心管，带离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

中药材 30 种禁用农残的 UPLC-MS/MS 测定

2020 版《中华人民共和国药典（四部）》2341 第五法 LC-MS/MS-QuEChERS 法

一、样品提取

准确称取经粉碎的样品 3.0 g 于 50mL 离心管中，加入 1% 冰醋酸水溶液 15 mL，涡旋混合 15 min。精密加入乙腈 15 mL，涡旋混匀，置摇床上剧烈振荡（500 次/min）5 min。加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat. No.COQ050020H），立即摇散，剧烈振摇（500 次/min）3 min，冰浴 10 min，以 4000 r/min 离心 5 min。

二、净化

取上述溶液上清液 9 mL 置于萃取净化管（Cat. No.COQ015050H）中，振摇 5 min 使之充分混匀，以 4000 r/min 离心 5 min，精密吸取上清液 5 mL 置氮吹仪上于 40℃ 水浴浓缩至约 0.3 mL，用乙腈定容至 1 mL，超声振荡 2 min，涡旋混匀，离心，取上清液过滤，收集续滤液。

三、基质标准曲线溶液的制备

取空白基质样品 3 g，一式 6 份，同供试品溶液的制备方法处理至“5 mL 置氮吹仪上于 40℃ 水浴浓缩至约 0.3 mL”，分别加入混合对照品溶液（100 µg/L）50、100 µL，混合对照品溶液（2000 µg/L）25、50、100、200 µL，用乙腈定容至 1mL，涡旋混匀，过微孔滤膜（0.22 µm），取续滤液，即得。

四、仪器条件（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3.0 µm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸） B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	98	2
2.0	95	5
8.0	70	30
16.5	30	70
17.5	30	70
19	2	98
21	2	98
21.5	98	2
22	98	2

流速：0.4 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 µL

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	苯线磷	16.08	304.1	216.9*, 233.9
2	甲拌磷	17.09	261.0	75.2*, 142.9, 170.8
3	久效磷	5.75	224.1	109.1*, 192.9
4	克百威	10.87	222.3	123.1*, 165.2
5	杀虫脒	6.68	197.2	46.4*, 178.9
6	氯唑磷	15.54	314.0	162.3*, 271.9
7	苯线磷砒	10.77	336.1	266.2*, 308.2
8	内吸磷	12.41	259.1	61.2*, 89.1
9	涕灭威亚砒	4.06	207.1	89.2*, 132.4
10	苯线磷亚砒	9.46	320.1	171.3*, 233.2, 292.1
11	甲胺磷	0.75	142.1	94.1*, 125.1
12	涕灭威砒	10.91	223.2	76.2*, 166.0
13	涕灭威	9.15	213.1	89.1*, 116.1, 98.0
14	水胺硫磷	13.25	312.0	235.9*, 269.9
15	特丁硫磷亚砒	12.96	305.1	187.2*, 248.9
16	氯磺隆	11.25	358.0	167.3*, 141.3
17	治螟磷	16.72	323.0	294.9*, 170.9
18	特丁硫磷砒	14.5	321.1	171.2*, 274.9
19	硫线磷	17.14	271.1	131.1*, 159.2
20	甲磺隆	10.82	382.0	167.3*, 198.9
21	甲拌磷砒	12.99	293.1	251.9*, 272.3
22	磷胺	10.66	300.0	127.1*, 174.1
23	甲基异硫磷	16.43	332.2	121.1*, 230.9
24	蝇毒磷	16.65	363.0	226.9*, 306.9
25	硫环磷	8.48	256.0	139.9*, 227.9
26	灭线磷	14.13	243.1	172.9*, 215.0
27	3- 羟基克百威	7.31	238.2	163.2*, 181.1, 220.2
28	胺苯磺隆	11.69	411.1	168.3*, 196.3
29	地虫硫磷	16.59	247.0	109.1*, 137.1
30	甲拌磷亚砒	10.08	277.1	125.1*, 199.0, 259.0

五、实验结果

表 3 加标浓度为 0.1 mg/kg 的中药基质中 30 种禁用农残回收实验结果

目标物	回收率 (%)				RSD (%)			
	黄芪	西洋参	荷叶	莲子	黄芪	西洋参	荷叶	莲子
甲胺磷	80.8	75.0	68.6	82.5	2.2	2.1	3.9	4.5
涕灭威亚砒	78.9	88.9	74.6	96.3	3.0	4.2	2.9	2.8
涕灭威砒	73.5	110.5	95.9	96.5	0.1	4.6	6.2	6.2
杀虫脒	52.1	55.0	50.3	62.3	0.6	2.1	5.1	5.4
久效磷	81.0	91.2	92.8	90.6	4.5	1.3	4.9	0.7
3- 羟基克百威	76.6	109.3	80.3	76.2	4.8	8.1	7.5	6.3
涕灭威	97.2	109.2	85.1	95.0	3.4	0.4	1.7	2.3
硫环磷	81.1	91.0	89.8	115.9	6.0	3.3	4.0	1.7
磷胺	86.8	92.8	87.7	110.5	2.1	0.9	2.6	4.4
克百威	84.8	100.9	88.5	115.1	3.5	0.4	1.7	1.7
苯线磷亚砒	89.8	108.4	114.8	111.0	3.5	1.9	5.4	5.4
甲磺隆	51.4	50.4	51.6	63.8	3.1	1.0	0.5	2.4
苯线磷砒	85.7	93.9	86.8	108.5	3.1	1.2	2.1	3.8
氯磺隆	50.7	54.4	50.5	50.5	1.2	0.3	3.0	0.6
甲拌磷亚砒	87.3	111.4	115.0	114.1	0.7	4.1	0.3	4.7

目标物	回收率 (%)				RSD (%)			
	黄芪	西洋参	荷叶	莲子	黄芪	西洋参	荷叶	莲子
胺苯磺隆	72.0	66.0	58.4	91.6	2.8	6.2	4.5	3.6
甲拌磷砒	81.2	109.8	92.3	113.3	6.4	1.0	4.8	2.0
水胺磷砒	107.2	104.9	85.6	108.8	3.7	1.3	1.0	2.6
内吸磷	80.5	91.0	75.0	110.1	4.1	1.5	0.2	2.6
特丁硫磷亚砒	86.4	110.2	92.9	110.3	5.5	4.4	4.7	5.9
特丁硫磷砒	91.2	109.9	102.0	116.5	3.7	1.4	0.9	4.0
氯唑磷	88.1	104.0	92.2	114.3	1.8	1.1	1.4	1.4
灭线磷	83.3	95.9	88.0	110.4	1.5	1.2	0.3	1.6
苯线磷	79.5	87.9	79.2	108.1	1.8	3.5	1.9	0.9
甲基异硫磷	72.2	98.7	89.1	105.0	4.1	1.9	0.7	2.0
治螟磷	84.1	102.9	93.7	109.7	3.7	0.9	0.7	3.6
地虫硫磷	83.1	97.1	84.0	104.8	3.2	0.0	5.1	2.9
蝇毒磷	77.6	58.8	55.3	93.4	4.6	2.1	4.3	0.8
甲拌磷	87.5	92.2	79.2	101.8	5.7	4.5	2.4	5.2
硫线磷	90.5	103.9	88.2	112.7	0.4	0.1	0.4	2.8

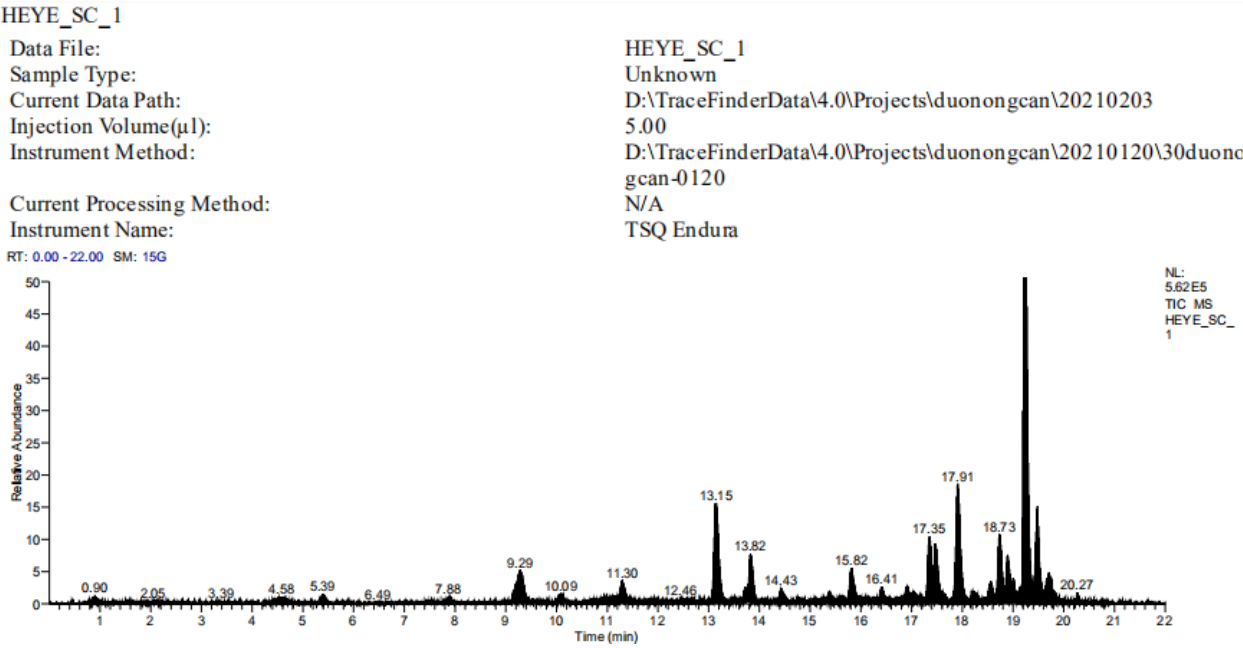
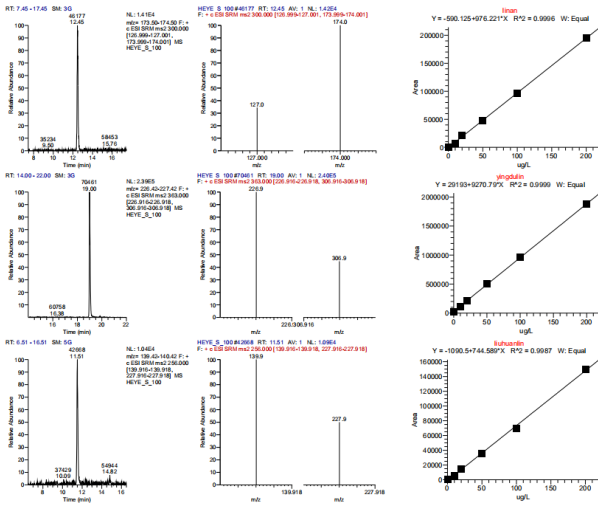


图 1 添加水平 0.1 mg/kg 的 30 种禁用农残样品的总离子流及部分提取离子色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050020H	6 g 硫酸镁、1.5 g 无水醋酸钠，50 mL 离心管，带离心管架	50 支 / 盒
COQ015050H	900 mg 硫酸镁、300 mg PSA、300 mg C18、90 mg GCB、300 mg 硅胶，15 mL 离心管，带离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

陈皮中 33 种禁用农残的检测方案 (Copure® HLB)

陈皮是芸香科植物橘的干燥成熟果皮，含丰富的挥发油、橙皮甙、柑橘素等功能性物质，具有良好的理气健脾，燥湿化痰，降逆止呕，增进食欲等功效，常见的健胃消食片等药物里就含有陈皮这一味中药，除去制药外，陈皮还可以泡水喝，可以煮粥、煲汤，适用面非常广。

本应用参考《2020 中国药典》固相萃取二法，采用 HLB 对陈皮中 33 种禁用农药进行了方法开发。通过该 HLB 的净化处理，可大量去除陈皮中的色素、挥发油等杂质成分，获得满意的实验结果。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的陈皮样品 5.00 g，加氯化钠 1.0 g，立即摇散，加入乙腈 50 mL，2500 r/min 涡旋 10 min，6000 r/min 离心 5 min，分取上清液，残渣重复提取一次，合并两次上清液，40℃减压浓缩至约 5 mL，取出冷却后用乙腈稀释至 10 mL，待净化。

二、样品净化 (Copure® HLB, 200mg/6mL)

量取上述待净化液 3 mL，过柱，弃去前面两滴，收集剩余过柱液，从中分取 1 mL 加入 0.3 mL 0.1 µg/mL 磷酸三苯酯（内标），混匀后，过 PTFE-HL 膜上 GC/MS-MS；另分取 1 mL 加入 0.3 mL 水，混匀后，过 PTFE-HL 膜上 LC/MS-MS。

三、基质标准曲线溶液的制备

取空白基质样品，同供试品溶液的制备方法处理制成空白基质溶液，分别精密量取空白基质溶液 1.0 mL（6 份），置氮吹仪上，40℃水浴浓缩至 0.5 mL 以下，加入适量标准溶液，并加乙腈稀释至 1 mL，涡旋混匀，制成浓度分别为 10 µg/L、20 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、150 µg/L、200 µg/L 标准曲线。其中，用于 GC-MS/MS 分析的标曲，在定容到 1 mL 后，分别向每个浓度点加入 0.3 mL 0.1 µg/mL 磷酸三苯酯内标溶液；用于 LC-MS/MS 分析的标曲，在定容到 1 mL 后，分别向每个浓度点加入 0.3 mL 水，漩涡混匀后，过 PTFE 膜上机。

四、仪器条件

1) 气质部分

仪器：Agilent 8890-7000D 气质联用仪

色谱柱：HP-5MS UI (30 m×250 µm×0.25 µm)

进样模式：恒流模式，1 mL/min，不分流进样

进样口温度：250℃

载气：高纯 He

升温程序：见表 1

进样量：1 µL

溶剂延迟：6 min

电离方式：电子轰击源 (EI)

电离能量：70 eV

离子源温度：250℃

接口温度：250℃

监测方式：多反应监测 (MRM)

监测离子对信息：参考《2020 中国药典》

表 1 气质升温程序

	速率 (°C/min)	值 (°C)	保持时间 (min)
初始值	/	60	0
梯度 1	30	120	0.5
梯度 2	15	200	2
梯度 3	5	270	8

2) 液质部分

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱：Commasil® 中药农残专用柱 (2.1 mm×100 mm, 3 µm)

流动相：A: 0.1% 甲酸水

B: 甲醇

流速：0.3 mL/min

柱温：30℃

进样量：5 µL

洗脱程序：见表 2

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

监测离子对信息：参考《2020 中国药典》

表 2 液质洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
0.25	98	2
2.00	95	5
8.00	70	30
16.50	30	70
17.50	30	70
19.00	2	98
21.00	2	98
21.50	98	2
22.00	98	2

五、实验结果

表 3 33 种禁用农残加标回收实验结果

目标物	20.0 µg/kg		40.0 µg/kg		80.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
甲胺磷	101	7.42	90.3	7.16	85.9	4.41
甲基对硫磷	77.3	4.66	96.8	3.66	105	3.52
对硫磷	72.3	5.67	91.7	3.73	92.5	3.36
久效磷	72.8	7.30	77.4	5.85	90.4	2.50
磷胺	84.8	3.71	84.5	2.42	86.9	1.88
α-六六六	91.6	1.75	90.9	0.75	94.5	1.94
β-六六六	101	2.02	100	1.37	96.3	2.62
γ-六六六	92.3	3.27	91.4	2.35	96.5	2.06
δ-六六六	92.7	3.01	94.6	3.34	100	1.95
4,4'-滴滴涕	75.7	3.92	78.3	3.23	69.6	3.95
2,4'-滴滴涕	79.6	5.66	72.4	4.58	74.7	4.04
4,4'-滴滴伊	89.5	4.46	70.6	4.34	71.5	2.91
4,4'-滴滴滴	83.8	3.85	81.3	3.63	82.8	3.16
杀虫脒	93.4	3.22	91.2	4.31	97.8	2.56
除草醚	71.2	7.64	73.4	4.69	81.0	3.89
艾氏剂	89.2	4.39	84.8	2.85	82.9	3.02
狄氏剂	99.8	3.86	90.1	3.32	93.2	2.17

苯线磷	80.6	4.97	92.6	3.48	96.7	2.66
苯线磷砒	86.6	2.16	95.1	1.98	98.0	1.03
苯线磷亚砒	87.5	8.61	90.2	7.10	92.6	5.65
地虫硫磷	94.7	3.66	88.1	5.29	80.6	1.69
硫线磷	90.2	4.02	85.4	1.91	84.3	2.77
蝇毒磷	87.7	4.84	101	4.46	110	2.35
治螟磷	92.7	3.42	97.2	2.32	102	2.19
特丁硫磷	86.8	3.44	91.3	3.16	97.1	2.72
特丁硫磷砒	97.2	6.23	85.6	7.85	89.7	1.62
特丁硫磷亚砒	93.4	4.34	92.6	2.44	86.1	3.37
氯磺隆	-	-	80.8	4.89	95.4	2.82
胺苯磺隆	-	-	82.8	3.76	87.5	6.08
甲磺隆	-	-	88.3	3.49	99.1	3.31
甲拌磷	89.5	5.22	88.9	3.44	95.8	2.67
甲拌磷砒	97.0	3.11	89.5	1.85	90.3	2.94
甲拌磷亚砒	98.7	3.18	91.8	1.99	92.5	2.73
甲基异柳磷	89.7	3.98	101	1.97	103	2.26
内吸磷-O	95.3	3.88	96.7	3.82	97.7	4.25
内吸磷-S	89.6	4.61	92.7	2.31	100	2.59

克百威	91.1	2.46	94.3	3.30	94.9	4.79
3- 羟基克百威	-	-	75.2	4.82	90.5	6.08
涕灭威	-	-	-	-	90.3	5.47
涕灭威砒	96.7	6.01	90.6	8.41	89.8	1.24
涕灭威亚砒	-	-	86.4	2.66	78.6	3.32
灭线磷	91.6	3.37	96.8	2.03	101	1.69
氯唑磷	99.1	6.46	89.6	1.46	90.7	1.43
水胺硫磷	73.8	6.82	91.4	2.56	100	3.65
α- 硫丹	97.8	3.34	87.2	2.38	81.8	2.57
β- 硫丹	92.6	3.26	95.4	1.39	96.5	2.13
硫丹硫酸酯	93.6	2.06	102	1.66	107	3.31
氟虫腈	102	2.55	106	1.71	108	1.98
氟甲腈	90.4	2.92	101	2.06	104	3.10
氟虫腈砒	83.7	3.86	102	3.03	101	3.28
氟虫腈亚砒	90.0	4.66	94.5	3.84	99.8	2.02
O,P' - 三氯杀螨醇	91.2	7.20	79.8	4.25	78.6	3.38
P,P' - 三氯杀螨醇	79.6	6.36	75.6	3.39	71.5	3.75
硫环磷	81.4	2.46	91.9	3.86	93.1	4.00
甲基硫环磷	82.7	6.34	91.7	4.38	103	3.52

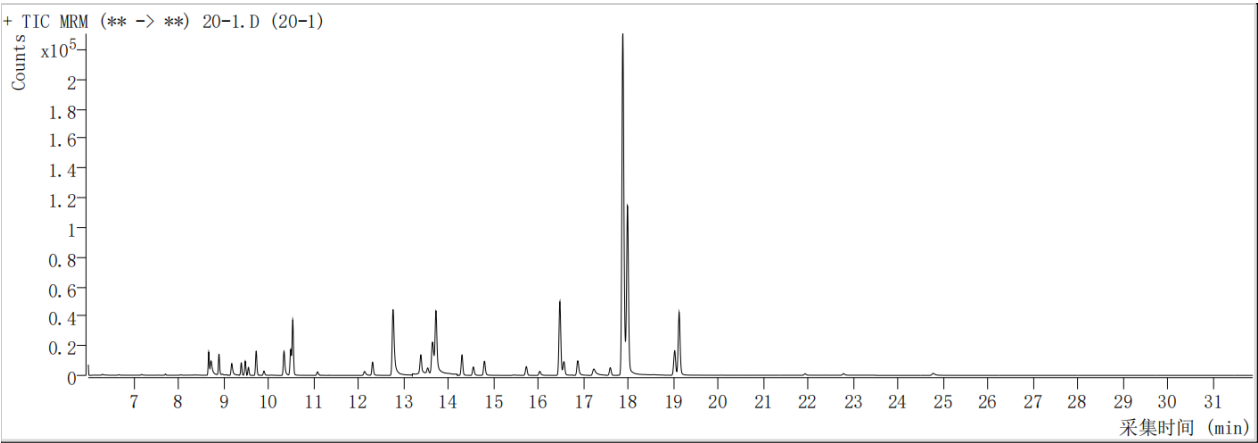


图 1 添加水平为 40.0 µg/kg 气质总离子流图

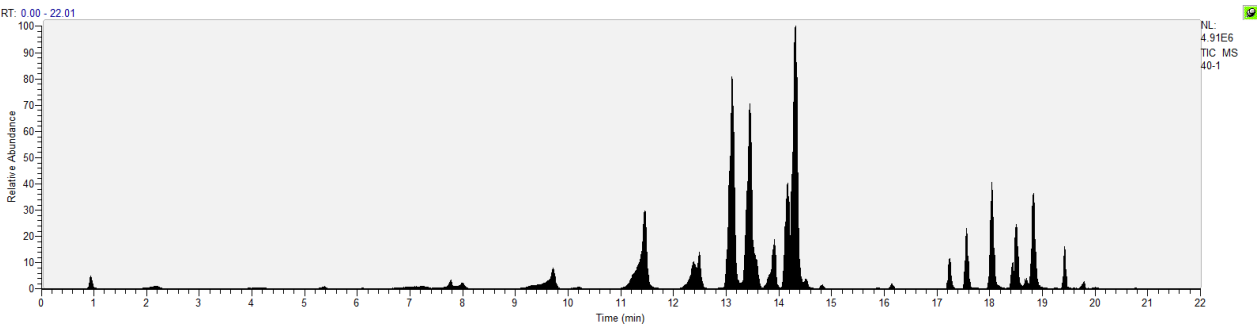


图 2 添加水平为 40.0 µg/kg 液质总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB6200-M	Copure®HLB 固相萃取柱, 200mg/6mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE-HL	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

高通量 24 孔净化板法对白菜中多种农药残留的 UPLC-MS-MS 测定

QuEChERS 法是一类快速、简便、经济、高效、耐用和安全的样品前处理方法，其已广泛应用于植物源性食品中农残项目的检测中。由于实际检测过程中常常会遇到样品量大、检测项目众多、实验操作中偶然误差导致的检测数据不稳定等问题，如何有效解决这些难题，是提高我们检测效率和数据结果稳定性的关键。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的 24 孔农残净化板，实现了农残项目的快速、高通量检测；搭配 24 孔正压装置和进样瓶托盘使用，净化完成后，无需使用针式过滤器再次过滤，进样瓶拧盖后，即可上机检测。本文建立了 24 孔净化板法检测白菜中 23 种农药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（1 ng/g 和 5 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-120 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %；测试对比后，其与传统 QuEChERS 法的回收率和净化效果相当。本方法操作简便快捷，与传统 QuEChERS 法相比具有检测效率高和数据结果稳定性好的优势，能够作为白菜中多种农药残留的参考方法。

本方法适用 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱 - 质谱联用法》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 将样品切碎后，用样品粉碎机粉碎均匀，称取 10.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加 10 mL 乙腈涡旋混匀 5 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat: COQ050010H），剧烈振摇 1 min，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔农残净化板（Cat: NC24002）放置在专用进样瓶托盘（Cat: NC24DZ）上，再向净化板孔中加入 2 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔农残净化板和进样瓶托盘放置在 24 孔正压提取装置（Cat: BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至进样瓶中。
- 4) 无需再次过滤，进样瓶拧上盖后，即可上机分析。

注：本文中传统 QuEChERS 法是指《GB 23200.121-2021》中对应的样品处理方法。

二、仪器条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Commasil®BEH T-C18（100*2.1mm，3μm）
流动相：A: 水（0.1% 甲酸）
B: 甲醇

流速：0.4 mL/min
进样量：5 μL
柱温：30℃
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1
表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
1.00	95	5
4.00	70	30
8.00	30	70
9.00	30	70
10.00	2	98
13.50	2	98
14.00	98	2
15.00	98	2

质谱条件

离子源：HESI
电喷雾电压：3500V
鞘气压力：40 Arb
辅气压力：1 Arb
离子传输管：380 °C
雾化温度：350 °C

三、实验结果

表 2 多种禁用农残加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	检测样品			
		白菜			
		24 孔净化板 (n=8)		传统 QuEChERS 法 (n=8)	
		平均回收率 R/%	CV/%	平均回收率 R/%	CV/%
噻虫胺	1	67.8	9.78	69.2	14.8
	5	106	8.41	102	4.52
吡唑醚菌酯	1	98.9	9.40	99.8	16.5
	5	93.4	2.28	84.7	6.89
辛硫磷	1	75.1	9.76	59.8	15.5
	5	85.1	5.91	68.4	9.46
啉虫脒	1	94.5	9.43	74.3	15.8
	5	100	8.46	94.9	10.5
多菌灵	1	65.4	8.22	56.6	14.1
	5	86.4	5.63	85.8	4.36
氟硅唑	1	78.5	8.15	76.3	7.65
	5	101	7.56	89.6	7.81
氯吡脞	1	75.8	7.61	82.6	10.6
	5	108	2.42	105	4.92

咪鲜胺	1	106	9.16	105	15.5
	5	112	6.49	113	3.65
啉菌酯	1	99.6	9.41	119	5.09
	5	108	8.11	108	4.16
唑虫酰胺	1	94.1	9.76	55.0	12.9
	5	87.8	1.87	77.1	15.7
涕灭威	1	93.8	9.77	96.7	12.3
	5	94.4	6.05	106	6.13
涕灭威砒	1	82.5	7.85	86.5	11.3
	5	107	7.28	93.7	10.6
氟虫腈砒	1	90.1	9.80	102	12.6
	5	116	5.68	105	9.36
氟虫腈硫化物	1	99.6	9.69	103	12.3
	5	104	9.64	98.2	7.47
氟甲腈	1	98.2	9.11	108	18.1
	5	105	2.40	103	4.29
氟虫腈	1	114	9.51	101	11.2
	5	106	9.85	95.9	6.35
克百威	1	96.7	6.18	97.5	6.67
	5	106	3.27	102	2.53
3- 羟基吡喃丹	1	106	7.17	101	7.78
	5	89.9	4.32	90.0	4.69
吡虫啉	1	96.1	9.13	75.0	7.41
	5	78.2	8.49	92.7	4.22
炔螨特	1	82.3	9.18	53.1	18.1
	5	78.6	4.39	54.1	16.5
唑螨酯	1	78.5	9.91	64.1	6.05
	5	101	4.28	94.5	1.67
咪鲜胺 - 脱氨基咪唑	1	98.6	9.85	86.1	15.1
	5	101	6.86	104	4.86
咪鲜胺 - 脱咪唑甲酰氨基	1	96.4	9.65	102	15.3
	5	102	4.19	98.5	9.87

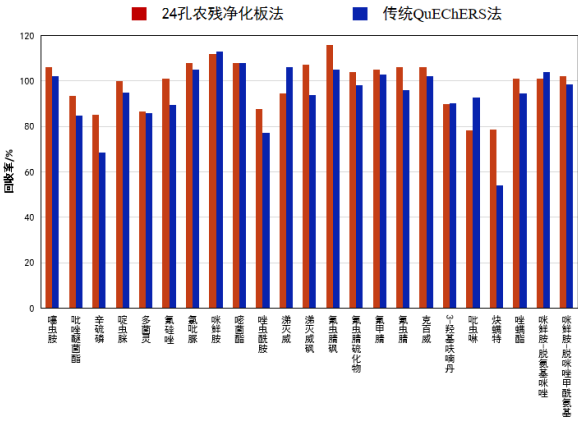


图 1 白菜中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

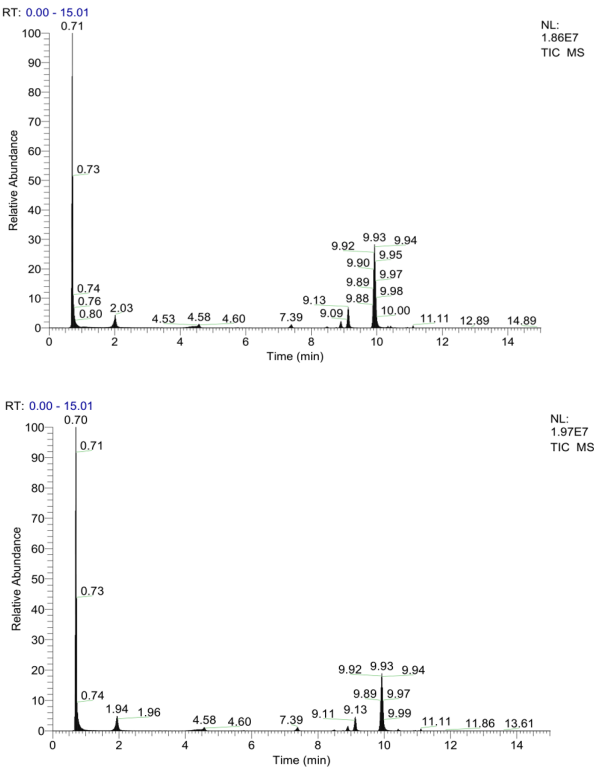


图 2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
(①传统 QuEChERS 法 - 净化处理 ② 24 孔农残净化板法 - 净化处理)

订购信息

货号	描述	规格
NC24001	Copure® 24 孔农残净化板 (适用深色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24002	Copure® 24 孔农残净化板 (适用浅色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24003	Copure® 24 孔农残净化板 (适用谷物、油料和坚果)	1 块 / 盒
NC24004	Copure® 24 孔农残净化板 (适用茶叶和香辛料)	1 块 / 盒
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
NC24DZ	24 孔进样瓶托盘	1 台 / 箱
BCY2402	24 孔正压提取装置	1 台 / 箱
BCN2403	24 孔智能氮吹仪, 平底板	1 台 / 箱

高通量 24 孔净化板法对草莓中 28 种农药残留的 UPLC-MS-MS 测定

QuEChERS 法是一类快速、简便、经济、高效、耐用和安全的样品前处理方法，其已广泛应用于植物源性食品中农残项目的检测中。由于实际检测过程中常常会遇到样品量大、检测项目众多、实验操作中偶然误差导致的检测数据不稳定等问题，如何有效解决这些难题，是提高我们检测效率和数据结果稳定性的关键。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的 24 孔农残净化板，实现了农残项目的快速、高通量检测；搭配 24 孔正压装置和进样瓶托盘使用，净化完成后，无需使用针式过滤器再次过滤，进样瓶拧盖后，即可上机检测。本文建立了 24 孔农残净化板法检测草莓和油麦菜中 28 种农药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（5 ng/g 和 10 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-110 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %；测试对比后，其与传统 QuEChERS 法的回收率和净化效果相当。本方法操作简便快捷，与传统 QuEChERS 法相比具有检测效率高和数据结果稳定性好的优势，能够作为草莓和油麦菜中多种农药残留的参考方法。

本方法适用 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱 - 质谱联用法》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 将样品切碎后，用样品粉碎机粉碎均匀，称取 10.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加 10 mL 乙腈涡旋混匀 5 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat: COQ050010H），剧烈振摇 1 min，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔农残净化板（Cat: NC24002）放置在专用进样瓶托盘（Cat: NC24DZ）上，再向净化板孔中加入 2 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔农残净化板和进样瓶托盘放置在 24 孔正压提取装置（Cat: BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至进样瓶中。
- 4) 无需再次过滤，进样瓶拧上盖后，即可上机分析。

注：本文中传统 QuEChERS 法是指《GB 23200.121-2021》中对应的样品处理方法。

二、仪器条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Commasil®BEH T-C18（100*2.1mm，3μm）
流动相：A: 水（0.1% 甲酸） B: 甲醇
流速：0.3 mL/min
进样量：5 μL

柱温：30℃

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
2.00	95	5
8.00	70	30
16.50	30	70
17.50	30	70
19.00	2	98
21.00	2	98
21.50	98	2
22.00	98	2

质谱条件

离子源：HESI
电喷雾电压：3500V
鞘气压力：40 Arb
辅气压力：1 Arb
离子传输管：380 °C
雾化温度：350 °C

三、实验结果

表 2 多种禁用农残加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	草莓			
		24 孔农残净化板 (n=8)		传统 QuEChERS 法 (n=8)	
		平均回收率 R/%	CV/%	平均回收率 R/%	CV/%
甲胺磷	5	91.3	5.74	95.1	8.68
	10	92.5	5.93	91.3	8.96
久效磷	5	95.5	6.35	97.7	9.63
	10	95.1	6.21	99.1	9.51
磷胺	5	94.4	5.15	95.5	9.48
	10	95.2	5.59	99.5	9.46
苯线磷	5	96.2	9.16	95.2	9.27
	10	92.5	9.05	91.5	9.22
苯线磷砒	5	95.3	8.94	92.5	11.6
	10	99.1	8.83	93.1	10.5
苯线磷亚砒	5	94.2	8.72	95.1	12.5
	10	95.2	8.61	95.0	12.5
地虫硫磷	5	94.3	8.74	96.3	11.8
	10	90.3	8.93	90.3	9.96
硫线磷	5	95.7	9.12	94.7	10.8
	10	90.1	9.31	91.1	11.7
蝇毒磷	5	95.6	9.50	92.1	12.8
	10	95.0	9.69	91.5	11.4
治螟磷	5	93.1	9.88	94.1	9.58
	10	95.1	9.27	95.1	9.43
特丁硫磷	5	96.2	9.16	96.2	9.67
	10	97.5	9.05	92.5	9.25

特丁硫磷砒	5	95.3	8.94	94.3	10.6
	10	97.1	8.83	93.1	11.1
氯磺隆	5	64.3	8.74	61.3	9.68
	10	60.3	8.93	62.3	8.96
甲磺隆	5	64.7	9.12	64.5	9.63
	10	60.1	9.31	65.1	9.51
甲拌磷	5	95.6	9.50	94.5	12.5
	10	94.5	9.69	99.5	11.9
甲拌磷砒	5	93.1	9.88	94.1	11.5
	10	91.1	9.27	95.1	12.3
甲拌磷亚砒	5	96.2	6.16	95.1	10.7
	10	92.5	6.05	92.5	11.2
甲基异柳磷	5	95.3	4.94	91.3	9.66
	10	99.1	4.83	93.1	9.81
内吸磷	5	94.0	5.72	92.0	11.5
	10	91.5	5.61	95.0	12.0
克百威	5	92.3	774	91.3	12.8
	10	91.3	7.93	92.3	11.6
3- 羟基克百威	5	92.7	6.12	91.7	9.23
	10	94.1	7.31	95.1	9.31
涕灭威	5	92.6	6.50	96.1	12.8
	10	95.5	7.69	99.5	11.6
涕灭威砒	5	73.1	8.08	69.2	12.5
	10	70.1	9.27	68.1	10.3
涕灭威亚砒	5	94.2	7.16	96.2	9.27
	10	92.5	7.05	90.5	9.52
灭线磷	5	99.3	8.94	94.3	9.26
	10	99.1	8.83	93.5	9.51
氯唑磷	5	94.0	8.72	95.4	9.65
	10	91.2	8.61	91.0	9.50
水胺硫磷	5	93.5	7.05	92.5	9.72
	10	94.3	6.94	94.3	9.76
硫环磷	5	99.1	6.83	93.1	11.1
	10	94.1	6.72	94.0	12.5

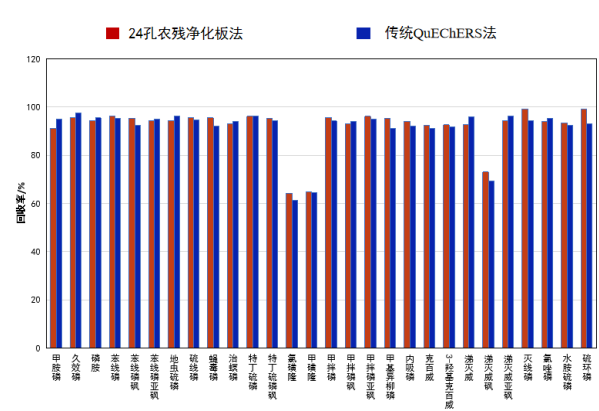


图 2 草莓中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

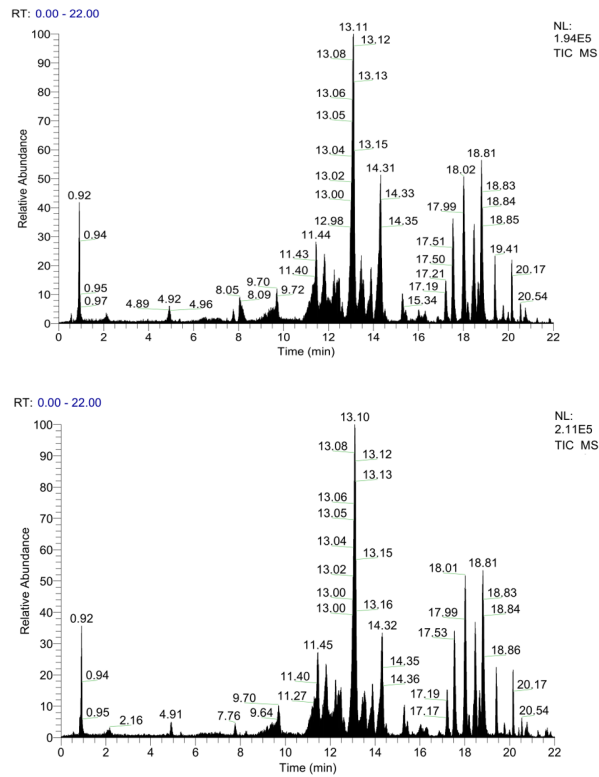


图 3 不同净化方法处理草莓样品的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
①传统 QuEChERS 法 - 净化处理 ② 24 孔农残净化板法 - 净化处理

订购信息

货号	描述	规格
NC24001	Copure® 24 孔农残净化板 (适用深色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24002	Copure® 24 孔农残净化板 (适用浅色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24003	Copure® 24 孔农残净化板 (适用谷物、油料和坚果)	1 块 / 盒
NC24004	Copure® 24 孔农残净化板 (适用茶叶和香辛料)	1 块 / 盒
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
NC24DZ	24 孔进样瓶托盘	1 台 / 箱
BCY2402	24 孔正压提取装置	1 台 / 箱
BCN2403	24 孔智能氮吹仪, 平底板	1 台 / 箱

高通量 24 孔净化板法对茶叶中多种农药残留的 UPLC-MS-MS 测定

QuEChERS 法是一类快速、简便、经济、高效、耐用和安全的样品前处理方法，其已广泛应用于植物源性食品中农残项目的检测中。由于实际检测过程中常常会遇到样品量大、检测项目众多、实验操作中偶然误差导致的检测数据不稳定等问题，如何有效解决这些难题，是提高我们检测效率和数据结果稳定性的关键。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的 24 孔农残净化板，实现了农残项目的快速、高通量检测；搭配 24 孔正压装置和进样瓶托盘使用，净化完成后，无需使用针式过滤器再次过滤，进样瓶拧盖后，即可上机检测。本文建立了 24 孔农残净化板法检测茶叶中 25 种农药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（1 ng/g 和 5 ng/g）两个水平的加标回收率均在 50-120 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %；测试对比后，其与传统 QuEChERS 法的回收率和净化效果相当。本方法操作简便快捷，与传统 QuEChERS 法相比具有检测效率高和数据结果稳定性好的优势，能够作为茶叶中多种农药残留的参考方法。

本方法适用 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱 - 质谱联用法》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 将样品粉碎均匀，称取 2.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min；再加 15 mL 乙腈（1% 乙酸）涡旋混匀 5 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat: COQ050020H），剧烈振摇 1 min，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min。
上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

1) 将 24 孔农残净化板（Cat: NC24004）放置在专用进样瓶托盘（Cat: NC24DZ）上，再向净化板孔中加入 2 mL 样品提取液。
2) 将 24 孔农残净化板和进样瓶托盘放置在 24 孔正压提取装置（Cat: BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至进样瓶中。
4) 无需再次过滤，进样瓶拧上盖后，即可上机分析。

注：本文中传统 QuEChERS 法是指《GB 23200.121-2021》中对应的样品处理方法。

二、仪器条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Commasil®BEH T-C18（100*2.1mm，3μm）
流动相：A: 水（0.1% 甲酸）
 B: 甲醇
流速：0.4 mL/min

进样量：5 μL

柱温：30℃

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
1.00	95	5
4.00	70	30
8.00	30	70
9.00	30	70
10.00	2	98
13.50	2	98
14.00	98	2
15.00	98	2

质谱条件

离子源：HESI
电喷雾电压：3500V
鞘气压力：40 Arb
辅气压力：1 Arb
离子传输管：380 °C
雾化温度：350 °C

三、实验结果

表 2 多种禁用农残加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	检测样品			
		茶叶			
		24 孔净化板（n=8）		传统 QuEChERS 法（n=8）	
		平均回收率 R/%	CV/%	平均回收率 R/%	CV/%
噻虫胺	1	----	----	----	----
	5	60.1	6.27	49.2	2.41
吡啶醚菌酯	1	82.8	8.47	93.7	11.5
	5	73.1	9.88	84.4	5.22
噻虫嗪	1	110	9.15	111	14.1
	5	109	8.25	93.0	13.5
辛硫磷	1	93.3	1.44	88.4	12.4
	5	83.6	5.58	85.9	2.72
啉虫脒	1	81.3	6.75	82.4	14.6
	5	98.1	9.64	85.8	12.3
烯酰吗啉	1	86.3	9.22	86.8	10.4
	5	104	4.36	101	4.97
多菌灵	1	74.6	8.35	76.1	7.16
	5	85.1	9.75	79.4	8.84
氟硅唑	1	89.2	7.48	86.1	4.45
	5	104	3.89	103	1.51

氯吡啶	1	----	----	----	----
	5	61.0	9.95	50.2	2.02
咪鲜胺	1	82.6	4.77	85.5	13.1
	5	76.1	5.61	76.9	4.18
甲基硫菌灵	1	65.3	8.75	65.2	8.34
	5	76.5	9.49	77.1	5.41
啉菌酯	1	98.5	9.11	87.2	11.9
	5	88.4	8.61	87.1	8.13
唑虫酰胺	1	80.1	9.72	86.4	6.65
	5	85.1	7.41	78.5	7.13
涕灭威	1	95.9	9.91	96.1	11.2
	5	102	7.56	95.3	3.57
氟虫腈	1	107	8.83	92.3	12.3
	5	113	9.24	112	2.49
氟虫腈硫化物	1	117	7.34	122	11.8
	5	101	5.35	107	8.28
氟甲腈	1	96.9	9.85	103	10.7
	5	93.2	8.75	97.3	3.71
氟虫腈	1	114	9.17	116	6.00
	5	90.1	8.86	93.3	3.21
克百威	1	64.5	8.75	57.5	12.8
	5	89.2	8.22	84.3	3.63
3-羟基咪唑丹	1	64.8	6.00	52.1	13.7
	5	61.1	9.59	51.1	11.5
吡虫啉	1	90.4	7.65	85.6	7.65
	5	113	8.96	96.7	11.1
炔螨特	1	72.9	9.37	51.3	10.8
	5	80.1	6.67	56.1	13.6
唑螨酯	1	----	----	----	----
	5	51.8	9.69	51.9	3.64
咪鲜胺-脱氨基咪唑	1	96.6	9.52	105	7.89
	5	92.1	3.77	91.9	7.27
咪鲜胺-脱咪唑甲酰氨基	1	82.1	8.92	76.7	7.14
	5	91.2	6.94	96.7	5.01

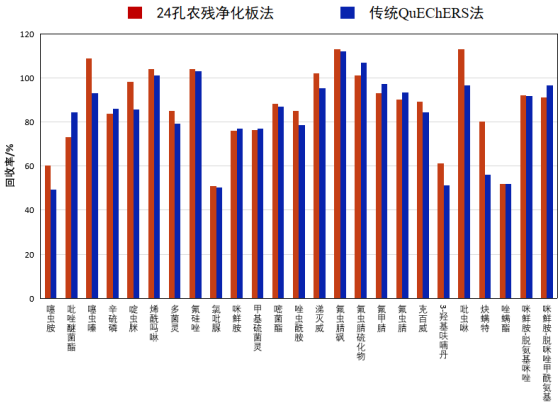


图1 茶叶中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

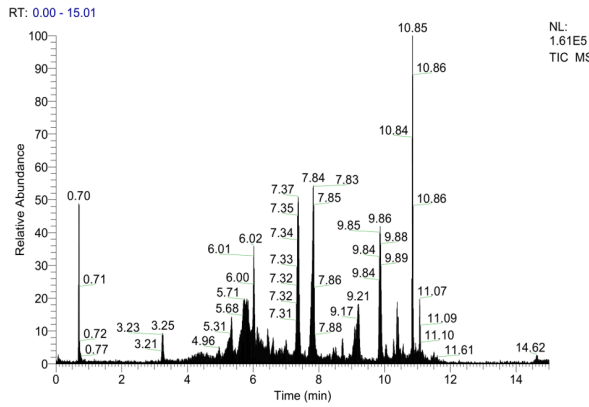
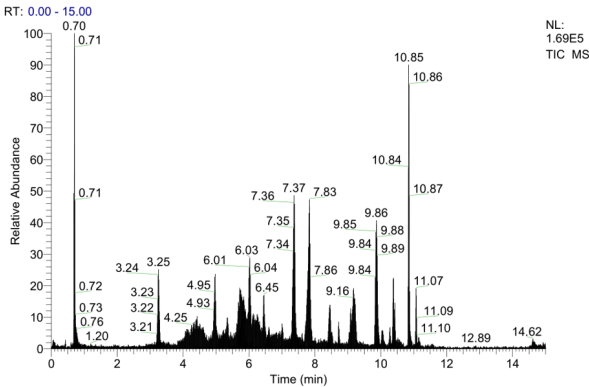


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
(①传统 QuEChERS 法-净化处理 ② 24 孔农残净化板法-净化处理)

订购信息

货号	描述	规格
NC24001	Copure® 24 孔农残净化板 (适用深色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24002	Copure® 24 孔农残净化板 (适用浅色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24003	Copure® 24 孔农残净化板 (适用谷物、油料和坚果)	1 块 / 盒
NC24004	Copure® 24 孔农残净化板 (适用茶叶和香辛料)	1 块 / 盒
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
NC24DZ	24 孔进样瓶托盘	1 台 / 箱
BCY2402	24 孔正压提取装置	1 台 / 箱
BCN2403	24 孔智能氮吹仪, 平底板	1 台 / 箱

高通量 24 孔净化板法对油麦菜中 28 种农药残留的 UPLC-MS-MS 测定

QuEChERS 法是一类快速、简便、经济、高效、耐用和安全的样品前处理方法，其已广泛应用于植物源性食品中农残项目的检测中。由于实际检测过程中常常会遇到样品量大、检测项目众多、实验操作中偶然误差导致的检测数据不稳定等问题，如何有效解决这些难题，是提高我们检测效率和数据结果稳定性的关键。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的 24 孔农残净化板，实现了农残项目的快速、高通量检测；搭配 24 孔正压装置和进样瓶托盘使用，净化完成后，无需使用针式滤器再次过滤，进样瓶拧盖后，即可上机检测。本文建立了 24 孔农残净化板法检测草莓和油麦菜中 28 种农药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（5 ng/g 和 10 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-110 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %；测试对比后，其与传统 QuEChERS 法的回收率和净化效果相当。本方法操作简便快捷，与传统 QuEChERS 法相比具有检测效率高和数据结果稳定性好的优势，能够作为草莓和油麦菜中多种农药残留的的参考方法。

本方法适用 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱 - 质谱联用法》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 将样品切碎后，用样品粉碎机粉碎均匀，称取 10.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加 10 mL 乙腈涡旋混匀 5 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat：COQ050010H），剧烈振摇 1 min，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

1) 将 24 孔农残净化板（Cat：NC24001）放置在专用进样瓶托盘（Cat：NC24DZ）上，再向净化板孔中加入 2 mL 样品提取液。
2) 将 24 孔农残净化板和进样瓶托盘放置在 24 孔正压提取装置（Cat：BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至进样瓶中。
4) 无需再次过滤，进样瓶拧上盖后，即可上机分析。

注：本文中传统 QuEChERS 法是指《GB 23200.121-2021》中对应的样品处理方法。

二、仪器条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Commasil®BEH T-C18（100*2.1mm，3μm）
流动相：A: 水（0.1% 甲酸） B: 甲醇

流速：0.3 mL/min

进样量：5 μL

柱温：30℃

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
2.00	95	5
8.00	70	30
16.50	30	70
17.50	30	70
19.00	2	98
21.00	2	98
21.50	98	2
22.00	98	2

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500V

鞘气压力：40 Arb

辅气压力：1 Arb

离子传输管：380 ℃

雾化温度：350 ℃

三、实验结果

表 2 多种禁用农残加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	检测样品			
		油麦菜			
		24 孔农残净化板 (n=8)		传统 QuEChERS 法 (n=8)	
		平均回收率 R/%	CV/%	平均回收率 R/%	CV/%
甲胺磷	5	94.5	5.74	96.3	10.8
	10	95.3	5.93	91.3	9.86
久效磷	5	95.7	5.12	94.7	10.3
	10	96.1	5.31	93.1	10.1
磷胺	5	94.6	6.50	95.1	9.48
	10	95.5	6.69	96.5	9.46
苯线磷	5	97.2	8.16	96.2	9.27
	10	98.5	9.05	93.5	9.22
苯线磷砒	5	94.3	6.94	92.3	9.16
	10	99.5	6.83	93.1	9.11
苯线磷亚砒	5	94.0	7.72	94.5	11.5
	10	91.8	7.61	89.0	12.0

地虫硫磷	5	98.3	8.50	89.6	8.94
	10	91.5	8.39	90.7	8.89
硫线磷	5	96.1	6.28	92.8	9.83
	10	93.3	6.17	95.9	10.5
蝇毒磷	5	90.2	7.06	97.7	7.61
	10	98.5	7.95	94.3	8.67
治螟磷	5	94.7	6.84	92.5	10.9
	10	92.5	6.73	90.2	11.6
特丁硫磷	5	94.0	7.12	92.6	12.4
	10	93.3	7.41	94.3	11.9
特丁硫磷 砒	5	92.8	7.40	97.5	11.9
	10	96.3	7.51	90.3	10.5
氯磺隆	5	65.6	7.39	60.7	8.89
	10	60.1	7.28	61.8	8.83
甲磺隆	5	60.3	7.17	62.9	12.5
	10	62.2	7.06	62.7	10.1
甲拌磷	5	98.5	6.95	89.3	10.7
	10	94.7	6.84	90.5	9.89
甲拌磷砒	5	92.5	7.73	91.2	12.4
	10	94.2	7.62	92.6	13.5
甲拌磷亚 砒	5	89.3	7.51	94.3	9.45
	10	89.8	7.40	97.5	9.39
甲基异柳 磷	5	90.3	8.51	91.3	10.5
	10	90.8	8.40	92.5	11.9
内吸磷	5	91.4	8.50	97.6	10.4
	10	92.5	8.39	95.7	9.89
克百威	5	92.1	8.28	91.8	8.83
	10	94.3	8.17	94.9	9.75

3- 羟基克 百威	5	95.2	8.06	93.7	11.5
	10	98.5	6.95	94.3	12.4
涕灭威	5	94.7	6.84	91.5	7.19
	10	92.5	6.73	91.2	8.56
涕灭威砒	5	75.4	6.62	72.6	9.45
	10	69.3	7.51	74.3	9.15
涕灭威亚 砒	5	89.8	7.40	97.5	8.75
	10	96.3	7.51	90.3	8.62
灭线磷	5	92.8	8.40	92.5	8.59
	10	94.7	8.54	91.5	8.31
氯唑磷	5	89.5	5.73	90.2	9.42
	10	88.4	5.62	91.6	9.69
水胺硫磷	5	87.3	6.51	94.3	10.2
	10	92.8	7.40	97.5	9.39
硫环磷	5	91.3	7.51	94.3	7.45
	10	94.8	5.40	95.5	10.9

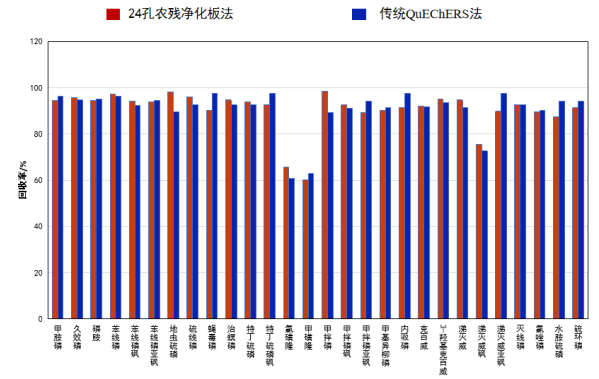


图1 油菜菜中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率对比 (5 ng/g)

订购信息

货号	描述	规格
NC24001	Copure® 24 孔农残净化板 (适用深色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24002	Copure® 24 孔农残净化板 (适用浅色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24003	Copure® 24 孔农残净化板 (适用谷物、油料和坚果)	1 块 / 盒
NC24004	Copure® 24 孔农残净化板 (适用茶叶和香辛料)	1 块 / 盒
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
NC24DZ	24 孔进样瓶托盘	1 台 / 箱
BCY2402	24 孔正压提取装置	1 台 / 箱
BCN2403	24 孔智能氮吹仪, 平底板	1 台 / 箱

高通量 24 孔净化板法对玉米粉中多种农药残留的 UPLC-MS-MS 测定

QuEChERS 法是一类快速、简便、经济、高效、耐用和安全的样品前处理方法，其已广泛应用于植物源性食品中农残项目的检测中。由于实际检测过程中常常会遇到样品量大、检测项目众多、实验操作中偶然误差导致的检测数据不稳定等问题，如何有效解决这些难题，是提高我们检测效率和数据结果稳定性的关键。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的 24 孔农残净化板，实现了农残项目的快速、高通量检测；搭配 24 孔正压装置和进样瓶托盘使用，净化完成后，无需使用针式过滤器再次过滤，进样瓶拧盖后，即可上机检测。本文建立了 24 孔农残净化板法检测玉米粉中 26 种农药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（1 ng/g 和 5 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-120 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %；测试对比后，其与传统 QuEChERS 法的回收率和净化效果相当。本方法操作简便快捷，与传统 QuEChERS 法相比具有检测效率高和数据结果稳定性好的优势，能够作为玉米粉中多种农药残留的的参考方法。

本方法适用 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱 - 质谱联用法》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 将样品粉碎均匀，称取 5.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加 15 mL 乙腈（1% 乙酸）涡旋混匀 5 min；再加入 QuEChERS 萃取盐包（Cat: COQ050020H），剧烈振摇 1 min，涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min。上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

1) 将 24 孔农残净化板（Cat: NC24003）放置在专用进样瓶托盘（Cat: NC24DZ）上，再向净化板孔中加入 2 mL 样品提取液。

2) 将 24 孔农残净化板和进样瓶托盘放置在 24 孔正压提取装置（Cat: BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。

3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至进样瓶中。

4) 无需再次过滤，进样瓶拧上盖后，即可上机分析。

注：本文中传统 QuEChERS 法是指《GB 23200.121-2021》中对应的样品处理方法。

二、仪器条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Commasil®BEH T-C18（100*2.1mm，3μm）
流动相：A: 水（0.1% 甲酸） B: 甲醇

流速：0.4 mL/min

进样量：5 μL

柱温：30℃

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
1.00	95	5
4.00	70	30
8.00	30	70
9.00	30	70
10.00	2	98
13.50	2	98
14.00	98	2
15.00	98	2

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500V

鞘气压力：40 Arb

辅气压力：1 Arb

离子传输管：380 °C

雾化温度：350 °C

三、实验结果

表 2 多种禁用农残加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	检测样品			
		玉米粉			
		24 孔净化板 (n=8)		传统 QuEChERS 法 (n=8)	
		平均回收率 R/%	CV/%	平均回收率 R/%	CV/%
噻虫胺	1	94.3	1.10	101	2.84
	5	98.9	1.62	98.2	3.32
吡啶醚菌酯	1	98.7	1.60	86.0	4.28
	5	93.2	3.89	82.6	3.87
噻虫嗪	1	85.2	7.51	84.7	8.65
	5	106	8.87	97.1	6.67
辛硫磷	1	103	2.36	74.7	3.68
	5	92.4	3.60	78.5	15.1
啉虫脒	1	75.7	6.48	87.5	5.77
	5	105	4.76	101	4.12
烯酰吗啉	1	95.4	6.69	54.7	7.02
	5	98.4	3.58	78.5	4.46
多菌灵	1	78.2	9.85	70.5	11.5
	5	93.9	5.36	98.2	12.4
氟硅唑	1	98.2	5.84	88.2	10.7
	5	95.0	2.68	97.1	4.11

氯吡脒	1	88.6	4.62	90.1	7.11
	5	103	3.53	103	1.47
咪鲜胺	1	99.6	5.20	66.0	16.3
	5	83.9	5.90	81.6	5.80
甲基硫菌灵	1	112	3.04	124	4.93
	5	117	1.45	128	2.27
啉菌酯	1	99.6	4.97	100	6.15
	5	95.1	6.26	94.8	7.29
唑虫酰胺	1	68.5	8.76	70.4	11.2
	5	92.5	1.66	77.1	16.5
涕灭威	1	67.1	8.69	79.8	13.4
	5	100	6.70	102	8.84
涕灭威砒	1	103	2.13	99.5	6.79
	5	115	3.02	105	5.35
氟虫腈砒	1	98.1	4.61	103	16.1
	5	99.8	2.10	97.9	6.49
氟虫腈硫化物	1	72.5	6.41	63.2	16.3
	5	98.5	3.85	84.7	7.50
氟甲腈	1	87.9	3.28	121	7.13
	5	99.9	1.75	97.1	6.34
氟虫腈	1	99.1	3.02	80.6	10.5
	5	106	1.75	98.4	11.1
克百威	1	80.4	9.92	75.7	7.98
	5	102	3.25	96.8	2.57
3-羟基吡喃丹	1	93.1	7.44	82.5	16.9
	5	97.8	4.93	103	2.65
吡虫啉	1	87.7	9.91	56.5	15.1
	5	80.1	7.73	88.8	14.8
炔螨特	1	85.3	9.72	50.5	14.7
	5	88.4	5.02	61.5	15.6
唑螨酯	1	68.9	6.05	51.6	17.1
	5	87.6	3.61	77.2	4.75
咪鲜胺-脱氨基咪唑	1	114	3.12	98.7	4.45
	5	98.2	9.85	84.3	9.01
咪鲜胺-脱咪唑甲酰氨基	1	105	3.30	107	2.10
	5	92.6	3.36	98.4	1.49

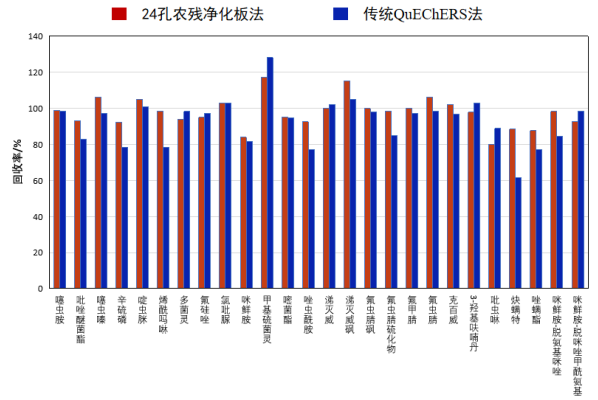


图1 玉米粉中多农残项目24孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

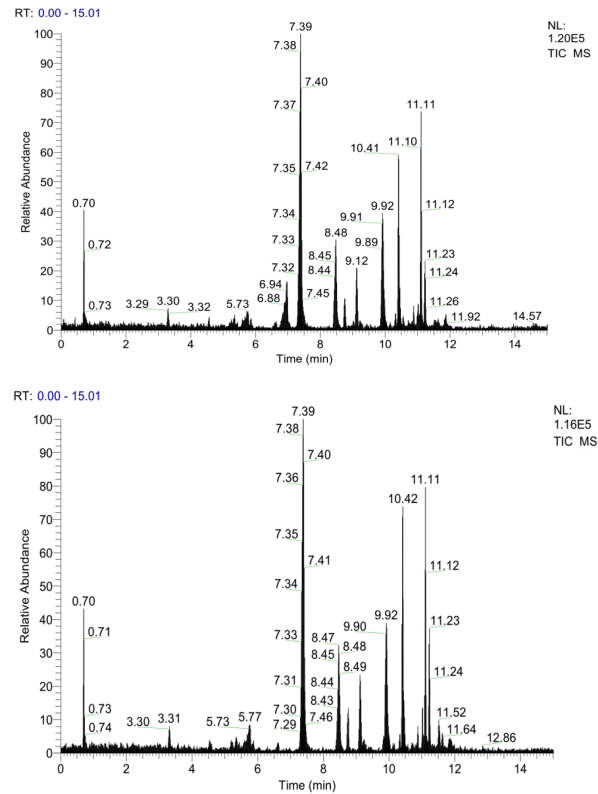


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
(①传统 QuEChERS 法 - 净化处理 ②24 孔农残净化板法 - 净化处理)

订购信息

货号	描述	规格
NC24001	Copure® 24 孔农残净化板 (适用深色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24002	Copure® 24 孔农残净化板 (适用浅色素的蔬菜、水果和食用菌)	1 块 / 盒
NC24003	Copure® 24 孔农残净化板 (适用谷物、油料和坚果)	1 块 / 盒
NC24004	Copure® 24 孔农残净化板 (适用茶叶和香辛料)	1 块 / 盒
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
COQ050020H	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 乙酸钠、50mL 离心管, 内含离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
NC24DZ	24 孔进样瓶托盘	1 台 / 箱
BCY2402	24 孔正压提取装置	1 台 / 箱
BCN2403	24 孔智能氮吹仪, 平底板	1 台 / 箱

海参中敌敌畏等有机磷农药多残留的 UPLC-MS/MS 测定（Copure® QuEChERS）

一、样品提取：称取 5.0 g 经泡发的海参于 50 mL 离心管中，加 3 mL 水，加一颗陶瓷均质子，2500 rpm 涡旋 1 min，加入 10 mL 乙腈，2500 rpm 涡旋 5 min，加入 QuEChERS 盐包（4 g 无水硫酸镁，1 g 氯化钠，1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠）立即手动打散，然后 2500 rpm 涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min，上层乙腈层待净化。

二、样品净化：移取 8 mL 待净化乙腈层至 QuEChERS 净化管（COQ015601H）中，2500 rpm 涡旋 5 min，5000 r/min 离心 5 min，上清液过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测定。

三、标曲配制：称取海参阴性样品 5.0 g 按照上述一、二步骤操作得空白基质提取液，然后分别精密量取含 0，10，20，40，80，100 ng 的混合标准液用空白基质提取液定容至 1 mL，配制浓度为 0，10，20，40，80，100 ng/mL 的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸） B：甲醇（0.1% 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	98	2
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	30	70
9.0	30	70
10.0	2	98
13.5	2	98
14.0	98	2
15.0	98	2

流速：0.4 mL/min；柱温：35℃；进样量：5 μL

质谱条件

离子源：HESI；电喷雾电压：3500 V；鞘气压力：30 arb

辅气压力：2 arb；离子传输管：380℃；辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	甲胺磷	0.98	142.1	94.083*, 125.0
2	乙酰甲胺磷	2.95	184.0	143.0*, 125.0
3	久效磷	5.30	224.1	192.929*, 109.071
4	甲基硫环磷	5.35	228.0	167.917*, 109.083
5	内吸磷	7.10	259.1	230.917*, 141.929
6	硫环磷	7.11	256.0	139.917*, 227.917
7	磷胺	7.46	300.0	174.0*, 127.0
8	敌敌畏	7.82	221.3	109.083*, 144.958
9	水胺硫磷	8.8	312.0	269.887*, 235.958
10	马拉硫磷	9.79	331.0	99.083*, 127.071
11	氯唑磷	10.7	314.0	162.0*, 271.917
12	灭线磷	10.16	243.1	214.988*, 172.917
13	苯线磷	10.29	304.1	216.917*, 233.929
14	甲基异硫磷	10.53	332.2	230.917*, 121.071
15	治螟磷	10.63	323.0	294.917*, 170.929

16	蝇毒磷	10.68	363.0	226.917*, 306.917
17	伏杀硫磷	10.72	368.1	181.917*, 321.946
18	倍硫磷	10.73	279.0	246.917*, 168.958
19	地虫硫磷	10.75	247.0	109.083*, 137.0
20	甲拌磷	10.83	261.0	75.238*, 170.845
21	特丁硫磷	11.09	289.1	103.125*, 57.363

五、实验结果

表 3 海参中 21 种有机磷农药加标回收结果（0.1 mg/kg）

目标物	回收率 %						平均回收率 %	RSD %
	1	2	3	4	5	6		
甲胺磷	68.71	66.98	68.62	71.13	67.55	69.45	68.7	2.1
乙酰甲胺磷	80.31	78.96	84.22	81.09	77.91	72.07	79.1	5.1
久效磷	86.29	85.63	85.03	89.06	85.38	86.19	86.3	1.7
甲基硫环磷	88.28	88.22	89.04	95.27	85.12	89.00	89.2	3.7
硫环磷	88.33	93.38	90.28	88.79	89.98	90.21	90.2	2.0
内吸磷	92.80	87.27	87.42	82.80	84.39	81.25	86.0	4.8
磷胺	87.78	86.68	89.47	87.57	91.39	87.60	88.4	1.9
敌敌畏	104.05	102.92	94.82	107.44	105.41	107.80	103.7	4.6
水胺硫磷	87.50	81.20	85.78	88.56	94.65	87.42	87.5	5.0
马拉硫磷	90.09	90.12	92.35	91.43	91.36	92.96	91.4	1.3
氯唑磷	88.72	87.00	93.64	86.83	92.40	88.27	89.5	3.2
灭线磷	87.22	90.18	92.07	88.45	91.21	87.81	89.5	2.2
苯线磷	85.52	87.81	91.16	87.41	91.48	87.60	88.5	2.6
甲基异硫磷	85.96	87.92	89.70	86.23	87.09	86.78	87.3	1.6
治螟磷	85.42	89.79	90.98	86.12	91.08	85.15	88.1	3.2
蝇毒磷	82.60	86.10	91.25	84.23	90.70	86.91	87.0	4.0
伏杀硫磷	86.69	86.33	89.65	85.86	89.52	88.69	87.8	1.9
倍硫磷	83.44	87.14	89.16	83.35	90.00	91.09	87.4	3.8
地虫硫磷	85.10	86.19	88.16	85.21	87.50	88.04	86.7	1.6
甲拌磷	89.28	93.17	80.63	82.33	79.36	91.31	86.0	6.9
特丁硫磷	86.82	80.42	85.91	86.43	83.93	82.39	84.3	3.0

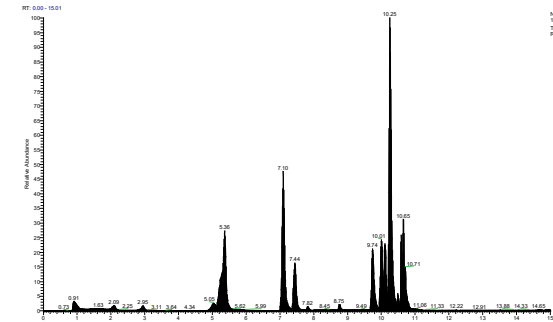


图 1 添加浓度为 20 μg/L 的 21 种有机磷农药检测总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050010H	4 g 无水硫酸镁，1 g 氯化钠，1 g 柠檬酸钠和 0.5 g 柠檬酸氢二钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015601H	Copure® QuEChERS 净化管，15 mL 离心管，带离心管架	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	尼龙滤膜，直径 47 mm，孔径 0.22 μm，水系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯瓶盖，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

GB 31658.17-2021 多兽残处理方案（Copure® HLB）

2022 年最新版食品安全抽检实施细则更新了针对于牛、羊、猪、鸡的肌肉、及肝、肾组织中部分四环素类、磺胺类和喹诺酮类的检测方法——《GB 31658.17-2021 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》，逗点生物参照该标准进行试验，并优化了部分参数，建立了一份具有良好回收率及稳定性，能满足国标要求的 SPE-HPLC-MS/MS 方法，可供参考。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的肉类样品 1 g（精确至 0.01 g）于干净离心管中，加入 8 mL Mcllvaine-Na2EDTA 溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，-5℃下 120000 r/min 离心 5 min，取出上清液于另一干净离心管，试样残渣加入 8 mL 磷酸盐缓冲液，同上述操作，合并两次提取液，-5℃下 120000 r/min 离心 5 min，上清液待净化。

Mcllvaine-Na2EDTA 缓冲液：取柠檬酸·一水 12.9g、磷酸氢二钠·十二水 10.9g、乙二胺四乙酸二钠·二水 39.2g，加水 900mL，用 1mol/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 5.0±0.2，用水稀释至 1000mL。

磷酸盐缓冲液：取 0.05 mol/L 磷酸二氢钠溶液 190 mL，用 0.05 mol/L 磷酸氢二钠溶液稀释至 1000mL。

二、样品净化（Copure®HLB，200mg/6mL）

活化：固相萃取柱依次用 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化。

上样：取上述待净化液加入活化好的 HLB 固相萃取柱中。

淋洗：依次用 5 mL 水，5 mL 5% 甲醇 - 水溶液，抽干。

洗脱：用 8 mL 甲醇：乙酸乙酯：氨水 =50:50:2 溶液进行洗脱。

收集全部洗脱液，45℃下氮吹至 100 μL 左右，加入 0.1% 甲酸溶液定容至 1 mL，过 PTFE 亲水滤膜，上机测试。

三、基质标准曲线溶液的制备

取 6 个空白基质样品同正常样品一样操作，收集洗脱液后，于洗脱液中分别加入适量标液，再与其他样品洗脱液一同氮吹，定容，使最终上机溶液的浓度分别为 2 μg/L、10 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、500 μg/L。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm×100 mm，1.9 μm)

流动相：A：水（0.1 % 甲酸）

B：甲醇：乙腈 =2:8（0.1 % 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：35℃

进样量：10 μL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	95	5
3.00	85	15
6.00	65	35
8.50	5	95
9.00	95	5
10.00	95	5

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	乙酰磺胺	3.06	215.0	108.0、155.9*
2	磺胺吡啶	4.10	250.1	155.8*、183.9
3	磺胺嘧啶	3.52	251.1	92.1、155.9*
4	磺胺甲恶唑	6.46	254.0	108.1、155.9*
5	磺胺噻唑	4.04	256.0	155.9*、92.1
6	磺胺甲基嘧啶	4.36	265.1	155.8*、171.8
7	磺胺二甲异恶唑	6.79	268.0	113.0、155.8*
8	磺胺甲噻二唑	5.32	271.0	92.1、155.9*
9	磺胺二甲异嘧啶	3.50	279.1	124.0*、185.8
10	磺胺二甲嘧啶	5.07	279.1	155.8、185.8*
11	磺胺甲氧哒嗪	5.29	281.0	155.8*、126.0
12	磺胺对甲氧嘧啶	5.38	281.0	155.9*、214.9
13	磺胺间甲氧嘧啶	5.96	281.0	155.9*、214.9
14	磺胺氯哒嗪	6.04	285.0	92.1、155.9*
15	磺胺邻二甲氧嘧啶	6.41	311.1	155.8*、244.9
16	磺胺间二甲氧嘧啶	7.47	311.1	155.8*、244.8
17	培氟沙星	5.23	334.2	290.1*、316.1
18	达氟沙星	5.48	358.2	314.1、340.0*
19	马波沙星	4.93	363.1	320.0*、342.0
20	二氟沙星	6.19	400.2	299.0、356.1*
21	强力霉素	7.20	445.2	321.0、428.0*
22	四环素	5.52	445.2	410.0*、427.0
23	土霉素	5.18	461.2	426.0*、443.0
24	金霉素	6.00	479.1	444.0*、462.0

五、实验结果

表 3 兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉						鸡肉					
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
乙酰磺胺	109	1.88	106	3.48	104	2.05	92.1	1.55	82.1	6.56	80.8	6.28
磺胺吡啶	94.5	3.54	98.7	10.0	98.3	4.32	84.2	3.79	96.2	8.97	99.4	3.71
磺胺嘧啶	77.4	3.48	98.1	6.25	99.0	3.42	82.5	5.51	91.3	5.97	87.8	0.37
磺胺甲恶唑	101	6.88	100	9.07	104	1.33	105	4.21	97.1	4.95	96.7	3.35
磺胺噻唑	95.2	3.65	89.8	7.24	85.6	3.89	83.1	5.76	85.2	7.93	94.7	6.25
磺胺甲基嘧啶	92.5	3.14	93.8	6.68	92.8	4.88	89.9	1.77	98.5	6.67	93.2	2.63
磺胺二甲异恶唑	90.7	11.9	93.2	12.7	95.1	9.88	101	4.83	98.2	0.77	99.2	6.11
磺胺甲噻二唑	106	3.71	89.6	8.41	85.9	0.57	88.0	4.34	89.2	6.96	94.6	7.85
磺胺二甲嘧啶	82.5	1.63	103	4.15	107	0.99	77.6	0.24	88.6	7.07	93.8	0.35
磺胺二甲嘧啶	80.6	1.16	104	4.15	102	0.77	99.3	1.34	88.4	3.01	93.1	1.13
磺胺甲氧哒嗪	87.1	3.74	99.6	5.95	97.5	0.22	90.2	5.31	85.9	7.29	93.6	4.31
磺胺对甲氧嘧啶	82.8	0.22	101	4.38	97.3	2.62	90.4	4.22	89.1	5.45	94.4	4.94
磺胺间甲氧嘧啶	94.1	6.02	103	7.43	108	1.41	101	4.51	92.8	1.54	100	4.58
磺胺氯哒嗪	87.9	1.96	95.3	6.54	101	3.15	101	6.56	86.2	0.96	92.5	3.75
磺胺邻二甲氧嘧啶	79.1	3.59	99.8	7.87	98.9	0.99	91.8	0.96	94.7	2.05	94.3	2.21
磺胺间二甲氧嘧啶	67.4	7.02	75.7	5.69	78.6	5.78	102	3.97	107	7.81	106	4.86
培氟沙星	78.7	3.48	90.9	0.51	95.7	4.99	87.1	3.77	79.8	5.92	85.9	4.08
达氟沙星	97.5	4.26	78.8	2.96	82.6	4.85	76.3	5.99	72.9	1.78	82.4	4.78
马波沙星	83.9	2.12	95.2	1.73	97.5	8.28	80.8	3.61	93.4	4.17	89.3	3.85
二氟沙星	64.4	3.42	92.8	0.99	95.8	5.45	87.7	0.81	85.9	0.23	87.6	2.81
强力霉素	103	2.18	74.9	0.36	78.6	0.55	85.2	3.97	82.3	1.53	84.2	5.54
四环素	67.7	2.55	69.3	1.08	77.1	4.27	76.6	1.42	75.8	4.96	90.4	5.30
土霉素	78.7	4.57	70.3	0.26	85.3	4.71	74.3	2.39	80.6	7.95	86.2	0.69
金霉素	68.3	3.61	75.4	1.84	82.7	3.95	83.5	7.13	84.3	6.12	98.8	3.71

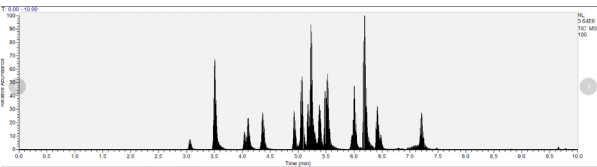


图 1 添加水平为 100.0 µg/kg 时猪肉中兽残的总离子流图

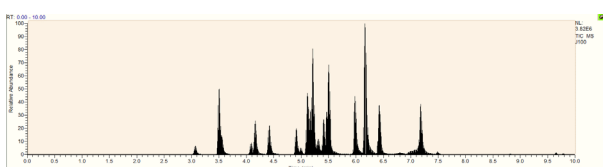


图 2 添加水平为 100.0 µg/kg 时鸡肉中兽残的总离子流图

优化 Tips:

1. 在提取过程中降低离心的温度至 -5℃可以更好的抑制样品中的脂肪在水溶液表面的分散，有利于样品的提取转移。
2. 在超声提取完全并两次的提取液之后，再进行一次离心，更好的去除基质的影响，便于上样过柱。
3. 在淋洗过程中使用 5 mL 5% 甲醇 - 水溶液淋洗液，可以减少在淋洗过程中部分目标物的损失。
4. 标准中氮吹至 100 µL 左右，不氮吹干可以减少在氮吹过程中部分目标化合物的损失。
5. 复溶时，加入 0.1% 甲酸溶液定容至 1 mL, 可以有效的改善部分目标化合物的峰型，同时提高部分化合物的回收率。
6. 为了改善上样后的流速问题，使用 Copure® HLB(货号：COHLB6200-M) 较普通的 HLB 固相萃取柱可以获得更好的流速。

订购信息

货号	描述	包装
COHLB6200-M	Copure®HLB 固相萃取柱, 200 mg/6mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪, 含可视化界面	1 台 / 箱
SF250-22-PTFE-HL	针式过滤器, PTFE, 直径 25mm, 孔径 0.22µm, 亲水	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

动物源性食品中 14 种喹诺酮类药物残留测定 - 液相色谱 - 质谱 / 质谱法 (Copure® HLB)

《GB/T 21312-2007 动物源性食品中 14 种喹诺酮类药物残留检测方法 液相色谱 - 质谱 / 质谱法》

本方案以 GBT21312-2007 为参考，建立了以 HLB 固相萃取柱对猪肉和猪肝样品中 14 种喹诺酮类药物萃取净化方法，进行低中高三水平基质加标，都能获得满意的实验结果，14 种目标物的回收率和精密度均能满足标准要求。

一、样品提取

准确称取试样 5.0 g（精确至 0.01）于 50 mL 离心管中，加入 10 mL EDTA-Mellvaine 缓冲液，涡旋 1 min，超声提取 10 min，10000 r/min 离心 5 min（温度低于 5 °C），提取三次，合并上清液，用 EDTA-Mellvaine 缓冲液定容至 30 mL 备用。

二、HLB 柱净化 (Copure® HLB ,200 mg/6 mL)

活化：使用 6 mL 甲醇、6 mL 水活化 HLB 固相萃取柱；
上样：取 6 mL 待净化液过柱子，弃去流出液；
淋洗：用 6mL 10% 甲醇水溶液淋洗柱子；
洗脱：用 6 mL 甲醇洗脱并收集洗脱液，氮吹近干，用初始流动相定容至 1 mL，过滤膜上机测试。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制成上机浓度分别为 2 µg/L、10 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L、500 µg/L 的标准曲线。

四、仪器条件

4.1 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）
色谱柱：CommaSil®AQ-C18（2.1 mm×100 mm，3 µm）
流动相：A：水（0.1 % 甲酸） B：0.1 % 甲酸的甲醇 - 乙腈溶液（甲醇：乙腈 =2:8）

五、实验结果

表 3 14 种喹诺酮类药物加标回收实验结果

化合物	猪肉						猪肝					
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
吡哌酸	88.6	6.83	90.2	5.23	92.6	4.58	82.5	7.89	85.7	8.34	90.7	5.58
依诺沙星	78.6	3.39	74.5	4.59	80.4	2.29	72.8	6.96	73.2	3.89	78.7	4.42
氧氟沙星	81.3	4.25	73.4	2.28	74.2	2.98	78.4	6.81	88.2	5.27	86.6	4.33
诺氟沙星	72.3	4.85	78.9	4.52	74.2	2.83	68.7	5.89	66.3	6.36	68.2	4.78
培氟沙星	77.4	6.23	82.4	4.16	76.8	3.86	78.8	3.83	83.6	4.15	82.7	6.19
环丙沙星	76.6	5.62	80.4	3.95	79.3	4.07	69.7	6.92	77.4	7.14	74.5	4.37
洛美沙星	75.1	5.54	79.7	5.81	76.4	3.16	78.3	5.44	75.5	6.54	73.2	5.32
丹诺沙星	80.4	6.83	85.9	7.56	88.7	7.26	79.5	3.45	82.3	4.89	88.7	5.63
恩诺沙星	75.5	5.83	77.8	4.36	78.7	3.82	89.5	6.67	92.6	7.72	88.4	6.85
沙拉沙星	74.3	7.59	77.4	5.82	75.3	5.69	84.3	5.77	85.5	4.06	89.7	5.75
西诺沙星	82.3	6.53	91.4	5.2	93.6	3.86	84.4	7.74	92.7	3.21	95.3	7.59
奥索利酸	90.5	7.45	92.3	1.9	95.6	2.78	91.5	6.89	93.3	7.89	96.3	6.34
萘啶酸	88.8	3.71	92.8	4.4	94.3	3.49	91.1	6.53	94.8	4.56	96.1	4.58
氟甲喹	82.2	7.52	80.3	6.1	76.1	6.22	88.7	6.67	92.1	5.89	94.5	6.72

流速：0.3 mL/min 柱温：35°C 进样量：10 µL

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1：梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	90	10
6	70	30
9	50	60
9.5	0	100
10.5	0	100
11	90	10
15	90	10

4.2 质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V
鞘气压力：40 arb 辅气压力：2 arb
离子传输管：380 °C 辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	吡哌酸	2.61	304.1	217.0*、189.0
2	依诺沙星	3.30	321.1	303.0*、232.0
3	氧氟沙星	3.50	362.0	318.0*、260.9
4	诺氟沙星	3.52	320.0	276.0*、233.0
5	培氟沙星	3.60	334.0	290.0*、233.0
6	环丙沙星	3.69	332.0	288.3*、230.9
7	洛美沙星	3.89	352.0	265.0*、308.0
8	丹诺沙星	4.05	358.2	340.0*、254.9
9	恩诺沙星	4.14	360.1	316.0*、342.0
10	沙拉沙星	4.65	386.1	342.0*、298.9
11	西诺沙星	6.84	263.1	245.0*、189.0
12	奥索利酸	7.73	262.1	244.0*、216.0
13	萘啶酸	9.15	233.1	215.0*、187.0
14	氟甲喹	9.57	262.1	244.0*、201.9

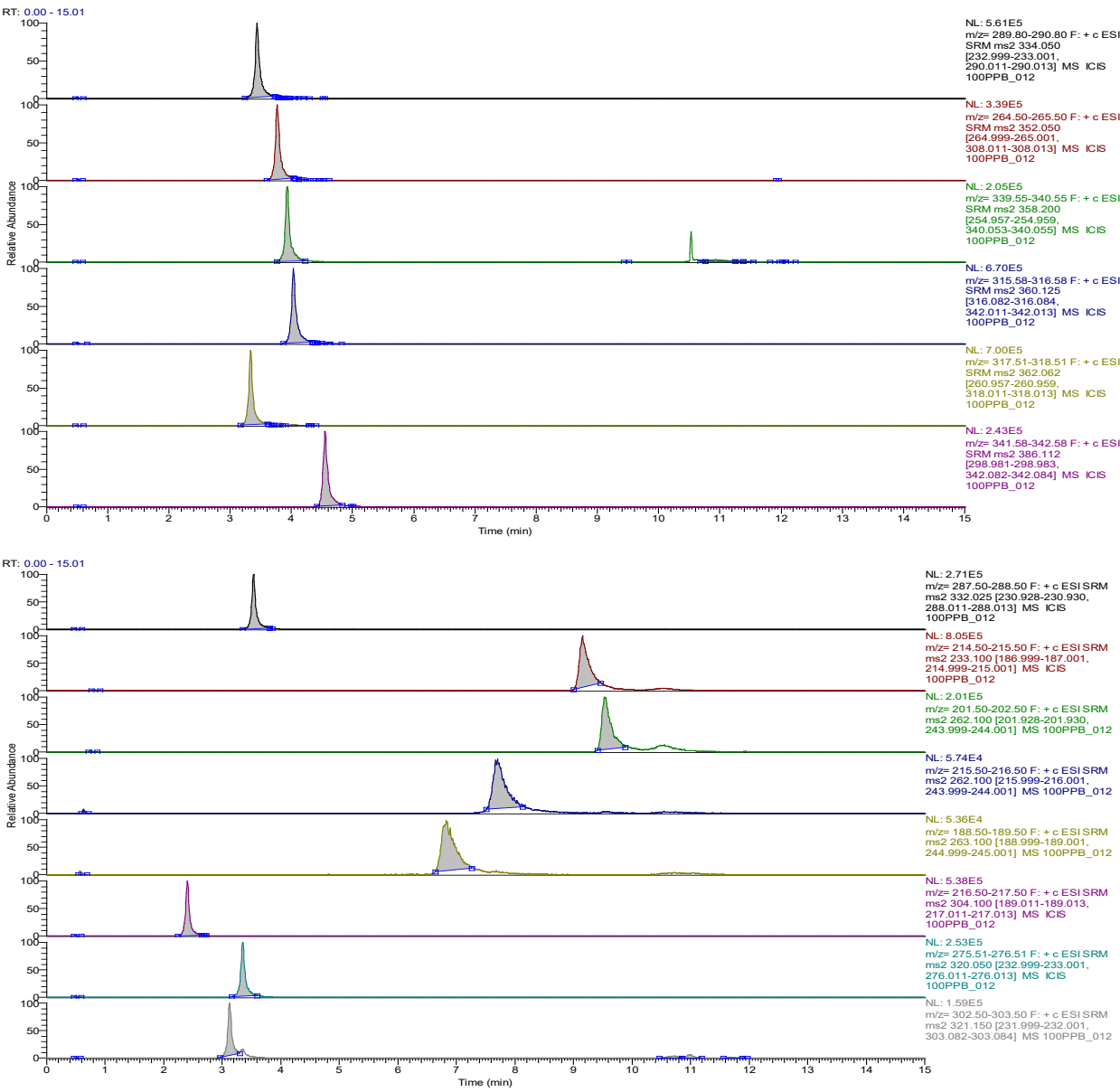


图 1 14 种喹诺酮类药物检测色谱图

从上到下依次为培氟沙星、洛美沙星、丹诺沙星、恩诺沙星、氧氟沙星、沙拉沙星、环丙沙星、萘啶酸、氟甲喹、奥索利酸、西诺沙星、吡哌酸、诺氟沙星、依诺沙星。

订购信息

货号	描述	包装
COHLB6200	Copure® HLB 固相萃取柱, 200 mg/6mL	30 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器 直径 13mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

猪肉中 β -受体激动剂残留量的测定 (Copure® MCX)

GB 31658.22-2022 《食品安全国家标准 动物性食品中 β -受体激动剂残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》

一、样品前处理

1.1 样品酶解与提取

1) 称取 2g 样品于 50 mL 聚丙烯离心管中, 加入 0.2mol/L 的乙酸铵缓冲溶液 6mL、 β -葡萄糖醛酸酶 / 芳基硫酸酯酶 40 μ L, 涡旋混匀, 37°C避光水浴振荡 16h, 放置至室温, 备用。

1.2 萃取、净化与浓缩

1) 取备用液, 加入 20ng/mL 内标工作液 125 μ L, 涡旋混匀, 于 9500r/min 离心 5min, 取上清液于另一个 50mL 离心管中, 加入 0.1mol/L 高氯酸溶液 5mL, 涡旋混匀, 用高氯酸调 pH 值至 1.0 $\pm$ 0.2, 于 9500r/min 离心 5min 后, 取上清液于另一个 50mL 离心管中, 用 10mol/L NaOH 溶液调 PH 值至 10 $\pm$ 0.5。

2) 用 15mL 乙酸乙酯提取, 振荡 5min, 9500r/min 离心 5min, 取上层有机相; 再加入 10mL 叔丁基甲醚提取, 振荡 5min, 9500r/min 离心 5min, 取上层有机相, 合并有机相, 40°C下氮吹至近干, 用 2% 甲酸溶液 5mL 溶解, 备用。

3) 用 3mL 甲醇、3mL 2% 甲酸溶液依次活化 MCX 混合型阳离子交换固相萃取柱 (货号: COMCX360), 取全部备用液过柱; 用 3mL2% 甲酸溶液、3mL 甲醇依次淋洗, 抽干; 用 5mL5% 氨化甲醇溶液洗脱, 洗脱液于 40°C下氮吹至近干, 加入 0.5mL 甲醇 -0.1% 甲酸溶液 (10+90, V/V) 溶解, 过 0.22 μ m 微孔滤膜, 上机测定。

1.3 标准曲线的制备

1) 精密量取混合标准工作液、混合内标工作液适量, 用甲醇 -0.1% 甲酸溶液 (10+90, V/V) 稀释成浓度为 0.500 ng/mL、1.00ng/mL、2.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL 的系列标准工作液, 内标为 5.00ng/mL, 上机测定。

二、仪器条件

仪器设备: 液相色谱串联质谱仪 (Triple Quad 5500+)
色谱柱: ZORBAX RRHD Eclipse Plus 95Å C18, 2.1 x 100 mm, 1.8 μ m

流动相: A: 0.1% 甲酸水 B: 乙腈

流动相梯度: 初始 98%A, 98%A (0 min~0.3min), 10%A (0.3 min~3.0 min), 10%A (3.0 min~4.0min), 98%A (4.0min~4.2min), 98%A (4.2min~6.0min)

流速: 0.3 mL/min 柱温: 室温 进样体积: 4.0 mL

质谱条件:

检测方式: 多反应离子监测 (MRM);

表 1 离子源控制条件

电离方式	ESI+
Curtain Gas(CUR)	40.0 psi
Collision Gas(CAD)	8 psi
IonSpray Voltage(IS)	5500.0 V
Temperature(TEM)	500.0°C
Ion Source Gas 1(GS1)	50.0 psi
Ion Source Gas 1(GS2)	50.0 psi

表 2 待测药物定性离子对、定量离子对、保留时间、去簇电压和碰撞能量参考值

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	DP (V)	CE(V)
克仑特罗	277.0	203.0 *	2.20	40	21
		168.1			38
克仑特罗 -D9	286.0	204.0	2.18	40	23
莱克多巴胺	302.2	164.1 *	2.09	40	23
		107.1			51
莱克多巴胺 -D6	308.1	168.1	2.07	40	23
沙丁胺醇	240.2	148.1 *	1.75	40	24
		222.1			15
沙丁胺醇 -D3	243.1	151.0	1.74	40	25
西马特罗	220.0	160.0*	1.81	40	22
		202.0			13
西马特罗 -D7	227.2	161.1	1.80	40	23
齐帕特罗	262.1	185.0*	1.75	40	32
		202.1			25
齐帕特罗 -D7	269.1	185.0	1.74	40	32
氯丙那林	214.0	154.1 *	2.10	40	23
		118.0			34
氯丙那林 -D7	221.0	155.0	2.09	40	23
特布他林	226.2	152.0*	1.76	40	21
		107.1			36
特布他林 -D9	235.2	153.1	1.75	40	20
西布特罗	234.0	160.1 *	1.92	40	21
		143.0			34
西布特罗 -D9	243.2	161.1	1.90	40	21
马布特罗	311.1	237.2 *	2.30	40	24
		202.1			40
马布特罗 -D9	320.1	238.0	2.28	40	24
班布特罗	368.2	294.1*	2.21	40	26
		72.2			37
班布特罗 -D9	377.2	295.1	2.20	40	26
克仑丙罗	263.1	203.0 *	2.11	40	24
		245.1			15
克仑丙罗 -D7	270.0	204.0	2.10	40	25
妥布特罗	228.0	154.0 *	2.17	40	21
		118.0			35
妥布特罗 -D9	237.0	155.0	2.16	40	21
羟甲基克仑特罗	293.0	203.0*	2.06	40	23
		132.1			38
羟甲基克仑特罗 -D6	299.0	203.0	2.05	40	25
溴布特罗	367.0	293.0 *	2.25	40	24
		349.2			17
克仑潘特	291.0	203.0*	2.28	40	21
		132.1			38
克仑赛罗	319.1	203.0 *	2.01	40	26
		132.0			39
利托君	288.1	121.1 *	1.97	40	29
		150.1			25
马喷特罗	325.0	237.0 *	2.38	40	24
		217.0			37

注: * 为定量离子。

三、实验结果

表 3 1.50μg/kg 猪肉中 β- 受体激动剂加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
克仑特罗	90.2	95.2	96.5	94.0	3.54
莱克多巴胺	99.5	98.8	100	99.4	0.608
沙丁胺醇	92.7	97.2	100	96.6	3.81
西马特罗	95.2	100	101	98.7	3.15
齐帕特罗	95.7	93.0	99.2	96.0	3.24
氯丙那林	97.3	96.8	102	98.7	2.91
特布他林	95.0	101	94.0	96.7	3.92
西布特罗	100	92.5	93.3	95.3	4.32
马布特罗	96.0	89.0	93.8	92.9	3.85
班布特罗	96.3	97.5	97.3	97.0	0.664
克仑丙罗	97.5	93.7	98.7	96.6	2.70
妥布特罗	89.2	97.7	93.5	93.5	4.55
羟甲基克仑特罗	93.0	98.7	101	97.6	4.22
溴布特罗	68.8	73.0	65.7	69.2	5.29
利托君	65.2	63.5	62.3	63.7	2.29
克仑赛罗	79.8	81.5	78.5	79.9	1.88
马喷特罗	113	118	114	115	2.30
克仑潘特	101	106	99.8	102	3.24

表 4 1.50μg/kg 猪肝中 β- 受体激动剂加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
克仑特罗	97.8	98.0	98.0	97.9	0.125
莱克多巴胺	95.5	94.0	100	96.5	3.24
沙丁胺醇	98.8	98.8	91.2	96.3	4.56
西马特罗	104	106	106	105	1.17
齐帕特罗	104	101	97.8	101	3.07
氯丙那林	104	103	103	103	0.687
特布他林	88.5	97.2	93.7	93.1	4.70
西布特罗	88.8	100	102	96.9	7.34
马布特罗	98.3	89.5	90.2	92.7	5.28
班布特罗	101	99.2	88.5	96.2	7.02
克仑丙罗	110	102	103	105	4.15
妥布特罗	96.0	102	106	101	5.00
羟甲基克仑特罗	97.2	106	102	102	4.33
溴布特罗	63.2	66.8	67.0	65.7	3.26
利托君	63.5	62.5	62.8	62.9	0.818
克仑赛罗	67.5	69.8	69.3	68.9	1.76
马喷特罗	101	108	106	105	3.43
克仑潘特	92.8	87.8	96.7	92.4	4.83

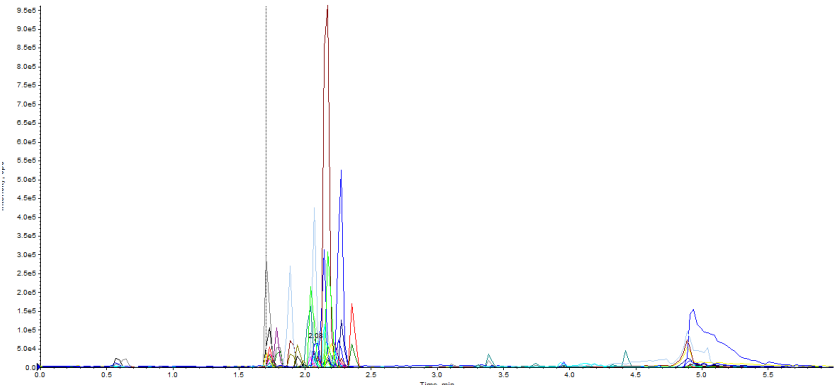
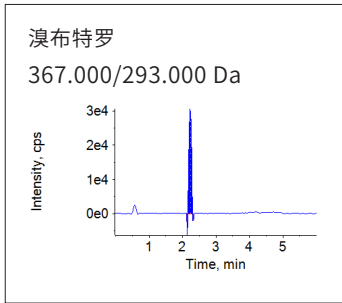
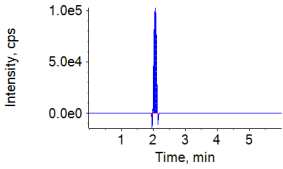


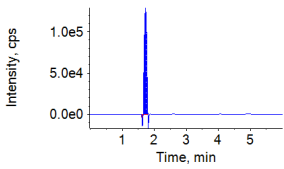
图 1 β- 受体激动剂药物总离子流图



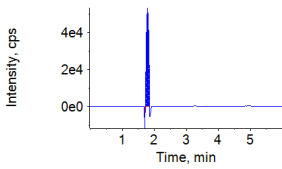
莱克多巴胺 -D6
308.100/168.100 Da



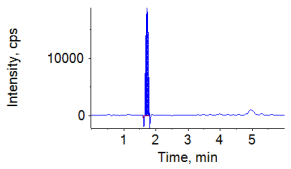
沙丁胺醇 -D3
243.100/151.000 Da



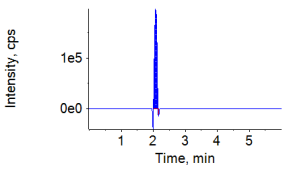
西马特罗 -D7
227.200/161.100 Da



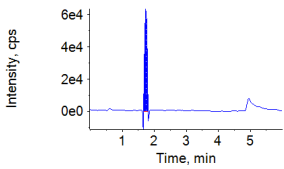
齐帕特罗 -D7
269.100/185.000 Da



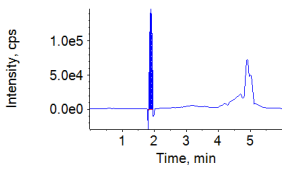
氯丙那林 -D7
221.000/155.000 Da



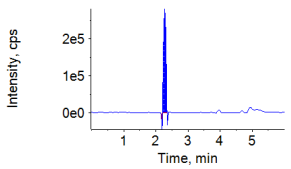
特布他林 -D9
235.200/153.100 Da



西布特罗 -D9
243.200/161.100 Da

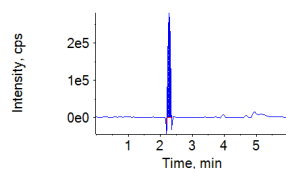


马布特罗 -D9
320.100/238.000 Da



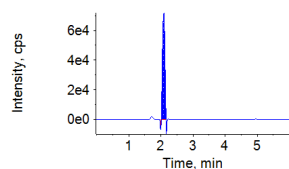
马布特罗 -D9

320.100/238.000 Da



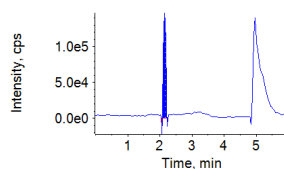
克仑丙罗 -D7

270.000/204.000 Da



妥布特罗 -D9

237.000/155.000 Da



妥布特罗 -D9

237.000/155.000 Da

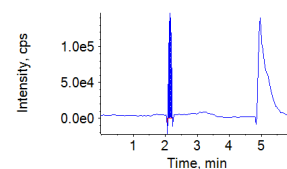
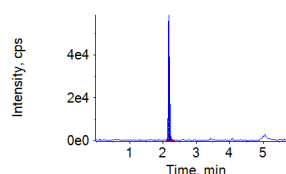


图 2 β-受体激动剂药物同位素内标标准溶液特征离子质量色谱图 (5.00ng/mL)

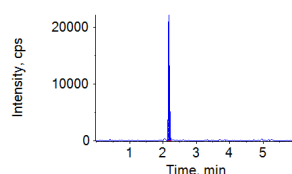
克仑特罗

277.000/203.000 Da



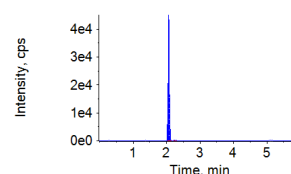
克仑特罗 (定性)

277.000/168.100 Da



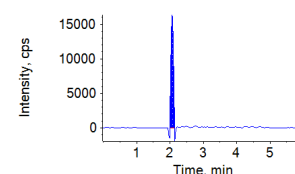
莱克多巴胺

302.200/164.100 Da



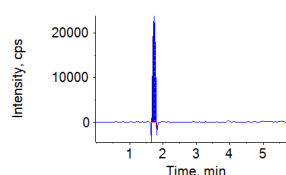
莱克多巴胺 (定性)

302.200/107.100 Da



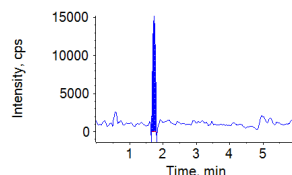
沙丁胺醇

240.200/148.100 Da



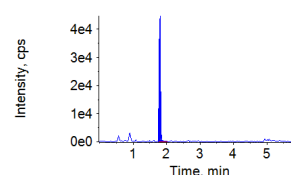
沙丁胺醇 (定性)

240.200/222.100 Da



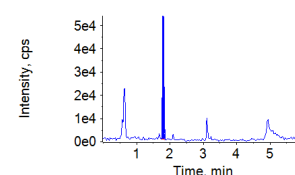
西马特罗

220.000/160.000 Da



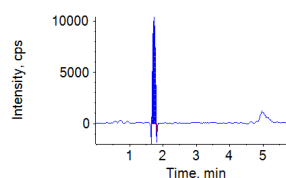
西马特罗 (定性)

220.000/202.000 Da



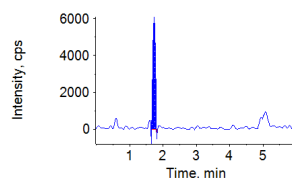
齐帕特罗

262.100/185.000 Da



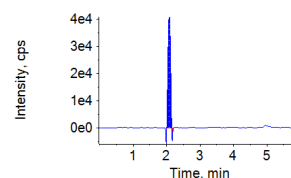
齐帕特罗 (定性)

262.100/202.100 Da



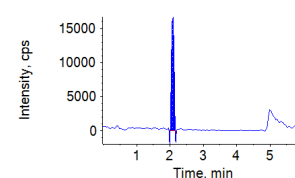
氯丙那林

214.000/154.100 Da



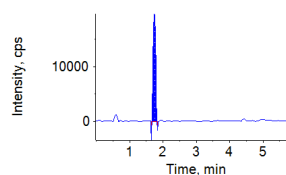
氯丙那林 (定性)

214.000/118.000 Da



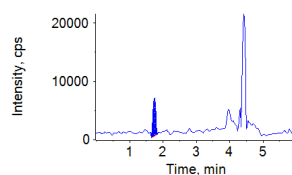
特布他林

226.200/152.000 Da



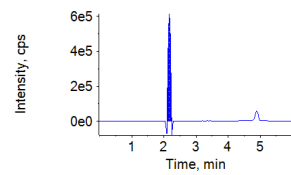
特布他林 (定性)

226.200/107.100 Da



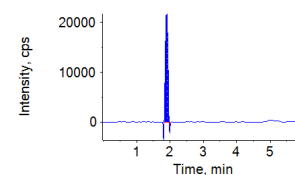
克仑特罗 -D9

286.000/204.000 Da



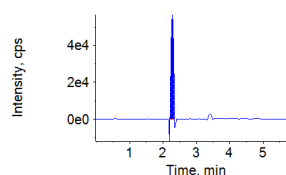
西布特罗 (定性)

234.000/143.000 Da



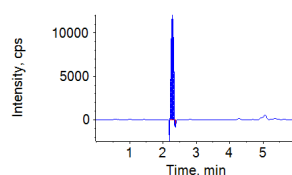
马布特罗

311.100/237.200 Da



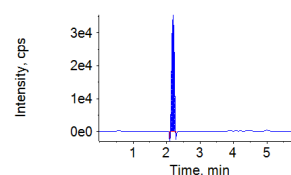
马布特罗 (定性)

311.100/202.100 Da



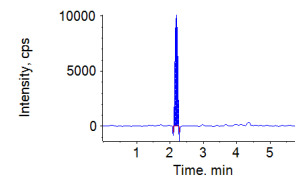
班布特罗

368.200/294.100 Da



班布特罗 (定性)

368.200/72.200 Da



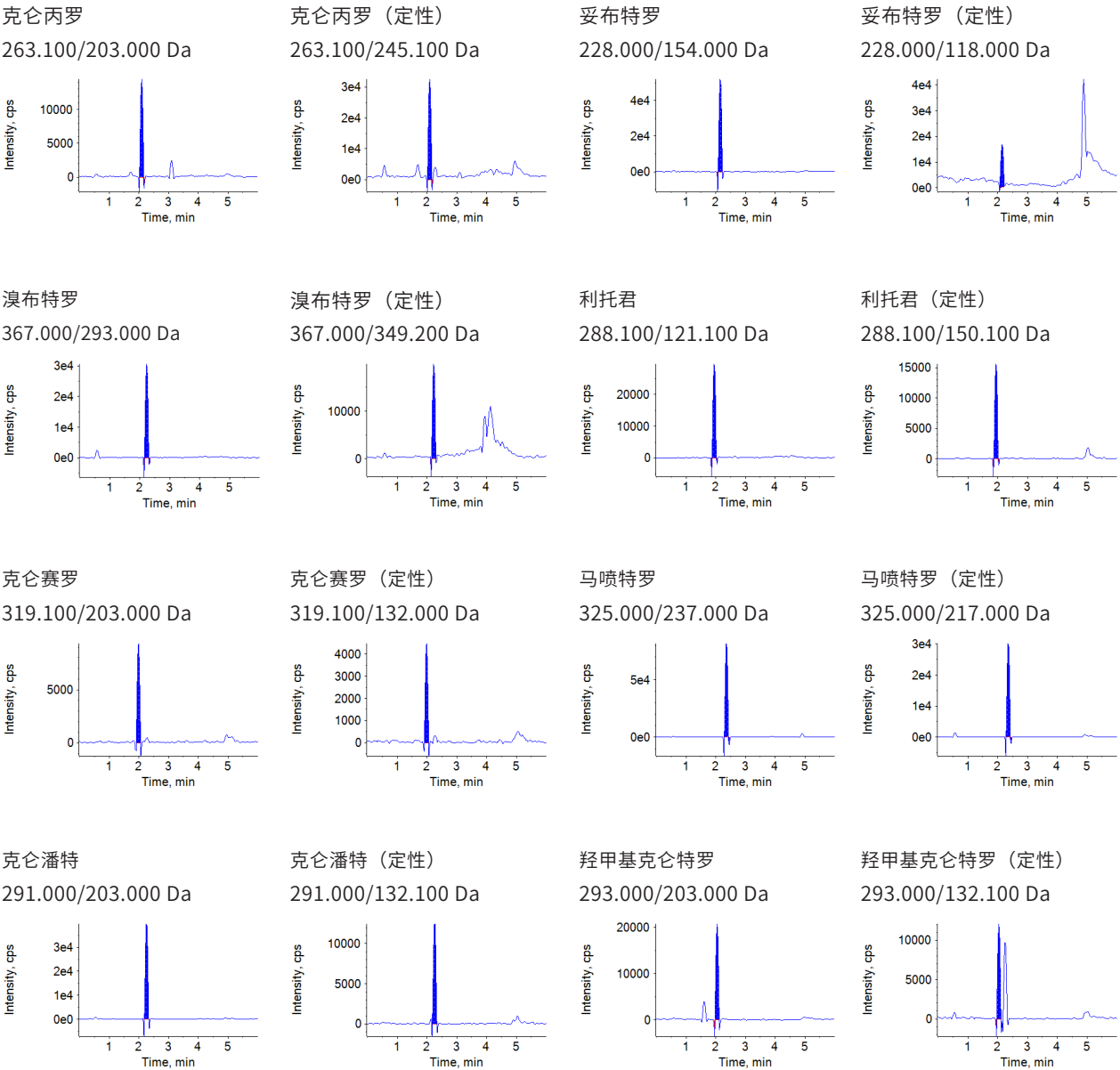


图 3 β- 受体激动剂药物标准溶液特征离子质量色谱图 (0.500ng/mL)

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure®MCX 固相萃取柱, 60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

水产品中土霉素、四环素、金霉素和多西环素残留量的测定（Copure® HLB）

GB 31656.11-2021 《食品安全国家标准 水产品中土霉素、四环素、金霉素和多西环素残留量的测定》

2022 年最新版食品安全抽检实施细则颁布了针对于鱼、虾、蟹、鳖及海参等水产品可食组织中土霉素、四环素、金霉素和多西环素残留量的测定方法——《GB 31656.11-2021 水产品中土霉素、四环素、金霉素和多西环素残留量的测定》，本标准替代了《GB/T 22961-2008 河豚鱼、鳗鱼中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法》其中第二法——液相色谱-串联质谱法为今年新增的检测方法，逗点生物参照该标准进行试验，并优化了部分参数，建立了一份具有良好回收率及稳定性，能满足国标要求的 SPE-HPLC-MS/MS 方法，可供参考。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的鱼、虾等水产类样品 2 g（精确至 0.02 g）于干净离心管中，加入 6 mL Na2EDTA-McIlvaine 溶液（pH=4±0.05）和 2 mL 醋酸铅溶液，涡旋混合 1 min，超声 10 min，4℃下以 8000 离心 r/min 离心 5 min，取上清液于另一干净离心管，残渣继续加入 6 mL Na2EDTA-McIlvaine 溶液（pH=4±0.05）按上述方式重复提取两次，合并全部提取液，加入 10 mL 正己烷，涡旋 1 min，8000 r/min 离心 5 min，弃正己烷层，下层液取出 10 mL 待净化。Na2EDTA-McIlvaine 缓冲溶液（0.1mol/L）：称取柠檬酸 12.9g、磷酸氢二钠 10.9g、乙二胺四乙酸二钠 37.2g，各自加水适量使溶解，混合，用水稀释至 1000mL，用 0.1 mol/L HCl 或 0.1 mol/L NaOH 调节 pH 至 4.0±0.05。醋酸铅溶液（20.0g/L）：取醋酸铅 20.0g，加水溶解并稀释至 1000mL。

二、样品净化（Copure® HLB，60mg/3mL）

活化：将 Copure®HLB 固相萃取柱依次用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化。

上样：在固相萃取柱中加入上述待净化液。

淋洗：依次用 5 mL 水，5 mL 5% 甲醇-水溶液淋洗固相萃取柱，抽干。

洗脱：加入 5 mL 甲醇洗脱固相萃取柱，收集全部洗脱液，45℃下氮吹至 100 μL 左右，加入 0.1% 甲酸溶液定容至 1 mL，过尼龙滤膜，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

取空白基质同正常样品一样操作，收集洗脱液后，于洗脱液中分别加入适量标液，再与其他样品洗脱液一同氮吹，定容，使最终上机溶液的浓度分别为 5 μg/L、10 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm×100 mm，1.9 μm)

流动相：A：水（0.1 % 甲酸） B：甲醇（0.1 % 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1 流速：0.3 mL/min

柱温：30℃

进样量：5 μL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	95	5
2.00	70	30
4.00	70	30
4.20	30	70
6.00	30	70
7.00	95	5
8.00	95	5

质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb 辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃ 辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	多西环素	5.77	445.2	321.0、428.0*
2	四环素	4.00	445.2	410.0*、427.0
3	土霉素	4.10	461.2	426.0*、443.0
4	金霉素	5.63	479.1	444.0*、462.0

五、实验结果

表 3 兽残加标回收实验结果

目标物	大头鱼						虾仁					
	10.0 μg/kg	50.0 μg/kg	100.0 μg/kg	10.0 μg/kg	50.0 μg/kg	100.0 μg/kg	10.0 μg/kg	50.0 μg/kg	100.0 μg/kg	10.0 μg/kg	50.0 μg/kg	100.0 μg/kg
	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
强力霉素	73.7	3.91	83.7	3.70	88.9	1.65	76.1	3.97	88.5	3.21	91.6	1.42
四环素	78.2	1.53	85.4	4.53	89.3	3.16	79.6	5.04	84.2	1.98	91.4	2.59
土霉素	86.4	2.29	94.5	2.47	101	1.39	88.9	6.38	92.4	5.92	103	1.96
金霉素	75.3	3.15	84.3	4.49	90.1	2.94	79.3	2.04	89.8	1.92	92.1	1.27

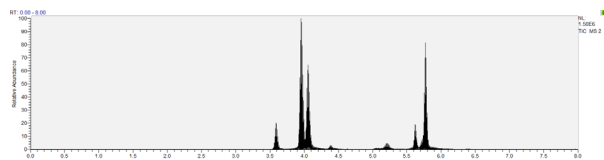


图 1 添加水平为 100.0 μg/kg 时大头鱼中四环素类的总离子流图

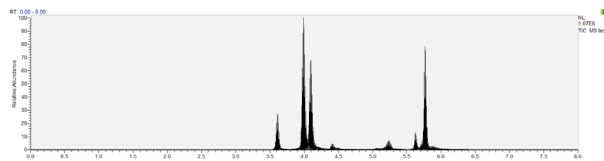


图 2 添加水平为 100.0 μg/kg 时虾仁中四环素类的总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure®HLB 净化柱，60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13mm，孔径 0.22μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

动物源性食品中氯霉素的测定（Copure® C18）

GB 31658.2-2021 《食品安全国家标准 动物性食品中氯霉素残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

2022 年最新版食品安全抽检实施细则更新了针对于猪、鸡肌肉、肝脏和鱼、虾可食性组织中氯霉素残留检测的检测方法——《GB 31658.2-2021 动物性食品中氯霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》，逗点生物参照该标准进行试验，并优化了部分参数，建立了一份具有良好回收率及稳定性，能满足国标要求的 SPE-HPLC-MS/MS 方法，可供参考。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的肉类样品 5 g（精确至 0.02 g）于干净离心管中，加内标工作液 100 μL，加入 10 mL 乙腈和 10 mL 4% NaCl 水溶液，涡旋提取 10 min，8000 r/min 离心 10 min，取出上清液于另一干净离心管，向离心管中加入 10 mL 正己烷，涡旋震荡 1 min，8000 r/min 离心 2 min，弃上清液，于离心管中加入 8 mL 水饱和的乙酸乙酯溶液，涡旋震荡 2 min，8000 r/min 离心 2 min，取出上层清液，氮吹干，用 5 mL 5% 乙腈-水溶液复溶，待净化。

二、样品净化（Copure® C18，500mg/3mL）

活化：取固相萃取柱依次用 5 mL 甲醇，5 mL 水进行活化。

上样：将上述待净化液加入固相萃取柱中。

淋洗：分别取 6 mL 水分两次淋洗固相萃取柱。

洗脱：加入 8 mL 甲醇进行洗脱，收集全部洗脱液，氮吹干，1 mL 50% 甲醇水溶液复溶，过尼龙滤膜，上机。

三、标准曲线溶液的制备

表 1 标准溶液配制方法

内标 CAP-D5 工作液：50 ng/mL，氯霉素工作液 10 ng/mL、50 ng/mL。

项目	0.5 ng/mL	1.0 ng/mL	2.0 ng/mL	5.0 ng/mL	10.0 ng/mL
10 ng/mL CAP	50 μL	100 μL	-	-	-
50 ng/mL CAP	-	-	40 μL	100 μL	200 μL
50 ng/mL CAP-D5	100 μL	100 μL	100 μL	100 μL	100 μL

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm×100 mm，1.9 μm)

流动相：A：水 B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：30℃

进样量：20 μL

订购信息

货号	描述	包装
COC183500	Copure®C18 固相萃取柱，500mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

表 2 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	95	5
1.00	90	10
4.00	50	50
5.00	50	50
7.00	10	90
8.00	10	10
9.00	95	5
10.00	95	5

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：10 arb

离子传输管：380 ℃

辅气温度：350 ℃

表 3 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子 (CE/V)
1	氯霉素	4.45	320.8	152.0 (15)、256.9* (10)
2	氯霉素-D5	4.43	326.0	157.0* (15)

五、实验结果

表 4 氯霉素加标回收实验结果

样品	0.1 μg/kg		0.2 μg/kg		1.0 μg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) (n=3)	回收率 (%)	RSD (%) (n=3)	回收率 (%)	RSD (%) (n=3)
猪肉	74.4	7.93	80.9	2.26	78.9	4.35
鸡肉	90.8	4.62	94.1	5.75	86.6	7.69
虾肉	88.2	4.49	82.8	3.59	79.4	2.81

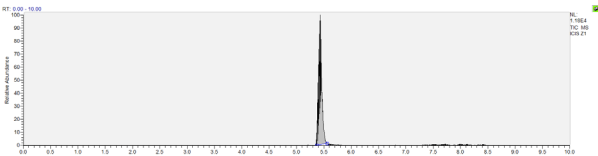


图 1 添加水平为 0.1 μg/kg 时猪肉中氯霉素的总离子流图

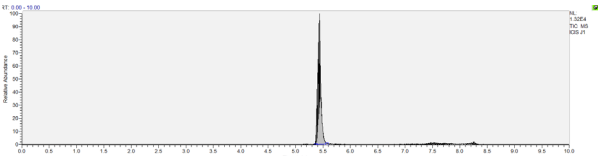


图 2 添加水平为 0.1 μg/kg 时鸡肉中氯霉素的总离子流图

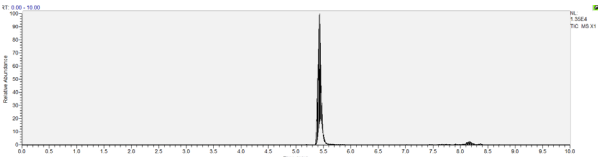


图 3 添加水平为 0.1 μg/kg 时虾肉中氯霉素的总离子流图

动物性食品中五氯酚残留量的测定 (Copure® MAX)

GB 23200.92-2016 《食品安全国家标准 动物源性食品中五氯酚残留量的测定 液相色谱-质谱法》

五氯酚作为氯代烃类杀虫剂和灭真菌剂，具有低成本优势，被广泛地用作农业杀虫剂、除草剂和木材防腐剂，其化学性质稳定，残留时间长，难以降解，具有较高的水溶性。本实验参考国标 GB 23200.92-2016 对样品前处理进行优化后，建立了一个稳定可靠，回收率高，且适合动物源性食品中五氯酚残留量测定的 SPE-UPLC-MS/MS 方法。

一、样品提取

称取试样 2.0 g (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 8 % 三乙胺的乙腈-水溶液 (8:2, v/v)，涡旋混匀 5 min，超声提取 5 min，在 10000 r/min 离心 5 min，取上清液于另一支干净试管中，残渣重复提取 1 次，合并提取液，待净化。(注：若合并后的上清液较浑浊，可再次进行离心)

二、样品净化 (Copure® MAX, 60mg/3mL)

活化：依次用 5 mL 甲醇，5mL 水活化 Copure® MAX 固相萃取小柱；

上样：取待净化液加入已活化好的固相萃取小柱；

淋洗：依次用 5 mL 5 % 氨水溶液、5 mL 甲醇和 5 mL 2 % 甲酸甲醇溶液淋洗；

洗脱：用 4 mL 8 % 甲酸甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，于 40 °C 水浴下氮吹浓缩至 1 mL 左右，用水定容至 2 mL，涡旋，过 PTFE 亲水滤膜，上机测试。

标曲配制

选同类型空白样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，加入适量的标液后与样品一同于 40 °C 下水浴氮吹浓缩至 1 mL 左右，用水定容至 2 mL，配制浓度点为 0.5 ng/mL、1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL 的系列标准溶液。

三、仪器条件 (Thermo Fisher TSQ Endura)

液相部分：

色谱柱：Commasil® Coreshell C18(2.1 mm×100 mm, 1.7 μm)

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液 (含 0.1 % 甲酸)

B：甲醇

流速：0.35 mL/min 柱温：35 °C 进样量：5 μL

洗脱程序：梯度洗脱表 1

表 1

时间 /min	A/%	B/%
0.0	60	40
0.2	60	40
1.0	10	90
3.0	10	90
3.1	60	40
5.0	60	40

质谱条件：

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V 鞘气压力：40 arb

辅气压力：10 arb 离子传输管：380 °C 辅气温度：420 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	定量离子对 (m/z)	定性离子对 (m/z)
五氯酚	262.7>262.7*	264.7>264.7、266.7>266.7、268.7>268.7

四、实验结果

5.1 测试数据

表 3 加标回收率结果

目标化合物	添加水平 (μg/kg)	猪肉		鸡肉	
		回收率 (%)	RSD (%) (n=3)	回收率 (%)	RSD (%) (n=3)
五氯酚	1.00	88.6	3.33	89.2	4.58
	2.00	92.9	2.46	93.8	2.31

5.2 测试色谱图

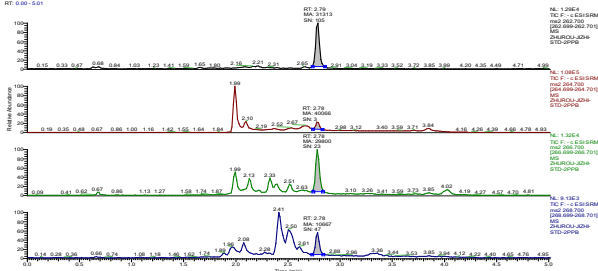


图 1 猪肉加标 (2.00μg/kg) 总离子流图

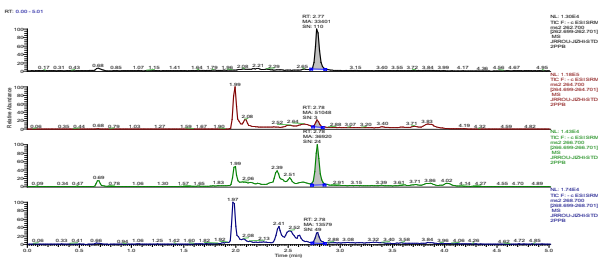


图 2 鸡肉加标 (2.00μg/kg) 总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure®MAX 固相萃取柱, 60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE-HL	针式过滤器, 亲水 PTFE, 直径 13mm, 孔径 0.22μm	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

鸡肉中环丙氨嗪残留量的测定（Copure® MCX）

GB 31658.12-2021 《食品安全国家标准 动物性食品中环丙氨嗪残留量的测定 高效液相色谱法》

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5g 鸡肉样品于 50 mL 离心管中，加入 15mL 1% 三氯乙酸溶液 - 乙腈（15+85，V/V），高速均质 5min 使均质分散，9500r/min 离心 5min，吸取上层清液于 100mL 分液漏斗中；
- 2) 残渣中加入 10mL 1% 三氯乙酸溶液 - 乙腈（15+85，V/V），重复提取 1 次，合并提取液，加正己烷 30mL，振摇 2min，静置使其分层，收集下层液于 100mL 鸡心瓶中，于 40℃水浴旋转蒸发至约 1mL，转至 10mL 离心管中，用 2mL 提取液淋洗鸡心瓶 1 次，再用 2mL 0.1mol/L 盐酸溶液淋洗鸡心瓶 1 次，合并提取液，9500r/min 离心 5min，上清液待净化。

二、样品净化 (Copure®MCX, 60mg/3mL)

- 1) 用 3mL 甲醇、3mL 0.1mol/L 盐酸溶液依次活化 MCX 混合型阳离子交换固相萃取柱；取全部备用液过柱，依次用 3mL 0.1mol/L 盐酸溶液、3mL 甲醇淋洗，抽干；加 5mL 5% 氨化甲醇洗脱，抽干，收集洗脱液；
- 2) 将收集的洗脱液于 40℃下氮吹至近干，加 1mL 流动相，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机测定。

1.3 标准曲线的制备

- 1) 准确移取环丙氨嗪标准工作液适量，用流动相稀释，配成浓度为 0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.4 μg/mL、0.8 μg/mL、1.0μg/mL、2.0μg/mL 的系列标准溶液，上机测定。

三、仪器条件

仪器设备：液相色谱仪（1260 InfinityII，配紫外检测器）
色谱柱：InfinityLab Poroshell 120 HILIC，2.1 x 100 mm，2.7 μm
流动相：25mmol/L 乙酸铵溶液 - 乙腈（40+960，V/V）
流速：0.300 mL/min
检测波长：214nm；
柱温：30℃
进样体积：40.0 mL

四、实验结果

表 1 0.080mg/kg 鸡肉中环丙氨嗪加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
环丙氨嗪	82.5	88.5	88.0	86.3	3.86

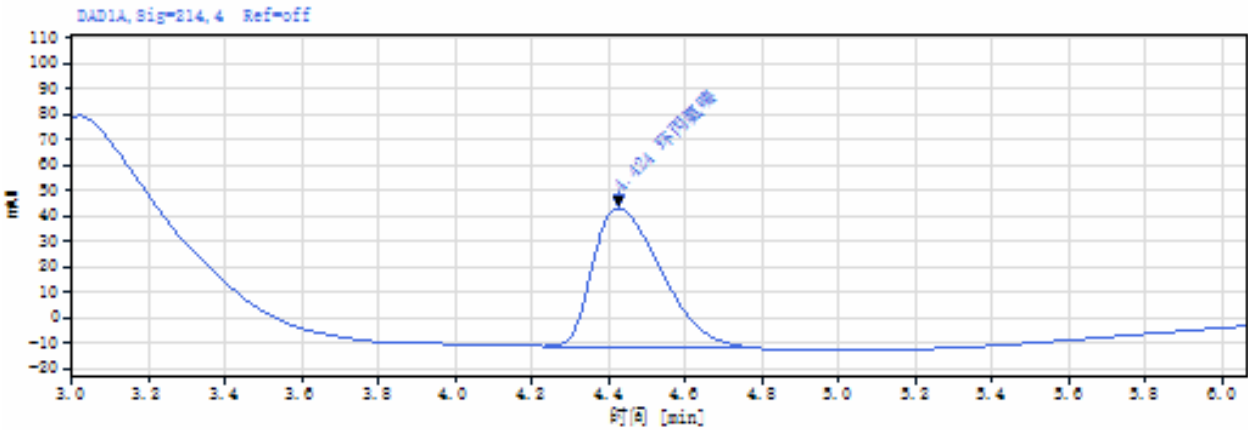


图 1 环丙氨嗪标准溶液色谱图（0.500 μg/mL）

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure®MCX 固相萃取柱，60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

鸡蛋中多西环素残留量的测定（Copure® HLB）

GB 31659.2-2022《食品安全国家标准 禽蛋、奶和奶粉中多西环素残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 称取 2 g 鸡蛋样品于 50 mL 聚丙烯离心管中，加入 8mL Mcllvaine-Na2EDTA 缓冲溶液，振荡 10min，4℃下 14000r/min 离心 10min，吸取上层清液于另一个 50mL 离心管中；
- 用 8mL Mcllvaine-Na2EDTA 缓冲溶液重复提取 2 次，合并提取液，4℃下 14000r/min 离心 10min，取上清液备用（用滤纸过滤备用）。

二、样品净化 (Copure® HLB, 60mg/3mL)

- 用 3mL 甲醇、3mL 水依次活化 HLB 固相萃取柱；取全部备用液过柱，用 3mL 水、3mL5% 甲醇溶液淋洗，抽干；加 5mL 甲醇洗脱，抽干，收集洗脱液；
- 将收集的洗脱液于 40℃下氮吹至近干（剩几滴），加 20% 乙腈溶液定容至 1mL，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22μm 微孔滤膜，上机。

三、基质匹配标准曲线的制备

- 准确移取系列标准工作液于上述前处理所得的空白洗脱液中，于 40℃下氮吹至近干，加 20% 乙腈溶液定容至 1mL，涡旋 30s 溶解残渣；分别配制浓度为 1.00ng/mL、2.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL 的系列基质匹配标准曲线，过 0.22μm 微孔滤膜，上机。

四、仪器条件

仪器设备：液相色谱 - 串联质谱联用仪（Triple Quad 5500）
色谱柱：ACQUITY UPLC BEH C18 1.7mm 2.1' 50mm Column
流动相：A：0.1% 甲酸水 B：乙腈
流动相梯度：初始 95%A，60%A（0 min~2.50min），10%A（2.50 min~3.00min），10%A（3.00min~4.00min），

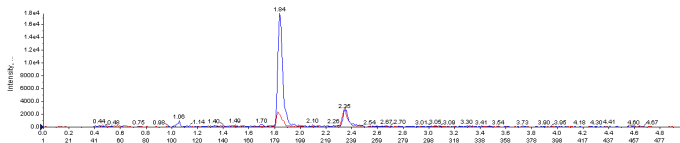


图 1 多西环素总离子流图

图 2 鸡蛋基质匹配标准溶液特征离子质量色谱图 (2.00ng/mL)

95%A（4.00 min~5.00min）

流速：0.300 mL/min 柱温：35℃ 进样体积：4.0 mL

质谱条件：

检测方式：多反应离子监测（MRM）；

表 1 离子源控制条件

电离方式	ESI+
Curtain Gas(CUR)	40.0 Psi
Collision Gas(CAD)	8Psi
IonSpray Voltage(IS)	5500.0 V
Temperature(TEM)	450°C
Ion Source Gas 1(GS1)	50 Psi
Ion Source Gas 1(GS2)	50 Psi

表 2 待测药物定性离子对、定量离子对、保留时间、去簇电压和碰撞能量参考值

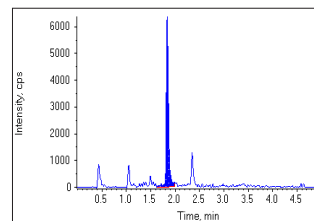
化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	DP (V)	CE (V)
多西环素	445.2	154.0*	1.84	130	40
		321.0			40

注：* 为定量离子。

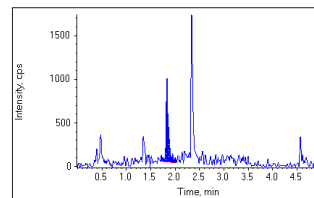
五、实验结果

表 3 5.00μg/kg 鸡蛋中多西环素加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
多西环素	77.6	82.8	82.3	80.9	3.55



多西环素
445.200/154.200 Da



多西环素（定性）
445.200/321.000 Da

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure® HLB 固相萃取柱，60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

虾肉中孔雀石绿和结晶紫残留量液相色谱 - 串联质谱法测定 (Copure® ALN 中性氧化铝柱)

《GB/T 19857-2005 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量测定》

一、背景介绍

孔雀石绿和结晶紫是人工合成的三苯甲烷类化合物，都属于工业染料，因其价格低廉且具有杀菌和驱虫的效果，曾广泛应用于水产养殖中，但孔雀石绿和结晶紫及其代谢物的生物毒性较强，在生物体内长期累积会对人体造成危害。逗点生物结合自身产品优势，建立了固相萃取 - 高效液相色谱 - 质谱联用法测定虾肉中的孔雀石绿和结晶紫含量的方法，样品在提取后，经中性氧化铝柱固相萃取柱净化后，采用高效液相色谱 - 串联质谱仪测定。经验证，加标回收率范围 90-110%，RSD 值小于 5%，满足要求。

二、仪器条件

2.1 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱：Commasil® Coreshell C18 (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm)

流动相：A- 水 (0.1% 甲酸) B- 乙腈 (0.1% 甲酸)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	%B	Curve
0.0	0.3	5	5
1.5	0.3	60	5
3.0	0.3	100	5
10.0	0.3	100	5
10.5	0.3	5	5
15	0.3	5	5

流速：0.3 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

2.2 质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：15 arb 辅气压力：1 arb

离子传输管：360 °C 辅气温度：380 °C

表 2 孔雀石绿和结晶紫离子对参数 (* 为定量离子)

Compound	Precursor (m/z)	Product (m/z)	Collision Energy (V)	RF Lens (V)	RT/min
孔雀石绿	329	208	33	168	4.27
		313*	34		
隐性孔雀石绿	331	239*	28	151	4.27
		316	31		
孔雀石绿 -d5	334	318*	37	157	4.25
隐性孔雀石绿 -d6	337	240	29.8	139	4.25
		322.2*	19.9		
结晶紫	372	251	41	134	4.21
		356*	43		
隐性结晶紫	374	238	36	157	4.22
		358*	35		

三、试验步骤

3.1 样本提取

称取 5.00 g 已捣碎的虾肉于 50 mL 离心管中，加入 400 μL 混合内标溶液 (孔雀石绿 -d5 和隐性孔雀石绿 -d6)。加入 11 mL 乙腈，超声波震荡提取 2.0 min，2500 rpm 涡旋震荡提取 5.0 min，8000 r/min 离心 5.0 min，上清液转移至另一空 50 mL 离心管。重复提取一次，合并上清液，用乙腈定容至 25 mL，摇匀待净化。

3.2 样本净化

取 Copure® 中性氧化铝柱 (货号：COALN31000)，加入 5.0 mL 乙腈活化。加入上述样品待净化液 5.00 mL 后再加入 4.0 mL 乙腈进行洗涤，合并收集全部过滤液，45°C 水浴氮吹至近干。加入 1.0 mL 乙腈，超声震荡 5.0 min，加入 1.0 mL 5 mmol/L 乙酸铵，超声震荡 1.0 min，过 0.22 μm 滤膜后上机测试。

3.3 基质空白试验

称取空白试样，按上述步骤进行实验。

四、实验结果

虾肉基质中结晶紫、隐形结晶紫、孔雀石绿及其内标、隐形孔雀石绿及其内标的定量离子对提取色谱图如下所示。

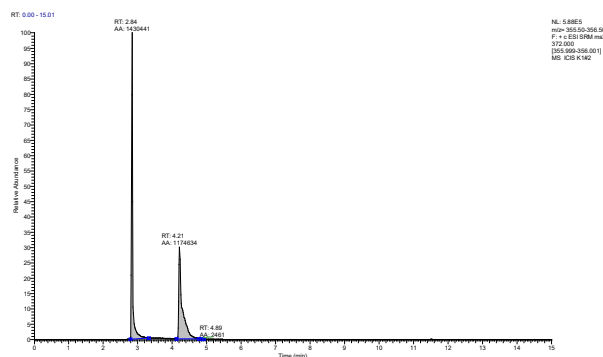
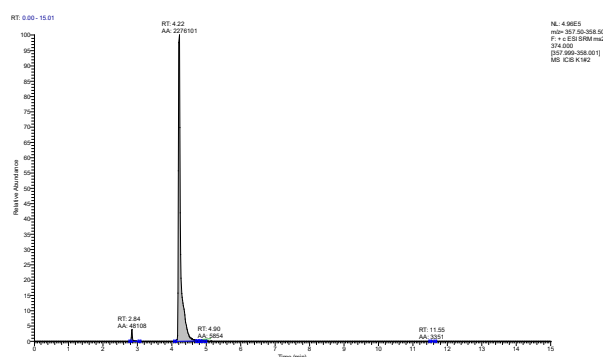


图 1 虾肉加标 (8.0 μg/kg) 中结晶紫 图 2 虾肉加标 (8.0 μg/kg) 中孔雀石绿

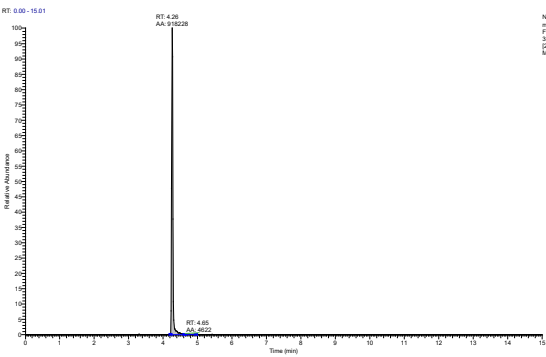


图 3 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中隐孔雀石绿

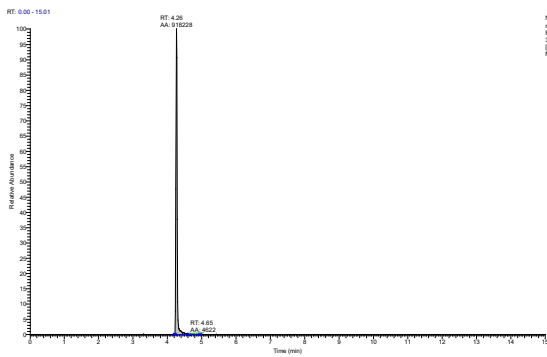


图 4 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中孔雀石绿

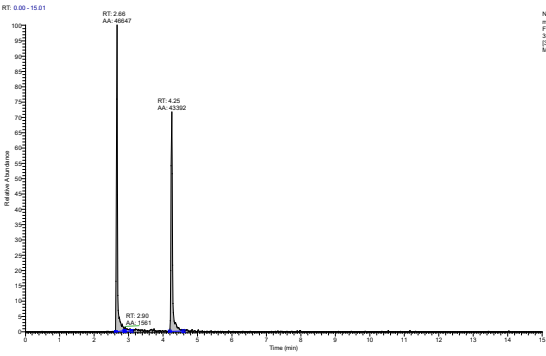


图 5 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中孔雀石绿-d5

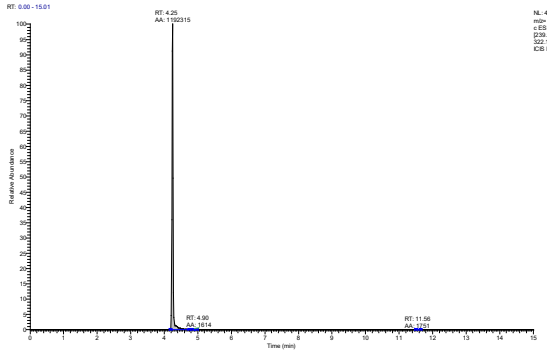


图 6 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中隐孔雀石绿-d6

虾肉中孔雀石绿、隐性孔雀石绿、结晶紫、隐性结晶紫加标实验回收率结果详见表3,回收率90-110%之间,偏差值均小于5%,回收率和稳定性满足测试要求。

表 3 虾肉中孔雀石绿、隐性孔雀石绿、结晶紫、隐性结晶紫加标回收率结果

基质	项目	加标浓度 (µg/kg)	平均回收率 (%) (n=3)	RSD(%) (n=3)
虾肉	孔雀石绿	8.00	98.4	4.74
	隐性孔雀石绿	8.00	94.5	3.06
	结晶紫	8.00	93.1	2.97
	隐性结晶紫	8.00	106	3.29

订购信息

货号	描述	包装
COALN31000	Copure® 中性氧化铝固相萃取柱, 1g/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	24 孔智能氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	针式过滤器, 尼龙, 直径 13mm, 孔径 0.22µm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

猪肉中喹乙醇代谢物的UPLC-MS/MS测定(Copure® MAX固相萃取柱)

《GB/T 20746-2006 牛、猪肝脏和肌肉中卡巴氧、喹乙醇及代谢物残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》

喹乙醇是一种具有促生长作用的药物性添加剂，具有蓄积毒性，对多数动物有明显的致畸作用，对人也有潜在的危害，因而被禁止用作饲料添加剂。喹乙醇本身并不稳定，在体内短时间内会发生代谢，其主要代谢产物 3- 甲基喹恶啉 -2- 羧酸 (MQCA) 比较稳定，是国际食品法典委员会认定的标示残留物。

逗点生物建立了猪肉中 MQCA 的液相色谱 - 串联质谱分析方法。样品经前处理提取，过 MAX 固相萃取柱净化，氮吹复溶后，上相色谱 - 串联质谱测定，内标法定量，测试结果符合标准要求。

一、样品提取

准确称取搅碎后的猪肉 5.00 g（精确至 0.01g），置于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 0.6 % 甲酸溶液，混匀后，置于 47℃振荡水浴振摇 1 h。先加入 3 mL 1.0 mol/L Tris 溶液，混匀，再加入 0.3 mL 0.01 g/mL 蛋白酶水溶液，充分混匀后，置于 47℃振荡水浴中酶解 16-18 h。冷却至室温，再加入 20 mL 0.3 mol/L 盐酸溶液，振荡 5 min，在 10℃下 10000 r/min 下离心 5 min，过滤上清液，待净化。

二、样品净化 (Copure® MAX 固相萃取柱, 60mg/3 mL)

分别用 3.0 mL 甲醇、3.0 mL 水活化 MAX 萃取柱，然后将上述待净化液加入固相萃取柱中，待样液全部流出后，用 30 mL 50 mmol/L 乙酸钠 - 甲醇溶液 (19+1) 清洗离心管后过固相萃取小柱，压干。然后依次用 30 mL 0.05 mol/L 乙酸钠 - 甲醇溶液 (19+1)、3×3.0 mL 甲醇、3.0 mL 水、3×3.0mL 0.1 mol/L 盐酸溶液、2×3.0 mL 甲醇 - 水溶液 (1+4)、2.0 mL 乙酸乙酯淋洗，抽干小柱。加入 3.0 mL 2% 甲酸乙酸乙酯溶液洗脱 MQCA 至玻璃氮吹管中，于 45℃下氮气吹至近干。加入 1.0 mL 0.1% 甲酸 - 甲醇 (19+1) 溶液，涡旋复溶，0.22 μm 滤膜过滤，供液相色谱 - 串联质谱仪测定。

三、仪器条件

3.1 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱：Commasil® Coreshell AQ-C18 (2.1 mm×100 mm, 3 μm)

流动相：A: 0.1 % 甲酸水 B: 甲醇

流速：0.3 mL/min 柱温：30℃

进样量：10 μL 洗脱方式：梯度洗脱，见表 1。

表 1：梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	80	20
1.0	80	20
1.1	60	40
3.0	40	60
3.1	20	80
4.0	20	80
5.5	80	20
7.0	80	20

3.2 质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb 辅气压力：2 arb

离子传输管：380 ℃ 辅气温度：350 ℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	保留时间/min	母离子	子离子
喹恶啉 -2- 羧酸 -d4	3.83	179.1	133.1*、161.0
3- 甲基 - 喹恶啉 -2- 羧酸	4.21	189.1	145.1*、171.0

四、实验结果

表 3 3- 甲基 - 喹恶啉 -2- 羧酸加标回收实验结果

名称	添加浓度 /μg/kg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD/%
3- 甲基 - 喹恶啉 -2- 羧酸	2.0	74.1	77.5	3.78
		78.9		
		79.4		

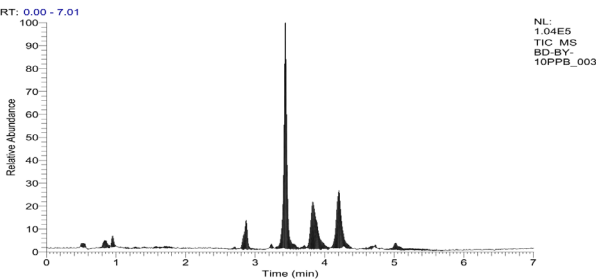


图 1 加标水平为 2.0 μg/kg 时猪肉中 3- 甲基 - 喹恶啉 -2- 羧酸总离子流图

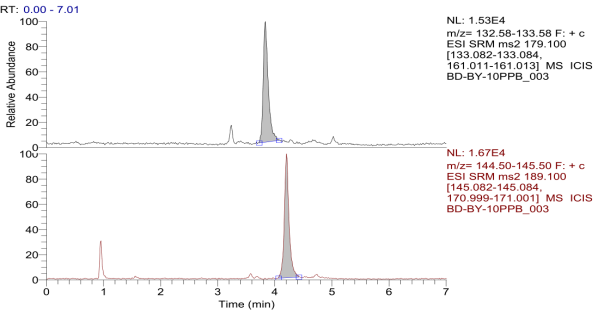


图 2 加标水平为 2.0 μg/kg 时猪肉中 3- 甲基 - 喹恶啉 -2- 羧酸提取离子色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
MF013-22-NL	尼龙针式过滤器 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

动物源性食品中金刚烷胺和金刚乙胺残留量的 UPLC-MS/MS 分析 (Copure® MCX)

《SN/T 4253-2015 出口动物组织中抗病毒类药物残留量的测定 液相色谱 - 质谱质谱法》

一、样品提取

称取 2.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入浓度为 1 µg/mL 金刚烷胺-D6 标准工作液 20 µL，加入 5 mL 2% 三氯乙酸水溶液，超声 10 min，5000 r/min 离心 5 min，上清液全部转移至 15 mL 离心管中，再向样品中加入 5 mL 2% 三氯乙酸水溶液按上述步骤重复提取一次，合并两次提取液，用乙腈定容至 10 mL 待净化。

二、SPE 净化 (Copure® MCX, 60 mg/3 mL)

活化: 向 MCX 柱中依次加入 3 mL 甲醇, 3 mL 水和 3 mL 2% 甲酸水溶液进行活化。

上样和洗脱: 准确移取待净化液 5 mL 过柱, 依次用 5 mL 2% 甲酸水溶液, 1% 甲酸乙腈淋洗, 弃去全部流出液, 抽干小柱, 用 4 mL 5% 氨水甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液, 45°C 氮吹至干。

重新溶解: 准确加入 1 mL 复溶液 (乙腈 - 甲醇 - 水 =70:20:10) 涡旋溶解, 过 0.22 µm 尼龙滤膜供上机分析。

三、标曲配制

采用内标法定量, 分别精密量取一定量的金刚烷胺和金刚乙胺混合标准液及内标溶液, 用金刚烷胺复溶液 (乙腈 - 甲醇 - 水 =70:20:10) 定容至 1 mL, 配制成适当浓度的标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱: CS215018P (PFP, 2.1 mm×50 mm, 1.8 µm)

流动相: A: 水 (0.1% 甲酸)

B: 甲醇 (0.1% 甲酸)

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	95	5
1.0	70	30
3.0	10	90
4.0	10	90
4.1	95	5
5.0	95	5

流速: 0.4 mL/min

柱温: 35°C

进样量: 5 µL

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 µm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 µm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	NL 滤膜, 直径 47 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

质谱条件

离子源: HESI

电喷雾电压: 3500V

鞘气压力: 40 arb

辅气压力: 2 arb

离子传输管: 380°C

辅气温度: 420°C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	保留时间 /min	母离子	子离子
金刚烷胺	2.28	152.038	93.09, 135.08*
金刚烷胺-D6	2.28	158.0	141.1*
金刚乙胺	3.10	180.1	163.075, 107.154*

五、实验结果

表 3 动物源性食品中金刚烷胺和金刚乙胺加标回收实验结果

目标物	基质	加标浓度 (µg/kg)	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
			1	2	3		
金刚烷胺	鸡肉	10	87.63	91.48	88.59	89.2	2.2
		20	89.42	87.57	97.48	91.5	5.8
	鸡蛋	10	81.22	89.05	87.27	85.1	4.8
		20	91.36	93.97	93.81	92.7	1.6
金刚乙胺	鸡肉	10	89.59	82.73	88.38	86.9	4.2
		20	87.68	72.12	83.34	84.4	9.9
	鸡蛋	10	84.31	83.86	87.73	84.1	2.5

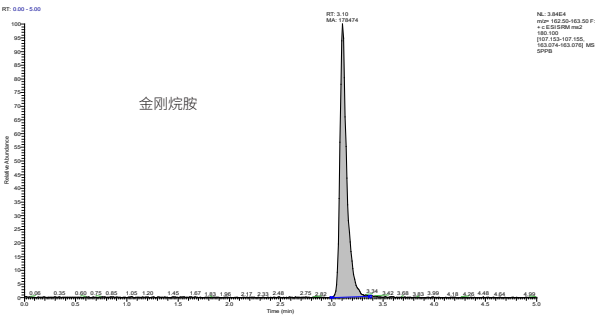


图 1 5 µg/L 金刚烷胺标准品 SRM 色谱图

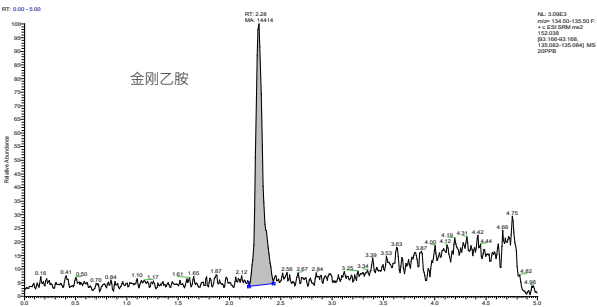


图 2 5 µg/L 金刚乙胺标准品 SRM 色谱图

蜂蜜中链霉素和双氢链霉素的测定 (Copure® HLB)

BJS 202103 蜂蜜中链霉素和双氢链霉素的测定 液相色谱 - 串联质谱法

链霉素和双氢链霉素属于氨基糖苷类抗生素，对革兰氏阴性菌具有抑菌活性，可以预防多种动物疾病。在养蜂行业中，链霉素和双氢链霉素能够有效地治疗蜜蜂的腐蛆病，但由于管理和使用的不科学，常造成蜂产品中该类物质的残留。本实验参考国标 BJS 202103, 对样品前处理进行优化后，建立了一个稳定可靠，回收率高，且适合动物源性蜂蜜中链霉素和双氢链霉素残留量测定的 SPE-UPLC-MS/MS 方法。

一、样品提取

准确称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 提取液（含 2 % 三氯乙酸的磷酸盐缓冲溶液），涡旋混匀 1 min，超声提取 10 min，再加入 10 mL 提取液并定容至 25 mL，涡旋混匀 1 min 后超声提取 5 min，在 10000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化 (Copure® HLB, 60 mg/3mL)

活化：依次用 3 mL 甲醇，3 mL 水活化 Copure® HLB 固相萃取小柱；

上样：取 5 mL 待净化液至已活化好的固相萃取小柱；

淋洗：用 2 mL 水淋洗固相萃取小柱两次，抽干小柱；

洗脱：用 1 mL 甲酸 - 乙腈 - 水 (2:10:88, v:v:v) 溶液洗脱，收集洗脱液，用 2 % 氨化乙腈 1 mL 定容至 2 mL，涡旋，过滤膜，上机测试。

三、标曲配制

选同类型空白样品，依次加入适量混合标准中间溶液，按照样品提取和净化的步骤进行操作，配制上机浓度分别为 2.5 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL 的标准曲线。

四、仪器条件 (Thermo Fisher TSQ Endura)

液相部分：

色谱柱：Hilic (2.1 mm×100 mm, 2.7 μm)

流动相：A: 5 mmol/L 乙酸铵溶液 (含 0.3 % 甲酸)

B: 乙腈 (含 0.3 % 甲酸)

流速：0.3 mL/min

柱温：35℃

进样量：10 μL

洗脱程序：梯度洗脱表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.0	10	90
0.5	10	90
2.5	90	10
4.0	90	10
4.1	10	90
5.0	10	90

质谱条件：

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb 辅气压力：10 arb

离子传输管：350 °C

辅气温度：375 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	母离子	子离子
链霉素	582.2	246.2, 263.2*
双氢链霉素	584.2	246.0, 263.0*

五、实验结果

5.1 测试数据

表 3 加标回收率结果

化合物	5.00 μg/kg		10.0 μg/kg		20.0 μg/kg	
	回收率 %	RSD% (n=3)	回收率 %	RSD% (n=3)	回收率 %	RSD% (n=3)
链霉素	81.6	6.12	86.1	5.25	93.8	4.41
双氢链霉素	83.5	5.94	90.8	5.11	101	3.89

5.2 测试色谱图

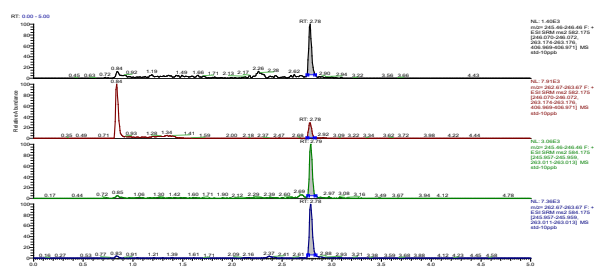


图 1 蜂蜜加标样品总离子流图 (20.0 μg/kg)

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure® HLB 固相萃取柱, 60 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

食品中 4- 甲基咪唑的固相萃取法（Copure® MCX）

（参照 GB 5009.282-2020 食品安全国家标准 食品中 1- 甲基咪唑、2- 甲基咪唑及 4- 甲基咪唑的测定）

4- 甲基咪唑（4-MI）是一种有致癌风险的污染物，常作为生产焦糖色素的副产物出现在食品中。本方案参照国标 GB 5009.282-2020，采用 Copure®MCX 柱，以百香果汁及蜂蜜为基质样品，建立了不同基质中 4- 甲基咪唑的液相色谱-串联质谱测定法，低、中、高三水平的加标都能获得满意结果。

一、样品提取

准确称取均匀的样品 2.0 g（精确至 0.001 g）于 50 mL 离心管中，加入 2 % 甲酸水溶液至 20 mL，混匀，10000 r/min 离心 5 min，上清液待净化。

样品净化（Copure®MCX，200mg/6mL）

活化：依次用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化固相萃取小柱。

上样：取待净化样品 10 mL 过柱，弃掉流出的液体。

淋洗和洗脱：分别加入 2 mL 2 % 甲酸水、5 mL 水、5 mL 甲醇淋洗固相萃取小柱，弃去流出的液体；加入 8 mL 5 % 氨水甲醇洗脱固相萃取小柱，收集洗脱液。

重新溶解：45 °C 下氮吹至近干，加入乙腈 -5 mmol/L 乙酸铵（9+1）溶液 1 mL 复溶，涡旋 30s，过 0.22µm 有机系滤膜，上机测试。

标准曲线溶液的制备

取适量标液，用乙腈 -5 mmol/L 乙酸铵（9+1）溶液稀释成浓度分别为 10 µg/L、20 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L、400 µg/L 的标准上机溶液。

二、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：GOWON HILIC (2.1 mm×100 mm，2.7 µm)

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵 B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.6 mL/min

柱温：35°C

进样量：5 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	5	95
3.00	5	95
3.50	40	60
4.50	40	60
5.00	5	95
6.00	5	95

质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：35 arb 辅气压力：5 arb

离子传输管：380 °C 辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

名称	保留时间/min	母离子	子离子
4- 甲基咪唑	2.24	83.1	42.1、56.2*

三、实验结果

表 3 4- 甲基咪唑加标回收实验结果

基质	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
百香果汁	91.6	6.95	102	4.02	93.4	4.21
蜂蜜	104	4.41	92.2	4.23	88.9	2.25

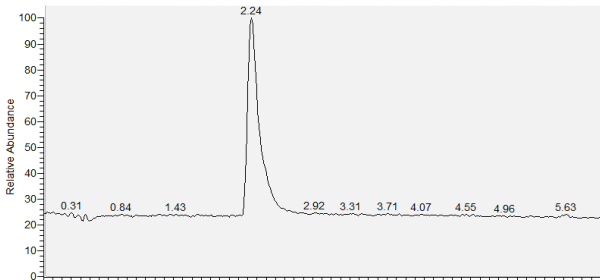


图 1 百香果汁中添加水平为 100.0 µg/kg 时 4- 甲基咪唑的离子流图

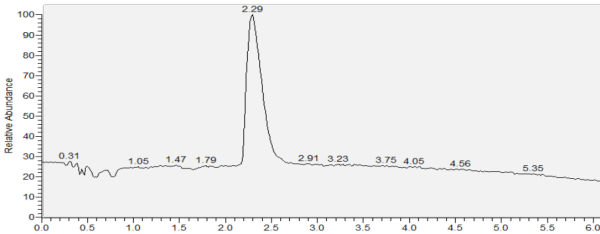


图 2 蜂蜜中添加水平为 100.0 µg/kg 时 4- 甲基咪唑的离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COMCX6200	Copure®MCX6200 净化柱，200mg/6mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	biocomma® 智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

动物源性食品中利巴韦林残留量的 UPLC-MS/MS 分析（Copure® PBA）

《SN/T 4519-2016 出口动物源性食品中利巴韦林残留量的测定 液相色谱 - 质谱质谱法》

一、样品提取

称取 5.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入浓度为 1 µg/mL 同位素内标利巴韦林 -13C5 溶液 10 µL，加入 12 mL 20 g/L 三氯乙酸水溶液和 2.5 mL 乙腈，涡旋混匀 30 s，超声 10 min，于 8000 r/min 离心 5 min，上清液全部转移至 50 mL 离心管中，再向样品中加入 10 mL 20 g/L 三氯乙酸水溶液重复提取一次，合并两次提取液，用三氯乙酸水溶液定容至 25 mL，再准确移取 5 mL，用氨水调节 pH 至 8.5（±0.1）待净化（本实验是采用阴性样本做基质加标实验，故省略酶解步骤）。

二、SPE 净化（Copure® PBA, 100 mg/3 mL）

活化：向 PBA 柱中依次加入 3 mL 乙腈，3 mL 0.25 mol/L 乙酸铵缓冲液（pH=8.5）进行活化。

上样和洗脱：取上述待净化液过柱，控制流速不超过 1 滴 / 秒，然后用 3 mL 0.25 mol/L 乙酸铵缓冲液（pH=8.5）淋洗小柱，弃去全部流出液，抽干小柱，用 2 mL 0.1 mol/L 甲酸水溶液洗脱，抽干小柱，收集全部洗脱液。

上机：取上述洗脱液过 0.22 µm PES 水系滤膜，供上机分析。

三、标曲配制

采用内标法定量，分别精密量取适量的利巴韦林标准溶液和同位素内标利巴韦林 -13C5 工作液，用 0.1 mol/L 甲酸水溶液配制成适当浓度的标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）

色谱柱：CS211003H（HILIC，2.1 mm×100 mm，3 µm）

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液（含 0.1% 甲酸）

B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	5	95
2.0	5	95
3.0	20	80
3.5	30	70
4.5	5	95
5.0	5	95

流速：0.4 mL/min

柱温：30℃

进样量：2 µL

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：1 arb

离子传输管：300℃

辅气温度：400℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

名称	保留时间 /min	母离子	子离子
利巴韦林	1.91	245.012	96.086, 13.083*
利巴韦林 -13C5	1.90	250.05	96.083, 113.071*

五、实验结果

表 3 添加水平为 2.0 µg/kg 动物源性食品中利巴韦林加标回收实验结果

目标物	基质	回收率 (%)				平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3	4		
利巴韦林	鸡肉	106.3	103.2	107.2	107.6	106.1	2.0
	鸡蛋	80.6	88.6	98.0	84.9	88.0	7.4

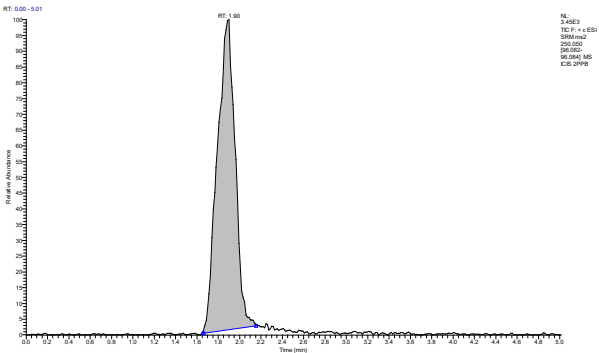


图 1 1 µg/L 利巴韦林标准品 SRM 色谱图

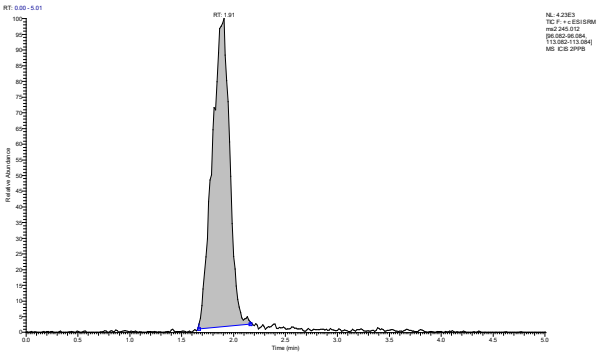


图 2 1 µg/L 利巴韦林 -13C5 内标溶液 SRM 色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COPBA3100	Copure® PBA 固相萃取柱，100 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-PES	PES 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，水系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 µm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	NL 滤膜，直径 47 mm，孔径 0.22 µm，有机系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

鸡蛋中利巴韦林残留量的 UPLC-MS/MS 检测（Copure® 利巴韦林专用净化管）

一、样品提取

称取混合均匀的鸡蛋液样品 2 g（精确至 0.01g）于 50 mL 离心管中，加入 100 µg/L 利巴韦林 13C5 标准溶液 50 µL 作为内标。加入 1 mL 去离子水，涡旋混匀 1 min，再加入 9 mL 乙腈，涡旋混匀 5 min，5000 r/min 离心 10 min，上清液待净化。

移取 5 mL 上清液至 Copure® 利巴韦林专用净化管中，涡旋混匀 5 min，8000 r/min 离心 10 min，取上清液氮吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，过 0.22 µm 滤膜，上机测试。

二、标曲配制

标准储备液：准确称取利巴韦林和利巴韦林 13C5 两种标准品 0.010 g 于 100 mL 容量瓶，先用少量甲醇超声溶解，再用甲醇定容至刻度，混匀，配制成终浓度为 100 µg/mL 的标准储备溶液。利巴韦林 13C5 标准品同法配成 100 µg/mL 内标储备液。

标准中间液：分别准确移取标准储备液各 1 mL 于 100 mL 容量瓶，用甲醇定容至刻度，混匀，配成终浓度利巴韦林为 1 µg/mL 的标准工作溶液，利巴韦林 13C5 内标工作液为 1 µg/mL。

标准工作液：逐级稀释，标准工作液上机浓度为 0.5、1、2、5、10、20 µg/L，其中利巴韦林 13C5 内标浓度均为 5 µg/L。

三、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)

色谱柱：GL Science HILIC (100*2.1mm, 3 µm)

流动相：A: 0.1% 甲酸水溶液

B: 乙腈

流速：0.3 mL/min

进样量：2 µL

柱温：30°C

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	5	95
2.5	5	95
3.0	20	80
3.5	30	70
4.5	5	95
5.0	5	95

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500V

鞘气压力：40 Arb

辅气压力：1 Arb

离子传输管：300°C

雾化温度：350°C

表 2 组分名称保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	母离子	子离子	保留时间
利巴韦林	245	96,113*	2.00
利巴韦林 13C5	250	96,113*	2.00

四、实验结果

表 3 鸡蛋样品中低、中、高三水平加标回收实验结果

目标物	加标水平 (µg/kg)	回收率 / (%) (n=3)			平均回收率 (%)	RSD (%)
利巴韦林	1	97.9	93.7	94.2	95.3	2.41
	5	91.6	92.4	93.5	92.5	1.03
	10	96.2	97.0	97.5	96.9	0.677

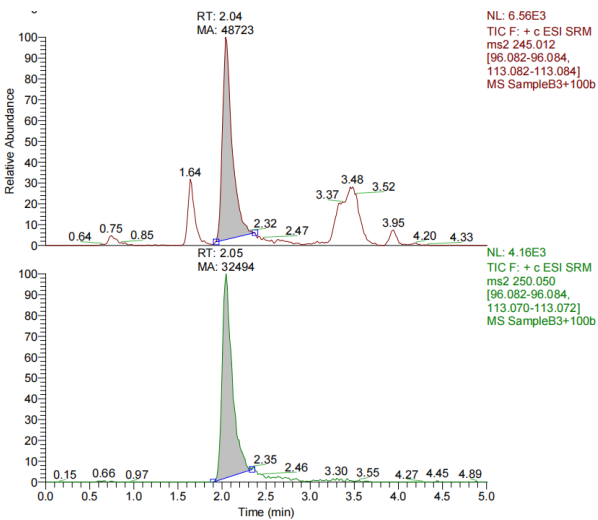


图 1 浓度为 10 µg/L 的样品图（内标浓度 5 µg/L）

订购信息

货号	描述	包装
COQ015350H	Copure® 利巴韦林专用净化管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

猪肉中对乙酰氨基酚的固相萃取方法（Copure® 专用柱）

本方法适用于肉制品中对乙酰氨基酚的测定

一、样品提取

准确称取均质后的猪肉 2.0 g，加入 10 mL 乙酸乙酯，震荡、涡旋 2 min，4000 r/min 离心 5 min 取乙酸乙酯层；向猪肉中再加入乙酸乙酯 10 mL 重复提取一次；合并乙酸乙酯提取液，于 50℃氮吹至近干，6 mL 水溶解，5mL×2 次除脂，弃去正己烷，水层备用。

二、SPE 柱净化（Copure® 对乙酰氨基酚专用柱）

活化：对乙酰氨基酚专用柱使用前用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化。

上样和洗脱：将提取备用液过柱，弃去流出液，加入 5 mL 5% 甲醇水溶液淋洗，弃去淋洗液，抽干小柱；加入 8 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液（上样、洗脱过程保持流速 1 mL/min）。

重新溶解：洗脱液在 40℃下氮吹至近干，1 mL 甲醇定容，0.22 μm 滤膜过滤，滤液待上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6mm×250 mm,5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：250 nm

等度洗脱：A：乙腈

B：0.05 mol/L 磷酸氢二钾溶液

洗脱方式：等度洗脱，A：B=5：95

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 1.0 mg/kg 猪肉基质中对乙酰氨基酚检测的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
对乙酰氨基酚	81.0	80.5	83.7	81.7	2.1

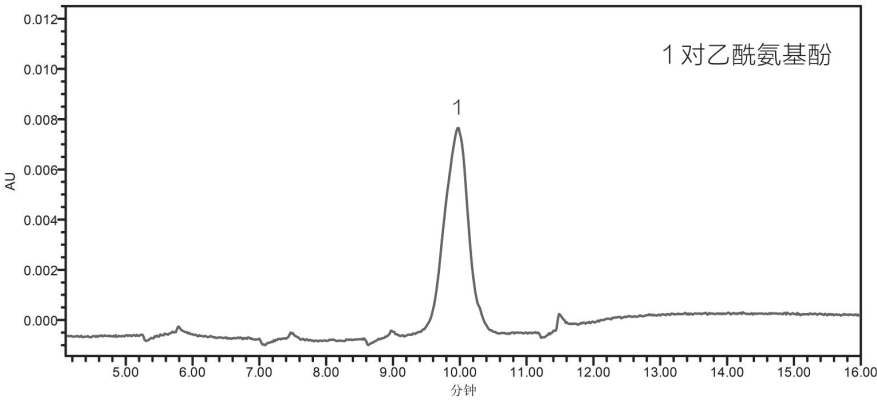


图 1 添加水平为 1.0 mg/kg 对乙酰氨基酚检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAPAP360	Copure® 对乙酰氨基酚专用柱，60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

猪肉中硝基咪唑类药物残留量的测定（Copure® MCX）

GB 31658.23-2022 《食品安全国家标准 动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 称取 2g 猪肉样品于 50 mL 塑料离心管中，加入 0.100μg/mL 混合内标工作液 100μL，涡旋 30s 混匀，静置 10min。加入乙酸乙酯 15mL，振荡 10min，9500r/min 离心 5min，吸取上层清液于另一个 50mL 离心管中；
2) 用 15mL 乙酸乙酯重复提取 1 次，合并提取液，于 40℃水浴氮气吹干。

二、样品净化 (Copure® MCX, 60mg/3mL)

1) 残余物中加入 0.1mol/L 盐酸溶液 5mL，涡旋 1min 充分溶解，加正己烷 5mL，振摇 1min，9500r/min 离心 5min，弃正己烷层，下层再加正己烷 5mL 重复除脂一次，弃正己烷层，下层水相备用。
2) 用 3mL 甲醇、3mL 0.1mol/L 盐酸溶液依次活化 MCX 混合型阳离子交换反相固相萃取柱；取全部备用液过柱，依次用 3mL 0.1mol/L 盐酸溶液、3mL 甲醇淋洗，抽干；加 5mL 5% 氨化甲醇洗脱，抽干，收集洗脱液；
3) 将收集的洗脱液于 40℃下氮吹至近干，加 0.1% 甲酸水溶液定容至 0.5mL，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机测定。

三、标准曲线的制备

精密量取混合标准工作液、混合内标工作液适量，用 0.1% 甲酸水溶液稀释成浓度为 0.500μg/L、1.00μg/L、2.00 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、25.0 μg/L 的系列标准工作液，内标为 20.0μg/L，过 0.22μm 微孔滤膜，上机测定。

四、仪器条件

仪器设备：液相色谱 - 串联四级杆质谱仪（Triple Quad 5500）

色谱柱：ACQUITY UPLC BEH C18 1.7mm 2.1' 50mm Column

流动相：A：0.1% 甲酸水 B：乙腈

流动相梯度：初始 95%A，95%A（0 min~1.00 min），10%A（1.00 min~3.00min），10%A（3.00 min~4.20min），95%A（4.20 min~4.50min），95%A（4.50min~5.00min）

流速：0.300 mL/min

柱温：40℃

进样体积：4.0 mL

质谱条件：

检测方式：多反应离子监测（MRM）；

表 1 离子源控制条件

电离方式	ESI+
Curtain Gas(CUR)	45.0Psi
Collision Gas(CAD)	8Psi
IonSpray Voltage(IS)	5000.0V
Temperature(TEM)	500.0℃
Ion Source Gas 1(GS1)	55Psi
Ion Source Gas 1(GS2)	55Psi

表 2 待测药物定性离子对、定量离子对、保留时间、去簇电压和碰撞能量参考值

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	DP (V)	CE (V)
甲硝唑	172.1	128.2*	2.51	30	20
		82.1			34
甲硝唑 -D3	175.0	131.0	2.49	30	20
羟基甲硝唑	188.2	123.2*	2.38	60	19
		126.2			34
羟基甲硝唑 -D2	190.0	125.2	2.37	60	13
地美硝唑	142.0	96.0*	2.64	30	24
		81.2			40
地美硝唑 -D3	145.0	99.0	2.62	60	15
羟基地美硝唑	158.0	140.3*	2.53	60	16
		55.2			25
羟基地美硝唑 -D3	161.0	143.0	2.52	60	22

注：* 为定量离子。

五、实验结果

表 3 2.50mg/kg 猪肉中硝基咪唑类药物加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
甲硝唑	98.4	94.8	100	97.7	2.73
羟基甲硝唑	102	96.4	93.4	97.3	4.49
地美硝唑	97.2	93.4	100	96.9	3.42
羟基地美硝唑	112	98.6	103	105	6.53

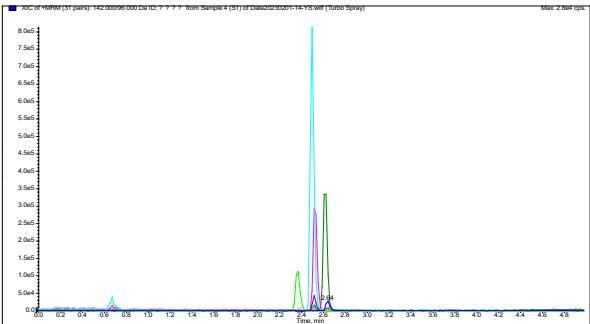


图 1 硝基咪唑类药物总离子流图

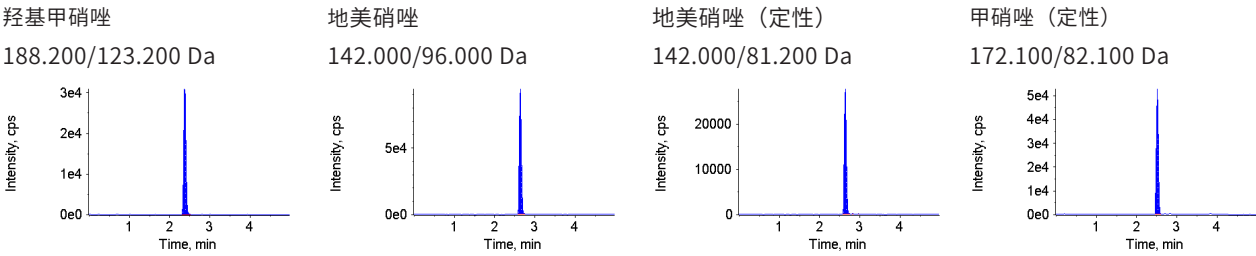


图 2 硝基咪唑类药物同位素内标标准溶液特征离子质量色谱图 (20.0mg/L)

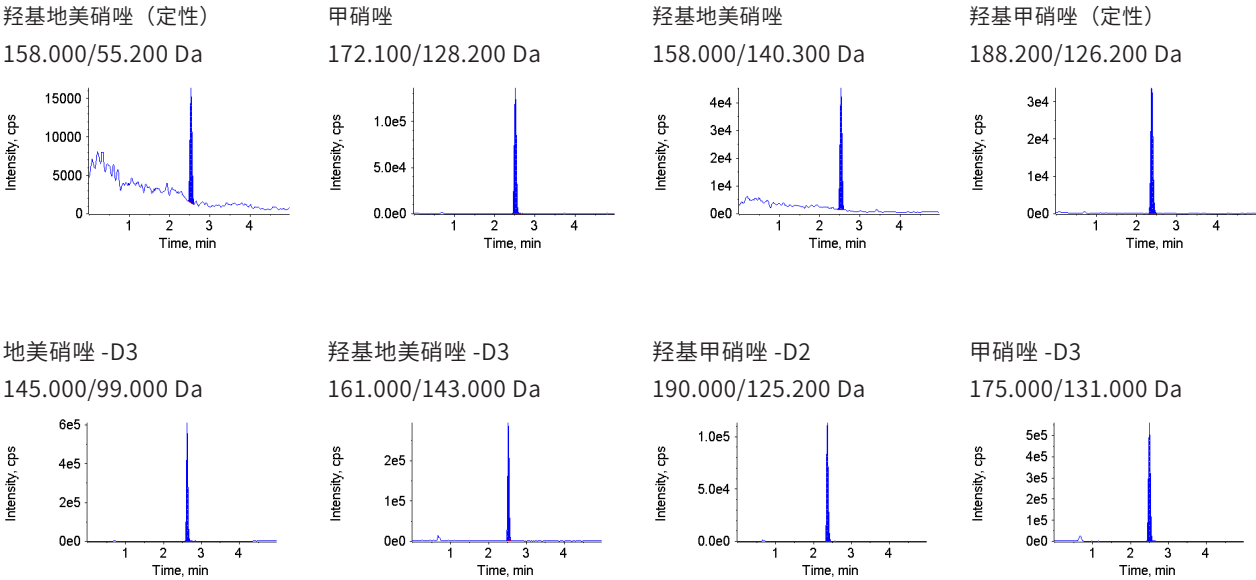


图 3 硝基咪唑类药物标准溶液特征离子质量色谱图 (2.00mg/L)

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱, 60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

Copure® HLB Lim 多兽残分析专用净化柱 - 针对 2022 年国抽细则新增方法 GB 31658.17 中 36 种兽残测定的快速简便应用方案

Copure® HLB Lim 柱，是采用特殊吸附剂装填而成的一款新型固相萃取柱。与传统 SPE 柱相比，它能更加快速有效地去除样品中脂肪、磷脂、色素等多种干扰物，减少基质效应；同时其极大地简化了前处理流程，省去活化、平衡步骤，样品经提取后直接过柱，节省大量时间及试剂，使前处理变得更加的简便高效。

本方案采用 Copure® HLB Lim 净化，液相色谱 - 串联质谱分析，建立了对动物食品（猪肉、猪肝）及水产（虾）中四环素类、磺胺类和喹诺酮类共 36 种药物残留量的测定方法，通过低、中、高三水平加标实验验证，36 种目标物的回收率和精密度均能满足标准要求。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的样品 1 g 于干净离心管中，加入 5 mL 0.2 % 甲酸乙腈：水 =80:20 (V:V) 溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® HLB Lim，200mg/3mL）

取 2.5 mL 上述上清液至 Copure® HLB Lim 柱，收集全部流出液，流出液氮吹近干后用 0.1 % 甲酸水：甲醇 =9:1 溶液定容至 1 mL，过滤膜上机测试。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制上机浓度分别为 2 µg/L、10 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L、500 µg/L 的标准曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Commasil® 兽残专用柱 (2.1 mm×100 mm，3 µm)

流动相：A：水（0.1 % 甲酸）

B：含 0.1 % 甲酸的甲醇 - 乙腈溶液（甲醇：乙腈 =2:8）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：35°C

进样量：10 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	98	2
3.0	90	10
8.0	65	35
10.0	20	80
11.0	5	95
12.0	98	2

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	乙酰磺胺	3.18	215.0	108.0、155.9*
2	磺胺吡啶	4.67	250.1	155.8*、183.9
3	磺胺嘧啶	3.79	251.1	92.1、155.9*
4	磺胺甲恶唑	7.67	254.0	108.1、155.9*
5	磺胺噻唑	4.62	256.0	155.9*、92.1
6	氟甲喹	8.59	262.0	201.9、244.1*
7	噻啉酸	10.07	262.0	215.9、244.1*
8	磺胺甲基嘧啶	5.03	265.1	155.8*、171.8
9	磺胺二甲异恶唑	8.12	268.0	113.0、155.8*
10	磺胺甲噻二唑	6.26	271.0	92.1、155.9*
11	苯磺磺胺	8.59	277.0	107.9、155.9*
12	磺胺二甲异嘧啶	3.22	279.1	124.0*、185.8
13	磺胺二甲嘧啶	5.91	279.1	155.8、185.8*
14	磺胺甲氧哒嗪	6.21	281.0	155.8*、126.0
15	磺胺对甲氧嘧啶	6.36	281.0	155.9*、214.9
16	磺胺间甲氧嘧啶	7.10	281.0	155.9*、214.9
17	磺胺氯哒嗪	7.19	285.0	92.1、155.9*
18	磺胺邻二甲氧嘧啶	7.61	311.1	155.8*、244.9
19	磺胺间二甲氧嘧啶	9.05	311.1	155.8*、244.8
20	磺胺苯吡唑	9.10	315.0	157.9*、159.9
21	诺氟沙星	5.34	320.1	233.0、276.0*
22	依诺沙星	5.15	321.1	234.0、303.0*
23	环丙沙星	5.49	332.0	230.9、288.0*
24	培氟沙星	5.40	334.2	290.1*、316.1
25	洛美沙星	5.67	352.0	265.0*、308.0
26	达氟沙星	5.76	358.2	314.1、340.0*
27	恩诺沙星	5.85	360.2	245.0、316.0*
28	氧氟沙星	5.31	362.1	261.1、318.1*
29	马波沙星	4.96	363.1	320.0*、342.0
30	沙拉沙星	6.28	386.2	299.1、342.1*
31	二氟沙星	6.30	400.2	299.0、356.1*
32	酞磺胺噻唑	8.11	404.0	148.9、255.8
33	强力霉素	7.45	445.2	321.0、428.0*
34	四环素	5.55	445.2	410.0*、427.0
35	土霉素	5.33	461.2	426.0*、443.0
36	金霉素	6.92	479.1	444.0*、462.0

五、实验结果

表 3 36 种兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉						虾肉						猪肝					
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
乙酰磺胺	102	2.62	80.6	3.46	84.5	1.19	87.3	2.02	84.9	5.67	83.8	4.15	101	3.82	102	4.35	106	4.92
磺胺吡啶	82.2	4.48	74.8	7.76	79.2	4.42	90.6	4.06	89.8	3.26	89.7	4.02	84.2	5.35	81.3	6.29	83.4	4.37
磺胺嘧啶	86.9	4.83	78.4	6.89	80.8	5.08	87.1	3.87	86.9	5.28	80.7	4.31	103	6.83	104	6.89	101	5.56
磺胺甲恶唑	89.3	3.25	79.8	2.57	83.6	2.03	101	2.25	89.7	3.34	89.4	2.11	97.5	4.86	86.4	3.88	83.6	3.23
磺胺噻唑	80.5	3.46	78.7	2.59	84.6	4.33	87.9	4.59	92.3	5.82	85.5	3.98	81.8	3.29	83.2	1.65	92.6	3.45
氟甲唑	84.8	7.69	82.3	10.3	76.7	6.79	89.1	7.75	89.4	6.69	84.1	6.71	88.7	6.67	92.1	5.89	94.5	6.72
噻唑酸	70.4	11.5	74.8	12.1	78.6	7.94	89.2	6.98	87.7	7.52	88.2	5.97	85.7	5.62	85.0	3.58	79.8	3.16
磺胺甲基嘧啶	89.6	1.12	80.3	1.53	80.7	1.81	86.4	3.25	93.0	2.26	85.1	1.90	94.1	4.03	79.8	2.02	83.6	2.87
磺胺二甲异恶唑	110	6.67	82.8	3.38	89.5	3.86	105	2.65	93.0	3.51	93.1	1.31	87.7	3.96	79.2	4.92	83.9	3.13
磺胺甲噻二唑	85.3	3.32	79.7	4.41	80.4	4.65	82.5	6.01	85.7	2.92	90.7	2.27	103	5.06	84.8	2.84	91.8	2.39
苯磺磺胺	93.9	7.85	79.8	8.86	82.2	5.69	85.2	8.86	83.5	6.91	78.9	4.96	84.9	8.89	88.5	8.98	105	6.96
磺胺二甲异嘧啶	98.6	3.66	83.8	4.25	78.9	3.32	83.7	5.45	80.9	5.46	78.5	4.84	106	6.36	83.6	4.37	84.1	3.49
磺胺二甲嘧啶	79.7	2.86	81.5	2.27	74.8	2.28	93.5	4.33	91.6	2.33	82.5	5.01	80.5	2.91	82.7	1.95	79.6	3.94
磺胺甲氧哒嗪	76.5	6.03	78.6	5.59	83.3	3.39	94.3	4.53	90.4	4.64	85.7	5.64	85.8	4.53	83.6	2.66	88.9	3.07
磺胺对甲氧嘧啶	78.9	5.82	79.5	5.66	83.4	4.01	96.2	4.92	91.2	5.54	88.6	4.69	82.3	6.55	82.7	3.35	101	5.67
磺胺间甲氧嘧啶	95.6	5.51	76.4	3.52	78.4	3.38	86.0	3.66	90.3	3.77	83.8	5.29	96.8	3.62	104	7.51	93.6	6.64
磺胺氯哒嗪	70.8	6.35	66.9	7.58	74.2	4.56	94.5	4.57	85.9	3.59	101	4.36	92.2	4.52	87.6	4.13	101	5.91
磺胺邻二甲氧嘧啶	77.9	4.89	80.1	3.92	84.6	4.82	86.5	5.69	93.4	3.35	86.2	2.35	81.3	4.38	86.4	2.72	94.3	4.81
磺胺间二甲氧嘧啶	68.4	6.76	79.2	4.05	75.8	4.53	97.3	5.56	82.2	4.84	79.2	2.96	102	2.53	98.4	3.17	90.1	3.89
磺胺苯吡唑	66.8	8.22	69.8	6.97	71.5	4.75	77.1	7.71	76.7	6.82	76.4	6.15	101	7.25	87.4	5.92	81.5	5.75
诺氟沙星	74.4	4.85	80.9	4.52	78.5	2.83	91.1	1.92	89.6	0.97	86.7	1.34	68.7	5.89	66.3	6.36	68.2	4.78
依诺沙星	78.6	3.39	79.6	4.59	82.3	2.29	84.8	2.55	88.0	1.15	92.9	0.88	66.8	6.96	73.2	3.89	70.7	4.42
环丙沙星	75.4	5.62	81.7	3.95	81.3	4.07	94.1	3.16	90.7	3.02	91.7	2.06	69.7	6.92	77.4	7.14	74.5	4.37
培氟沙星	79.6	6.23	84.0	4.16	79.4	3.86	83.3	6.53	90.4	5.83	85.0	3.78	78.8	3.83	83.6	4.15	82.7	6.19
洛美沙星	76.5	5.54	81.6	5.81	78.9	3.16	91.6	4.52	93.2	2.24	89.1	2.58	78.3	5.44	75.5	6.54	73.2	5.32
达氟沙星	81.8	5.96	82.2	5.57	78.9	4.87	87.7	5.69	90.5	5.57	86.5	4.43	83.1	5.15	80.4	4.94	78.8	3.26
恩诺沙星	77.5	5.83	78.8	4.36	80.3	3.82	86.0	3.35	94.3	2.67	86.8	2.17	89.5	6.67	92.6	7.72	88.4	6.85
氧氟沙星	83.3	4.25	76.5	2.28	78.6	2.98	91.1	4.29	93.4	1.01	88.0	1.16	78.4	6.81	88.2	5.27	86.6	4.33
马波沙星	78.3	4.53	75.4	3.85	80.9	3.73	90.3	4.14	91.7	5.04	86.8	2.30	96.8	6.95	91.2	7.34	104	6.72
沙拉沙星	67.6	7.59	78.4	5.82	77.6	5.69	79.4	7.85	92.8	5.85	84.4	4.48	84.3	5.57	75.5	4.06	69.7	5.75
二氟沙星	76.5	6.08	79.9	5.64	82.4	4.56	83.2	5.17	93.3	6.06	84.2	5.45	101	7.14	85.6	3.31	79.9	2.96
酞磺胺噻唑	-	-	88.7	4.96	83.6	3.38	77.8	10.8	69.6	7.58	72.2	6.54	79.1	11.9	89.8	8.59	85.2	4.58
强力霉素	66.3	6.76	72.8	7.75	79.5	5.85	72.2	9.98	88.1	6.36	86.3	5.66	80.2	6.87	82.5	3.87	75.7	4.36
四环素	78.3	8.57	73.9	7.26	75.8	6.96	73.6	10.1	93.6	6.97	98.0	7.72	92.4	7.80	80.0	6.56	78.8	5.89
土霉素	65.4	9.29	63.8	8.02	72.6	7.64	63.6	8.86	76.6	5.94	76.9	6.19	91.8	6.94	70.5	7.19	65.3	7.32
金霉素	67.5	9.06	72.2	6.87	73.9	7.05	84.8	5.78	95.5	4.85	97.8	4.51	87.9	7.68	79.6	3.65	68.7	5.58

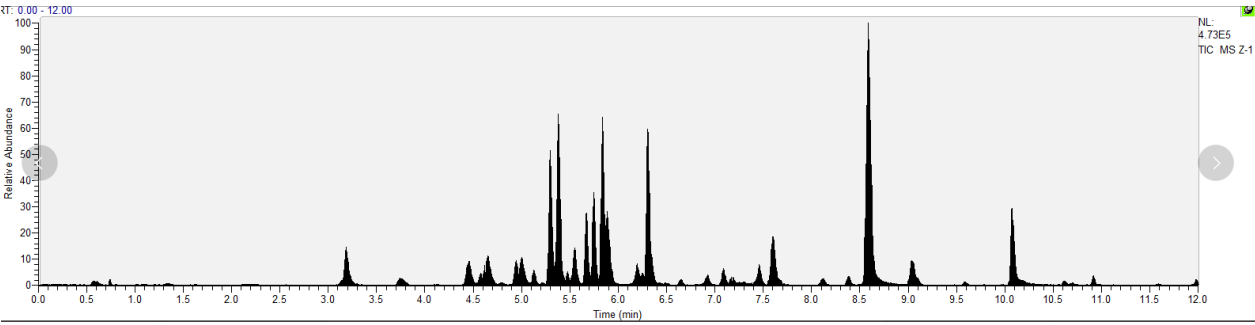


图 1 添加水平为 10 µg/kg 时猪肉样品中 36 种兽残总离子流图

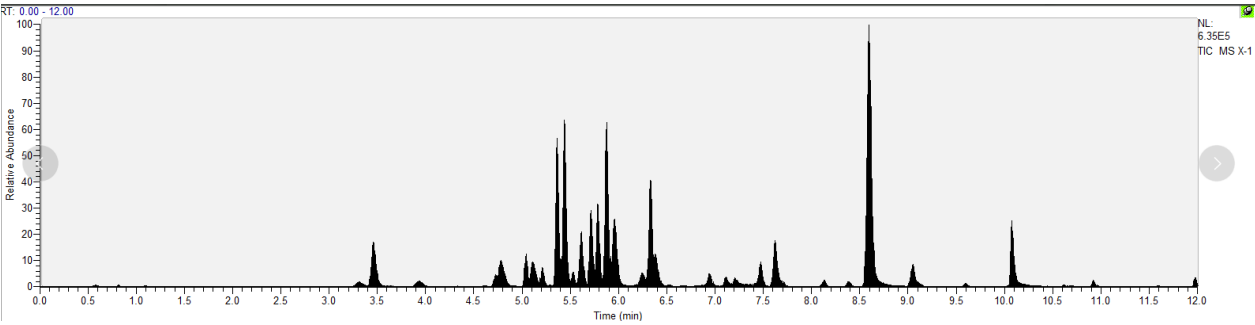


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时虾肉样品中 36 种兽残总离子流图

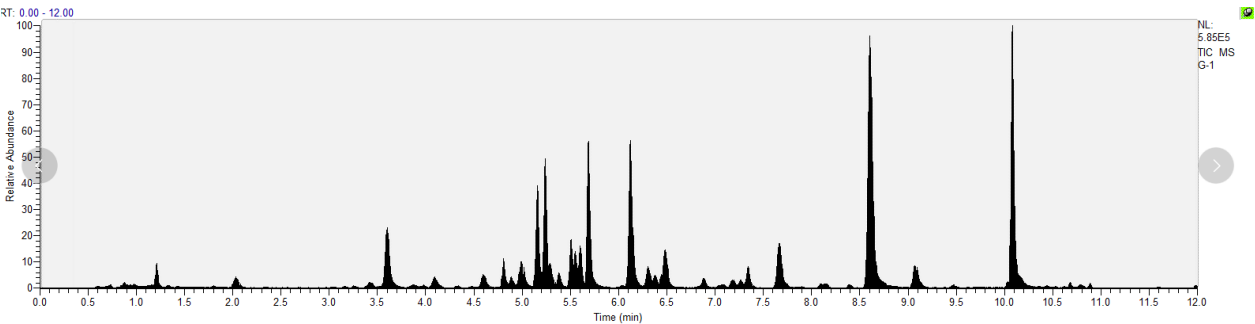


图 3 添加水平为 10 µg/kg 时猪肝样品中 36 种兽残总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB Lim-3200	Copure®HLB Lim 固相萃取柱, 200mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF250-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 25 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

猪肉、猪肝中地塞米松、倍他米松和阿托品的测定（Copure® HLB Lim）

Copure® HLB Lim 柱，是采用特殊吸附剂装填而成的一款新型固相萃取柱。与传统 SPE 柱相比，它能更加快速有效地去除样品中脂肪、磷脂、色素等多种干扰物，减少基质效应；同时其极大地简化了前处理流程，省去活化、平衡步骤，样品经提取后直接过柱，节省大量时间及试剂，使前处理变得更加的简便高效。

本方案采用 Copure® HLB Lim，对地塞米松、倍他米松和阿托品三种药物进行了加标验证，高中低三水平下，猪肉和猪肝样品的回收率在 85%~110%，RSD < 10%，满足日常实验需求。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的样品 2 g 于干净离心管中，加入 10 mL 0.2% 甲酸乙腈：水 =80:20 (V:V) 溶液，涡旋混匀后超声提取 15 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® HLB Lim，200mg/3mL）

取 1.5 mL 上述上清液过柱，收集流出液，取其中 1 mL 氮吹近干后用 0.1% 甲酸水定容至 1 mL，过尼龙滤膜，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白肉类样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，取其中 1 mL 于干净离心管中，加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制成上机浓度分别为 2 µg/L、10 µg/L、20 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L 的标准曲线。

五、实验结果

表 3 36 种兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉						猪肝					
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
阿托品	108	4.29	98.2	2.26	92.2	1.33	94.0	4.55	85.6	2.61	85.5	2.13
倍他米松	104	6.68	96.4	3.76	91.3	2.42	87.0	5.27	86.1	2.04	90.0	1.82
地塞米松	105	7.20	96.5	3.45	91.4	2.08	94.3	6.26	87.2	3.18	89.7	2.35

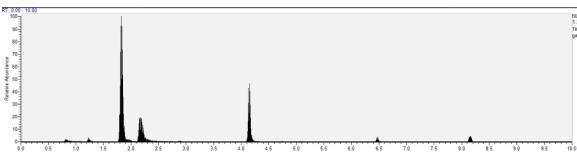


图 2 添加水平为 50 µg/kg 时猪肝样品中地塞米松、倍他米松和阿托品总离子流图

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Commasil® 兽残专用柱 (2.1 mm×100 mm，3 µm)

流动相：A：水（0.1 % 甲酸）

B：甲醇：乙腈 =2:8（0.1 % 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：35℃

进样量：10 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	98	2
3.0	85	15
6.0	65	35
8.5	5	95
9.0	98	2
10.0	98	2

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：10 arb

离子传输管：380 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	阿托品	4.15	290.2	93.1、124.1*
2	倍他米松	8.18	393.1	355.1*、373.1
3	地塞米松	8.15	393.2	355.1、373.1*

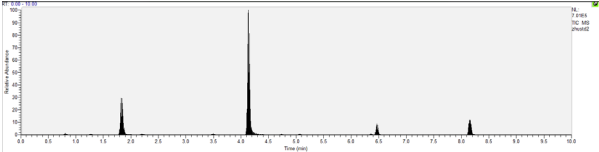


图 1 添加水平为 50 µg/kg 时猪肉样品中地塞米松、倍他米松和阿托品总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure®HLB Lim 固相萃取柱，200mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF250-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 25 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

猪肉中阿莫西林残留的测定 (Copure® HLB Lim)

液相色谱 - 串联质谱法

阿莫西林 (Amoxicillin)，属于青霉素类 β - 内酰胺抗生素，为半合成的耐酸广谱青霉素类抗菌素。阿莫西林的不当或过量使用都会造成其在动物性食品中的残留，食用后会导

致人体内白血球降低，影响内脏功能，发生脏器损害等。

本方案采用 0.2 % 甲酸乙腈 : 水 =80:20 (V:V) 溶液提取，Copure® HLB Lim 净化，液相色谱 - 串联质谱分析，建立了对动物猪肉中阿莫西林药物残留量的测定方法，通过加标实验验证，回收率和精密度均能满足标准要求。

一、提取

准确称取粉碎均匀的猪肉样品 1.00 g 于干净离心管中，加入 5 mL 0.2 % 甲酸乙腈 : 水 =80:20 (V:V) 溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化 (Copure® HLB Lim, 60 mg/3 mL)

取 2.5 mL 上述上清液至 Copure® HLB Lim 柱，收集全部流出液，流出液氮吹干后，用定溶液 (475 mL 水 +25 mL 乙腈 +1.5 mL 冰乙酸) 定容至 1 mL，过滤膜上机测试。

三、基质曲线的制备

称取 7 个阴性 1.00 g (精确至 0.01 g) 试样至 50 mL 离心管中，加入相应体积的阿莫西林使用液，样本中的阿莫西林浓度分别为 1.0、2.0、4.0、10、20、30、40 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。按上述前处理方法进行提取净化，最后定容过滤膜上机测试。

四、仪器条件

4.1 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱：Commasil® Coreshell C18 (2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.7 μm)

流动相：A：0.1% 甲酸水 B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A (0.1% 甲酸水) /%	B (乙腈) /%
0.00	95.0	5.0
1.00	95.0	5.0
2.00	65.0	35.0
3.50	5.0	95.0
4.00	5.0	95.0
4.10	95.0	5.0
6.00	95.0	5.0

流速：0.400 mL/min 柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ 进样量：5 μL

4.2 质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：28 arb

辅气压力：5 arb

离子传输管：380 $^{\circ}\text{C}$

辅气温度：420 $^{\circ}\text{C}$

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

种类	保留时间 /min	母离子	子离子
阿莫西林	2.69	366.05	114.0*, 208.0

五、实验结果

5.1 线性范围

表 3 阿莫西林线性关系、相关系数

化合物	线性回归方程	R ²
阿莫西林	$y=711.46x-146.75$	0.9981

5.2 加标回收

表 4 阿莫西林加标回收率

化合物	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$				RSD (%)
	回收率 (%)			平均回收率 (%)	
阿莫西林	108	107	108	108	0.54

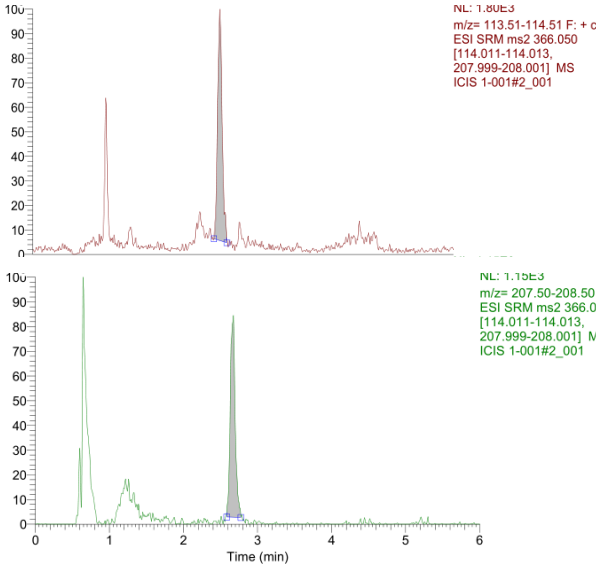


图 1 添加水平为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时猪肉中阿莫西林提取离子图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360-Lim	Copure® HLB Lim 净化柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF250-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 25 mm, 孔径 0.22 μm , 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

HLB Lim- 用于 38 种多兽药残留的快速净化（Copure® HLB-Lim）

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的鱼肉样品 2.5 g 于干净离心管中，加入 10 mL、0.2% 甲酸乙腈：水 =80:20（V:V）溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® HLB-Lim，200 mg/3mL）

取 2 mL 上述上清液过柱，收集流出液，取其中 500 μL 用 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白鱼肉样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，分别取流出液 500 μL 加入适量兽残混合标准溶液，再以 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到合适浓度的基质曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：菲罗门 Titank C18 (2.1 mm×50 mm，3 μm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸）

B：乙腈（0.1% 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：30℃

进样量：5 μL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
0.25	98	2
2.00	70	30
4.00	70	30
4.20	30	70
6.20	30	70
6.50	2	98
7.80	2	98
8.00	98	2
10.00	98	2

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	沙丁胺醇	1.90	240.1	148.0*、222.1
2	特布他林	1.91	226.1	107.1、152.1*
3	林可霉素	2.26	407.3	126.1*、359.2
4	菲诺特罗	2.30	304.1	107.1*、135.1
5	磺胺嘧啶	2.38	251.1	108.1、155.9*
6	甲氧苄胺嘧啶	2.51	291.1	230.0*、261.0
7	磺胺吡啶	2.52	250.1	155.9*、184.0
8	马波沙星	2.52	363.1	320.0*、342.0
9	诺氟沙星	2.57	320.1	233.0*、276.0*
10	土霉素	2.57	461.2	426.0*、443.0
11	培氟沙星	2.60	334.2	290.1*、316.1
12	环丙沙星	2.62	332.0	230.9、288.0*
13	磺胺甲基嘧啶	2.65	265.1	155.9、172.0*
14	达氟沙星	2.67	358.2	314.1、340.0*
15	莱克多巴胺	2.67	302.1	164.1*、284.0
16	洛美沙星	2.68	352.1	265.0*、308.0
17	四环素	2.70	445.2	410.0*、427.0
18	恩诺沙星	2.73	360.1	316.1*、342.0
19	磺胺二甲嘧啶	2.83	279.1	155.9、186.0*
20	妥布特罗	2.85	228.1	118.1*、154.0*
21	克林特罗	2.90	277.1	202.9*、259.0
22	螺旋霉素	2.90	843.6	142.1、174.1*
23	磺胺对甲氧嘧啶	2.95	281.0	156.0*、215.0
24	二氟沙星	2.96	400.2	299.0、356.1*
25	班布特罗	3.03	368.1	294.0*、312.0
26	克林霉素	3.07	425.3	126.2*、377.2
27	金霉素	3.09	479.1	444.0*、462.0
28	强力霉素	3.22	445.2	321.0、428.0*
29	替米考星	3.25	869.7	132.1、174.1*
30	竹桃霉素	3.61	688.5	158.1、544.4*
31	头孢噻呋	3.67	524.1	240.9*、323.9
32	氯霉素	3.68	320.8	152.0、256.9*
33	红霉素	4.04	734.5	158.1*、576.4
34	氢化可的松	4.06	363.2	309.1、327.1*
35	磺胺喹恶啉	4.23	301.1	108.1、156.0*
36	可的松	4.23	361.2	299.0、343.1*
37	吉他霉素	5.06	772.5	109.1*、215.1
38	交沙霉素	5.12	828.6	109.1、174.1*

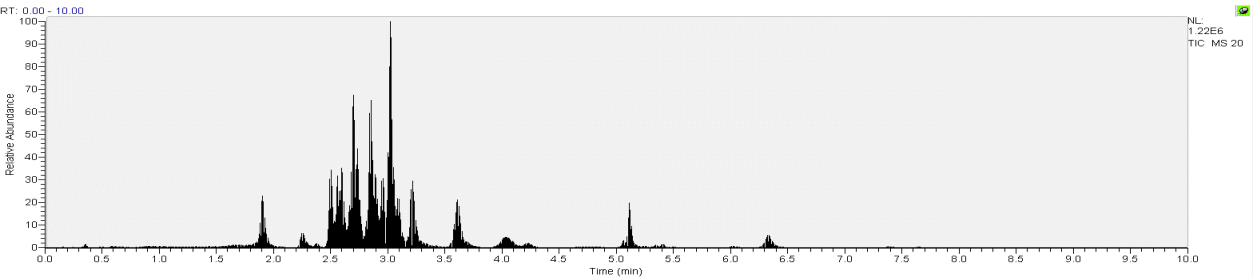


图 1 添加水平为 10.0 μg/L 时 38 种兽残的总离子流图

五、实验结果

表 3 38 种兽残加标回收实验结果

目标物	0.5 µg/L		1.0 µg/L		2.0 µg/L		8.0 µg/L		10.0 µg/L	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
沙丁胺醇	108	5.81	109	3.82	93.1	3.41	94.5	7.33	94.9	5.40
特布他林	99.8	6.42	98.3	7.72	101	4.89	90.4	9.33	103	5.73
林可霉素	101	8.18	103	5.04	94.9	8.01	112	5.61	105	4.56
菲诺特罗	72.5	4.94	83.1	3.01	90.0	5.90	87.6	8.73	87.8	5.07
磺胺嘧啶	-	-	81.5	8.34	82.9	4.39	90.9	4.03	90.5	2.44
甲氧苄胺嘧啶	94.3	3.40	107	3.52	94.7	1.86	107	3.04	95.8	1.83
磺胺吡啶	97.0	7.00	84.1	8.27	84.6	5.48	98.5	5.45	101	2.43
马波沙星	92.1	8.88	95.5	5.10	88.9	5.12	95.3	5.40	99.8	4.00
诺氟沙星	87.3	3.66	97.0	6.71	83.9	4.99	99.9	1.05	93.8	5.04
土霉素	87.7	7.41	94.2	2.89	97.7	3.64	99.9	7.79	95.6	5.37
培氟沙星	102	7.91	84.9	6.62	87.3	2.80	102	4.09	98.4	3.43
环丙沙星	85.0	4.49	92.0	5.09	84.9	3.79	92.5	4.59	103	3.57
磺胺甲基嘧啶	78.9	9.13	81.6	6.56	77.8	5.26	101	3.48	82.9	4.93
达氟沙星	-	-	93.7	6.47	91.5	2.71	94.8	4.35	95.0	4.36
莱克多巴胺	95.8	4.53	90.5	9.25	90.2	4.44	104	5.49	101	5.73
洛美沙星	85.5	3.80	83.5	4.16	86.1	2.98	88.7	5.46	91.0	2.57
四环素	97.7	12.2	86.3	7.34	81.9	4.75	81.7	8.18	78.0	4.51
恩诺沙星	85.9	6.51	90.2	4.17	81.4	3.14	86.0	6.66	81.1	4.51
磺胺二甲基嘧啶	81.3	6.32	78.3	9.41	77.0	4.73	85.4	4.89	82.0	8.30
妥布特罗	88.1	5.25	82.6	8.09	88.9	5.79	95.9	9.20	90.7	5.55
克伦特罗	91.6	3.95	87.6	5.25	84.7	3.34	94.7	6.20	89.4	2.51
螺旋霉素	98.9	5.67	87.1	5.39	88.8	4.11	92.6	8.51	83.9	6.21
磺胺对甲氧嘧啶	-	-	103	10.2	97.2	7.08	94.4	8.43	83.9	5.99
二氟沙星	98.1	4.20	91.6	4.30	93.9	2.28	98.1	4.96	93.6	5.70
班布特罗	90.5	9.51	91.9	1.05	97.6	2.78	94.2	3.26	99.6	0.52
克林霉素	95.1	9.34	91.6	5.72	92.8	3.61	92.7	6.60	92.4	3.45
金霉素	87.9	7.57	89.8	4.65	73.1	4.11	73.8	3.76	72.0	8.01
强力霉素	72.4	4.13	77.1	9.15	84.5	2.76	92.0	8.39	90.1	9.00
替米考星	-	-	78.4	11.9	85.1	4.40	93.0	5.26	105	3.62
竹桃霉素	87.2	4.57	79.6	7.63	81.8	6.20	93.3	3.06	99.5	1.12
头孢噻唑	73.1	8.54	84.8	2.99	79.2	3.07	86.5	1.46	84.0	6.95
氯霉素	88.9	8.34	103	12.3	88.7	2.00	111	2.71	103	5.86
红霉素	-	-	96.4	6.45	81.9	3.97	93.8	6.34	84.1	5.96
氢化可的松	-	-	77.3	9.14	82.2	4.19	87.5	2.36	85.7	5.82
磺胺噻恶唑	-	-	112	7.55	81.8	4.86	90.2	4.21	82.2	7.34
可的松	-	-	-	-	73.8	7.19	88.2	10.4	79.5	9.29
吉他霉素	85.5	6.39	76.2	6.29	77.4	4.31	93.6	8.93	81.1	4.89
交沙霉素	70.5	9.12	89.6	8.02	95.4	3.06	102	2.63	104	2.93

表 4 38 种兽残基质曲线信息

目标物	曲线	R ²
沙丁胺醇	Y=7225.39X-268.846	0.9992
特布他林	Y=7753.36X+207.396	0.9981
林可霉素	Y=9649.30X-784.921	0.9981
菲诺特罗	Y=2034.29X-437.765	0.9976
磺胺嘧啶	Y=1913.06X-330.889	0.9974
甲氧苄胺嘧啶	Y=33054.4X+962.412	0.9997
磺胺吡啶	Y=7786.73X+292.747	0.9988
马波沙星	Y=17929.1X+298.919	0.9992
诺氟沙星	Y=12789.4X-1422.45	0.9991
土霉素	Y=36693.6X-815.004	0.9990
培氟沙星	Y=25570.1X-2441.54	0.9986
环丙沙星	Y=13730.0X+106.803	0.9982
磺胺甲基嘧啶	Y=5488.71X+108.070	0.9990
达氟沙星	Y=5527.75X+39.4248	0.9984
莱克多巴胺	Y=20015.8X+1193.82	0.9973
洛美沙星	Y=13293.8X-202.798	0.9974
四环素	Y=57019.5X-750.943	0.9977
恩诺沙星	Y=37576.1X+1707.81	0.9966
磺胺二甲基嘧啶	Y=17070.8X-24.0149	0.9991
妥布特罗	Y=77267.6X+1590.35	0.9992
克伦特罗	Y=42067.5X+277.676	0.9989
螺旋霉素	Y=1652.28X-545.844	0.9993
磺胺对甲氧嘧啶	Y=705.799X+17.0994	0.9983
二氟沙星	Y=28591.1X-1592.5	0.9992
班布特罗	Y=126478X-22901.5	0.9999
克林霉素	Y=16344.8X-1345.61	0.9989
金霉素	Y=24652.0X-4098.18	0.9993
强力霉素	Y=79065.3X-3686.96	0.9983
替米考星	Y=1562.36X-98.5902	0.9994
竹桃霉素	Y=25947.3X-1049.68	0.9992
头孢噻唑	Y=9182.19X-1113.68	0.9984
氯霉素	Y=6830.45X+1347.05	0.9985
红霉素	Y=7466.86X-948.697	0.9980
氢化可的松	Y=23187.7X-434.246	0.9986
磺胺喹恶啉	Y=5013.23X-887.838	0.9978
可的松	Y=7446.98X-57.6348	0.9994
吉他霉素	Y=4014.68X-339.231	0.9996
交沙霉素	Y=15585.8X-898.568	0.9998

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 固相萃取柱, 200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

HLB Lim- 水产品应用系列之大环内酯（Copure® HLB-Lim）

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的鱼肉样品 2.5 g 于干净离心管中，加入 10 mL 0.2% 甲酸乙腈：水 =80:20（V:V）溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® HLB-Lim，200 mg/3mL）

取适量上述上清液过柱，收集流出液，取其中 400 µL 用 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白鱼肉样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，分别取流出液 300 µL 加入适量大环内酯标准溶液，再以 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到曲线浓度分别为 1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL 的上机溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm×100 mm，1.9 µm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸）

B：乙腈（0.1% 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：30℃

进样量：5 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	40	60
10.0	5	95
12.0	95	5

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：5 arb

离子传输管：380℃

辅气温度：350℃

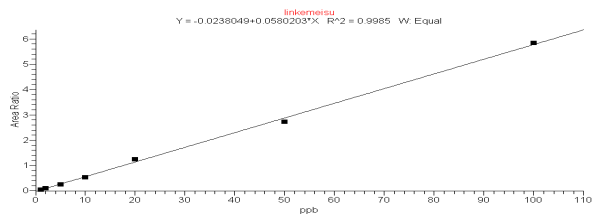
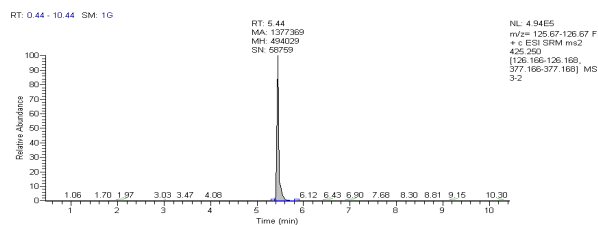
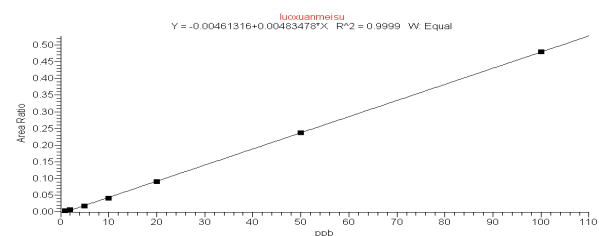
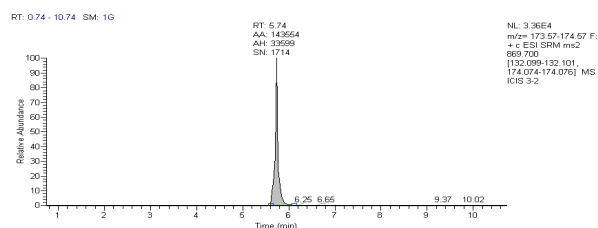
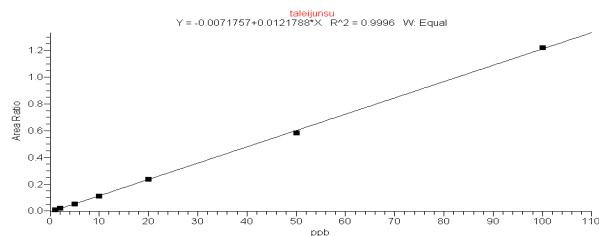
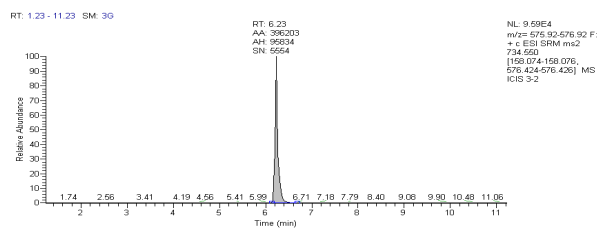
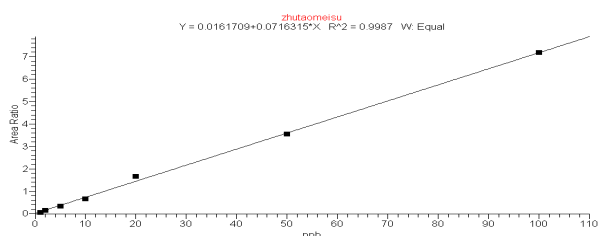
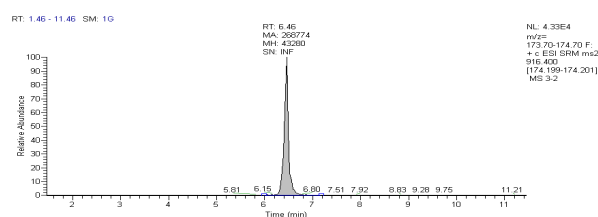
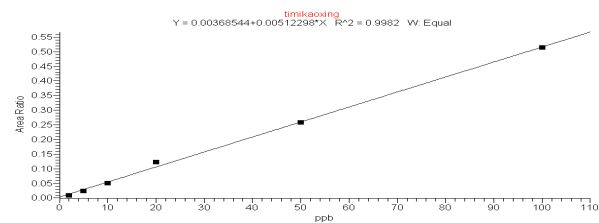
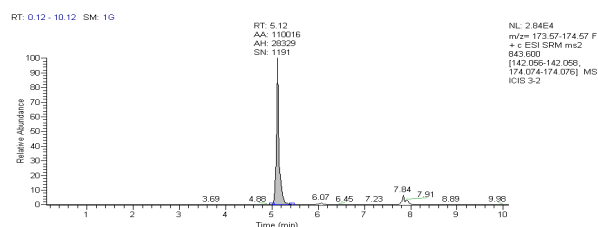
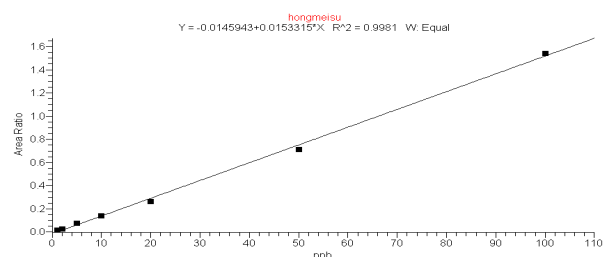
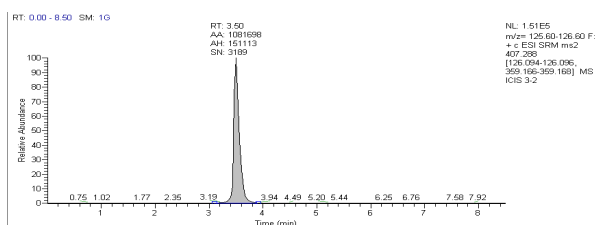
表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	林可霉素	3.64	407.3	126.1*、359.2
2	螺旋霉素	5.12	843.6	142.1、174.1*
3	克林霉素	5.44	425.2	126.2*、377.2
4	替米考星	5.74	869.7	132.1、174.1*
5	竹桃霉素	5.99	688.5	158.1、544.4*
6	红霉素	6.23	734.6	158.1、576.4*
7	泰乐菌素	6.46	916.4	145.1、174.2*
8	吉他霉素	6.81	772.5	109.1*、215.1
9	交沙霉素	7.43	828.6	109.1、174.1*

五、实验结果

表 3 大环内酯加标回收实验结果

目标物	Copure® HLB-Lim		
	加标浓度 (µg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%，n=3)
林可霉素	6.00	82.03	3.11
	24.0	85.56	4.86
	48.0	82.52	4.05
螺旋霉素	6.00	96.00	4.25
	24.0	81.90	1.84
	48.0	85.76	2.98
克林霉素	6.00	70.38	9.26
	24.0	85.17	6.99
	48.0	94.83	3.07
替米考星	6.00	93.94	9.14
	24.0	97.08	2.24
	48.0	102.2	4.11
竹桃霉素	6.00	87.67	6.80
	24.0	86.56	5.37
	48.0	92.98	7.24
红霉素	6.00	115.2	6.48
	24.0	106.7	4.95
	48.0	103.8	3.34
泰乐菌素	6.00	91.70	6.45
	24.0	82.28	2.65
	48.0	82.90	1.10
吉他霉素	6.00	93.61	2.47
	24.0	82.86	1.37
	48.0	83.01	1.18
交沙霉素	6.00	85.94	9.80
	24.0	80.72	4.49
	48.0	85.79	1.30



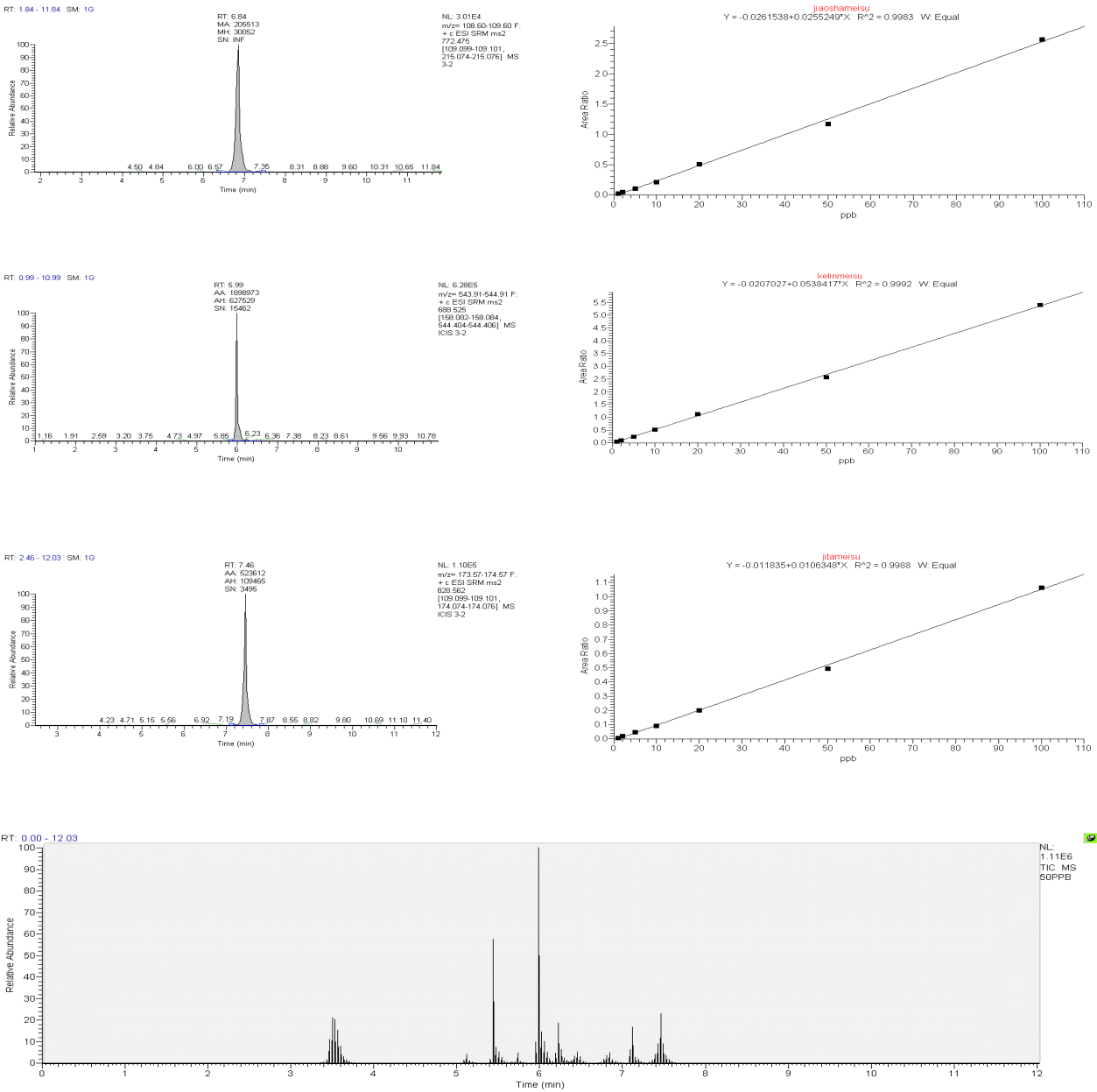


图 1 添加水平为 48 ng/mL 时 9 种大环内酯的提取离子色谱图和总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 固相萃取柱, 200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

HLB Lim- 水产品应用系列之 β - 受体激动剂（Copure® HLB-Lim）

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的鱼肉样品 2.5 g 于干净离心管中，加入 10 mL 0.2% 甲酸乙腈：水 =80:20（V:V）溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® HLB-Lim，200 mg/3mL）

取 2 mL 上述上清液过柱，收集流出液，取其中 500 μ L 用 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白鱼肉样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，分别取流出液 500 μ L 加入适量 β - 受体激动剂标准溶液，再以 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到合适浓度的基质曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Hypersil GOLD C18（2.1 mm $\times$ 100 mm，1.9 μ m）

流动相：A：水（0.1% 甲酸，10mM 乙酸铵）

B：乙腈（0.1% 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1 流速：0.25 mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：5 μ L

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
0.25	98	2
2.00	70	30
4.00	70	30
4.20	30	70
6.20	30	70
6.50	2	98
7.80	2	98
8.00	98	2
10.00	98	2

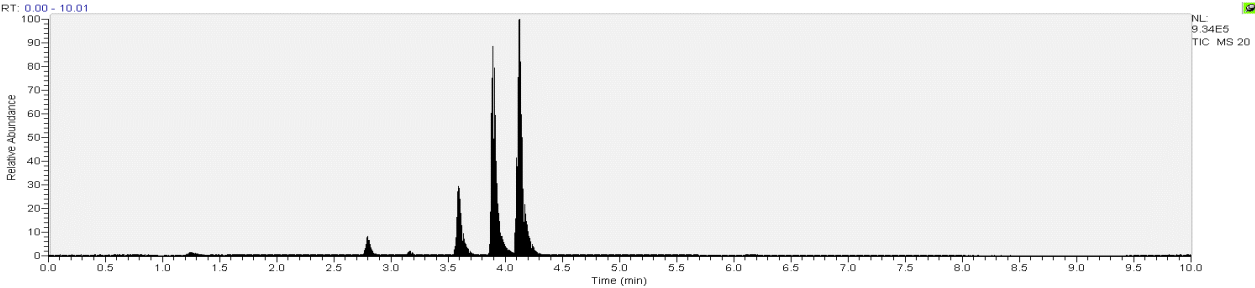


图 1 添加水平为 10 ng/mL 时 6 种 β - 受体激动剂的总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 固相萃取柱，200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μ m，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6 $\times$ 32 mm，9-425	100 个 / 盒

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 $^{\circ}$ C

辅气温度：350 $^{\circ}$ C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	沙丁胺醇	2.79	240.1	148.0*、222.1
2	特布他林	2.80	226.1	152.1*、107.1
3	莱克多巴胺	3.60	302.1	284.0、164.1*
4	妥布特罗	3.90	228.1	154.0*、118.1
5	克伦特罗	3.92	277.1	259.0、203.0*
6	班布特罗	4.13	368.1	294.0*、312.0

五、实验结果

表 3 β - 受体激动剂加标回收实验结果

目标物	0.5 μ g/L		1.0 μ g/L		5.0 μ g/L		10.0 μ g/L	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
沙丁胺醇	105	4.28	88.5	3.10	95.1	7.61	82.7	1.38
特布他林	96.9	9.92	82.3	2.19	96.6	5.38	81.7	1.48
莱克多巴胺	115	2.10	77.2	6.06	78.9	5.72	72.9	0.68
妥布特罗	107	6.89	96.3	0.27	75.5	11.6	81.9	0.57
克伦特罗	106	5.04	101	6.27	97.1	1.52	95.0	0.50
班布特罗	118	2.37	102	3.15	84.0	1.22	98.8	1.67

表 4 6 种 β - 受体激动剂基质曲线信息

目标物	曲线	R2
沙丁胺醇	Y=6433.37X-500.280	0.9986
特布他林	Y=6935.71X-473.076	0.9996
莱克多巴胺	Y=19323.6X+3264.19	0.9976
妥布特罗	Y=79359.8X-10928.6	0.9999
克伦特罗	Y=28878.1X-2466.66	0.9999
班布特罗	Y=126111X-24210.5	0.9999

HLB Lim- 水产品应用系列之磺胺 & 喹诺酮（Copure® HLB-Lim）

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的鱼肉样品 2.5 g 于干净离心管中，加入 10 mL 0.2% 甲酸乙腈：水 =80:20（V:V）溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® HLB-Lim，200 mg/3mL）

取 2 mL 上述上清液过柱，收集流出液，取其中 500 µL 用 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白鱼肉样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，分别取流出液 500 µL 加入适量磺胺 & 喹诺酮标准溶液，再以 10mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到曲线浓度分别为 0.5 ng/mL、1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL 的上机溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm×100 mm，1.9 µm)

流动相：A：水（0.1% 甲酸） B：乙腈（0.1% 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1 流速：0.3 mL/min

柱温：30℃ 进样量：5 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	98.00	2.00
0.25	98.00	2.00
2.00	70.00	30.00
4.00	70.00	30.00
4.20	30.00	70.00
6.20	30.00	70.00
6.50	2.00	98.00
7.80	2.00	98.00
8.00	98.00	2.00
10.00	98.00	2.00

质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb 辅气压力：2 arb

离子传输管：380℃ 辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	磺胺嘧啶	2.84	251.1	108.1、155.9*
2	磺胺吡啶	3.00	250.1	155.9*、184.0
4	马波沙星	3.00	363.1	320.0*、345.0
3	甲氧苄胺嘧啶	3.02	291.1	230.0*、261.0
6	诺氟沙星	3.04	320.1	233.0、276.0*
7	培氟沙星	3.08	334.2	290.1*、316.1
8	环丙沙星	3.09	332.0	230.9、288.0*
5	磺胺甲基噻唑	3.11	265.1	155.9、172.0*
13	达氟沙星	3.14	358.2	314.1*、340.0
9	洛美沙星	3.16	352.1	265.0*、308.0
10	恩诺沙星	3.22	360.1	316.1*、342.0
11	磺胺二甲基噻唑	3.31	279.1	155.9、186.0*
14	磺胺对甲氧嘧啶	3.43	281.0	156.0*、215.0
12	二氟沙星	3.45	400.2	299.0、356.1*
15	磺胺喹恶啉	4.75	301.1	108.1、156.0*

五、实验结果

表 3 15 种磺胺 & 喹诺酮加标回收实验结果

目标物	0.5 µg/L		1.0 µg/L		5.0 µg/L		10.0 µg/L	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
磺胺嘧啶	68.4	1.78	77.1	7.38	103	6.21	96.5	7.26
磺胺吡啶	-	-	71.0	9.87	80.9	6.75	74.4	4.01
甲氧苄胺嘧啶	77.6	4.72	68.0	2.70	87.8	1.22	89.7	2.56
马波沙星	62.3	10.5	79.6	9.04	88.7	2.05	90.1	2.76
磺胺甲基噻唑	-	-	82.6	9.95	85.3	4.73	93.0	6.33
诺氟沙星	88.7	2.24	81.4	5.63	93.1	3.25	90.4	5.17
培氟沙星	106	4.99	95.5	5.21	94.3	1.03	94.9	4.35
环丙沙星	88.5	8.36	81.5	5.10	88.4	3.13	88.1	3.82
洛美沙星	105	4.42	86.7	8.75	88.7	5.58	89.3	1.18
恩诺沙星	97.3	7.26	91.6	4.55	88.5	1.86	97.2	4.12
磺胺二甲基噻唑	44.4	8.59	56.6	5.10	66.2	1.15	67.2	4.65
二氟沙星	106	4.33	89.6	0.59	83.9	1.57	86.7	3.69
达氟沙星	-	-	102	7.88	108	4.17	108	1.55
磺胺对甲氧嘧啶	-	-	84.0	9.29	73.4	6.36	72.8	3.40
磺胺喹恶啉	104	4.82	78.8	6.52	78.0	9.50	72.2	5.78

表 4 15 种磺胺 & 喹诺酮基质曲线信息

目标物	曲线	R ²
磺胺嘧啶	Y=2235.71X+266.652	0.9989
磺胺吡啶	Y=4791.17X+1087.36	0.9998
甲氧苄胺嘧啶	Y=1706.15X+3260.26	0.9991
马波沙星	Y=7684.96X+1808.45	0.9998
磺胺甲基噻唑	Y=5550.80X+1018.50	0.9979
诺氟沙星	Y=6001.81X-725.310	0.9994
培氟沙星	Y=16805.1X-1680.60	0.9993
环丙沙星	Y=7366.14X+52.8344	0.9996
洛美沙星	Y=7109.64X-1589.14	0.9988
恩诺沙星	Y=22812.0X+2026.54	0.9994
磺胺二甲基噻唑	Y=14015.4X+2148.34	0.9999
二氟沙星	Y=14918.1X-1442.25	0.9995
达氟沙星	Y=3188.25X+449.699	0.9984
磺胺对甲氧嘧啶	Y=809.939X+113.666	0.9975
磺胺喹恶啉	Y=4387.10X-259.238	0.9992

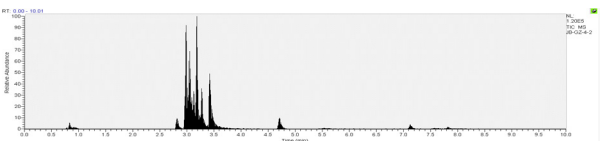


图 1 添加水平为 10 ng/mL 时 15 种磺胺 & 喹诺酮的总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 固相萃取柱，200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

GB 31658.17-2021 多兽残 QuEChERS 处理方案（QuE-UPLC-MS/MS）

磺胺、喹诺酮、四环素类抗生素都是常见人畜共用抗生素，因成本低廉、抗菌活性好被广泛用于养殖。本方法以 GB 31658.17-2021 为参考，用 QuEChERS 方法净化兽残，选择猪肉、猪肝和虾仁为基质做了三水平加标验证，回收率满足 60%~110%，RSD < 10%，符合使用要求，可供客户选择。

一、样品提取 (Copure® 兽残专用 QuEChERS 提取管)

准确称取粉碎均匀的肉类样品 2 g 于干净离心管中，加入 2 mL pH=4.0 的 McIlvaine-Na2EDTA 溶液，涡旋 1 min，加入 10 mL 1% 乙酸乙腈溶液，涡旋 1 min，倒入 Copure® 兽残专用 QuEChERS 提取管（货号：COQ050051）涡旋混匀后超声提取 10 min，5000 r/min 离心 2 min，待净化。

二、样品净化 (Copure® 兽残专用 QuEChERS 净化管)

取 6 mL 上清液于净化管（货号：COQ015605），2500 r/min 涡旋 2 min，8000 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL，氮吹近干后用 0.1% 甲酸水：甲醇 =9:1 溶液定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白肉类样品，按上述前处理方法进行操作，取净化后的上清液加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制成上机浓度分别为 2 µg/L、10 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L、500 µg/L 的标准曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Commasil® 兽残专用柱 BEH T-C18 (2.1 mm×100 mm, 3 µm)

流动相：A：水（0.1 % 甲酸）

B：甲醇：乙腈 =2:8（0.1 % 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：35℃

进样量：10 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	98	2
3.0	90	10
8.0	65	35
10.0	20	80
11.0	5	95
12.0	98	2
14.0	98	2

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 ℃

辅气温度：350 ℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	乙酰磺胺	3.43	215.0	108.0、155.9*
2	磺胺吡啶	5.01	250.1	155.8*、183.9
3	磺胺嘧啶	4.10	251.1	92.1、155.9*
4	磺胺甲恶唑	7.77	254.0	108.1、155.9*
5	磺胺噻唑	4.92	256.0	155.9*、92.1
6	磺胺甲基嘧啶	5.32	265.1	155.8*、171.8
7	磺胺二甲异恶唑	8.20	268.0	113.0、155.8*
8	磺胺甲噻二唑	6.41	271.0	92.1、155.9*
9	苯酰磺胺	8.70	277.0	107.9、155.9*
10	磺胺二甲异嘧啶	3.56	279.1	124.0*、185.8
11	磺胺二甲嘧啶	6.16	279.1	155.8、185.8*
12	磺胺甲氧哒嗪	6.51	281.0	155.8*、126.0
13	磺胺对甲氧嘧啶	6.36	281.0	155.9*、214.9
14	磺胺间甲氧嘧啶	7.22	281.0	155.9*、214.9
15	磺胺氯哒嗪	7.30	285.0	92.1、155.9*
16	磺胺邻二甲氧嘧啶	7.71	311.1	155.8*、244.9
17	磺胺间二甲氧嘧啶	9.11	311.1	155.8*、244.8
18	磺胺苯吡唑	9.17	315.0	157.9*、159.9
19	酞磺胺噻唑	8.16	404.0	148.9、255.8*
20	氟甲喹	10.09	262.0	201.9、244.1*
21	噻嗪酸	8.64	262.0	215.9、244.1*
22	诺氟沙星	5.15	320.1	233.0、276.0*
23	依诺沙星	4.95	321.1	234.0、303.0*
24	环丙沙星	5.30	332.0	230.9、288.0*
25	培氟沙星	5.21	334.2	290.1*、316.1
26	洛美沙星	5.49	352.0	265.0*、308.0
27	达氟沙星	5.57	358.2	314.1、340.0*
28	恩诺沙星	5.67	360.2	245.0、316.0*
29	氧氟沙星	5.12	362.1	261.1、318.1*
30	马波沙星	4.75	363.1	320.0*、342.0
31	沙拉沙星	6.08	386.2	299.1、342.1*
32	二氟沙星	6.11	400.2	299.0、356.1*
33	多西环素	7.33	445.2	321.0、428.0*
34	四环素	5.55	445.2	410.0*、427.0
35	土霉素	5.38	461.2	426.0*、443.0
36	金霉素	6.88	479.1	444.0*、462.0

五、实验结果

表 3 兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉						猪肝						虾仁					
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
乙酰磺胺	101	3.98	88.8	2.86	80.6	3.95	81.7	5.79	80.6	4.26	73.7	4.85	98.2	3.09	93.6	2.82	82.5	2.71
磺胺吡啶	96.5	1.64	85.9	2.25	86.9	1.73	86.9	5.35	79.0	4.82	79.2	3.97	106	1.64	94.7	1.39	87.5	2.72
磺胺嘧啶	92.5	4.15	81.1	3.27	78.6	4.19	77.1	4.16	73.3	2.75	71.8	2.39	96.9	4.08	91.1	2.23	84.3	2.37
磺胺甲恶唑	101	4.03	87.1	3.02	77.4	3.65	79.2	4.52	83.7	2.85	89.2	3.32	91.7	4.82	101	2.27	89.5	3.11
磺胺噻唑	89.2	5.30	82.3	4.27	80.7	2.64	80.1	3.96	77.1	4.21	80.6	3.35	99.7	1.03	98.8	1.15	87.3	2.13
磺胺甲基嘧啶	97.9	2.77	91.5	1.81	85.6	2.06	82.2	3.66	72.7	3.34	68.4	4.72	94.9	4.35	99.7	3.58	90.4	2.43
磺胺二甲异恶唑	104	1.61	88.5	1.32	87.8	1.64	87.1	3.74	81.7	2.87	96.3	1.76	85.8	1.93	91.2	2.12	87.9	1.94
磺胺甲噻二唑	100	2.00	80.6	2.71	78.6	2.44	83.9	3.17	67.8	4.27	75.8	3.25	108	1.45	103	1.65	93.9	1.92
苯酰磺胺	106	1.85	96.1	2.11	93.1	1.24	96.3	1.98	84.0	2.52	107	3.19	97.7	7.30	92.4	4.24	96.9	2.15
磺胺二甲异嘧啶	75.4	2.85	82.1	2.31	78.6	2.26	82.7	6.57	79.4	3.45	81.5	2.59	106	3.89	92.6	2.46	83.1	2.77
磺胺二甲嘧啶	97.9	1.91	93.2	2.04	83.8	2.45	84.5	2.71	82.4	2.24	81.4	2.25	105	6.41	103	4.37	89.9	3.39
磺胺甲氧哒嗪	100	2.43	84.0	2.72	87.4	2.15	83.1	3.86	74.1	4.48	76.3	2.47	108	4.96	102	3.29	90.2	3.34
磺胺对甲氧嘧啶	107	5.02	80.4	4.25	89.6	1.78	82.8	4.43	75.4	4.21	75.1	3.79	110	3.97	101	2.17	90.6	1.68
磺胺间甲氧嘧啶	94.9	5.22	87.2	2.86	88.9	2.41	95.6	4.93	81.8	2.45	84.6	2.82	95.2	5.66	102	3.68	98.3	2.59
磺胺氯哒嗪	102	1.96	87.5	2.36	85.2	2.07	86.4	5.81	74.9	3.65	83.3	2.84	101	2.37	95.2	2.35	90.9	2.14
磺胺邻二甲氧嘧啶	110	3.84	79.8	2.75	87.5	2.35	98.9	3.36	74.7	4.39	80.1	3.26	105	3.22	101	2.79	85.8	2.71
磺胺间二甲氧嘧啶	108	4.24	94.5	2.78	87.6	2.32	82.9	3.44	85.4	2.49	109	3.87	83.8	8.43	107	7.58	98.	3.94
磺胺苯吡唑	105	8.38	96.7	4.94	92.4	3.25	86.1	5.55	88.8	3.24	110	3.73	83.6	3.64	110	6.63	106	6.34
酞磺胺噻唑	98.3	5.77	97.7	4.92	98.1	3.69	91.2	3.24	72.8	4.58	109	3.57	89.5	4.94	90.0	3.62	108	5.27
氟甲喹	100	4.89	106	3.82	91.8	4.27	109	7.77	89.7	4.15	88.4	2.24	85.5	4.14	95.8	2.82	83.7	2.16
噻嗪酸	108	2.94	100	2.25	87.4	3.32	96.9	1.88	87.8	2.83	85.8	2.39	87.6	4.82	104	2.43	89.5	2.36
诺氟沙星	79.3	8.19	69.6	5.89	78.3	4.67	84.7	6.05	82.4	4.38	76.7	3.74	69.8	7.32	82.5	4.38	71.8	2.45
依诺沙星	78.9	4.74	78.6	3.22	75.5	2.87	72.2	4.29	77.3	3.38	78.3	3.29	80.2	5.73	94.4	2.42	94.5	3.49
环丙沙星	101	6.55	81.2	4.84	77.8	2.59	85.5	3.22	74.6	3.58	74.7	4.52	74.4	6.12	84.7	2.87	76.9	2.51
培氟沙星	95.6	1.66	90.4	2.08	81.9	2.85	95.4	1.67	84.8	2.65	78.9	2.66	73.2	6.87	91.8	2.78	78.5	3.82
洛美沙星	96.6	5.63	85.3	3.89	77.5	4.82	99.8	6.69	79.4	4.36	76.8	3.37	77.5	6.65	96.9	4.83	82.9	2.87
达氟沙星	99.2	1.87	85.5	2.32	81.6	2.36	95.5	4.85	78.7	4.36	78.4	4.22	76.2	4.89	86.7	2.86	79.7	3.89
恩诺沙星	108	2.66	96.2	3.94	82.7	3.83	105	3.83	87.1	2.78	84.2	2.29	77.4	8.22	100	4.72	78.5	5.93
氧氟沙星	105	4.66	91.7	2.92	84.9	2.88	110	3.54	87.5	3.29	82.7	1.87	82.8	4.16	97.4	2.97	78.7	3.74
马波沙星	86.8	2.81	84.9	1.87	78.4	3.63	90.5	1.99	78.7	2.49	78.6	2.55	76.9	5.21	86.4	2.20	82.5	2.36
沙拉沙星	95.1	7.51	88.9	2.86	86.7	2.73	85.6	7.54	85.0	4.71	81.6	3.74	80.4	5.72	91.2	2.76	78.2	3.85
二氟沙星	98.2	4.76	93.4	2.48	84.9	2.35	87.6	3.72	86.2	2.45	81.7	4.18	86.3	4.22	103	4.16	78.5	3.35
多西环素	81.6	6.06	90.9	4.46	84.8	3.28	92.8	5.28	78.9	2.98	73.9	3.69	68.4	7.91	74.1	4.92	78.9	3.95
四环素	85.8	2.78	72.7	3.66	74.1	3.49	72.4	1.75	64.9	3.85	67.4	3.21	93.2	2.43	78.4	2.39	84.2	3.21
土霉素	72.4	3.41	66.7	4.22	67.4	3.86	78.4	2.41	62.6	4.36	64.8	3.42	81.9	4.58	73.6	2.23	79.8	2.72
金霉素	94.9	3.74	90.6	3.28	85.5	2.77	80.9	2.88	77.6	2.72	76.1	2.19	68.5	5.11	83.3	2.26	88.8	2.18

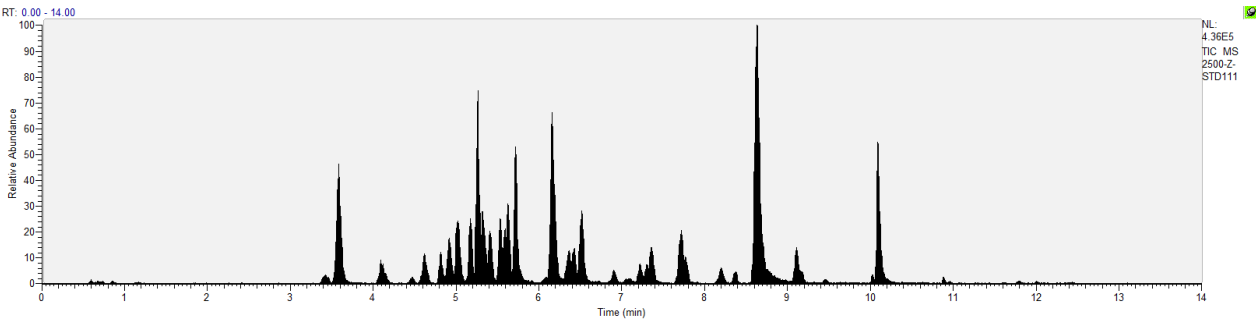


图 1 添加水平为 10 µg/kg 时猪肉样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

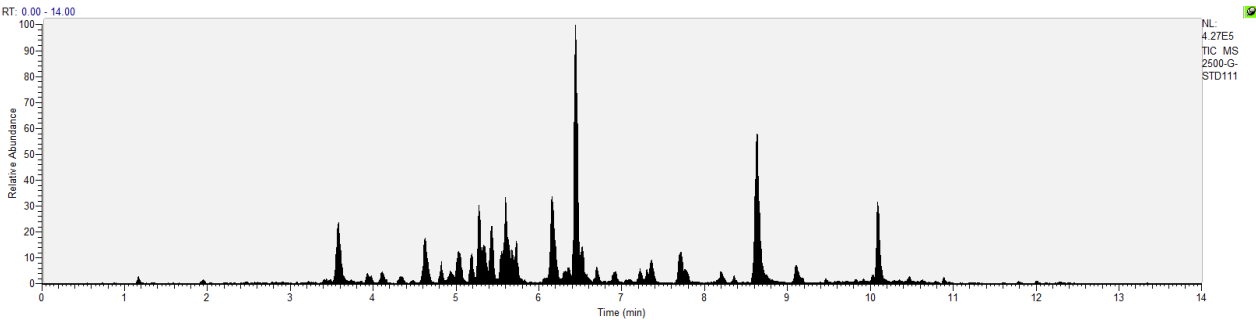


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时猪肝样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

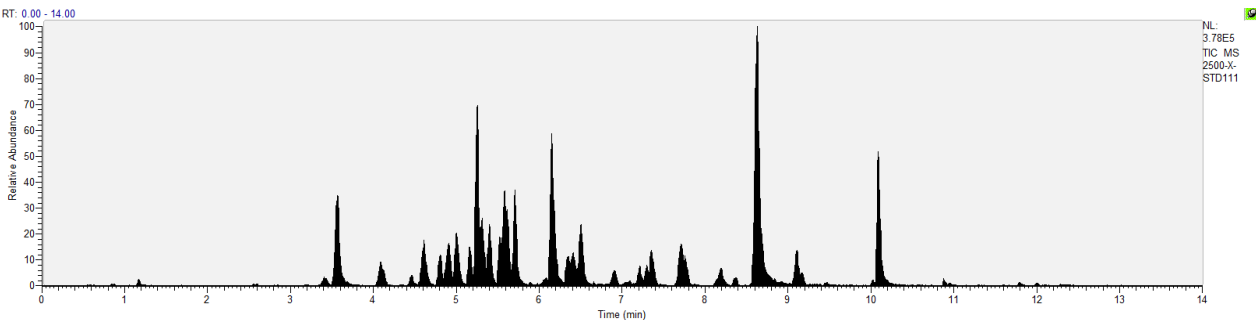


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时虾仁样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050051	Copure® 兽残专用 QuEChERS 提取管	50 支 / 盒
COQ015605	Copure® 兽残专用 QuEChERS 净化管（适用于磺胺类、喹诺酮类、四环素类兽残净化）	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	Nylon 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

Copure® 磺胺专用净化管 QuEChERS 方法对猪肉中 19 种磺胺类兽药残留的 UPLC-MS-MS 测定

磺胺类药物廉价且高效，常用于生猪的疾病防治，有时甚至作为饲料添加剂用来促生长或增产，但是过量使用会导致其在猪肉中残留。研究显示，磺胺类药物代谢时间长且有蓄积，食用磺胺类药物残留的生鲜猪肉存在极大的健康风险。猪肉中脂质含量在 20%~30%，磷脂含量在 1%~3%，在对这类高脂质样品进行检测和分析时，共萃取的磷脂会在色谱柱上聚集，影响色谱柱使用寿命；同时磷脂会使质谱信号产生离子抑制，导致质谱分析中的低回收率，进而影响仪器分析的灵敏度和方法的重现性，这给我们对高脂质样品进行兽药残留检测提出了更高要求。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的磷脂去除磺胺专用 QuEChERS 净化管，能够有效实现样品中的磷脂去除和脂质吸附。建立了采用 QuEChERS 方法检测猪肉中 19 种磺胺类兽药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（5 ng/g 和 10 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-120 % 之间，RSD 小于 10 %，操作简便快捷，与国内外的竞品相比，具有较高的回收率和良好的磷脂去除和脂质净化效果，能够作为猪肉中磺胺类兽药残留检测的参考方法。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 将猪肉样品粉碎均匀，称取 2.0 g 猪肉于 50 mL 离心管中，加入 4 mL 水，涡旋混匀 2 min；再加 10 mL 1% 乙酸乙腈涡旋混匀 10 min；之后再加入 QuEChERS 盐包（Cat. No. COQ050050H），涡旋 2 min，在 4℃下 5000 r/min 离心 5 min。静置 15 min，上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

1) 取待净化的上层乙腈层 6 mL 于 15 mL 磺胺专用 QuEChERS 净化管（Cat. No. COQ015427）中，涡旋 2 min，5000 r/min 离心 5 min。
2) 取上清液 4 mL 乙腈层转移至另一试管中，40℃下氮气吹干，用含 0.1 % 甲酸的甲醇 - 水溶液（水：甲醇 =9:1 溶液）定容至 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

二、仪器条件

1) 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）
色谱柱：Commasil® 兽残专用柱 (2.1 mm×100 mm，3 μm)
流动相：A：水（0.1 % 甲酸）
B：含 0.1 % 甲酸的甲醇 - 乙腈溶液（甲醇：乙腈 =2:8）
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1
流速：0.3 mL/min
柱温：35℃
进样量：10 μL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	98	2
3.0	90	10
8.0	65	35
10.0	20	80
11.0	5	95
12.0	98	2
14.0	98	2

2) 色谱条件

离子源：HESI
电喷雾电压：3500 V
鞘气压力：40 arb
辅气压力：2 arb
离子传输管：380 °C
辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	乙酰磺胺	3.41	215.0	108.0、155.9*
2	磺胺吡啶	4.97	250.1	155.8*、183.9
3	磺胺嘧啶	4.06	251.1	92.1、155.9*
4	磺胺甲恶唑	7.75	254.0	108.1、155.9*
5	磺胺噻唑	4.88	256.0	155.9*、92.1
6	磺胺甲基嘧啶	5.27	265.1	155.8*、171.8
7	磺胺二甲异恶唑	8.18	268.0	113.0、155.8*
8	磺胺甲噻二唑	6.38	271.0	92.1、155.9*
9	苯磺磺胺	8.65	277.0	107.9、155.9*
10	磺胺二甲异嘧啶	3.56	279.1	124.0*、185.8
11	磺胺二甲嘧啶	6.11	279.1	155.8、185.8*
12	磺胺甲氧哒嗪	6.33	281.0	155.8*、126.0
13	磺胺对甲氧嘧啶	6.47	281.0	155.9*、214.9
14	磺胺间甲氧嘧啶	7.19	281.0	155.9*、214.9
15	磺胺氯哒嗪	7.28	285.0	92.1、155.9*
16	磺胺邻二甲氧嘧啶	7.68	311.1	155.8*、244.9
17	磺胺间二甲氧嘧啶	9.08	311.1	155.8*、244.8
18	磺胺苯吡唑	9.14	315.0	157.9*、159.9
19	酞磺胺噻唑	8.12	404.0	148.9、255.8

三、实验结果

表 3 19 种磺胺类兽药加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Biocomma		国外 A 品牌		国外 S 品牌		国外 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
乙酰磺胺	5.0	82.1	5.11	72.1	5.11	76.5	5.65	56.5	5.75
	10.0	72.3	4.52	51.5	4.25	64.1	6.25	51.5	4.75
磺胺吡啶	5.0	74.6	5.67	86.4	5.16	76.1	5.65	71.2	5.25
	10.0	74.0	5.05	96.5	4.29	95.8	5.12	96.9	6.15
磺胺嘧啶	5.0	72.8	5.15	68.9	6.32	71.5	7.36	56.7	6.45
	10.0	77.7	5.12	54.9	5.96	73.6	7.96	61.0	7.52
磺胺甲恶唑	5.0	80.2	4.53	36.9	5.61	56.9	4.15	52.2	6.86
	10.0	71.9	5.12	35.5	6.25	75.5	5.35	66.7	5.12
磺胺噻唑	5.0	69.5	4.53	83.1	6.90	78.5	4.11	68.1	5.08
	10.0	76.9	5.68	73.9	6.54	88.6	6.02	81.8	5.19
磺胺甲基嘧啶	5.0	76.1	5.13	64.1	7.39	66.5	5.11	56.9	4.75
	10.0	76.4	4.54	53.1	6.89	79.1	5.03	72.1	5.16
磺胺二甲异恶唑	5.0	70.2	5.69	54.7	6.15	60.2	4.75	56.4	4.19
	10.0	73.9	4.07	42.6	6.41	62.3	5.15	50.8	6.26
磺胺甲噻二唑	5.0	70.1	5.32	51.5	6.17	50.5	4.95	49.5	6.51
	10.0	71.6	5.03	50.8	5.92	70.4	5.02	65.8	6.29
苯酰磺胺	5.0	60.5	7.55	----	6.70	40.5	5.17	23.9	5.85
	10.0	59.5	5.14	28.9	6.25	42.8	4.16	33.5	6.38
磺胺二甲异嘧啶	5.0	80.6	4.55	50.6	6.61	55.1	5.05	40.6	5.62
	10.0	81.5	5.70	76.6	6.27	61.5	5.96	49.5	6.75
磺胺二甲嘧啶	5.0	70.5	6.08	45.1	6.13	40.4	5.16	40.2	6.84
	10.0	74.6	6.35	30.1	6.52	45.6	4.82	30.8	6.95
磺胺甲氧哒嗪	5.0	80.1	5.65	50.5	6.34	58.1	4.94	51.0	6.94
	10.0	80.9	4.56	50.0	6.61	73.1	5.01	80.6	5.15
磺胺对甲氧嘧啶	5.0	76.5	5.15	54.5	7.58	58.9	4.31	51.5	6.28
	10.0	75.4	6.56	55.8	7.91	73.3	5.19	70.3	7.56
磺胺间甲氧嘧啶	5.0	74.1	6.71	34.8	5.67	42.1	4.31	28.9	7.19
	10.0	60.9	6.09	23.8	5.13	41.1	5.45	27.5	6.65
磺胺氯哒嗪	5.0	76.9	6.92	41.5	5.95	48.8	5.94	41.4	6.69
	10.0	65.9	7.12	30.9	6.54	56.4	6.15	44.6	7.15
磺胺邻二甲氧嘧啶	5.0	68.4	6.57	29.8	5.25	44.6	5.85	30.4	6.68
	10.0	72.2	6.16	32.9	6.01	62.4	6.13	59.1	5.81
磺胺间二甲氧嘧啶	5.0	65.5	6.57	20.1	2.16	40.1	6.21	29.1	6.16
	10.0	68.6	6.72	22.5	5.31	55.8	5.31	42.1	6.62
磺胺苯吡唑	5.0	65.3	5.10	----	5.25	46.7	5.63	----	5.75
	10.0	61.2	5.15	----	4.55	47.2	4.25	25.9	6.75
酞磺胺噻唑	5.0	68.5	7.31	56.6	4.16	50.2	6.15	48.2	5.25
	10.0	67.4	7.75	50.1	5.29	52.8	5.61	54.8	6.15



产品信息	描述	规格
COQ050050H	兽残专用提取管, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015427	磺胺专用 QuEChERS 净化管, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 支 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

水产品中大环内酯类兽残检测方案——QuEChERS-UPLC-MS/MS 法

大环内酯类抗生素作为兽药中重要的一员，对革兰氏阳性菌、部分革兰氏阴性菌和支原体都有很强的抗菌活性，被用作预防疾病和促进生长的饲料添加剂，广泛应用于畜牧和水产养殖。本方法以 QuEChERS 为净化手段，选择对虾、扇贝和草鱼三种基质，对鱼、虾、贝等代表性水产品进行高、低两种水平加标验证，回收率满足 70%~110%，RSD < 10%，符合使用要求，可供客户选择。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的水产类样品 2 g 于干净离心管中，加入 2 mL 水，涡旋 1 min，加入 10 mL 1% 乙酸乙腈溶液，涡旋 1 min，倒入兽残提取包 (COQ050050H) 涡旋混匀后超声提取 10 min，5000 r/min 离心 2 min，待净化。

二、样品净化

取 6 mL 上清液于净化管（货号：COQ015604），2500 r/min 涡旋 2 min，8000 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL，氮吹近干后用 0.1% 甲酸水：甲醇 =9:1 溶液定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白肉类样品，按上述前处理方法进行操作，取净化后的上清液加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制机上机浓度分别为 2 µg/L、10 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L、500 µg/L 的标准曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）

色谱柱：Commasil® BEH T-C18 (2.1 mm×100 mm, 3 µm)

流动相：A：水（0.1 % 甲酸）

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

柱温：35℃

B：甲醇

流速：0.3 mL/min

进样量：10 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.00	98	2
0.25	98	2
2.00	70	30
4.00	70	30
4.20	30	70
6.20	30	70
6.50	2	98
7.80	2	98
8.00	98	2
10.00	98	2

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	林可霉素	2.89	407.3	126.1*、359.2
2	替米考星	5.44	869.7	132.1、174.1*
3	克林霉素	5.51	425.2	126.2*、377.2
4	竹桃霉素	5.52	688.5	158.1、544.4*
5	吉他霉素	5.55	772.5	109.1*、215.1
6	泰乐菌素	5.55	916.4	145.1、174.2*
7	红霉素	5.56	734.6	158.1、576.4*
8	螺旋霉素	5.57	843.6	142.1、174.1*
9	交沙霉素	5.59	828.6	109.1、174.1*

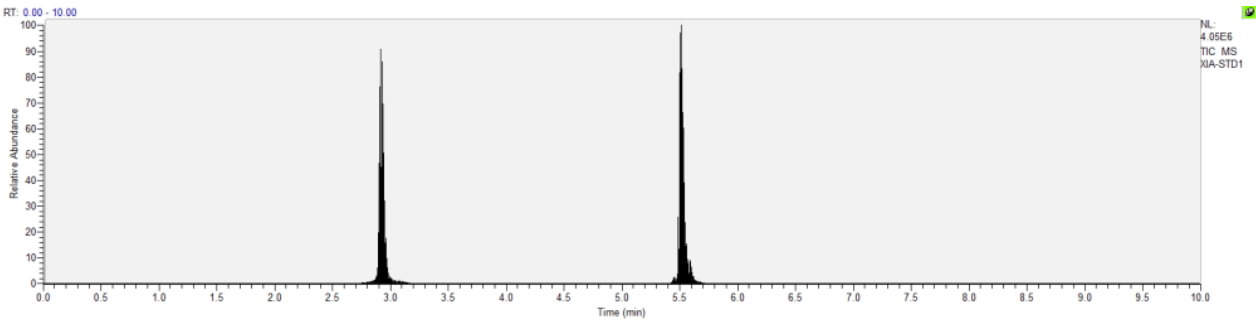


图 1 添加水平为 10 µg/kg 时对虾样品中 9 种大环内酯类总离子流图

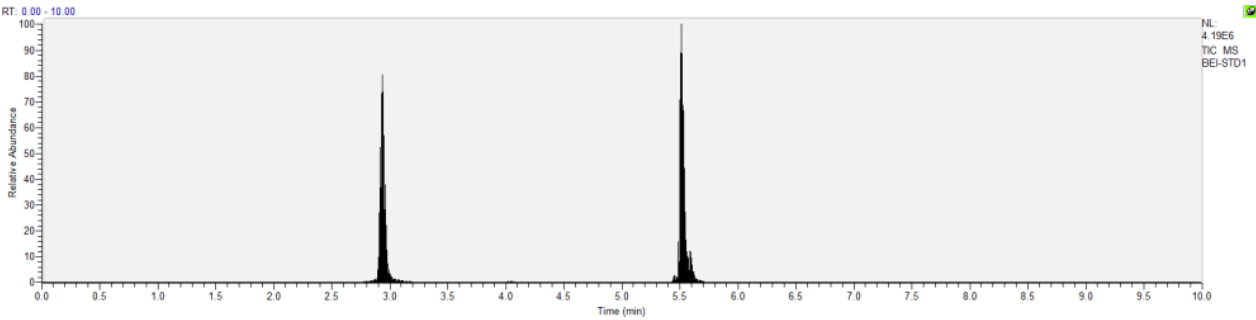


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时扇贝样品中 9 种大环内酯类总离子流图

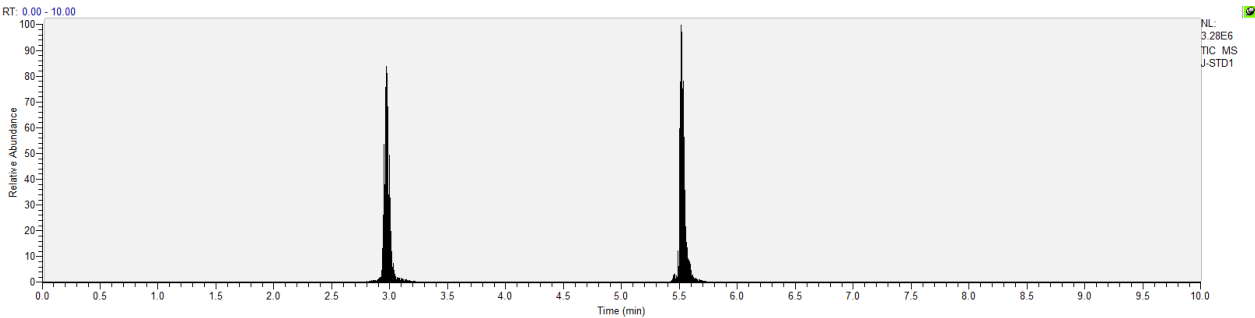


图 3 添加水平为 10 µg/kg 时草鱼样品中 9 种大环内酯类总离子流图

五、实验结果

表 3 兽残加标回收实验结果

目标物	对虾				扇贝				草鱼			
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
林可霉素	91.3	2.21	81.5	2.49	79.3	3.32	74.6	3.85	81.2	2.95	79.8	2.85
替米考星	82.7	2.42	83.8	2.75	78.5	4.45	91.4	2.27	80.5	3.46	99.6	2.52
克林霉素	87.5	1.65	92.4	1.89	79.2	3.26	82.9	2.11	84.2	2.83	94.4	1.97
竹桃霉素	98.7	1.37	92.6	2.02	86.2	2.18	88.8	2.19	84.5	1.94	102	2.06
吉他霉素	85.3	2.05	86.2	2.37	82.8	3.27	93.6	2.66	108	4.25	88.2	2.74
泰乐菌素	79.8	2.66	92.3	2.39	88.9	3.06	94.1	2.17	102	4.02	93.4	2.97
红霉素	102	2.87	91.8	2.32	74.5	4.79	83.2	2.85	89.6	3.93	106	3.13
螺旋霉素	108	3.83	92.2	2.75	80.4	4.81	97.2	1.69	79.7	4.04	91.4	2.62
交沙霉素	92.3	2.95	91.4	2.92	82.1	3.34	96.8	2.70	99.9	3.76	98.6	2.16

订购信息

货号	描述	包装
COQ050050H	Copure® 兽残专用 QuEChERS 提取包	50 支 / 盒
COQ015604	Copure® 兽残专用 QuEChERS 净化管，测试大环内酯类	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	Nylon 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

HLB Lim 24 孔净化板 -36 种兽残高通量检测应用方案

HLB Lim 填料能够快速有效地去除样品中脂肪、磷脂、色素等多种干扰物，减少基质效应；同时其极大地简化了前处理流程，省去活化、平衡步骤，样品经提取后直接过柱，节省大量时间及试剂，使前处理变得更加的简便高效。

本方案采用 HLB Lim 24 孔净化板，实现 36 种兽残项目的快速、高通量检测。建立了对动物食品（猪肉、鸡肉）及水产（虾）中四环素类、磺胺类和喹诺酮类共 36 种药物残留量的 LC-MS/MS 测定方法，该方法（10 ng/g 和 20 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-110 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %（n=8），目标物的回收率和精密度均能满足标准要求。

本方法适用 GB 31658.17-2021 《食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定液相色谱—串联质谱法》。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的样品 1 g 于干净离心管中，加入 5 mL 0.2 % 甲酸乙腈：水 =80:20（V:V）溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化

- 1) 将 HLB Lim 24 孔净化板（Cat: COHLB24200-lim）放置在收集板（Cat: 24WP-S100）上，再向净化板孔中加入 3 mL 样品提取液。
- 2) 将 HLB Lim 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置（Cat: BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 移取收集板中 2.5 mL 净化液至离心管中，45℃智能水浴氮吹（BCN2403），氮吹近干后，用 0.1 % 甲酸水：甲醇 =9:1 溶液定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白样品，按上述前处理方法进行操作，收集净化液，加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制机上机浓度分别为 2 μg/L、10 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、500 μg/L 的标准曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）
 色谱柱：依利特 SinoPak BEH T-C18 (2.1 mm×100 mm, 3 μm)
 流动相：A：水（0.1 % 甲酸）
 B：含 0.1 % 甲酸的甲醇 - 乙腈溶液（甲醇：乙腈 =2:8）
 洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min 柱温：35℃ 进样量：10 μL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	98	2
3.0	90	10
8.0	65	35
10.0	20	80
11.0	5	95
12.0	98	2
14.0	98	2

质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V
 鞘气压力：40 arb 辅气压力：2 arb
 离子传输管：380 °C 辅气温度：350 °C

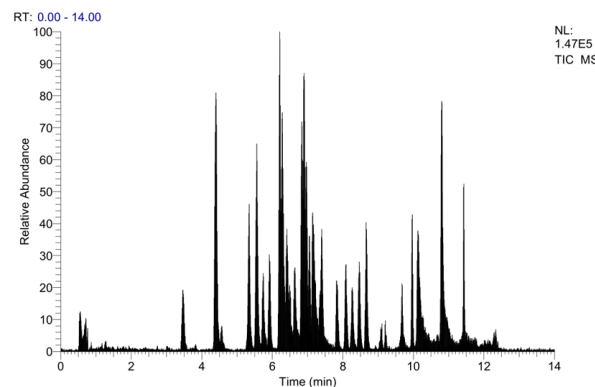


图 1 添加水平为 10 μg/kg 时猪肉样品中 36 种兽残总离子流图

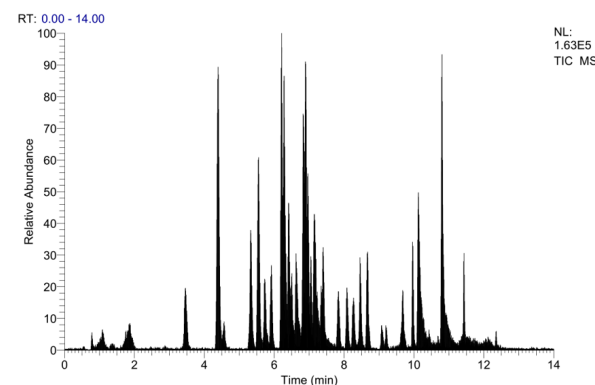


图 2 添加水平为 10 μg/kg 时虾肉样品中 36 种兽残总离子流图

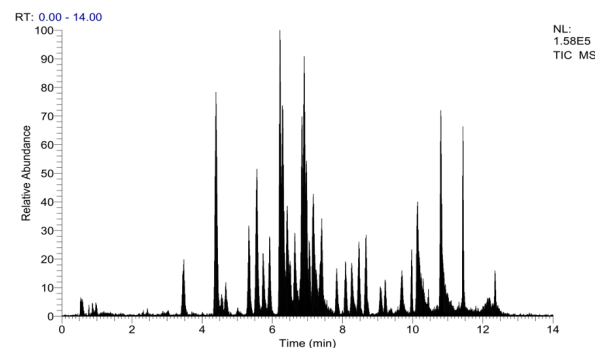


图 3 添加水平为 10 μg/kg 时鸡肉样品中 36 种兽残总离子流图

五、实验结果

表 2 36 种兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉				虾肉				鸡肉			
	10.0 µg/kg		20.0 µg/kg		10.0 µg/kg		20.0 µg/kg		10.0 µg/kg		20.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8
乙酰磺胺	82.1	9.10	80.1	9.56	91.7	4.17	84.9	2.88	73.6	7.96	81.7	9.04
磺胺吡啶	90.2	5.39	84.3	5.23	82.0	9.32	73.5	6.82	78.2	4.16	74.1	7.65
磺胺嘧啶	75.1	7.59	73.3	7.65	72.9	9.57	71.2	3.91	77.1	6.09	85.8	6.74
磺胺甲恶唑	82.5	8.43	82.6	8.90	87.1	7.15	78.2	4.41	98.6	5.13	96.1	5.42
磺胺噻唑	89.4	6.75	77.6	8.45	79.3	9.57	89.8	9.34	98.5	7.59	85.3	8.56
氟甲唑	91.7	9.24	85.2	7.31	74.3	7.57	78.6	9.41	96.7	4.33	93.2	6.79
噻唑酸	87.1	8.24	85.2	8.61	89.9	5.41	81.4	7.05	102	5.80	91.8	6.27
磺胺甲基嘧啶	85.4	8.86	81.3	9.42	82.0	8.63	81.4	5.11	96.0	6.55	89.8	5.06
磺胺二甲异嘧啶	84.0	2.51	81.7	7.97	81.0	6.09	75.6	3.99	96.8	4.53	101	4.96
磺胺甲噻二唑	88.9	5.27	82.5	9.50	81.7	9.87	79.2	8.14	99.5	4.23	93.2	5.48
苯酰磺胺	94.9	7.19	82.1	9.16	93.7	4.87	91.5	4.75	85.7	9.61	74.2	8.61
磺胺二甲异嘧啶	84.3	2.45	80.4	9.40	98.9	4.86	84.5	5.45	90.5	7.28	82.5	9.63
磺胺二甲嘧啶	83.3	5.41	81.2	4.81	76.2	7.29	72.8	3.89	82.5	8.57	83.2	2.65
磺胺甲氧噻唑	81.9	8.40	83.8	9.45	85.1	7.38	84.7	7.26	91.1	2.89	86.0	7.45
磺胺对甲氧嘧啶	77.4	6.71	81.7	9.65	84.7	8.82	80.1	8.44	74.3	7.79	78.1	7.44
磺胺间甲氧嘧啶	76.6	7.28	79.7	9.15	80.8	7.72	73.7	6.30	95.6	8.16	94.5	8.27
磺胺氯噻唑	73.8	5.32	72.8	9.78	82.1	7.54	74.8	7.88	96.4	6.13	95.1	5.53
磺胺邻二甲氧嘧啶	85.5	4.05	83.8	9.64	81.8	6.80	85.2	8.78	96.1	4.61	91.6	6.78
磺胺间二甲氧嘧啶	79.2	8.64	81.3	9.13	85.2	8.12	74.9	3.08	88.2	8.30	82.3	6.76
磺胺苯吡唑	99.8	6.98	77.8	5.87	74.3	2.53	71.6	8.46	98.3	6.96	97.6	9.61
诺氟沙星	97.5	9.45	96.7	9.87	81.3	7.01	78.4	5.55	82.3	6.71	82.3	3.30
依诺沙星	92.6	7.12	93.7	9.39	95.7	9.73	89.0	9.66	89.1	9.51	84.1	6.13
环丙沙星	90.3	8.42	91.7	9.65	83.5	5.76	87.1	9.07	82.7	5.65	82.1	8.66
培氟沙星	93.1	5.67	90.3	8.57	88.1	5.34	81.2	5.43	83.0	7.15	86.4	5.56
洛美沙星	96.3	8.65	87.1	8.46	84.9	4.59	90.7	5.36	87.6	6.49	88.1	1.59
达氟沙星	87.7	8.75	87.9	8.64	92.6	8.54	98.4	5.31	92.1	5.20	93.6	9.40
恩诺沙星	92.6	8.47	91.1	9.52	83.4	8.35	82.1	4.11	91.4	5.07	91.7	9.42
氧氟沙星	92.3	8.16	84.8	9.60	76.3	4.98	78.0	6.18	96.7	8.03	88.4	8.63
马波沙星	89.1	6.58	80.1	6.47	88.7	7.81	82.9	9.11	81.2	7.41	86.3	8.54
沙拉沙星	97.5	8.24	92.3	7.72	91.4	8.45	83.7	9.85	89.1	6.35	91.3	9.10
二氟沙星	84.4	9.91	86.1	9.56	101	4.97	95.2	4.72	97.7	5.82	93.4	9.81
酞磺胺噻唑	75.1	6.54	72.6	8.16	80.8	3.57	77.1	4.68	92.7	6.31	77.5	5.72
强力霉素	97.1	7.81	81.7	9.76	85.6	4.26	78.0	9.09	101	8.27	99.1	7.72
四环素	91.1	8.26	87.6	7.32	73.1	8.85	71.9	9.13	88.6	7.47	74.8	8.34
土霉素	91.4	8.46	84.9	9.73	86.1	4.33	80.4	7.26	81.5	8.46	81.7	9.50
金霉素	91.9	8.13	82.6	8.36	76.9	8.14	72.6	4.63	73.6	5.61	74.5	4.75

订购信息

货号	描述	包装
COHLB24200-lim	Copure® HLB Lim 24 孔净化板	1 块 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE / 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒
BCY2402	24 孔正压提取装置	1 台 / 箱
24WP-S100	24 孔方孔收集板	1 块 / 盒
BCN2403	24 孔智能氮吹仪，平底板	1 台 / 箱

牛奶中三聚氰胺检测的固相萃取方法（Copure® MCX）

《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》

一、样品提取

称取 2.0 g 牛奶 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 15 mL 1% 三氯乙酸溶液和 5 mL 乙腈, 超声提取 10 min, 再振荡提取 10 min, 4000 r/min 离心 10 min。上清液经三氯乙酸溶液润湿的滤纸过滤后, 用三氯乙酸溶液定容至 25 mL, 移取 5 mL 滤液, 加入 5 mL 水混匀后做待净化液。

二、SPE 柱净化（Copure® MCX, 60 mg/3 mL）

活化：使用前依次用 3 mL 甲醇、5 mL 水活化柱子。
上样和洗脱：将待净化液转移至固相萃取柱中。依次用 3 mL 水、3 mL 甲醇洗涤, 抽至近干后, 用 6 mL 5% 氨化甲醇溶液洗脱。整个固相萃取过程流速不超过 1 mL/min。
重新溶解：洗脱液于 50℃下用氮气吹干, 残留物用 1 mL 流动相定容, 涡旋混合 1 min, 过微孔滤膜后, 供 HPLC 测定。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2487 紫外检测器
检测波长：240 nm
流动相：A：离子对试剂缓冲液 (准确称取 2.10 g 柠檬酸和 2.16 g 辛烷磺酸钠, 加入约 980 mL 水溶解, 调节 PH 至 3.0 后, 定溶至 1 L 备用)
B：乙腈。
洗脱方式：等度洗脱, A: B=80: 20

柱温：室温
进样体积：20 μL
流速：1 mL/min

四、实验结果

表 1 2.5 mg/kg 牛奶基质中三聚氰胺的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
三聚氰胺	97.3	102.8	98.0	99.4	3.0

表 2 W 品牌 MCX 柱, 2.5 mg/kg 牛奶基质中三聚氰胺的添加回收结果

名称	回收率 (%)		平均回收率 (%)
	1	2	
三聚氰胺	72.0	80.2	76.1

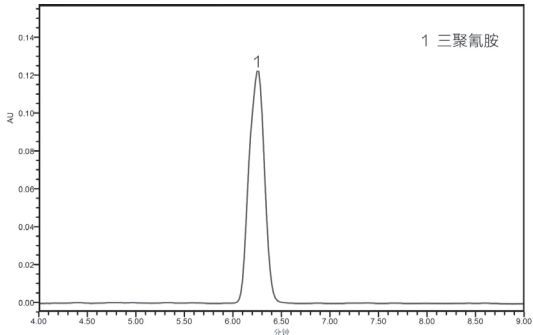


图 1 添加水平为 2.5 mg/kg 牛奶中三聚氰胺的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-45-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

乳粉中三聚氰胺的液相色谱 - 紫外检测器检测方案 (Copure® MCX)

《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》

三聚氰胺俗称密胺、蛋白精，分子式为 $C_3H_6N_6$ ，是豆、乳类制品中的非法食品添加剂，曾作为蛋白质的廉价代替物被非法添加进奶粉等食品中，造成了严重的社会危害。目前，三聚氰胺已严禁直接用于食品，并有相关法律法规强调企业在购入生乳原料、原料乳粉及其加工制品时需检测三聚氰胺含量。

本方案参照《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》中第一法，以乳粉为基质进行了加标验证，高中低三水平下，样品的回收率均大于 80%，RSD < 10%，满足标准要求，可供客户参考。

一、样品提取

准确称取 1 g 样品于干净离心管中，加入 7.5 mL 5% 三氯乙酸溶液和 2.5 mL 乙腈，涡旋混匀后超声提取 10 min，再振荡提取 10 min，12000 r/min 离心 5 min，取上清液于另一干净离心管中，重复上述操作一次，合并两次提取液，若提取液浑浊可多加一次低温离心，取上清液 5 mL，加入 5 mL 水，混匀，作为待净化液，待过柱净化。

二、样品净化 (Copure® MCX, 60mg/3mL)

活化：5 mL 甲醇、5 mL 水

上样：上述待净化液

淋洗：5 mL 水，5 mL 甲醇

洗脱：6 mL 8% 氨水甲醇

收集全部洗脱液，50℃ 下氮吹干，残留物用 1 mL 流动相定容，涡旋混匀 1 min，过尼龙滤膜，上机测定。

三、标准曲线溶液的制备

取适宜浓度的标准品，用流动相配制制成上机浓度分别为 200 $\mu\text{g/L}$ ，500 $\mu\text{g/L}$ ，1000 $\mu\text{g/L}$ ，2000 $\mu\text{g/L}$ ，5000 $\mu\text{g/L}$ ，10000 $\mu\text{g/L}$ 的标点，得到标准曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：液相色谱仪，Thermo Fisher U3000

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)

流动相：A：离子对缓冲试剂 B：乙腈

洗脱方式：A：B=85:15，12 min

流速：1 mL/min 柱温：40℃

检测波长：240 nm 进样量：20 μL

五、实验结果

表 1 乳粉中三聚氰胺加标回收实验结果

加标水平	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
2 mg/kg	85.9	88.5	92.3	88.9	3.22
10 mg/kg	82.8	88.1	87.7	86.2	3.42
20 mg/kg	80.6	90.1	86.9	85.9	4.83

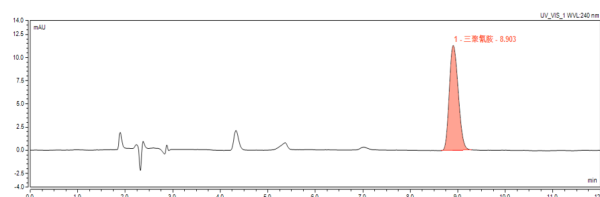


图 1 1000 $\mu\text{g/L}$ 三聚氰胺标准品液相色谱图

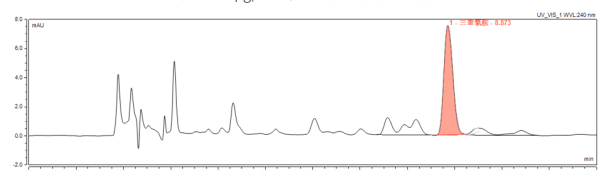


图 2 添加水平为 2 mg/kg 时乳粉中三聚氰胺液相色谱图

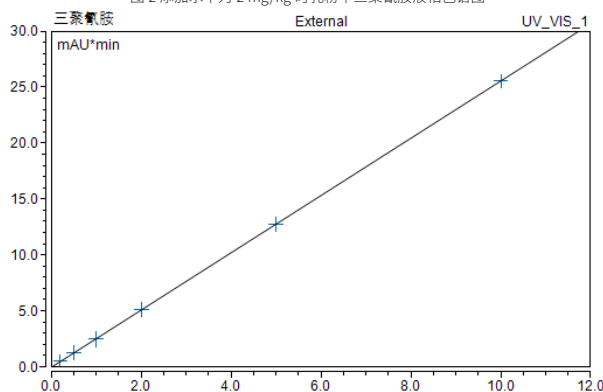


图 3 三聚氰胺校准曲线

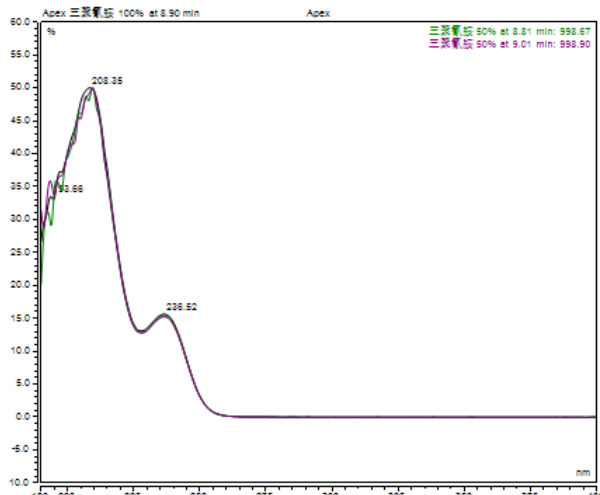


图 4 三聚氰胺光谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱，60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	Nylon 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm ，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

植物油中苯并(a)芘检测的固相萃取方法 (Copure® 苯并芘检测专用柱)

《GB 5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定》

一、样品提取

准确称取植物油样品 0.4 g 于 15 mL 离心管中加入 5 mL 正己烷，涡旋 1 min。待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® BAP, 22 g/60 mL)

活化：苯并芘检测柱使用前用 30 mL 正己烷活化。

上样和洗脱：在苯并芘检测柱上加入待净化样品，收集流出液，然后用 40 mL 正己烷-二氯甲烷溶液 (3:1, v/v) 洗脱，收集流出液，合并流出液。（在上样洗脱的过程中，要注意柱体不能干涸。）

重新溶解：流出液 50°C 减压蒸馏至近干，加 1 mL 乙腈定容，过 0.45 μm 滤膜，待上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2475 荧光检测器

检测波长：发射波长：406 nm 激发波长：384 nm

流动相：A：乙腈 B：水

洗脱方式：等度洗脱，A: B=88: 12

流速：1 mL/min 进样体积：10 μL

四、实验结果

表 1 0.05 mg/kg 植物油中的苯并(a)芘添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
苯并(a)芘	91.0	91.8	87.2	90.0	2.73

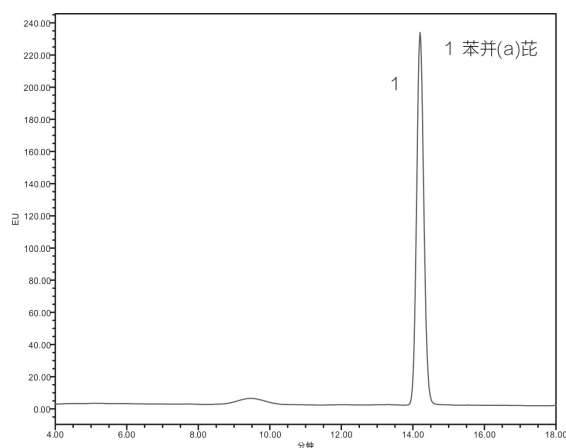


图 1 添加水平为 0.05 mg/kg 植物油中的苯并(a)芘检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COBAP6022G	Copure® 苯并芘检测专用柱, 22 g/60 mL	12 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

植物油中苯并(a)芘检测的分子印迹固相萃取方法 (Copure® 苯并芘分子印迹专用柱)

《GB 5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定》

一、样品提取

准确称取植物油样品 0.4 g 于 15 mL 离心管中加入 5 mL 正己烷，涡旋 1 min。待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® BAP, 500 mg/6 mL)

活化：苯并芘分子印迹柱使用前依次用 5 mL 二氯甲烷、5 mL 正己烷活化。

上样和淋洗：往柱中加入待净化液；加入 5 mL 正己烷淋洗，弃去流出液；加入 6 mL 二氯甲烷洗脱，收集流出液（整个过程控制流速为 1 mL/min）。

重新溶解：洗脱液中加入 1 mL 乙腈，40°C 氮吹至近干，用乙腈定容至 1 mL，涡旋 0.5 min，经 0.22 μm 滤膜过滤，供 HPLC 测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2475 荧光检测器

检测波长：发射波长：406 nm 激发波长：384 nm

流动相：A：乙腈 B：水

洗脱方式：等度洗脱，A: B=88: 12

流速：1 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 0.05 mg/kg 植物油中的苯并(a)芘添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
苯并(a)芘	101.1	107.2	106.8	105.0	3.2

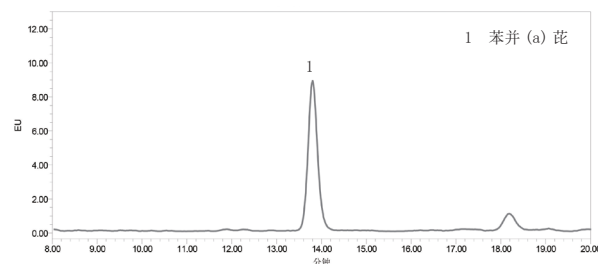


图 1 添加水平为 0.05 mg/kg 植物油中的苯并(a)芘检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COBAP6500	Copure® 苯并芘分子印迹柱, 500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

食品中 7 种合成着色剂检测的固相萃取方法 (Copure® PA)

合成着色剂又称合成色素，常以苯、甲苯、萘等化工产品为原料，经过磺化、偶合、缩合、偶氮化等一系列有机反应制备而成。合成着色剂由于成本低廉、色泽鲜艳，着色力强，色调多样，故被广泛应用；但它有一定的毒性（包括毒性、致泻性和致癌性），过多摄入会危害人体健康。因此，国家对合成着色剂的使用严格控制了范围和最大限量值。

本方案以聚酰胺固相萃取柱为净化柱，开发了高效液相色谱法测定食品中柠檬黄、日落黄、新红、胭脂红、苋菜红、诱惑红和亮蓝检测方案。本方法操作简单，灵敏度高，准确，满足日常检测需求。

一、样品提取

1. 果蔬饮料提取

称取试样 2.0 g(精确至 0.001 g) 于 50 mL 离心管中，加入 25 mL 乙醇氨水溶液，涡旋 5 min，50 °C 超声提取 15 min，8000 转 / 分钟离心 5 min，取上清液置于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 乙醇氨水溶液重复提取 1 次，离心后合并上清液，用乙醇氨水溶液定容至 50 mL，混匀后得提取液。准确吸取提取液 10 mL，50 °C 下氮气浓缩至 2 mL 左右，加入 10 mL 5% 甲醇水溶液溶解，混匀作为待净化液，用 20% 柠檬酸溶液调节溶液 pH=3~4，待上样。

2. 火腿、薯片、面包和卤鸡翅试样提取

称取试样 2 g 于 50 mL 离心管中，加入 25 mL 乙醇氨水溶液至试样中，涡旋 5 min，50 °C 超声提取 5 min，8000 转 / 分钟离心 5 min，取上清液置于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 乙醇氨水重复提取一次，离心后合并上清液，乙醇氨水溶液定容至 50 mL，混匀后得提取液。准确吸取提取液 10 mL，50 °C 下氮气浓缩至 2 mL 左右，加入 10 mL 5% 甲醇水溶液溶解，混匀作为待净化液，用 20% 柠檬酸溶液调节溶液 pH=3~4，待上样。

四、实验结果

加标回收实验结果

表 2 加标水平回收结果

目标物	回收率 %									
	饮料		火腿		面包		酱卤鸭翅根		薯片	
	3.0mg/kg	5.0mg/kg	3.0mg/kg	5.0mg/kg	3.0mg/kg	5.0mg/kg	3.0mg/kg	5.0mg/kg	3.0mg/kg	5.0mg/kg
柠檬黄	103	100	87.5	96.4	96.7	98.7	89.3	94.6	87.6	93.1
新红	101	102	92.9	97.9	94.3	102	98.4	92.1	92.4	95.3
苋菜红	93.5	101	98.1	103	87.3	93.5	86.4	90.2	88.4	94.8
胭脂红	97.5	99.0	89.5	92.1	96.1	92.3	89.9	96.7	81.1	93.9
日落黄	101	98.4	89.1	93.1	86.4	91.2	85.5	94.3	87.6	92.8
诱惑红	102	101	90.5	95.6	95.9	92.1	87.7	93.2	95.2	93.2
亮蓝	92.9	91.7	95.2	90.7	92.6	97.4	90.7	96.4	94.1	97.5

注：乙酸氨水溶液：乙醇 700 mL，氨水 4 mL，用水定容至 1L。

二、样品净化 (Copure® PA, 500mg/6mL)

活化：依次用 6mL 甲醇和 6mL 水活化；

上样：将上述待净化液过柱，弃掉流出液；

淋洗：依次用 5 mL 水和 5 mL 甲醇淋洗，抽干小柱；

洗脱：7 mL 5% 氨化甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，于 45 °C 氮吹仪浓缩至 0.3 mL 左右，加入 0.02mmol/L 乙酸铵溶液 (pH=9.0) 复溶至 2mL，涡旋混匀，过 PTFE 滤膜，上机。

三、仪器条件

仪器：液相色谱仪，ThermoFisher U3000

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)

流动相：A：0.02mol/L 乙酸铵溶液 B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

检测器：紫外检测器

检测器波长范围：400~800 nm，柠檬黄测定波长为 415 nm；新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红测定波长为 520 nm；亮蓝测定波长为 630 nm。

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.01	90	10
12.0	65	35
19.0	55	45
22.5	50	50
23.0	45	55
24.0	35	65
34.0	35	65
35.0	90	10
42.0	90	10

饮料、面包、酱卤鸡翅根、火腿和薯片中着色剂色谱图

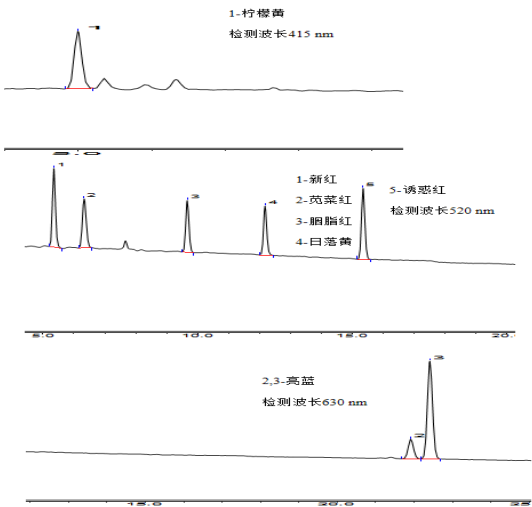


图 1 饮料添加水平 (5.0 mg/kg) 中 7 种着色剂色谱图

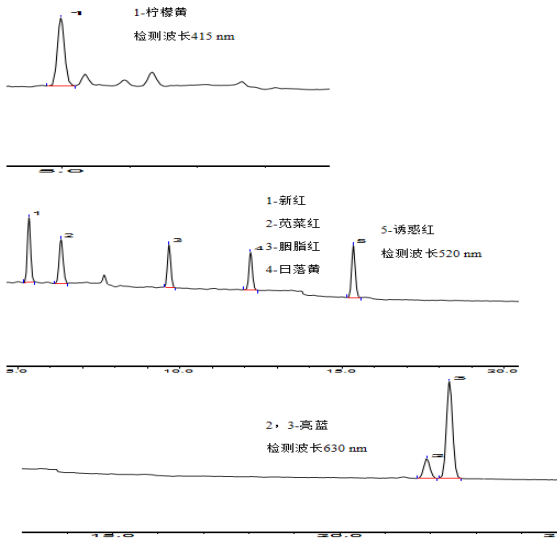


图 2 面包添加水平 (5.0 mg/kg) 中 7 种着色剂色谱图

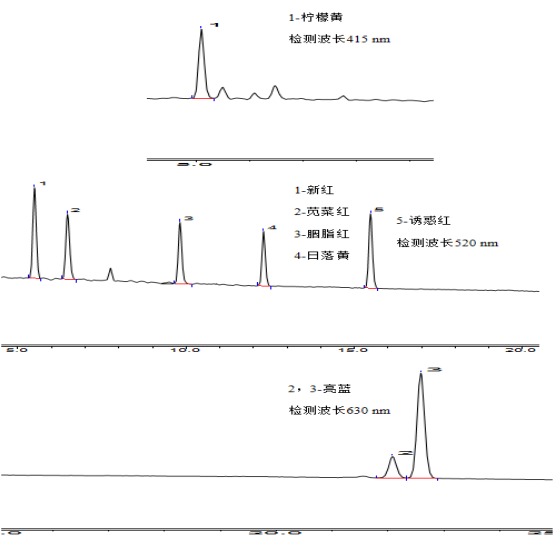


图 3 酱卤鸡翅根添加水平 (5.0 mg/kg) 中 7 种着色剂色谱图

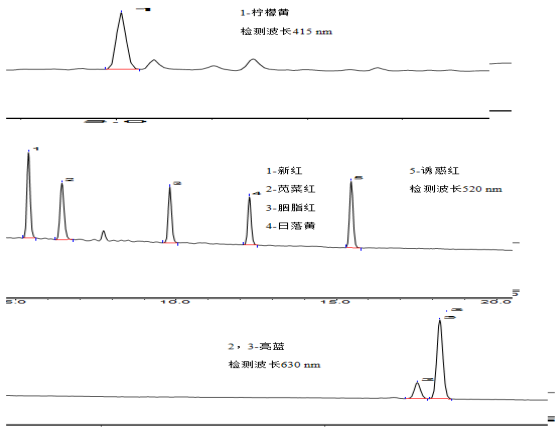


图 4 火腿添加水平 (5.0 mg/kg) 中 7 种着色剂色谱图

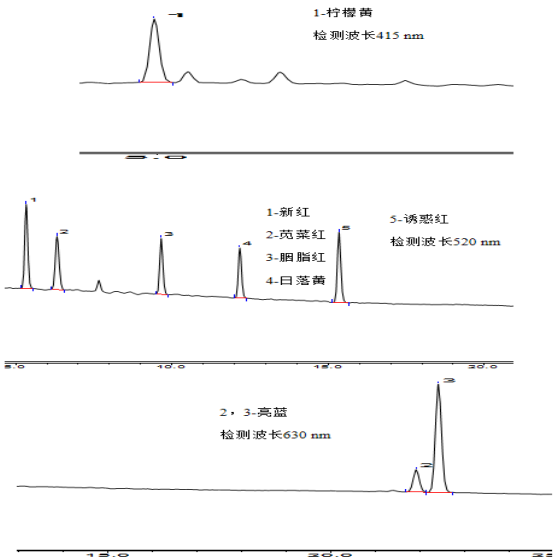


图 5 薯片添加水平 (5.0 mg/kg) 中 7 种着色剂色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COPACR66	Copure® PA 净化柱, 500mg/6mL	30 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

茶叶中合成着色剂检测的固相萃取方法（Copure® PA）

《GB 5009.35-2016 食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定》

一、样品提取

准确称取 2.0 g 红茶置于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 水，振荡提取 30 min，4000 r/min 离心 5 min，上层清液备用。

二、SPE 柱净化（Copure® PA，500 mg/6 mL）

活化：聚酰胺柱使用前用 5 mL 甲醇活化，5 mL 水平衡。
上样和洗脱：取 5 mL 备用液过柱，弃去流出液；用 3 mL 水淋洗，再用足量甲醇 / 甲酸溶液 (6:4, v/v) 淋洗至流出液透明，弃去流出液，抽干小柱；用 5 mL 10% 氨水甲醇洗脱，收集洗脱液。（整个上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 内）。
上机测试：将洗脱液定容至 5 mL，取 1 mL 经 0.22 μm 水系滤膜过滤，供上机测试。

注：建议使用 PTFE 亲水材质滤膜过滤，避免其他材质滤膜对色素有吸附造成回收率偏低现象。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2996 紫外检测器
检测波长：254 nm

流动相：A：甲醇 B：0.02 mol/L 乙酸铵缓冲溶液
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
--	5.0	95.0
10.0	20.0	80.0
18.0	60.0	40.0
25.0	60.0	40.0
25.1	5.0	95.0
35.0	5.0	95.0

流速：1.0 mL/min
进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 10.0 mg/kg 茶叶中合成着色剂的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
柠檬黄	90.5	88.5	88.9	89.3	1.2
苋菜红	107.7	107.1	106.6	107.1	0.5
胭脂红	109.4	107.1	110.0	108.8	1.4
日落黄	104.4	106.1	99.0	103.2	3.6
诱惑红	107.8	108.2	105.9	107.3	1.1
亮蓝	87.2	93.4	89.2	89.9	3.5

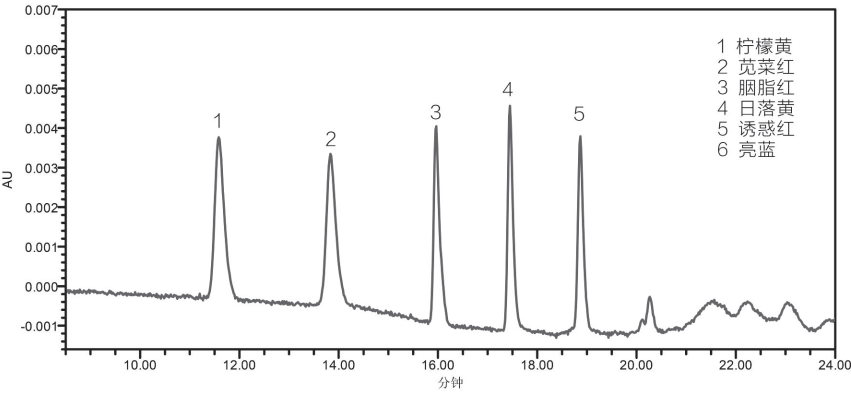


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 茶叶中合成着色剂检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COPACR66	Copure® 聚酰胺固相萃取柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF250-22-PTFE-HL	聚四氟乙烯针式过滤器，Φ25 mm/0.22 μm/ 水系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-TL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

食品中 11 种合成着色剂的固相萃取方法（Copure® PWAX）

着色剂具有改善食品色泽、增进人们食欲的作用，因其成本低、色泽鲜艳、着色力强、稳定性好等特点，在食品加工行业中被广泛应用。但食用合成着色剂常以苯、甲醛等化工产品为原料，经碘化、卤化等化合而成，易混入有毒有害物质，有潜在的毒性和致癌性。因此，各国对食品中合成着色剂的使用范围和使用限量都有严格的规定，GB 2760—2014《食品添加剂使用卫生标准》明确严格规定了合成色素的使用限量和范围。本实验开发了不同样品基质中合成着色剂测定的固相萃取方法，本法操作简便，回收率好，满足检测要求。

一、样品提取

1.1 液体及部分固体试样（饮料类、果冻等）

称取试样 2 g 于 50 mL 离心管中，加入 25 mL 乙醇氨水溶液，涡旋 1 min，50 °C 超声提取 15 min，8000 转 / 分钟离心 5 min，取上清液置于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 乙醇氨水溶液重复提取 1 次，离心后合并上清液，用乙醇氨水溶液定容至 50 mL，混匀后得提取液。准确吸取提取液 10 mL，50 °C 下氮气浓缩至 2 mL 左右，加入 10 mL 5% 甲醇水溶液溶解，混匀作为待净化液。

1.2 含油量较大的试样（糕点、酱卤肉、薯片等）

称取试样 2 g 于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 石油醚，涡旋 1 min，涡旋振荡 10 min，以 8000 转 / 分钟离心 5 min，弃去上清液，除尽石油醚溶剂，加入 25 mL 乙醇氨水溶液至除油试样中，涡旋 1 min，50 °C 超声提取 15 min，8000 转 / 分钟离心 5 min，取上清液置于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 乙醇氨水溶液重复提取 1 次，离心后合并上清液，用乙醇氨水溶液定容至 50 mL，混匀后得提取液。准确吸取提取液 10 mL，50 °C 下氮气浓缩至 2 mL 左右，加入 10 mL 5% 甲醇水溶液溶解，混匀作为待净化液。

四、实验结果

加标回收实验结果

表 2 加标回收结果

目标物	回收率 %											
	果冻		百事可乐		菊花植物饮料		蛋糕		酱卤鸭翅根		薯片	
	3.0mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg
柠檬黄	99.6	96.6	94.9	96.4	90.1	99.9	91.1	98.9	85.1	92.4	95.5	92.1
新红	99.6	101	92.9	97.9	87.3	102	93.7	97.2	88.8	96.1	82.7	90.6
苋菜红	93.5	102	98.1	103	94.8	101	98.4	100	86.1	97.9	88.4	86.5
靛蓝	92.3	94.1	84.6	86.1	83.4	89.2	91.1	88.5	87.2	91.7	84.7	89.8
喹啉黄 1	101	97.1	97.7	102	96.2	103	96.1	94.8	87.3	94.6	89.9	84.9
胭脂红	98.5	104	97.5	101	90.2	97	98.4	101	93	100	84.1	87.1
日落黄	92.3	96.1	99.1	98.1	92.8	101	95.3	103	94.0	98.0	87.0	99.9
喹啉黄 2	86.9	92.4	96.6	99.4	87.7	94.1	97.6	94.2	86.0	97.2	82.9	97.7
诱惑红	92.3	96.7	92.5	99.6	88.1	95.9	92.8	96.9	89.7	96.9	95.1	100
酸性红	94.8	96.5	94	97.4	97.8	102	89.5	92.7	95.4	97.7	90.9	96.9
亮蓝	86.9	92.3	84.6	86.1	90.6	99.1	89.6	93.5	92.3	96.1	84.8	91.2
喹啉黄 3	87.2	96.8	95.5	103	86.4	93.6	75.2	77.8	82.5	94.9	84.5	88.5
喹啉黄 4	85.9	94.3	98.4	100	93.9	97.8	80.6	83.3	87.4	95.6	87.0	99.9
赤藓红	78.3	82.6	80.9	83.2	85.6	92.3	80.1	85.2	78.3	86.5	82.9	84.4

二、样品净化（Copure® PWAX，150mg/6mL）

活化：依次用 6mL 甲醇和 6mL 水活化；
上样：将上述待净化液过柱，弃掉流出液；
淋洗：依次用 6 mL 水和 6ml 甲醇淋洗，抽干小柱；
洗脱：6 mL 2% 氨化甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，于 45 °C 氮吹仪浓缩至 0.3 mL 左右，加入乙酸铵溶液（pH=9.0）复溶至 2mL，涡旋混匀，过 PTFE 滤膜，上机。

三、仪器条件

仪器：液相色谱仪，ThermoFisher U3000
色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)
流动相：A：0.02mol/L 乙酸铵溶液 B：甲醇
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1
流速：1.0 mL/min
柱温：30 °C
进样量：10 μL
检测器：紫外检测器
检测器波长范围：400~800 nm，柠檬黄、喹啉黄的测定波长为 415 nm；新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、酸性红、赤藓红的测定波长为 520 nm；亮蓝、靛蓝的测定波长为 630 nm。

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.01	90	10
12.0	65	35
19.0	55	45
22.5	50	50
23.0	45	55
24.0	35	65
34.0	35	65
35.0	90	10
42.0	90	10

标液、果冻、饮料、蛋糕、酱卤鸭翅根和薯片中着色剂色谱图

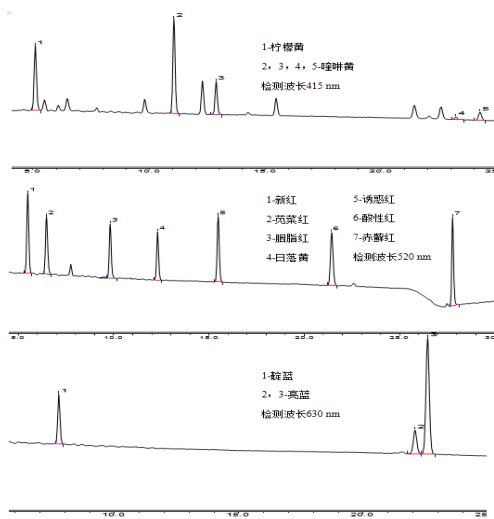


图 1 11 种合成着色剂标准溶液 (5.0 mg/kg) 色谱图

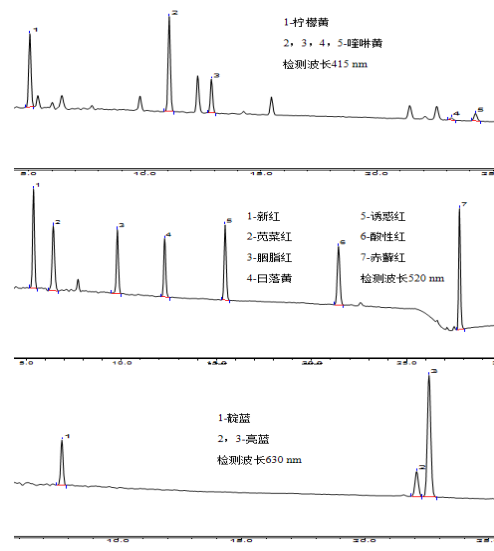


图 4 蛋糕添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

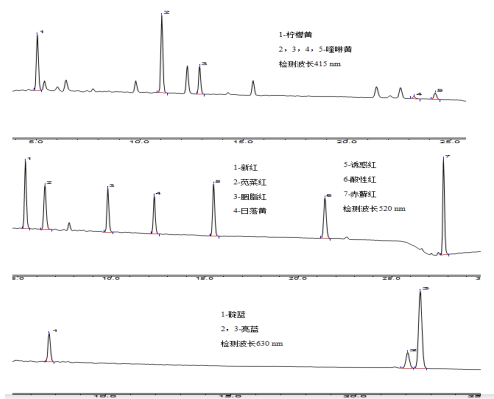


图 2 果冻添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

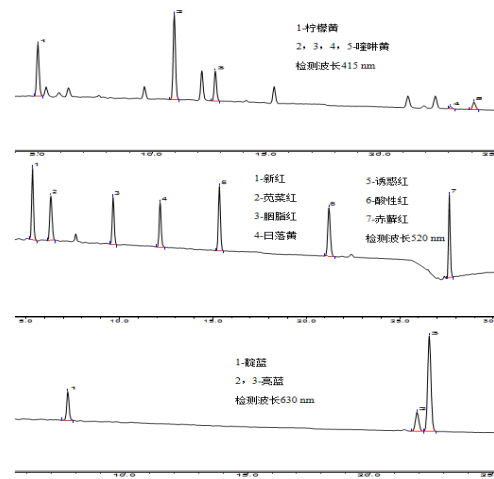


图 5 酱卤鸭翅根添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

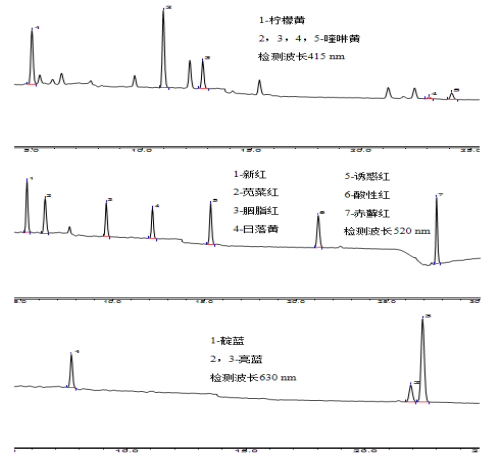


图 3 饮料添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

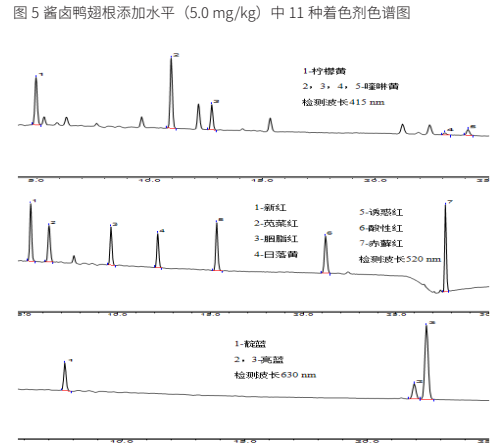


图 6 薯片添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COPWAX6150	Copure® PWAX 固相萃取柱, 150mg/6mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF250-22-PTFE-HL	PTFE 针式过滤器, 直径 25 mm, 孔径 0.22 μm, 亲水系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

奶茶中 8 种合成着色剂的含量测定（Copure® PWAX）

合成着色剂可以改善食品色泽，刺激感官，增加食欲，在日常生活中应用范围日益广泛，是现代食品工业中装点食品的重要添加剂，但过量使用会对人体健康造成损害。奶茶，含有大量的蛋白、脂肪和糖分，在测定合成着色剂时，该成分容易使固相萃取柱堵塞，导致上柱流速慢，前处理耗时。本方案通过在提取液中加入硫酸锌溶液作为沉淀剂，可大幅度减少蛋白、脂肪和糖分等带来的不利影响。以乙醇氨水溶液提取，混合弱阴离子交换柱净化，高效液相色谱法检测，成功测定了奶茶中柠檬黄、日落黄、新红、胭脂红、苋菜红、诱惑红、亮蓝和赤藓红这 8 种合成着色剂，本方案操作简单实用，灵敏度高，准确，可满足日常检测需求。

一、样品提取

称取 2.0 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 硫酸锌溶液（120 g/L），混匀后，乙醇氨水溶液 25 mL，涡旋混合 1 min，超声提取 15 min，以 8000 r/min 离心 5 min，取上清液于干净 50 mL 离心管中，再加入 15 mL 提取液重复提取 1 次，合并上清液，定容到 50 mL（若浑浊再次离心），取 10 mL 上清液，在 50℃下氮气浓缩至 2 mL，再加入 10 mL 5% 甲醇水溶液，混匀后作为待净化液。

注：乙酸氨水溶液：乙醇 700 mL，氨水 4 mL，用水定容至 1 L。

二、样品净化（Copure® PWAX，150mg/6mL）

活化：依次用 6mL 甲醇和 6mL 水活化；
上样：将上述待净化液过柱，弃掉流出液；
淋洗：依次用 5 mL 水和 5 mL 甲醇淋洗，抽干小柱；
洗脱：8 mL 2% 氨化甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，于 45℃氮吹仪浓缩至 0.3 mL 左右，加入 0.02mmol/L 乙酸铵溶液（pH=9.0）复溶至 2mL，涡旋混匀，过 PTFE 滤膜，上机。

三、仪器条件

仪器：液相色谱仪，ThermoFisher U3000
色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)
流动相：A：0.02mol/L 乙酸铵溶液
B：甲醇
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1
流速：1.0 mL/min 柱温：30℃
进样量：10 μL 检测器：紫外检测器
检测器波长范围：400~800 nm，柠檬黄测定波长为 415 nm；新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、赤藓红测定波长为 520 nm；亮蓝测定波长为 630 nm。

订购信息

货号	描述	包装
COPWAX6150	Copure® PWAX 固相萃取柱，150mg/6mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF250-22-PTFE-HL	PTFE 针式过滤器，直径 25 mm，孔径 0.22 μm，亲水系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.01	90	10
12.0	65	35
19.0	55	45
22.5	50	50
23.0	45	55
24.0	35	65
34.0	35	65
35.0	90	10
42.0	90	10

四、实验结果

加标回收实验结果

表 2 加标水平为 5 mg/kg 回收结果

目标物	回收率 %		平均回收率 %
	1	2	
柠檬黄	96.5	94.7	95.6
新红	97.4	101.3	99.4
苋菜红	94.1	95.3	94.7
胭脂红	101.6	98.7	100.2
日落黄	98.5	102.6	100.6
诱惑红	93.8	92.4	93.1
亮蓝	94.3	96.5	95.4
赤藓红	89.3	85.3	87.3

奶茶中着色剂色谱图

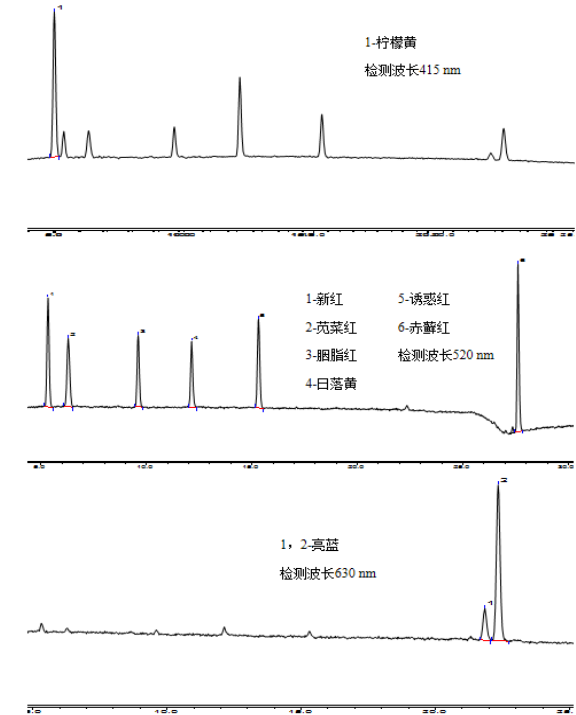


图 1 奶茶添加水平（5.0 mg/kg）中 8 种着色剂色谱图

辣椒酱中酸性橙 II 号的测定（Copure® 酸性橙 II 专用柱）

《SN/T 3536-2013 出口食品中酸性橙 II 号的检测方法》

辣椒酱作为食品或者调味剂在人们的日常生活中是很常见的，作为可食用原料，其食用安全性是十分重要的。色素添加剂是影响辣椒酱质量安全的关键风险因素之一，酸性橙 II 作为非食用型色素在食品中是禁止加入的，但因其色泽鲜艳价格低廉，一些不法商贩会将其作为色素掺杂在辣椒中牟利，长期摄入会对健康造成危害。

逗点生物结合自身产品优势，建立了固相萃取 - 高效液相色谱法测定辣椒酱中的酸性橙 II 含量的方法，样品在提取后，经离子交换固相萃取柱净化后，采用高效液相色谱仪结合紫外检测器测定。经验证，加标回收率范围 94-100%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

准确称取辣椒酱 2.0 g(精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管 (带盖) 中，加入 20 mL 甲醇 - 氨水溶 (甲醇：氨水：水 =7:2:1) 于涡旋振荡器振荡提取 10 min 后超声 30 min，然后 8000 r/min 离心 10 min，重复提取一次，合并上清液，至恒温数显水浴氮吹仪中 60℃ 氮吹浓缩至 10 mL，混匀后待净化。

1.2 净化（Copure® 酸性橙 II 专用柱，500 mg/6 mL）

分别用 3.0 mL 甲醇、3.0 mL 2% 甲酸水溶液活化 Copure® 酸性橙 II 专用柱 (货号：COSX6500)，然后将上述待净化提取液加入固相萃取柱。然后分别依次用 3.0 mL 2% 甲酸水溶液、3.0 mL 甲醇淋洗小柱，抽干。加入 10% 氨水甲醇 6 mL，抽干。（整个固相萃取过程流速控制在 1~2 滴 / 秒）收集洗脱液于玻璃氮吹管中，于 60℃ 下氮气吹至近干。加入 1.0 mL 一级水涡旋复溶，过滤（0.45μm PES 膜）至进样小瓶中，待测。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

1.4 标准曲线制备

准确吸取适量酸性橙 II 标准工作液，用水配制成 0.1、0.2、0.5、1.0、10.0 μg/mL 的标准工作溶液，以酸性橙 II 含量 (X, μg/mL) 为横坐标，不同浓度标准物质在 484 nm 处的色谱图面积 Y 为纵坐标，制作校准曲线，利用校准曲线对样品进行定量计算。

订购信息

货号	描述	包装
COSX6500	Copure® 酸性橙 II 专用柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	24 孔智能氮吹仪，含可视化界面	1 台 / 箱
SSF130-45-PES	PES, 孔径 0.45 μm，水系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

二、仪器条件

设备：Thermo Scientific UltiMate 3000
色谱柱：CommaSil®AQ-C18（4.6 mm*250 mm，5 μm）
检测器：紫外检测器
检测波长：484 nm
流动相：A：甲醇 B：20 mmol/L 乙酸铵
洗脱方式：等度洗脱（A：B=8:2）
流速：1 mL/min
进样体积：10 μL

三、实验测试结果

表 2 辣椒酱中酸性橙 II 加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (μg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
酸性橙 II	100	99.8	96.3	3.14
		95.0		
		94.2		

实验室按照上述实验制作标准曲线，相关系数为 0.9992，斜率为 0.8434，截距为 0.0054，线性关系良好。

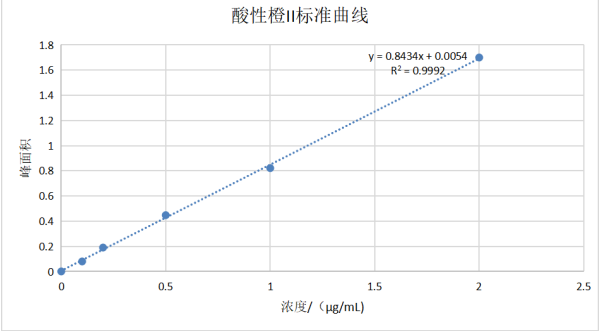


图 1 酸性橙 II 标准曲线

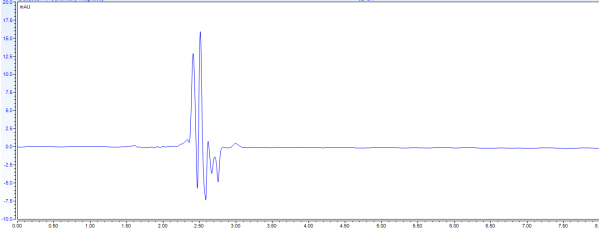


图 2 辣椒酱本底液相色谱图

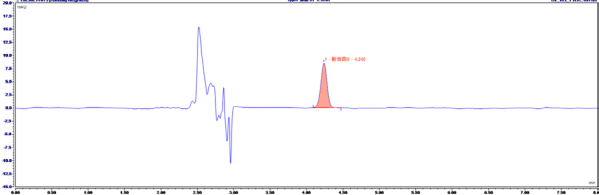


图 3 辣椒酱中酸性橙 II 的液相色谱图 (加标浓度 100 μg/kg)

食品中 N- 二甲基亚硝胺的测定（QuEChERS 结合 GC-MS/MS 外标法）

一、适用范围

适用于肉及肉制品、水产动物及其制品中 N- 二甲基亚硝胺 (NDMA) 的测定。

二、仪器和试剂

气相色谱 - 串联质谱仪：Agilent 8890-7000D，EI 源；
多管涡旋混匀仪（货号：SDC-3000-D）；
离心机：TGL-16A；乙腈：色谱纯；
均质子（货号：009903B）；
QuEChERS 萃取盐包（货号：COQ050335）；
QuEChERS 净化管（货号：COQ015335）。

三、样品前处理

准确称取经粉碎的样品 10 g(精确至 0.001g)，置于 50 mL 离心管中，加入 10.0 mL 乙腈，再加入均质子和 QuEChERS 萃取盐包，涡旋震荡提取 15 min，9000 r/min 离心 2.0 min。转移上清液 5.0 mL 于 QuEChERS 净化管中，涡旋震荡 15 min，以 9000 r/min 离心 2.0 min，取上清液过 0.22 μm 有机滤膜，滤液上 GC-MS/MS 测定。

四、仪器条件

仪器设备：气相色谱 - 串联质谱仪 Agilent 8890-7000D
气相条件

- 4.1 色谱柱：Agilent HP-INNOWAX(30.0 m*0.25mm*0.25 μm)；
- 4.2 程序柱温：初始温度 40℃，10℃ /min 的速率升温到 80℃，再以 2℃ /min 的速率升温到 100℃，再以 40℃ /min 的速率升温到 240℃，保持 2 min；
- 4.3 载气：氮气 (≥ 99.999%)，速率 1.0 mL/min；
- 4.4 进样口温度：220℃；
- 4.5 进样方式：不分流进样，1.0 min 后开阀；
- 4.6 进样量：2.0 μL；

质谱条件

- 4.7 电离方式：EI，电压 70 eV；
- 4.8 离子源温度：230℃，四级杆温度：150℃；
- 4.9 传输线温度：250℃；
- 4.10 测定方式：反应监测模式 (SRM)；
- 4.11 碰撞气：氮气 (≥ 99.999%)；
- 4.12 溶剂延迟：8.0 min；

对应监测参数如下表

表 1 NDMA 监测参数表 (* 为定量离子)

化合物名称	保留时间 RT/min	监测离子对 (m/z)	碰撞能量 (CE)/eV
NDMA	10.27	74.1- > 42.1	15
		74.1- > 44.1*	5

数据处理结果

表 2 NDMA 加标回收实验结果

样品	加标浓度 (μg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD(%)
干河鱼	3.99	93.5	94.8	1.42
	3.99	96.2		
	4.00	94.7		
腊肠	3.97	99.9	98.3	1.39
	3.99	97.7		
	3.99	97.4		
干鱿鱼	3.96	94.9	90.0	4.71
	3.99	87.6		
	4.01	87.5		
鲜虾	3.99	90.5	89.2	1.33
	3.99	88.2		
	4.00	88.8		

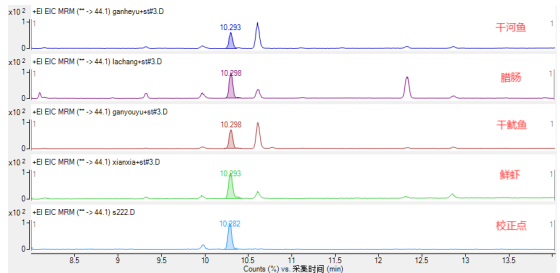


图 1 NDMA 校正点（浓度 2.00 μg/L）及基质加标的提取离子（m/z 74.1->44.1）色谱图

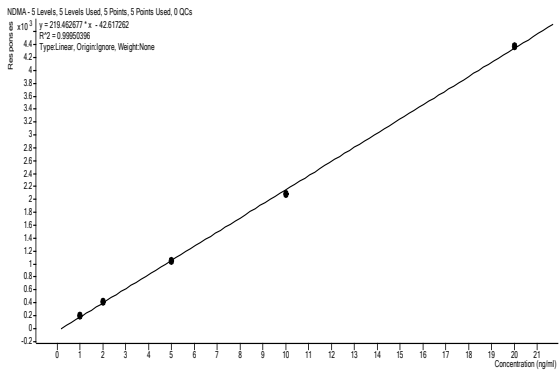


图 2 校正曲线

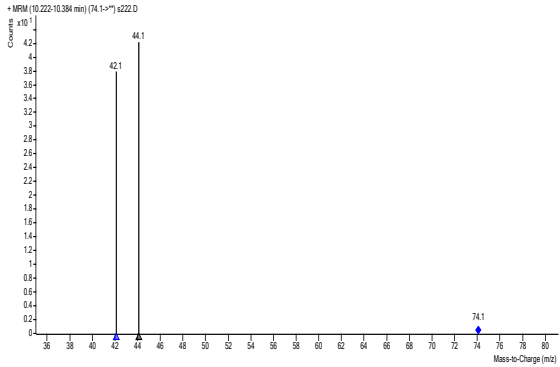


图 3 NDMA 质谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ050335	QuEChERS 萃取盐包 +50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015335	QuEChERS 净化管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
009903B	均质子	100 个 / 瓶
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

豆制品中碱性嫩黄的测定（Copure® QuEChERS 净化管）

《BJS 202204 豆制品中碱性嫩黄等 11 种工业染料的测定》

本方案以 BJS 202204 为参考，建立了 QuEChERS 高效液相色谱 - 串联质谱法快速测定豆制品中碱性嫩黄萃取净化方法，进行低中高三水平基质加标，回收率在 85%-95% 范围内。

一、样品提取

准确称取粉碎后的腐竹 1 g（精确至 0.0001g）置于 50 mL 具塞离心管中，加入 5 mL 纯水分散混匀，再准确加入 5 mL 乙腈和 1 g 氯化钠，涡旋混合 1 min，超声 20 min，在 8000 r/min 下高速离心 5 min，静置取上层乙腈溶液，待净化。

二、样品净化

取 1.5 mL 待净化液于 QuEChERS 净化管中（货号：COQ002029），涡旋震荡净化 1 min，静置分层，液体过 0.22 μm 有机相滤膜，上 LC-MS/MS 测定。

三、基质标准曲线溶液的制备

分别准确称取与试样基质相同或相近的阴性样品 1 g（精确至 0.0001 g）共 5 份，按提取净化步骤制备空白净化液，用空白净化液稀释标准溶液，配制浓度为 0.2 ng/mL、0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL 基质标准曲线。

四、仪器条件

4.1 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）
色谱柱：Commasil® BEH-C18（2.1 mm×100 mm，3 μm）
流动相：A：0.1 % 甲酸水（含 5 mmol/L 乙酸铵） B：乙腈
流速：0.3 mL/min
柱温：35℃
进样量：10 μL
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1：梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	80	20
1.5	80	20
2	20	80
3.5	20	80
4	80	20
5	80	20

4.2 质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V

订购信息

货号	描述	包装
COQ002029	50 mg C18+50 mg PSA+100 mg MgSO4，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器 直径 13mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

鞘气压力：40 arb 辅气压力：2 arb
离子传输管：380 °C 辅气温度：350 °C
表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

名称	保留时间/min	母离子	子离子
碱性嫩黄	2.96	268.1	147.0*、131.0

五、实验结果

表 3 碱性嫩黄加标回收实验结果

化合物	腐竹					
	2.0 μg/kg		10.0 μg/kg		40.0 μg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
碱性嫩黄	91.8	6.53	85.8	4.88	88.4	5.10

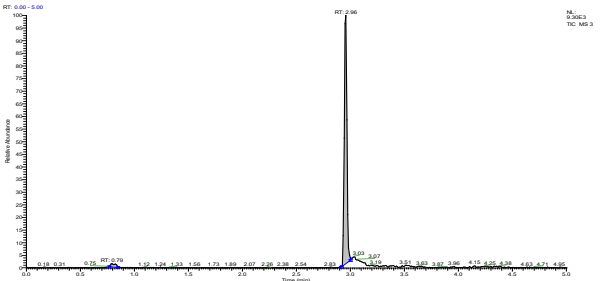


图 1 加标水平为 2.0 μg/kg 时腐竹中碱性嫩黄总离子流图

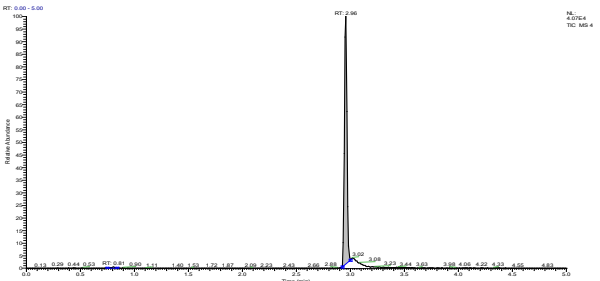


图 2 加标水平为 10.0 μg/kg 时腐竹中碱性嫩黄总离子流图

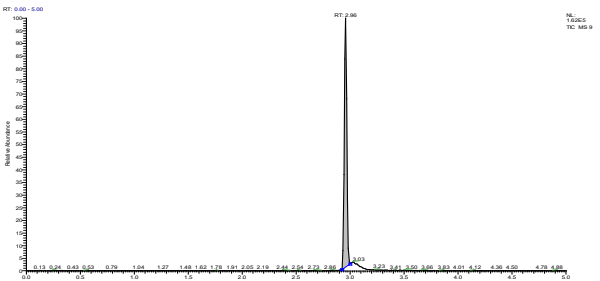


图 3 加标水平为 40.0 μg/kg 时腐竹中碱性嫩黄总离子流图

豆芽中 4 种植物生长素的 UPLC/MS/MS 测定（Copure® QuEChERS）

《BJS 201703 豆芽中植物生长激素的测定》

一、样品提取

准确称取 10.0 g 经粉碎的豆芽置于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 含 1% 甲酸乙腈溶液，2500 rpm 涡旋混匀 5 min；然后加入 QuEChERS 萃取盐包（4 g 无水硫酸镁和 1 g 无水醋酸钠），立即手动振摇 30 s，涡旋 2 min；再以 5000 r/min 离心 5 min，使乙腈和水分层，上层乙腈层待净化。

二、样品净化

精密量取上层乙腈层 5 mL 置于 QuEChERS 15 mL 净化管（300 mg 无水硫酸镁、100 mg C18）中，2500 rpm 涡旋混匀 2 min，以 5000 r/min 离心 5 min，移取上层清液 4 mL 于另一 15 mL 离心管中，45℃水浴氮吹至干，用甲醇定容至 1 mL，过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、标曲配制

称取空白豆芽样品 10.0 g 按照上述一、二步骤操作，作为空白基质提取液；分别精密量取一定量的混合标准液加入到空白基质提取液中，用甲醇定容至 1 mL，配制成适当浓度的基质混合标准工作溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）
色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm)
流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵
 B：甲醇（0.1% 甲酸）
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
2.0	70	30
3.5	10	90
4.0	10	90
4.1	95	5
5.0	95	5

流速：0.3 mL/min 柱温：35℃ 进样量：5 μL

质谱条件

离子源：HESI 电喷雾电压：3500 V

订购信息

货号	描述	包装
COQ050025H	4 g 硫酸镁、1 g 无水醋酸钠，50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015014H	300 mg 硫酸镁、100 mg C18，15 mL 离心管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	NL 滤膜，直径 47 mm，孔径 0.22 μm，水系	200 片 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

鞘气压力：35 arb 辅气压力：3 arb
离子传输管：380℃ 辅气温度：420℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

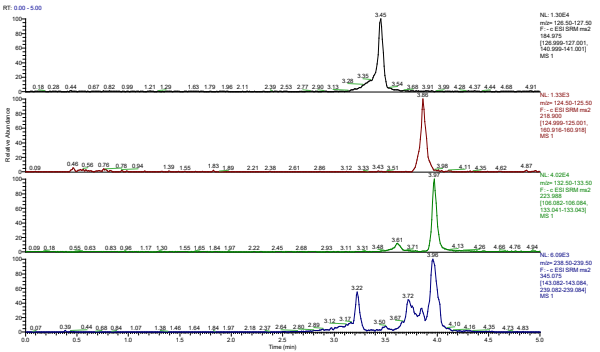
名称	保留时间/min	母离子	子离子
赤霉素	3.22	344.9	133.0*, 106.0
6- 苄基腺嘌呤	3.97	224.2	142.5*, 238.9
4- 氯苯氧乙酸	3.45	184.8	161.0*, 125.1
2,4- 二氯苯氧乙酸	3.86	218.9	126.7*, 110.7

五、实验结果

表 3 豆芽中 4 种植物生长激素加标回收结果（25.0 μg/kg）

目标物	回收率（%）				平均回收率（%）	RSD（%）
	1	2	3	4		
赤霉素	96.96	88.74	96.19	91.44	93.3	4.2
6- 苄基腺嘌呤	83.47	86.42	90.84	83.81	86.1	3.9
4- 氯苯氧乙酸	93.66	87.35	89.32	86.91	89.3	3.4
2,4- 二氯苯氧乙酸	78.48	77.82	78.50	75.41	77.6	1.9

豆芽中植物生长激素检测色谱图如下：



从上至下出峰顺序依次为：4- 氯苯氧乙酸、2,4- 二氯苯氧乙酸、6- 苄基腺嘌呤、赤霉素。

注意事项：

- 该实验采用 UPLC/MS/MS 检测，对部分目标物有基质抑制效应，如 6- 苄基腺嘌呤，建议配制基质混合标准工作液进行定量，校正回收率。
- 在标准《BJS 201703》中，只取 4 mL 提取液进行净化，离心后取全部净化液氮吹复溶，但在实际操作中，离心后实际氮吹复溶的净化液体积不到 4 mL，会造成检测结果偏低，建议取 5 mL 提取液净化，再精密量取 4 mL 净化液氮吹复溶。

辣椒粉中苏丹红的测定（CLB 苏丹红专用净化柱）

一、样品提取

准确称取辣椒粉样品 1.0 g（精确至 0.01 g），加入 10 mL 乙腈，涡旋混匀，超声提取 10 min，8000 r/min 离心 3 min，取上清液于另一干净离心管中，重复上述操作一次，合并两次提取液，取其中 10 mL 50℃下氮吹至 5 mL 以下，加入等体积 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液，再加入适量纯净水（约 1~2 毫升），涡旋混匀，待净化。

二、样品净化

配制平衡液：取一定量乙腈，加入等体积 2% 氢氧化钠水溶液，再加入适量超纯水，直至混匀成均相体系，不分层，此为平衡液。

净化小柱：CNB 苏丹红专用净化柱

活化和平衡：乙腈 6 mL，平衡液 5 mL 依次过柱

上样：将样品提取后的待净化液过柱，并用平衡液 5 mL 分两次冲洗离心管，一并过柱

淋洗：先加超纯水 6 mL 过柱淋洗，再加入乙腈淋洗，直至淋洗流出液呈无色，最后加入乙酸乙酯 5 mL 淋洗

洗脱：5 mL 5% 甲酸乙酸乙酯溶液洗脱

收集全部洗脱液，50℃下氮吹至干，用 1 mL 乙腈复溶，过 PTFE 膜，待上机。

三、仪器条件

仪器：UltiMate 3000（Thermofisher Scientific），配 DAD 检测器

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18（4.6 mm×250mm，5 μm）

流动相：乙腈 / 0.2% 磷酸水 = 95/5（V/V）

流速：1 mL/min

柱温：30℃

进样量：20 μL

检测波长：478 nm、520nm

四、实验结果

表 1 辣椒粉中苏丹红加标回收实验结果

目标物	加标浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%，n=3)
苏丹红 I	0.2	83.36	1.80
	0.5	91.86	1.16
	1.0	94.04	3.39
苏丹红 II	0.2	100.3	2.33
	0.5	100.8	2.39
	1.0	98.91	2.86
苏丹红 III	0.2	91.10	4.78
	0.5	99.73	1.64
	1.0	96.23	2.69
苏丹红 IV	0.2	92.06	1.97
	0.5	97.13	1.07
	1.0	92.76	2.11

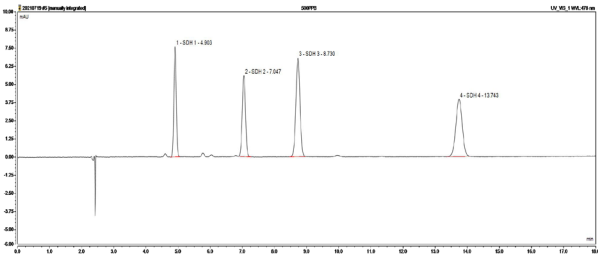


图 1 浓度为 500 μg/L 的苏丹红标准品液相色谱图（478 nm）

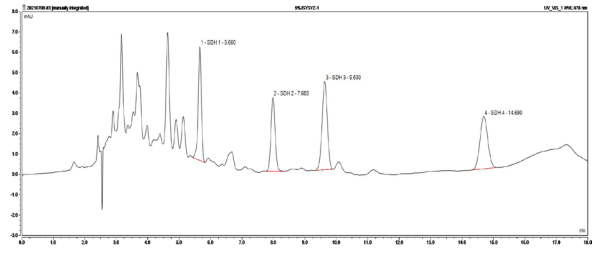
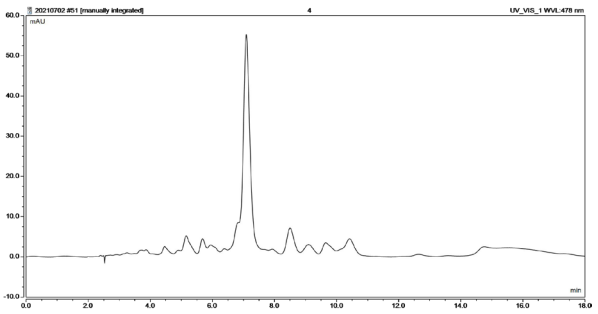


图 2 辣椒粉中苏丹红液相色谱图

加标浓度为 1 mg/kg 的辣椒粉使用分子印迹柱（上图）及 CLB 苏丹红专用净化柱（下图）前处理后上机对比图，基质效应减弱，目标峰可准确积分。

表 2 苏丹红校准曲线参数

目标物	曲线方程	R2
苏丹红 I	y= 0.0013X-0.0033	0.99987
苏丹红 II	y=0.0013X-0.0011	0.99991
苏丹红 III	y=0.0021X-0.0130	0.99987
苏丹红 IV	y=0.0019X-0.0150	0.99984

备注：其它基质的样品可以参照此方案的前处理方法做细微调整。

订购信息

货号	描述	包装
COCLB66	CLB 苏丹红专用净化柱，6 mL×5 支	30 支 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE / 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

辣椒粉中苏丹红检测的分子印迹固相萃取方法（Copure® 苏丹红分子印迹专用柱）

本方法适用于辣椒粉中苏丹红的测定

一、样品提取

准确称取辣椒粉 0.5 g 于 15 mL 离心管中，加入 5 mL 正己烷，涡旋混合 1 min，超声 5 min，3000 r/min 离心 5min，取上清液；上述步骤重复提取 4 次，合并所有上清液，于 40℃ 下氮吹浓缩至约 4 mL，待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® MIP SuDan，500 mg/6 mL）

活化：苏丹红分子印迹柱使用前用 5 mL 正己烷活化。
上样和洗脱：往柱中加入待净化液；再加入 5 mL 正己烷淋洗，弃去流出液，再加 5 mL 乙酸乙酯进行洗脱，收洗脱液。
重新溶解：洗脱液 40℃ 氮吹近干，1 mL 乙腈定容，涡旋 1 min，经滤膜过滤供 HPLC 测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：CommaSil® ODS(4.6 mm×150 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2487 紫外检测器
波长：478 nm
梯度洗脱：A：乙腈 B：0.1% 甲酸水溶液

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
---	85.0	15.0
5.0	85.0	15.0
7.0	95.0	5.0
21.0	95.0	5.0
22.0	85.0	15.0
27.0	85.0	15.0

流速：1.0 mL/min
进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 5.0 mg/kg 辣椒粉中苏丹红的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
苏丹红 I	96.9	99.5	99.5	98.6	1.5
苏丹红 II	86.2	89.3	96.0	90.5	5.5
苏丹红 III	93.4	97.6	96.0	95.6	2.2
苏丹红 IV	89.0	101.2	95.3	95.2	6.4

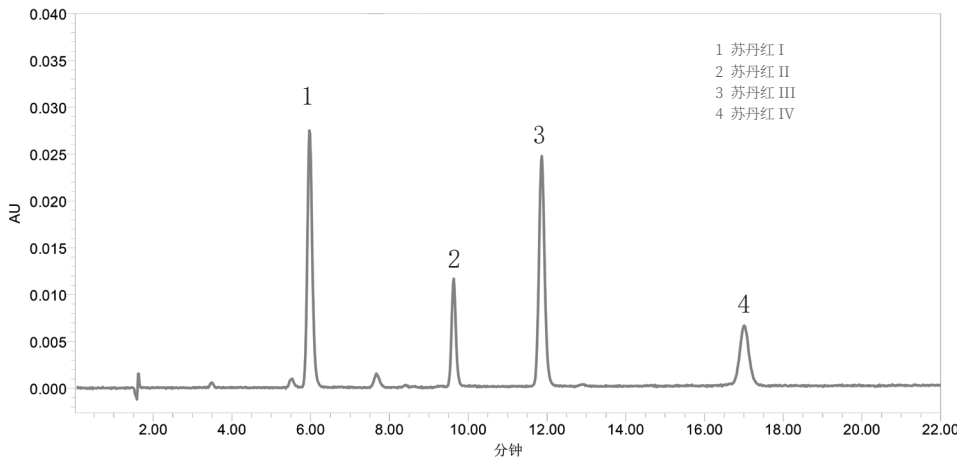


图 1 添加水平为 5.0 mg/kg 苏丹红标准液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMIPSD6500	Copure® 苏丹红分子印迹专用柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF250-45-NL	尼龙 / Φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒
CS461505OOS	CommaSil® ODS 柱，4.6 mm×150 mm, 5 μm	1 根 / 盒

辣椒粉中苏丹红检测的固相萃取方法（Copure® 苏丹红检测专用柱）

《GB/T 19681-2005 食品中苏丹红染料的检测方法 高效液相色谱法》

一、样品提取

准确称取辣椒粉 0.5 g 于 50 mL 玻璃离心管中，加入 5 mL 正己烷，超声提取 5 min，离心取上清液；重复提取两次，合并正己烷提取液；氮气吹至提取液剩余约 5 mL，备用。

二、SPE 柱净化（Copure® SuDan，1000 mg/6 mL）

活化：固相萃取柱使用前用 10 mL 正己烷活化。

上样和洗脱：往固相萃取柱中加入备用液；加入约 5-10 mL 正己烷淋洗（淋洗液体积视含油量及色带下降情况进行调整），再用 60 mL 7.5% 丙酮 / 正己烷溶液洗脱，收集洗脱液。

定容：洗脱液 40℃ 氮吹至近干，丙酮定容至 5 mL，涡旋混匀，滤膜过滤供 HPLC 测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：478 nm

流动相：A：乙腈 B：0.1% 甲酸水溶液

洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	85.0	15.0
5.0	85.0	15.0
7.0	95.0	5.0
21.0	95.0	5.0
22.0	85.0	15.0
27.0	85.0	15.0

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 2.0 mg/kg 辣椒粉中苏丹红含量的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
苏丹红 I	100.9	99.6	100.1	100.2	0.7
苏丹红 II	95.0	91.5	99.0	95.2	3.8
苏丹红 III	99.0	102.0	95.8	98.9	3.1
苏丹红 IV	102.8	107.2	108.6	106.2	3.0

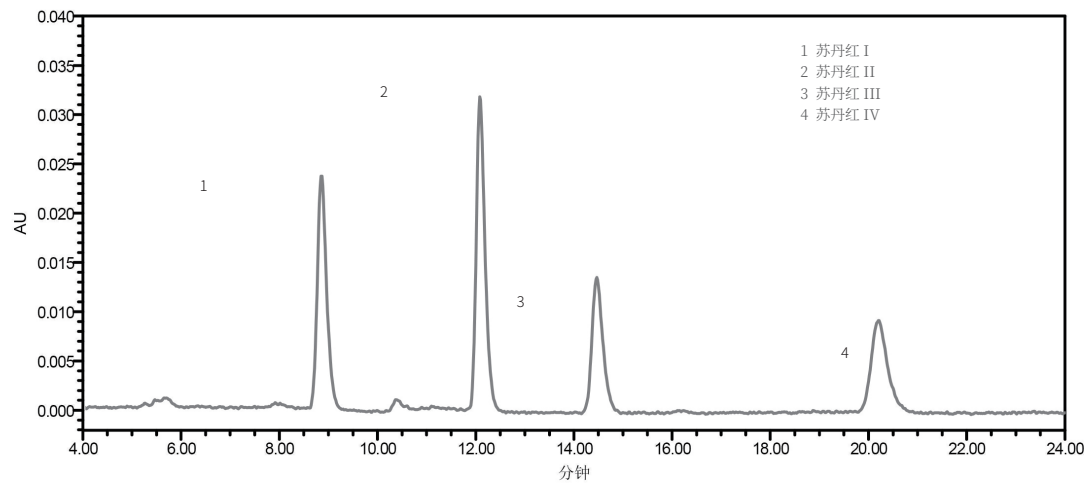


图 1 添加水平为 2.0 mg/kg 苏丹红检测的标准液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COSD61000	Copure® 苏丹红检测专用柱，1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF250-45-NL	尼龙 /Φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-TL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯瓶盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

茶叶和婴幼儿配方奶粉中氯酸盐和高氯酸盐 LC-MS/MS 测定

(Copure®HLB Lim)

《BJS 201706 食品中氯酸盐和高氯酸盐的测定》

近年来，食品中氯酸盐和高氯酸盐作为一类新型污染物，能抑制人体甲状腺对碘的吸收，进而影响代谢和发育，危害人的健康，尤其是孕妇、胚胎、婴儿最容易受到危害，也因此引起了广泛关注。

逗点生物采用 HLB Lim 固相萃取柱，建立了 LC-MS/MS 检测茶叶和婴幼儿配方奶粉中氯酸盐和高氯酸盐残留量的方法，该法样品处理简单，检测灵敏度高，可获得出色的回收率（90%~110 %）及较低的 RSD（< 5 %），适合于食品中氯酸盐和高氯酸盐的定性定量分析。

一、实验过程

1.1 样品提取

1.1.1 茶叶

准确称取粉碎后的茶叶 1 g（精确至 0.001g）试样置于 50 mL 具塞离心管中，加入混合同位素内标液，准确加入 7.0 mL 超纯水，涡旋振荡 5 min，再准确加入 13.0 mL 甲醇，混匀，超声提取 10 min，振荡提取 30 min，10000 r/min 离心 10 min，取上清液待净化。

1.1.2 婴幼儿配方奶粉

准确称取 2 g（精确至 0.001 g）试样置于 50mL 具塞离心管中，加入混合同位素内标液，准确加入 5.0 mL0.1 % 甲酸水溶液，迅速混匀，置于 45 °C 水浴超声 20 min，涡旋振荡 5 min，再准确加入 10.0 mL 甲醇，混匀，10000 r/min 离心 10 min，取上清液待净化。

1.2 样品净化

吸取约 3.0 mL 上述上清液，过 HLB Lim 固相萃取柱，弃去约 1 mL 流出液，收集续滤液，供液相色谱-串联质谱仪测定。

二、仪器条件

2.1 色谱条件

仪器：液相色谱-串联质谱仪，配有电喷雾离子源（ESI 源）
色谱柱：Acclaim Trinity P1 3.0µm 2.1×50mm Column
流动相：A：20mmol/L 甲酸铵溶液 B：乙腈
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1
流速：0.5 mL/min 柱温：室温 进样量：4 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
Initial	30	70
3.00	10	90
7.00	10	90
8.00	30	70
10.0	30	70

2.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI 源）
检测方式：多反应监测（MRM）
气帘气（CUR）：35.0 psi 碰撞气（CAD）：9 psi
离子化电压（IS）：-4500 V 离子源温度：500 °C
喷雾气（GS1）：55.0 psi 辅助加热器（GS2）：55.0 psi

表 2 组分名称、特征离子及质谱参数一览表（* 为定量离子）

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量 eV	去簇电压 eV	离子化方式
氯酸根	83.000	67.000*	-28.040	-59.310	ESI-
	85.000	69.000	-26.030	-64.430	ESI-
高氯酸根	99.000	83.000*	-33.370	-48.740	ESI-
	101.000	85.000	-48.540	-52.940	ESI-
氯酸根内标	89.000	71.000*	-33.190	-29.160	ESI-
高氯酸根内标	107.000	89.000*	-37.860	-12.140	ESI-

三、实验结果

表 3 茶叶和婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐实验结果

基质	化合物名称	添加水平 (µg/kg)	回收率 (%)	RSD(n=3)/%
茶叶	氯酸盐	400	99.5	0.714
	高氯酸盐	200	99.7	0.713
婴幼儿配方奶粉	氯酸盐	150	110	2.53
	高氯酸盐	75.0	104	0.681

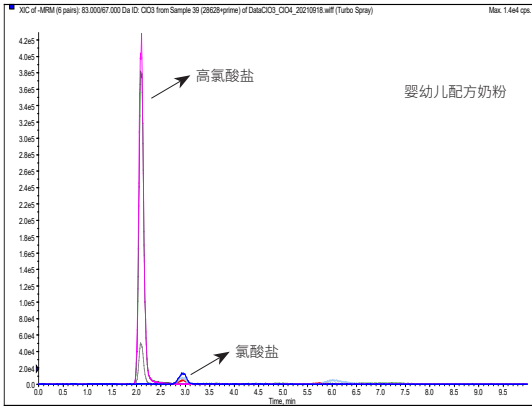
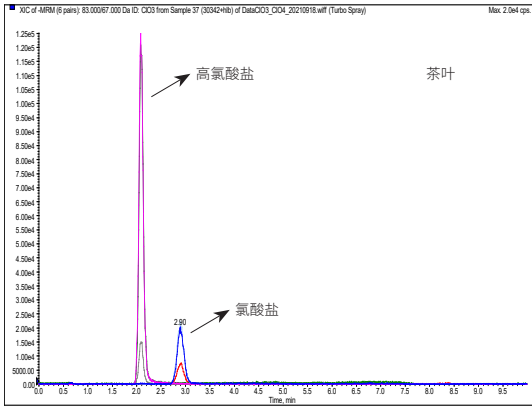


图 1 茶叶和婴幼儿配方奶粉中氯酸盐与高氯酸盐总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 净化柱，200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 µm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE / 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

食用油中抗氧化剂检测的固相萃取方法（Copure® 抗氧化剂专用柱）

本方法适用于食用油中抗氧化剂的检测

一、样品提取

准确称取食用油 1.0 g 于 50 mL 离心管中，加入乙腈 10 mL，涡旋 2 min，4000 r/min 离心 5 min，上清液转移至另一离心管中，再向离心管中加入 10 mL 乙腈重复提取一次，合并上清液，待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® ATO, 2000 mg/12 mL）

活化：抗氧化剂专用柱使用前用 5 mL 甲醇、5 mL 乙腈活化。

上样和洗脱：往固相萃取柱中加入待净化液，收集流出液；加入 10 mL 乙腈 - 甲醇溶液（2:1, v/v）洗脱，收集洗脱液，合并。

重新溶解：洗脱液于 40℃ 下旋蒸至近干，用 1 mL 乙腈溶解，经 0.22 μm 滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：280 nm

流动相：A: 甲醇

B: 0.5% 甲酸水

洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
--	50.0	50.0
5.0	50.0	50.0
15.0	80.0	20.0
20.0	80.0	20.0
25.0	90.0	10.0
27.0	50.0	50.0
30.0	50.0	50.0

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 10.0 mg/kg 食用油中抗氧化剂的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
BHA	106.6	106.1	113.7	108.8	3.9
BHT	107.0	103.7	103.4	104.7	1.9
TBHQ	82.4	78.6	88.7	83.2	6.1

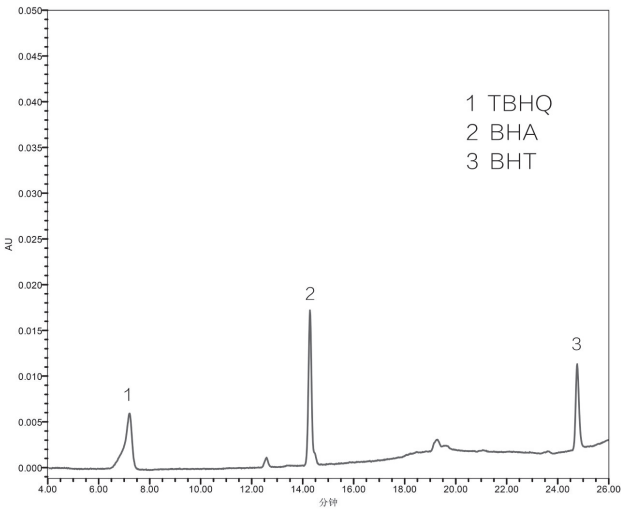


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 食用油中抗氧化剂检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COATO122000	Copure® 抗氧化剂专用柱, 2000 mg/12 mL	20 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

食用油中氯丙醇脂肪酸酯的测定 (GC-MS/MS 同位素内标法) (Copure® 氯丙醇专用柱)

《GB 5009.191-2019 食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定》

一、实验导读

氯丙醇脂肪酸酯是食用植物油加工过程中形成的一类潜在污染物，进入人体肠胃后在胰酶作用下可水解释放出具有致癌性的氯丙醇，其已成为近年来新出现的食品安全热点。自 2016 年以来，氯丙醇与氯丙醇脂肪酸酯已连续成为国家“食品中化学污染物及有害因素风险监测”的重点监测项目。逗点生物使用 biocomma® Copure® 氯丙醇专用柱，参考 GB 5009.191-2019《食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定》第三法进行样本前处理，对食用油中的氯丙醇脂肪酸酯进行测试验证，采用 GC-MS/MS 同位素内标法定量。经验证，采用 CopureR 氯丙醇专用柱，回收率 > 90%，CV 值 < 5%、可满足日常样本检测要求。

二、适用范围

适用于食用油或油脂中氯丙醇脂肪酸酯 3- 氯 -1,2- 丙二醇脂肪酸酯 (3-MCPDE) 和 2- 氯 -1,3- 丙二醇脂肪酸酯 (2-MCPDE) 的测定，检测结果以对应的 3- 氯 -1,2- 丙二醇 (3-MCPD) 和 2- 氯 -1,3- 丙二醇 (2-MCPD) 计算。

三、样品前处理

准确称取食用油样品 0.1-0.2 g(精确至 0.001g)，置于 15 mL 离心管中，加入 100 uL 氯丙醇酯同位素混合内标 (浓度 1.00 mg/L)，混匀。

加入 0.5 mL 甲基叔丁基醚-乙酸乙酯 (8+2) 混合液，加入 1.0 mL 甲醇钠- 甲醇溶液，旋紧盖子，涡旋混匀，室温反应 4.0 min，加入 100 uL 冰乙酸终止反应。

加入 3.0 mL 20% 的 NaBr 溶液，混匀，加入 3.0 mL 正己烷，涡旋震荡 30 s，静置，弃去正己烷层，重复进行一次正己烷净化，水相层待净化。

将水相溶液全部倒入 Copure® 氯丙醇专用柱 (货号：SLEB255000-GL) 中，溶液被全部吸收后，平衡 10 min，用乙酸乙酯 - 正己烷 (6+4) 进行洗脱，使用透明具塞 (盖) 玻璃管收集洗脱液 12 mL，氮吹至近干 (约 0.2 mL)，加入异辛烷 1.00 mL，涡旋混匀，待衍生。

向净化液中加入 50 uL 七氟丁酰基咪唑衍生剂，密塞。混匀后置于 70℃ 下衍生 20 min，冷却至室温，加入 3.0 mL 饱和食盐水，涡旋，使两相分层，且水相澄清，取上层有机相过 0.22 μm 有机滤膜，滤液转移至进样小瓶中供 GC-MS/MS 测定。

四、仪器条件

仪器设备：气相色谱 - 串联质谱仪 Agilent 8890-7000D
气相条件：

4.1 色谱柱：Agilent HP-5MS (30.0 m*0.25 mm*0.25μm)；
4.2 程序柱温：初始温度 50 °C，保持 1.0 min，以 2 °C / min 的速率升温到 90 °C，再以 40 °C /min 的速率升温到 270 °C，保持 5 min；

4.3 载气：氮气 (≥ 99.999%)，速率 1.0 mL/min；

4.4 进样口温度：250 °C；

4.5 进样方式：不分流进样，0.5 min 后开阀；

4.6 进样量：1.0 μL；

质谱条件：

4.7 电离方式：EI，电压 70 eV；

4.8 离子源温度：250 °C，四级杆温度：150 °C；

4.9 传输线温度：280 °C；

4.10 测定方式：反应监测模式 (SIM)；

4.11 碰撞气：氮气 (≥ 99.999%)；

4.12 溶剂延迟：5.0 min；

对应监测参数如下表：

表 1 氯丙醇衍生物监测离子表

化合物名称	内标	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
3-MCPD 衍生物	D5-3-MCPD	253	275
D5-3-MCPD 衍生物	—	257	278
2-MCPD 衍生物	D5-2-MCPD	253	75
D5-2-MCPD 衍生物	—	257	79

四、数据处理结果

表 2 食用油加标回收实验结果

样品	项目	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
食用油	3-MCPDE	107	105	1.98
		103		
		106		
	2-MCPDE	94.8	94.3	2.01
		92.2		
		95.9		

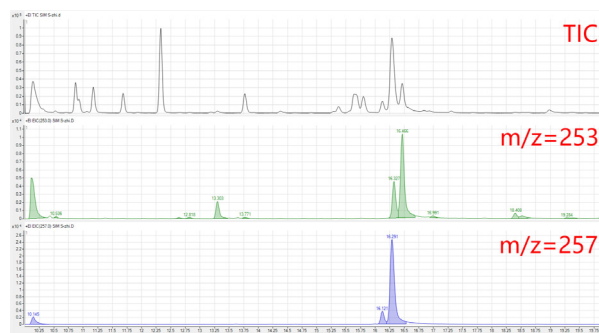


图 1 氯丙醇衍生物 (浓度 100 μg/L) TIC 及定量离子提取色谱图

订购信息

货号	描述	包装
SLEB255000-GL	氯丙醇专用柱，5g/25 mL	20 支 / 盒
SDC-3000-D	涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE / 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

粗粮中乙二胺四乙酸二钠含量的测定（Copure® MAX 固相萃取柱）

《GB 5009.278-2016 食品安全国家标准 食品中乙二胺四乙酸盐的测定》

乙二胺四乙酸二钠属于食品添加剂的一种，其作为稳定剂、凝固剂、抗氧化剂、防腐剂，可在特定类别的食品中使用。我国食品安全标准中规定了乙二胺四乙酸二钠作为食品中添加剂的使用规则、允许使用的食品种类和允许使用量的范围及残留量，但粮食中不允许添加乙二胺四乙酸二钠。

逗点生物针对粗粮中杂质较多、净化困难等特点，建立固相萃取 - 高效液相色谱法测定乙二胺四乙酸二钠的含量，样品经阴离子固相萃取柱净化后，对复杂基质具有较好的适用性。经测定，样本加标回收率在 100-110% 之间，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

粗粮粉碎后，称取 5.00 g (精确到 0.01 g) 到 50 mL 离心管，加入 25 mL 一级水，涡旋混匀，超声提取 20 min，8000 r/min 下离心 5 min，转移上清液。剩余残渣重提取一次，合并两次上清液，混匀待净化。

1.2 净化 (Copure® MAX 固相萃取柱，150 mg/6 mL)

依次使用 5.0 mL 甲醇和水活化平衡 MAX 小柱 (COMAX6150)，取 5.0 mL 待净化液全部过柱。然后依次加入 5.0 mL 水和 5.0 mL 甲醇淋洗小柱，弃去全部流出液，压干。用 4.5 mL 5% 甲酸甲醇水溶液（甲酸：甲醇：水 = 5:20:75）进行洗脱，收集洗脱液，压干小柱。

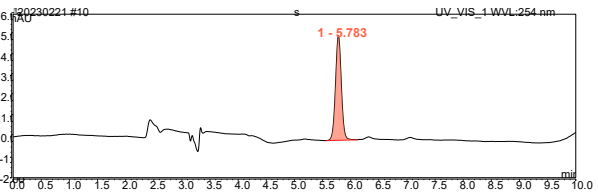


图 1 乙二胺四乙酸二钠校正点的液相色谱图（浓度 2.0 mg/L）

1.3 络合

洗脱液中加入 0.5 mL 三氯化铁溶液，涡旋混匀，超声 20 min。定容至 5.00 mL，过滤，供液相色谱测试。

三氯化铁溶液配制：称取 0.54 g 三氯化铁，加入 0.1 mL 盐酸，用水定容到 100 mL。

1.4 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

二、仪器条件

设备：Thermo Scientific UltiMate 3000

色谱柱：CommaSil® AQ-C18 5um 4.6*250mm

检测器：紫外检测器（检测波长 254 nm）

流动相：A：甲醇 B：四丁基溴化铵 - 乙酸钠混合溶液（pH=4.0）

洗脱方式：等度洗脱（A：B=15：85）

流速：0.8 mL/min

柱温：35°C

进样体积：10 µL

三、实验测试结果

表 1 粗粮中乙二胺四乙酸二钠加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
乙二胺四乙酸二钠	20.0	108	109	2.21
		110		
		108		

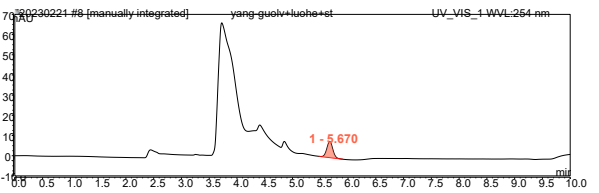


图 2 玉米粉中乙二胺四乙酸二钠加标液相色谱图（加标浓度 20 mg/kg）

订购信息

货号	描述	包装
COMAX6150	Copure® MAX 固相萃取柱，150 mg/6 mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
MF047-22-MCE	MCE，孔径 0.22 µm，水系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

饮料中乙酰磺胺酸钾的测定（Copure® ALN）

《GB/T5009.140-2003 饮料中乙酰磺胺酸钾的测定》

一、背景介绍

乙酰磺胺酸钾，别名安赛蜜，是一种食品添加剂（甜味剂）。经常食用甜味剂超标的食品会对人的健康造成危害。我国规定饮料中安赛蜜的最大限值为 3.0 g/kg。

本篇应用建立了固相萃取 - 高效液相色谱法测定饮料中的乙酰磺胺酸钾的方法，样品在提取后，经中性氧化铝固相萃取柱净化，采用高效液相色谱仪测定。经验证，加标回收率范围 95-105%，RSD 值小于 5%，满足要求。

二、仪器条件

仪器：ThermoFisher U3000
色谱柱：CommaSil® AQ-C18（4.6 mm*250 mm，5 μm）
检测器：紫外检测器
检测波长：230 nm
流动相：A：甲醇
 B：20 mmol/L 乙酸铵
洗脱方式：等度洗脱（A：B=3：97）
流速：0.8 mL/min
进样体积：10 μL

三、试验步骤

3.1 样品加标
移取 2.5 mL 市售饮料于 50 mL 离心管中，分别向其中加入 100 μL、500 μL、1000 μL 的乙酰磺胺酸钾标准储备液，进行三个水平的加标试验，且做平行样本（n=3）。

3.2 样本提取和净化（Copure® 中性氧化铝柱，1000 mg/6 mL）
将上述样品（4.2）分别用 20 mL 左右超纯水稀释，混匀后 8000 rpm 离心 5 min，上清液全部转入中性氧化铝柱（使用前用 5 mL 超纯水活化），收集过滤液，待水溶液流至柱表面时，加入 2.5 mL 流动相（甲醇：20 mmol/L 乙酸铵 =3:97），合并收集过滤液，用流动相定容至 25 mL，混匀后，超声脱气，过 0.22 μm 尼龙滤膜上机测试。

3.3 基质空白试验
称取试样（不加标准样品 - 乙酰磺胺酸钾），按上述步骤进行实验。

订购信息

货号	描述	包装
COALN61000	Copure® 中性氧化铝柱，1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF250-45-NL	尼龙，孔径 0.45 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

四、实验结果

4.1 校正曲线及色谱图

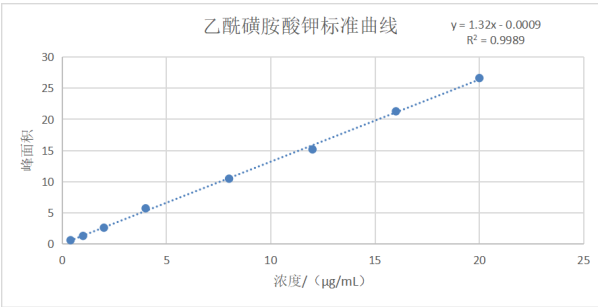


图 1 乙酰磺胺酸钾标准曲线

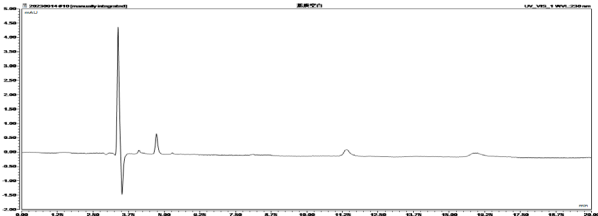


图 2 饮料本底的液相色谱图

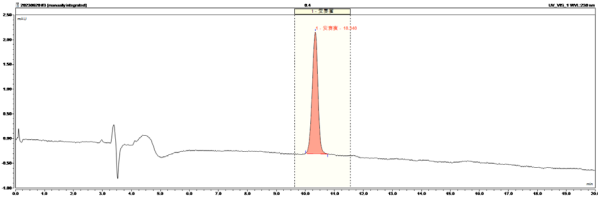


图 3 饮料中乙酰磺胺酸钾的液相色谱图（加标浓度 4.00 μg/g）

4.2 加标回收率结果

饮料中乙酰磺胺酸钾加标实验回收率结果详见表 1。

表 1 饮料中乙酰磺胺酸钾加标回收率结果

基质	目标物	加标浓度 (μg/g)	平均回收率 (%)	RSD (%)
			(n=3)	
饮料	乙酰磺胺酸钾	4.00	103	1.95
		20.0	99.8	1.14
		40.0	105	0.145

发酵乳中三氯蔗糖检测的固相萃取方法（Copure® C18）

《GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定》

一、样品提取

准确称取 4.0 g 试样于 50 mL 离心管中，加 220 g/L 乙酸锌和 106 g/L 亚铁氰化钾溶液各 200 μL，摇匀，加水 10 mL 振摇 30 min，离心，取出上清液于另一 50 mL 离心管中，再加水 10 mL 按上述步骤重复提取一次，合并两次上清液，用水定容至 20 mL，待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® C18，500 mg/6 mL）

活化：分别用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化柱子。

上样和洗脱：吸取 10 mL 上清液上柱，用 5 mL 水淋洗，抽干小柱，再用 4 mL 甲醇洗脱，收集流出液（整个上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 内）

重新溶解：洗脱液于 40℃氮吹至近干，用水定容至 1 mL，过 0.45 μm 滤膜上机。

三、仪器条件

仪器：Agilent Technologies 1290

色谱柱：Agilent 5 TC-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Agilent Technologies ELSD

流动相：A：水

B：乙腈

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间	A	B
-- --	70.0	30.0
4.0.	70.0	30.0
6.0	60.0	40.0
12.0	60.0	40.0
14.0	70.0	30.0

流速：0.5 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 添加水平为 12.5 mg/kg 发酵乳中三氯蔗糖的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
三氯蔗糖	99.2	98.4	98.8	98.8	0.4

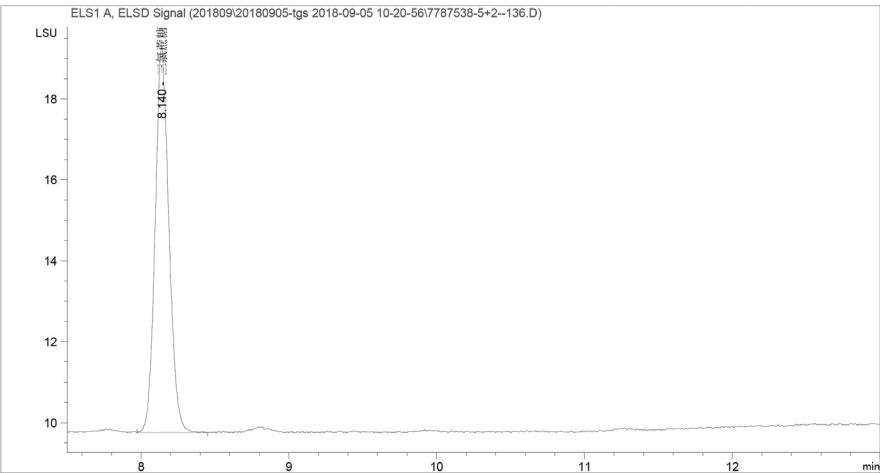


图 1 添加水平为 12.5 mg/kg 发酵乳中三氯蔗糖的检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COC186500	Copure® C18 固相萃取柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-45-PTFE-HL	聚四氟乙烯针式过滤器，Φ13 mm/0.45 μm/ 水系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

饮料中纽甜检测的固相萃取方法（Copure® C18）

本方法适用于碳酸饮料中纽甜含量的检测

一、样品提取

取一定量饮料加入烧杯，超声脱气；准确称取除气的饮料 10.0 mL 于 50 mL 离心管中，加入混合提取液（0.8 mL 甲酸 +2.5 mL 三乙胺加水定容至 1000 mL，pH 约为 4.5）30 mL，涡旋震荡 2 min，超声 15 min，用混合提取液定容至 50 mL，4000 r/min 离心 10 min，过滤备用。

二、SPE 柱净化（Copure® C18，500 mg/6 mL）

活化：C18 固相萃取柱使用前用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化。
上样和洗脱：加入 10 mL 待净化液于固相萃取柱中，用 5 mL 混合提取液淋洗固相萃取柱，弃去流出液，抽干小柱；用 6 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液。
重新溶解：洗脱液于 40℃下氮吹至近干，用 1 mL 混合提取液溶解，经 0.22 μm 滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2487 紫外检测器
检测波长：218 nm

流动相：A：乙腈
B：离子对试剂（2.0 g 辛烷磺酸钠用 500 mL 水溶解，加入 1 mL 磷酸；加水定容至 1000 mL）
洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	35.0	65.0
4.0	35.0	65.0
15.0	65.0	35.0
18.0	65.0	35.0
22.0	35.0	65.0
25.0	35.0	65.0

流速：1.0 mL/min
进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 10.0 mg/kg 饮料中纽甜的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
纽甜	103.3	100.5	100.7	101.5	1.6

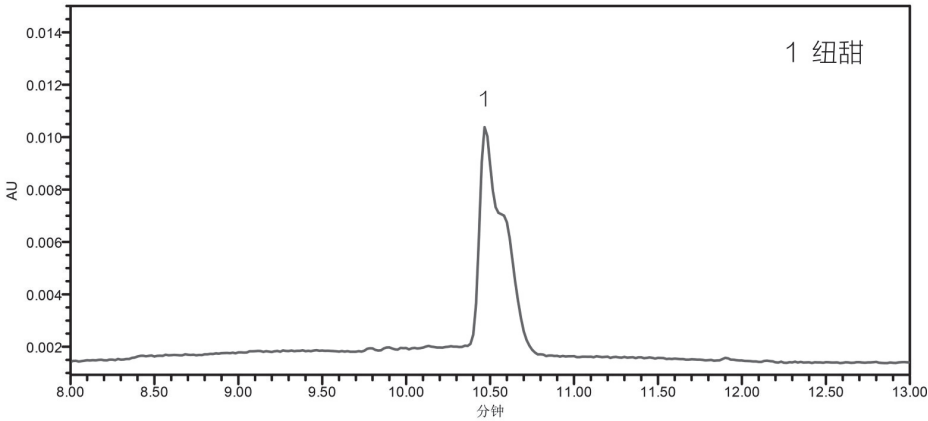


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 饮料中纽甜检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COC186500	Copure® C18 固相萃取柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-PTFE-HL	聚四氟乙烯针式过滤器，Φ13 mm/0.22 μm/ 水系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-TL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

食品中丙酸检测的固相萃取方法（Copure® HLB）

丙酸及其钠盐和钙盐具有抑菌作用，可以防止霉菌的生长，常作为防腐剂和防霉剂添加到食品中。本实验参考了 GB 5009.120-2016《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定》中的前处理方法，建立了不同样品基质中丙酸的固相萃取测定方法，可显著降低样品基质带来的干扰，本法操作简便，回收率好。

一、样品提取

称取 5.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加水 20 mL，加入 0.5 mL 的 1.0 mol/L 磷酸溶液，涡旋混匀 2 min，超声提取 10 min，用 1.0 mol/L 磷酸溶液调 pH 为 2.8~3.1，用水定容至刻度，摇匀，8000 r/min 离心 5 min，离心后取上清液 5 mL 于另一干净试管，待净化。

二、样品净化（Copure® HLB, 500 mg/6mL）

活化：固相萃取柱使用前依次用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化。

上样：加入上述待净化液至固相萃取柱中。

淋洗：加入 5 mL 10 % 甲醇水淋洗固相萃取柱，弃去流出液。

洗脱：加入 5 mL 50 % 甲醇水溶液洗脱，收集洗脱液，混匀，过 0.22 μm 有机滤膜，上机。

三、仪器条件

仪器：液相色谱仪，ThermoFisher U3000

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)

流动相：A：1.5 g/ 磷酸氢二铵溶液（用 1.0 mol/L 磷酸溶液调为 3.0 左右） B：50 % 甲醇水溶液

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1 流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C 进样量：20 μL

检测器：紫外检测器 检测波长：214 nm

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.0	95	5
14.0	95	5
18.0	5	95
21.0	5	95
22.0	95	5
30.0	95	5

四、实验结果

加标回收实验结果

表 2 加标回收结果

名称	加标浓度 (g/kg)	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%，n=3)
豆干	0.10	99.93	101.56	103.16	101.55	1.59
	1.00	94.98	95.77	92.73	94.49	1.67
面包	0.10	96.00	95.83	97.92	96.58	1.20
	1.00	92.32	91.49	90.55	91.45	0.97

订购信息

货号	描述	包装
COHLB6500	Copure® HLB, 500 mg/6mL	50 支 / 盒
BN24	biocomma® 智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	NL 针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

2) 豆干和面包中丙酸色谱图

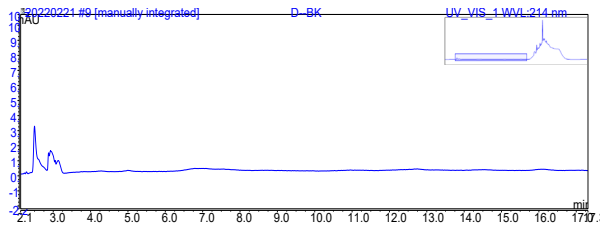


图 1 豆干中丙酸（空白）液相色谱图

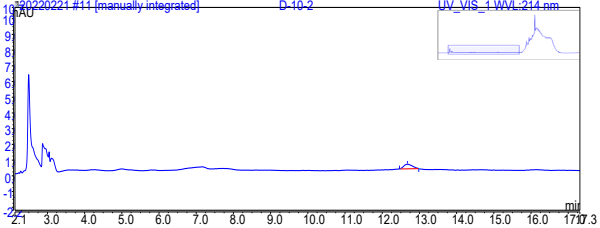


图 2 加标浓度为 0.10 g/kg 的豆干中丙酸液相色谱图

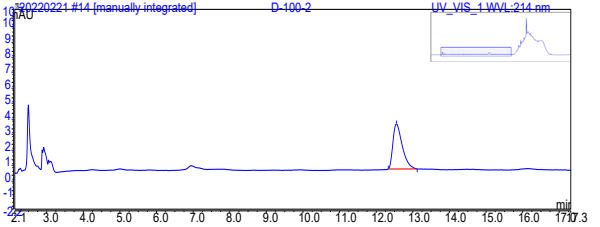


图 3 加标浓度为 1.00 g/kg 的豆干中丙酸液相色谱图

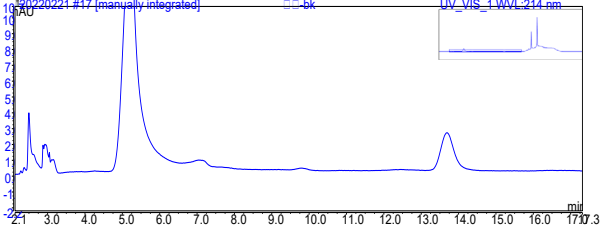


图 4 面包中丙酸（空白）液相色谱图

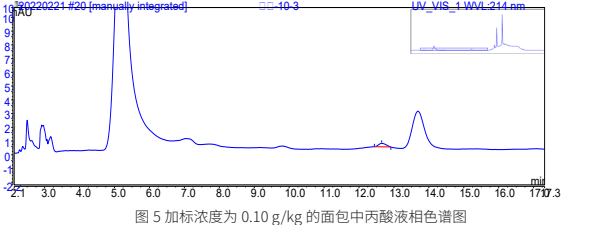


图 5 加标浓度为 0.10 g/kg 的面包中丙酸液相色谱图

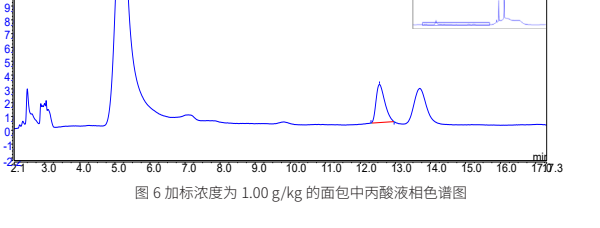


图 6 加标浓度为 1.00 g/kg 的面包中丙酸液相色谱图

酸奶中的有机酸检测的固相萃取方法 (Copure® SAX)

《GB 5009.157-2016 食品有机酸的测定》

一、样品提取

准确移取酸奶 5.0 g 于 50 mL 离心管中加入水至 50 mL 涡旋 1 min 分散均匀。4500 r/min 离心 10 min。取上清液 5 mL，备用。

二、SPE 柱净化 (Copure® SAX, 1000 mg/6 mL)

活化：SAX 固相萃取柱使用前用 6 mL 甲醇、6 mL 水活化。
上样和洗脱：往固相萃取柱中加入提取备用液，弃去流出液；加入 5 mL 水淋洗，弃去淋洗液；2 mL 固相萃取柱洗脱液（6% 盐酸 - 水溶液）洗脱，收集洗脱液。（整个上样淋洗洗脱过程中流速保持 <1 mL/min）

重新定容：洗脱液定容至 2 mL，0.22 μm 滤膜过滤，供 HPLC 上样测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：214 nm

流动相：A：甲醇 B：0.025 mol/L 磷酸二氢钾

洗脱方式：等度洗脱，A：B=5：95

流速：1.0 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 0.2 mg/g 酸奶中有机酸的添加回收率结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
酒石酸	82.5	83.0	84.5	83.3	1.2
柠檬酸	93.5	89.0	93.5	92.0	2.8

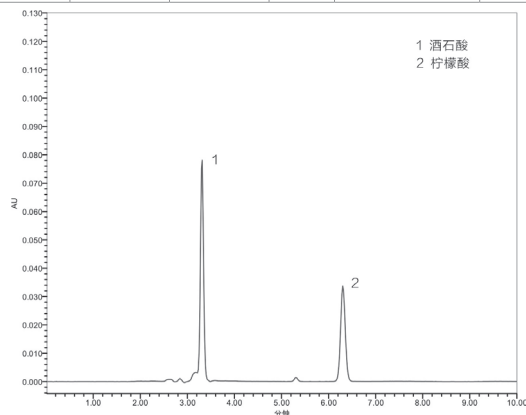


图 1 添加水平为 0.2 mg/g 酸奶中有机酸检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COSAX61000	Copure® SAX 固相萃取柱, 1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF250-22-NL	尼龙 / Φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

QuEChERS 方法用于食用油中丙烯酰胺的检测

本方法适用于食用油中丙烯酰胺的检测。

一、样品提取

称取食用油 1 g 于 50 mL QuEChERS 提取管中，加 10 mL 30% 甲醇水溶液，涡旋 1 min，再加入 5 mL 正己烷，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 5 min。弃去正己烷层，剩余清液待净化。

二、样品净化

取待净化溶液 6 mL 于 15 mL QuEChERS 净化管 (Cat. No.C0Q015219) 中，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 5 min，取 1 mL 上清液，过 0.22 μm 有机滤膜，供上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2996 DAD 检测器

检测波长：210 nm

流动相：A：水

B：甲醇

洗脱方式：等度洗脱，A：B=90：10

流速：0.5 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 0.1 mg/kg 食用油中丙烯酰胺的添加回收率结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
丙烯酰胺	99.8	97.4	108.6	101.9	5.8

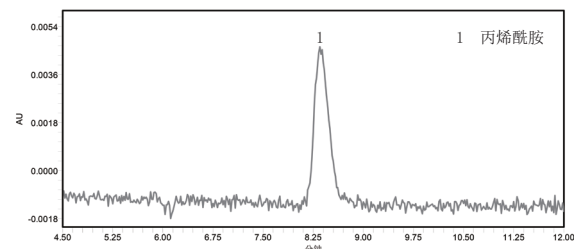


图 1 0.1 mg/kg 食用油中丙烯酰胺检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COQ015219	丙烯酰胺专用净化包, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱

牛奶中苯甲酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

《GB/T 23495-2009 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法》

一、样品提取

准确称取牛奶 10 g 于 50 mL 离心管中，加入 0.25 mol/L 的亚铁氰化钾溶液 2 mL，摇匀，再加入 1 mol/L 的乙酸锌溶液 2 mL，摇匀，4000 r/min 离心 10 min。上清液待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® MAX, 60 mg/3 mL)

活化：MAX 固相萃取柱使用前用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。
上样和洗脱：在 MAX 固相萃取柱上加入 5 mL 备用样液，弃去流出液。用 3 mL 2% 氨水 - 水溶液、3 mL 甲醇淋洗，弃去淋洗液；抽干小柱；用 2 mL 5% 甲酸 - 甲醇溶液洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程保持流速 1 mL/min）。
重新溶解：洗脱液过 0.45 μm 滤膜，上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器 检测波长：230 nm

流动相：A：乙腈 B：磷酸盐缓冲溶液（分别称取 2.5 g 磷酸二氢钾和磷酸氢二钾，加水溶解定容到 1000 mL）

洗脱方式：等度洗脱，A: B=10: 90

流速：1.0 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 25.0 mg/kg 牛奶中苯甲酸的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
苯甲酸	97.6	97.9	100.4	98.6	1.6

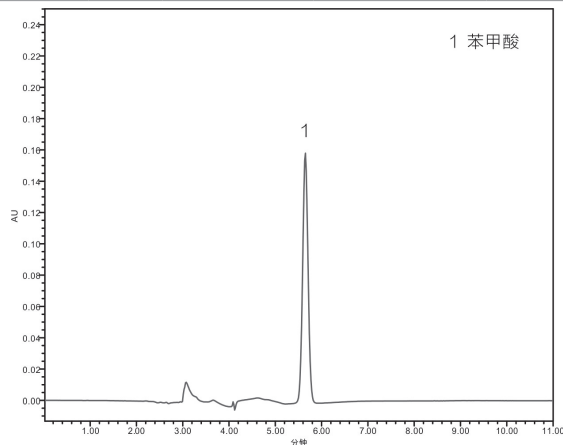


图 1 添加水平为 25.0 mg/kg 牛奶中苯甲酸检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF250-45-PTFE	PTFE/Φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

饲料中苯甲酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

《NY/T 2297-2012 饲料中苯甲酸和山梨酸的测定 高效液相色谱法》

一、样品提取

准确称取饲料样品 2.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 2% 氨水溶液 21 mL，超声提取 10 min，振荡提取 10 min，准确加入 0.25 mol/L 的亚铁氰化钾溶液 2 mL、1 mol/L 的乙酸锌溶液 2 mL，涡旋混匀。5000 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL 转移至 25 mL 容量瓶中，用 2% 氨水溶液定容至 25 mL，备用。

二、SPE 柱净化 (Copure® MAX, 60 mg/3 mL)

活化：MAX 固相萃取柱使用前用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。
上样和洗脱：在 MAX 固相萃取柱上加入 5 mL 备用样品，弃去流出液；用 3 mL 2% 氨水溶液 (v/v)、3 mL 甲醇淋洗，弃去淋洗液；抽干小柱；用 2 mL 5% 甲酸 - 甲醇溶液洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程保持流速 1 mL/min）。
重新溶解：洗脱液过 0.45 μm 滤膜，上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器 检测波长：230 nm

流动相：A：乙腈 B：磷酸盐缓冲溶液（分别称取 2.5 g 磷酸二氢钾和磷酸氢二钾，加水溶解定容到 1000 mL）

洗脱方式：等度洗脱，A: B=10: 90

流速：1.0 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 25.0 mg/kg 饲料中苯甲酸的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
苯甲酸	98.1	99.0	103.1	100.1	2.7

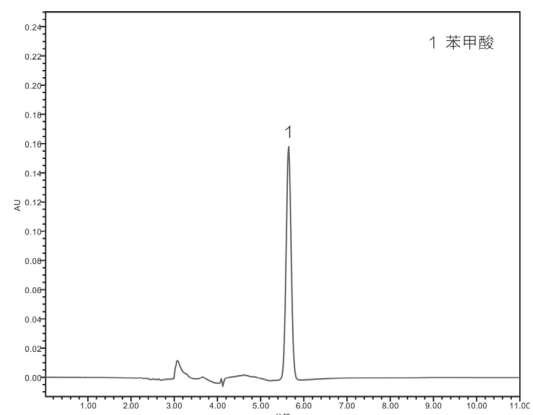


图 1 添加水平为 25.0 mg/kg 饲料中苯甲酸检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF250-45-PTFE	PTFE/Φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

咸鸭蛋中苯甲酸、山梨酸检测的固相萃取方法（Copure® MAX）

《GB/T 23495-2009 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法》

一、样品提取

准确称取样品 10.0 g 于 50 mL 离心管中，加入水 21 mL，准确加入 0.25 mol/L 的亚铁氰化钾溶液 2 mL、1 mol/L 的乙酸锌溶液 2 mL，涡旋混匀，超声提取 10 min，振荡提取 10 min，4500 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL 待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® MAX，60 mg/3 mL）

活化：MAX 固相萃取柱使用前依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。

上样和洗脱：在 MAX 固相萃取柱上加入待净化溶液，依次用 3 mL 2% 氨水溶液，3 mL 甲醇溶液淋洗，弃去淋洗液，抽干小柱；用 5 mL 5% 甲酸甲醇溶液洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程保持流速 1 mL/min）。

重新溶解：洗脱液于 50℃ 下氮吹至近干，用甲醇定容至 2 mL，0.22 μm 滤膜过滤，供上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：230 nm
流动相：A：乙腈
B：磷酸盐缓冲溶液（分别称取 2.5 g 磷酸二氢钾和磷酸氢二钾，加水溶解定容到 1000 mL）
洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	5.0	95.0
7.0	5.0	95.0
10.0	15.0	85.0
12.0	15.0	85.0
14.0	5.0	95.0
20.0	5.0	95.0

流速：1.0 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 10.0 mg/kg 咸鸭蛋基质中苯甲酸、山梨酸的添加回收结果

名称		回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
		1	2	3		
咸鸭蛋蛋白	苯甲酸	88.2	89.5	83.5	87.1	3.6
	山梨酸	84.3	84.3	82.3	82.9	1.4
咸鸭蛋蛋黄	苯甲酸	83.5	79.0	82.2	81.6	2.8
	山梨酸	82.3	77.0	80.8	80.0	3.4

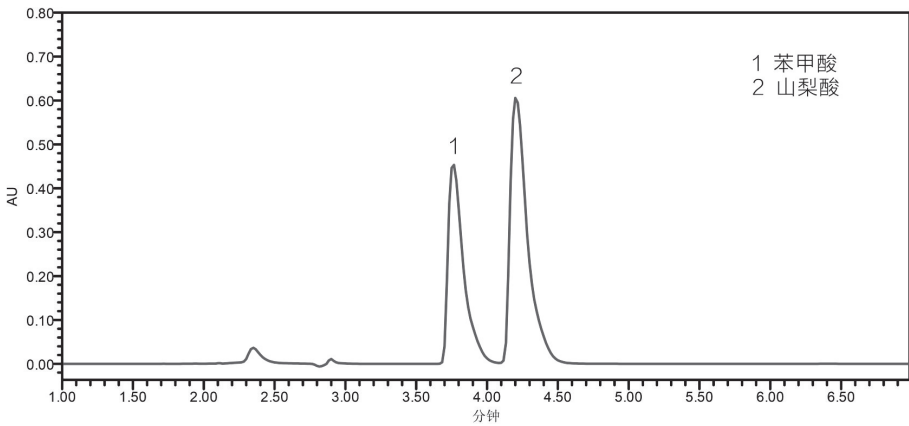


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 咸鸭蛋基质中苯甲酸、山梨酸检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF250-22-NL	尼龙 /φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

食用植物油中辣椒素检测的固相萃取方法（Copure® C18）

本方法适用于“地沟油”中辣椒素含量的检测

一、样品提取

准确称取 0.5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 500 μ L 二氯甲烷，再加入 3 mL 2% NaOH 溶液，涡旋 10 min，混匀，4000 r/min 离心 10 min，移出水层，残余物再用 3 mL 2% NaOH 溶液重复提取一次，合并水相，用稀硫酸（水：浓硫酸 = 1:15, v/v）调节 pH 至 2 ~ 3 之间，备用。

二、SPE 柱净化（Copure® C18，500 mg/6 mL）

活化：C18 柱使用前用 5 mL 乙腈、5 mL 水活化。

上样和洗脱：取备用液全部过柱，弃去流出液；加 5 mL 水淋洗，弃去流出液；抽干小柱，加 5 mL 乙腈洗脱，收集洗脱液（上样、洗脱过程流速控制在 1 mL/min 内）。

上机测试：洗脱液于 50°C 氮吹至近干，用 1 mL 80% 甲醇水溶液溶解，经 0.45 μ m 有机滤膜过滤，供上机测试。

三、仪器条件

仪器：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m)

检测器：Waters 2475 荧光检测器

检测波长：激发波长：229 nm

发射波长：320 nm

流动相：A：水 B：甲醇

洗脱方式：等度洗脱，A：B=20：80

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μ L

四、实验结果

表 1 0.5 mg/kg 食用植物油中辣椒素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
天然辣椒素	72.4	70.8	77.6	73.6	4.8
合成辣椒素	86.2	86.6	92.2	88.3	3.8

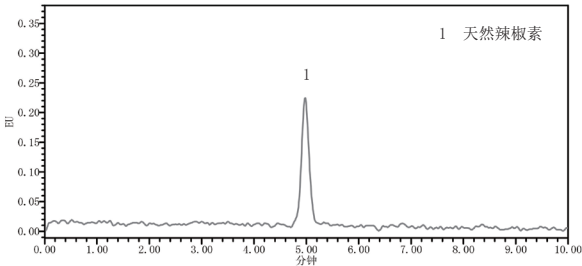


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 植物油中天然辣椒素检测的液相色谱图

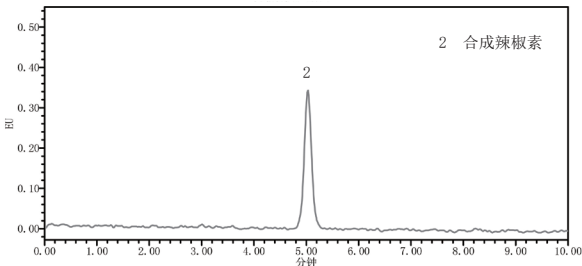


图 2 添加水平为 0.5 mg/kg 植物油中合成辣椒素检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COC186500	Copure® C18 固相萃取柱, 500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/ ϕ 13 mm/0.22 μ m/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/ ϕ 47 mm/0.45 μ m/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/ ϕ 47 mm/0.45 μ m/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

食用植物油中辣椒素检测的固相萃取方法（Copure® Silica）

本方法适用于“地沟油”中辣椒素含量的检测

一、样品提取

准确称取 2.0 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 正己烷，振荡提取 10 min，备用。

二、SPE 柱净化（Copure® Silica，500 mg/6 mL）

活化：Silica 柱使用前用 5 mL 甲醇洗去杂质，再 5 mL 丙酮活化，5 mL 正己烷平衡。

上样和洗脱：取备用液全部过柱，弃去流出液；加 5 mL 正己烷到提取管中，混匀，全部转移到柱中，弃去流出液；加 5 mL 20% 乙酸乙酯 / 正己烷溶液（1:4, v/v）淋洗，弃去流出液，抽干小柱；用 4 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液（上样、洗脱过程流速控制在 1 mL/min 内）。

上机测试：洗脱液用甲醇定容至 4 mL，经 0.22 μm 滤膜过滤，供上机测试。

三、仪器条件

仪器：Waters Alliance 2695
色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2475 荧光检测器
检测波长：激发波长：229 nm 发射波长：320 nm
流动相：A：水
 B：甲醇
洗脱方式：等度洗脱，A：B=20：80
流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 2.4 mg/kg 食用植物油中辣椒素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
天然辣椒素	113.3	113.5	114.8	113.9	0.7
合成辣椒素	105.5	104.2	106.7	105.4	1.2

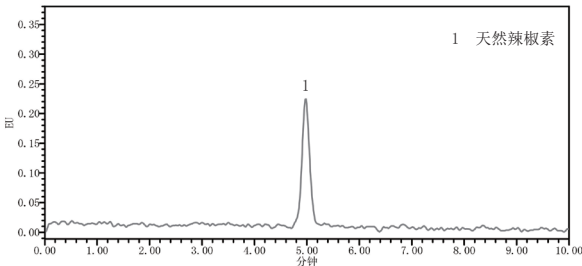


图 1 添加水平为 2.4 mg/kg 植物油中天然辣椒素检测的液相色谱图

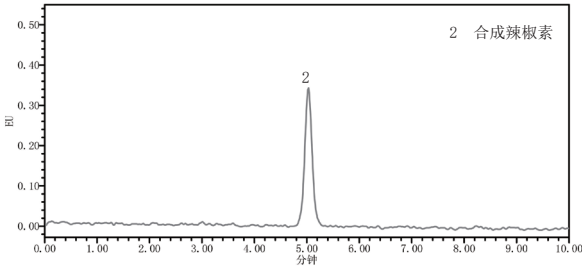


图 2 添加水平为 2.4 mg/kg 植物油中合成辣椒素检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COSIL6500	Copure® Silica 固相萃取柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

蜂蜜中寡糖成分的测定 (Copure® 蜂蜜专用柱)

《中华人民共和国药典 2015 版一部·蜂蜜》

一、样品提取

取蜂蜜样品 2 g, 置烧杯中, 加入 10 mL 水彻底溶解。

二、SPE 柱净化 (Copure® 蜂蜜检测柱, 6 mL)

活化: 25 mL 水, 过柱速度 1 秒 / 滴。

上样和洗脱: 当液面到达柱面上 2 mm, 抽负压使溶液通过柱子, 待液面下降到柱面以上 2 mm 时, 用 7% 乙醇 25 mL 淋洗, 弃去淋洗液。再用 50% 乙醇 10 mL 洗脱, 收集洗脱液。

重新溶解: 洗脱液于 65°C 水浴中减压浓缩至干, 残渣加 30% 乙醇 1 mL 使之溶解, 作为供试品溶液。

三、薄层色谱条件

薄层板: 硅胶 G 薄层板

展开剂: 正丙醇 - 水 - 三乙胺 = 60:30:0.7

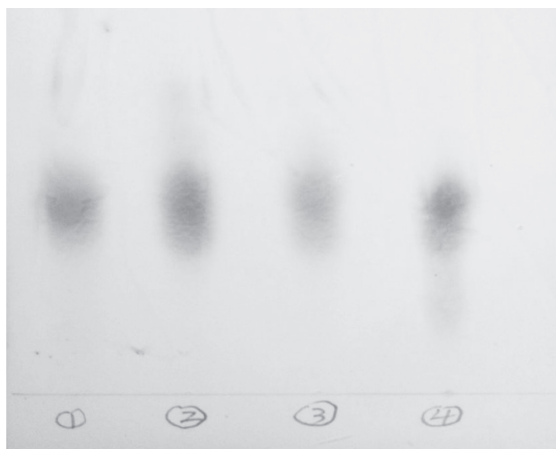
点样量: 3 μ L

显色剂: 苯胺 - 二苯胺 - 磷酸的混合溶液 (取二苯胺 1 g, 苯胺 1 mL, 磷酸 5 mL, 加丙醇至 50 mL, 混匀)

显色方法: 喷以显色剂, 105°C 加热至斑点显色清晰, 在日光下检视。供试品色谱中, 在与对照品相应位置的下方, 应不得显斑点。

四、实验结果

对 4 种不同来源的蜂蜜进行检测, 结果表明, 4 号蜂蜜 Rf 低于麦芽五糖迁移位置, 表明该蜂蜜中含有掺假糖浆, 为假蜂蜜。



注: 1、2、3 号为真蜂蜜, Rf 大于 0.35, 4 号为假蜂蜜, Rf 小于 0.35。

综合表明, 该方法及材料能够准确鉴别真假蜂蜜。

订购信息

货号	描述	包装
CO6252-AC	Copure® 蜂蜜专用柱, 6 mL	30 支 / 盒
SFEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

油炸品中丙烯酰胺检测的固相萃取方法 (Copure® HLB)

《GB/T 5009.204-2014 食品安全国家标准食品中丙烯酰胺的测定》

一、样品提取

准确称取 1.00 g (精确到 0.01 g) 剪碎的油条置于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 乙腈, 振荡提取 10 min, 4000 r/min 离心 5 min, 上清液转移至 100 mL 梨形瓶中; 再加入 10 mL 乙腈重复提取一次, 合并滤液, 加 4 mL 水, 50°C 旋转蒸发至约 2 mL 溶液, 备用。

二、SPE 柱净化 (Copure® HLB, 60 mg/3 mL)

活化: HLB 使用前用 3 mL 甲醇, 3 mL 水活化。

上样和洗脱: 取备用液过柱, 加 3 mL 水到梨形瓶清洗一次再全部转移到柱子, 收集全部流出液, 抽干小柱 (整个上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 内)。

上机测试: 流出液加水定容至 6 mL, 经 0.22 μ m 滤膜过滤, 供上机测定。

三、仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: InertSustain-C18 (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m)

检测器: Waters 2996 DAD 检测器

检测波长: 210 nm

流动相: A: 水 B: 甲醇

洗脱方式: 等度洗脱, A: B=90: 10

流速: 1.0 mL/min 进样体积: 20 μ L

四、实验结果

表 1 0.3 mg/kg 油条中丙烯酰胺的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
丙烯酰胺	87.0	89.3	89.7	88.7	1.6

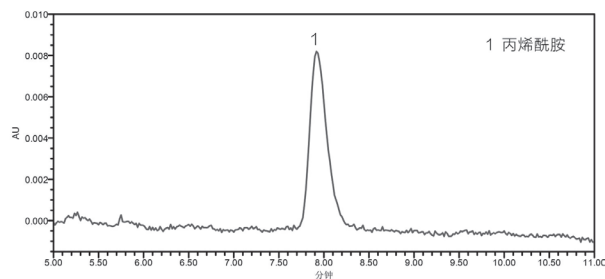


图 1 添加水平为 0.3 mg/kg 油条中丙烯酰胺检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure® HLB 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF250-22-PES	聚醚砜针式过滤器, Φ 25 mm/0.22 μ m/ 亲水系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/ Φ 47 mm/0.45 μ m/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/ Φ 47 mm/0.45 μ m/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

食品中罗丹明 B 的 UPLC-MS/MS 测定（Copure® MCX）

《BJS 201905 食品中罗丹明 B 的测定》

一、样品提取

准确称取 2.0 g 番茄酱置于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 含 0.1% 甲酸的甲醇水溶液，混匀，置于涡旋仪上以 2500 rpm 涡旋 15 min，5000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化（Copure® MCX，60 mg/3 mL）

活化：MCX 柱依次加入 3 mL 甲醇活化，3 mL 水平衡。
上样和洗脱：取上述待净化液 1 mL 加入经活化的小柱中，重力作用下待液体流尽，依次加入 3 mL 0.1% 甲酸水溶液、3 mL 水，3 mL 甲醇淋洗固相萃取柱，弃去流出液。用 6 mL 5% 氨水甲醇溶液进行洗脱，收集洗脱液，于 45℃ 氮吹至尽干。
重新溶解：残渣用含 0.1% 甲酸的乙腈水溶液定容至 1 mL，混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜，供上机测试。

三、溶液配制

0.1% 甲酸的甲醇水溶液：取 1 mL 甲酸，用 50% 甲醇水溶液定容至 1000 mL。
0.1% 甲酸的乙腈水溶液：取 0.1 mL 甲酸，加 35 mL 乙腈，用水定容至 100 mL。

四、仪器条件

色谱条件
仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）
色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm，3 μm)
流动相：A：水（0.1% 甲酸） B：乙腈
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	80	20
1.5	80	20
2.5	5	95
3.5	5	95
4.5	80	20
5.5	80	20

流速：0.4 mL/min 柱温：35℃ 进样量：1 μL

质谱条件

离子源：HESI（正离子模式） 电喷雾电压：3500 V
鞘气压力：12 arb 辅气压力：10 arb
离子传输管：350℃ 辅气温度：420℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

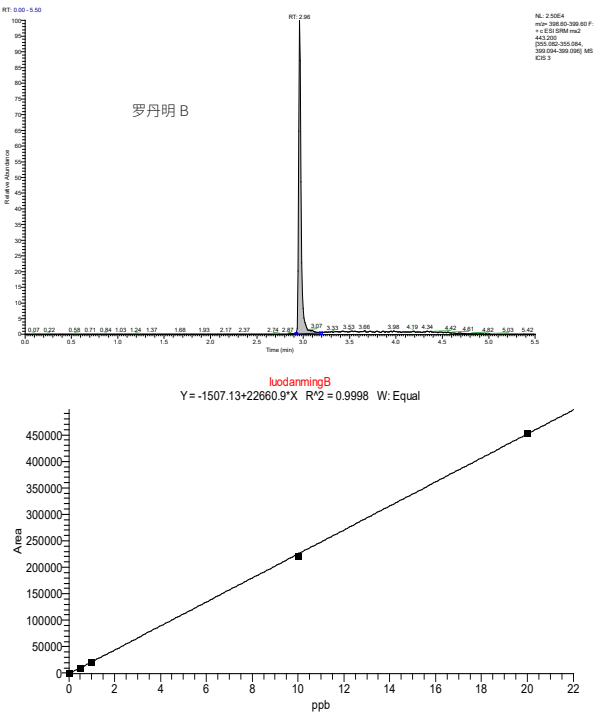
名称	保留时间/min	母离子	子离子
罗丹明 B	2.96	443.2	399.095*, 355.083

五、实验结果

表 3 番茄酱中罗丹明 B 加标回收实验结果（10 μg/kg）

名称	回收率（%）				平均回收率（%）	RSD（%）
	1	2	3	4		
罗丹明 B	102.32	93.27	95.36	86.41	94.34	6.95

添加水平为 10 μg/kg 番茄酱中罗丹明 B 检测色谱图及线性关系系数如下：



订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱，60 mg/3 mL	25 支 / 盒
CS211003ODS	CommaSil® ODS 色谱柱，2.1 mm×100 mm，3 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
MF047-22-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-PTFE	PTFE 滤膜，直径 47 mm，孔径 0.22 μm，有机系	200 片 / 盒
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 130 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，9-425	100 个 / 盒

进出口食品中罗丹明 B 的检测的固相萃取方法（Copure® ALN）

《SN/T 2430-2010 进出口食品中罗丹明 B 的检测方法》

一、样品提取

称取辣椒粉 2.00 g(精确至 0.01) 于 50 mL 离心管中，准确加入 20 mL 20% 丙酮正己烷，于涡旋混匀器上混合提取 2 min，再超声提取 15 min，于 4000 r/min 离心 5 min，上清液过滤待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® ALN，1000 mg/6 mL）

活化：中性氧化铝柱使用前使用 6 mL 正己烷活化。

上样和洗脱：取待净化液 10 mL 加入中性氧化铝小柱，1 滴 / 秒流速通过中性氧化铝小柱后，弃去溶液，加入 10 mL 正己烷淋洗，弃去淋洗液，抽干小柱。取 10 mL 2% 氨水 - 甲醇溶液洗脱小柱，收集洗脱液。

重新溶解：洗脱液于 50℃ 氮吹至干，用 1 mL 甲醇定容，0.22 μm 滤膜过滤，供 HPLC 上样测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2475 荧光检测器，

检测波长：激发波长 550 nm 发射波长 580 nm

流动相：A：水 B：甲醇

洗脱方式：等度洗脱，A: B=25: 75

流速：1.0 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 25.0 μg/kg 辣椒粉中罗丹明 B 的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
罗丹明 B	86.0	88.0	88.0	87.3	1.3

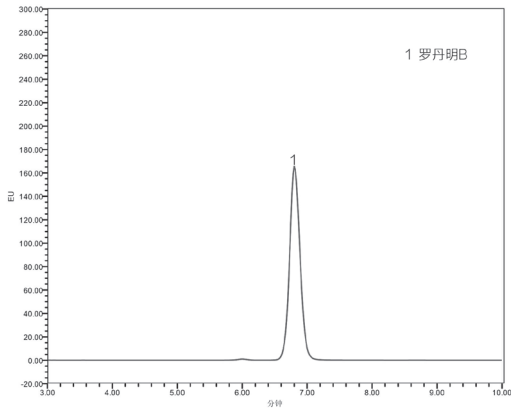


图 1 添加水平为 25.0 μg/kg 辣椒粉中罗丹明 B 检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COALN61000	Copure® ALN 固相萃取柱，1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 / φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

饮料中富马酸二甲酯的固相萃取方法（Copure® HLB）

《DBS53/015-2013 食品安全地方标准 食品中富马酸二甲酯的测定 高效液相色谱法》

一、样品提取

准备饮料一瓶，备用。

二、SPE 柱净化（Copure® HLB，150 mg/6 mL）

活化：HLB 使用前用 6 mL 甲醇活化，6 mL 水平衡。

上样和洗脱：取 5 mL 饮料直接过柱，弃去流出液，取 5 mL 5% 甲醇水淋洗，弃去流出液，抽干小柱；用 5 mL 80% 甲醇水洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 内）。

上机测试：洗脱液经 0.22 μm 滤膜过滤，供上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2996 DAD 检测器

检测波长：220 nm

流动相：A：甲醇

B：水

洗脱方式：等度洗脱，A: B=45: 55

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 5.0 mg/kg 饮料基质中富马酸二甲酯的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
富马酸二甲酯	103.7	103.2	103.0	103.3	0.3

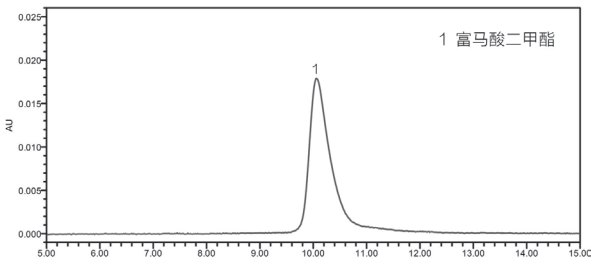


图 1 添加水平为 5.0 mg/kg 饮料基质中富马酸二甲酯检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB6150	Copure® HLB 固相萃取柱，150 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

银耳中米酵菌酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

本方法适用于银耳中米酵菌酸的检测

一、样品提取

干试样经粉碎后称取 20.00 g (精确至 0.01 g) 置于锥形瓶中, 加 100 mL 甲醇 / 氨水 / 水溶液 (80:1:19, v/v/v); 鲜 (湿) 试样经剪碎、匀浆后称取 10.0 g (精确至 0.01 g), 加入 80 mL 甲醇 / 氨水 / 水溶液 (80:1:19, v/v/v); 混匀, 室温下避光浸泡 1 h, 超声提取 30 min, 过滤; 干试样滤液取 50 mL, 鲜 (湿) 试样取滤液 40 mL, 置 80°C 水浴中 (加入沸石) 浓缩至约 3 min, 待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® MAX, 60 mg/3 mL)

活化: MAX 固相萃取柱使用前依次用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化。

上样和洗脱: 在 MAX 固相萃取柱上加入待净化样品, 弃去流出液; 用 5 mL 水、5 mL 甲醇淋洗, 弃去淋洗液, 抽干小柱; 用 6 mL 2% 甲酸甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液 (上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 以内)。

重新溶解: 洗脱液于 40°C 缓慢氮气流条件下吹至近干, 用 1 mL 甲醇溶液溶解, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2487 紫外检测器 检测波长: 267 nm

流动相: A: 水 (乙酸调 pH=2.5) B: 甲醇

洗脱方式: 等度洗脱, A: B=22: 78

流速: 1.0 mL/min 进样体积: 20 μL

四、实验结果

表 1 1.0 mg/kg 银耳中米酵菌酸的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
米酵菌酸	96.6	97.6	90.1	94.8	4.1

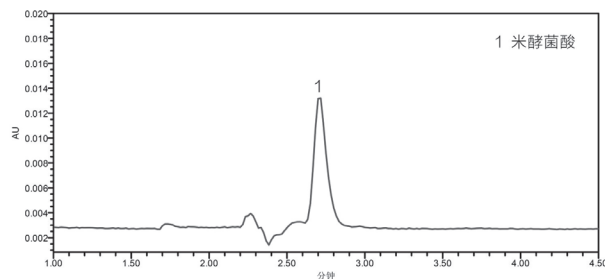


图 1 添加水平为 1.0 mg/kg 银耳中米酵菌酸检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 / Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

奶粉中香草醛检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

本方法适用于奶粉中香草醛的检测

一、样品提取

称取奶粉 5.00 g (精确到 0.01 g) 到 50 mL 离心管, 加 20 mL 水, 振荡 5 min, 于 4000 r/min 离心 8 min, 待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® MAX, 150 mg/6 mL)

活化: MAX 固相萃取柱依次加 6 mL 甲醇, 6 mL 水活化。

上样和洗脱: 加入待净化液 10 mL, 弃去流出液; 用 6 mL 5% 氨水, 6 mL 甲醇淋洗, 弃去流出液, 抽干小柱; 加 6 mL 5% 甲酸 - 甲醇溶液洗脱, 收集流出液 (整个过程控制流速为 1 mL/min)。

重新溶解: 于 40°C 氮气缓慢吹至近干, 加 1 mL 初始流动相溶解, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2996 DAD 检测器

检测波长: 280 nm

流动相: A: 2% 乙酸水溶液 B: 甲醇

洗脱方式: 等度洗脱, A: B=70: 30

流速: 5.0 mL/min

进样体积: 20 μL

四、实验结果

表 1 5.0 mg/kg 奶粉中香草醛的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
香草醛	90.3	92.3	83.1	86.6	5.5

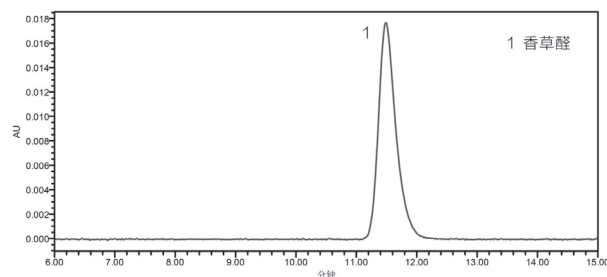


图 1 添加水平为 5.0 mg/kg 奶粉中香草醛检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX6150	Copure® MAX 固相萃取柱, 150 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

奶粉中双酚 A 的 HPLC 测定

一、样品提取

准确称取奶粉样品 2.0 g(精确至 0.01g) 于 50 mL 玻璃试管中，加入 10 mL 乙腈（HPLC 级），涡旋 3 min，50℃ 超声提取 15 min，12000 r/min 离心 5 min，取上清液于一干净的玻璃试管中，残留部分按上述操作重复提取一遍，合并乙腈相，混匀后取 10 mL 于 50℃ 氮吹近干，以 10% 甲醇 - 水溶液（V/V）复溶，待净化。

二、样品净化

净化小柱：HLB，200mg，6 mL（玻璃柱）。先以 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化固相萃取小柱，上待净化液，待样液流出后以 6 mL 10% 甲醇 - 水溶液（V/V）分两次淋洗小柱，待淋洗液全部流出后抽干小柱，用 5 mL 10% 乙酸乙酯 - 甲醇溶液（V/V）洗脱，收集全部洗脱液，50℃ 氮吹近干，以 1 mL 75% 甲醇 - 水溶液（V/V）复溶，离心取上清液，待上机。

三、仪器条件

仪 器：UltiMate 3000（Thermofisher Scientific），配 DAD 检测器

色谱柱：Copure® C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)

流动相：甲醇 / 水 =75/25（V/V） 流速：1 mL/min

柱温：30℃ 进样量：10 μL 检测波长：224 nm

四、实验结果

表 1 奶粉中双酚 A 加标回收实验结果

样品	加标水平 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%，n=3)
婴儿二段奶粉	0.500	99.58	4.91
	2.00	93.25	3.22
	5.00	92.47	3.99
高钙低脂高蛋白奶粉	0.500	103.8	3.59
	2.00	94.13	4.20
	5.00	96.02	4.33

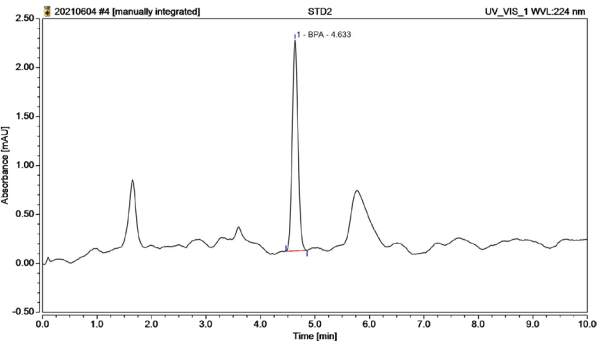


图 1 浓度为 0.5 mg/L 的双酚 A 标物色谱图

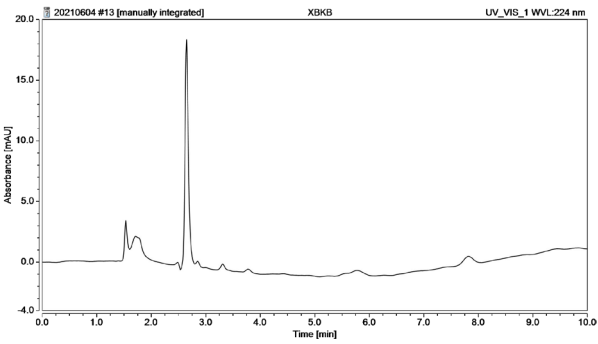


图 2 婴儿二段奶粉的双酚 A 色谱图

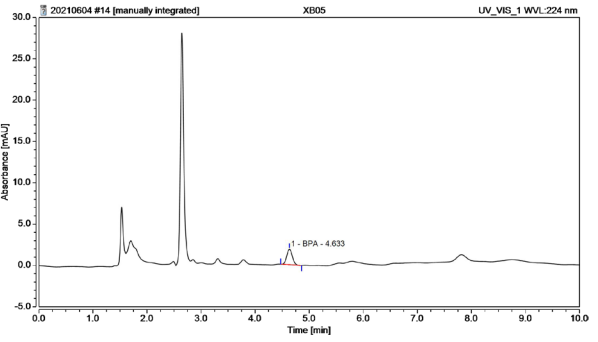


图 3 婴儿二段奶粉添加浓度为 0.5 mg/kg 的双酚 A 色谱图

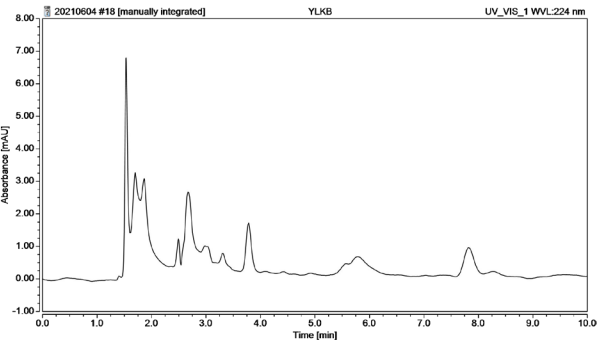


图 4 高钙低脂高蛋白奶粉的双酚 A 色谱图

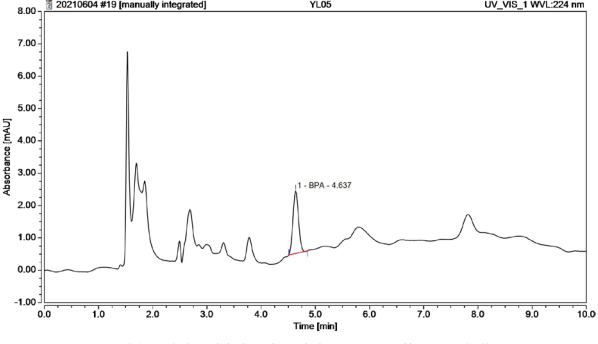


图 5 高钙低脂高蛋白奶粉添加浓度为 0.5 mg/kg 的双酚 A 色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB6200-BL	Copure® HLB 玻璃柱，200 mg，6 mL	30 支 / 盒
CS4625ODS	Copure® ODS 色谱柱，4.6 mm×250mm，5 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE / 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

皮革中六价铬含量的测定 (Copure® 聚酰胺固相萃取专用柱)

《GB/T 22807-2008《皮革和毛皮 化学实验 六价铬含量的测定》

《EN ISO 17075-2007 皮革——化学试验——铬 (VI) 含量的测定》

一、样品提取

1. 称取 2.0 g 剪碎的皮革样品，吸取 100 mL 脱气后的萃取液 (22.8 g 三水磷酸氢二钾溶于 1 L 水中，用磷酸调节 pH 至 8 ± 0.1 ，再用氮气或氩气排出氧气) 加入皮革样品，盖上瓶塞。
2. 在机械振荡器上振荡 3 h，萃取 Cr^{6+} 。
3. 萃取完成后，通过薄膜滤器将锥形瓶中的溶液过滤，待净化。检查溶液的 pH 值，应为 7.5-8.0，如果不在此范围，则需重新提取。

二、SPE 柱净化 (Copure® PA, 500 mg/6 mL)

活化：5 mL 甲醇，5 mL 水，10 mL 萃取液。

上样和洗脱：取 10 mL 待净化液过柱，收集流出液于 25 mL 容量瓶中，用 10 mL 萃取液洗脱，一并收集，用萃取液定容至刻度。

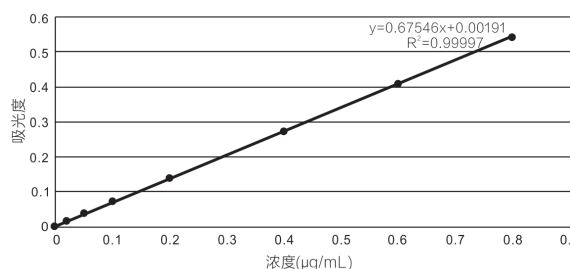
三、六价铬含量测定

1. 移取净化后的溶液于 25 mL 容量瓶中，用萃取液稀释至容量瓶的 3/4，加入 0.5 mL 磷酸溶液和 0.5 mL 二苯卡巴肼溶液 (1%，酸性) 用萃取液定容，摇匀，静置 15 min。
2. 以空白溶液按上述操作显色，作为参比溶液。
3. 每次测试样品，同时取净化后的溶液于 25 mL 容量瓶，不加显色剂，直接用萃取液定容。
4. 将上述溶液用 1 cm 比色皿在 540 nm 处测量吸光度。

四、实验结果

1. 校正曲线绘制

配制 1 $\mu\text{g/mL}$ 的六价铬标准溶液，使用 7 个不同浓度的溶液绘制校正曲线。移取一定体积的标准溶液，加入显色剂并用萃取液定容，15 min 后比色。同时以空白溶液按同样操作进行显色，作为参比。以六价铬浓度 (1 $\mu\text{g/mL}$) 作为 X 轴，以吸光度作为 Y 轴绘制标准曲线。



2. 皮革样品中 0.4 ppm 加标回收结果

表 1 皮革样品中 0.4 ppm 加标回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
六价铬	87.9	87.2	87.3	87.5	0.45

订购信息

货号	描述	包装
COPACR66	Copure® 聚酰胺固相萃取柱, 500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

纺织品中禁用偶氮染料检测的固相萃取方法 (Copure® AZO)

《GB/T 17592-2011 纺织品禁用偶氮染料的测定》

一、样品提取

取代表性试样，剪成约 5 mm x 5 mm 的小片，混合。从混合样中称取 1.00 g(精确至 0.01 g) 于 50 mL 具塞玻璃管中，加入 17 mL 预热到 (70±2)°C 的柠檬酸缓冲溶液，将反应器密闭，用力振摇，使所有试样浸于液体中，置于已恒温至 (70±2)°C 的水浴中保温 30 min，使所有的试样充分润湿。然后，打开反应器，加入 3.0 mL 连二亚硫酸钠溶液，并立即密闭振摇，将反应器再置于 (70±2)°C 水浴中保温 30 min，取出后 2 min 内冷却至室温。

二、SPE 柱净化 (Copure® AZO, 60 mL)

(1) 将上述备用液过柱，任其吸附 15 min，用 4 x 20 mL 乙醚分四次洗提反应器中的试样，每次需混合乙醚和试样，然后将乙醚洗液倒入提取柱中，收集乙醚提取液于圆底烧瓶中。

(2) 将上述收集的盛有乙醚提取液的圆底烧杯置于真空旋转蒸发器上，于 35°C 左右的温度低真空下浓缩至近 1 mL，再用缓氮气流去除乙醚溶液，使其浓缩至近干。取 1.0 mL 甲苯定容，供气相色谱 - 质谱分析。

三、仪器条件

GC-MS 条件

色谱柱：HP-5MS(30 m×0.32 mm, 0.25 μm) 或者相当者

进样口：220°C

升温程序：40°C (保持 0.5 min)

以 20°C/min 升温至 150°C (保持 1.5 min)

以 15°C/min 升温至 210°C (保持 0.5 min)

以 10°C/min 升温至 250°C (保持 3 min)

载气：氮气

流速：0.9 mL/min

进样体积：1 μL

四、实验结果

表 1 部分 10.0 mg/kg 禁用芳香胺的回收率

化合物	保留时间 (min)	回收率	国标回收率要求
邻甲苯胺	5.492	80.8	>50%
对氯苯胺	6.508	83.8	>70%
2,4-二氨基甲苯	8.367	62.2	>50%
2,4-二氨基苯甲醚	9.307	53.0	>20%
3,3'-二甲基联苯胺	17.110	89.1	>70%

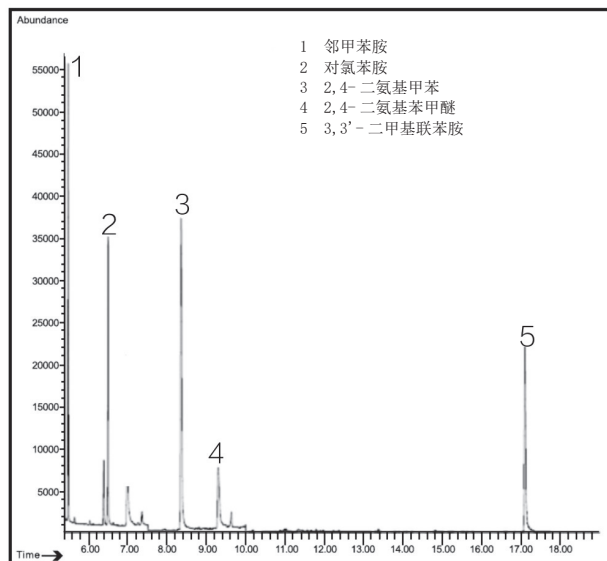


图 1 部分禁用芳香胺总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COAZO060	Copure® 偶氮染料检测柱, 60 mL	12 支 / 盒
V2-TL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒

大米中黄曲霉毒素 B1 的测定（Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱）

《GB 5009.22-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》

大米在储存不当的情况下极易发霉产生霉菌毒素，且霉菌毒素可以通过污染食物链，在人体内实现累积，因此大米中所含霉菌毒素只有低于最大允许残留限量才能保证人和动物的食用安全。

免疫亲和法具有方法准确、回收率高、精密度好等优点。逗点生物结合自身产品优势，建立了免疫亲和 - 高效液相色谱串联质谱法测定大米中黄曲霉毒素 B1（AFB1）含量的方法，试样经提取后，经免疫亲和柱净化，经质谱分析，同位素内标法定量。经验证，加标回收率范围 95-100%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

大米经粉碎后，称取样本 5.00 g(精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管 (带盖) 中，加入 100 μL 同位素内标工作液 (10.0 ng/mL) 后静置。加入 20 mL 乙腈水溶液 (84+16) ，涡旋振荡提取 20 min，8000 r/min 离心 5.0 min。取 4.0 mL 提取液，加入 46 mL PBS 溶液，混匀待净化。

1.2 净化 (Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱)

将免疫亲和柱连接于固相萃取装置上，将上述全部待净化稀释液过黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱 (货号：COAFMB103) ，流速控制在 1~2 滴 / 秒。然后依次加入 5.0 mL PBS 缓冲溶液和 5.0 mL 一级水淋洗小柱，弃去全部流出液，压干。用 1.0 mL 甲醇进行洗脱，关闭阀门浸泡 30 s，然后洗脱至进样小瓶中，LC-MS/MS 测试。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

二、仪器条件

色谱柱：CommaSil® BEH T-C18(2.1 mm×100 mm,3 μm)

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液

B：甲醇 (含 0.1% 甲酸)

流速：0.3 mL/min

柱温：30℃

进样量：5 μL

洗脱程序：梯度洗脱表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.0	90	10
1.2	40	60
2.1	10	90
4.8	10	90
5.0	90	10
6.0	90	10

离子源：HESI

扫描方式：正离子模式 (ESI+)

鞘气压力：30 arb

辅气压力：8 arb

离子传输管：300 ℃

辅气温度：350 ℃

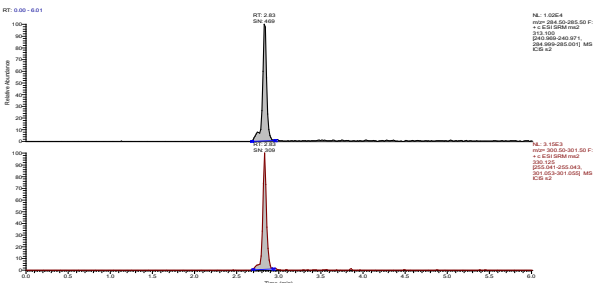
表 2 组分名称、及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	母离子	子离子	离子模式
黄曲霉毒素 B1	313.1	241.1、285*	ESI+
13C17-AFB1	330.1	255、301*	ESI+

三、实验测试结果

表 3 大米中黄曲霉毒素 B1 加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (μg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
黄曲霉毒素 B1	1.00	98.3	96.4	1.73
		95.7		
		95.2		



植物油中黄曲霉毒素 B1 的测定 (Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱)

《GB 5009.22-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》

黄曲霉毒素作为人类研究最多的真菌毒素，可广泛污染农产品，尤其是花生和玉米受到的污染最为严重，如果以被污染的农产品为原料生产食用油则会导致食用油中黄曲霉毒素含量异常。国标 GB 2761-2017 中规定花生油和玉米油 AFT B1 限量为 20 µg/kg,

免疫亲和法具有方法准确、回收率高、精密度好等优点。逗点生物结合自身产品优势，建立了免疫亲和柱净化结合液相色谱串联质谱法测定 AFT B1 含量的分析方法。试样经提取后，经免疫亲和柱净化，经质谱分析，同位素内标法定量。经验证，加标回收率范围 90-100%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

称取样本 5.0 g(精确至 0.01 g) 花生油于 50 mL 离心管(带盖)中，加入 100 µL 同位素内标工作液(10 ng/mL)后静。加入 20 mL 乙腈水溶液(84+16)，涡旋振荡提取 20 min，8000 r/min 离心 5.0 min。取 4.0 mL 提取滤液，加入 46 mL PBS 溶液，混匀待净化。

1.2 净化 (Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱)

将免疫亲和柱连接于固相萃取装置上，将上述全部待净化稀释液过黄曲霉毒素免疫亲和柱(货号: COAFMB103)，流速控制在 1~2 滴/秒。然后依次加入 5.0 mL PBS 缓冲溶液和 5.0 mL 一级水淋洗小柱，弃去全部流出液，压干。用 1.0 mL 甲醇进行洗脱，关闭阀门浸泡 30 s，然后洗脱至进样小瓶中，LC-MS/MS 测试。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

二、仪器条件

色谱柱: CommaSil® BEH T-C18(2.1 mm×100 mm,3 µm)

流动相: A: 5 mmol/L 乙酸铵溶液 B: 甲醇(含 0.1% 甲酸)

流速: 0.3 mL/min 柱温: 30℃ 进样量: 5 µL

洗脱程序: 梯度洗脱表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.0	90	10
1.2	40	60
2.1	10	90
4.8	10	90
5.0	90	10
6.0	90	10

离子源: HESI 扫描方式: 正离子模式 (ESI+)

鞘气压力: 30 arb 辅气压力: 8 arb

离子传输管: 300 °C 辅气温度: 350 °C

表 2 组分名称、及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	母离子	子离子	离子模式
黄曲霉毒素 B1	313.1	241.1、285*	ESI+
13C17-AFB1	330.1	255、301*	ESI+

三、实验测试结果

表 3 花生油中黄曲霉毒素 B1 加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
黄曲霉毒素 B1	1.00	95.3	95.4	1.78
		93.8		
		97.2		

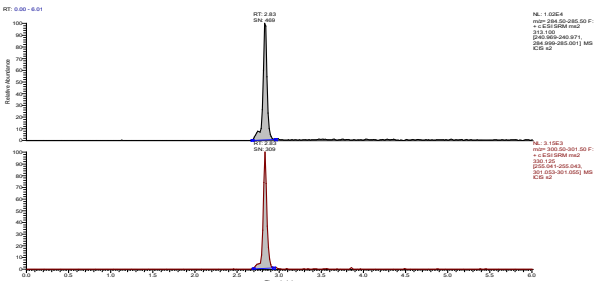


图 1 黄曲霉毒素 B1 校准点 (1.0 µg/L) 和同位素内标的定量离子提取色谱图

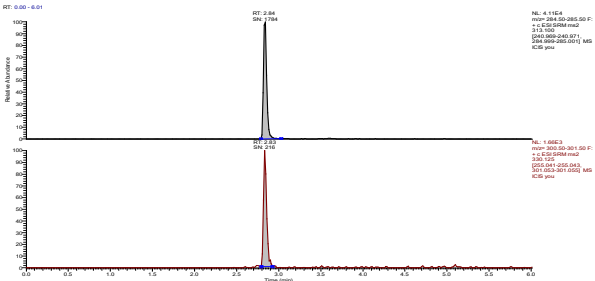


图 2 花生油中黄曲霉毒素 B1 (本底值) 和同位素内标的定量离子提取色谱图

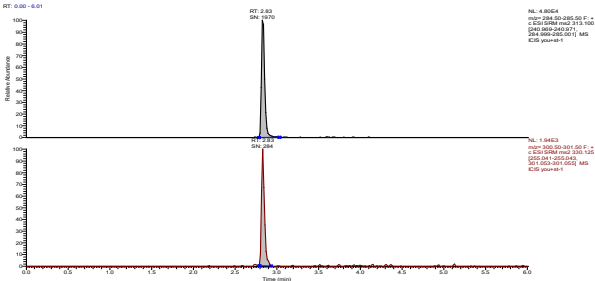


图 3 花生油中黄曲霉毒素 B1 (加标浓度 1.00 µg/kg) 和同位素内标的定量离子提取色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAFMB103	Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱, 3 mL	20 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BCBS100F-1000	磷酸盐缓冲溶液 (PBS)	1000 mL / 瓶
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

花生中黄曲霉毒素的测定（Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱）

《GB 5009.22-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》

收获后的花生在流通和储藏过程中，容易受到霉菌的污染而发生霉变。其中，黄曲霉毒素在霉变花生中常被检出。花生受到黄曲霉毒素 B1（AFB1）污染后不仅会降低花生的营养和商业价值，更重要的是影响花生及其制品的可食性和安全性。

免疫亲和法具有方法准确、回收率高、精密度好等优点。逗点生物结合自身产品优势，建立了免疫亲和 - 高效液相色谱串联质谱法测定大米中 AFB1 含量的方法，试样经提取后，经免疫亲和柱净化，经质谱分析，同位素内标法定量。经验证，加标回收率范围 90-110%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

花生经粉碎后，称取样本 5.0 g(精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管（带盖）中，加入 100 μL 同位素内标工作液（10 ng/mL）后静。加入 20 mL 乙腈水溶液（84+16），涡旋振荡提取 20 min，8000 r/min 离心 5.0 min。取 4.0 mL 提取滤液，加入 46 mL PBS 溶液，混匀待净化。

1.2 净化

将免疫亲和柱连接于固相萃取装置上，将上述全部待净化稀释液过黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱（货号：COAFMB103），流速控制在 1~2 滴 / 秒。然后依次加入 5.0 mL PBS 缓冲溶液和 5.0 mL 一级水淋洗小柱，弃去全部流出液，压干。用 1.0 mL 甲醇进行洗脱，关闭阀门浸泡 30 s，然后洗脱至进样小瓶中，LC-MS/MS 测试。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

二、仪器条件

色谱柱：Commasil® T-C18(2.1 mm×100 mm,3 μm)

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液

B：甲醇（含 0.1% 甲酸）

流速：0.3 mL/min

柱温：30℃

进样量：5 μL

洗脱程序：梯度洗脱表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.0	90	10
1.2	40	60
2.1	10	90
4.8	10	90
5.0	90	10
6.0	90	10

离子源：HESI 扫描方式：正离子模式（ESI+）

鞘气压力：30 arb 辅气压力：8 arb

离子传输管：300℃ 辅气温度：350℃

表 2 组分名称、及特征离子一览表（* 为定量离子）

名称	母离子	子离子	离子模式
黄曲霉毒素 B1	313.1	241.1、285*	ESI+
13C17-AFB1	330.1	255、301*	ESI+

三、实验测试结果

表 1 花生中黄曲霉毒素 B1 加标回收实验结果

检测项目	加标浓度（μg/kg）	回收率（%）	平均回收率（%）	RSD（%）
黄曲霉毒素 B1	1.00	108	105	2.52
		104		
		103		

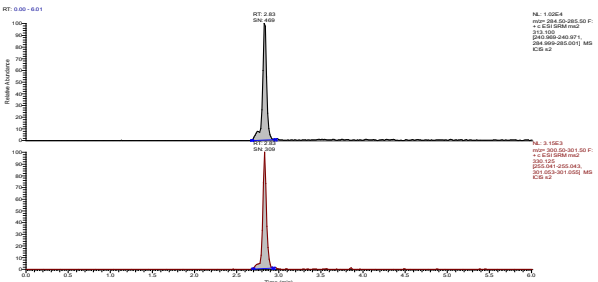


图 1 黄曲霉毒素 B1 校准点外标和同位素内标的定量离子提取色谱图（1.0 μg/L）

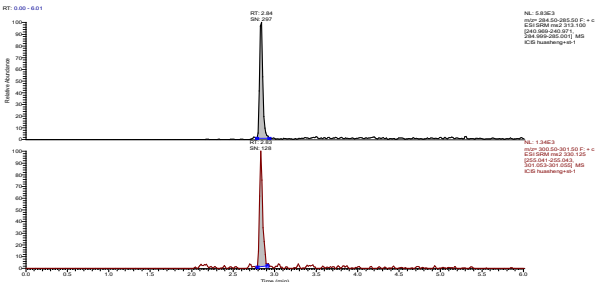


图 2 花生中黄曲霉毒素 B1 外标和同位素内标的定量离子提取色谱图（加标浓度 1.00 μg/kg）

订购信息

货号	描述	包装
COAFMB103	Copure® 黄曲霉毒素 B1 免疫亲和柱，3 mL	20 支 / 盒
CS2110003C18	Commasil® T-C18 2.1 mm*100 mm，3 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

牛奶中黄曲霉毒素 M1 检测的免疫亲和柱法（Copure® 黄曲霉毒素 M1 免疫亲和柱法）

一、引言

黄曲霉毒素 M1, (Aflatoxin M1, 缩写 AFT M1) , 属于黄曲霉毒素 (Aflatoxins) 一类结构相似的化合物中的一种, 是由常见的黄曲霉菌 (Aspergillus flavus) 和寄生曲霉菌 (Aspergillus parasiticus) 产生的代谢产物, 毒性主要表现在致癌性和致突变性, 为强致癌剂。由于其相对稳定, 且在乳及乳制品中污染较多, 严重威胁人类健康。

逗点生物根据国标 GB5009.24—2016《食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定》第二法, 高效液相色谱法, 分别对牛奶进行 0.25 µg/kg 和 0.50 µg/kg 两个浓度 AFT M1 加标验证。AFT M1 在 0.05 ng/mL ~ 5.00 ng/mL 范围内线性相关系数为 0.99995。平均回收率在 90.0 % ~ 92.5 % 范围内, 相对标准偏差在 2.97 % ~ 4.86 % 范围内。该方法重复性好、加标回收率高, 适用于牛奶中黄曲霉毒素 M1 的检测。

二、样本前处理

2.1 样品提取

称取 4 g 牛奶 (精确到 0.001 g) 于 50 mL 离心管中, 涡旋混匀后静置 30min, 加入 10 mL 甲醇, 涡旋 3 min。置于 4℃、8000 r/min 离心 10 min, 取上清液 8 mL 于另一洁净的 50 mL 离心管中, 8000 r/min 离心 3 min。取 6.5 mL 上清液, 加入 40 mL PBS 稀释, 混匀, 待净化。

2.2 试样的净化浓缩

将低温下保存的免疫亲和柱恢复至室温 (最适使用温度为 25℃左右。)

免疫亲和柱内的液体流完后, 将上述稀释液全部过柱, 调节流速为 1 mL/min~3 mL/min。待样液滴完后, 加入 10 mL 一级水, 以稳定流速淋洗。待水滴完后, 抽干亲和柱。在柱下放置 15 mL 离心管, 加入 4 mL 甲醇洗脱亲和柱, 流速控制在 1 mL/min~3 mL/min, 流干后, 抽干亲和柱, 收集全部洗脱液。在 45℃下氮气缓缓地将洗脱液吹至近干, 用初始流动相定容至 1.0 mL, 旋 30 s 溶解残留物, 过 0.22 µm 尼龙膜, 收集滤液于进样瓶中, 上机测试。

2.3 空白实验

2.3.1 过程空白: 取一支洁净的 50 mL 具塞离心管, 不称取试样, 按照上述 2.1 和 2.2 进行提取、净化、浓缩, 取续滤液上机测试。

2.3.2 空白本底实验

称取空白牛奶 4 g (精确至 0.001 g) 按照上述 2.1 和 2.2 进行提取、净化、浓缩, 取续滤液上机测试。

三、标准系列工作溶液

标准系列工作溶液: 分别准确吸取标准工作液 (100 ng/mL) 5 µL、10 µL、50 µL、100 µL、200 µL、500 µL 至 10mL 容量瓶中, 用初始流动相定容至刻度, AFT M1 的浓度为 0.05 ng/mL、0.1 ng/mL、0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5.0 ng/mL。

四、仪器条件

4.1 色谱条件

仪器: ThermoFisher U3000 液相色谱仪

色谱柱: CommaSil® AQ-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 µm)

流动相: A: 水 B: 乙腈 - 甲醇 (50+50)

洗脱方式: 等度洗脱 等梯度洗脱条件: A,70%; B,30%

流速: 1 mL/min 柱温: 40 °C 进样量: 50 µL

荧光检测波长: 激发波长 360 nm; 发射波长 430 nm。

五、实验结果

5.1 线性范围

表 1 线性关系和相关系数

化合物	线性回归方程	R2
AFT M1	Y=10613.941X+41.1583	0.99995

5.2 加标回收

表 2 加标回收率及 RSD

化合物	0.25 μg/kg					0.50 μg/kg				
	回收率 (%)		平均回收率 (%)	RSD (%)		回收率 (%)		平均回收率 (%)	RSD (%)	
AFT M1	87.7	96.6	93.3	92.5	4.86	87.3	90.2	92.6	90.0	2.97

5.3 色谱图

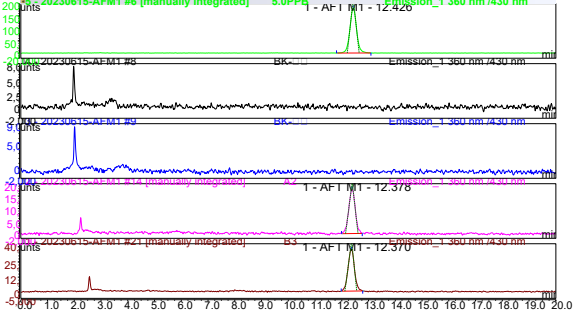


图 1 牛奶中黄曲霉毒素 AFT M1 检测色谱图

注: A2 为加标浓度 0.25 µg/kg, B3 为加标浓度 0.50 µg/kg

订购信息

货号	描述	包装
COAFMM103	Copure® 黄曲霉毒素 M1 免疫亲和柱	20 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF250-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 25 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

咖啡中赭曲霉毒素 A 的测定（Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱）

《GB 5009.96-2016 食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定》

咖啡是现代社会中深受人们喜爱的饮品。咖啡豆种植、加工以及存储过程中易受到赭曲霉毒素 A(Ochratoxin A, OTA) 的污染。如果长期饮用受 OTA 污染的咖啡，会对人体健康产生危害。

高效液相色谱结合免疫亲和柱检测 OTA 具有方法准确、回收率高、精密度好等优点，可用于 OTA 的测定。逗点生物结合自身产品优势，建立了免疫亲和 - 高效液相色谱法测定咖啡豆中 OTA 含量的方法，试样经提取后，经免疫亲和柱净化，采用高效液相色谱仪结合荧光检测器测定。经验证，加标回收率范围 90-100%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

称取咖啡粉 5.0 g(精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管 (带盖) 中，加入氯化钠 1.0 g，再加入 20 mL 80% 甲醇水溶液，涡旋、振荡器振荡提取 10 min，8000 r/min 离心 5.0 min 后上清液用滤纸过滤。取 5.0 mL 提取滤液，加入 20 mL 水，混匀待净化。

1.2 净化 (Copure® 赭曲霉毒素免疫亲和柱)

将免疫亲和柱连接于固相萃取装置上，将上述全部待净化稀释液过赭曲霉毒素免疫亲和柱（货号：COAFOCH103），

流速控制在 1~2 滴 / 秒。然后依次加入 5.0 mL PBS 缓冲溶液和 5.0 mL 一级水淋洗小柱，弃去全部流出液，压干。用 1.0 mL 甲醇进行洗脱，关闭阀门浸泡 30 s，然后洗脱至进样小瓶中，供液相色谱测试。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

二、仪器条件

设备：Thermo Scientific UltiMate 3000

色谱柱：Commasil® AQ-C18 (4.6 mm*250 mm, 5 um)

检测器：荧光检测器（激发波长 333 nm、发射波长 460 nm）

流动相：A：2% 乙酸水 B：乙腈

洗脱方式：等度洗脱，A：B=50：50

流速：1 mL/min

进样体积：20 µL

三、实验测试结果

表 1 咖啡中赭曲霉毒素 A 加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
赭曲霉毒素 A	10.0	91.4	92.8	1.38
		94.0		
		92.9		

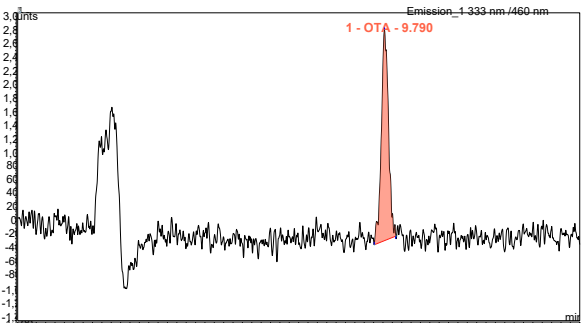


图 1 校准点液相色谱图 (2.5 µg/L)

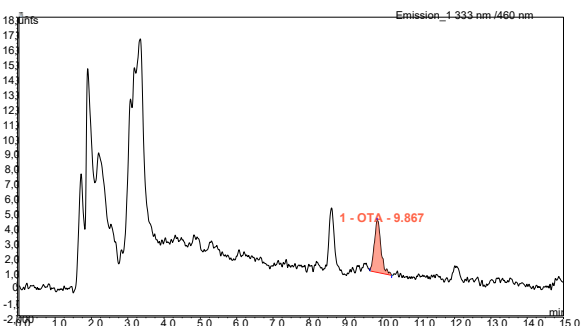


图 3 咖啡豆中赭曲霉毒素 A 的液相色谱图 (加标浓度 10 µg/kg)

订购信息

货号	描述	包装
COAFOCH103	Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱, 3 mL	20 支 / 盒
CS4625005AQ-C18	Supersil AQ-C18 4.6mm*250mm,5um	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
磷酸盐缓冲溶液 (PBS)		
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

食品中赭曲霉毒素 A 含量检测的免疫亲和柱法（Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱）

本方法适用于食品中赭曲霉毒素 A 含量的检测

一、样品提取

1、大米

称取粉碎后的大米 5.00 g（精确到 0.01 g）食品到 50 mL 离心管，加 25 mL 70% 甲醇水溶液，振荡 30 min，4000 r/min 下离心 5 min，取上清液 5 mL 于 15 mL 离心管中，加 10 mL 磷酸缓冲液，混匀待净化。

2、食用油

称取 5.00 g（精确到 0.01g）食用油到 50 mL 离心管，加 1 g NaCl，20 mL 70% 甲醇水溶液，振荡 30 min，4000 r/min 下离心 5 min，取上清液 1 mL，加入 4 mL 水，混匀待净化。

3、酱油

称取 5.00 g（精确到 0.01 g）酱油到 50 mL 离心管，加 70% 甲醇水定容至 20 mL，超声 5 min，振荡 10 min，取上清液 1 mL，加入 4 mL 水，混匀待净化。

4、葡萄干

称取搅碎 5.00 g（精确到 0.01 g）葡萄干到 50 mL 离心管，加提取液（称取 150.0 g 氯化钠、20.0 g 碳酸氢钠溶于约 950 mL 水中，加水定容至 1 L）20 mL，超声 5 min，振荡 5 min，4000 r/min 离心 5 min，取上清液 1 mL 到 4 mL 磷酸缓冲溶液，混匀待净化。

5、白酒

取白酒 5.00 g（精确到 0.01 g）到 50 mL 离心管，加碳酸氢钠溶液（10 g/L）定容至 20 mL，振荡 15 min，取上清液 1 mL 到 4 mL 磷酸缓冲溶液，混匀待净化。

磷酸缓冲溶液：称取 8.0 g 氯化钠、1.2 g 磷酸氢钠、0.2 g 磷酸二氢钾、0.2 g 氯化钾溶解于约 990 mL 水中，用浓盐酸调节 pH=7.0，用水稀释至 1 L。

二、免疫亲和柱净化（Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱，3 mL）

上样：取待净化样品 2 mL 过柱，弃掉流出的液体。

淋洗和洗脱：加入 20 mL 水淋洗柱子，分两次淋洗，弃掉流出的液体，抽干小柱；加入 2 mL 甲醇缓慢洗脱亲和柱，流速约为 2-3 秒 / 滴。

重新溶解：40℃下氮吹至近干，加 1 mL 初始流动相复溶，0.22 μm 滤膜过滤，供 HPLC 分析。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：Inertsustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2475 荧光检测器

检测波长：激发波长：333 nm

发射波长：447 nm

流动相：A：乙腈

B：2% 乙酸水溶液

洗脱方式：等度洗脱，A：B=49.5：50.5

流速：1 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 25.0 μg/kg 食品中赭曲霉毒素 A 的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
大米	111.2	109.4	111.6	110.7	1.1
食用油	85.5	85.3	86.4	85.7	0.7
酱油	99.4	100.1	104.1	101.2	2.5
葡萄干	95.0	89.0	92.0	92.0	3.3
白酒	92.2	95.8	89.2	92.4	3.6

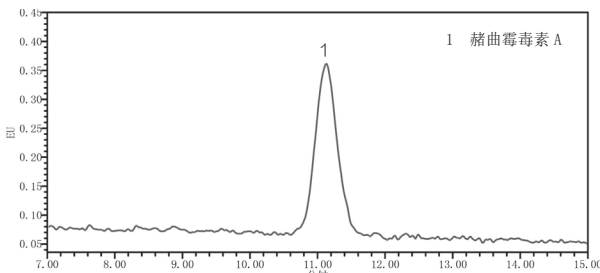


图 1 添加水平为 25.0 μg/kg 赭曲霉毒素 A 检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAFOCH103	Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱，3 mL	20 支 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

咖啡豆中赭曲霉毒素 A 的测定（Copure® MAX 固相萃取柱）

《GB 5009.96-2016 食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定 第二法 离子交换固相萃取柱净化高效液相色谱法》

咖啡作为一种日常饮料，其质量安全至关重要。真菌毒素污染是影响咖啡质量安全的关键风险因子之一，其中赭曲霉毒素 A(Ochratoxin A, OTA) 是咖啡中最常见的真菌毒素之一。

逗点生物结合自身产品优势，建立了固相萃取 - 高效液相色谱法测定咖啡豆中 OTA 含量的方法，试样经提取后，经离子交换固相萃取柱净化后，采用高效液相色谱仪结合荧光检测器测定。经验证，加标回收率范围 95-105%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

咖啡豆样品经粉碎后，称取试样粉 2.5 g(精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管 (带盖) 中，加入 25 mL 甲醇 - 碳酸氢钠溶液 (30 g/L)(体积比 50: 50) 于涡旋振荡器振荡提取 10 min，8000 r/min 离心 5.0 min 后上清液用滤纸过滤，取 10 mL 提取滤液待净化。

1.2 净化

分别用 5.0 mL 甲醇、5.0 mL 甲醇 - 碳酸氢钠溶液 (30 g/L)(体积比 50: 50) 活化 MAX 萃取柱，然后将上述待净化提取液加入固相萃取柱，调节流速以 1 滴 /s~2 滴 /s 的速度通过柱子，压干。然后分别依次用 5.0 mL 淋洗液 (0.1 mol/L 氢氧化钾溶液: 乙腈: 水 =(3: 50: 47)、5.0 mL 水、5.0 mL 甲醇淋洗小柱，抽干。加入 5.0 mL 洗脱液 (甲醇: 乙腈: 甲酸: 水 =40: 50: 5: 5)，收集洗脱液于玻璃氮吹管中，于 45℃ 下氮气吹至近干。加入 1.0 mL 乙腈 -2% 乙酸水溶液 (体积比 50: 50)，涡旋复溶，过滤至进样小瓶中，上液相色谱测试。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

二、仪器条件

设备：Thermo Scientific UltiMate 3000

色谱柱：Commasil®AQ-C18 (4.6 mm*250 mm, 5 μm)

检测器：荧光检测器（激发波长 333 nm、发射波长 460 nm）

流动相：A：2% 乙酸水 B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱条件见下表 1

流速：1 mL/min 进样体积：5 μL

表 1 流动相及梯度洗脱条件

时间 /min	流动相 A	流动相 B
0	88	12
2.0	88	12
10.0	80	20
12.0	70	30
19.0	50	50
30.0	50	50
31.0	0	100
39.0	0	100
40.0	88	12
45.0	88	12

三、实验测试结果

表 2 咖啡豆中赭曲霉毒素 A 加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (μg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
赭曲霉毒素 A	20.0	97.0	99.0	2.74
		101		
		95.9		

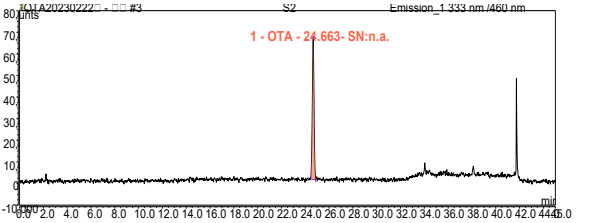


图 1 校准点液相色谱图 (5 μg/L)

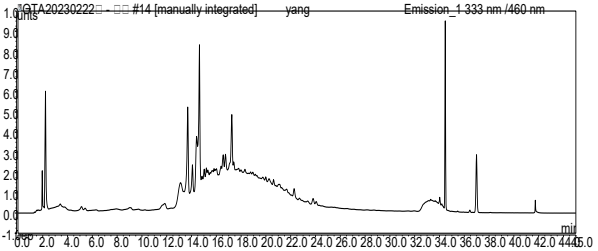


图 2 咖啡豆本底液相色谱图

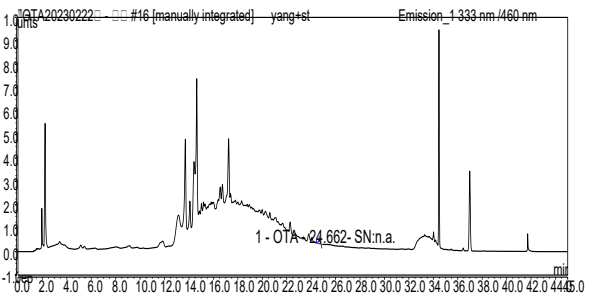


图 3 咖啡豆中赭曲霉毒素 A 的液相色谱图 (加标浓度 20 μg/kg)

订购信息

货号	描述	包装
COMAX3200	Copure® MAX 固相萃取柱, 200 mg/3 mL	50 支 / 盒
CSAQC183059	Commasil® AQ-C18 4.6mm*250mm,5um	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	biocomma® 24 孔智能氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	Copure® 针式过滤器, 孔径 0.22 μm, PTFE 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

食品中T-2毒素的UPLC-MS-MS测定《GB 5009.118-2016 食品中T-2毒素的测定》

一、样品提取

大米：称取经粉碎的大米样品 10.0 g，加入 40 mL 80% 甲醇水，涡旋 10 min，8000 r/min 离心 5 min，移取 10 mL 上清液加 40 mL 水稀释，经玻璃纤维滤纸过滤至澄清，滤液备用。

酱油：称取 10.0 g 酱油，用甲醇定容至 20 mL，涡旋提取 10 min，8000 r/min 离心 5 min，移取 10 mL 上清液加 40 mL 水稀释混匀，经玻璃纤维滤纸过滤至澄清，滤液备用。

红酒：称取 20.0 g 红酒于 50 mL 离心管中，用甲醇定容至刻度，摇匀，8000 r/min 离心 5 min，移取 10 mL 上清液加 40 mL 水稀释混匀，经玻璃纤维滤纸过滤至澄清，滤液备用。

二、样品净化

免疫亲和柱上接 20 mL 上样器，准确移取上述滤液 10 mL 加入上样器中，重力作用下待其自然流尽，然后加入 10 mL 水淋洗，弃去全部流出液，抽干小柱。用 2 mL 甲醇进行洗脱，收集流出液。整个过程控制流速不要超过 1 秒 / 滴。将收集的洗脱液于 40℃ 氮吹至近干，加 1 mL 70% 乙腈水涡旋混匀，过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm)

流动相：A：水 (0.1% 甲酸) B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	70	30
2.3	30	70
4.0	30	70
4.20	0	100
4.80	0	100
5.00	70	30

流速：0.35 mL/min

柱温：30℃

进样量：2 μL

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500V

鞘气压力：38 arb

辅气压力：8arb

离子传输管：300℃

辅气温度：350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	保留时间 /min	母离子	子离子
T-2 毒素	2.05	489.1	245.083*, 387.155

五、实验结果

表 3 食品中 T-2 毒素加标回收实验结果

目标物	添加水平 (μg/kg)	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3		
大米	20	99.98	98.75	98.06	98.93	1.0
酱油	20	102.58	99.44	97.56	99.86	2.5
红酒	10	101.08	95.11	95.65	97.28	3.4

标曲配制：直接采用 70% 乙腈水溶液配制。

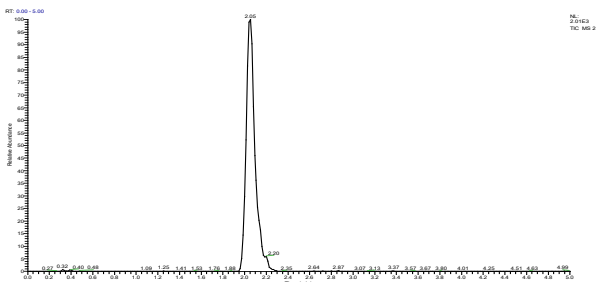


图 1 添加水平 20 μg/L 的 T-2 毒素检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAFT2103	Copure® T-2 毒素免疫亲和柱，3 mL	50 支 / 盒
CS2150180DS	CommaSil® ODS 色谱柱，2.1 mm×50 mm, 1.8 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	NL 滤膜，直径 47 mm，孔径 0.22 μm，水系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

食品中伏马毒素的 UPLC-MS\MS 测定 (Copure® 伏马毒素免疫亲和柱)

《GB 5009.240-2016 食品安全国家标准 食品中伏马毒素的测定》

一、样品提取

准确称取经粉碎的玉米样品 5.0 g(精确至 0.01g) 于 50mL 离心管中, 加入 20ml 乙腈 / 水溶液 (50:50,v/v), 涡旋 20 min, 超声振荡 10 min,4000 r/min 离 8 min, 移取 8 mL 上清液, 加入 22mL 吐温 -20/PBS 溶液, 混合均匀后, 经玻璃纤维滤纸过滤。

二、样品净化

准确移取上述滤液 15 mL 过免疫亲和柱 (货号:), 流速控制在 1 ~ 2 滴 / 秒, 用 10 mL PBS 缓冲液淋洗免疫亲和柱, 弃去全部流出液, 抽干小柱。用 2 mL 甲醇 - 乙酸溶液 (98+2) 进行洗脱, 关阀门静置 2-3 min 再收集流出液。将收集的洗脱液于 45℃氮吹至近干, 加 2 mL 30% 乙腈水溶解残渣。涡旋 30 s, 过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、仪器条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)
色谱柱: CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3 μm)
流动相: A: 水 (0.1% 甲酸)
 B: 乙腈 (0.1% 甲酸)
洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	70	30
0.50	70	30
4.00	40	60
4.50	0	100
4.80	0	100
5.10	70	30

流速: 0.35 mL/min 柱温: 30℃ 进样量: 8 μL

质谱条件

离子源: HESI 电喷雾电压: 3500 V
鞘气压力: 38 arb 辅气压力: 8 arb
离子传输管: 300℃ 辅气温度: 350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	保留时间 /min	母离子	子离子
FB2	2.97	706	336.26*, 318.28
FB3	2.63	706	336.26*, 318.28

四、实验结果

表 3 食品中伏马毒素加标回收实验结果

目标物	加标浓度 μg/kg	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3		
FB2	80.0	97.5	97.5	102	99.0	2.60
FB3	80.0	89.5	91.4	100	93.6	5.59

标曲配制: 用初始流动相配制

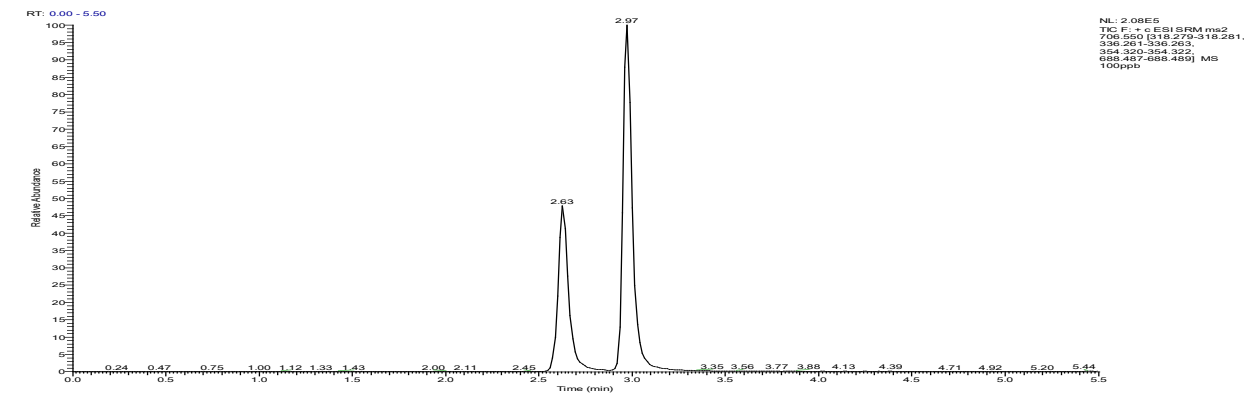


图 1 添加水平为 80 μg/kg 的伏马毒素色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAFT2103	Copure® 伏马毒素免疫亲和柱, 3 mL	50 支 / 盒
CS215018ODS	CommaSil® ODS 色谱柱, 2.1 mm×100mm, 3 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

苹果汁中展青霉素的测定（Copure® MAX 混合阴离子交换柱）

《GB 5009.185-2016 食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定》

苹果汁在人们的生活中是种很常见的饮料，作为饮料饮品，其食用安全性的关注越来越高。展青霉素广泛存在于霉变的水果中，是影响苹果汁质量安全的要素之一，长期摄入会对人体健康造成危害。

逗点生物结合市场需求，建立了固相萃取 - 高效液相色谱法测定苹果汁中的展青霉素含量的方法，样品经阴离子交换固相萃取柱净化、浓缩后，采用高效液相色谱仪结合紫外检测器测定，外标法定量。经验证，加标回收率范围 90-100%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

准确称取苹果汁 2.00 g(精确至 0.01 g) 于 15 mL 离心管(带盖) 中待净化。

1.2 净化

分别用 6.0 mL 甲醇、6.0 mL 水活化 MAX 萃取柱（货号 COMAX6500），然后将上述待净化提取液加入固相萃取柱。然后依次加入 3 mL 的乙酸铵溶液和 3 mL 水淋洗，抽干。加入 4 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液，整个固相萃取过程控制流速在 3 mL/min 左右。在洗脱液中加入 20 μ L 乙酸，40℃恒温水浴氮吹至近干，用乙酸溶液定容至 1.0 mL，涡旋 30 s，0.22 μ m 尼龙滤膜过滤，收集滤液于进样小瓶中，上液相色谱进行测试。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

1.4 标准曲线制备

准确吸取适量展青霉素标准工作液，用乙酸水溶液（乙酸：水 =1:25）稀释配制 成 5、10、50、100、200 ng/mL 的标准工作溶液，制作校准曲线，利用校准曲线对样品进行定量计算。

二、仪器条件

设备：Thermo Scientific UltiMate 3000

色谱柱：Commasil® AQ-C18（4.6 mm*250 mm，5 μ m）

检测器：紫外检测器 检测波长：276 nm

流动相：A：水 B：乙腈

色谱柱温：40℃ 流速：0.8 mL/min

进样体积：50 μ L 洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	95	5
13.00	95	5
14.00	0	100
16.00	0	100
17.00	95	5
22.00	95	5

三、实验测试结果

表 2 苹果汁中展青霉素加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (μ g/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
展青霉素	6.00	92.4	92.1	0.405
		91.7		
		92.2		
展青霉素	10.0	100	100	0.241
		101		
		100		

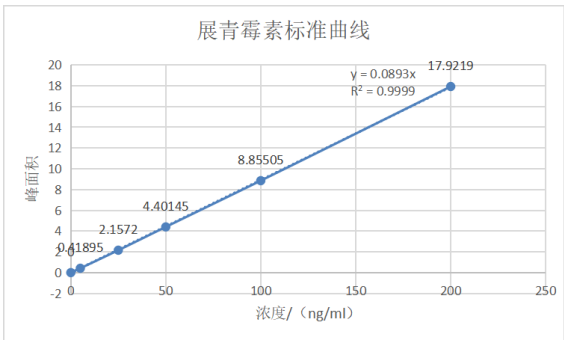


图 1 展青霉素标准曲线

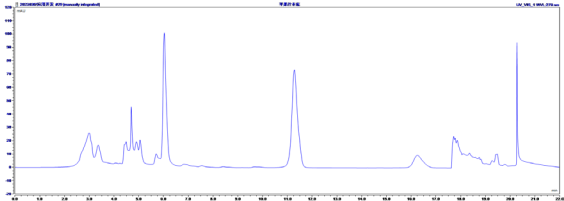


图 2 苹果汁本底液相色谱图

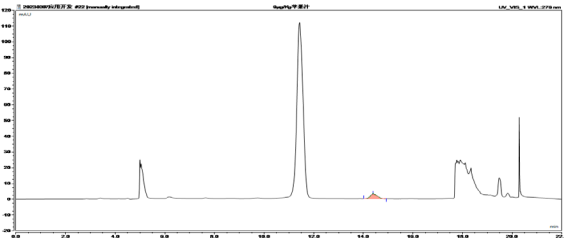


图 3 苹果汁中展青霉素的液相色谱图（加标浓度 6.00 μ g/kg）

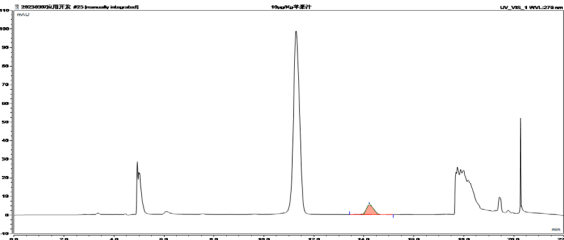


图 4 苹果汁中展青霉素的液相色谱图（加标浓度 10.00 μ g/kg）

订购信息

货号	描述	包装
COMAX6500	Copure® 混合阴离子交换柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	24 孔智能氮吹仪	1 台 / 箱
SN130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13mm，孔径 0.22 μ m，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

猫粮中维生素 B12 的液相测定（Copure® 维生素 B12 免疫亲和柱）

一、样品提取

准确称取混合均匀的猫粮样品 2.0 g(精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 去离子水溶液，涡旋 10 min，超声 15 min，离心 10 min，转速 8000 r/min，移取 4 mL 上清液，备用。

二、样品净化

准确移取上清液 4 mL 加入免疫亲和柱中，当液面下降到亲和柱管体（未完全流干），用 10 mL 水淋洗，弃去全部流出液，抽干小柱。用 2 mL 甲醇进行洗脱，关阀门静置 2~3min 再收集流出液。整个过程控制流速不要超过 1mL/min。在收集的洗脱液中加入 50 μL 的 0.1% 甲酸水，之后放置于 50~60℃氮吹至近干，加 1 mL 的 0.1% 甲酸水涡旋混匀，过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、仪器条件

仪器：UltiMate 3000（Thermofisher Scientific）
色谱柱：Commasil® C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
流动相：0.03 mol 磷酸盐缓冲液（pH=3.5）：
乙腈 = 85:15
检测波长：361 nm
流速：1.0 mL/min
柱温：30℃
进样量：20 μL

四、实验结果

表 1 猫粮中维生素 B12 加标回收实验结果

目标物	回收率（%）			平均回收率（%）	RSD（%）
	1	2	3		
维生素 B12	88.3	88.6	90.9	89.6	1.07

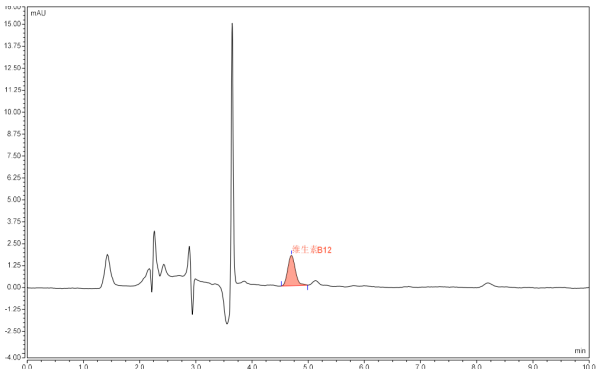


图 1 添加水平为 0.5 μg/g 的维生素 B12 检测样品色谱图

注意事项：

维生素 B12 免疫亲和柱的柱容量（最大吸附维生素 B12）为 1000ng，当样品中维生素 B12 超过测定范围时，请适当减小上柱体积，使其在检测范围内，计算出准确含量。
操作步骤中，样品过柱，淋洗，洗脱时，一定要控制好流速，不能太快，否则会使检测结果偏低。
维生素 B12 免疫亲和柱使用前需要恢复到室温，室温放置至少 30 min。

订购信息

货号	描述	包装
COAFB12103	Copure® 维生素 B12 免疫亲和柱，3 mL	25 支 / 盒
CS4625ODS	Copure® ODS 色谱柱，4.6 mm×250mm，5 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13 mm，孔径 0.22 μm，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/ 红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒

植物油中黄曲霉毒素含量检测的固相萃取方法 (Copure®226 多功能净化柱)

黄曲霉毒素 (aflatoxins) 是一种由黄曲霉和寄生曲霉等真菌经过聚酮途径产生的次生代谢产物，其结构通常包含一个双呋喃环和一个氧杂萜邻酮，天然产生的黄曲霉毒素根据其化学结构不同分为 B1、B2、G1、G2 四种。食品遭受产毒真菌以及霉菌毒素污染的问题在世界范围内反复发生，被污染的农作物作为饲料资源被畜禽食用后，携带的霉菌毒素又可在肉、蛋、奶等食品中蓄积，通过食物链传递，危害人类健康。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®226 多功能净化柱，建立植物油中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 检测的 LC-MS/MS 检测方法。该方法低、中、高三个水平的加标回收率均在 90-100 % 之间，RSD 小于 5 %，操作简便快捷，与国内外的竞品相比，具有回收率高和脱色净化效果好的优势，能够作为植物油中黄曲霉毒素检测的参考方法。

本方法适用于谷物及其制品、豆类及其制品、坚果及籽类、油脂及其制品、调味品、婴幼儿配方食品和婴幼儿辅助食品中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的测定。

参照《GB 5009.22-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入一定量同位素内标工作液振荡混合后静置 30 min。
- 2) 加入 20 mL 乙腈-水溶液 (84+16)，涡旋混匀，置于超声波/涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min，在 6000 r/min 下离心 10 min，取上清液备用。

1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品提取液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化提取液，氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：液相色谱-串联质谱联用仪 SCIEX Triple Quad™ 4500

色谱柱：Waters C18 2.1x100mm 1.7um

流动相：A：0.1% 甲酸水 B：乙腈

流动相梯度：初始 80%A，20%A (0 min~2 min)，

20%A (2 min~3 min)，80%A (3 min~3.1min)，80%A (3.1min~5min)

流速：0.3 mL/min

柱温：室温

进样体积：10.0 mL

质谱条件：

检测方式：多离子反应检测 (MRM)；

表 1 离子源控制条件

Curtain Gas (CUR)	35.0
Collision Gas (CAD)	9
IonSpray Voltage (IS)	5500
Temperature (TEM)	550
Ion Source Gas1 (GS1)	50.0
Ion Source Gas2 (GS2)	50.0

表 2 离子选择参数

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	DP(V)	CE(V)
AFB1	313.000	285.000*	100.000	33.000
	313.000	241.000	100.000	51.000
AFB2	315.000	287.000*	95.000	37.000
	315.000	259.000	89.000	41.000
AFG1	329.000	243.000*	98.000	39.000
	329.000	283.000	91.000	35.000
AFG2	331.000	245.000*	113.000	41.000
	331.000	285.000	103.000	39.000

注：* 为定量离子。

三、实验结果

表 3 植物油中黄曲霉毒素加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®226		国外 A 品牌		国内 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD /%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD /%
AFB1	0.2	95.7	3.12	95.4	5.25	90.1	5.21
	0.5	94.5	4.47	96.7	5.13	89.1	5.05
	1.0	96.7	4.21	93.2	5.04	89.5	4.52
AFB2	0.2	95.4	3.50	82.1	4.85	95.1	5.11
	0.5	93.5	4.31	92.7	4.75	94.2	5.01
	1.0	94.5	4.52	97.2	3.95	93.4	4.25
AFG1	0.2	95.9	4.15	97.3	4.31	97.2	5.21
	0.5	92.8	4.31	98.2	4.21	95.2	4.35
	1.0	93.9	4.29	88.3	5.25	88.1	3.24
AFG2	0.2	95.1	4.25	95.1	4.75	92.1	3.56
	0.5	97.1	4.25	92.1	3.19	93.5	4.27
	1.0	93.2	4.20	92.2	4.27	91.2	4.13

从图 1 可知，Copure®226 净化效果与国外 A 品牌相当，并优于国内 B 品牌。从表 3 可知，Copure®226 低、中、高三个水平的加标回收率均在 90-100 % 之间，RSD 小于 5 %，可以满足实验检测要求。

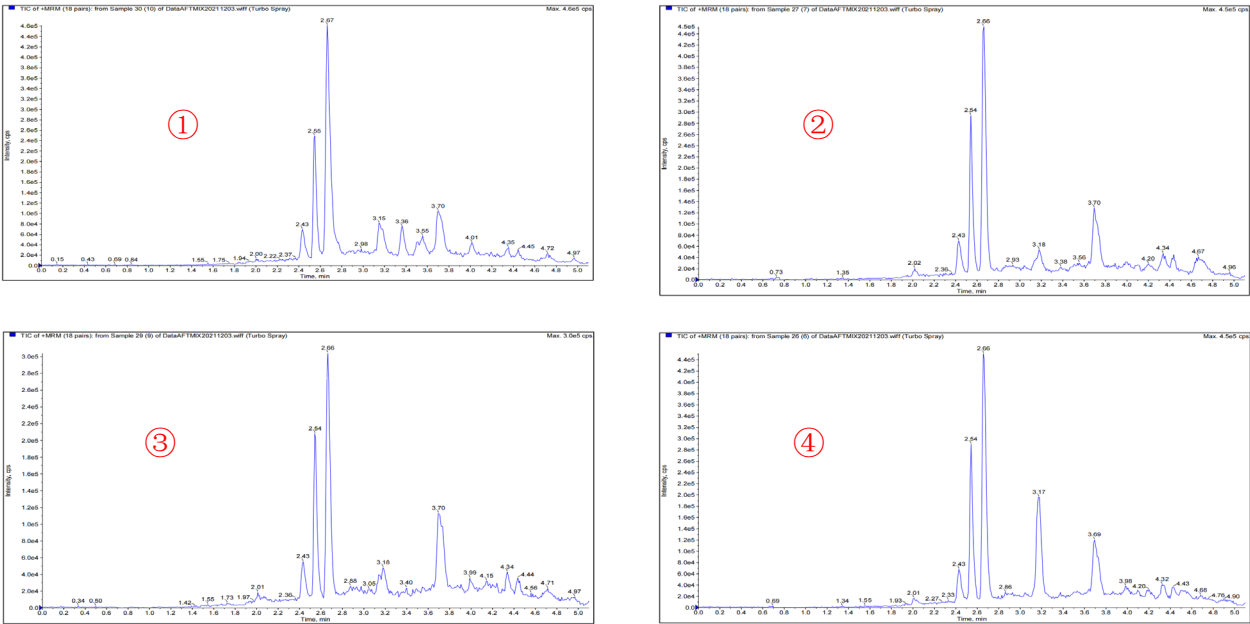


图 1 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的 TIC 色谱图 (①植物油样品 - 未净化处理 ② Copure®226- 净化处理 ③ 国外 A 品牌 - 净化处理 ④ 国内 B 品牌 - 净化处理)

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒

花生油中黄曲霉毒素 B1 含量检测的多功能净化柱法 (Copure® 226 多功能净化柱)

《GB 5009.22-2016 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》

一、样品提取

称取花生油 5.0 g 样品，加入 20 mL 提取液（84% 乙腈 - 水溶液）混匀；超声提取 30 min，8000 r/min 离心 20 min，收集上清液。

二、样品净化 (Copure® 226 多功能净化柱)

- 1) 向试管中加入 5 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品提取液倒出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 2 mL 净化提取液，氮吹至干，用 1 mL 初始流动相复溶，过微孔滤膜，上机分析。

三、仪器条件

质谱仪：TSQ Endura

色谱柱：Hypersil Gol.D aQ (2.1 mm×100 mm, 1.9 μm)

流动相：A：0.1% 甲酸水溶液

B：0.1% 甲酸甲醇溶液

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

时间 /min	A(%)	B(%)
--	70.0	30.0
3.0	70.0	30.0
4.0	30.0	70.0
6.5	30.0	70.0
6.8	0.0	100.0
8.0	0.0	100.0
8.1	30.0	30.0
9.5	30.0	30.0

流速：0.35 mL/min

柱温：30℃

进样量：5 μL

离子源：电喷雾 (ESI)

扫描模式：正离子

检测方式：多反应监测 (MRM)

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Ion Source Gas 1(GS 1)	35
Ion Source Gas 2(GS 2)	5
Ion Spray Voltage(IS)	3500
Temperature(TEM)	275
Interface Heater(ihe)	On

表 3 黄曲霉毒素 B1 的母离子和子离子参数表

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	碰撞能量 (eV)	RF Lens
黄曲霉毒素 B1	312.9	312.9/285.0	21.9	136
		312.9/240.9	37.6	136

四、实验结果

表 4 20 μg/kg 花生油中黄曲霉毒素 B1 的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
黄曲霉毒素 B1	81.9	84.5	82.4	82.9	1.7

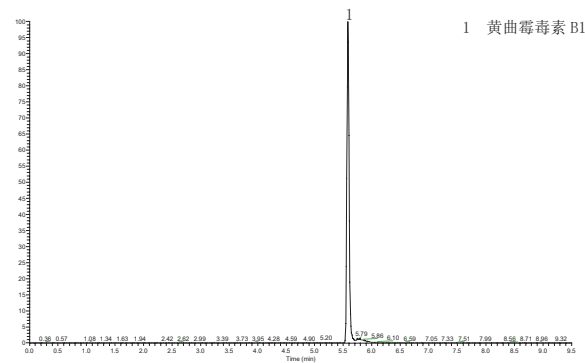


图 1 添加水平为 20 μg/kg 花生油中黄曲霉毒素 B1 检测的色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAF226	Copure®226 多功能净化柱	25 支 / 盒
SF130-22-PTFE-HL	聚四氟乙烯针式过滤器，Φ13 mm/0.22 μm/ 水系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒

玉米粉中黄曲霉毒素检测的固相萃取方法(Copure® 228 多功能净化柱)

黄曲霉毒素 (aflatoxins) 是一种由黄曲霉和寄生曲霉等真菌经过聚酮途径产生的次生代谢产物，其结构通常包含一个双呋喃环和一个氧杂萘邻酮，天然产生的黄曲霉毒素根据其化学结构不同分为 B1、B2、G1、G2 四种。食品遭受产毒真菌以及霉菌毒素污染的问题在世界范围内反复发生，被污染的农作物作为饲料资源被畜禽食用后，携带的霉菌毒素又可在肉、蛋、奶等食品中蓄积，通过食物链传递，危害人类健康。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®228 多功能净化柱，建立玉米粉中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 检测的 LC-MS/MS 检测方法。该方法低、中、高三个水平的加标回收率均在 90-100 % 之间，RSD 小于 5 %，操作简便快捷，与国内外的竞品相比，具有回收率高和脱色净化效果好的优势，能够作为玉米粉中黄曲霉毒素检测的参考方法。本方法适用于谷物及其制品、豆类及其制品、坚果及籽类、油脂及其制品、调味品、婴幼儿配方食品和婴幼儿辅助食品中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的测定。参照《GB 5009.22-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入一定量同位素内标工作液振荡混合后静置 30 min。
- 2) 加入 20 mL 乙腈 - 水溶液 (84+16)，涡旋混匀，置于超声波 / 涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min，在 6000 r/min 下离心 10 min，取上清液备用。

1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将 Copure® 228 多功能净化柱（货号：COAF228）橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品提取液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化提取液，氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：液相色谱 - 串联质谱联用仪 SCIEX Triple Quad™ 4500
色谱柱：Waters C18 2.1x100mm 1.7um
流动相：A: 0.1% 甲酸水 B: 乙腈
流动相梯度：初始 80%A, 20%A (0 min~2 min)，20%A (2 min~3 min)，80%A (3 min~3.1min)，80%A (3.1min~5min)
流速：0.3 mL/min
柱温：室温
进样体积：10.0 mL

质谱条件：

检测方式：多离子反应检测（MRM）；

表 1 离子源控制条件

Curtain Gas (CUR)	35.0
Collision Gas (CAD)	9
IonSpray Voltage (IS)	5500
Temperature (TEM)	550
Ion Source Gas1 (GS1)	50.0
Ion Source Gas2 (GS2)	50.0

表 2 离子选择参数

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	DP(V)	CE(V)
AFB1	313.000	285.000*	100.000	33.000
	313.000	241.000	100.000	51.000
AFB2	315.000	287.000*	95.000	37.000
	315.000	259.000	89.000	41.000
AFG1	329.000	243.000*	98.000	39.000
	329.000	283.000	91.000	35.000
AFG2	331.000	245.000*	113.000	41.000
	331.000	285.000	103.000	39.000

注：* 为定量离子。

三、实验结果

表 3 玉米粉中黄曲霉毒素加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®228		国外 A 品牌		国内 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
AFB1	0.2	94.1	3.1	93.7	5.8	90.1	5.3
	0.5	91.0	4.5	92.5	5.0	88.5	4.5
	1.0	92.1	4.8	91.0	5.4	87.6	5.2
AFB2	0.2	93.2	5.0	89.5	4.2	96.5	6.1
	0.5	95.3	4.1	93.5	4.2	93.1	4.1
	1.0	90.6	4.2	91.4	3.8	95.2	4.8
AFG1	0.2	93.7	4.5	90.8	4.9	92.1	5.9
	0.5	95.2	4.8	96.3	4.8	94.3	4.5
	1.0	94.5	3.9	89.2	5.7	85.2	3.7
AFG2	0.2	95.4	3.5	93.7	4.5	90.7	3.1
	0.5	92.7	2.5	90.2	3.9	91.6	4.5
	1.0	91.3	4.6	91.6	4.7	92.7	4.9

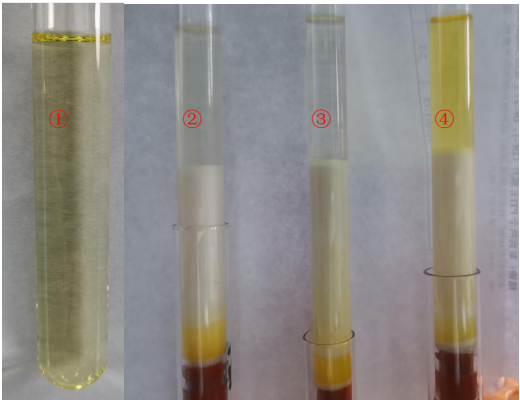


图 1 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的脱色效果图 (①玉米粉加标样品 - 未净化处理 ② Copure®228- 净化处理 ③ 国外 A 品牌 - 净化处理 ④ 国内 B 品牌 - 净化处理)

Copure®228 脱色效果明显，其脱色能力与国外 A 品牌相当，并显著优于国内 B 品牌。

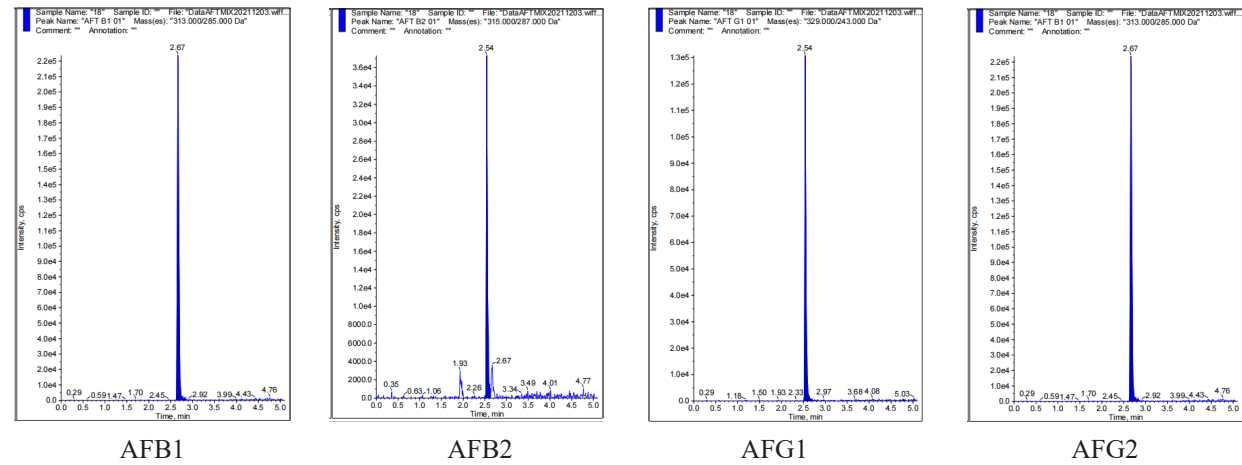


图 2 使用 Copure®228 多功能净化柱净化后的加标样品的 EIC 色谱图

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

小麦粉中三种真菌毒素检测的多功能净化柱法（Copure® 228 多功能净化柱）

一、样品提取

称取 5.0 g 小麦粉，加入 20 mL 90% 乙腈水溶液混匀，涡旋振荡 10 min，5000 r/min 离心 5 min，收集上清液待净化。

二、样品净化（Copure® 228 多功能净化柱）

- 1. 向试管中加入 5 mL 提取液；
- 2. 将 228 净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下缓慢压净化柱至试管底部；
- 3. 将净化柱上部净化后的样品倒出至干净的离心管中；
- 4. 取净化液 2 mL，40℃氮吹至干，用 0.5 mL 初始流动相复溶，过 0.22 μm PES 水系滤膜，供上机分析。

三、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TQS Endura）
色谱柱：CommaSil® ODS (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm)
流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液（0.1% 甲酸）
 B：甲醇（0.1% 甲酸）
洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	90	10
1.0	70	30
3.0	10	90
4.0	10	90
4.1	95	5
5.0	95	5

流速：0.3 mL/min
柱温：35℃
进样量：5 μL

质谱条件

离子源：HESI
电喷雾电压：3500V
鞘气压力：40 arb

辅气压力：8 arb；
离子传输管：350℃
辅气温度：300℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表（* 为定量离子）

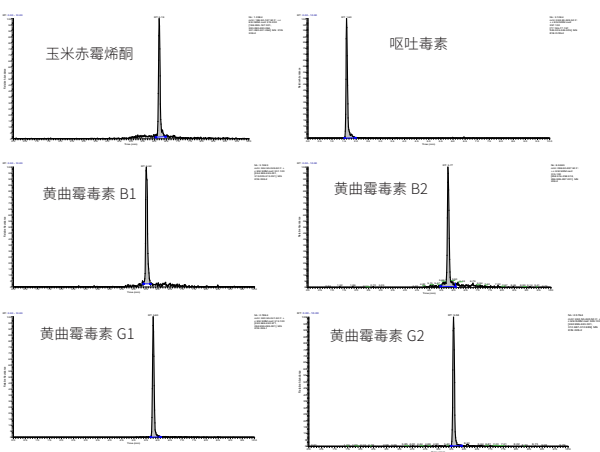
名称	保留时间 /min	母离子	子离子
ZEN	6.19	319.2	301.2*, 185.1
DON	1.60	297.1	249.2*, 77.0
AFB1	5.80	313.1	285.1*, 241.1
AFB2	5.77	315.1	287.1, 259.1*
AFG1	5.58	329.1	311.1, 243.1*
AFG2	5.52	331.1	313.1*, 115.0

四、实验结果

表 3 小麦粉中三种真菌毒素的加标回收实验结果

目标物	加标浓度 (μg/kg)	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3		
ZEN	20	89.94	97.65	87.66	91.8	5.7
DON	50	59.06	64.40	56.97	60.1	6.4
AFB1	2.5	73.76	77.00	82.28	77.7	5.5
AFB2	0.83	73.12	76.56	77.28	75.6	2.9
AFG1	2.5	71.96	75.41	83.36	76.9	7.6
AFG2	0.83	76.75	75.55	81.36	77.9	3.9

各目标物检测色谱图如下：



订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

苹果制品中展青霉素含量检测的多功能净化柱法 (Copure® 228 多功能净化柱)

《GB 5009.185-2016 食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定》

一、样品提取

1、苹果肉固体样品处理

准确称取 1.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 水与 150 μ L 果胶酶溶液，涡旋混匀 1 min，室温下避光放置过夜后，加入 10 mL 乙酸乙酯，涡旋混匀 5 min，在 5000 r/min 下离心 5 min，取上层乙酸乙酯层于 50 mL 离心管中；再用 8 mL 乙酸乙酯提取一次，合并两次乙酸乙酯提取液，氮吹至干；以 2.0 mL 乙酸溶液 (10 mL 乙酸加入 250 mL 超纯水配制) 溶解残留物，再加入 8.0 mL 乙腈，混匀后待净化。

2、苹果汁液体样品处理

准确称取 4.0 g 果汁置于 50 mL 离心管中，加入 21 mL 乙腈溶液，于涡旋器中涡旋混匀 10 min，在 5000 r/min 下离心 10 min，取上清液作为样品提取液。

二、样品净化 (Copure® 228 多功能净化柱)

- (1) 向试管中加入 10 mL 样品提取液，然后加入 50 μ L 乙酸；
- (2) 将 228 净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端；
- (3) 将净化柱上部净化后的样品提取液倒出至样品瓶或者 EP 管中；
- (4) 取 5 mL 净化提取液，加入 20 μ L 乙酸，氮吹至干，用 1 mL 乙酸水溶液 (10 mL 乙酸加入 250 mL 超纯水配制) 复溶，经滤膜过滤供上机测试。

三、仪器条件

仪器：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m)

检测器：Waters 2996 DAD 检测器

检测波长：276 nm

流动相：A：水

B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间	A	B
--	95.0	5.0
13.0	95.0	5.0
15.0	0.0	100.0
20.0	95.0	5.0

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μ L

四、实验结果

表 1 20 μ g/kg 苹果汁中展青霉素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
展青霉素	92.5	90.5	87.5	90.2	2.8

表 2 40 μ g/kg 苹果果肉中展青霉素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
展青霉素	109.3	103.3	102.8	105.1	3.4

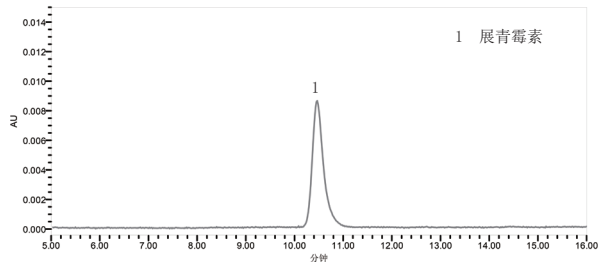


图 1 添加水平为 20 μ g/kg 展青霉素检测的液相色谱图

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的固相萃取方法（Copure® 223 多功能净化柱）

黄曲霉素是一类真菌（如黄曲霉和寄生曲霉）的有毒代谢产物，它们具有很强的致癌性，黄曲霉素 M1 是黄曲霉素 B1 的羟基化代谢产物，其毒性与黄曲霉素 B1 相当，也是一种强致癌物。当奶牛食用了被黄曲霉素 B1 污染的饲料后，黄曲霉素 B1 在动物体内会经过转化生成代谢产物黄曲霉素 M1。代谢产物黄曲霉素 M1 一部分随尿液和乳汁排出，另一部分存于动物细胞的可食用组织中；其中在乳汁中较为常见，因此，检测生鲜乳中黄曲霉素 M1 指标具有重要意义。

逗点生物采用 Copure® 223 多功能净化柱，实现了黄曲霉毒素 M 族的快速检测。建立牛奶中黄曲霉毒素 M1 和 M2 的 LC 检测方法。两个水平（5 ng/g, 10 ng/g）的加标回收率均在 90-110 % 之间，RSD 值小于 5 %，整体净化效果和回收率优于国内品牌。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为 牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的参考方法。

参照 《GB 5009.24-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 称取 4 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋混匀，置于超声波 / 涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min，在 6000 r/min 下离心 10 min，取上清液备用。

1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品净化液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化液，氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22μm 微孔滤膜，上机分析。

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

二、仪器条件

仪器设备：UltiMate 3000（Thermo Fisher Scientific），配 FLD 检测器
色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)
流动相：A：去离子水 B：乙腈 - 甲醇（50/50）
流动相洗脱条件：A，70%；B，30%
流速：1.0 mL/min
柱温：室温
进样体积：20.0 mL
检测波长：激发波长 360 nm，发射波长 430 nm
检测器：荧光检测器（FLD）

三、实验结果

表 1 牛奶中黄曲霉毒素 M 族加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®223		国内 A 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
AFT M1	5	93.5	4.11	93.5	4.53
	10	94.1	4.25	89.5	4.55
AFT M2	5	95.1	3.50	95.5	5.31
	10	94.2	4.25	96.4	5.51

从图 1 中可知，经过 Copure® 223 多功能净化板净化处理后，提取液中杂质被明显吸附，减少了杂质干扰，净化效果优于国内 A 品牌；从表 1 中可知，黄曲霉毒素 M1 和 M2 的回收率均在 90-110% 之间，RSD 值小于 5 %，能满足实验使用需求。

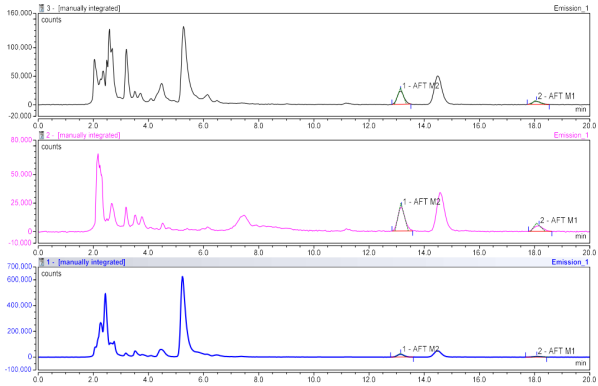


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图（5ng/g）
①国内 A 品牌 - 净化处理，② Copure®223- 净化处理，③牛奶样品 - 未净化处理

玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的固相萃取方法（Copure® 224 多功能净化柱）

玉米赤霉烯酮 (zearalenone, ZEN) 是一种由镰刀菌产生的非甾体类真菌毒素, 常存在于受镰刀菌污染的谷物中 (小麦、玉米、燕麦和大麦等); 玉米赤霉烯酮是一种常见的饲料霉菌毒素, 是世界范围内污染农作物最严重的霉菌毒素之一。

当畜禽采食了被玉米赤霉烯酮污染的饲料后, 会产生肿瘤、雌激素和免疫抑制作用等不利影响, 通过动物性食品危及人类的健康, 因此精准快速地检测饲料及饲料原料和食品中玉米赤霉烯酮含量, 对于保证食品安全具有重要的意义。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®224 多功能净化柱, 建立玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的 LC 检测方法。该方法两个水平 (8 ng/g, 16 ng/g) 的加标回收率均在 90-100 % 之间, RSD 小于 10 %, 操作简便快捷, 与国内外的竞品相比, 具有回收率高和脱色除杂效果好的优势, 能够作为玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的参考方法。

本方法适用于粮食和粮食制品, 酒类, 酱油、醋、酱及酱制品, 大豆、油菜籽、食用植物油中玉米赤霉烯酮的测定。
参照《GB 5009.209-2016 食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5 g 样品, 加入 1 g 氯化钠, 再加入 20 mL 乙腈 - 水溶液 (9+1) 混合均匀。
- 2) 涡旋 15 min 后, 6000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中, 并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品提取液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化提取液, 氮气吹干, 用 1 mL 初始流动相复溶, 涡旋 30s 溶解残渣, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 上机分析。

二、仪器条件

仪器设备: UltiMate 3000 (Thermo Fisher Scientific), 配 FLD 检测器

色谱柱: Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

流动相: A: 乙腈

B: 去离子水

C: 甲醇

流动相梯度:

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)	C (%)
0.00	52	40	8
5.00	52	40	8
8.00	95	5	0
11.00	95	5	0
13.00	52	40	8
17.00	52	40	8

流速: 1.0 mL/min

柱温: 室温

进样体积: 50.0 mL

检测波长: 激发波长 274 nm, 发射波长 440 nm

检测器: 荧光检测器 (FLD)

三、实验结果

表 2 玉米粉中玉米赤霉烯酮加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®224		国外 A 品牌		国内 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
玉米赤霉烯酮	8	95.5	6.2	98.4	6.0	145	5.1
	16	90.1	6.8	92.1	6.5	125	5.7



图 1 不同品牌多功能净化柱处理样品后的脱色效果图 (①玉米粉提取液 - 未净化处理 ② Copure®224- 净化处理 ③ 国外 A 品牌 - 净化处理 ④ 国内 B 品牌 - 净化处理)

从图 1 中可知, 经过 Copure®224 净化处理后, 提取液中色素被明显吸附; Copure®224 的脱色效果明显, 其脱色能力与国外 A 品牌和国内 B 品牌相近。

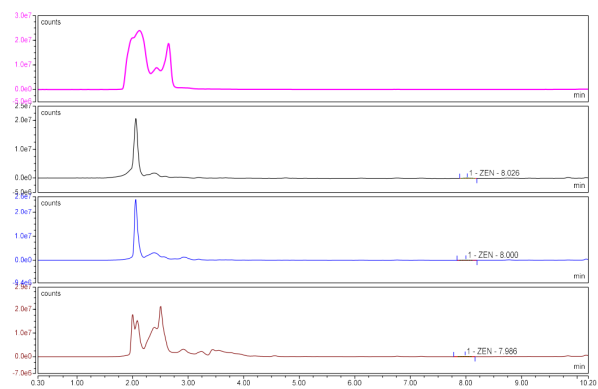


图 2 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的色谱图（①玉米粉样品 - 未净化处理 ② Copure®224- 净化处理 ③ 国外 A 品牌 - 净化处理 ④ 国内 B 品牌 - 净化处理）

从图 2 中可知，经过 Copure®224 净化处理后，上机液中杂质被明显吸附，色谱图中杂峰更少；Copure®224 的杂质去除效果与国外 A 品牌相近，优于国内 B 品牌。

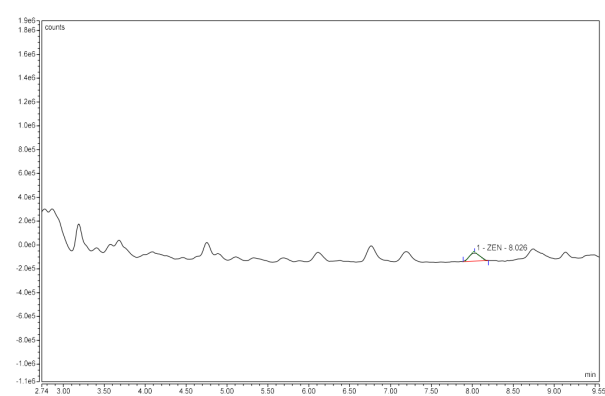


图 3 使用 Copure®224 净化后的加标样品的色谱图（8 ng/g）

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

小麦粉中呕吐毒素检测的的固相萃取方法(Copure® 230 多功能净化柱)

呕吐毒素也叫做脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (deoxynivalenol, DON)，其是一种单端孢霉烯族化合物，由于该毒素能够引起动物呕吐等中毒症状，故而称为呕吐毒素。小麦作为主食作物，是呕吐毒素分布最广的作物之一。在小麦生产加工的过程中，呕吐毒素伴随着面粉的制成存在于小麦粉中，严重危及人们的身体健康。因此精准快速地检测粮食作物及其制成品中呕吐毒素含量，对于保证食品安全具有重要的意义。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®230 多功能净化柱，建立小麦粉中呕吐毒素检测的 LC 和 LC-MS/MS 两种检测方法。LC 方法中两个水平（200 ng/g，400 ng/g）的加标回收率均在 90-120 % 之间，RSD 小于 10 %；LC-MS/MS 方法中两个水平（40 ng/g，60 ng/g）的加标回收率均在 90-110 % 之间，RSD 小于 10 %。本方法操作简便快捷，与国内外的竞品相比，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为小麦粉中呕吐毒素检测的参考方法。

参照《GB 5009.111-2016 食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 2 g 样品，再加入 20 mL 乙腈 - 水溶液（9+1）混合均匀。
- 2) 涡旋 15 min 后，6000 r/min 离心 5 min，取上清液，待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品提取液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化提取液，40℃下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

LC 方法

仪器设备：UltiMate 3000（Thermo Fisher Scientific），配 DAD 检测器

色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)

流动相：A：甲醇 B：去离子水

流动相梯度：

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)
0.00	20	80
2.00	20	80
10.00	70	30
12.00	70	30
13.50	20	80
16.00	20	80

流速：0.8 mL/min

进样体积：50.0 mL

柱温：35℃

检测波长：218 nm

LC-MS/MS 方法

仪器设备：液相色谱 - 串联质谱联用仪 SCIEX Triple Quad™ 4500

色谱柱：C18，1.9 μm，2.1x100mm

流动相：A：水 B：甲醇

流动相梯度：初始 95%A（0 min~1 min），95%~5%A（1.1 min~3 min），

5%A（3.1 min~3.5min），95%A（3.51min~6.0min）。

流速：0.3 mL/min

柱温：室温

进样体积：4.0 mL

离子源模式：ESI- 检测方式：多离子反应检测（MRM）

采集条件：

表 2 离子选择参数

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	CE(V)	DP(V)
DON	295.1	265.1*	-15.0	-15.0
		138.2	-26.0	-12.0
3A-DON	337.0	307.1*	-16.0	-12.0
		173.0	-15.0	-12.0
15A-DON	337.0	150.0*	-25.0	-12.0
		219.1	-16.0	-12.0
13C-DON	310.1	261.0	-16.0	-12.0
		279.1*	-16.0	-12.0
13C-3-ADON	354.0	323.0*	-16.0	-12.0
		230.0	-20.0	-13.0

注：* 为定量离子。

三、实验结果

LC 方法

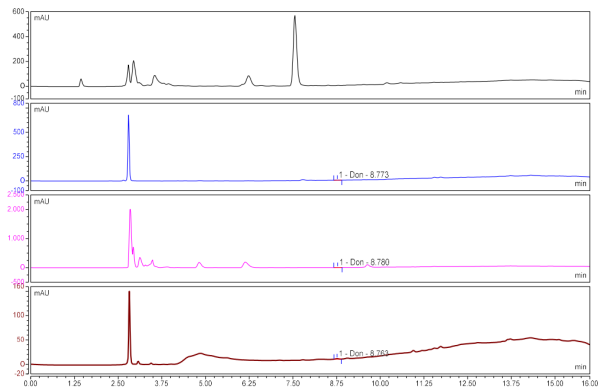


图 1 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的色谱图（①小麦粉样品 - 未净化处理 ② Copure®230- 净化处理 ③ 国内 B 品牌 - 净化处理 ④ 国外 A 品牌 - 净化处理）

从图 1 中可知，经过 Copure®230 净化处理后，上机液中杂质被明显吸附，色谱图中杂峰更少，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确；Copure®230 的杂质去除效果明显优于国内 B 品牌，与国外 A 品牌相近，回收率在 90-120% 之间，满足实验使用需求。

表 3 LC 方法加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 230		国外 A 品牌		国内 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
呕吐毒素	200	115	1.74	85.1	3.95	145	1.60
	400	101	7.39	116	8.78	146	9.54

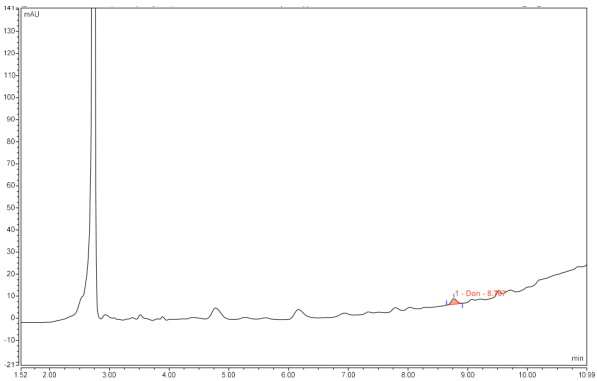


图 2 使用 Copure®230 净化后的加标样品的色谱图 (200 ng/g)

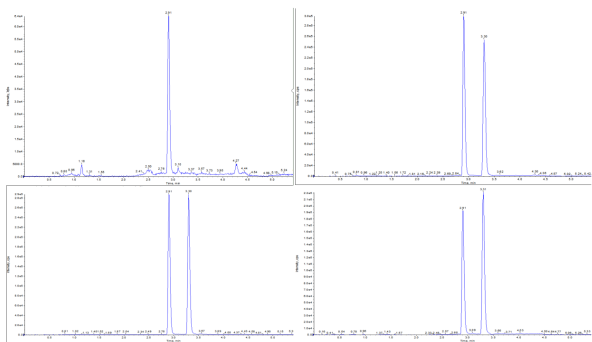


图 3 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的 TIC 色谱图 (①小麦粉样品 - 未净化处理 ② Copure®230- 净化处理 ③ 国外 A 品牌 - 净化处理 ④ 国内 B 品牌 - 净化处理)

从图 3 中可知, 经过 Copure®230 净化处理后, TIC 图中杂质被明显吸附, 色谱图中杂峰更少, DON、3A-DON、15A-DON 三种目标物回收率在 95~110% 之间, 符合实验要求, 整体性能与国外竞品相当。

LC-MS/MS 方法

表 4 LC-MS/MS 方法加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®230		国外 A 品牌		国内 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
DON	40	102	3.59	99.5	1.67	103	5.19
	60	95.9	3.39	99.2	1.51	97.5	2.05
3A-DON	40	97.1	3.10	95.8	3.66	97.5	4.10
	60	106	3.46	101	7.61	100	3.32
15A-DON	40	91.2	1.64	94.0	1.06	93.2	2.14
	60	106	0.63	102	3.60	1.08	2.77

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族, 玉米赤霉烯酮, 呕吐毒素, T-2 毒素, 赭曲霉毒素, 伏马毒素, 3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇, 15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

大豆粉中赭曲霉毒素 A 检测的固相萃取方法（Copure® 229 多功能净化柱）

赭曲霉毒素是一些曲霉属和青霉属真菌的代谢产物，其是继黄曲霉毒素后被发现的第一大类真菌毒素。根据赭曲霉毒素化学结构的不同，通常被划分为 A、B、C 3 类，其中 A 类 (Ochratoxin A, OTA) 毒性最大、污染最广。一旦人体食用 OTA 污染的农产品，OTA 会通过胃肠道系统吸收并对身体造成严重影响。因此精准快速地检测粮食作物及其制品中赭曲霉毒素 A 含量，对于保证食品安全具有重要的意义。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®229 多功能净化柱，建立大豆粉中赭曲霉毒素 A 检测的 LC 方法。LC 方法中两个水平 (4 ng/g, 8 ng/g) 的加标回收率均在 90-110 % 之间，RSD 小于 10 %。本方法操作简便快捷，与国内外的竞品相比，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为大豆粉中赭曲霉毒素 A 的参考方法。

参照《GB 5009.96-2016 食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5g 样品，再加入 20 mL 乙腈-水溶液 (84: 16) 混合均匀。
- 2) 涡旋 15 min 后，6000 r/min 离心 5 min，取上清液，待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品提取液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化提取液，40℃ 下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UltiMate 3000（Thermo Fisher Scientific），配 FLD 检测器

色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

流动相：A：2% 乙酸水 B：乙腈

流动相梯度：

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)
0.00	50	50
1.00	50	50
15.0	50	50

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

流速：1.0 mL/min 柱温：30℃ 进样体积：10.0 mL

检测波长：激发波长 333 nm，发射波长 460 nm

检测器：荧光检测器（FLD）

三、实验结果

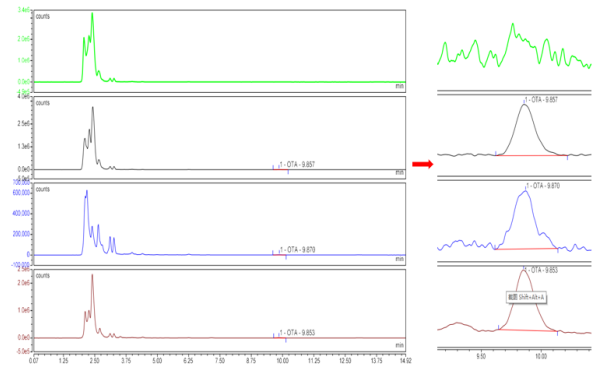


图 1 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的色谱图（①大豆粉样品 - 未净化处理 ② Copure®229- 净化处理 ③ 国内 B 品牌 - 净化处理 ④ 国外 A 品牌 - 净化处理）

从图 1 中可知，经过 Copure®229 净化处理后，上机液中杂质被吸附，色谱图中杂峰更少，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确。

由表 2 可得，Copure®229 的回收率在 90-110% 之间，RSD < 10%，与国外 A 品牌相近，优于国内 B 品牌，可以满足国标《GB 2761-2017》和《GB 5009.96-2016》的使用需求。

表 2 LC 方法加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Biocomma		国外 A 品牌		国内 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
赭曲霉毒素 A	4	98.7	1.32	94.4	2.08	74.1	7.10
	8	97.6	4.04	102	3.04	50.3	1.51

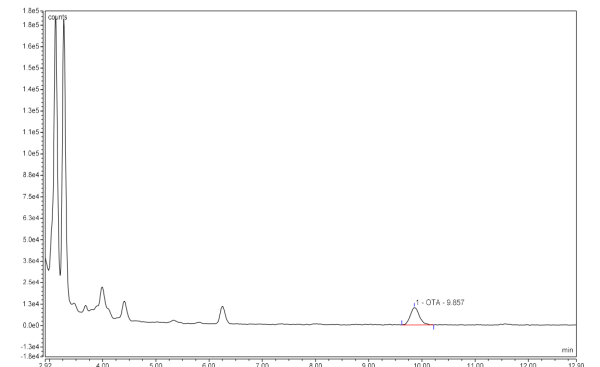


图 2 使用 Copure®229 净化后的加标样品的色谱图 (8 ng/g)

小麦粉中 10 种真菌毒素检测的固相萃取方法（Copure® 302 多功能净化柱）

真菌毒素是由真菌在适宜环境条件下产生的一系列有毒次生代谢产物，膳食是人体摄入真菌毒素的主要方式。食品中检出率较高的真菌毒素主要由曲霉菌属（Aspergillus）、青霉菌属（Penicillium）以及镰刀菌属（Fusarium）等菌属产生，包括黄曲霉毒素（Aflatoxin）、赭曲霉毒素 A(Ochratoxin A)、杂色曲霉毒素（Sterigmatocystin）、展青霉素（Patulin）、伏马菌素（Fumonisin）、玉米赤霉烯酮（Zearalenone）、呕吐毒素（Deoxynivalenol）、雪腐镰刀菌烯醇（NIV）、T-2 毒素等。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®302 多功能净化柱，建立小麦粉中 10 种真菌毒素检测的 LC-MS/MS 检测方法。该方法两个水平的加标回收率均在 90-100 % 之间，RSD 小于 10%，操作简便快捷，与国内竞品相比，具有回收率高和除杂净化效果好的优势，能够作为小麦粉中多种真菌毒素检测的参考方法。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈 - 水 - 乙酸溶液（80:19:1），涡旋混匀，置于超声波 / 涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min，在 6000 r/min 下离心 10 min，取上清液备用。

1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中，并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品提取液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化提取液，40℃条件下氮气吹至近干，加入乙腈 - 水（50:50）溶液定容至 1 mL，涡旋 30s 溶解残渣，过微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UPLC-MS/MS(Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Commasil® BEH T-C18 (2.1 mm×100 mm,3 μm)
流动相：A：5mM 乙酸铵（0.1% 甲酸）溶液
 B：乙腈（0.1% 甲酸）溶液
流动相梯度：初始 90%A，40%A（0 min~2 min），10%A（2 min~6 min），10%A（6min~7min），90%A（7min~8min），90%A（8min~10min）
流速：0.3 mL/min
柱温：室温
进样体积：5.0 mL

质谱条件：

鞘气压力：30 arb 辅气压力：8 arb
离子传输管：300 °C 辅气温度：350 °C

检测方式：多离子反应检测（MRM）；
扫描方式：正离子模式（ESI+）和负离子模式（ESI-）

表 1 离子选择参数

目标物名称	出峰时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	RF Lens (V)	CE (V)
黄曲霉毒素 B1	2.98	313.0	285.0	195	33.00
		313.0	241.0*	195	51.00
黄曲霉毒素 B2	2.90	315.0	287.0	176	37.00
		315.0	259.0*	176	41.00
黄曲霉毒素 G1	2.91	329.0	243.0*	192	39.00
		329.0	283.0	192	35.00
黄曲霉毒素 G2	4.09	331.0	245.0*	169	41.00
		331.0	285.0	169	39.00
伏马毒素 B1	2.66	722.0	334.2*	298	32.75
		722.0	352.3	298	30.51
伏马毒素 B2	2.81	706.1	336.3*	233	31.72
		706.1	354.3	233	30.12
T-2 毒素	3.57	489	245.1*	217	26.15
		489	387.1	217	20.08
呕吐毒素	3.11	319	69*	93	40.00
		319	283	93	15.00
赭曲霉毒素 A	3.72	404.1	238.9*	132	22.28
		404.1	358.0	132	13.15
玉米赤霉烯酮	3.82	317	175.1*	99	18.64
		317	187	99	10.23

注：玉米赤霉烯酮检测为负离子模式（ESI-），其他均为正离子模式（ESI+）；* 为定量离子。

三、实验结果

表 2 小麦粉中 10 种真菌毒素加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®302		国内 A 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
黄曲霉毒素 B1	0.5	92.5	6.1	85.1	6.2
	1.0	92.1	6.5	83.5	6.5
黄曲霉毒素 B2	0.5	93.5	5.0	89.6	7.1
	1.0	94.5	5.1	90.5	7.5
黄曲霉毒素 G1	0.5	94.0	6.5	92.2	7.5
	1.0	95.5	6.8	96.2	6.5
黄曲霉毒素 G2	0.5	96.5	7.5	91.5	6.4
	1.0	95.8	7.5	93.1	6.1
伏马毒素 B1	10	94.2	6.5	92.1	7.3
	20	93.2	6.5	87.5	7.5
伏马毒素 B2	10	94.1	5.5	92.1	8.5
	20	92.7	5.7	93.1	8.6
T-2 毒素	5	96.5	7.5	90.5	6.9
	10	95.8	8.5	89.4	7.5
呕吐毒素	25	91.1	8.1	91.2	5.1
	50	95.2	8.1	92.1	6.5
赭曲霉毒素 A	5	96.1	7.5	82.5	6.3
	10	98.2	7.6	81.4	7.5
玉米赤霉烯酮	5	95.1	6.3	83.2	8.1
	10	97.4	6.5	84.5	8.5

从表 2 中可知，使用 Copure® 302 多功能净化柱处理后，得到 10 种多毒素（黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素 B1、B2）的回收率均在 90-110% 之间，RSD 小于 10 %，整体回收率评价优于国内 A 品牌。

从图 1 可知，使用 Copure® 302 多功能净化柱净化处理样品提取液后，上机液中的杂质干扰减少，目标物信号响应值提高，整体净化效果评价优于国内 A 品牌，能够满足实验使用需求。

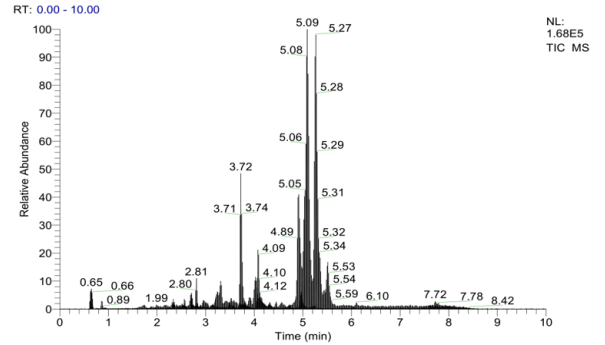
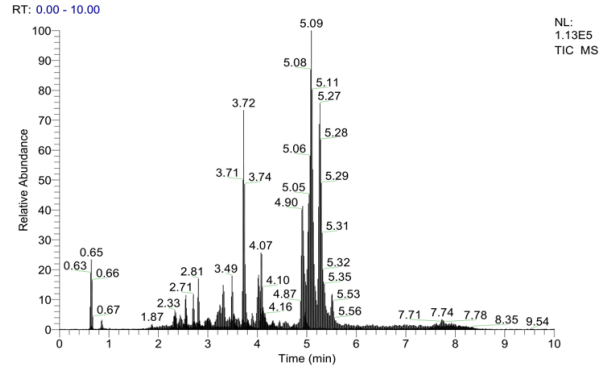
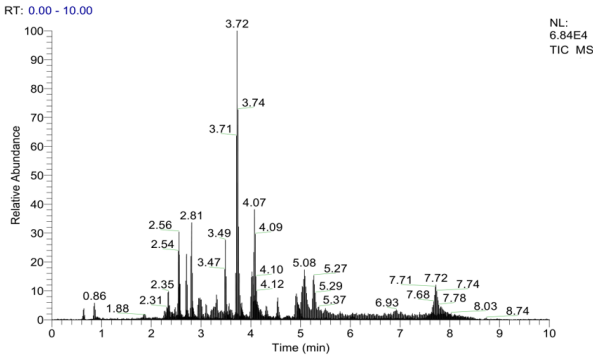


图 1 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的 TIC 色谱图
(①小麦粉样品 - 未净化处理 ②国内 A 品牌 - 净化处理 ③ Copure®302- 净化处理)

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支 / 盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支 / 盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支 / 盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支 / 盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支 / 盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支 / 盒

玉米粉中黄曲霉毒素检测的高通量固相萃取方法（Copure® 226 多功能净化板）

黄曲霉毒素 (aflatoxins) 是一种由黄曲霉和寄生曲霉等真菌经过聚酮途径产生的次生代谢产物，其结构通常包含一个双呋喃环和一个氧杂萜邻酮，天然产生的黄曲霉毒素根据其化学结构不同分为 B1、B2、G1、G2 四种。食品遭受产毒真菌以及霉菌毒素污染的问题在世界范围内反复发生，被污染的农作物作为饲料资源被畜禽食用后，携带的霉菌毒素又可在肉、蛋、奶等食品中蓄积，通过食物链传递，危害人类健康。

逗点生物采用 24 孔 Copure® 226 多功能净化板，实现了黄曲霉毒素的快速、高通量检测。建立玉米粉中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 检测的 LC-MS/MS 检测方法。两个水平（0.5 ng/g，1.0 ng/g）的加标回收率均在 90-110 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为玉米粉中黄曲霉毒素检测的参考方法。

本方法适用于谷物及其制品、豆类及其制品、坚果及籽类、油脂及其制品、调味品、婴幼儿配方食品和婴幼儿辅助食品中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的测定。
参照《GB 5009.22-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入一定量同位素内标工作液振荡混合后静置 30 min。
- 2) 加入 20 mL 乙腈 - 水溶液（84+16），涡旋混匀，置于超声波 / 涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min，在 6000 r/min 下离心 10 min，取上清液备用。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 取 4 mL 样品净化液，40℃ 下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UPLC-MS/MS(Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Thermo C18（2.1x100 mm，1.7 μm）
流动相：A：0.1% 甲酸水 B：乙腈
流动相梯度：初始 80%A，20%A（0 min~2 min），20%A（2 min~3 min），80%A（3 min~3.1min），80%A（3.1min~5min）

流速：0.3 mL/min

柱温：室温

进样体积：5.0 mL

质谱条件：

检测方式：多离子反应检测（MRM）；

表 1 离子源控制条件

Curtain Gas (CUR)	35.0
Collision Gas (CAD)	9
IonSpray Voltage (IS)	5500
Temperature (TEM)	550
Ion Source Gas1 (GS1)	50.0
Ion Source Gas2 (GS2)	50.0

表 2 离子选择参数

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	DP(V)	CE(V)
AFT B1	313.000	285.000*	100.000	33.000
	313.000	241.000	100.000	51.000
AFT B2	315.000	287.000*	95.000	37.000
	315.000	259.000	89.000	41.000
AFT G1	329.000	243.000*	98.000	39.000
	329.000	283.000	91.000	35.000
AFT G2	331.000	245.000*	113.000	41.000
	331.000	285.000	103.000	39.000

注：* 为定量离子。

三、实验结果

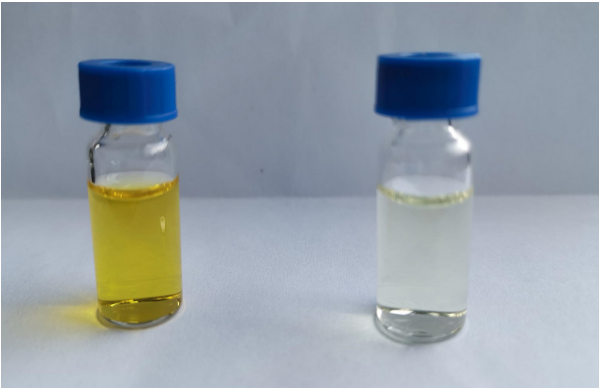


图 1 使用多功能净化板处理前后的脱色效果图
(①玉米粉样品 - 未净化处理 ② Copure®226 多功能净化板 - 净化处理)

从图 1 中可知，经过 Copure® 226 多功能净化板净化处理后，提取液中色素被明显吸附，减少杂质干扰；图 2 中，杂质被明显吸附，TIC 色谱图中杂峰更少，上机液更干净；24 个孔中黄曲霉毒素的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %，能满足实验使用需求。

表 3 玉米粉中黄曲霉毒素加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 226 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
AFT B1	0.5	105	3.92
	1.0	101	2.41
AFT B2	0.5	102	4.12
	1.0	95.8	4.15
AFT G1	0.5	105	2.69
	1.0	104	4.13
AFT G2	0.5	101	4.28
	1.0	95.4	3.75

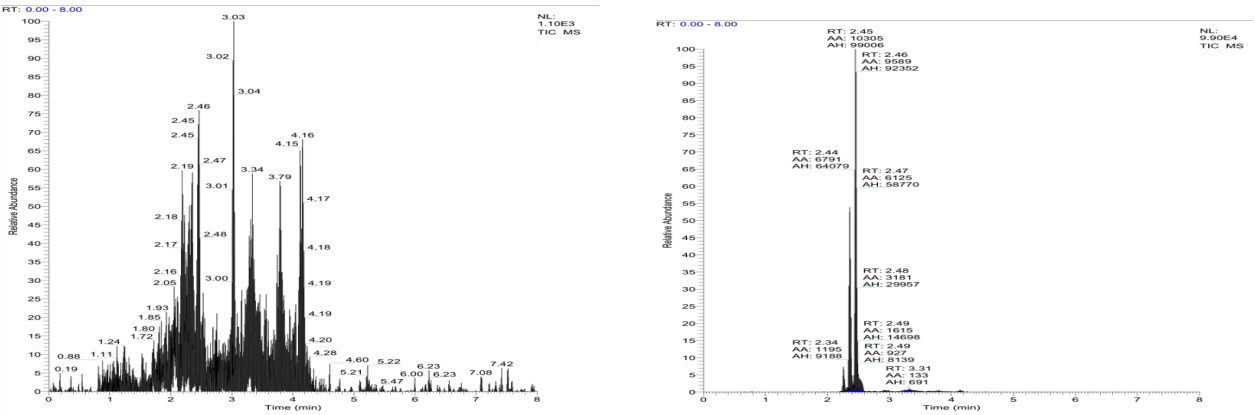


图 2 使用多功能净化板处理前后的 TIC 色谱图
(①玉米粉样品 - 未净化处理 ② Copure®226 多功能净化板 - 净化处理)

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族, 玉米赤霉烯酮, 呕吐毒素, T-2 毒素, 赭曲霉毒素, 伏马毒素, 3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇, 15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 块 / 盒

苹果醋中展青霉素含量检测的高通量固相萃取方法 (Copure®228 多功能净化板)

展青霉素是一种世界范围内的水果污染物，在多种水果、水果制品和果酒中均有发现。展青霉素对人及动物均具有较强的毒性作用。当人摄取了展青霉素，可通过影响细胞膜的透过性间接地引起生理呼吸异常。鉴于展青霉素的毒性及其污染情况，开展展青霉素的检测非常必要。

逗点生物采用最新自主研发的 24 孔 Copure® 228 多功能净化板，实现了展青霉素的快速、高通量检测。建立苹果醋中展青霉素检测的 LC 检测方法，该方法两个水平（5 ng/g，10 ng/g）的加标回收率均在 90-110 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为 苹果醋中展青霉素检测的参考方法。

本方法适用于苹果、山楂、果蔬汁类和酒类食品中展青霉素的测定。

参照 《GB 5009.185-2016 食品安全国家标准食品中展青霉素的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 4 g 样品，用乙腈定容至 25 mL。
- 2) 涡旋 5 min，6000 r/min 离心 5 min，取上清液，待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 取 4 mL 样品净化液，加入 20 μL 乙酸，40℃下氮气吹干，用 1 mL 乙酸溶液复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UltiMate 3000（Thermo Fisher Scientific），配 FLD 检测器
色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)
流动相：A：去离子水 B：乙腈
流动相梯度：5% B (0min~13min)，100% B(13min~15min)，5% B (15min~20min)

流速：1.0 mL/min 柱温：40 °C 进样体积：20.0 mL
检测波长：276 nm 检测器：DAD 检测器

三、实验结果

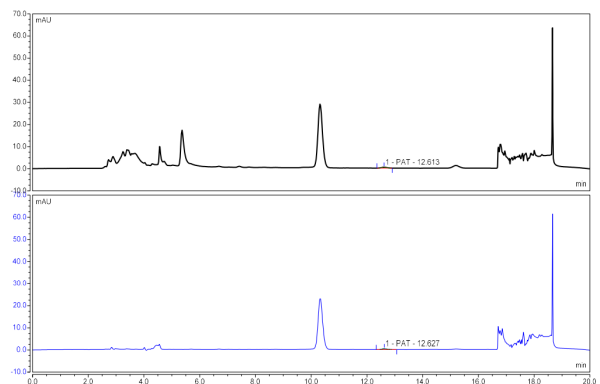


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(①苹果醋样品 - 未净化处理 ② Copure® 228 多功能净化板 - 净化处理)

从图 1 中可知，经过 Copure® 228 多功能净化板净化处理后，上机液中杂质被明显吸附，色谱图中杂峰更少，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确；24 个孔中展青霉素的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %，能满足实验使用需求。

表 1 苹果醋中展青霉素加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 228 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
展青霉素	5	94.5	2.23
	10	95.6	3.45

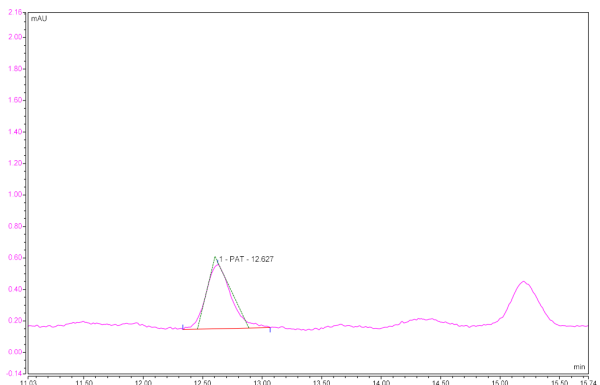


图 2 使用 Copure® 228 多功能净化板净化后的加标样品色谱图 (5 ng/g)

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 块 / 盒

玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的高通量固相萃取方法（Copure® 224 多功能净化板）

玉米赤霉烯酮 (zearalenone, ZEN) 是一种由镰刀菌产生的非甾体类真菌毒素，常存在于受镰刀菌污染的谷物中 (小麦、玉米、燕麦和大麦等)；玉米赤霉烯酮是一种常见的饲料霉菌毒素，是世界范围内污染农作物最严重的霉菌毒素之一。当畜禽采食了被玉米赤霉烯酮污染的饲料后，会产生肿瘤、雌激素和免疫抑制作用等不利影响，通过动物性食品危及人类的健康，因此精准快速地检测饲料及饲料原料和食品中玉米赤霉烯酮含量，对于保证食品安全具有重要的意义。

逗点生物采用最新自主研发的 24 孔 Copure® 224 多功能净化板，实现了玉米赤霉烯酮的快速、高通量检测。建立玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的 LC 检测方法，该方法两个水平 (8 ng/g, 16 ng/g) 的加标回收率均在 90-110 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的参考方法。

参照《GB 5009.209-2016 食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5 g 样品，加入 1 g 氯化钠，再加入 20 mL 乙腈-水溶液 (9+1) 混合均匀。
- 2) 涡旋 15 min 后，6000 r/min 离心 5 min，取上清液，待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 取 4 mL 样品净化液，40℃ 下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UltiMate 3000 (Thermo Fisher Scientific)，配 FLD 检测器

色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

流动相：A：乙腈

B：去离子水

C：甲醇

流动相梯度：

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)	C (%)
0.00	52	40	8
5.00	52	40	8
8.00	95	5	0
11.00	95	5	0
13.00	52	40	8
17.00	52	40	8

流速：1.0 mL/min

柱温：室温

进样体积：50.0 mL

检测波长：激发波长 274 nm，发射波长 440 nm

检测器：荧光检测器 (FLD)

三、实验结果

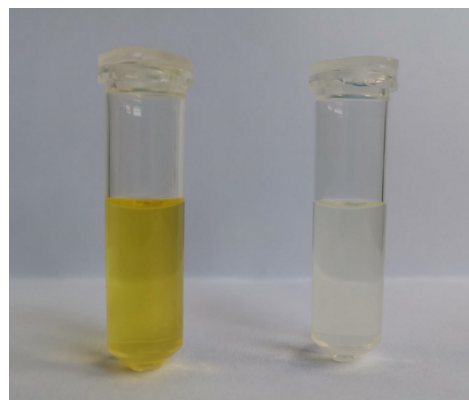


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(①玉米粉提取液 - 未净化处理 ② Copure® 224 多功能净化板 - 净化处理)

从图 1 中可知，经过 Copure® 224 多功能净化板净化处理后，提取液中色素被明显吸附，减少杂质干扰。

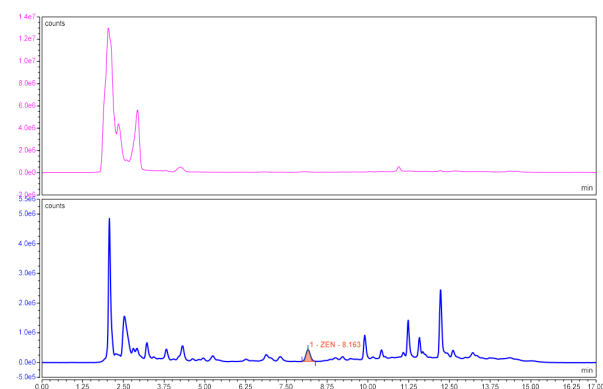


图 2 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(①玉米粉样品 - 未净化处理 ② Copure® 224 多功能净化板 - 净化处理)

表 2 玉米粉中玉米赤霉烯酮加标回收实验结果

检测项目	加标 水平 (ng/g)	Copure® 224 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
玉米赤霉烯酮	8	96.1	3.64
	16	95.4	4.17

从图 2 中可知，经过 Copure® 224 多功能净化板净化处理后，上机液中杂质被明显吸附，色谱图中杂峰更少，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确。表 2 中，24 个孔中玉米赤霉烯酮的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %，能满足实验使用需求。

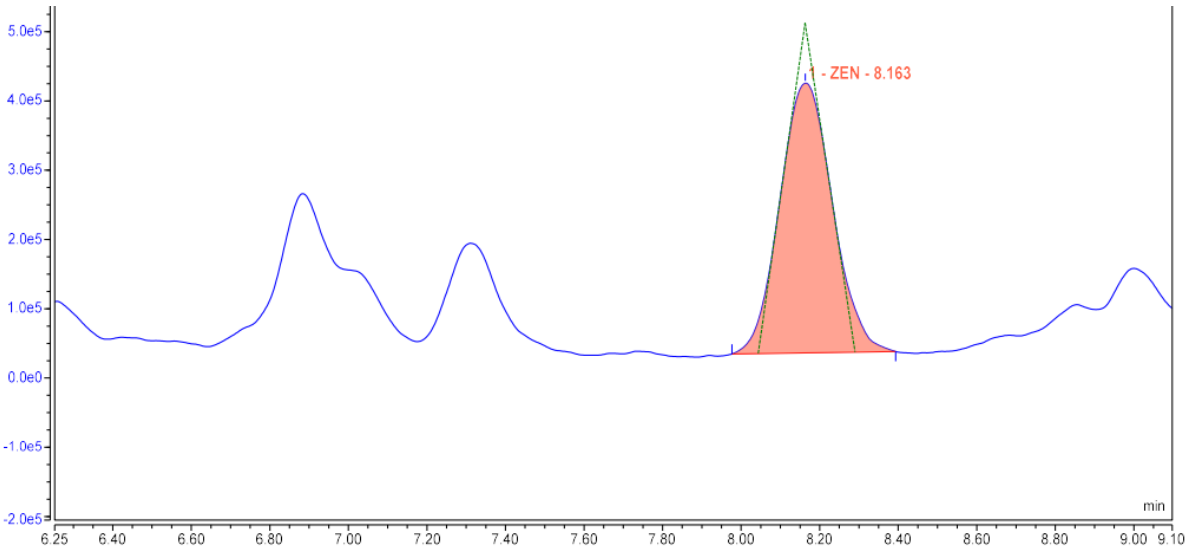


图 3 使用 Copure®224 净化板净化后的加标样品色谱图 (8 ng/g)

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 块 / 盒

小麦粉中呕吐毒素检测的高通量固相萃取方法（Copure® 230 多功能净化板）

呕吐毒素也叫做脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (deoxynivalenol, DON)，其是一种单端孢霉烯族化合物，由于该毒素能够引起动物呕吐等中毒症状，故而称为呕吐毒素。小麦作为主食作物，是呕吐毒素分布最广的作物之一。在小麦生产加工的过程中，呕吐毒素伴随着面粉的制成存在于小麦粉中，严重危及人们的身体健康。因此精准快速地检测粮食作物及其制成品中呕吐毒素含量，对于保证食品安全具有重要的意义。

逗点生物采用最新自主研发的 24 孔 Copure® 230 多功能净化板，实现了呕吐毒素的快速、高通量检测。建立小麦粉中呕吐毒素检测的 LC 检测方法，LC 方法中两个水平（200 ng/g，400 ng/g）的加标回收率均在 90-110 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为小麦粉中呕吐毒素检测的参考方法。

参照《GB 5009.111-2016 食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 2 g 样品，再加入 20 mL 乙腈 - 水溶液（9+1）混合均匀。
- 2) 涡旋 15 min 后，6000 r/min 离心 5 min，取上清液，待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 取 4 mL 样品净化液，40℃下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UltiMate 3000（Thermo Fisher Scientific），配 DAD 检测器

色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)

流动相：A：甲醇 B：去离子水

流动相梯度：

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 块 / 盒

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)
0.00	20	80
2.00	20	80
10.00	70	30
12.00	70	30
13.50	20	80
16.00	20	80

流速：0.8 mL/min

柱温：35℃

进样体积：50.0 mL

检测波长：218 nm

三、实验结果

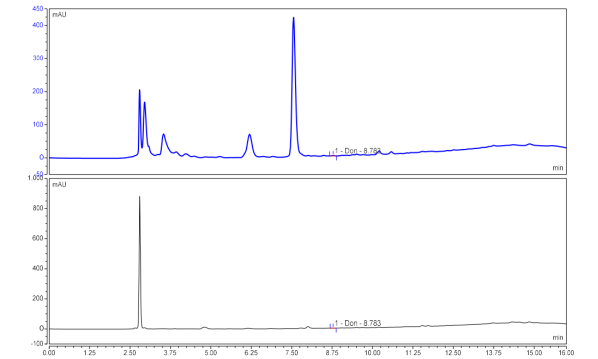


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(①小麦粉样品 - 未净化处理 ② Copure® 230 多功能净化板 - 净化处理)

从图 1 中可知，经过 Copure® 230 多功能净化板净化处理后，上机液中杂质被明显吸附，色谱图中杂峰更少，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确；24 个孔中呕吐毒素的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %，能满足实验使用需求。

表 2 LC 方法加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 230 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
呕吐毒素	200	95.9	4.11
	400	91.2	4.25

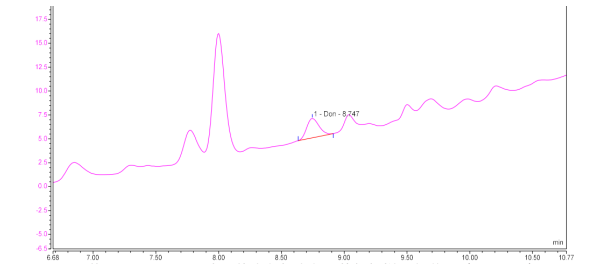


图 2 使用 Copure® 230 多功能净化板净化后的加标样品色谱图 (200 ng/g)

牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的高通量固相萃取方法（Copure® 223 多功能净化板）

黄曲霉素是一类真菌（如黄曲霉和寄生曲霉）的有毒代谢产物，它们具有很强的致癌性，黄曲霉素 M1 是黄曲霉素 B1 的羟基化代谢产物，其毒性与黄曲霉素 B1 相当，也是一种强致癌物。当奶牛食用了被黄曲霉素 B1 污染的饲料后，黄曲霉素 B1 在动物体内会经过转化生成代谢产物黄曲霉素 M1。代谢产物黄曲霉素 M1 一部分随尿液和乳汁排出，另一部分存于动物细胞的可食用组织中，其中在乳汁中较为常见。因此，检测生鲜乳中黄曲霉素 M1 和 M2，对保证生鲜乳的质量安全具有重要意义。

逗点生物采用 24 孔 Copure® 223 多功能净化板，实现了黄曲霉毒素 M 族的快速、高通量检测。建立牛奶中黄曲霉毒素 M1 和 M2 检测的 LC 检测方法。两个水平（5 ng/g，10 ng/g）的加标回收率均在 90-110 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为 牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的参考方法。

参照《GB 5009.24-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 称取 4 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋混匀，置于超声波 / 涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min，在 6000 r/min 下离心 10 min，取上清液备用。

1.2 样品净化

1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
4) 取 4 mL 样品净化液，40℃下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 块 / 盒

二、仪器条件

仪器设备：UltiMate 3000（Thermo Fisher Scientific），配 FLD 检测器
色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)
流动相：A：去离子水 B：乙腈 - 甲醇（50/50）
流动相洗脱条件：A，70%；B，30%
流速：1.0 mL/min
柱温：室温
进样体积：20.0 mL
检测波长：激发波长 360 nm，发射波长 430 nm
检测器：荧光检测器（FLD）

三、实验结果

表 1 牛奶中黄曲霉毒素 M 族加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 223 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
AFT M1	5	103	3.85
	10	98.4	2.28
AFT M2	5	98.2	4.42
	10	95.8	4.22

从图 1 中可知，经过 Copure® 223 多功能净化板净化处理后，提取液中杂质被明显吸附，减少了杂质干扰；从表 1 中可知，24 个孔中黄曲霉毒素 M1 和 M2 的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %，能满足实验使用需求。

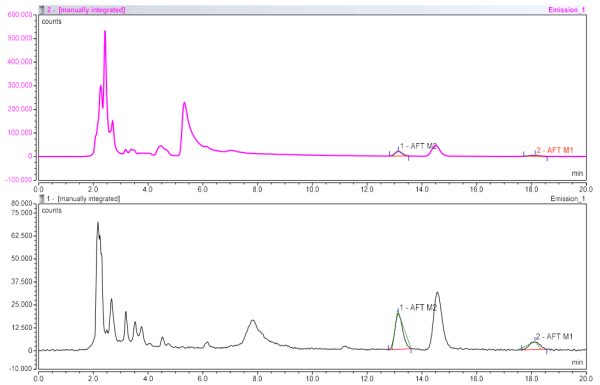


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图 (5ng/g) (① 牛奶样品 - 未净化处理 ② Copure®223 多功能净化板 - 净化处理)

大豆粉中赭曲霉毒素 A 的高通量固相萃取方法（Copure® 229 多功能净化板）

赭曲霉毒素是一些曲霉属和青霉属真菌的代谢产物，其是继黄曲霉毒素后被发现的第一大类真菌毒素。根据赭曲霉毒素化学结构的不同，通常被划分为 A、B、C 3 类，其中 A 类 (Ochratoxin A, OTA) 毒性最大、污染最广。一旦人体食入 OTA 污染的农产品，OTA 会通过胃肠道系统吸收并对身体造成严重影响。因此精准快速地检测粮食作物及其制成品中赭曲霉毒素 A 含量，对于保证食品安全具有重要的意义。

逗点生物采用最新自主研发的 24 孔 Copure® 229 多功能净化板，实现了赭曲霉毒素 A 的快速、高通量检测。建立大豆粉中赭曲霉毒素 A 检测的 LC 检测方法，该方法两个水平（4 ng/g, 8 ng/g）的加标回收率均在 90-110 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为大豆粉中赭曲霉毒素 A 检测的参考方法。

参照 《GB 5009.96-2016 食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5 g 样品，再加入 20 mL 乙腈 - 水溶液（84：16）混合均匀。
- 2) 涡旋 15 min 后，6000 r/min 离心 5 min，取上清液，待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 取 4 mL 样品净化液，40℃下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UltiMate 3000（Thermo Fisher Scientific），

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 块 / 盒

配 FLD 检测器

色谱柱：Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm，5 μm)

流动相：A：2% 乙酸水 B：乙腈

流动相梯度：

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)
0.00	50	50
1.00	50	50
15.0	50	50

流速：1.0 mL/min

柱温：30℃

进样体积：10.0 mL

检测波长：激发波长 333 nm，发射波长 460 nm

检测器：荧光检测器（FLD）

三、实验结果

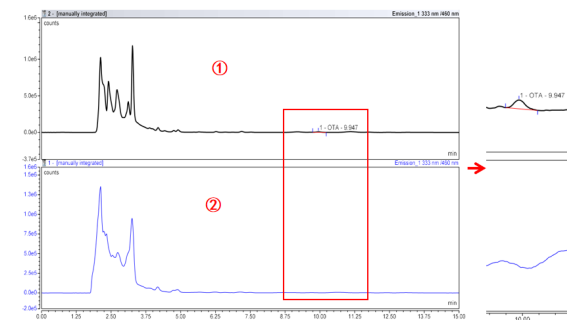


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(① Copure® 229 多功能净化板 - 净化处理 ② 大豆粉样品 - 未净化处理)

表 2 大豆粉中赭曲霉毒素 A 加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 229 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
赭曲霉毒素 A	4	91.3	2.32
	8	94.0	3.25

从图 1 中可知，经过 Copure® 229 多功能净化板净化处理后，上机液中杂质被明显吸附，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确。表 2 中，24 个孔中赭曲霉毒素 A 的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %，能满足实验使用需求。

玉米粉中 10 种真菌毒素检测的固相萃取方法（Copure® 302 多功能净化板）

真菌毒素是由真菌在适宜环境条件下产生的一系列有毒次生代谢产物，膳食是人体摄入真菌毒素的主要方式。食品中检出率较高的真菌毒素主要由曲霉菌属（Aspergillus）、青霉菌属（Penicillium）以及镰刀菌属（Fusarium）等菌属产生，包括黄曲霉毒素（Aflatoxin）、赭曲霉毒素 A(Ochratoxin A)、杂色曲霉素（Sterigmatocystin）、展青霉素（Patulin）、伏马菌素（Fumonisin）、玉米赤霉烯酮（Zearalenone）、呕吐毒素（Deoxynivalenol）、雪腐镰刀菌烯醇（NIV）、T-2 毒素等。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®302 多功能净化板，建立玉米粉中 10 种真菌毒素检测的 LC-MS/MS 检测方法。该方法两个水平的加标回收率均在 90-100 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 10%，操作简便快捷，具有回收率高和除杂净化效果好的优势，能够作为玉米粉中多种真菌毒素同时检测的参考方法。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈 - 水 - 乙酸溶液（80:19:1），涡旋混匀，置于超声波 / 涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min，在 6000 r/min 下离心 10 min，取上清液备用。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 取 4 mL 样品净化液，40℃下氮气吹至近干，加入乙腈 - 水（50:50）溶液定容至 1 mL，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机分析。

二、仪器条件

仪器设备：UPLC-MS/MS(Thermo Scientific TSQ Endura)
色谱柱：Commasil® BEH T-C18 (2.1 mm×100 mm,3 μm)
流动相：A: 5mM 乙酸铵（0.1% 甲酸）溶液
 B: 乙腈（0.1% 甲酸）溶液
流动相梯度：初始 90%A, 40%A (0 min~2 min)，10%A (2 min~6 min)，10%A (6min~7min)，90%A (7min~8min)，90%A (8min~10min)
流速：0.3 mL/min 柱温：室温 进样体积：5.0 mL

质谱条件：

鞘气压力：30 arb 辅气压力：8 arb
离子传输管：300 °C 辅气温度：350 °C
检测方式：多离子反应检测（MRM）；
扫描方式：正离子模式（ESI+）和负离子模式（ESI-）

表 1 离子选择参数

目标物名称	出峰时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	RF Lens (V)	CE (V)
黄曲霉毒素 B1	2.98	313.0	285.0	195	33.00
		313.0	241.0*	195	51.00
黄曲霉毒素 B2	2.90	315.0	287.0	176	37.00
		315.0	259.0*	176	41.00
黄曲霉毒素 G1	2.91	329.0	243.0*	192	39.00
		329.0	283.0	192	35.00
黄曲霉毒素 G2	4.09	331.0	245.0*	169	41.00
		331.0	285.0	169	39.00
伏马毒素 B1	2.66	722.0	334.2*	298	32.75
		722.0	352.3	298	30.51
伏马毒素 B2	2.81	706.1	336.3*	233	31.72
		706.1	354.3	233	30.12
T-2 毒素	3.57	489	245.1*	217	26.15
		489	387.1	217	20.08
呕吐毒素	3.11	319	69*	93	40.00
		319	283	93	15.00
赭曲霉毒素 A	3.72	404.1	238.9*	132	22.28
		404.1	358.0	132	13.15
玉米赤霉烯酮	3.82	317	175.1*	99	18.64
		317	187	99	10.23

注：玉米赤霉烯酮检测为负离子模式（ESI-），其他均为正离子模式（ESI+）；
* 为定量离子。

三、实验结果

表 2 玉米粉中 10 种真菌毒素加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®302 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
黄曲霉毒素 B1	0.5	91.0	4.5
	1.0	90.5	4.8
黄曲霉毒素 B2	0.5	92.3	5.0
	1.0	94.7	5.1
黄曲霉毒素 G1	0.5	92.1	5.6
	1.0	93.5	5.1
黄曲霉毒素 G2	0.5	95.1	6.0
	1.0	94.1	6.5
伏马毒素 B1	10	93.2	7.1
	20	94.5	7.5
伏马毒素 B2	10	93.5	8.0
	20	94.6	6.5
T-2 毒素	5	95.2	5.5
	10	94.2	5.5
呕吐毒素	25	91.2	7.1
	50	90.6	6.5
赭曲霉毒素 A	5	90.1	6.7
	10	91.2	5.9
玉米赤霉烯酮	5	91.3	7.1
	10	90.5	6.5

从表 2 中可知，使用 Copure® 302 多功能净化板处理后，得到 10 种多毒素（黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素 B1、B2）的回收率均在 90-110% 之间，RSD 小于 10 %。从图 1 可知，使用 Copure® 302 多功能净化板净化处理样品提取液后，上机液中的杂质干扰减少，目标物信号响应值增加，提高检测灵敏度，能够满足实验使用需求。

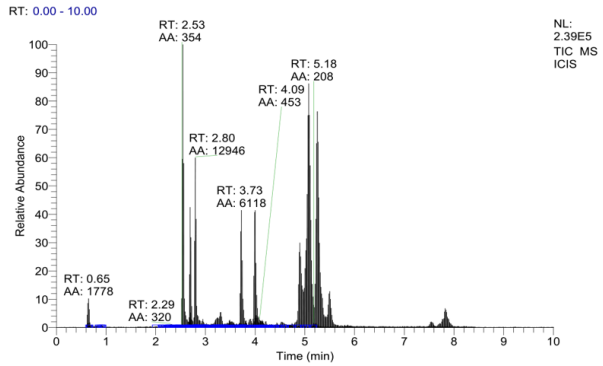
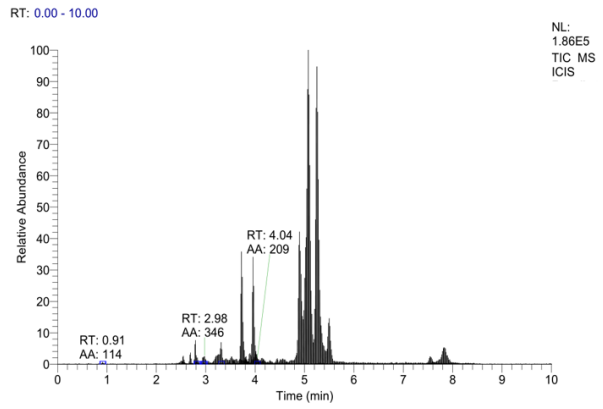
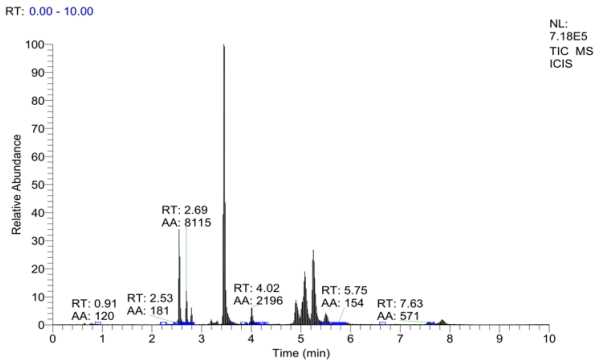


图 1 使用多功能净化板处理前后的 TIC 色谱图
(①玉米粉加标样品 - 未净化处理 ②溶剂标液 ③ Copure® 302 多功能净化板 - 净化处理)

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素，黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族，玉米赤霉烯酮，呕吐毒素，T-2 毒素，赭曲霉毒素，伏马毒素，3- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇，15- 乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	1 块 / 盒

黄连中盐酸小檗碱的固相萃取方法（Copure® HLB）

本方法适用于黄连中盐酸小檗碱的检测

一、样品提取

准确称取黄连 0.5 g，加入 25 mL 水，加热煮沸 10 min（防止烧干），冷却至室温过滤；再 25 mL 水淋洗提取物，最后定容至 50 mL；取 5 mL 用水稀释至 50 mL，取 5 mL 备用。

二、SPE 柱净化（Copure® HLB，60 mg/3 mL）

活化：HLB 固相萃取柱使用前依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。

上样和洗脱：往固相萃取柱中加入备用提取液，弃去流出液；加入 3 mL 15% 甲醇水溶液淋洗，弃去淋洗液，抽干小柱；再用 3 mL 甲醇溶液洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程流速控制在 1 mL/min 内）。

重新溶解：洗脱液于 50℃下氮吹至近干，用甲醇定容至 1 mL，涡旋 1 min，过滤供 HPLC 测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
检测器：Waters 2487 紫外检测器
检测波长：298 nm
梯度洗脱：A：甲醇
 B：0.1% 甲酸水

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
-- --	15.0	85.0
3.0	15.0	85.0
8.0	50.0	50.0
12.0	50.0	50.0
16.0	15.0	85.0
20.0	15.0	85.0

流速：1.0 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 20.0 mg/kg 黄连中盐酸小檗碱的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
盐酸小檗碱	100.8	101.7	102.6	101.7	0.9

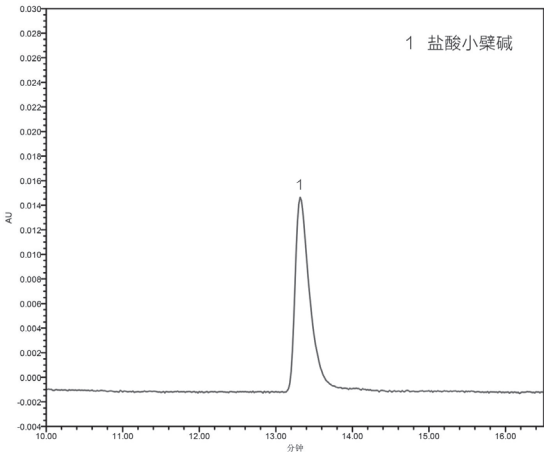


图 1 添加水平为 20.0 mg/kg 黄连中盐酸小檗碱检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure® HLB 固相萃取柱，60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

人参中的人参皂苷 Re 检测的固相萃取方法（Copure® C18）

本方法适用于人参中人参皂苷 Re 的检测

一、样品提取

准确称取人参粉末 0.2 g 于 2 mL 离心管中加入甲醇 1 mL；涡旋 1 min 分散均匀；超声 5 min，12000 r/min 离心 5 min。取上清液，重复提取 5 次，混合上清液；40℃氮吹至干，4 mL 水超声溶解，备用。

二、SPE 柱净化（Copure® C18，500 mg/6 mL）

活化：C18 固相萃取柱使用前用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化。

上样和洗脱：往固相萃取柱中加入提取备用液，弃去流出液；加入 5 mL 水淋洗，弃去淋洗液；抽干。5 mL 15% 乙腈水溶液洗脱，收集洗脱液。（整个上样淋洗洗脱过程中流速保持 1 mL/min）

上机测试：洗脱液取 1 mL，0.22 μm 滤膜过滤，供 HPLC 上样测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：203 nm

流动相：A：乙腈

B：0.025 mol/L 磷酸二氢钾溶液

洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	A(%)	B(%)
--	19.0	81.0
12.0	19.0	81.0
14.0	24.0	76.0
24.0	40.0	60.0
25.0	100.0	0.0
30.0	100.0	0.0
31.0	19.0	81.0
35.0	19.0	81.0

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 2.0 mg/g 人参基质中人参皂苷 Re 的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
人参皂苷 Re	102.1	95.9	101.5	99.83	3.42

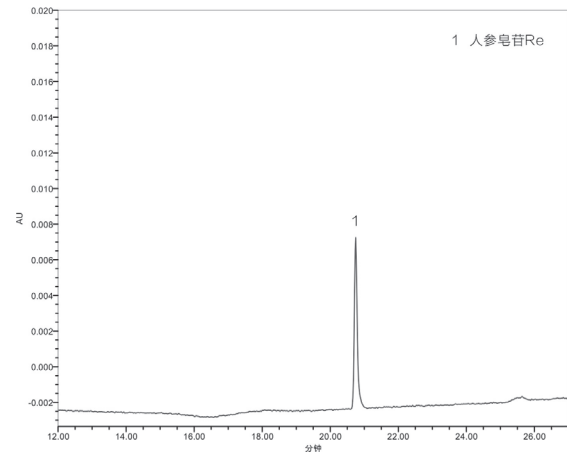


图 1 添加水平为 2.0 mg/g 人参中人参皂苷 Re 检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COC186500	Copure® C18 固相萃取柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

保健品中淫羊藿苷检测的固相萃取方法（Copure® PA）

本方法适用于保健品中淫羊藿苷检测的测定

一、样品提取

称取经粉碎后的试样 0.5 g（精确至 0.01 g）置于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 70% 乙醇水溶液，超声 20 min，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 2 min，上层清液全部转移到 100 mL 梨形瓶（注意残渣不要倒进梨形瓶中），再加 10 mL 70% 乙醇水溶液，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 2 min，合并上清液到梨形瓶中，80℃下旋蒸至近干，加 10 mL 水溶解，待净化。

二、SPE 柱净化（Copure® PA，2000 mg/12 mL）

干法上样：取待净化溶液，直接加入 PA 固相萃取柱，弃去流出液。

淋洗和洗脱：加 10 mL 水淋洗两次，弃去淋洗液，抽干小柱；加 30 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液到 100 mL 梨形瓶中（整个上样、洗脱过程保持流速 1 mL/min）。

重新溶解：在 80℃旋转蒸发仪中蒸干洗脱液，用 1 mL 甲醇溶解。经 0.22 μm 滤膜重新过滤，供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C8 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器 检测波长：270 nm

流动相：A：乙腈

B：水

洗脱方式：等度洗脱，A：B=35：65

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 5.0 mg/kg 保健品中淫羊藿苷的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
淫羊藿苷	103.7	103.8	103.0	103.5	0.2

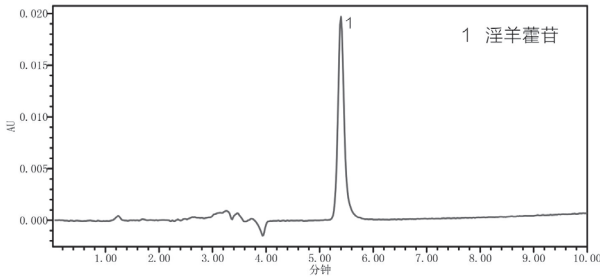


图 1 添加水平为 5.0 mg/kg 保健品中淫羊藿苷检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COPACR122000	Copure® 聚酰胺固相萃取柱，2000 mg/12 mL	20 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 / φ13 mm/0.22 μm / 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm / 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm / 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

水体中布洛芬检测的固相萃取方法（Copure® HLB）

《SN/T 2190-2008 进出口动物源性食品中非甾体类抗炎药残留量检测方法 液相色谱 - 质谱质谱》

一、样品提取

取 1000 mL（准确至 0.1 mL）水体，将水体使用中速滤纸过滤，除去悬浮物，加入 0.5 g Na₂EDTA，并用甲酸调节 pH=4.5。

二、SPE 柱净化（Copure® HLB，60 mg/3 mL）

活化：HLB 固相萃取柱使用前依次使用 5 mL 甲醇，5 mL 水活化。

上样和洗脱：取待测液，通过 HLB 固相萃取小柱富集，弃去流出液，富集完成后使用 3 mL 水，5 mL 5% 甲醇水溶液淋洗固相萃取柱，真空抽干 5 min，弃去流出液。使用 7 mL 甲醇洗脱萃取柱，收集洗脱液。

重新溶解：洗脱液于 40℃氮气吹干，加乙腈 1.0 mL 溶解残余物，滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：268 nm

流动相：A：乙腈

B：0.1 mol/L 甲酸水溶液

洗脱方式：等度洗脱，A：B=50：50

流速：1 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 10 ppm 水基质中布洛芬的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
布洛芬	82.8	81.5	80.8	81.7	1.2

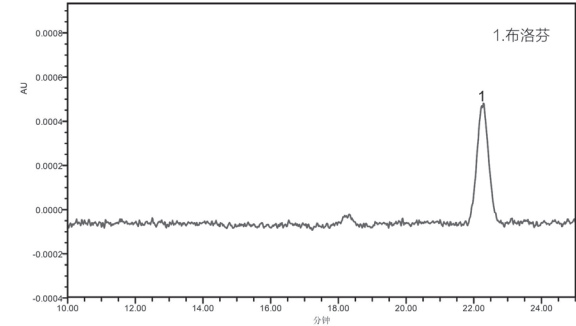


图 1 添加水平为 10 ppm 水中布洛芬检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure® HLB 固相萃取柱，60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 / φ13 mm/0.45 μm / 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm / 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm / 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 透明短螺纹广口样品瓶，带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，预开口，9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置，玻璃缸体	1 个 / 盒

银杏提取物中山奈酚和异鼠李素的固相萃取方法（Copure® HLB）

本方法适用于银杏提取物中山奈酚和异鼠李素残留的测定

一、样品提取

准确称取 0.5 g 银杏提取物胶囊置于 50 mL 离心管中，用 70% 甲醇水定容至 20 mL，于振荡器振荡提取 30 min，取 0.5 mL 溶液到另一个 50 mL 离心管中，用水定容至 20 mL，振荡混匀，溶液备用。

二、SPE 柱净化（Copure® HLB，30 mg/1 mL）

活化：HLB 使用前用 1 mL 甲醇活化，1 mL 水平衡。

上样和洗脱：取 1 mL 备用液过柱，弃去流出液；用 1 mL 5% 甲醇水淋洗，弃去流出液，抽干小柱；用 2 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液。（整个上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 内）。

上机测试：取洗脱液 1 mL 经 0.22 μm 滤膜过滤，供上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2996 紫外检测器

检测波长：363 nm

等度洗脱：A：甲醇

B：0.1% 甲酸水溶液

洗脱方式：等度洗脱，A：B=70：30

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 10.0 mg/kg 银杏提取物基质中山奈酚和异鼠李素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
山奈酚	104.9	106.4	107.4	106.0	1.2
异鼠李素	103.5	99.4	99.4	100.8	2.3

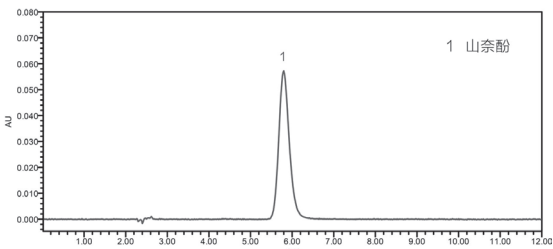


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 银杏提取物基质中山奈酚检测的液相色谱图

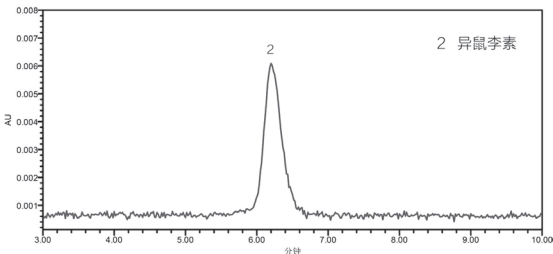


图 2 添加水平为 10.0 mg/kg 银杏提取物基质中异鼠李素检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB130	Copure® HLB 固相萃取柱, 30 mg/1 mL	100 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒



企业简介

逗点生物（Biocomma）2006年成立。公司产品可广泛用于科学研究、分析检测、药物研发、体外诊断、生物制药、医护康复等领域。包括：

1. **过滤耗材**：公司是实验室滤芯和医疗滤芯的领导者，有4Tip™和H₂OStop® 两大品牌。
2. **样本前处理耗材**：包括食品分析、临床质谱、细胞细菌培养、核酸纯化、分子诊断等应用，涵盖各种样本的采集、转移、过滤、分离、纯化、保存、培养等环节。
3. **生物工艺耗材**：包括生物制药无菌、无酶、无热原包材、高通量筛选方案、环控培养基、oligo合成、过滤耗材等。

历经多年发展，逗点生物的产品获得了广泛市场认可，目前已成为实验室和医疗滤芯、基因合成工具、色谱质谱、高通量/即用型样本前处理等多个耗材产品的重要供应商，与全球数十个行业领先客户建立起紧密合作关系，业务遍布五十多个国家和地区。



深圳逗点生物技术有限公司
Biocomma Limited

总部: 深圳市龙岗区吉华街道甘坑社区甘李六路12号中海信创新产业城
12栋14楼1401-1406
网址: www.biocomma.cn

电话: 400-878-7248
邮箱: info@biocomma.com



官方公众号



逗点生物官网



逗点医疗官网

A001-8CH