



biocomma



Copure[®] QuEChERS

第三版

适合水果和蔬菜中的农药多残留分析 适合兽药和添加剂的残留分析

 GB 23200.113-2018方法

 EN 15662 方法

 AOAC 2007.01 方法



深圳逗点生物技术有限公司
BIOCOMMA LIMITED

创新样本前处理

www.biocomma.cn



公司简介

深圳逗点生物技术有限公司(Biocomma Limited)成立于2006年,是过滤、样品前处理和生命科学产品的领先制造商。公司已通过ISO9001:2015质量管理体系认证,被评为国家高新技术企业。

逗点化学分析事业部专注于SPE/QuEChERS的研发和制造,提供以下产品:

1. Copure® SPE: 包括聚合物系列、硅胶系列固相萃取柱(SPE)、液液萃取柱(SLE)、真菌毒素免疫亲和柱等。
2. Copure® QuEChERS: 包括适用于AOAC 2007、EN 15662、新国标GB 23200.113-2018方法的提取管、净化管以及盐包等。
3. 新型SPE/QuEChERS产品: 包括96/384孔SPE板、多功能净化柱、无沿SPE柱、正压法SPE柱、负压法QuEChERS等。
4. 样本处理设备: 包括负压装置、固相萃取装置、真空泵、涡旋混匀仪等;
6. 定制及OEM服务。

逗点产品已广泛应用于食品安全、临床诊断、Oligo合成、环境保护、基因检测、新药研发和工业品检测等领域。十余年来,我们已服务于4000多个客户,并为全球数十个知名品牌提供OEM和定制服务。



目录表



QuEChERS 简介

- 01 方法概览
- 02 实验流程

QuEChERS 产品

- 03 QuEChERS 萃取管
- 04 QuEChERS 萃取盐
- 05 QuEChERS 净化管
- 08 QuEChERS 净化包
- 09 QuEChERS 散装填料/陶瓷均质子
- 10 更多定制

QuEChERS 应用

- 11 QuEChERS EN 方法用于黄瓜中农药多残留的检测
- 15 QuEChERS EN 方法用于菜芯中农药多残留的检测
- 19 QuEChERS EN 方法用于大米中农药多残留的检测
- 23 QuEChERS EN方法用于黄瓜中有机磷类农药多残留的检测
- 25 QuEChERS AOAC 方法用于黄瓜中农药多残留的检测
- 28 QuEChERS AOAC 方法用于菜芯中农药多残留的检测
- 32 QuEChERS AOAC 方法用于大米中农药多残留的检测
- 36 QuEChERS AOAC 方法用于茄子中农药多残留的检测
- 40 QuEChERS 方法用于猪肉中磺胺类药物多残留的检测
- 42 QuEChERS 方法用火锅底料中吗啡的检测
- 44 QuEChERS 方法用火锅底料中罂粟碱的检测
- 46 QuEChERS 方法用于猪肉中激素类药物多残留的检测
- 48 QuEChERS 方法用于猪肉中喹诺酮类多残留的检测
- 50 QuEChERS 方法用于猪肉中氯霉素类药物多残留的检测
- 52 QuEChERS 方法用于猪肉中四环素类药物多残留的检测
- 54 QuEChERS 方法用于蔬菜中甲拌磷残留的检测
- 56 QuEChERS 方法用于蔬菜中丁硫克百威残留的检测
- 58 QuEChERS 方法用于水果中阿维菌素残留的检测
- 60 QuEChERS 方法用于食用油中丙烯酰胺的检测



方法概览

QuEChERS是Michelangelo Anastassiades和Steven J Lehotay等人于2003年提出的一种样品前处理方法，目前已广泛应用于食品、环境水样和土壤污染物检测。

逗点生物提供灵活的QuEChERS套装，包括不同规格的离心管、提取管、净化管和试剂袋，帮助您快速建立符合标准的检测方法。

特点:

- 对大部分农药、兽药和添加剂均有良好的回收率
- 操作步骤少，减少人为误差
- 对操作人员更安全，对环境更友好
- 简单快捷，费用低廉

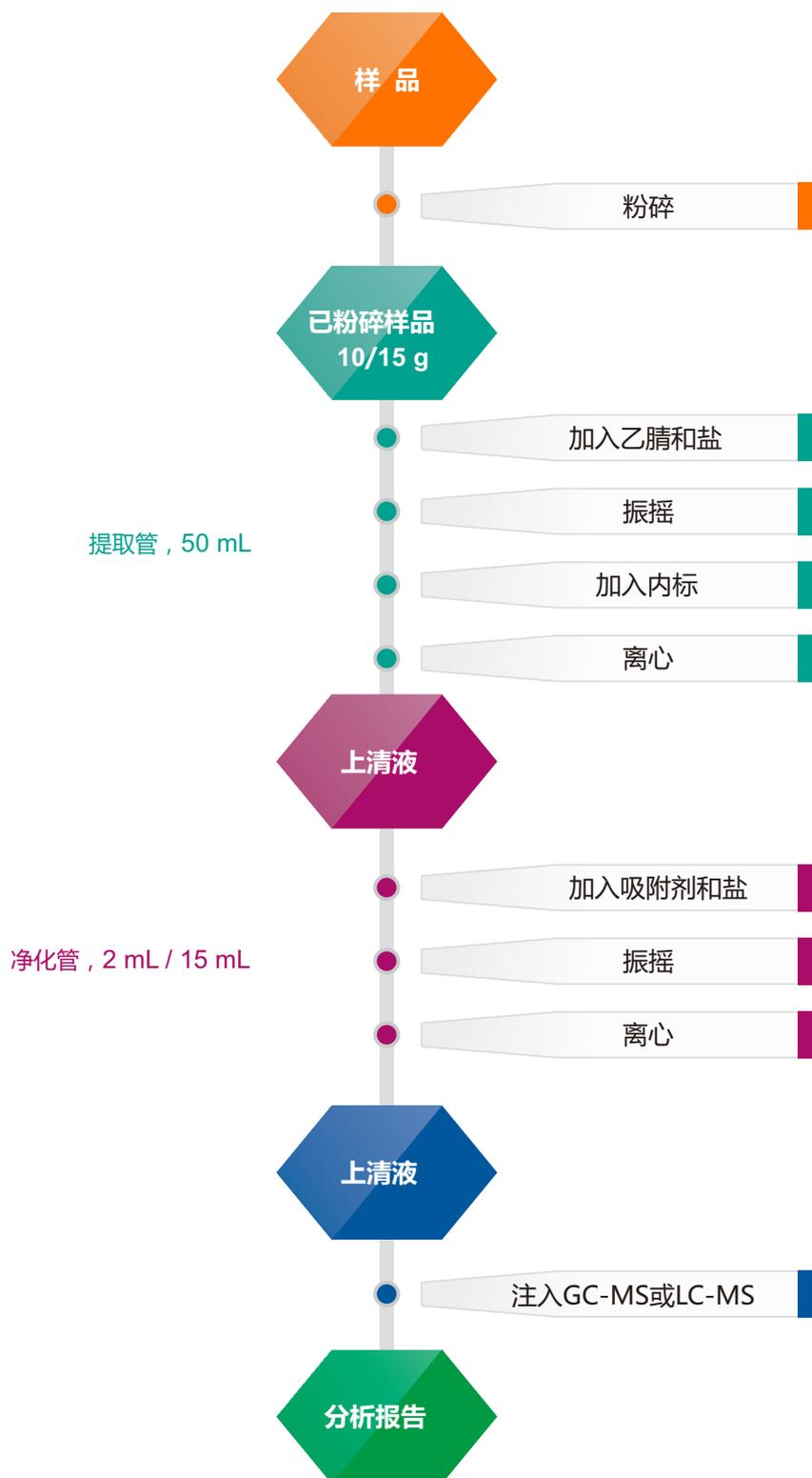
相关标准:

逗点生物提供的QuEChERS产品适用于中国农业部NY/T、美国AOAC和欧盟EN相关方法。

- 《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》
- EN 15662 Foods of plant origin - Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE - QuEChERS-method
- AOAC Official Method 2007.01 Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate



实验流程



实验流程

QuEChERS萃取管

Copure® QuEChERS萃取管包括萃取盐包和50 mL离心管，也可以选择配套的陶瓷均质子。

萃取盐包带有预称重的无水萃取盐，其中无水硫酸镁用于除去样品基质中的水份，其他的缓冲盐用于提供适宜的pH，保证一些对碱敏感的农药可以有好的回收率。

当遇到含水量比较大的样品时，缓冲盐会与水发生放热反应，从而影响回收率。Biocomma提供单独萃取盐包，使用者可以在加入有机溶剂后再加入缓冲盐，防止样品局部过热。



特点

- 盐包采用独特的条形铝箔袋包装，便于倾倒。
- 包装上印有盐包组分，便于选择；采用易撕包装，方便使用。
- 全自动化生产，避免人工称量误差。

订购信息

AOAC 2007.01方法/GB 23200.113方法：

货号	产品	萃取盐配方	包装
COQ050020H	萃取盐包+ 50 mL离心管	6 g MgSO ₄	50套/盒
COQ050020CH	萃取盐包+ 50 mL离心管+陶瓷均质子	1.5 g NaOAc	50套/盒

EN 15662方法/GB 23200.113方法：

货号	产品	萃取盐配方	包装
COQ050010H	萃取盐包+ 50 mL离心管	4 g MgSO ₄ 1 g NaCl	50套/盒
COQ050010CH	萃取盐包+ 50 mL离心管+陶瓷均质子	1 g 柠檬酸钠 0.5 g 柠檬酸氢二钠	50套/盒

早期方法：

货号	产品	萃取盐配方	包装
COQ050040	萃取盐包+ 50 mL离心管	4 g MgSO ₄	50套/盒
COQ050040H	萃取盐包+ 50 mL离心管+陶瓷均质子	1 g NaCl	50套/盒

陶瓷均质子：

货号	描述	包装
009903B	陶瓷均质子，用于50 mL萃取管	100个/瓶

QuEChERS萃取盐

Copure® QuEChERS预混萃取盐，适合多种QuEChERS标准，可用于农药多残留检测。

特点

- 优化的预混配方，使用更灵活。
- 提供易撕袋和瓶装（相当于150次萃取）两种包装
- 适合AOAC 2007, EN 15662, GB23200.113等标准。



订购信息

AOAC 2007.01方法/GB 23200.113方法：

货号	产品	萃取盐配方	包装
COQP6150	萃取盐包	6 g MgSO ₄	50包/盒
COQS6150	瓶装萃取盐（约150次）	1.5 g NaOAc	1 kg/瓶

EN 15662方法/GB 23200.113方法：

货号	产品	萃取盐配方	包装
COQP4115	萃取盐包	4 g MgSO ₄ 1 g NaCl	50包/盒
COQS4115	瓶装萃取盐（约150次）	1 g 柠檬酸钠 0.5 g 柠檬酸氢二钠	1 kg/瓶

早期方法：

货号	产品	萃取盐配方	包装
COQP4100	萃取盐包	4 g MgSO ₄	50包/盒
COQS4100	瓶装萃取盐（约150次）	1 g NaCl	1 kg/瓶

Copure®

QuEChERS 萃取盐

适用标准：AOAC 2007, EN 15662, GB23200.113

使用方便 成本低廉

订购信息

QuEChERS净化管

Copure® QuEChERS净化管包括吸附剂、无水硫酸镁和对应的2mL及15mL离心管。也可以选择配套的陶瓷均质子。

常用的吸附剂有PSA/C18/GCB等，其中PSA用于去除样本中的脂肪酸和有机酸，C18用于去除样本中的脂肪，GCB用于去除样本中的色素。因此可以根据样本的不同，选择不同配比的吸附剂。



特点

- 提供2 mL和15 mL净化管；
- 适合AOAC 2007, EN 15662, GB23200.113等标准。

订购信息

GB 23200.113方法:

货号	产品	适用基质	填料配方	包装
COQ015022H	15 mL净化管	蔬菜、水果 和食用菌	150 mg PSA 900 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ015020H	15 mL净化管 (适用于颜色较深的样品)		150 mg PSA 15 mg GCB 900 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ015033H	15 mL净化管	谷物、油料 和坚果	400 mg PSA 400 mg C18 1200 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ015047H	15 mL净化管	茶叶 和香辛料	1200 mg MgSO ₄ 400 mg PSA 400 mg C18 200 mg GCB	50支/盒



打造你的品牌

逗点生物以Copure®系列产品为SPE OEM的参考标准。
打造自有的SPE品牌，就如印刷一个logo那样简单。



AOAC 2007.01方法:

货号	产品	适用基质	填料配方	包装
COQ002031H	2 mL净化管	一般水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 部分糖和脂类)	50 mg PSA 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015031H	15 mL净化管		400 mg PSA 1200 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002033H	2 mL净化管	含脂和蜡的水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 某些糖类, 多数脂类和固醇类)	50 mg PSA 50 mg C18 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015033H	15 mL净化管		400 mg PSA 400 mg C18 1200 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002036H	2 mL净化管	含色素的水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 某些糖类和脂类, 以及类胡萝卜素和叶绿素)	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015036H	15 mL净化管		400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002040H	2 mL净化管	含脂肪和色素的水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 某些糖类和脂类, 以及类胡萝卜素和叶绿素)	50 mg PSA 50 mg C18 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015040H	15 mL净化管		400 mg PSA 400 mg C18 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002025H	2 mL净化管	其他食品方法 (去除生物基质干扰, 包括疏水物质和蛋白质)	25 mg C18 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015025H	15 mL净化管		150 mg C18 900 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002035H	2 mL净化管	所有食品类型 (去除几乎所有基质干扰物, 包括极性有机酸、脂类、糖类、蛋白质)	50 mg PSA 50 mg C18 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015035H	15 mL净化管		400 mg PSA 400 mg C18 45 mg GCB 1200 mg MgSO ₄	50支/盒

订购信息

EN 15662方法:

货号	产品	适用基质	填料配方	包装
COQ002030H	2 mL净化管	一般水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 部分糖和脂类)	25 mg PSA 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015022H	15 mL净化管		150 mg PSA 900 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002032H	2 mL净化管	含脂和蜡的水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 某些糖类, 多数脂类和固醇类)	25 mg PSA 25 mg C18 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015032H	15 mL净化管		150 mg PSA 150 mg C18 900 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002020H	2 mL净化管	含色素的水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 某些糖类和脂类, 以及类胡萝卜素和叶绿素)	50 mg PSA 2.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015020H	15 mL净化管		150 mg PSA 15 mg GCB 900 mg MgSO ₄	50支/盒
COQ002024H	2 mL净化管	高色素的水果和蔬菜 (去除极性有机酸, 以及高含量的类胡萝卜素和叶绿素)	25 mg PSA 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄	100支/盒
COQ015024H	15 mL净化管		150 mg PSA 45 mg GCB 900 mg MgSO ₄	50支/盒

陶瓷均质子:

货号	描述	包装
009902B	陶瓷均质子, 用于15 mL净化管	100个/瓶
009901B	陶瓷均质子, 用于2 mL净化管	200个/瓶



biocomma[®]
多管涡旋混匀仪
QuEChERS好帮手

QuEChERS净化包

Copure® QuEChERS净化包是创新的农药多残留检测产品。逗点生物通过自动化粉末分配技术，将净化管中的填料分装在铝箔袋中，方便您自行搭配实验室自有15 mL离心管。



特点

- 体积缩小50%，方便运输，节省实验室空间；
- 易撕包装，无需工具，可轻松打开；
- 使用成本更低，适合大量检测使用。

订购信息

货号	名称	组成	包装
COQ015031P	AOAC净化包	400 mg PSA 1200 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015033P	AOAC净化包	400 mg PSA 400 mg C18 1200 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015036P	AOAC净化包	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015040P	AOAC净化包	400 mg PSA 400 mg C18 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015025P	AOAC净化包	150 mg C18 900 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015035P	AOAC净化包	400mg PSA 400 mg C18 45 mg GCB 1200 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015022P	EN净化包	150 mg PSA 900 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015032P	EN净化包	150 mg PSA 150 mg C18 900 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015020P	EN净化包	150 mg PSA 15 mg GCB 900 mg MgSO ₄	100包/盒
COQ015024P	EN净化包	150 mg PSA 45 mg GCB 900 mg MgSO ₄	100包/盒

订购信息

QuEChERS散装填料

Biocomma提供高品质的QuEChERS散装填料，均经过实验室应用评价，您可以根据实验的需要自行选择配比。

订购信息

填料类型	参数	包装	货号
PSA	碳含量：8% 粒径：50-75 μm 比表面积：500 m^2/g 平均孔径：100 \AA	100 g	PSA-2-100
C18	碳含量：17.6% 粒径：40-60 μm 比表面积：300 m^2/g 平均孔径：120 \AA	100 g	C18-1-100
Carb-GCB	比表面积：100 m^2/g 粒径：100-200 目	50 g	GCB-1-50
无水硫酸镁	分析纯	1 Kg	MGSO4-1
乙酸钠	分析纯	1 Kg	NAOAC-1
氯化钠	分析纯	1 Kg	NACL-1
柠檬酸钠	分析纯	1 Kg	CIT-1
柠檬酸氢二钠	分析纯	1 Kg	CIT2-1

订购信息

陶瓷均质子

biocomma[®]陶瓷均质子可用于Copure[®] QuEChERS萃取管和净化管，提高萃取的回收率和重复性。

特点:

- 采用惰性陶瓷材料，无杂质溶出
- 缩短样品萃取时间，降低人力成本
- 提高样品萃取的回收率和重复性



订购信息

货号	描述	包装
009903B	陶瓷均质子，用于50 mL萃取管	100个/瓶
009902B	陶瓷均质子，用于15 mL净化管	100个/瓶
009901B	陶瓷均质子，用于2 mL净化管	200个/瓶

更多定制



配方定制

填料配方定制
填料配比定制
解决方案定制



包装定制

Logo定制
个性化包装定制
中性包装



应用支持

农残应用支持
兽残应用支持
应用解决方案



订购信息

QuEChERS EN方法用于黄瓜中农药多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法, 检测蔬菜水果中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用一般基质的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

三、参考标准

《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin—Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE—QuEChERS-method》。

四、实验材料

biocomma® Copure® QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050010)。
biocomma® Copure® QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015022)。

五、实验步骤

1、样品提取

将黄瓜在-18 °C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, 振摇1 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), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、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。

3、仪器条件

1. 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 °C

检测器温度: 300 °C

升温程序:

180 °C (保持2 min)

以10 °C/min升温到230 °C (保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C (保持2 min)

以25 °C/min升温到270 °C (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

2.LC-MS/MS条件

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

质谱仪: API 4000

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

表1 梯度洗脱条件

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40 °C

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(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	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	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

啶虫脒	6.83	223.4>126.1	70	10	29	12
		223.4>90	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

六、实验结果

1、黄瓜中农药多残留的添加回收结果

表4 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	4.59
β-666	101.5	94.0	91.5	95.7	5.44
γ-666	100.5	94.5	91.0	95.3	5.04
δ-666	98.5	96.5	95.4	96.8	1.62
p,p'-DDE	90.0	86.0	83.0	86.3	4.07
p,p'-DDD	100.5	91.2	91.0	94.2	5.76
p,p'-DDT	101.0	100.0	92.0	97.7	5.05
o,p'-DDT	100.0	98.5	89.0	95.8	6.22
五氯硝基苯	104.0	102.5	97.0	101.2	3.64
乙烯菌核利	85.2	82.5	86.5	84.7	2.41
腐霉利	115.0	112.0	110.0	12.3	2.24
联苯菊酯	96.5	94.5	89.5	93.5	3.86
甲氰菊酯	105.0	103.5	96.0	101.5	4.75
高效氟氯氰菊酯	96.2	94.3	89.8	93.4	3.52
氟氯氰菊酯	91.1	102.2	89.5	94.3	7.34
氯氰菊酯	91.5	92.1	85.9	89.8	3.81
氟氰戊菊酯	100.8	92.1	102.5	98.5	5.67
氰戊菊酯	106.1	116.5	112.0	111.5	4.68
氟胺氰菊酯	116.5	107.0	114.0	112.5	4.38
溴氰菊酯	102.5	93.4	104.8	100.2	6.01

表5 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	5.12
克百威	94.0	95.6	91.4	93.7	2.26
灭多威	100.0	94.4	89.0	94.5	5.82
涕灭威砒	94.0	94.2	91.4	93.2	1.68
涕灭威亚砒	99.4	95.0	89.5	94.6	5.24
啶虫脒	103.6	102.6	92.8	99.7	5.99
甲萘威	95.2	93.8	92.5	93.8	1.44
多菌灵	97.6	96.4	95.6	96.5	1.46

2、黄瓜中农药多残留检测色谱图

图1 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

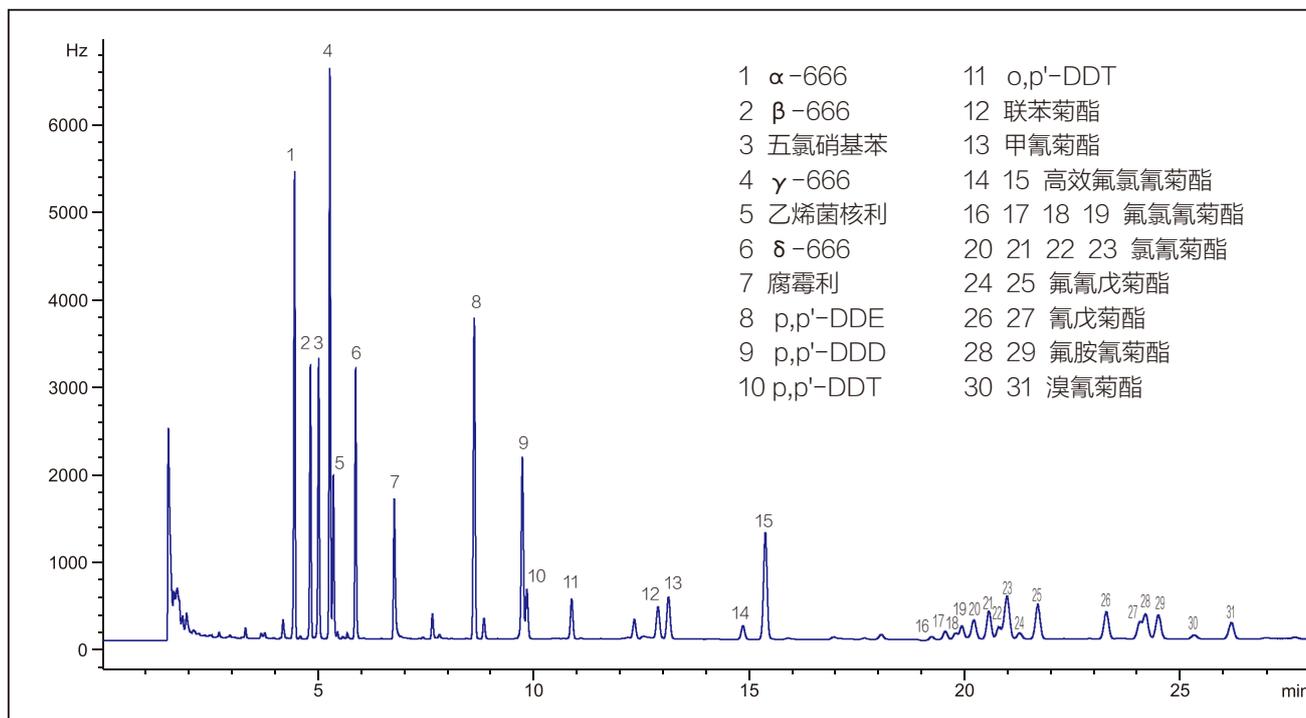
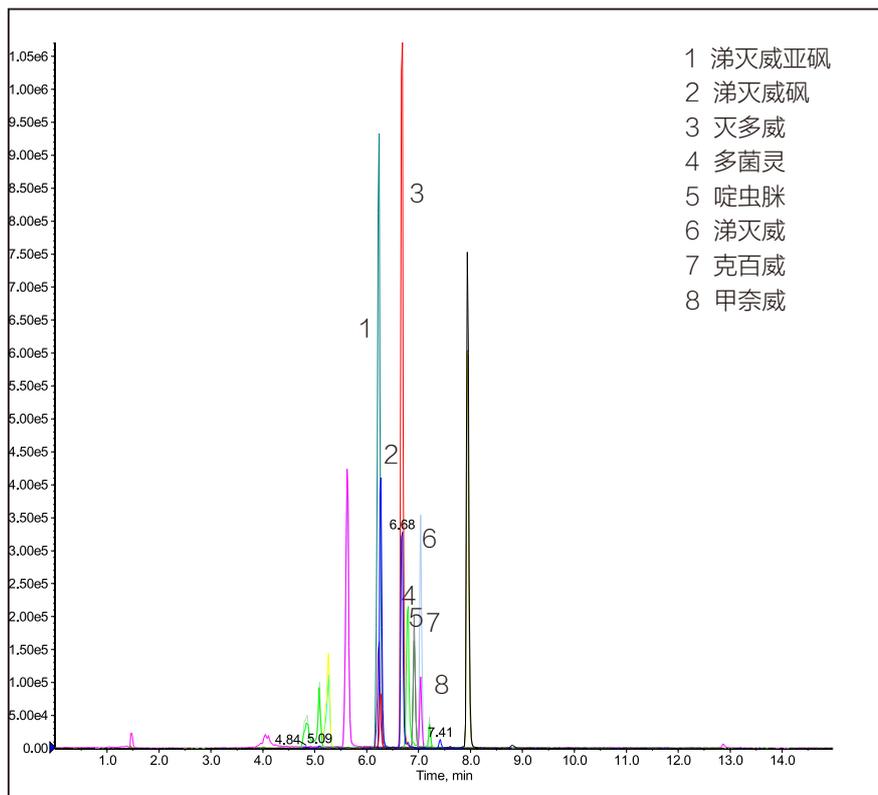


图2 添加水平为0.05 mg/kg黄瓜中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



QuEChERS EN方法用于菜芯中农药多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法, 检测蔬菜水果中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于含色素较多的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

三、参考标准

《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin—Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE—QuEChERS-method》。

四、实验材料

biocomma® Copure® QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050010)。
biocomma® Copure® QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015024)。

五、实验步骤

1、样品提取

将菜芯在-18 °C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, 振摇 1 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), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

首先在15 mL QuEChERS净化管(900 mgMg SO₄、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 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。

3、仪器条件

1.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 °C

检测器温度: 300 °C

升温程序:

180 °C(保持2 min)

以10 °C/min升温到230 °C(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)
 以25 °C/min升温到270 °C(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

2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μ m)
 质谱仪: API 4000
 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: 甲醇溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40 °C

进样体积: 5 μ L

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(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	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	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
啶虫脒	6.83	223.4>126.1	70	10	29	12
		223.4>90	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

六、实验结果

1、0.26 mg/kg菜芯中农药多残留的添加回收结果

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	1.63
β-666	93.0	98.1	95.5	95.5	2.67
γ-666	96.0	95.5	93.0	94.8	1.69
δ-666	98.0	95.5	95.0	96.2	1.67
p,p'-DDE	87.0	89.5	87.5	88.0	1.50
p,p'-DDD	91.5	98.2	96.5	95.4	3.65
p,p'-DDT	102.5	105.0	98.0	101.8	3.48
o,p'-DDT	99.5	97.5	97.5	98.2	1.18
五氯硝基苯	84.0	87.5	83.6	85.0	2.52
乙烯菌核利	85.2	82.5	88.5	85.4	3.52
腐霉利	102.5	99.8	99.0	100.4	1.83
联苯菊酯	91.5	90.5	87.5	89.8	2.32
甲氰菊酯	103.0	100.0	96.0	99.7	3.52
高效氟氯氰菊酯	96.2	93.5	95.6	95.1	1.49

表5 0.06 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	3.38
克百威	99.6	91.6	90.4	93.9	5.33
灭多威	94.4	90.4	88.4	91.1	3.35
涕灭威砒	96.4	91.0	90.8	92.7	3.43
涕灭威亚砒	94.0	88.0	91.0	91.0	3.30
啶虫脒	102.0	94.0	92.8	96.3	5.20
甲萘威	82.0	74.0	80.0	78.7	5.29

2、菜芯中农药多残留的检测色谱图

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

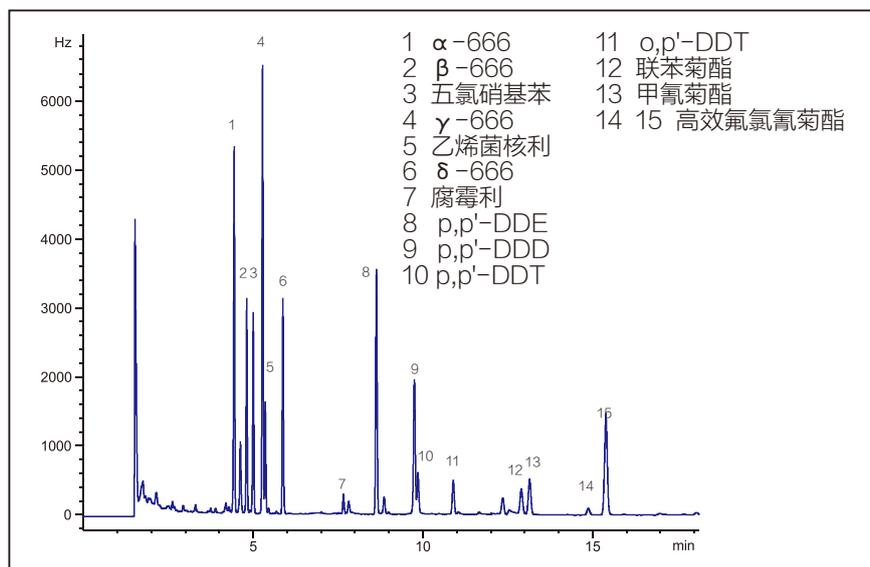
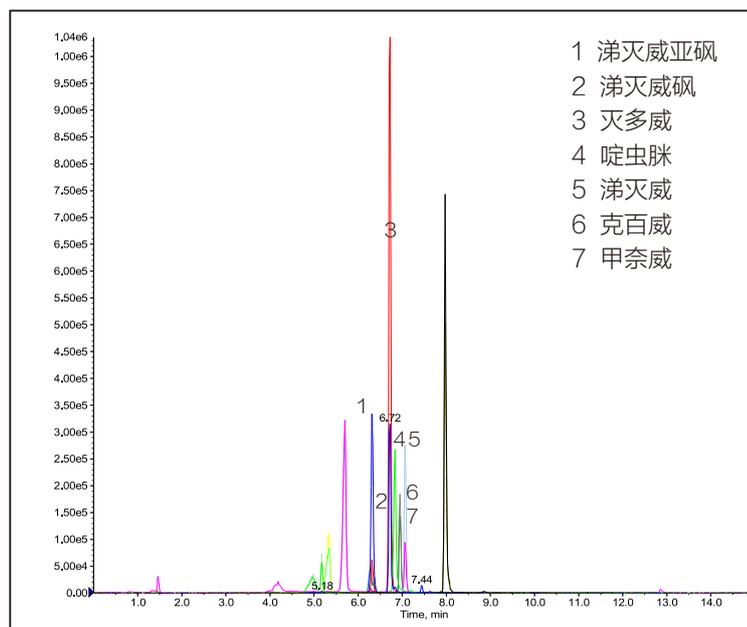


图2 添加水平为0.06 mg/kg菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留的检测色谱图



Copure[®] 串联型SPE柱

操作简单，可多柱串联



QuEChERS EN方法用于大米中农药多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法, 检测大米中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

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检测及确证。

三、参考标准

《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin—Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE—QuEChERS-method》。

四、实验材料

biocomma® Copure® QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050010)。

biocomma® Copure® QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015032)。

五、实验步骤

1、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10.0 g于50 mL离心管中, 加入10 mL乙腈, 振摇1 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), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、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。

3、仪器条件

1.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 °C/min升温到260 °C(保持2 min)
 以25 °C/min升温到270 °C(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

2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μ m)
 质谱仪: API 4000
 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

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min
 柱温: 40 °C
 进样体积: 5 μ L
 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(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	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	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
甲奈威	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

六、实验结果

1、大米中农药多残留的添加回收结果

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	82.00	1.22
百菌清	84.0	86.0	91.5	87.17	4.46
乙烯菌核利	84.0	81.5	84.0	83.17	1.74
三唑酮	103.5	99.0	102.5	101.67	2.32
腐霉利	98.4	94.5	97.5	96.80	2.11
异菌脲	103.5	98.0	100.0	100.50	2.77
联苯菊酯	107.5	101.5	107.5	105.50	3.28
甲氰菊酯	86.5	81.5	85.0	84.33	3.04
高效氟氯氰菊酯	92.0	87.5	88.4	89.30	2.67
氟氯氰菊酯	87.6	85.45	85.8	86.28	1.34
氯氰菊酯	71.5	76.85	71.2	73.18	4.34
氟氰戊菊酯	131.2	123.2	124.5	126.30	3.40
氰戊菊酯	102.5	98.5	88.0	96.33	7.77
氟胺氰菊酯	92.9	90.4	90.7	91.33	1.49
溴氰菊酯	117.5	111.5	109.0	112.67	3.88

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	95.80	3.12
克百威	89.6	91.6	91.2	90.80	1.17
灭多威	107.6	114.4	111.2	111.07	3.06
多菌灵	75.8	82.0	82.6	80.13	4.70
涕灭威砒	97.2	104.4	101.2	100.93	3.57
涕灭威亚砒	93.0	100.0	101.6	98.20	4.66
甲奈威	86.6	85.8	92.6	88.33	4.21

2、大米中农药多残留检测色谱图

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

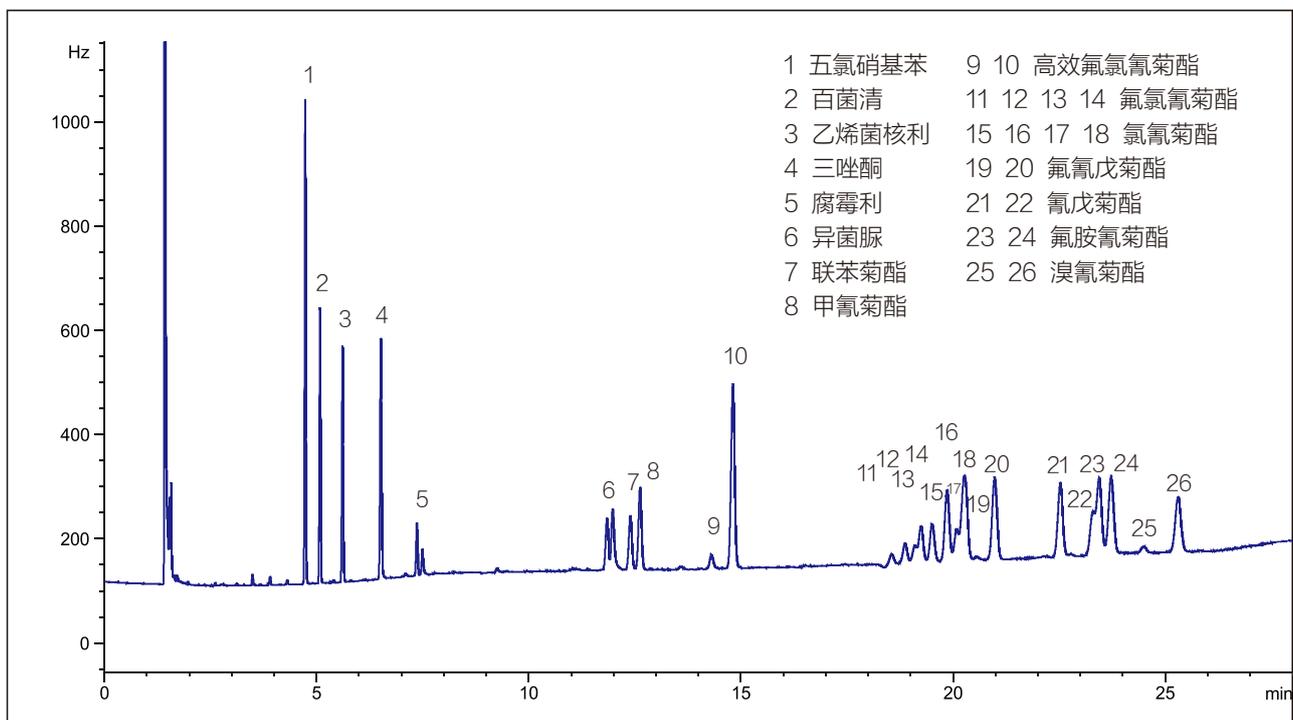
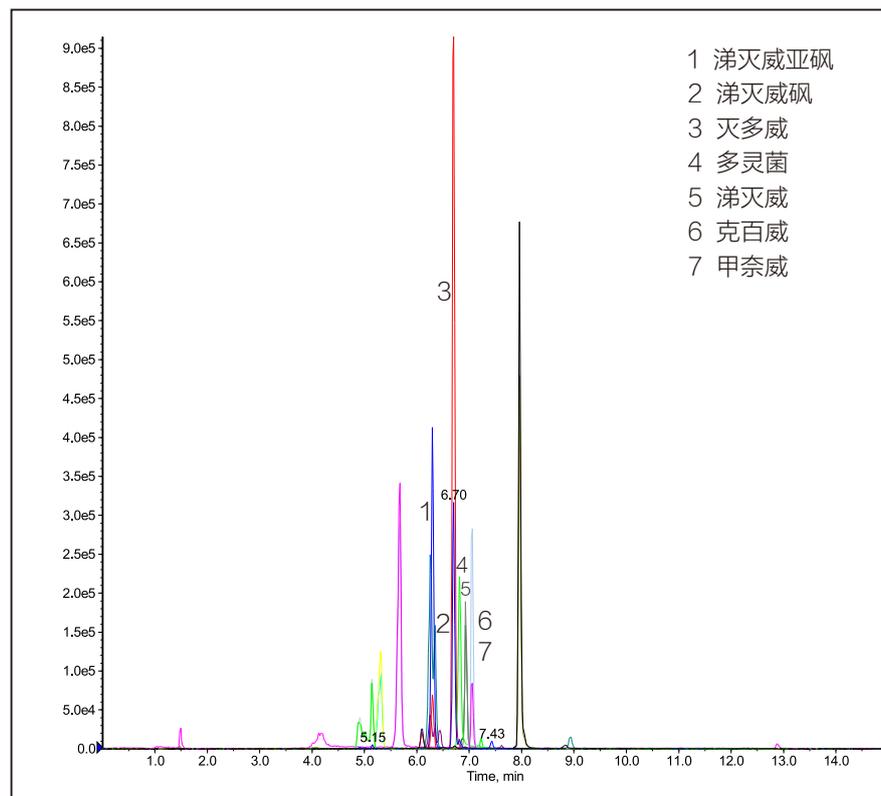


图2 添加水平为0.05 mg/kg大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



QuEChERS EN方法用于黄瓜中有机磷类农药多残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC- FPD法作为分析方法, 检测蔬菜水果中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用一般基质的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

三、参考标准

《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin—Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE—QuEChERS-method》。

四、实验材料

biocomma[®] Copure[®] QuEChERS提取管50 mL和盐包(Cat. No. COQ050010)。
biocomma[®] Copure[®] QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015022)。

五、实验步骤

1、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, 振荡 1 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), 用力振荡1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、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 1 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。

3、仪器条件

1.GC- FPD条件

气相仪器: Agilent 7890B

色谱柱: DB-1701柱; 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm或者相当者

进样口温度: 220 °C

检测器温度: 300 °C

升温程序:

100 °C(保持2 min)

以16 °C/min升温到190 °C(保持2 min)

以5 °C/min升温到280 °C(保持1 min)

载气: 氦气
 燃气: 氢气
 助燃气: 空气
 流速: 1.6 mL/min
 进样方式: 不分流进样

六、实验结果

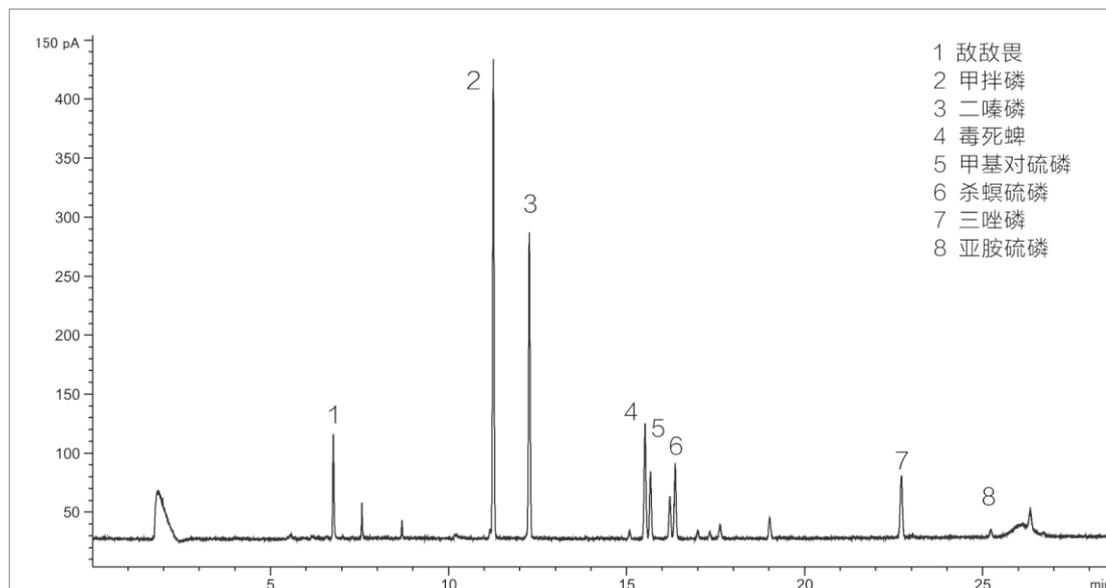
1、黄瓜中有机磷类农药多残留0.1 mg/kg的添加回收结果

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	1.61
甲拌磷	102.1	103.9	109.6	105.2	3.72
二嗪磷	100.9	103.0	107.3	103.7	3.14
毒死蜱	105.9	106.8	115.8	109.5	5.00
甲基对硫磷	101.3	103.2	109.8	104.8	4.26
杀螟硫磷	99.4	103.4	112.9	105.2	6.59
三唑磷	112.8	112.5	125.2	116.8	6.20
亚胺硫磷	115.9	114.7	113.4	114.7	1.09

2、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

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



QuEChERS AOAC方法用于黄瓜中农药多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, LC-MS/MS法作为分析方法, 检测黄瓜中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于一般基质的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

四、实验材料

biocomma® Copure® QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050020)。

biocomma® Copure® QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015031)。

五、实验步骤

1、样品提取

将黄瓜在-18 °C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), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、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。

3、LC-MS/MS仪器条件

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

质谱仪: API 4000

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

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40 °C

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(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	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	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

六、实验结果

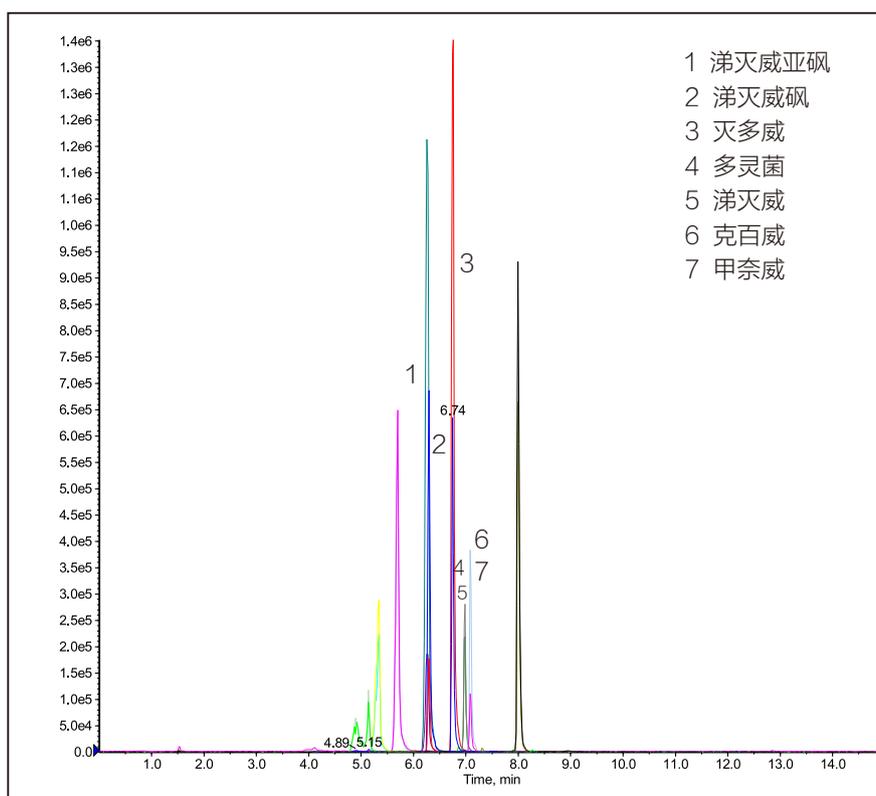
1、0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留的添加回收率结果

表4 0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留的添加回收率结果

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	5.19
克百威	110.6	117.0	117.2	114.9	3.27
灭多威	111.8	104.4	108.4	108.2	3.42
多菌灵	98.0	92.0	94.6	94.9	3.17
涕灭威砒	118.0	113.0	110.0	113.7	3.56
涕灭威亚砒	100.8	95.2	98.6	98.2	2.87
甲萘威	110.2	99.4	96.2	101.9	7.20

2、添加水平为0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留检测色谱图

图1 添加水平为0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留检测色谱图



Copure[®] Frits SPE

高流速 粘稠样品终结者

QuEChERS AOAC方法用于菜芯中农药多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法, 检测菜芯中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于含色素较多的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

四、实验材料

biocomma® Copure® QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050020)。
biocomma® Copure® QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015036)。

五、实验步骤

1、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, 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), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、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。

3、仪器条件

1.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 °C/min升温到260 °C(保持2 min)
 以25 °C/min升温到270 °C(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

2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)
 质谱仪: API 4000
 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: 甲醇溶液
 洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min
 柱温: 40 °C
 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(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	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	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
甲奈威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12

六、实验结果

1、菜芯中农药多残留的添加回收结果

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	6.91
三唑酮	113.0	114.5	106.2	111.2	3.98
腐霉利	87.6	84.7	82.4	84.9	3.07
异菌脲	119.8	115.1	122.9	119.3	3.29
联苯菊酯	114.9	108.6	108.3	110.6	3.37
甲氰菊酯	91.4	89.4	85.5	88.8	3.38
高效氟氯菊酯	105.2	114.1	110.9	110.1	4.10
氟氯菊酯	108.1	104.2	101.5	104.6	3.17
氯氟菊酯	77.3	78.8	70.2	75.4	6.09
氟戊菊酯	93.3	82.2	84.8	86.8	6.69
氰戊菊酯	107.8	100.8	104.7	104.4	3.36
氟胺菊酯	82.1	80.1	87.4	83.2	4.53
溴氰菊酯	113.3	108.2	105.3	108.9	3.72

表5 0.05 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	4.66
克百威	110.4	116.4	119.8	115.5	4.12
灭多威	104.6	108.4	110.0	107.7	2.58
涕灭威砒	106.2	107.4	111.6	108.4	2.62
涕灭威亚砒	88.6	81.6	87.0	85.7	4.28
甲奈威	101.4	102.4	100.6	101.5	0.89

2、菜芯中农药多残留检测色谱图

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

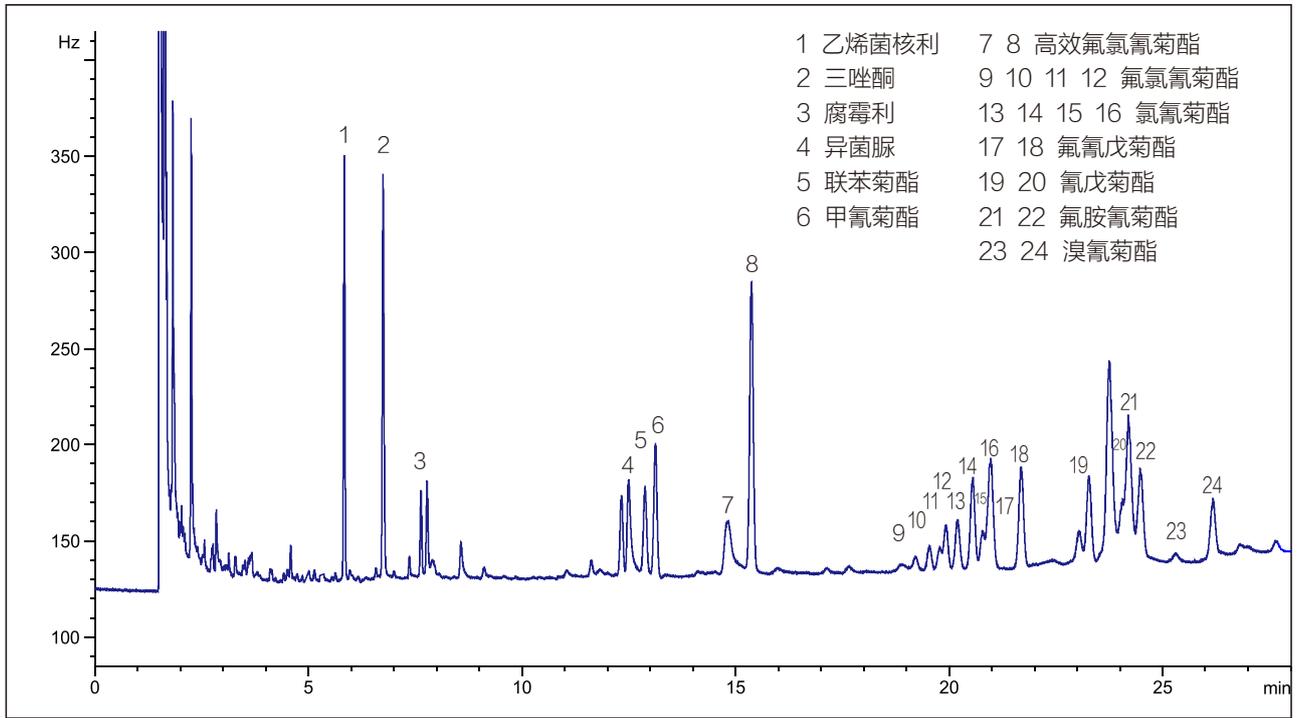
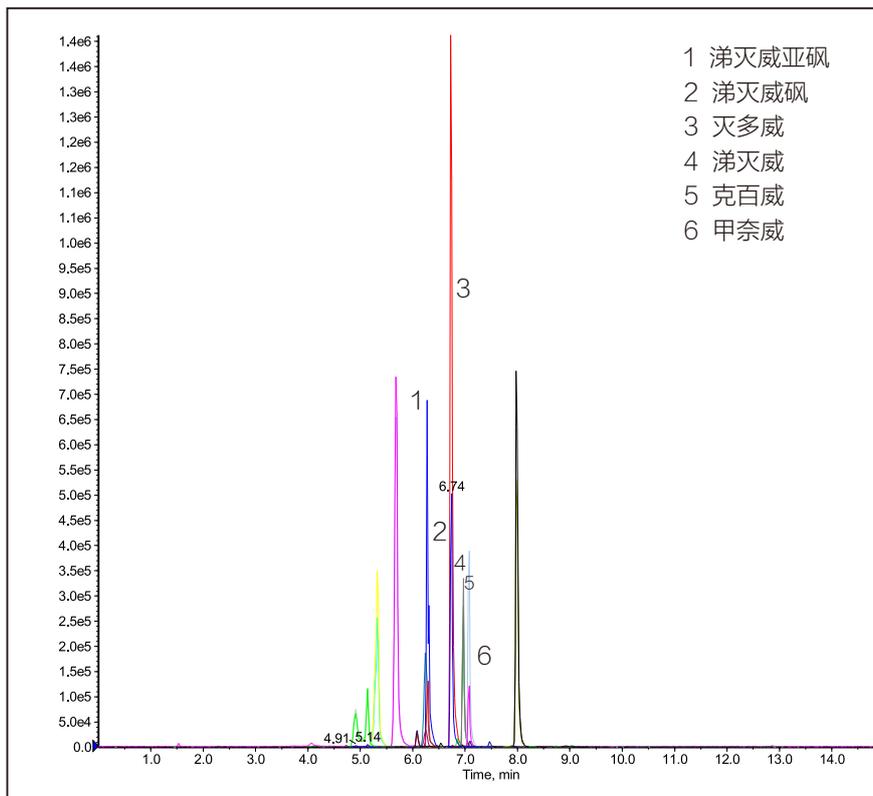


图2 添加水平为0.05 mg/kg菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



QuEChERS AOAC方法用于大米中农药多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法, 检测大米中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

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检测及确证。

三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

四、实验材料

biocomma® Copure® QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050020)。
biocomma® Copure® QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015033)。

五、实验步骤

1、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), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、净化管净化

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。

3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器: Agilent 7890A

色谱柱: HP-5柱; 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm或者相当者

进样口温度: 220 °C

检测器温度: 300 °C

升温程序:

180 °C(保持2 min)

以10 °C/min升温到230 °C(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)
 以25 °C/min升温到270 °C(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

2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μ m)
 质谱仪: API 4000
 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

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min
 柱温: 40 °C
 进样体积: 5 μ L
 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(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	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	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
甲奈威	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

六、实验结果

1、大米中农药多残留的添加回收结果

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	6.14
乙烯菌核利	93.5	100.4	102.2	98.7	4.65
三唑酮	114.5	122.5	126.5	121.2	5.04
腐霉利	81.5	84.5	86.1	84.0	2.78
异菌脲	113.0	109.0	113.5	111.8	2.21
联苯菊酯	120.5	120.0	122.0	120.8	0.86
甲氰菊酯	100.5	99.3	101.5	100.4	1.10
高效氟氯氰菊酯	101.5	100.6	102.5	101.5	0.94
氟氯氰菊酯	101.7	96.7	96.3	98.2	3.06
氯氰菊酯	78.7	70.2	70.9	73.3	6.44
氟氰戊菊酯	126.0	130.0	119.5	125.2	4.23
氰戊菊酯	110.0	99.5	111.4	107.0	6.08
氟胺氰菊酯	100.5	100.2	97.45	99.4	1.69
溴氰菊酯	122.5	111.6	120.0	118.0	4.84

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	3.47
克百威	92.6	85.2	93.4	90.4	5.00
灭多威	90.0	101.4	98.2	96.5	6.09
多菌灵	70.6	79.4	70.2	73.4	7.08
涕灭威砒	107.2	114.0	111.6	110.9	3.11
涕灭威亚砒	114	119.8	117.8	117.2	2.51
甲奈威	92.4	98.4	92.0	94.3	3.80

2、大米中农药多残留检测色谱图

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

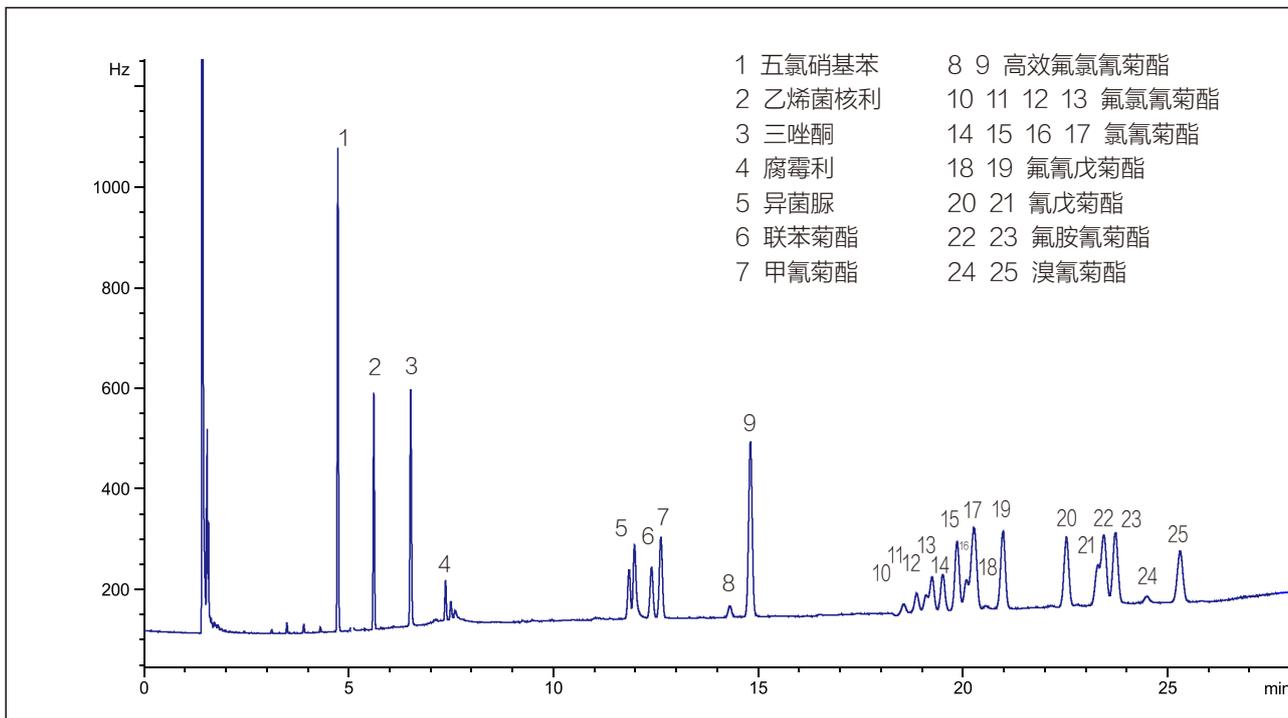
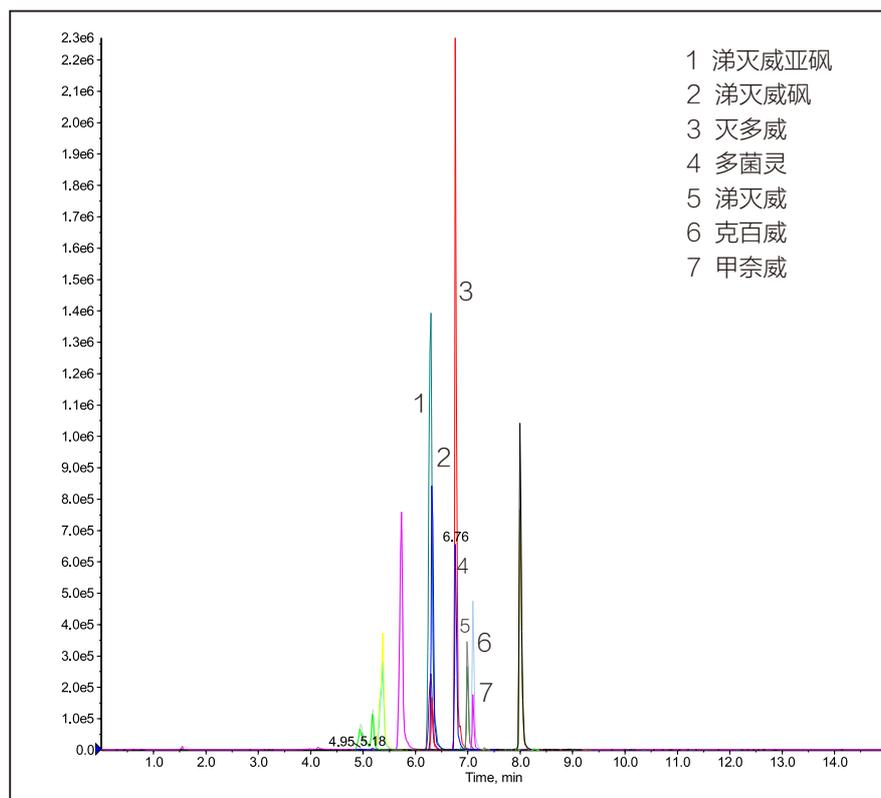


图2 添加水平为0.05 mg/kg大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



QuEChERS AOAC方法用于茄子中农药多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法, 检测茄子中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

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检测及确证。

三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

四、实验材料

biocomma® Copure® QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050020)。
biocomma® Copure® QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015040)。

五、实验步骤

1、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), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

首先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, 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。

3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器: Agilent 7890A

色谱柱: HP-5柱; 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm或者相当者

进样口温度: 220 °C

检测器温度: 300 °C

升温程序:

180 °C(保持2 min)

以10 °C/min升温到230 °C(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)
 以25 °C/min升温到270 °C(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

2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μ m)
 质谱仪: API 4000
 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

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min
 柱温: 40 °C
 进样体积: 5 μ L
 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(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	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	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
甲奈威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12

六、实验结果

1、茄子中农药多残留的添加回收结果

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	6.48
百菌清	80.3	77.3	75.4	77.7	3.18
乙烯菌核利	103.1	94.2	93.9	97.1	5.39
三唑酮	121.9	111.3	111.3	114.8	5.33
腐霉利	113.6	102.4	100.2	105.4	6.82
异菌脉	130.6	126.3	128.0	128.3	1.69
联苯菊酯	120.9	107.5	109.6	112.7	6.40
甲氰菊酯	103.9	94.4	96.2	98.2	5.14
高效氟氯氰菊酯	100.7	91.6	93.9	95.4	4.96
氟氯氰菊酯	96.1	87.5	85.6	89.7	6.24
氯氰菊酯	80.6	75.8	73.3	76.6	4.85
氟氰戊菊酯	102.4	104.7	112.4	106.5	4.92
氰戊菊酯	97.2	87.1	85.0	89.8	7.27

表5 0.05 mg/kg茄子中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收率结果

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	5.46
克百威	77.6	73.6	72.4	74.5	3.65
灭多威	75.8	85.6	84.2	81.9	6.47
涕灭威砒	92.2	101.0	104.0	99.1	6.19
涕灭威亚砒	92.0	92.2	88.8	91.0	2.10
甲奈威	77.0	72.1	73.4	74.2	3.42

2、茄子中农药多残留检测色谱图

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

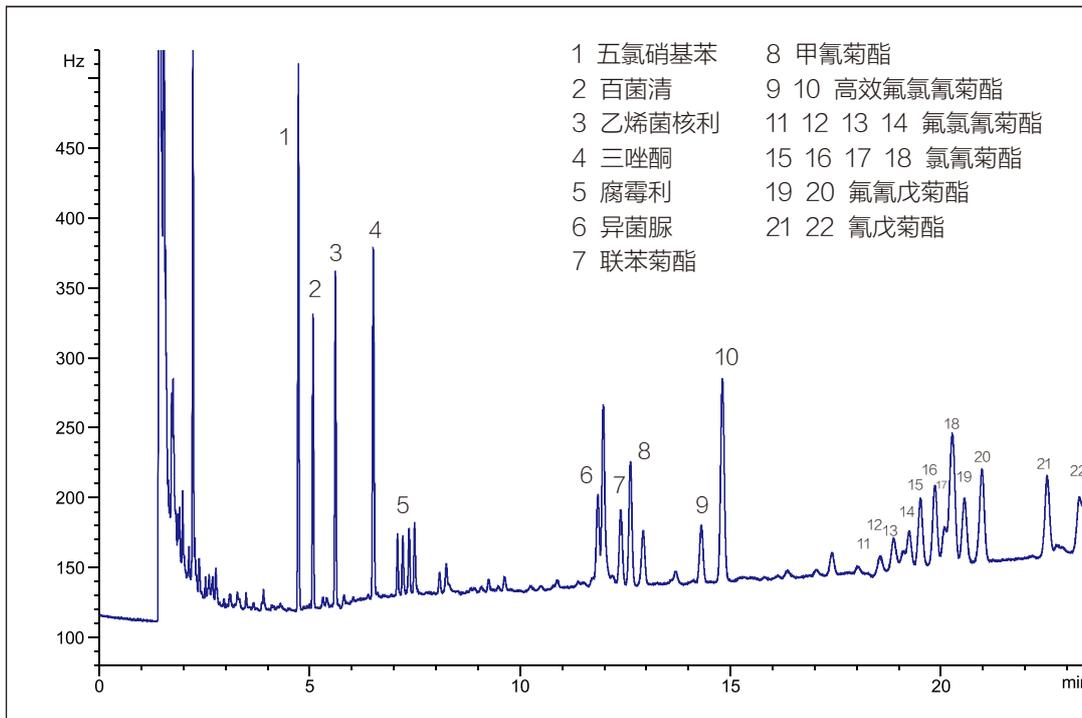
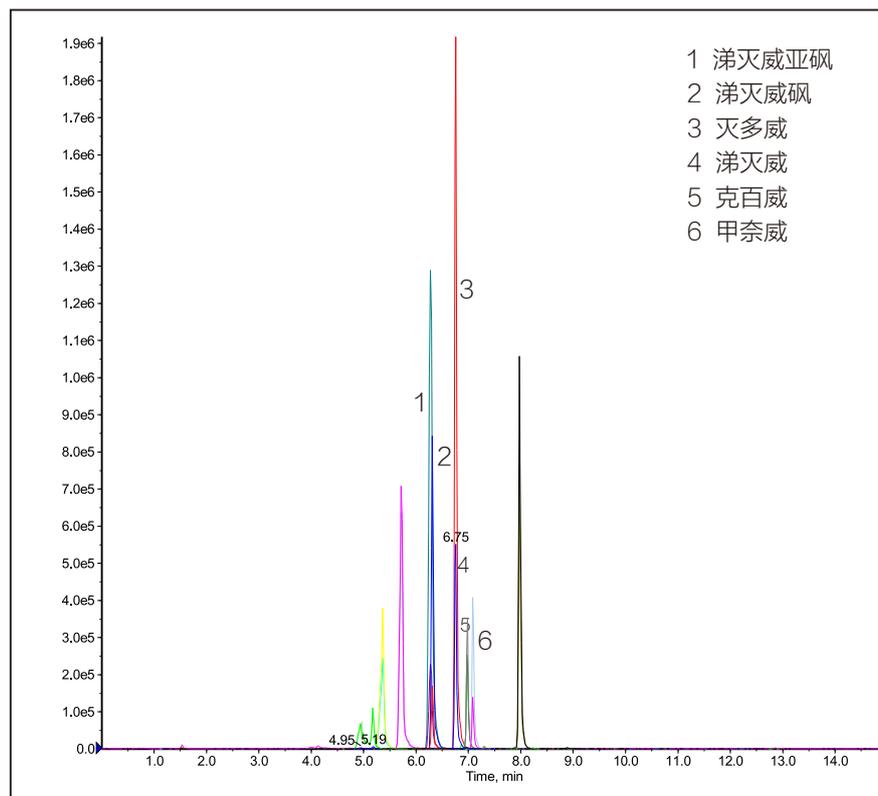


图2 添加水平为0.05 mg/kg茄子中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



QuEChERS 方法用于猪肉中磺胺类药物多残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的磺胺类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于肉制品中的磺胺类药物多残留检测及确证。

三、实验材料

biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat.No.COQ050050)。
biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat.No.COQ015601)。

四、实验步骤

1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉2.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入4 mL 水, 涡旋样品1 min。加入10 mL 1%乙酸乙腈, 再加入QuEChERS盐包 (COQ050050), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层CH₃CN层待净化。

2、样品净化

取待净化的上层CH₃CN层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(COQ015601)中, 涡旋 1 min, 4000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL流动相复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

3、仪器条件

1.HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex[®](250 mm × 4.6 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2996 DAD检测器

检测波长: 270 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 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	10	90
1.0	10	90
3.0	15	85
15	20	80
20	30	70
25	40	60
26	80	20
27	50	50
29	10	90
32	10	90

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μ L

五、实验结果

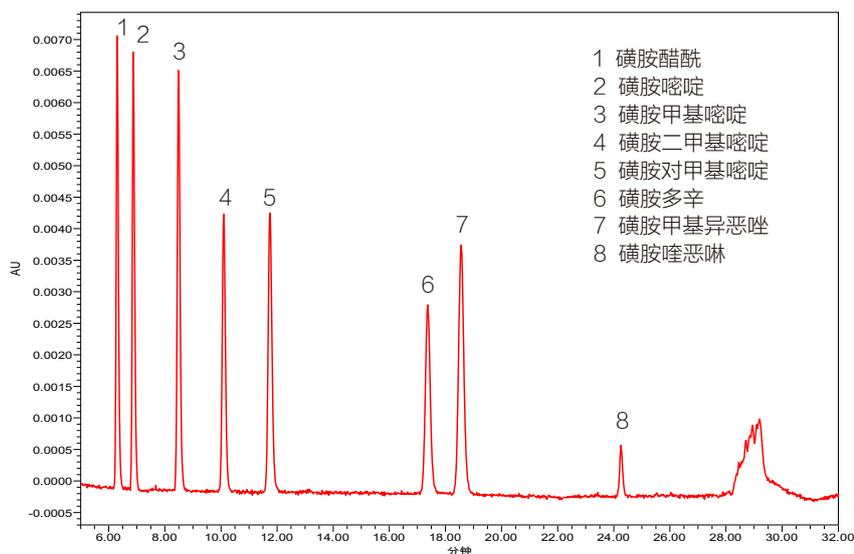
1、5 mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的添加回收率结果

表2 5 mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
磺胺醋酰	91.9	91.9	92.5	92.1	0.37
磺胺嘧啶	83.6	83.8	82.3	83.2	0.97
磺胺甲基嘧啶	87.0	96.2	92.9	92.0	5.06
磺胺二甲嘧啶	84.4	83.9	83.8	84.0	0.38
磺胺对甲基嘧啶	91.3	92.0	91.1	91.5	0.51
磺胺多辛	87.8	87.7	85.8	87.1	1.29
磺胺甲基异恶唑	84.6	82.1	81.8	82.8	1.85
磺胺喹恶啉	92.7	92.6	96.1	93.8	2.12

2、添加水平为5 mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为5 mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的液相色谱图



QuEChERS 方法用于火锅底料中吗啡的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取QuEChERS法作为样品的前处理方法，HPLC法作为分析方法，检测火锅料中吗啡的含量。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

二、实验目标物

吗啡 (CAS:57-27-2)。

三、应用范围

本方法适用于火锅底料中吗啡的检测的HPLC检测及确证。

四、参考标准

《DB31 2010-2012 食品安全地方标准 火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因的测定液相色谱-串联质谱法》

五、实验材料

biocomma[®] Copure[®] QuEChERS提取管50 mL(Cat.No.COQ050020)。

biocomma[®] Copure[®] QuEChERS净化管2 mL(Cat.No. COQUEMPSC1802)。

六、实验步骤

1、样品提取

准确移取火锅料2.0 g于50 mL离心管中加入5 mL水，涡旋分散均匀，加入15 mL乙腈，涡旋震荡1 min，加入biocomma[®]Copure[®] QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇涡旋1 min；4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

取biocomma[®] Copure[®] QuEChERS净化管（50 mg PSA、100 mg无水硫酸镁、100 mg C18），移取待净化的乙腈层1.5 mL上清液至此QuEChERS净化管中，漩涡混合1min，以10000 r/min离心2min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

3、HPLC条件

设 备：Waters Alliance 2695

色谱柱：Welch Ultimate XB-C18 (4.6×250mm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

流动相：A：水 B：乙腈

洗脱方式：等度洗脱

等度洗脱：A：B=（22：78，v/v）

流速：1.0 mL/min

检测波长：216nm

进样体积：20 μL

七、实验结果

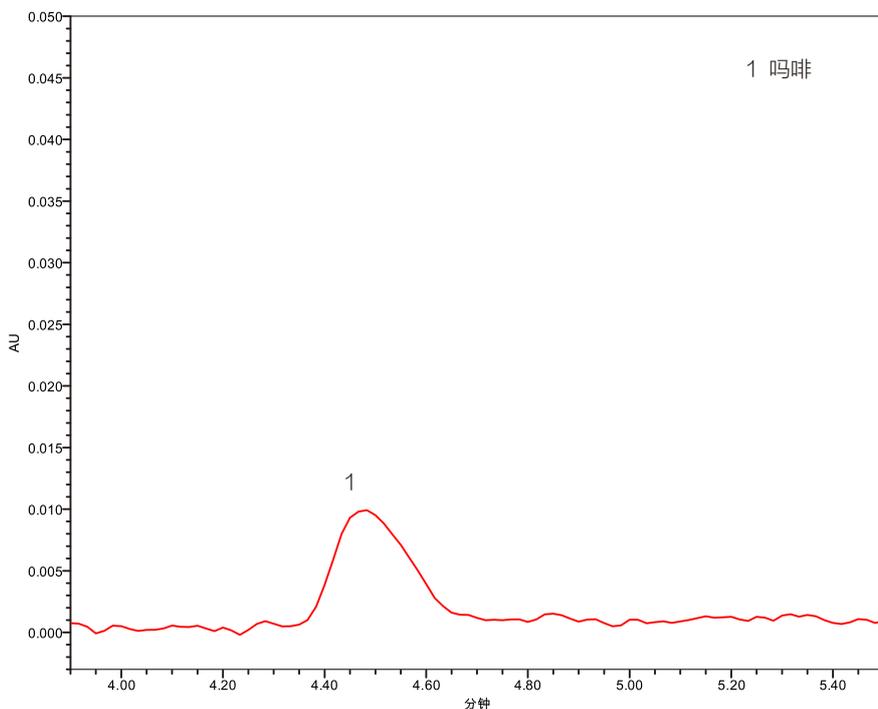
1、1 mg/kg火锅料中吗啡的添加回收结果

表1 1 mg/kg火锅料中吗啡的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
吗啡	97.7	99.2	100.7	99.2	1.51

2、添加水平为1 mg/kg火锅料中吗啡检测的液相色谱图

图1 添加水平为1 mg/kg火锅料中吗啡检测的液相色谱图



Copure® SPE柱

Copure®品牌是逗点生物SPE业务的品质承诺，
是我们OEM服务的参考标准。



QuEChERS 方法用于火锅底料中罂粟碱的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取QuEChERS法作为样品的前处理方法，HPLC法作为分析方法，检测火锅料中罂粟碱的含量。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

二、实验目标物

罂粟碱 (CAS:58-74-2)。

三、应用范围

本方法适用于火锅料中罂粟碱的检测的HPLC检测及确证。

四、参考标准

《Db31 2010-2012 食品安全地方标准 火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因的测定 液相色谱-串联质谱法》

五、实验材料

biocomma[®] Copure[®] QuEChERS提取管50 mL (Cat.No.COQ050020)。
biocomma[®] Copure[®] QuEChERS净化管2 mL(Cat.No. COQUEMPSC1802)。

六、实验步骤

1、样品提取

准确移取火锅料2.0 g于50 mL离心管中加入5 mL水，涡旋分散均匀，加入15 mL乙腈，涡旋震荡1 min，加入biocomma[®] Copure[®] QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇涡旋1 min；4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

取biocomma[®] Copure[®] 净化管（50 mg PSA、100 mg无水硫酸镁、100 mg C18），移取待净化的乙腈层1.5 mL上清液至此QuEChERS净化管中，漩涡混合1min，以10000 r/min离心2min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

3、HPLC条件

设备：Waters Alliance 2695
色谱柱：Welch Ultimate XB-C18 (4.6 × 250mm)
检测器：Waters 2487 紫外检测器
流动相：A: 乙腈 B: 50mmol/L乙酸铵溶液 (PH: 7.5)
洗脱方式：等度洗脱
等度洗脱：A: B= (40: 60, v/v)
流速：1.0 mL/min
检测波长：230 nm
进样体积：20 μL

七、实验结果

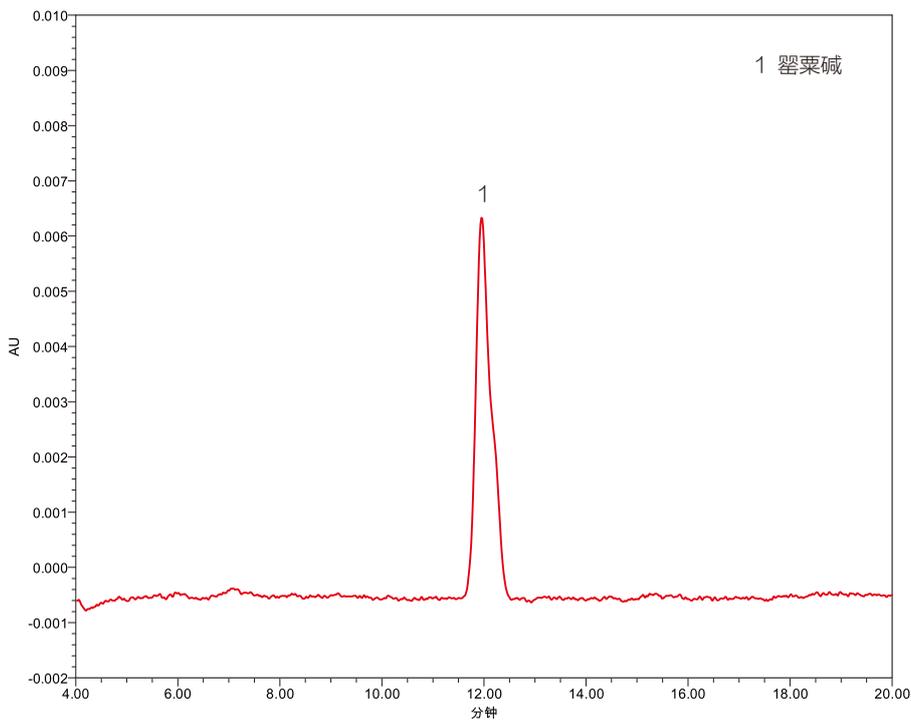
1、1 mg/kg火锅料中罂粟碱的添加回收结果

表1 1 mg/kg火锅料中罂粟碱的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
罂粟碱	112.3	111.4	114.5	112.7	1.41

2、添加水平为1 mg/kg火锅料中罂粟碱检测的液相色谱图

图1 添加水平为1 mg/kg火锅料中罂粟碱检测的液相色谱图



QuEChERS 方法用于猪肉中激素类药物多残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的激素类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于猪肉中的激素类药物多残留检测及确证。

三、实验材料

biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050050)

biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015601)

四、实验步骤

1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉5.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入10 mL 乙腈, 涡旋1min。再加入QuEChERS盐包(Cat. No. COQ050050), 用力振摇1 min 4000 r/min离心5 min。上层CH₃CN层待净化。

2、样品净化

取待净化的上层CH₃CN层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中, 涡旋 1 min, 4000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL流动相复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

3、HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex[®] (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2996 DAD检测器

检测波长: 230 nm

流动相: A: 乙腈 B: 水

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	50	50
4	50	50
13	100	0
15	100	0
19	50	50
24	50	50

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μL

五、实验结果

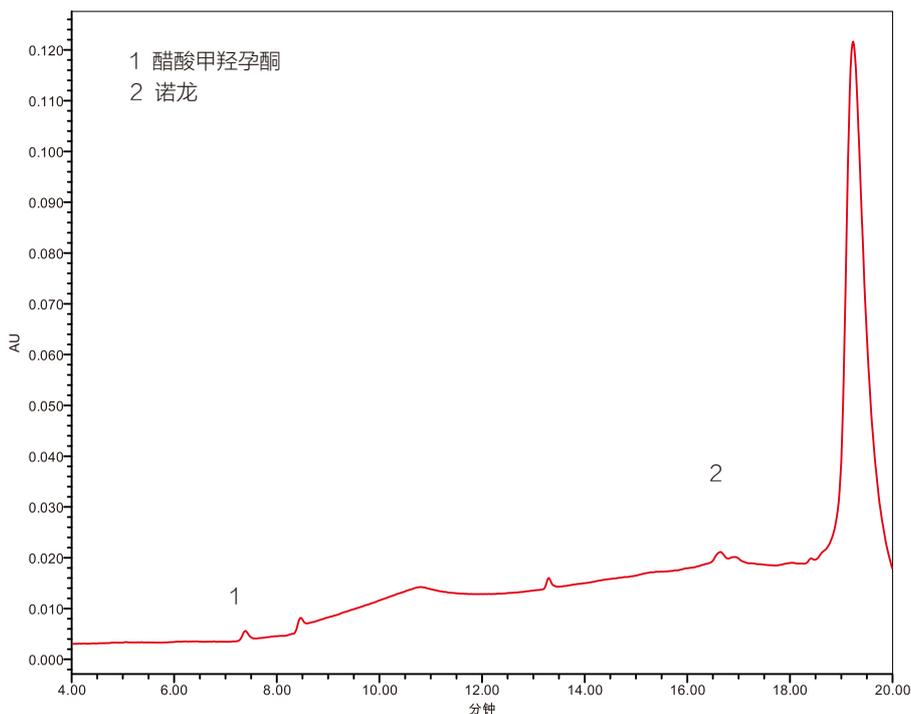
1、0.5 mg/kg猪肉中激素的添加回收结果

表2 0.5 mg/kg猪肉中激素的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
醋酸甲羟孕酮	95	92.3	93.3	93.5	1.46
诺龙	94.8	91.2	87.8	91.2	3.84

2、添加水平为0.5 mg/kg猪肉中激素检测的液相色谱图

图1 添加水平为0.5 mg/kg猪肉中激素检测的液相色谱图



QuEChERS 盐包

你销售赚大钱，我生产赚小钱

自动化生产，每天三万支

OEM

QuEChERS Extract Pouch AOAC
6 g Magnesium Sulfate 1.5g Sodium Acetate

QuEChERS 方法用于猪肉中喹诺酮类药物多残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的喹诺酮类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于肉制品中的喹诺酮类药物多残留检测及确证。

三、实验材料

biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050051)

biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015601)

四、实验步骤

1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉2.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入QuEChERS盐包(Cat. No. COQ050051), 加入10 mL 1%乙酸乙腈, 涡旋1min, 用力振摇1 min, 5000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

取待净化的上层乙腈层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中, 涡旋 1 min, 5000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL50%甲醇水复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

3、HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex[®] (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2996 DAD检测器

检测波长: 254 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 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	10	90
3	10	90
8	35	65
11	65	35
12	10	90
17	10	90

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μL

五、实验结果

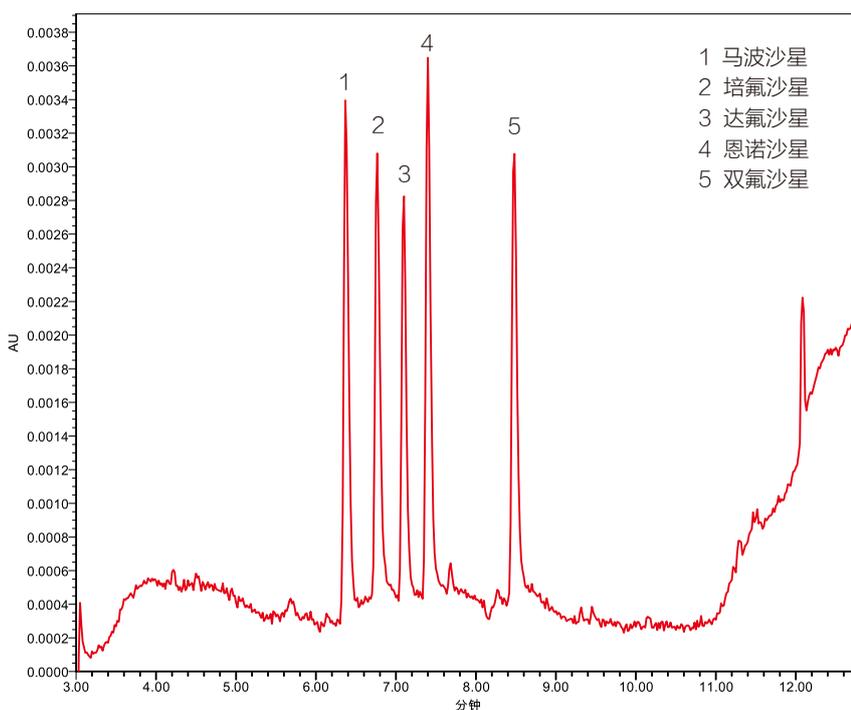
1、0.8 mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的添加回收率结果

表2 0.8 mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
马波沙星	87.96	81.01	81.55	83.51	4.63
培氟沙星	93.37	87.70	86.43	89.17	4.41
达氟沙星	99.09	91.71	91.91	94.24	4.46
恩诺沙星	104.15	92.12	101.30	99.19	6.34
双氟沙星	102.39	103.53	99.96	101.96	1.79

2、添加水平为0.8 mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为0.8 mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的液相色谱图



biocomma

**跨界创新，
滤芯+生命科学**

核酸纯化
Nucleic Acid Purification

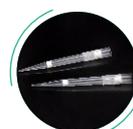
基因/多肽合成
Gene / Peptide Synthesis

蛋白纯化
Protein Purification

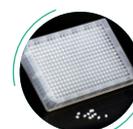
样本处理耗材配件
Consumables & Parts



核酸纯化柱



核酸提取吸头



基因合成384孔板



蛋白纯化空柱



中压层析柱



吸头滤芯

QuEChERS 方法用于猪肉中氯霉素类药物多残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的氯霉素类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于肉制品中的氯霉素类药物多残留检测及确证。

三、实验材料

biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050050)

biocomma[®] Copure[®] 兽残专用QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015601)

四、实验步骤

1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉2.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入4 mL 水, 涡旋样品1min。加入10 mL 1%乙酸乙腈, 再加入QuEChERS盐包(Cat. No. COQ050050),用力振摇1 min, 5000 r/min离心5 min。上层CH₃CN层待净化。

2、样品净化

取待净化的上层CH₃CN层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中, 涡旋 1 min, 5000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL甲醇复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

3、HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex[®] (250 mm × 4.6 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: 0.1%甲酸水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	10	90
6	10	90
29	30	70
30	100	0
36	100	0
37	10	90
42	10	90

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μL

五、实验结果

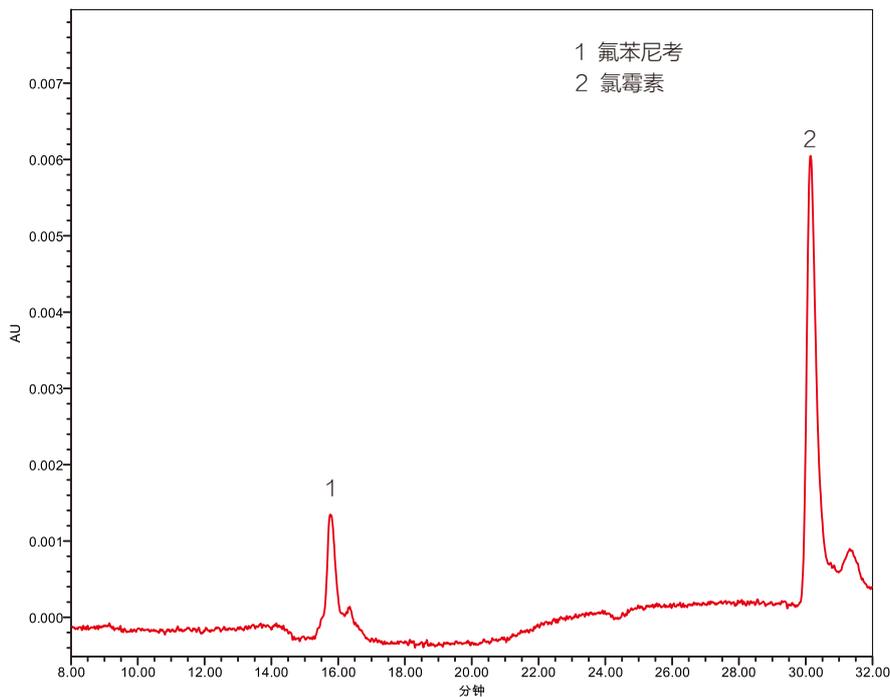
1、5 mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的添加回收率结果

表2 5 mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
氯霉素	78.42	80.51	81.55	80.16	1.99
氟苯尼考	87.11	82.04	86.67	85.27	3.29

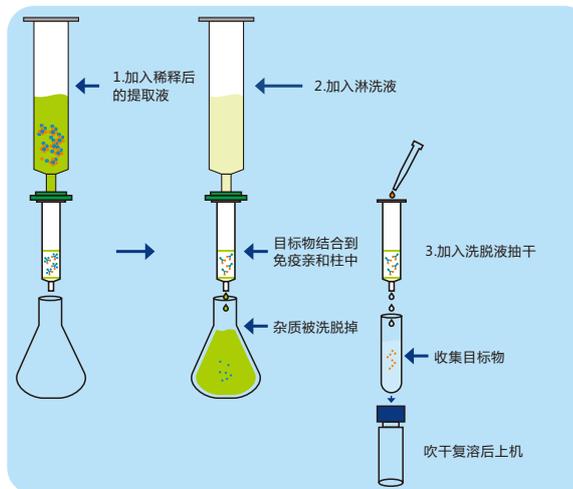
2、添加水平为5 mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为5 mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的液相色谱图



真菌毒素检测 解决方案

基于Copure®免疫亲和柱及高效液相色谱法



QuEChERS 方法用于猪肉中四环素类药物多残留的检测

(Copure® QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的四环素类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于肉制品中的四环素类药物多残留检测及确证。

三、实验材料

biocomma® Copure® 兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050051)

biocomma® Copure® 兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015601)

四、实验步骤

1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉2.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入QuEChERS盐包(Cat. No. COQ050051), 加入10 mL 1%乙酸乙腈, 涡旋1min, 用力振摇1 min, 5000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

取待净化的上层乙腈层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中, 涡旋 1 min, 5000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL三氟乙酸水: 甲醇 (1:19,v/v)复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

3、HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex® (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2996 DAD检测器

检测波长: 254 nm

流动相: A: 乙腈 B: 10mM三氟乙酸水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	4	96
8	30	70
18	35	65
20	4	96
28	4	96

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μL

五、实验结果

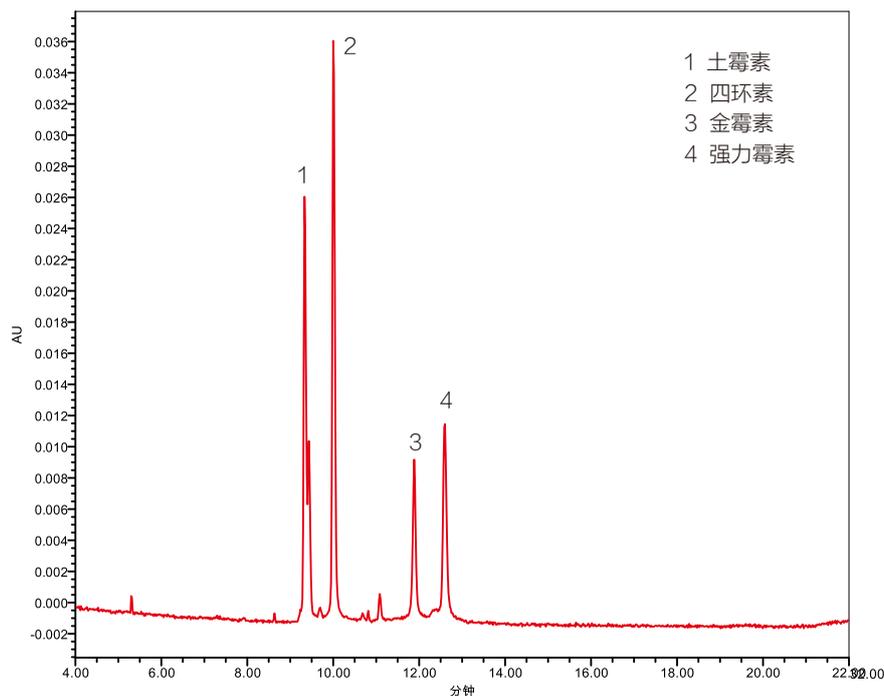
1、1.0 mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的添加回收率结果

表2 1.0 mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
土霉素	80.9	86.3	81.55	81.55	3.56
四环素	76.0	76.7	75.4	75.4	0.86
金霉素	89.3	84.4	84.8	84.8	3.16
强力霉素	86.9	86.9	85.9	85.9	0.67

2、添加水平为1.0 mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为1.0 mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的液相色谱图



样品瓶

For GC&HPLC autosamplers

www.biocomma.com



QuEChERS 方法用于蔬菜中甲拌磷残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测蔬菜中甲拌磷残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、应用范围

本方法适用于含色素的蔬菜和水果中甲拌磷残留的检测及确证。

三、实验材料

biocomma[®] Copure[®] QuEChERSEN盐包 (Cat. No. COQ050010),
biocomma[®] Copure[®] QuEChERS净化管2 mL (Cat. No. COQ002024)。

四、实验步骤

1、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 (4.0 g无水硫酸镁+1.0 g氯化钠+1.0 g柠檬酸钠+0.5 g柠檬酸氢二钠), 用力振摇1 min, 4000 rpm离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

取待净化的上层乙腈层1 mL于2 mL QuEChERS净化管(150 mg MgSO₄+25 mg PSA+7.5 mg GCB)中, 涡旋1 min, 12000 rpm离心2 min, 过0.22 μm滤膜, 直接上机测试。

3、HPLC 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: 268 nm

流动相: A: 乙腈 B: 水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
0	40	60
2	50	50
8	90	10
14	40	60
15	40	60

流速: 1 mL/min
进样体积: 20 μ L

五、实验结果

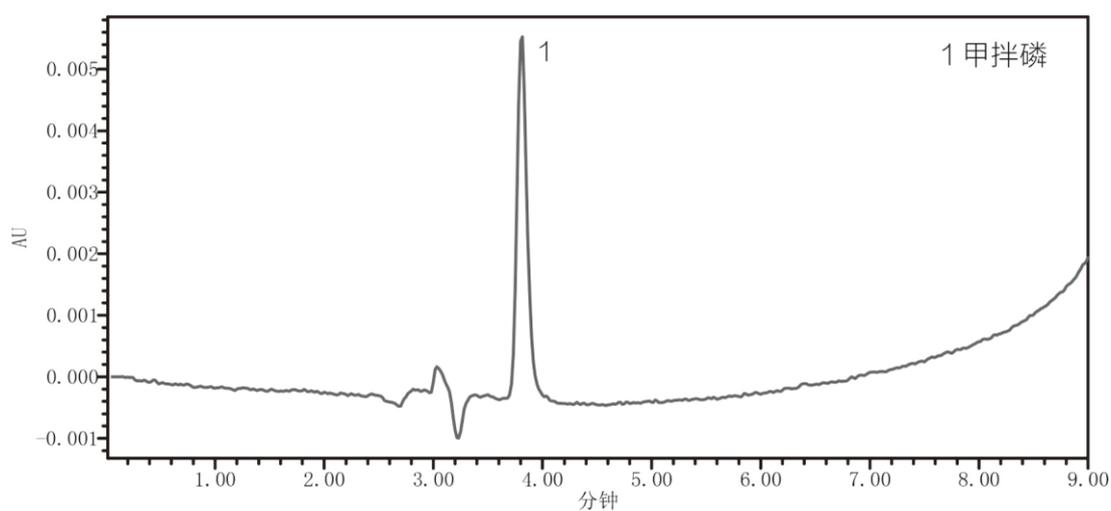
1、0.2 mg/kg黄瓜中甲拌磷添加回收率结果

表2 0.2 mg/kg黄瓜中甲拌磷的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
甲拌磷	100.5	110.5	112.0	107.7	5.8

2、添加水平为0.2 mg/kg甲拌磷检测的液相色谱图

图1 添加水平为0.2 mg/kg甲拌磷检测的液相色谱图



biocomma[®] 针式过滤器

biocomma[®]针式过滤器适合溶液配制、
灭菌过滤、生物样本制备等应用。



QuEChERS 方法用于蔬菜中丁硫克百威残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测蔬菜中丁硫克百威的残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、实验目标物

丁硫克百威(CAS: 55285-14-8)。

三、应用范围

本方法适用于蔬菜中丁硫克百威残留的HPLC检测及确证。

四、实验材料

biocomma[®] Copure[®] QuEChERS (Cat. No. COQ050022),
biocomma[®] Copure[®] QuEChERS (Cat. No. COQ015020)。

五、实验步骤

1、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), 用力振摇1 min, 4000 rpm离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、样品净化

取待净化的上层乙腈层5 mL于15 mL QuEChERS净化管(900 mg MgSO₄+150 mg PSA+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。

3、HPLC 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 mL/min

进样体积: 20 μL

五、实验结果

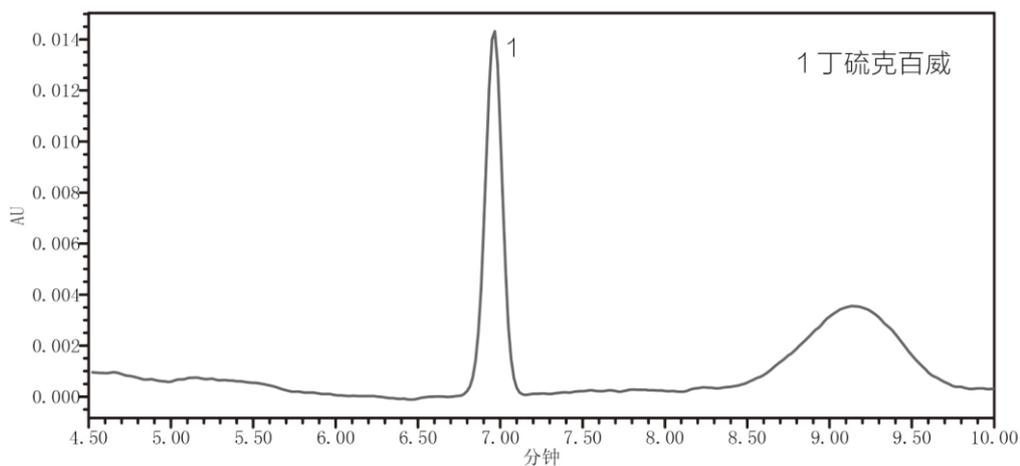
1、0.2 mg/kg黄瓜中丁硫克百威的添加回收率结果

表1 0.2 mg/kg黄瓜中丁硫克百威的添加回收率结果

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

2、0.2 mg/kg黄瓜中丁硫克百威的添加回收率结果

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。



轻松装柱 就选
样本处理空柱工具套装

包含柱管、筛板和必要的工具
适合实验室快速、小批量装填
填料选择更灵活，更符合需求

QuEChERS 方法用于水果中阿维菌素残留的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测水果中的阿维菌素残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、实验目标物

阿维菌素(CAS#: 71751-41-2)。

三、应用范围

本方法适用于水果中阿维菌素残留检测的HPLC检测及确证。

四、实验材料

biocomma[®] Copure[®] QuEChERS 提取管50 mL(Cat. No. COQ050050),
biocomma[®] Copure[®] QuEChERS 净化管2 mL(Cat. No. COQ002028)。

五、实验步骤

1、样品提取

准确称取粉碎好的橘子10.0 g (精确到0.05 g) 于50 mL离心管中, 加入10 mL 乙腈, 涡旋样品1 min, 加入 QuEChERS萃取盐包(Cat. No. COQ050050), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

2、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. COQ002028)中, 涡旋1 min, 12000 r/min离心5 min。取上清液过0.22 μ m滤膜, 待上机测试。

3、HPLC 仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex[®] -C18 (4.6 mm \times 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: 等度洗脱, A : B=30 : 70

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μ L

六、实验结果

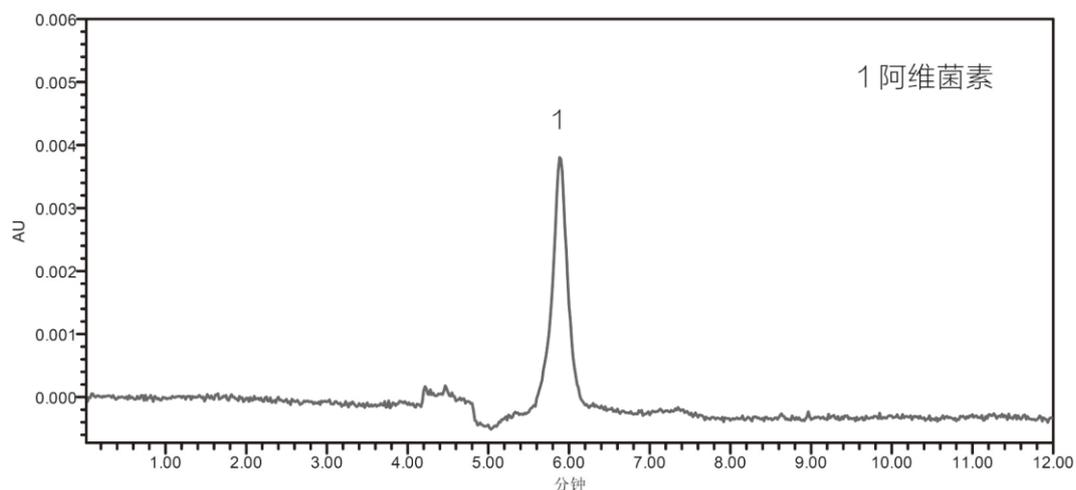
1、10.0 mg/kg水果中阿维菌素残留的添加回收率结果

表1 10.0 mg/kg水果中阿维菌素残留的添加回收率结果

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

2、添加水平为10.0 mg/kg水果中阿维菌素残留的液相色谱图

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



Copure[®]
负压法QuEChERS

用于不同基质样品中多农残的检测

一步净化，无需离心



QuEChERS 方法用于食用油中丙烯酰胺的检测

(Copure[®] QuEChERS)

一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测食用油中丙烯酰胺的含量。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

二、实验目标物

丙烯酰胺(CAS: 79-06-1)。

三、应用范围

本方法适用于食用油中丙烯酰胺的HPLC检测及确证。

四、实验材料

biocomma[®] Copure[®] QuEChERS 净化管15 mL (Cat. No.COQ015219)。

五、实验步骤

1、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。

2、样品净化

取待净化溶液6 mL于15 mL QuEChERS净化管(COQ015219)中, 涡旋 1 min, 4000 r/min离心5 min, 取1 mL上清液, 过0.22 μ m有机滤膜, 供上机测试。

3、HPLC 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: 0.5 mL/min

进样体积: 20 μ L

六、实验结果

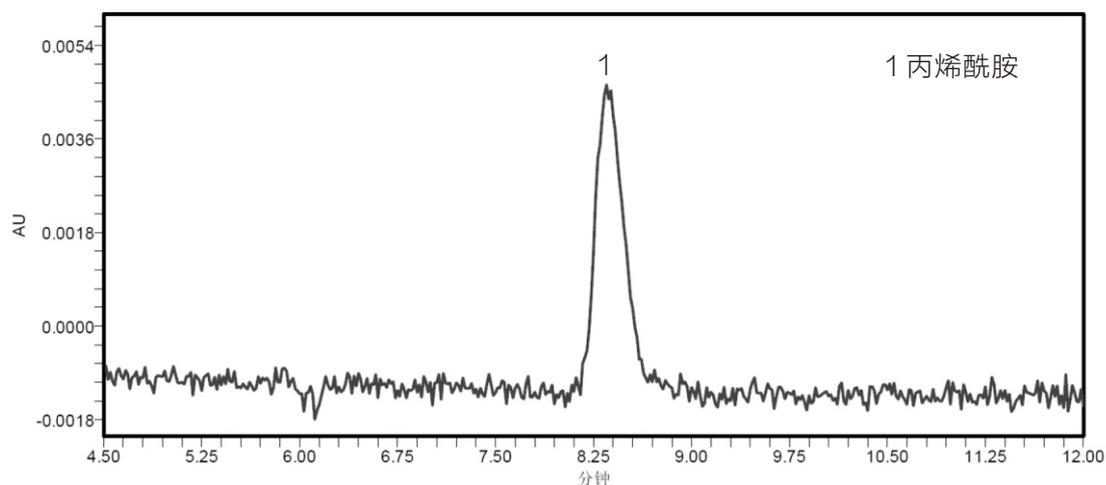
1、0.1 mg/kg食用油中丙烯酰胺的添加回收率结果

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

2、0.1 mg/kg食用油中丙烯酰胺检测的液相色谱图

图1 0.1 mg/kg食用油中丙烯酰胺检测的液相色谱图



Silibase[®]
固相萃取柱

专为第三方实验室大量应用而打造



逗点ISO证书与高新技术企业证书

认证证书

标准 **ISO 9001:2015**
证书登记号码 01 100 1632461

证书持有者: **深圳逗点生物技术有限公司**
统一社会信用代码: 91440300791729139X
注册地址: 中国广东省深圳市龙岗区布吉街道甘李工业园甘李六路12号中海信创新产业城12栋101-106 (在龙岗区布吉街道巨银科技工业厂区4号厂房601设有经营场所从事经营活动)
邮编: 518114
经营地址: 同上地址

认证范围: 多孔塑料过滤耗材、分析及分离试剂盒的研发、生产及销售

证明完成了审核并满足了 ISO 9001:2015 标准的要求。

有效期: 证书有效期从 2016.12.20 至 2019.12.19。
本证书信息可在国家认证认可监督管理委员会官方网站上查询
<http://www.cnca.gov.cn>

2016.12.20



TÜV Rheinland Cert GmbH
Am Grauen Stein · 51105 Köln

www.tuv.com



Certificate

Standard **ISO 9001:2015**
Certificate Registr. No. 01 100 1632461

Certificate Holder: **BIOCOMMA BIOTECH CO., LTD.**
Unified Social Credit Code: 91440300791729139X
Registration Address: 101-106, Block 12, Zhonghaixin Innovation Industrial Zone, No. 12 of Ganli Six Road, Ganli Industrial Zone, Buji Street, Longgang District, Shenzhen City, Guangdong Province 518114, P. R. China (There are business activities engaged in 601#, Plant 4, Juyin Science and Technology Industrial Zone, Buji Street, Longgang District)
Operation Address: same as above

Scope: Research & Development, Manufacturing and Sales of Porous Plastic Filters, Kits for Analysis and Separation

Proof has been furnished by means of an audit that the requirements of ISO 9001:2015 are met.

Validity: The certificate is valid from 2016-12-20 until 2019-12-19.

This certificate information can be searched on CNCA official website <http://www.cnca.gov.cn>

2016-12-20



TÜV Rheinland Cert GmbH
Am Grauen Stein · 51105 Köln

www.tuv.com



企业证书

高新技术企业证书

企业名称: 深圳逗点生物技术有限公司

证书编号: GR201744201361

发证时间: 二〇一七年八月十七日

有效期: 三年

批准机关:



QuEChERS好帮手

biocomma®多管涡旋混匀仪适用于QuEChERS提取、净化等步骤的涡旋混匀，也可用于一般的样本提取。

产品特点

- 每分钟可达2500转，对样本充分提取
- 可选间歇脉冲混匀模式，对于粘稠样本同样适用
- 专为QuEChERS提取和净化设计，确保涡旋效果
- 匹配专用离心管架，便于观察
- 阳性样本提取效率满足要求

技术参数：

性能指标	型号	BC-1000
转速范围		500 ~ 2500 rpm
调速精度		±1 rpm
振幅		3.6 mm
定时范围		0s ~ 99 H 59 M
间歇间隔定时范围		1 ~ 99 S
间歇运行定时范围		1~ 999 S
最大载重		4.5 kg
输入电源		AC 100 ~ 230 V, 50/60 Hz
功率		75 W
尺寸 (L x W x H)		426x246x474 mm

biocomma® 多管涡旋混匀仪



Copure[®] 96孔固相萃取板

Copure[®] 96孔固相萃取板基于逗点生物的核心配件和SPE填料，与CommaVac[™] 负压装置配合，专为高通量的固相萃取应用而打造。

产品特点

- 可与CommaVac[™] 负压装置配合，实现高通量提取
- 提供新型的聚合物型，以及经典的硅胶基质填料和吸附型填料
- 标准的96孔板，每孔柱容量2 mL
- 采用超高纯度筛板固定填料，不引入杂质，适合超高灵敏度分析



专为高通量应用打造





地址：深圳市龙岗区布吉街道甘李六路12号中海信创新产业城12栋1楼
邮编：518114
电话：0755-25498787；传真：0755-25498726
网址：www.biocomma.cn
Email: info@biocomma.com