

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°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	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

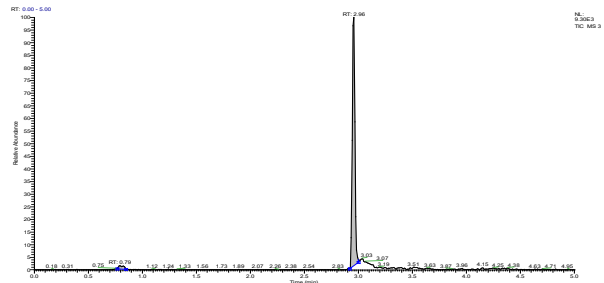


图 1 加标水平为 2.0 μg/kg 时腐竹中碱性嫩黄总离子流图

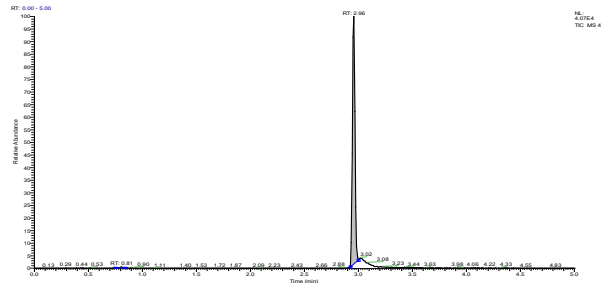


图 2 加标水平为 10.0 μg/kg 时腐竹中碱性嫩黄总离子流图

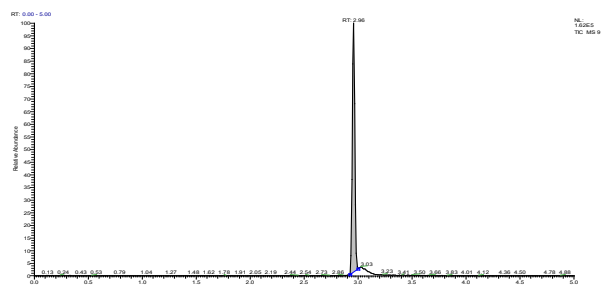


图 3 加标水平为 40.0 μg/kg 时腐竹中碱性嫩黄总离子流图