

# 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°C 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°C 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°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)

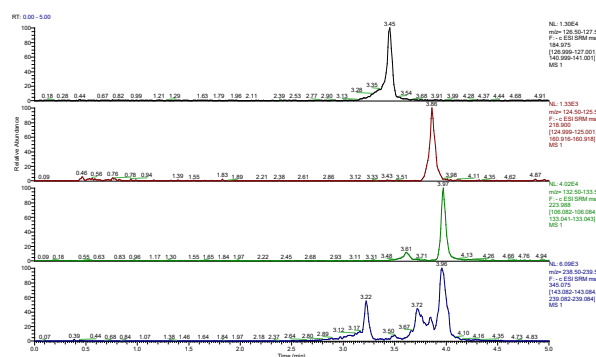
名称	保留时间 /min	母离子	子离子
赤霉素	3.22	344.9	133.0*, 106.0
6- 苄基腺嘌呤	3.97	224.2	142.5*, 238.9
4- 氯苯氧乙酸	3.45	184.8	161.0*, 125.1
2,4- 二氯苯氧乙酸	3.86	218.9	126.7*, 110.7

## 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。