

# 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°C 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°C      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°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)

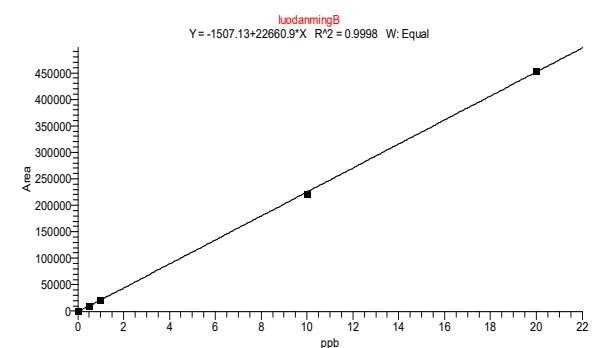
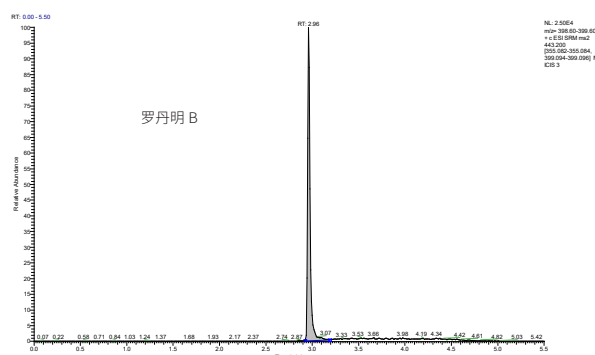
名称	保留时间/min	母离子	子离子
罗丹明 B	2.96	443.2	399.095*, 355.083

## 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 检测色谱图及线性相关系数如下：



## 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