

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°C 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°C 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°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

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°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(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
啶虫脒	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
高效氟氯菊酯	84.0	79.5	82.5	82.0	2.8
氟氯菊酯	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
啶虫脒	82.4	94.0	88.4	88.3	6.6

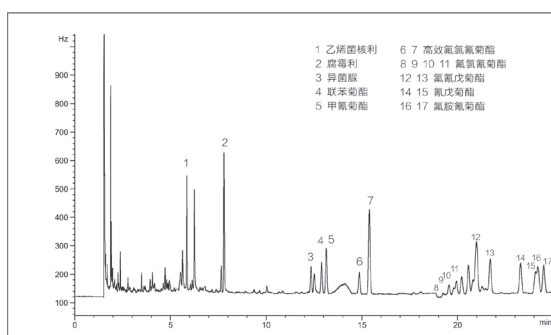


图1 添加水平为 0.25 mg/kg 普洱中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

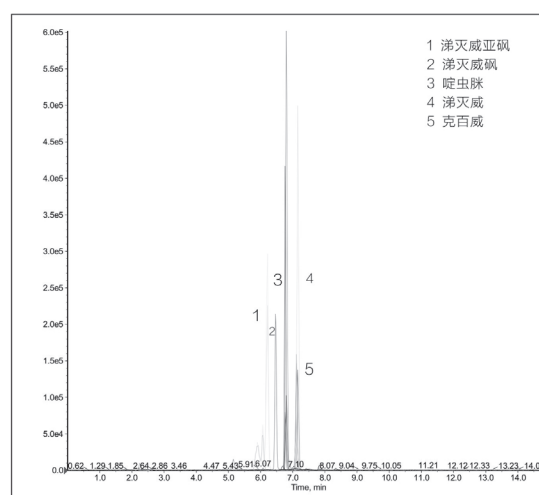


图2 添加水平为 0.05 mg/kg 普洱中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

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°C 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°C 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°C

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°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)

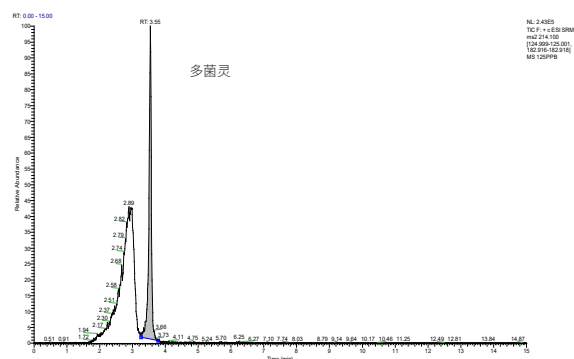
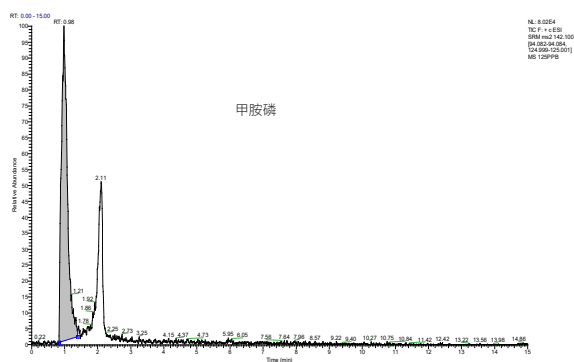
序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	甲胺磷	0.98	142.1	94.083*, 125.0
2	久效磷	5.30	224.1	192.929*, 109.071
3	甲基硫环磷	5.35	228.0	167.917*, 109.083
4	内吸磷	7.10	259.1	230.917*, 141.929
5	硫环磷	7.11	256.0	139.917*, 227.917
6	磷胺	7.46	300.0	174.0*, 127.0
7	水胺硫磷	8.8	312.0	269.887*, 235.958
8	马拉硫磷	9.79	331.0	99.083*, 127.071
9	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

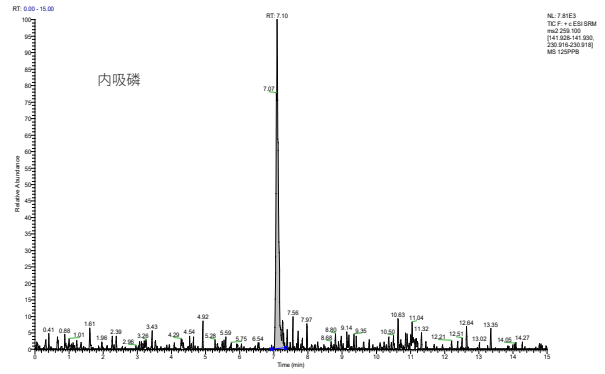
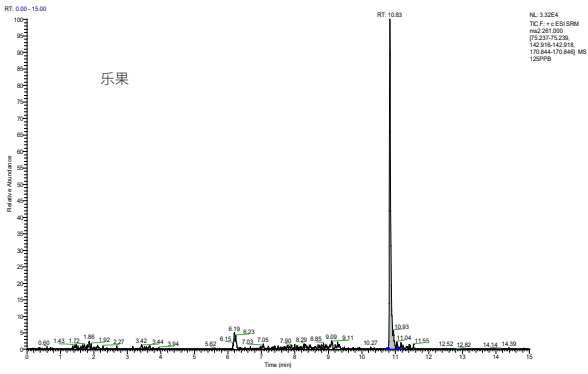
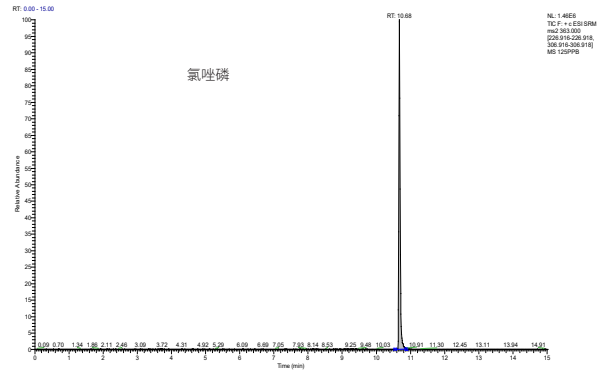
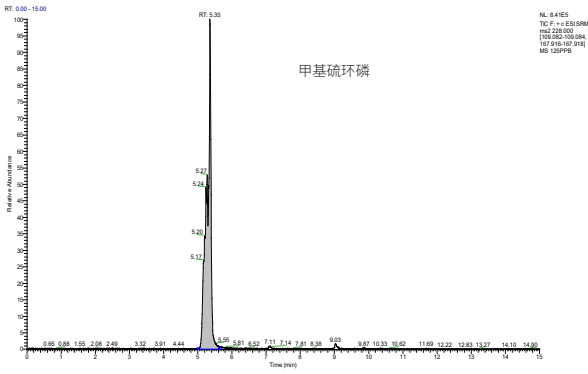
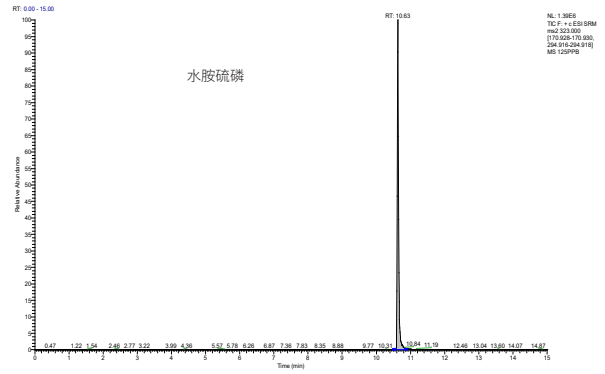
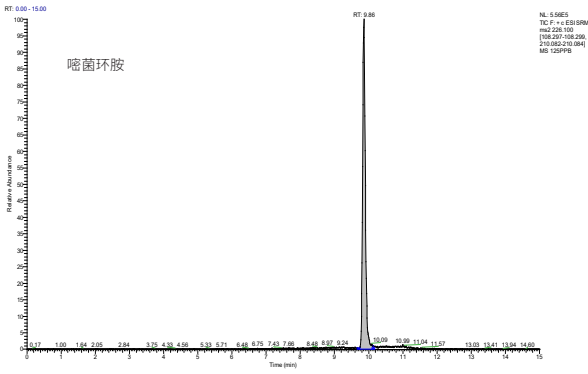
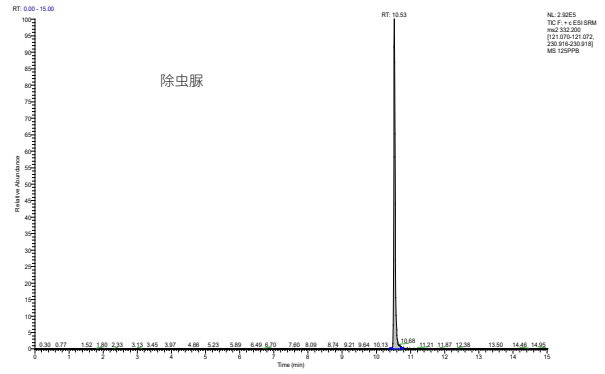
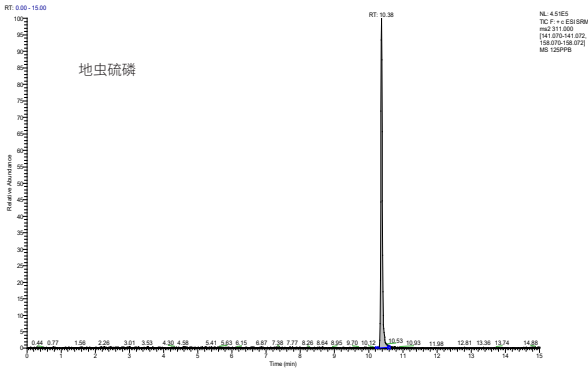
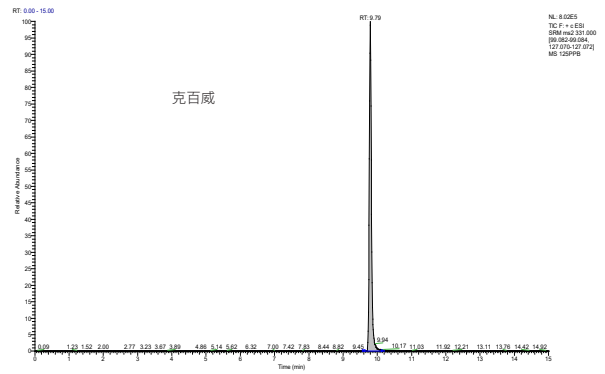
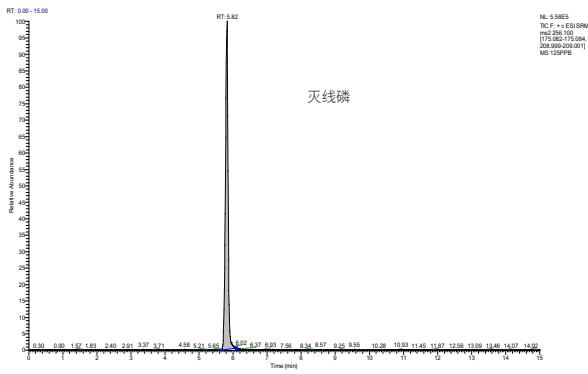
五、实验结果

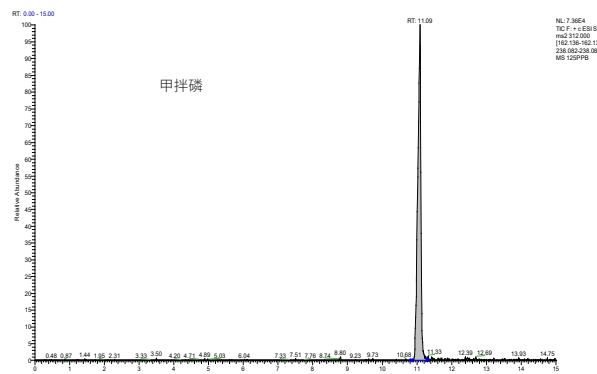
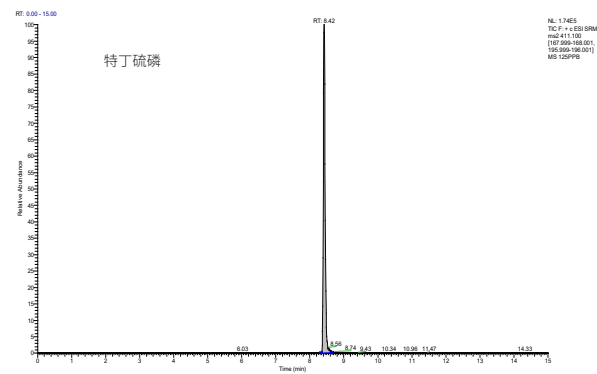
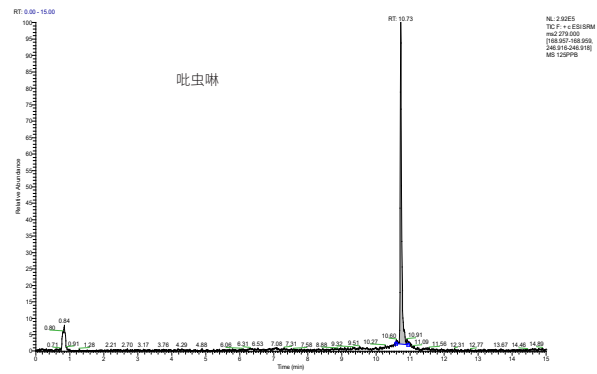
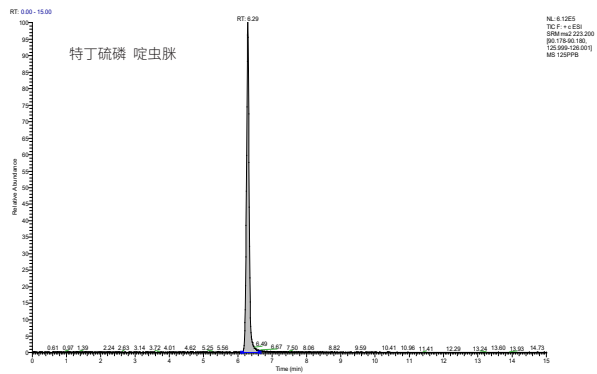
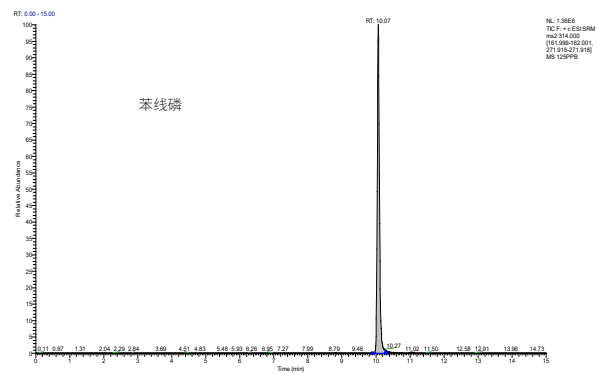
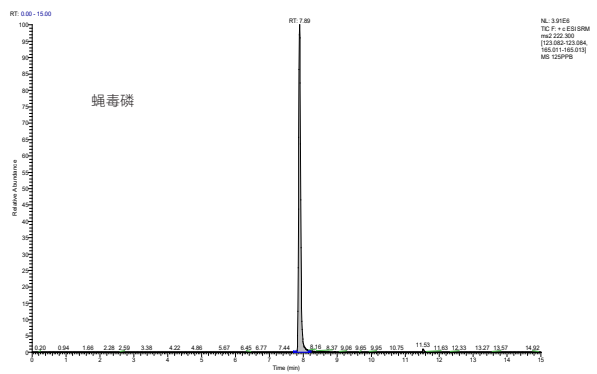
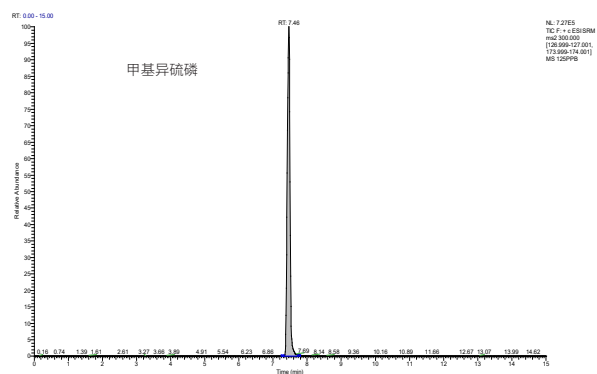
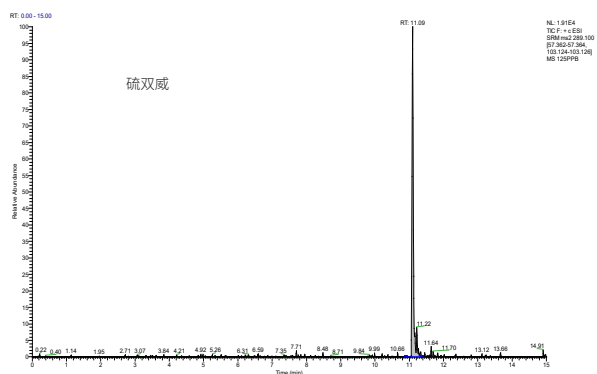
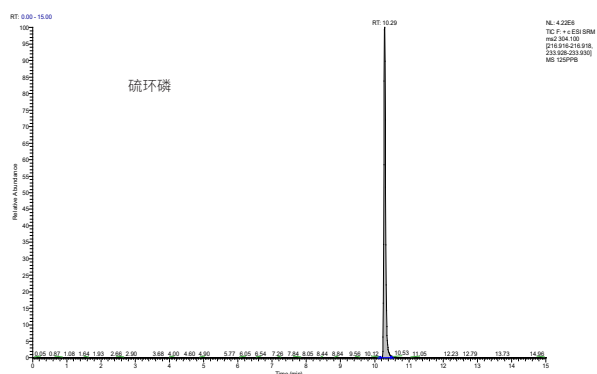
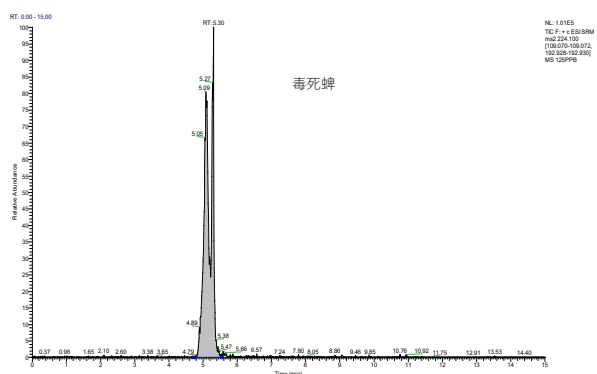
表 3 茶叶中多种农药残留加标回收结果 (0.5 mg/kg)

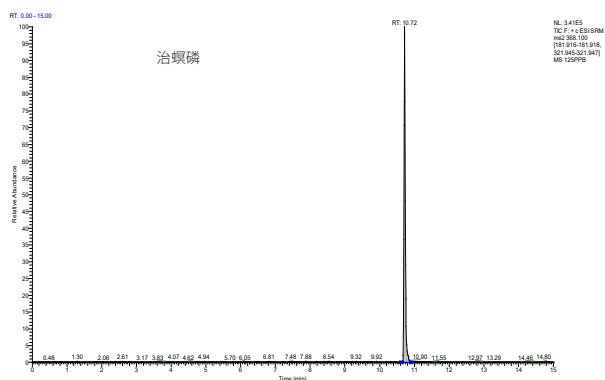
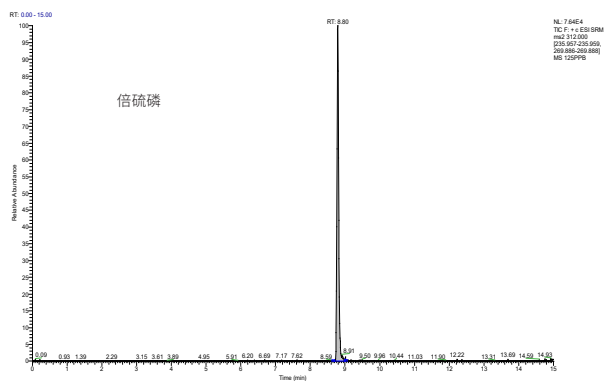
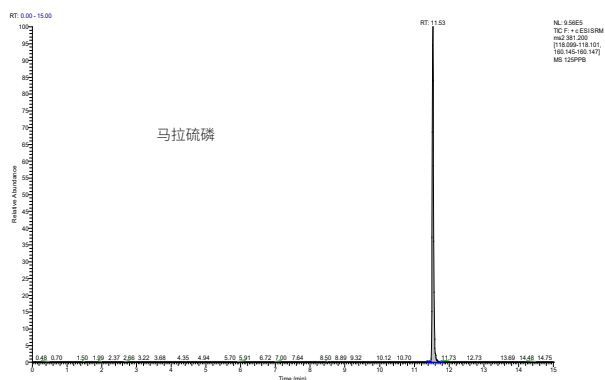
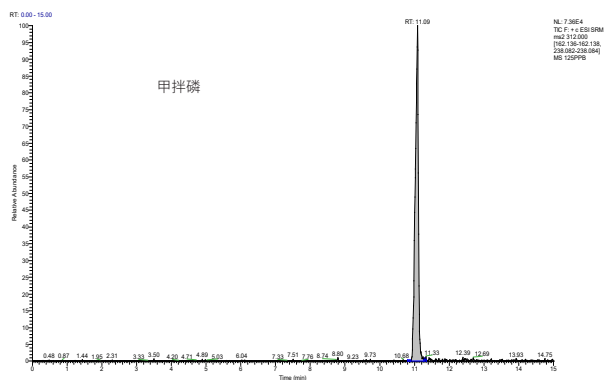
目标物	回收率 (%)				平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3	4		
甲胺磷	64.64	61.45	60.95	60.08	61.8	3.2
氧乐果	92.34	95.68	91.82	88.65	92.1	3.1
涕灭威亚砷	83.06	77.39	88.17	93.94	85.6	8.3
多菌灵	4.60	4.11	3.91	3.75	4.1	9.0
久效磷	104.24	101.33	103.60	92.34	100.4	5.5
甲基硫环磷	114.59	120.33	106.47	108.7	112.5	5.5
吡虫啉	96.17	99.19	95.28	88.15	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

韭菜中农药多残留检测的固相萃取 (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

称取经粉碎的 10.00 g 韭菜 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 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 10 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: 向 Florisil 柱中加入 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 预淋洗, 活化。

上样和洗脱: 当溶剂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 15 mL 离心管接收流出液, 再用 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 分两次淋洗 Florisil 柱, 流速控制在 1 mL/min 内, 收集流出液合并并流出液。

重新溶解: 50°C 缓慢氮气流条件下吹至近干, 用正己烷定容至 1 mL, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 上气相色谱, 待测定。

三、仪器条件

气相质谱仪: 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°C

检测器温度: 300°C

升温程序: 100°C (保持 1 min)

以 20°C/min 升温到 160°C (保持 3 min)

以 25°C/min 升温到 200°C (保持 4 min)

以 8°C/min 升温到 240°C (保持 4 min)

以 25°C/min 升温到 280°C (保持 3 min)

载气: 氦气

流速: 1 mL/min

辅助气: 流速 60 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 韭菜基质中农药多残留添加回收结果

目标物	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
三氯杀螨醇	0.5	93.4
腐霉利	0.5	89.4
联苯菊酯	0.5	101.2
甲氧菊酯	0.5	90.4
高效氟氯菊酯	0.5	98.7
氟氯菊酯	0.5	92.4
氯菊酯	0.5	105.5
氰戊菊酯	0.5	103.5

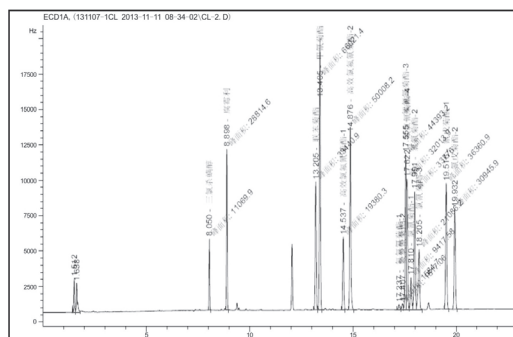


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 韭菜基质中农残检测色谱图

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

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°C 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°C

检测器温度：300°C

升温程序：100°C (保持 1 min)

以 20°C /min 升温到 160°C (保持 3 min)

以 25°C /min 升温到 200°C (保持 4 min)

以 8°C /min 升温到 240°C (保持 4 min)

以 25°C /min 升温到 280°C (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

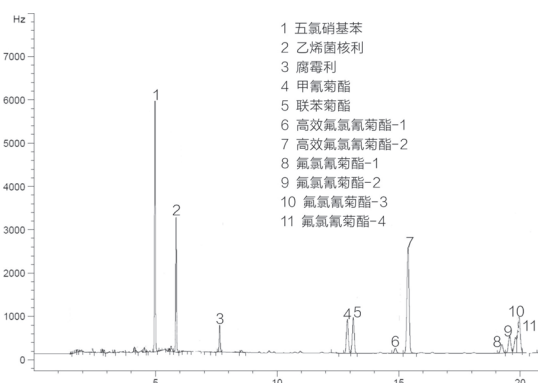


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 油菜芯中部分农药残留检测色谱图

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°C 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 - 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°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
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

鞘气压力: 20 arb

辅气压力: 2 arb

离子传输管: 320°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	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

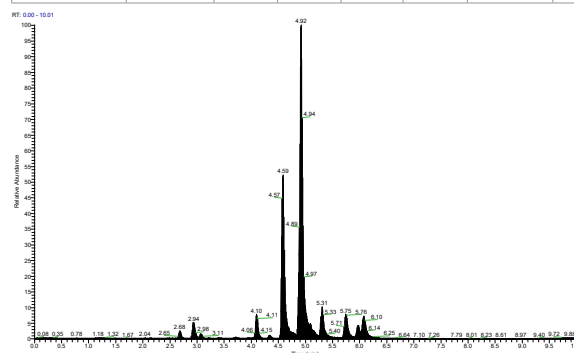


图 1 13 种添加水平为 20 μg/L 氨基甲酸酯类农药标准 TIC 图

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°C 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°C

升温程序: 100°C (保持 2 min)

以 10°C/min 升温到 240°C (保持 2 min)

载气: 氦气

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

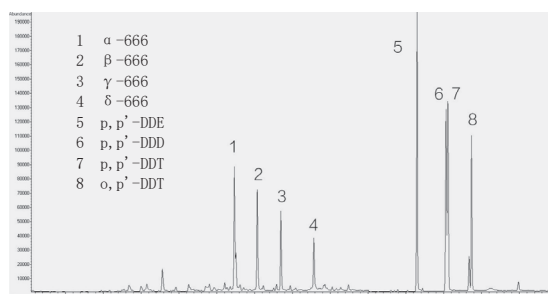


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 牛奶中部分农药多残留检测色谱图

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
SPFMF12G	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°C 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, 500 mg/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°C 缓慢氮气流条件下吹至近干 (约 0.5 mL) 后烘干, 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°C

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

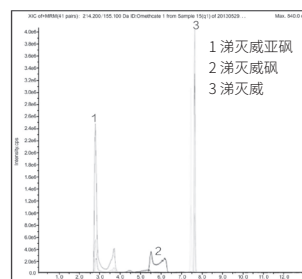


图 1 涕灭威及其代谢物总离子流图

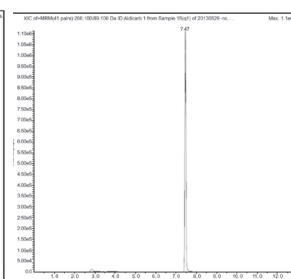


图 2 涕灭威 (Aldicarb)(208.1/89.1) 质谱图

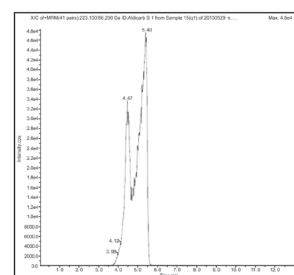


图 3 涕灭威砒 (Aldicarb S)(223.1/86.2) 质谱图

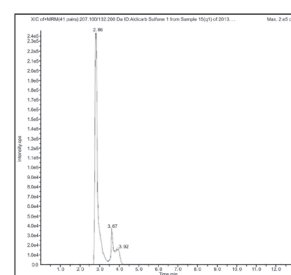


图 4 涕灭威亚砒 (Aldicarb Sulfone)(207.1/132.2) 质谱图

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°C 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)

佛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°C 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 (30m×0.25mm 0.25 Micron)

载气：氮气 (纯度≥99.999%) 进样口温度：280 °C

检测器温度：300 °C

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

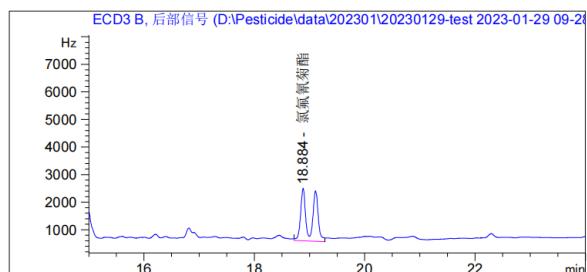


图 1 添加水平为 10 μg/kg 蜂蜜中氟胺氰菊酯检测的气相色谱图

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

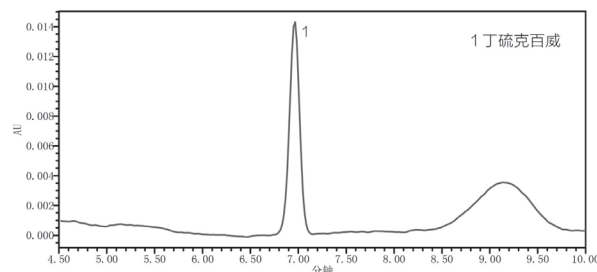


图 1 0.2 mg/kg 黄瓜中丁硫克百威添加回收率的液相色谱图

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°C 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

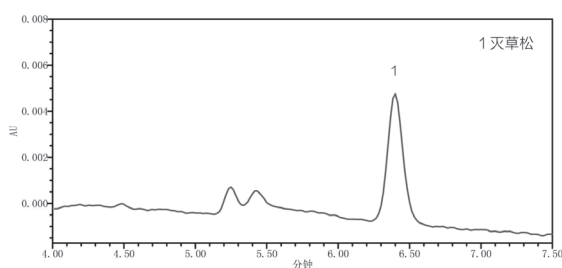


图 1 添加水平为 4.0 μg/L 自来水中灭草松检测的液相色谱图

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

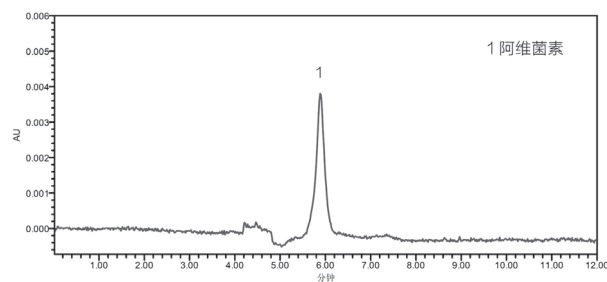


图 1 添加水平为 10.0 mg/kg 水果中阿维菌素残留的液相色谱图

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 μm 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 \times 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: 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 μL

四、实验结果

表 2 20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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

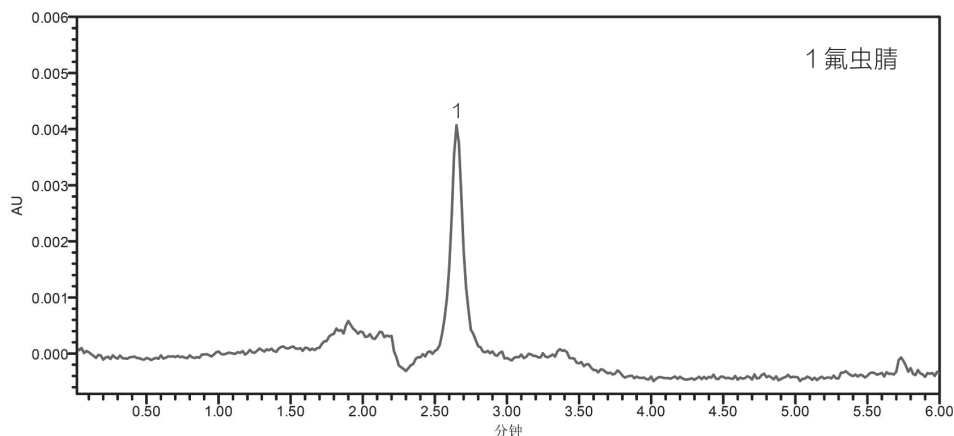


图 1 添加水平为 20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 鸡蛋中氟虫腈的液相色谱图

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 μm / 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/ ϕ 47 mm/0.45 μm / 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/ ϕ 47 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
乙烯菌核利	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
高效氟氯菊酯	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
氟戊菊酯	106.1	116.5	112.0	111.5	4.7
氟胺菊酯	116.5	107.0	114.0	112.5	4.4
溴氯菊酯	102.5	93.4	104.8	100.2	6.0

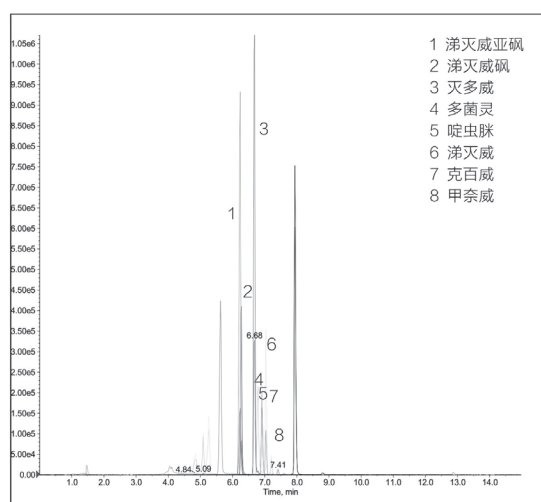


图 1 添加水平为 0.05 mg/kg 黄瓜中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

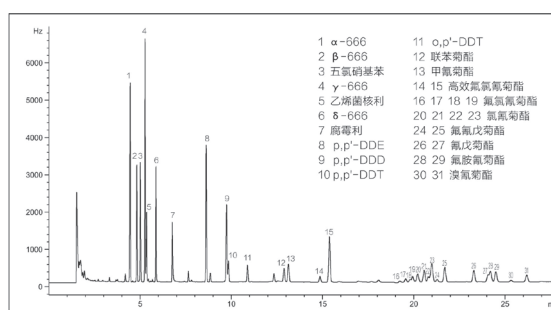


图 2 添加水平为 0.2 mg/kg 黄瓜中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

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

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	尼龙烯针式过滤器，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

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

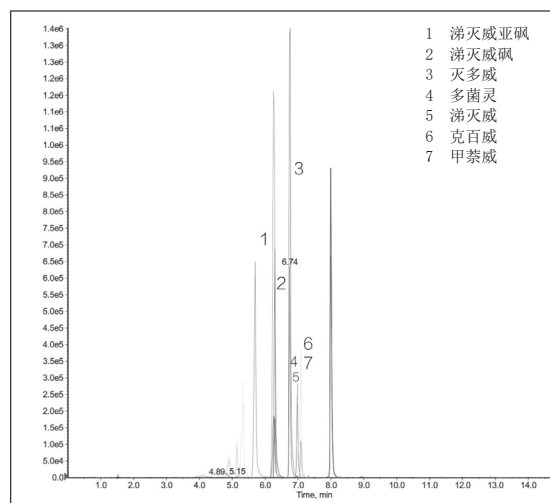


图 1 添加水平为 0.05 mg/kg 黄瓜中农药多残留检测色谱图

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°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，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 MgSO_4 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 \times 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 $16^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温到 190°C (保持 2 min)

以 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 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

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/ Φ 13 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

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

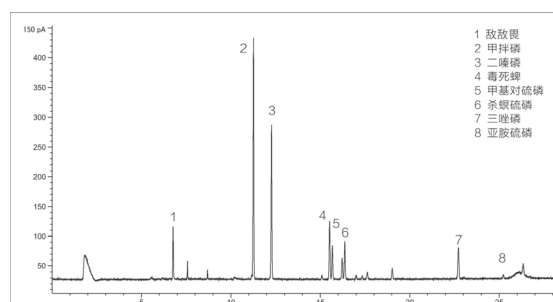


图 1 添加水平为 0.1 mg/kg 黄瓜中有机磷类农药多残留检测色谱图

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°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，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°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

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°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(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
啶虫脒	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
高效氟氯氰菊酯	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

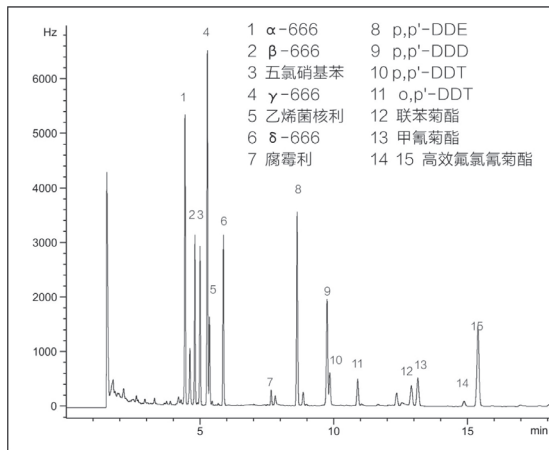


图 1 添加水平为 0.26 mg/kg 菜芯中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

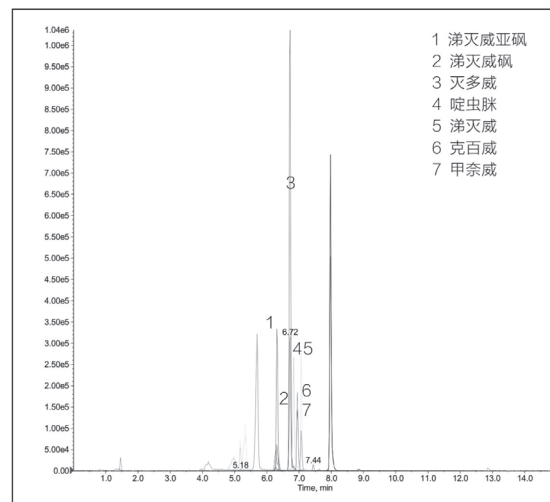


图 2 添加水平为 0.06 mg/kg 菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

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 蓝色聚丙烯瓶盖, 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°C 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，取得净化的上层乙腈层 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°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

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°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(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
高效氟氯菊酯	105.2	114.1	110.9	110.1	4.1
氟氯菊酯	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
氟戊菊酯	107.8	100.8	104.7	104.4	3.4
氟胺菊酯	82.1	80.1	87.4	83.2	4.5
溴菊酯	113.3	108.2	105.3	108.9	3.7

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	4.7
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

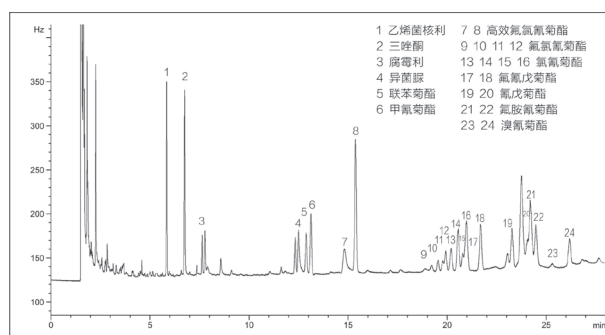


图1 添加水平为 0.1 mg/kg 菜芯中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

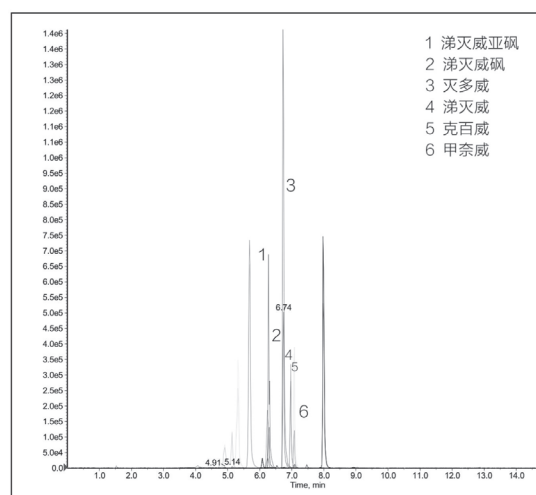


图2 添加水平为 0.05 mg/kg 菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

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°C 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°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：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°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(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
高效氯氟菊酯	100.7	91.6	93.9	95.4	5.0
氟氯菊酯	96.1	87.5	85.6	89.7	6.2
氯氟菊酯	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 0.05 mg/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

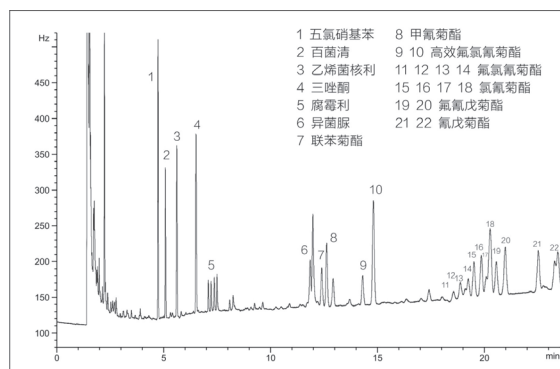


图 1 添加水平为 0.1 mg/kg 茄子中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

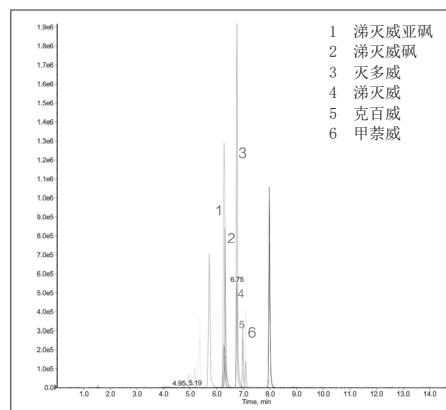


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 茄子中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

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°C 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°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

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°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(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
乙烯菌核利	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
甲氧菊酯	100.5	99.3	101.5	100.4	1.1
高效氟氯菊酯	101.5	100.6	102.5	101.5	0.9
氟氯菊酯	101.7	96.7	96.3	98.2	3.1
氯菊酯	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
氟胺菊酯	100.5	100.2	97.4	99.4	1.7
溴菊酯	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

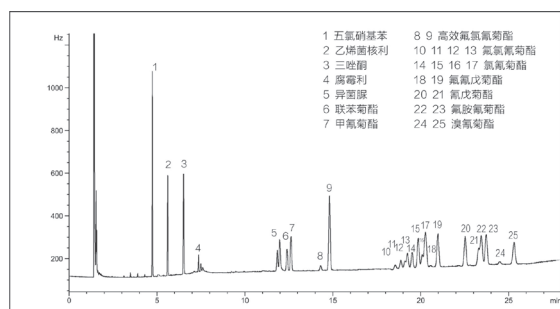


图 1 添加水平为 0.2 mg/kg 大米中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

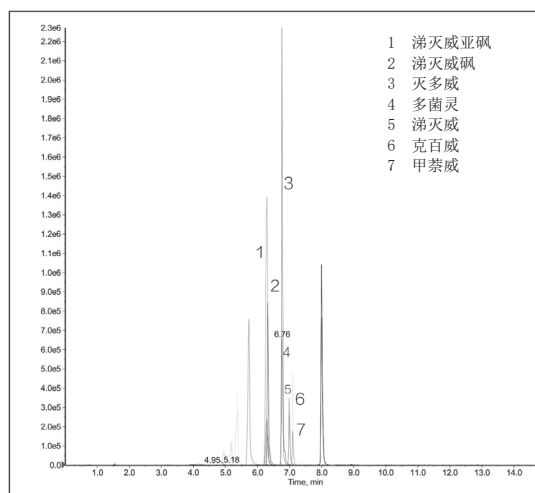


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
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°C 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°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：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°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(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
涕灭威砒	97.2	104.4	101.2	100.9	3.6
涕灭威亚砒	93.0	100.0	101.6	98.2	4.7
甲萘威	86.6	85.8	92.6	88.3	4.2

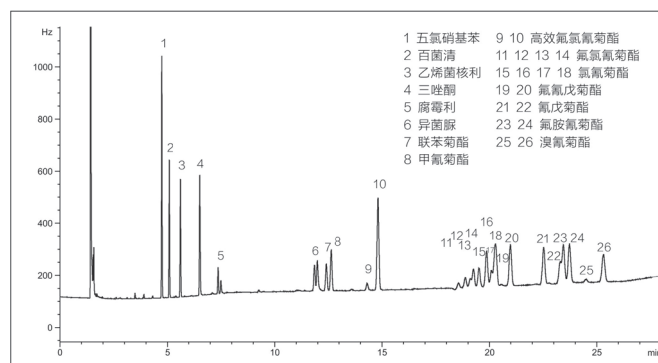


图 1 添加水平为 0.2 mg/kg 大米中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测色谱图

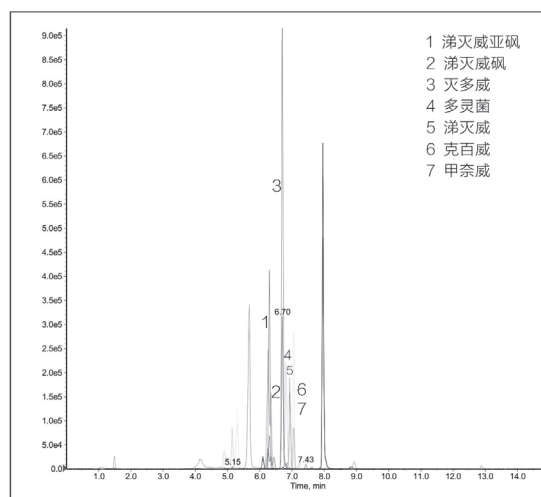


图 2 添加水平为 0.05 mg/kg 大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图

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°C 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°C

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°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	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	噁菌酯	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

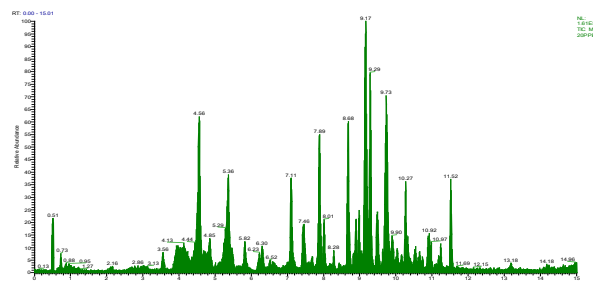


图 1 34 种禁用农药标准品溶液总离子流图 (20 ng/mL)

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
啶霉胺	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
啶菌酯	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
啶菌环胺	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 / ϕ 13 mm/0.22 μ m/ 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 1 mL，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）

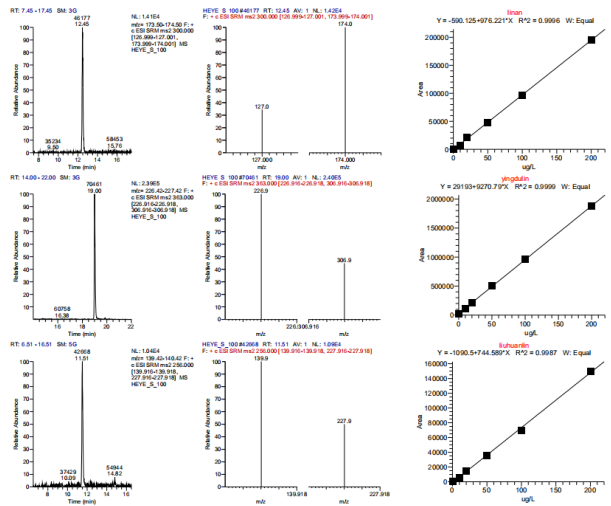
序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	苯线磷	16.08	304.1	216.9*, 233.9
2	甲拌磷	17.09	261.0	75.2*, 142.9, 170.8
3	久效磷	5.75	224.1	109.1*, 192.9
4	克百威	10.87	222.3	123.1*, 165.2
5	杀虫脒	6.68	197.2	46.4*, 178.9
6	氯唑磷	15.54	314.0	162.3*, 271.9
7	苯线磷砒	10.77	336.1	266.2*, 308.2
8	内吸磷	12.41	259.1	61.2*, 89.1
9	涕灭威亚砒	4.06	207.1	89.2*, 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
水胺硫磷	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



HEYE_SC_1

Data File:
Sample Type:
Current Data Path:
Injection Volume(µl):
Instrument Method:

Current Processing Method:
Instrument Name:

RT: 0.00 - 22.00 SM: 15G

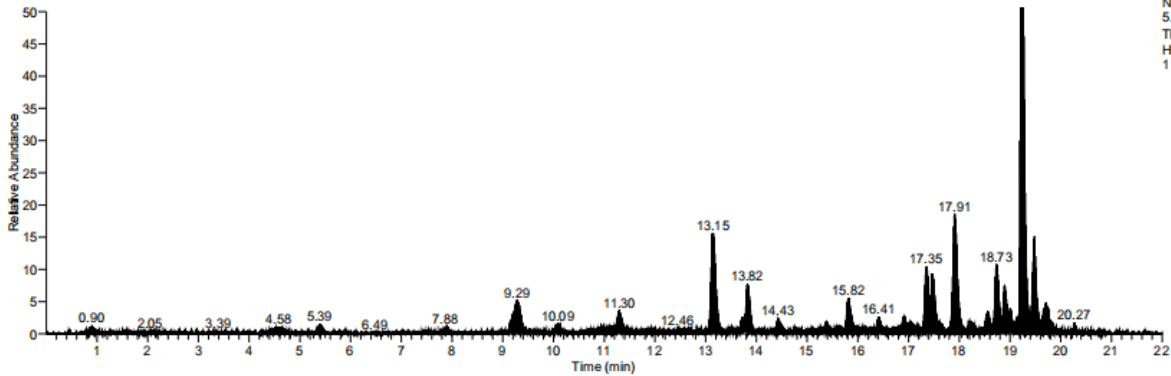


图1 添加水平 0.1 mg/kg 的 30 种禁用农残样品的总离子流及部分提取离子色谱图

HEYE_SC_1

Unknown
D:\TraceFinderData\4.0\Projects\duonongcan\20210203
5.00
D:\TraceFinderData\4.0\Projects\duonongcan\20210120\30duongcan-0120
N/A
TSQ Endura

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 中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
氟虫腴	102	2.55	106	1.71	108	1.98
氟甲腴	90.4	2.92	101	2.06	104	3.10
氟虫腴砒	83.7	3.86	102	3.03	101	3.28
氟虫腴亚砒	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

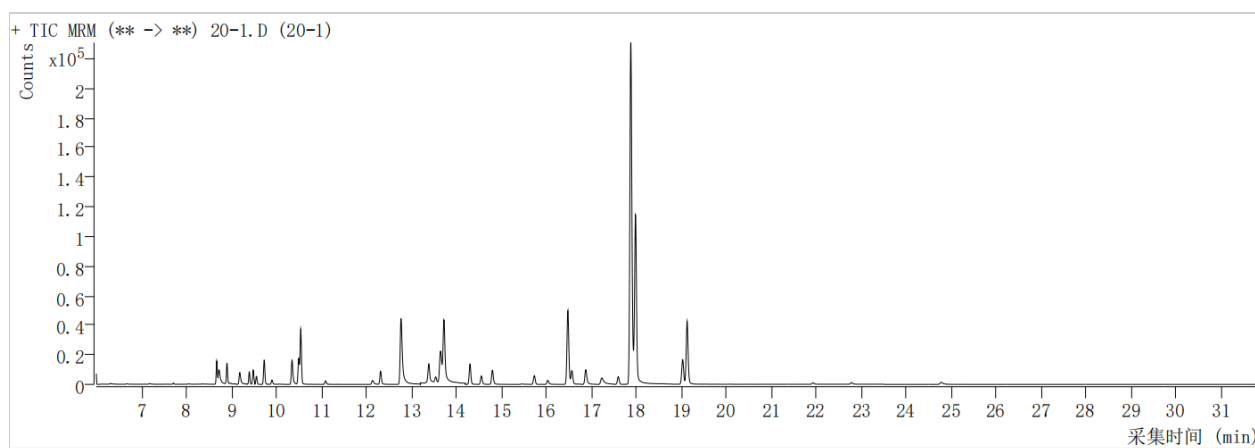


图1 添加水平为 40.0 µg/kg 气质总离子流图

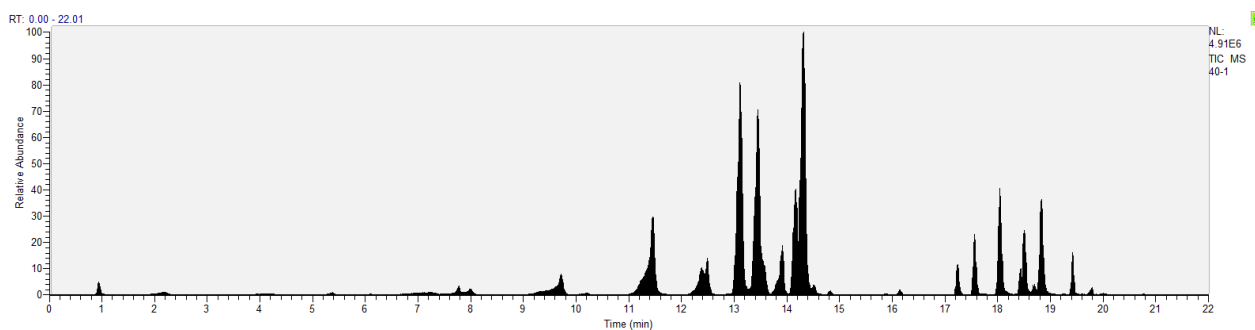


图2 添加水平为 40.0 µg/kg 液质总离子流图

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
氯吡啶	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- 羟基咪喃丹	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

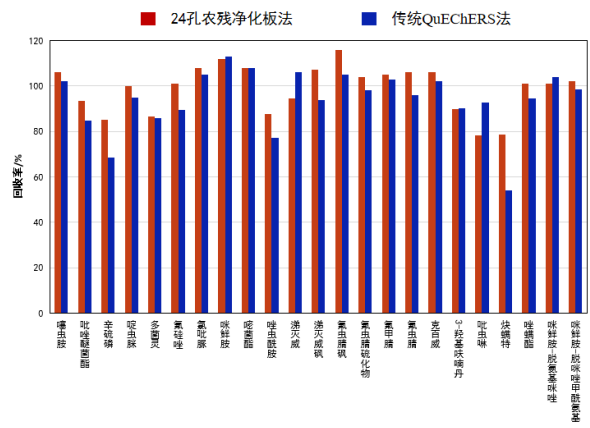


图1 白菜中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

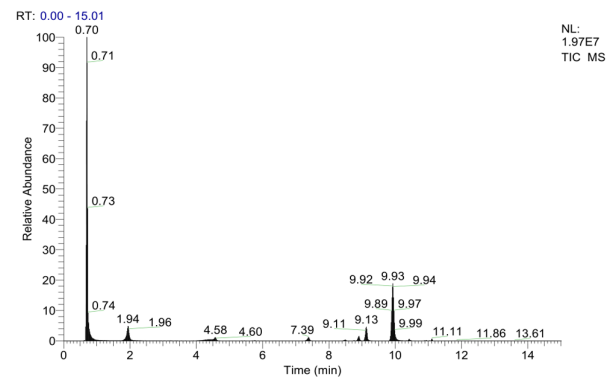
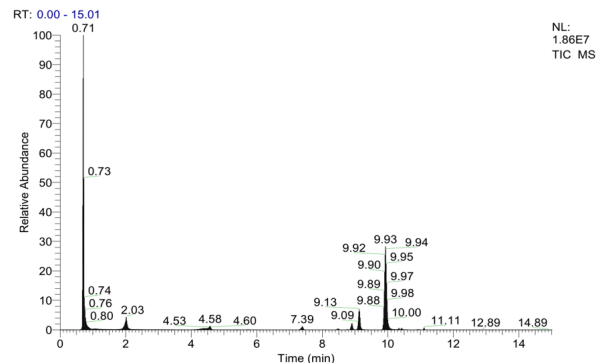


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
(①传统 QuEChERS 法·净化处理 ② 24 孔农残净化板法·净化处理)

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	7.74	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

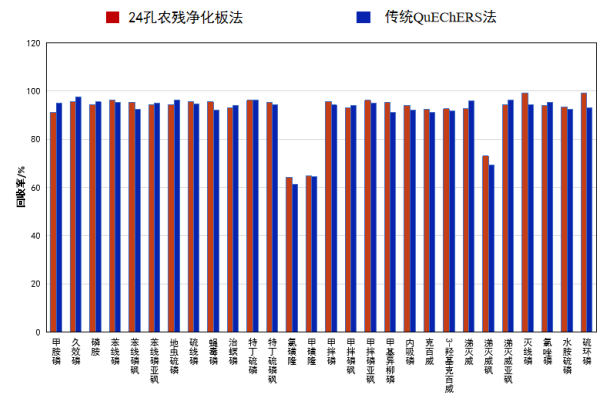


图2 草莓中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

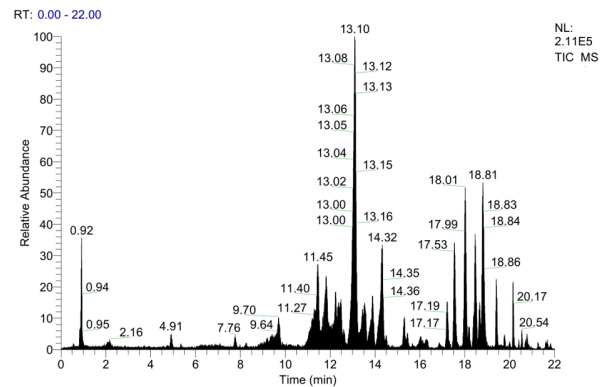
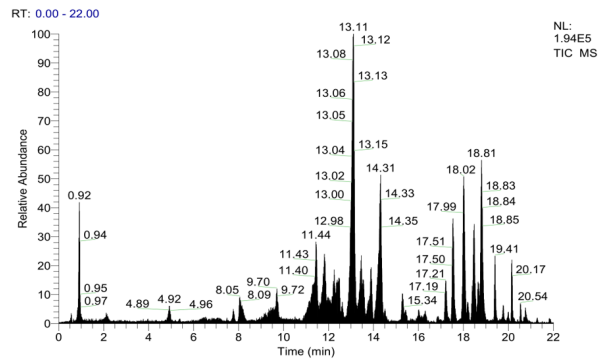


图3 不同净化方法处理草莓样品的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
 (①传统 QuEChERS 法 - 净化处理 ② 24 孔农残净化板法 - 净化处理)

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，进样瓶拧紧后，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，进样瓶拧紧上盖后，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℃

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			
		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
啶虫脒	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-羟基咪啉丹	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

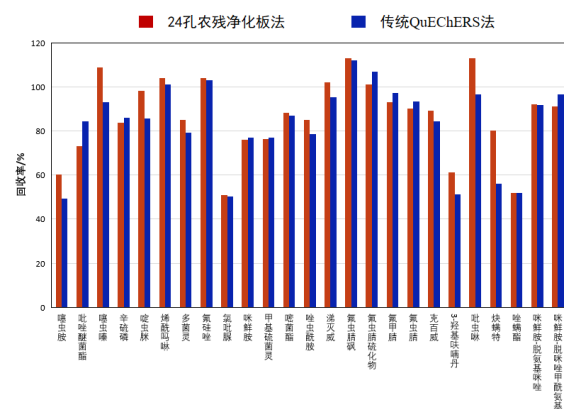


图1 茶叶中多农残项目 24 孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

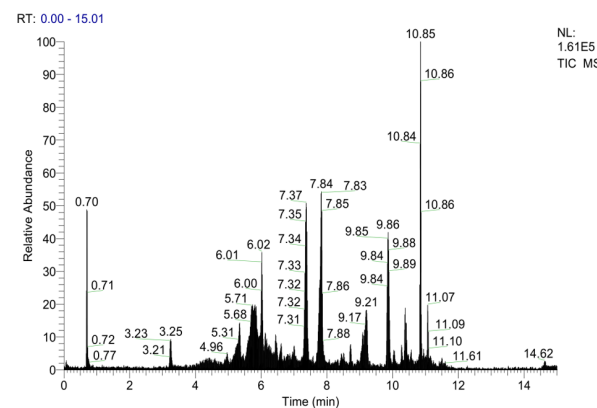
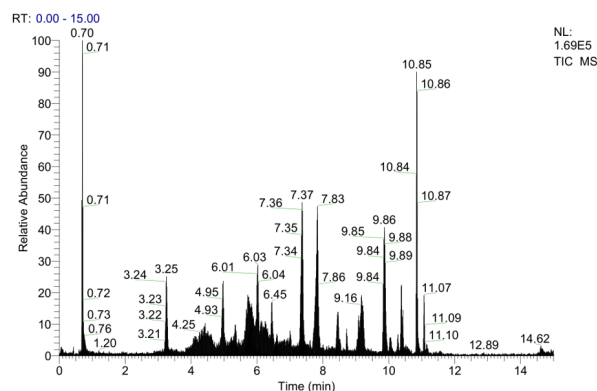


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
 (①传统 QuEChERS 法-净化处理 ② 24 孔农残净化板法-净化处理)

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：Comasil®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°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/%
0.00	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)	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

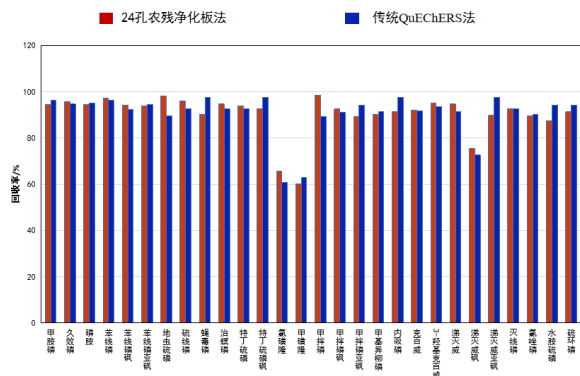


图1 油菜中多农残项目24孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

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℃

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			
		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
啶虫脒	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

氯吡脞	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-脱咪唑甲酰胺基	1	105	3.30	107	2.10
	5	92.6	3.36	98.4	1.49

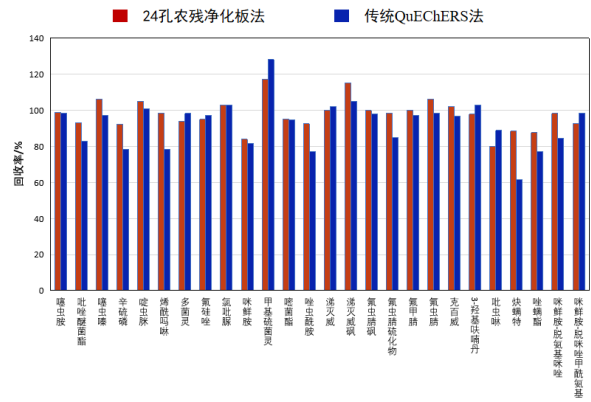


图1 玉米粉中多农残项目24孔农残净化板法与传统 QuEChERS 法的回收率结果对比 (5 ng/g)

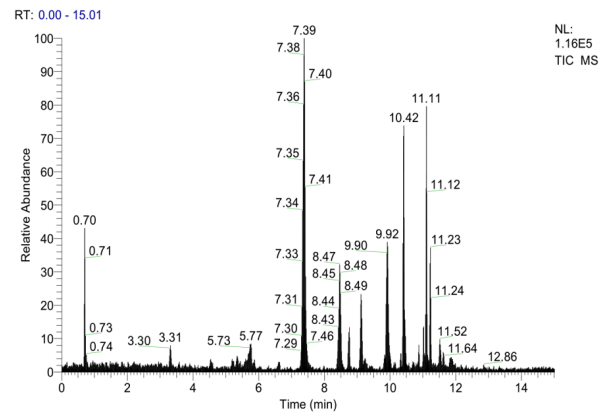
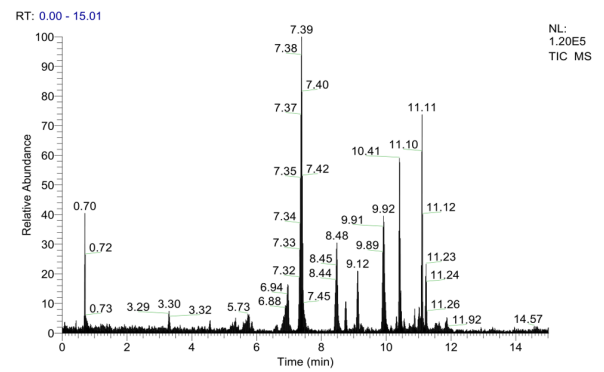


图2 不同净化方法处理后的多农残质谱 TIC 色谱图 (5 ng/g)
 (①传统 QuEChERS 法-净化处理 ②24孔农残净化板法-净化处理)

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°C; 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°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	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

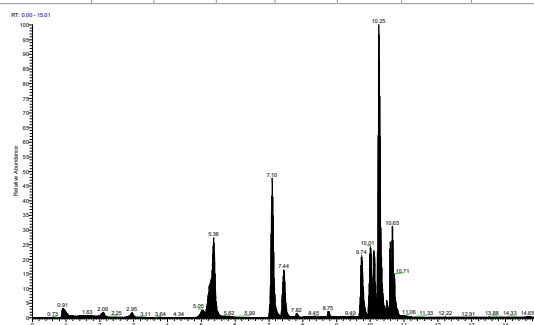


图 1 添加浓度为 20 μg/L 的 21 种有机磷农药检测总离子流图

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® 多管涡旋混合仪	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 McIlvaine-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。

McIlvaine-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

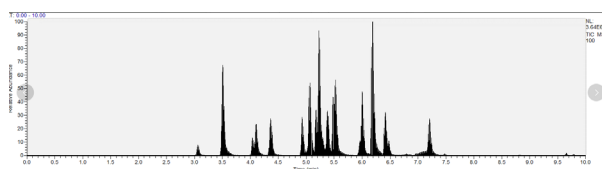


图 1 添加水平为 100.0 µg/kg 时猪肉中兽残的总离子流图

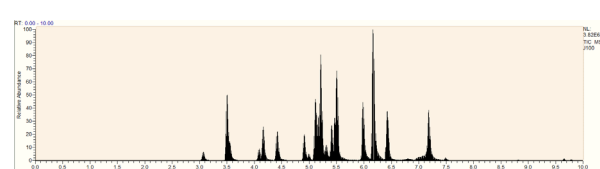


图 2 添加水平为 100.0 µg/kg 时鸡肉中兽残的总离子流图

优化 Tips:

1. 在提取过程中降低离心的温度至 -5°C 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 GB/T 21312-2007 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 6 mL 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

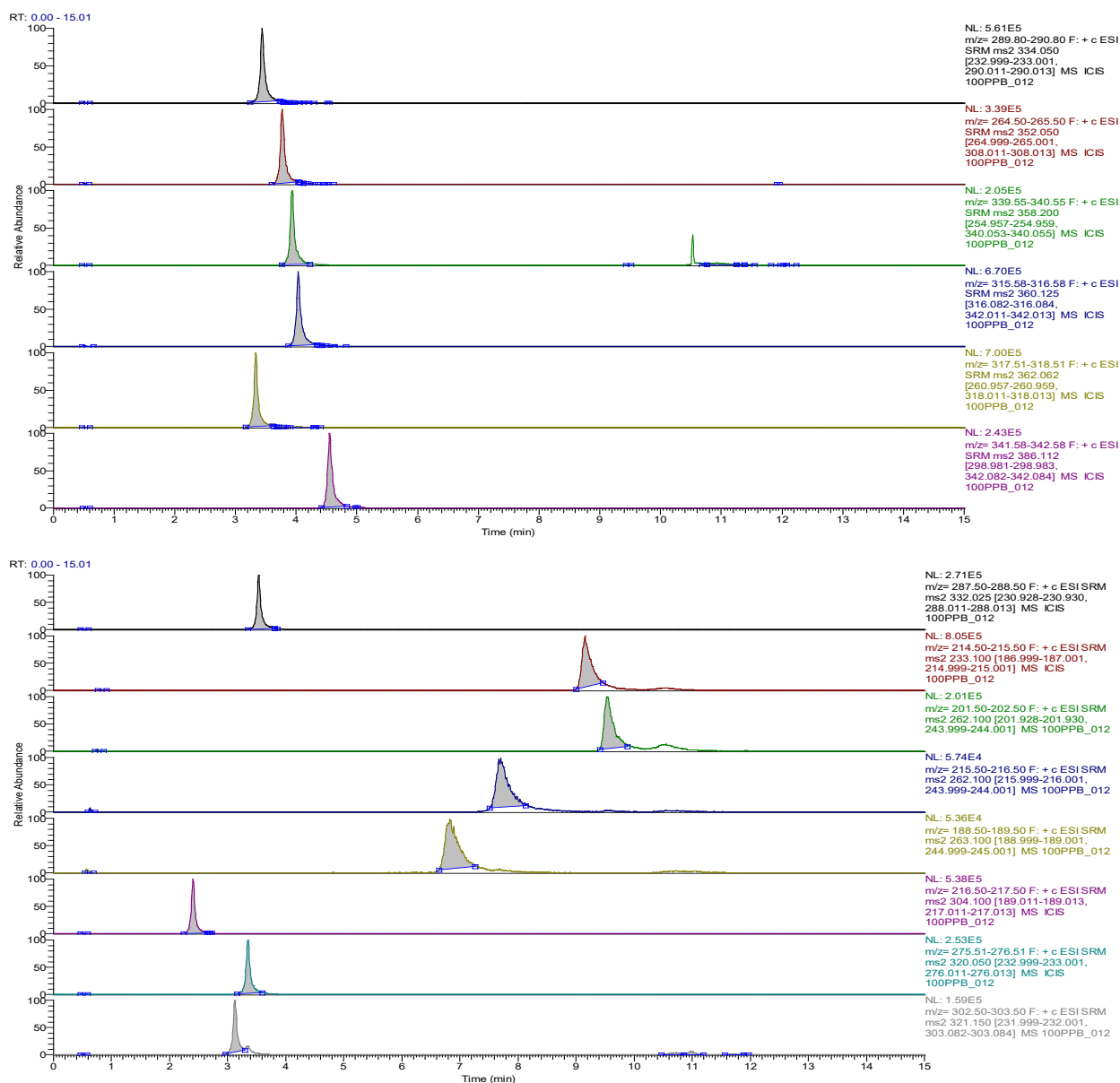


图 114 种喹诺酮类药物检测色谱图

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 3mL 2% 甲酸溶液、3mL 甲醇依次淋洗, 抽干; 用 5mL 5% 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

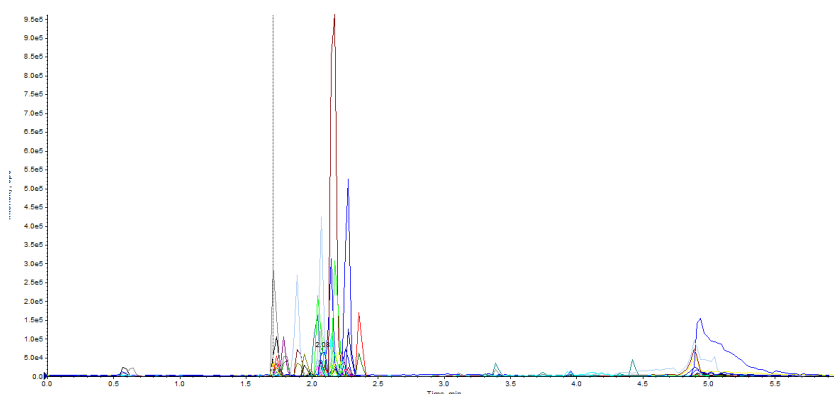
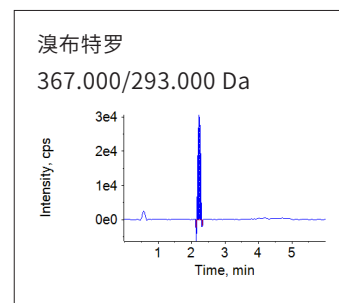
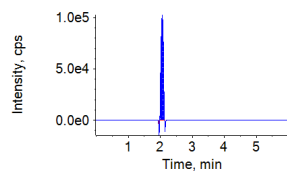


图 1 β- 受体激动剂药物总离子流图



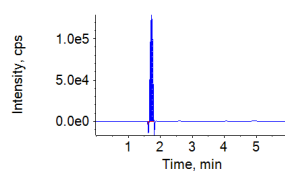
莱克多巴胺 -D6

308.100/168.100 Da



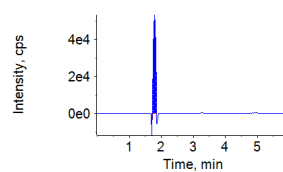
沙丁胺醇 -D3

243.100/151.000 Da



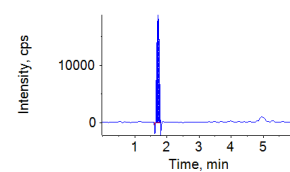
西马特罗 -D7

227.200/161.100 Da



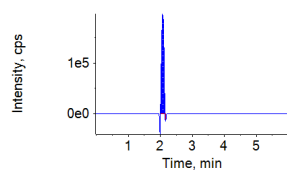
齐帕特罗 -D7

269.100/185.000 Da



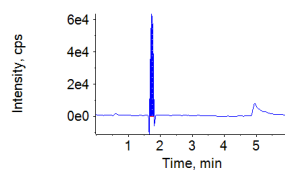
氯丙那林 -D7

221.000/155.000 Da



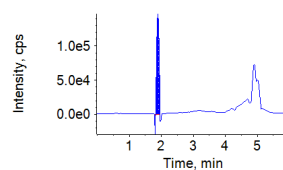
特布他林 -D9

235.200/153.100 Da



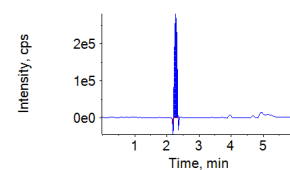
西布特罗 -D9

243.200/161.100 Da

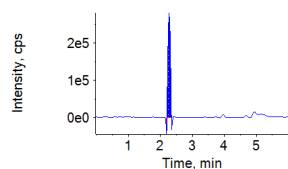


马布特罗 -D9

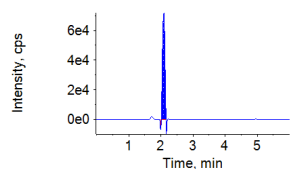
320.100/238.000 Da



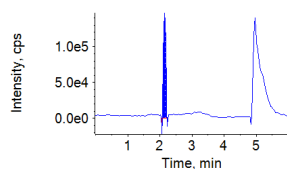
马布特罗 -D9
320.100/238.000 Da



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

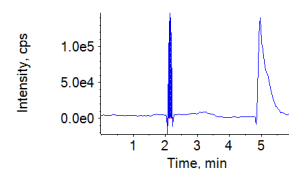
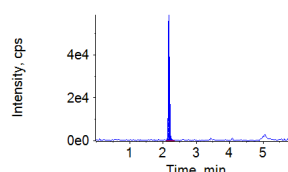
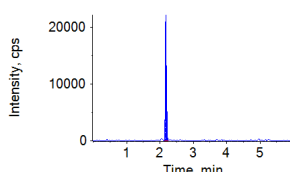


图 2 β-受体激动剂药物同位素内标标准溶液特征离子质量色谱图 (5.00ng/mL)

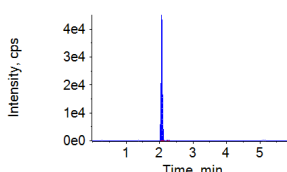
克仑特罗
277.000/203.000 Da



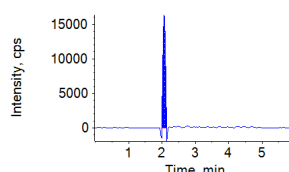
克仑特罗 (定性)
277.000/168.100 Da



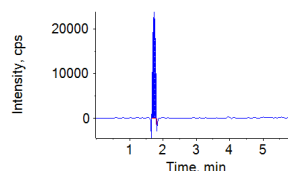
莱克多巴胺
302.200/164.100 Da



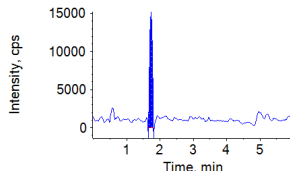
莱克多巴胺 (定性)
302.200/107.100 Da



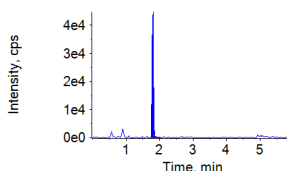
沙丁胺醇
240.200/148.100 Da



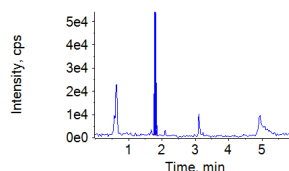
沙丁胺醇 (定性)
240.200/222.100 Da



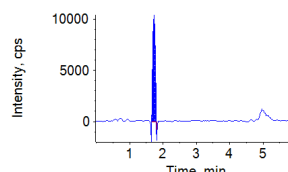
西马特罗
220.000/160.000 Da



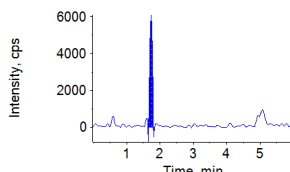
西马特罗 (定性)
220.000/202.000 Da



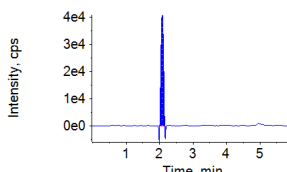
齐帕特罗
262.100/185.000 Da



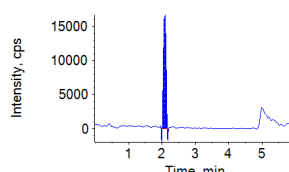
齐帕特罗 (定性)
262.100/202.100 Da



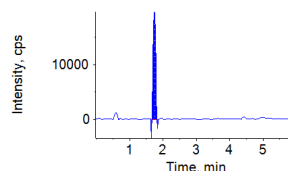
氯丙那林
214.000/154.100 Da



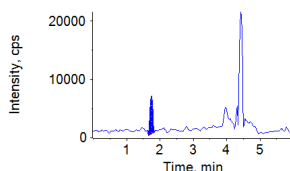
氯丙那林 (定性)
214.000/118.000 Da



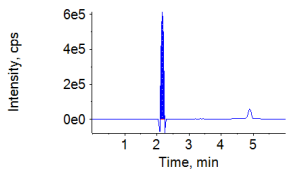
特布他林
226.200/152.000 Da



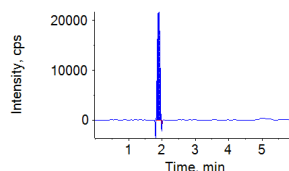
特布他林 (定性)
226.200/107.100 Da



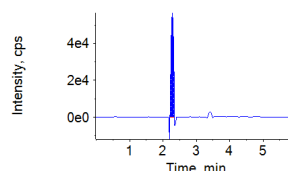
克仑特罗 -D9
286.000/204.000 Da



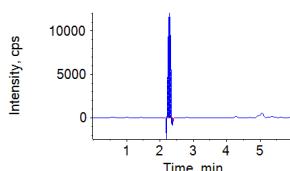
西布特罗 (定性)
234.000/143.000 Da



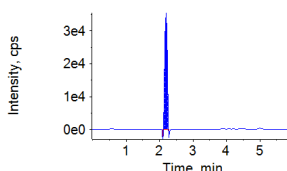
马布特罗
311.100/237.200 Da



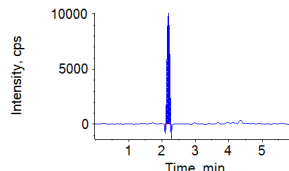
马布特罗 (定性)
311.100/202.100 Da

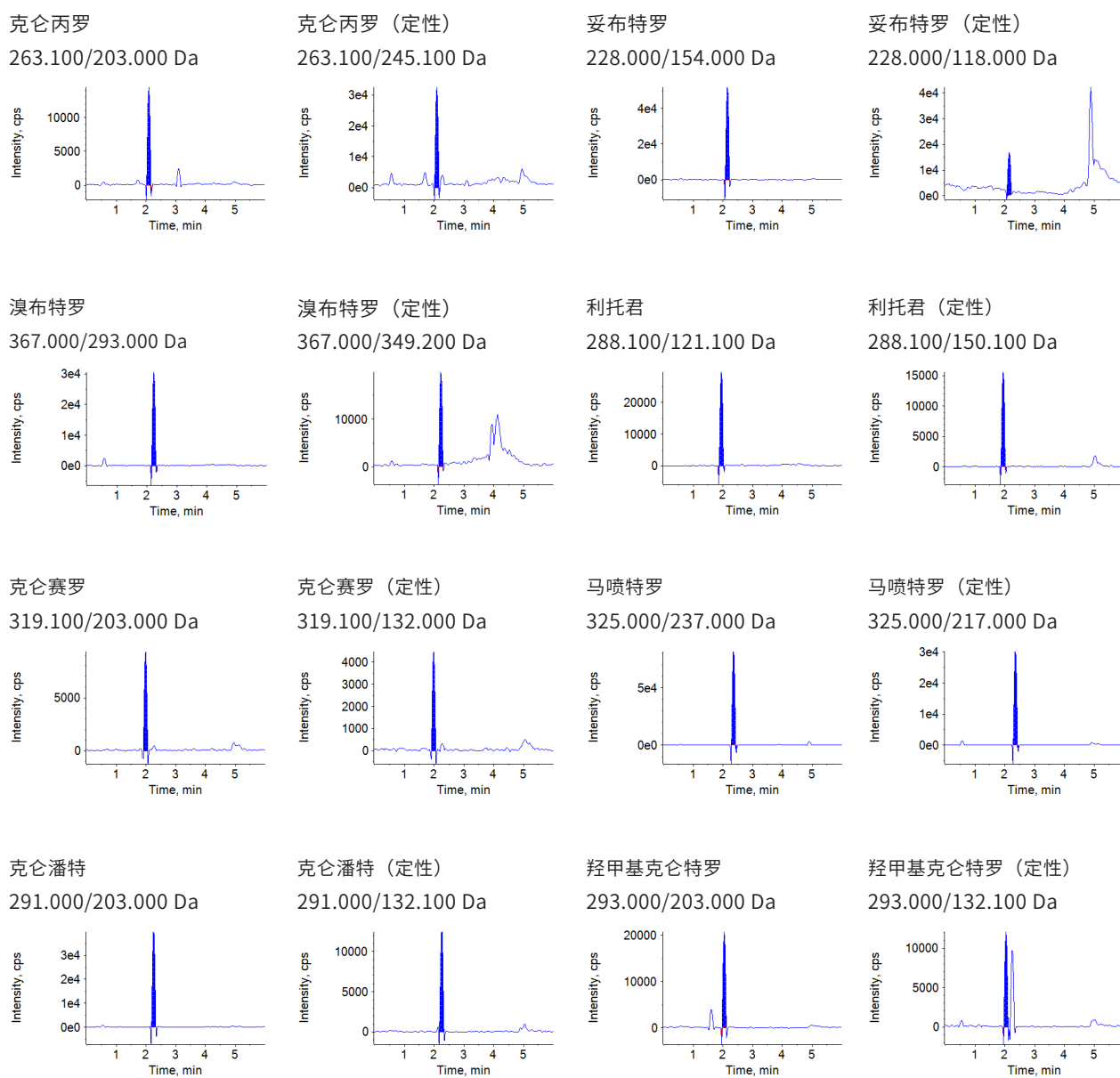


班布特罗
368.200/294.100 Da



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 μ m, 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	
	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

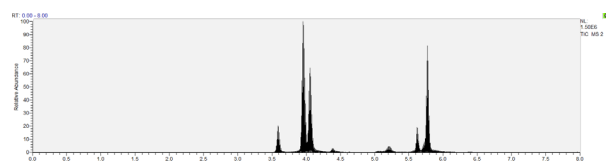


图 1 添加水平为 100.0 μg/kg 时大头鱼中四环素类的总离子流图

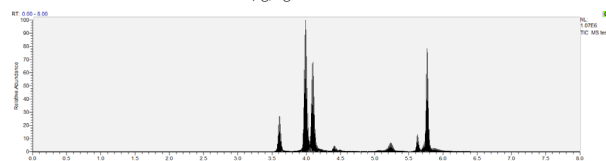


图 2 添加水平为 100.0 μg/kg 时虾仁中四环素类的总离子流图

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 μ L，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 μ L	100 μ L	-	-	-
50 ng/mL CAP	-	-	40 μ L	100 μ L	200 μ L
50 ng/mL CAP-D5	100 μ L	100 μ L	100 μ L	100 μ L	100 μ 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 \times 100 mm, 1.9 μ m)

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 $^{\circ}$ C

进样量: 20 μ L

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 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

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 $^{\circ}$ C

辅气温度: 350 $^{\circ}$ C

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 μ g/kg		0.2 μ g/kg		1.0 μ g/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

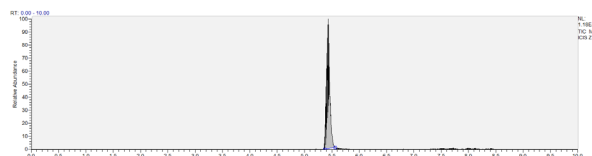


图 1 添加水平为 0.1 μ g/kg 时猪肉中氯霉素的总离子流图

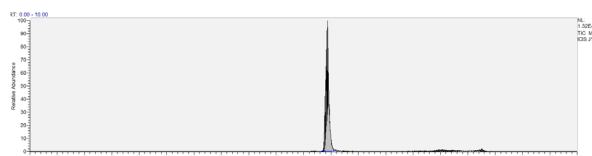


图 2 添加水平为 0.1 μ g/kg 时鸡肉中氯霉素的总离子流图

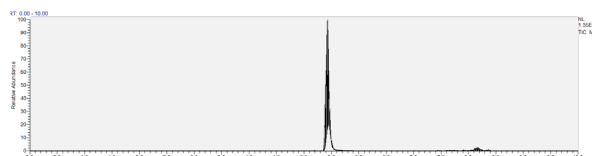


图 3 添加水平为 0.1 μ g/kg 时虾肉中氯霉素的总离子流图

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，5 mL 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

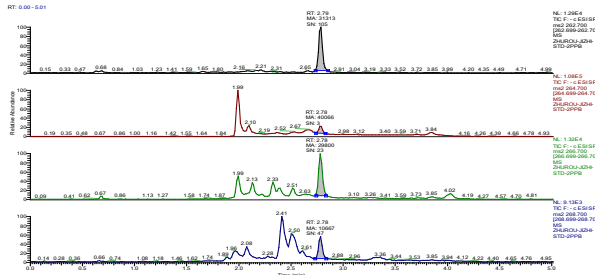


图 1 猪肉加标 (2.00μg/kg) 总离子流图

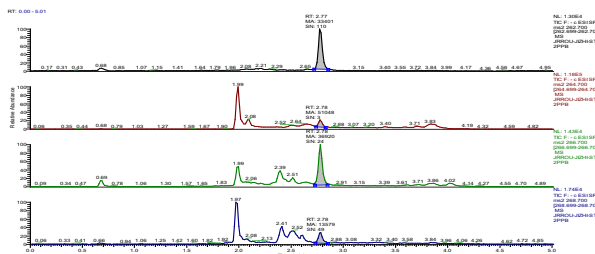


图 2 鸡肉加标 (2.00μg/kg) 总离子流图

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°C 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°C 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、1.0 μg/mL、2.0 μg/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°C
 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

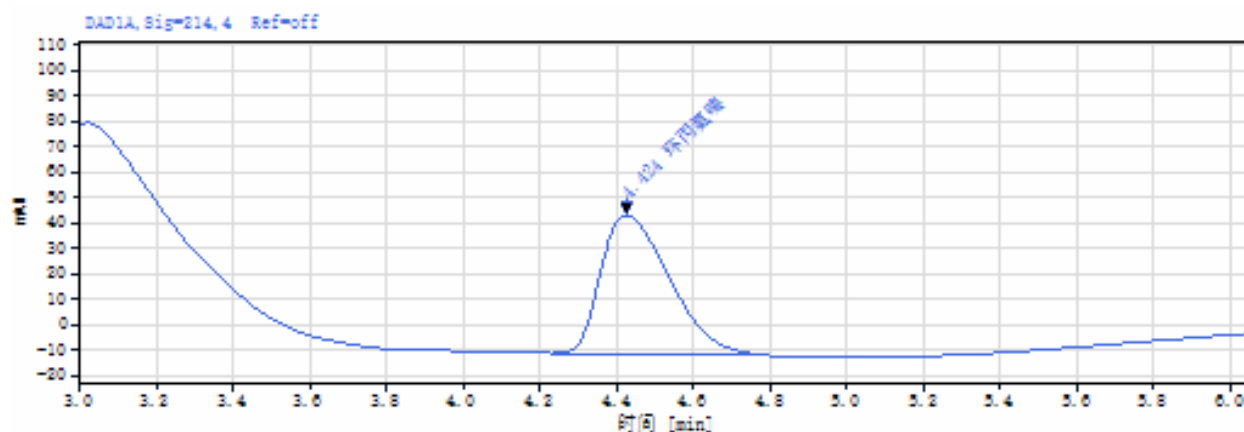


图 1 环丙氨嗪标准溶液色谱图 (0.500 μg/mL)

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

- 1) 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°C 下 14000r/min 离心 10min，吸取上层清液于另一个 50mL 离心管中；
- 2) 用 8mL Mcllvaine-Na2EDTA 缓冲溶液重复提取 2 次，合并提取液，4°C 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)

- 1) 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、3mL 5% 甲醇溶液淋洗，抽干；加 5mL 甲醇洗脱，抽干，收集洗脱液；
- 2) 将收集的洗脱液于 40°C 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

- 1) 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°C 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)，

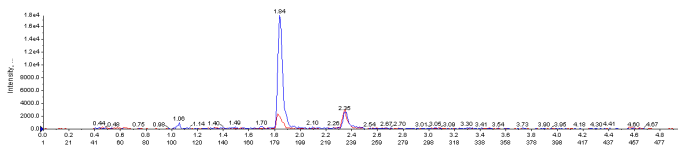


图 1 多西环素总离子流图

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°C 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

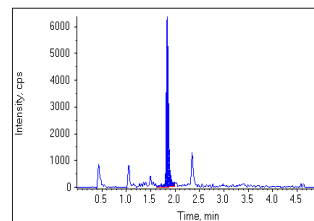
化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	DP (V)	CE (V)
多西环素	445.2	154.0*	1.84	130	40
		321.0			40

注: * 为定量离子。

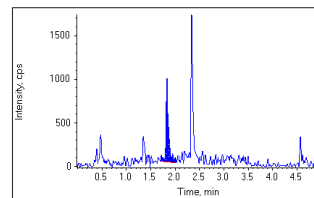
五、实验结果

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。

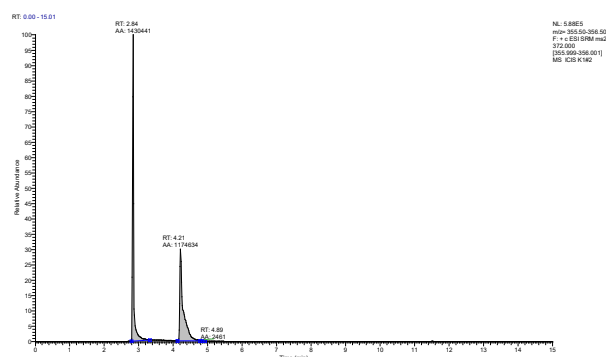
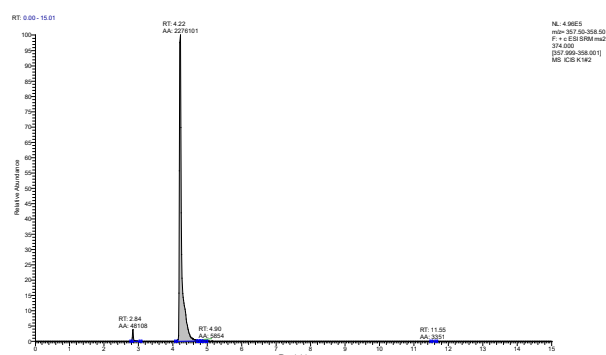


图 1 虾肉加标 (8.0 μg/kg) 中隐性结晶紫 图 2 虾肉加标 (8.0 μg/kg) 中结晶紫

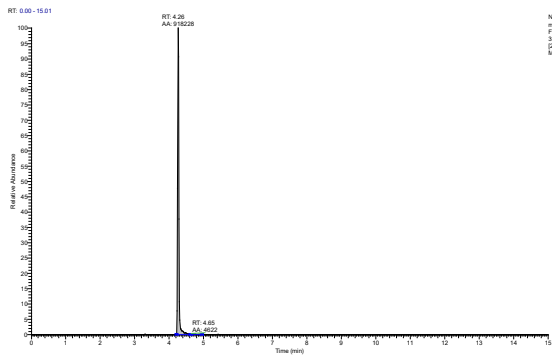


图3 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中隐形孔雀石绿

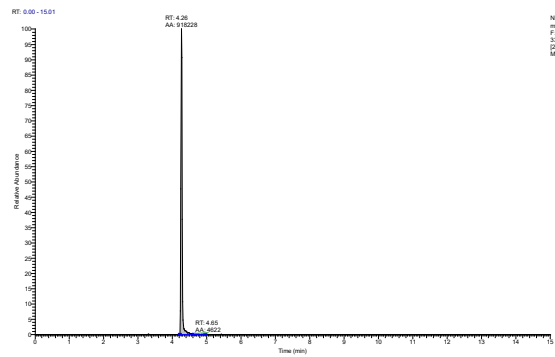


图4 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中孔雀石绿

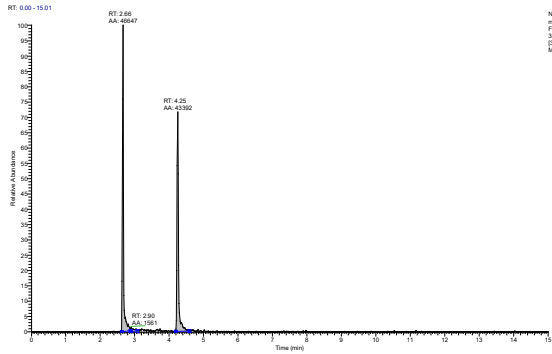


图5 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中孔雀石绿-d5

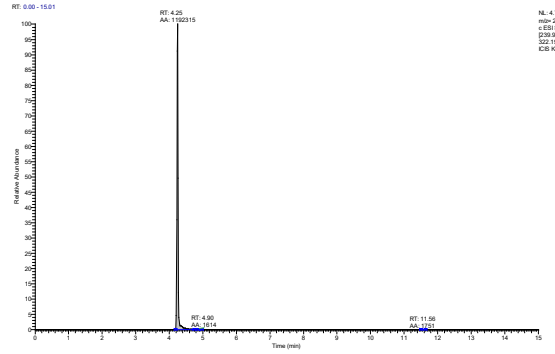


图6 虾肉加标 (8.00 µg/kg) 中隐形孔雀石绿-d6

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°C 振荡水浴振荡 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°C 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°C 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、3×3.0 mL 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°C 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：Comasil® 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°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
1.0	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 °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
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		

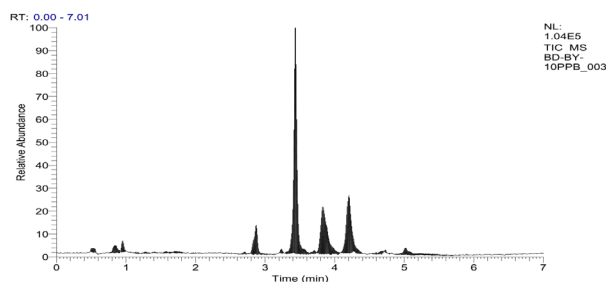


图 1 加标水平为 2.0 μg/kg 时猪肉中 3- 甲基 - 喹恶啉 -2- 羧酸总离子流图

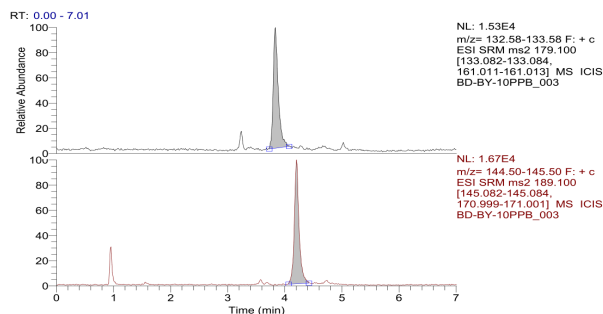


图 2 加标水平为 2.0 μg/kg 时猪肉中 3- 甲基 - 喹恶啉 -2- 羧酸提取离子色谱图

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

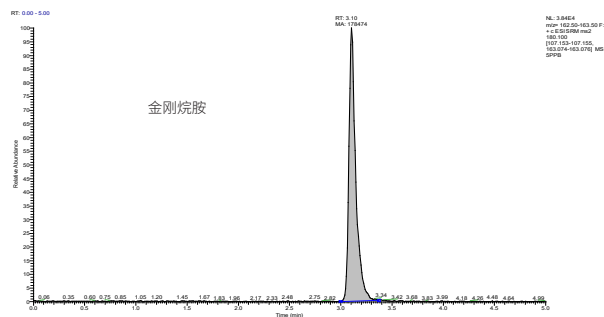


图 1 5 µg/L 金刚烷胺标准品 SRM 色谱图

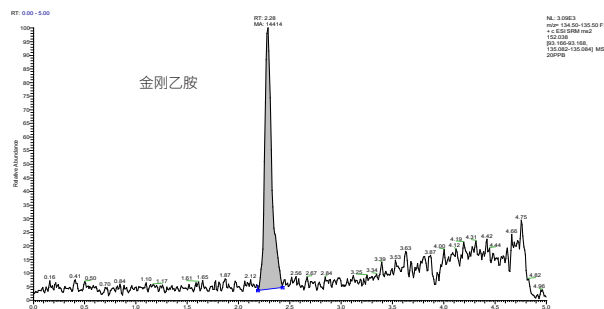


图 2 5 µg/L 金刚乙胺标准品 SRM 色谱图

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 % 氯化乙腈 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°C

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

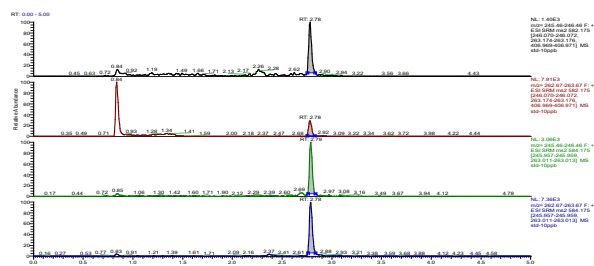


图 1 蜂蜜加标样品总离子流图 (20.0 μg/kg)

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

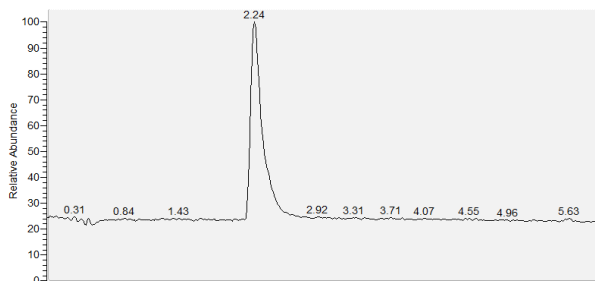


图 1 百香果汁中添加水平为 100.0 µg/kg 时 4- 甲基咪唑的离子流图

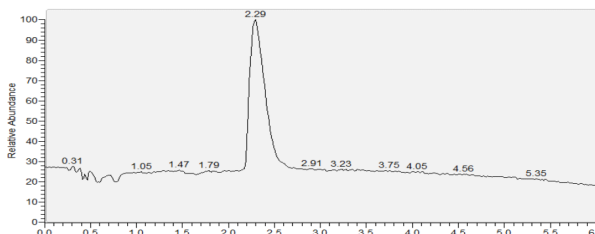


图 2 蜂蜜中添加水平为 100.0 µg/kg 时 4- 甲基咪唑的离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COMX6200	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°C

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°C

辅气温度：400°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
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

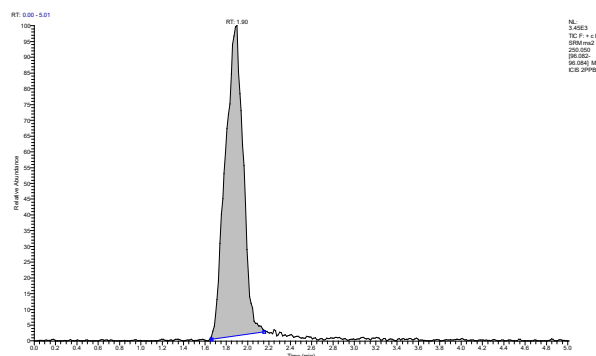


图 1 1 µg/L 利巴韦林标准品 SRM 色谱图

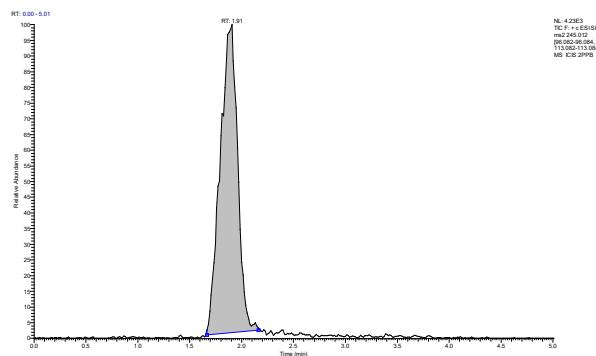


图 2 1 µg/L 利巴韦林 -13C5 内标溶液 SRM 色谱图

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 HLLIC (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 (%)
		1	5	10		
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

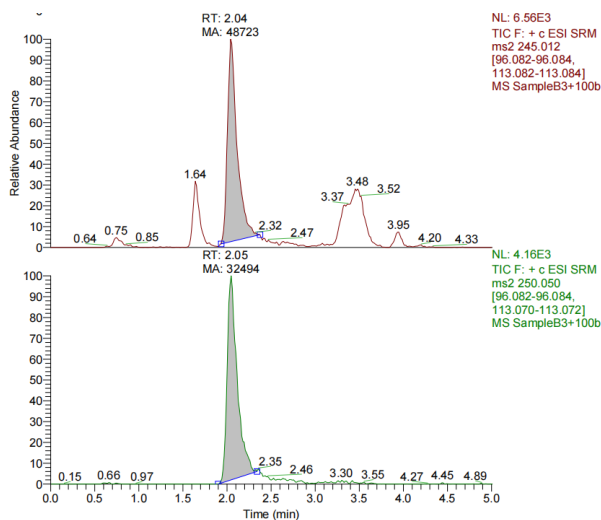


图 1 浓度为 10 µg/L 的样品图 (内标浓度 5 µg/L)

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°C 氮吹至近干，6 mL 水溶解，5 mL × 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°C 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 (4.6 mm × 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

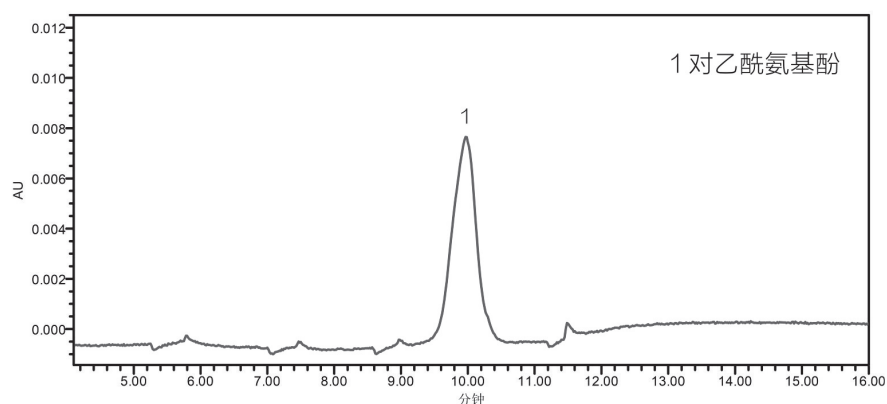


图 1 添加水平为 1.0 mg/kg 对乙酰氨基酚检测的液相色谱图

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 0.100 μ g/mL 混合内标工作液 100 μ L，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 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 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 μ m 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 0.500 μ g/L、1.00 μ g/L、2.00 μ g/L、5.00 μ g/L、10.0 μ g/L、25.0 μ g/L 的系列标准工作液，内标为 20.0 μ g/L，过 0.22 μ m 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 $^{\circ}$ C

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 $^{\circ}$ C
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

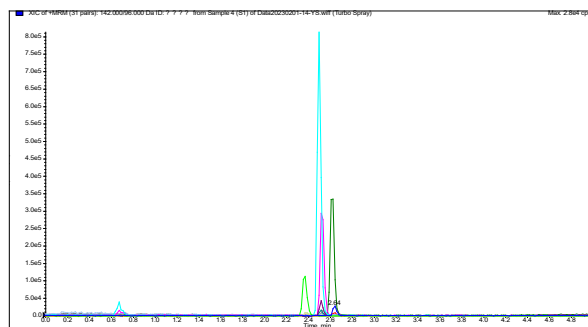


图 1 硝基咪唑类药物总离子流图

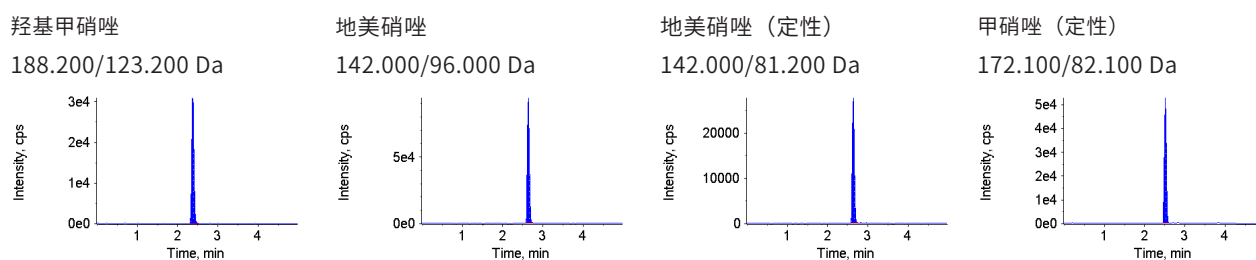


图 2 硝基咪唑类药物同位素内标标准溶液特征离子质量色谱图 (20.0mg/L)

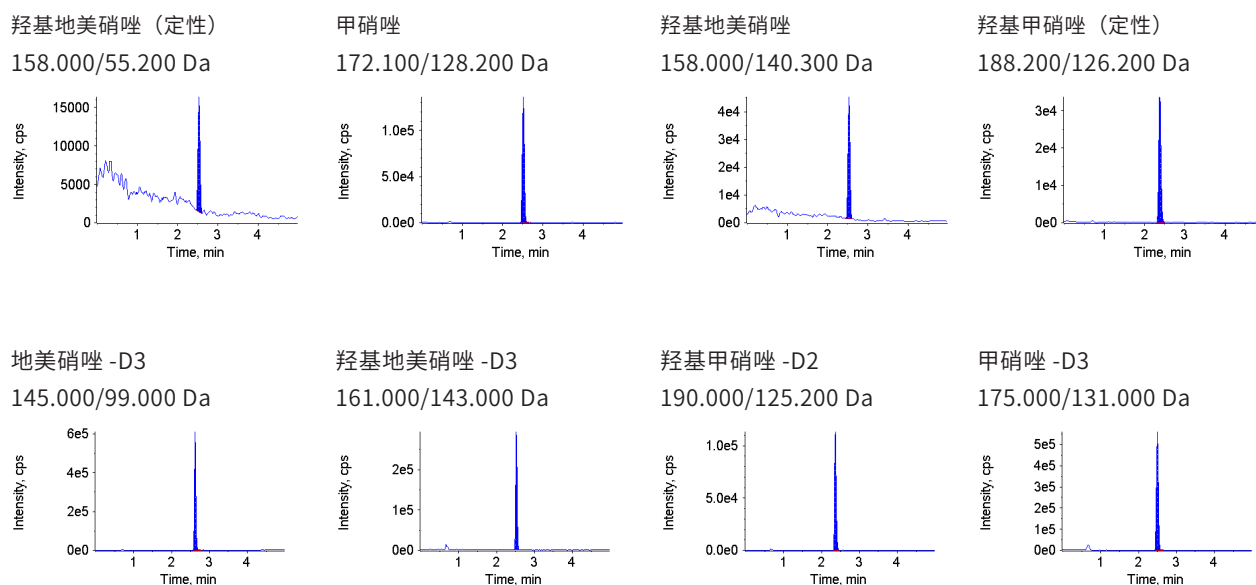


图 3 硝基咪唑类药物标准溶液特征离子质量色谱图 (2.00mg/L)

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	氟甲唑	8.59	262.0	201.9、244.1*
7	噻唑酸	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
磺胺甲氧吡嗪	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
磺胺氯吡嗪	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

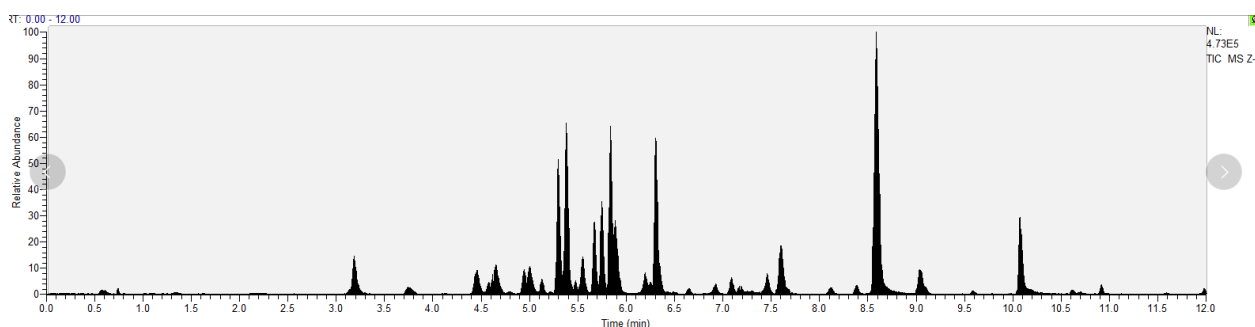


图1 添加水平为 10 µg/kg 时猪肉样品中 36 种兽残总离子流图

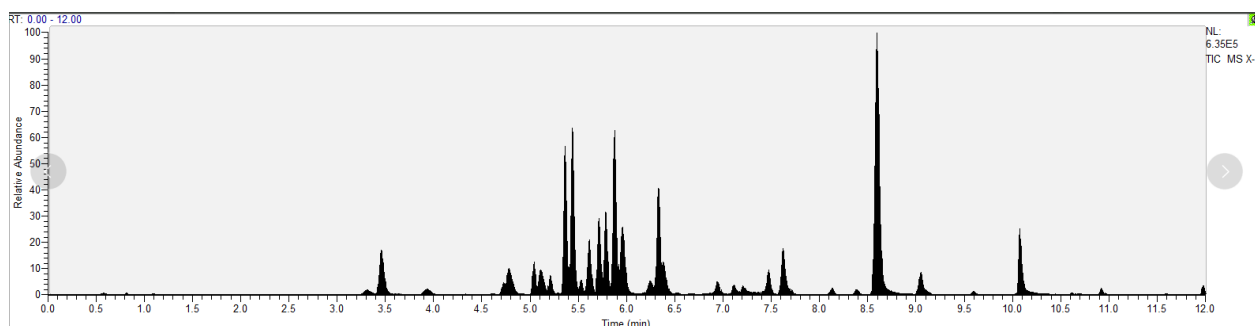


图2 添加水平为 10 µg/kg 时虾肉样品中 36 种兽残总离子流图

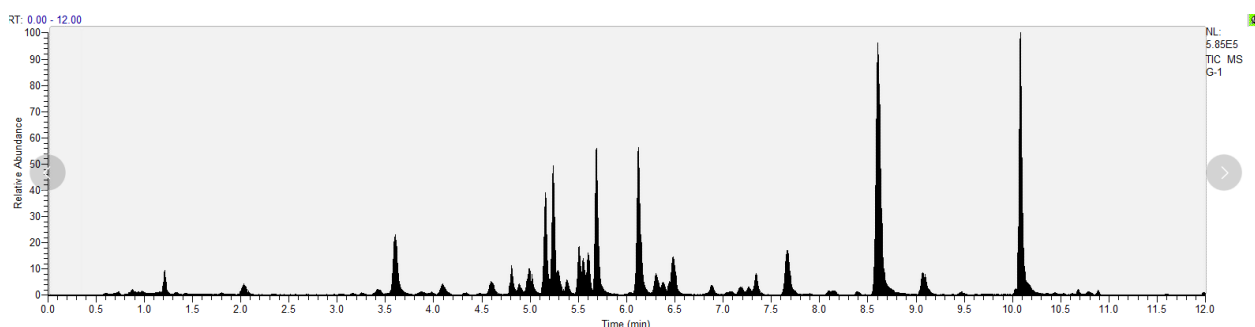


图3 添加水平为 10 µg/kg 时猪肝样品中 36 种兽残总离子流图

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

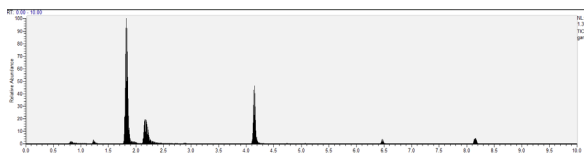


图 2 添加水平为 50 µg/kg 时猪肝样品中地塞米松、倍他米松和阿托品总离子流图

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°C

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*

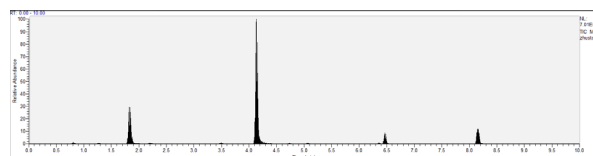


图 1 添加水平为 50 µg/kg 时猪肉样品中地塞米松、倍他米松和阿托品总离子流图

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, 流出液氮吹近干后, 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	0.54

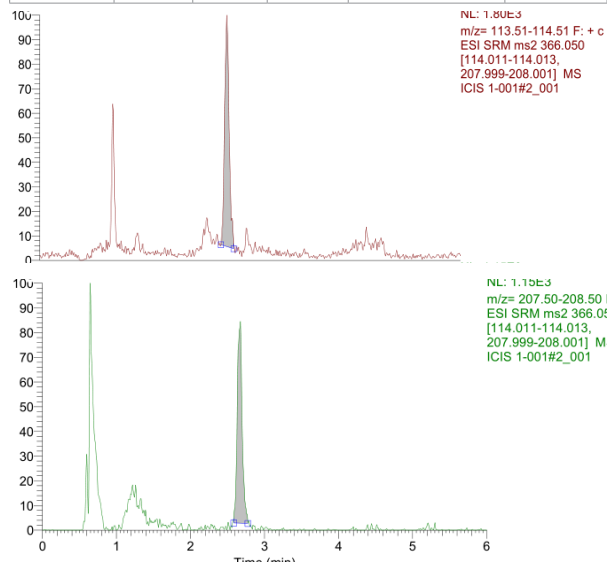


图 1 添加水平为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时猪肉中阿莫西林提取离子图

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 \times 50 mm, 3 μ m)

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 $^{\circ}$ 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

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	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	斑布特罗	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	头孢噻唑	3.67	524.1	240.9*, 323.9
32	氟霉素	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*

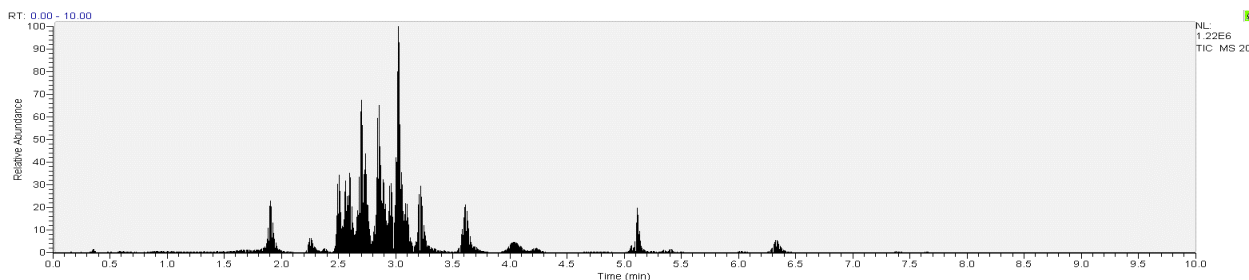


图 1 添加水平为 10.0 μ g/L 时 38 种兽残的总离子流图

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
磺胺噻恶啉	-	-	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	R2
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 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 300 μ L 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 \times 100 mm, 1.9 μ m)

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°C

进样量：5 μ L

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°C

辅气温度：350°C

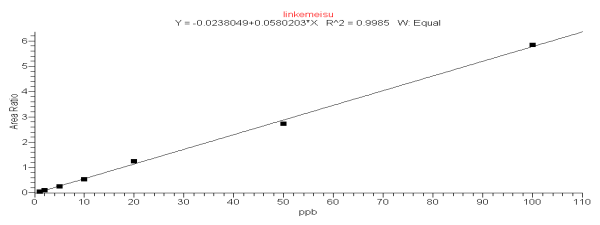
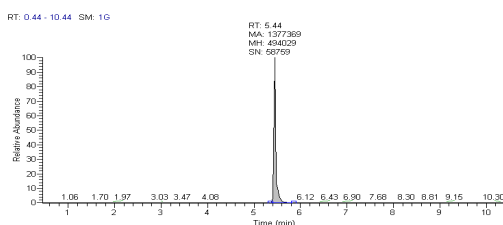
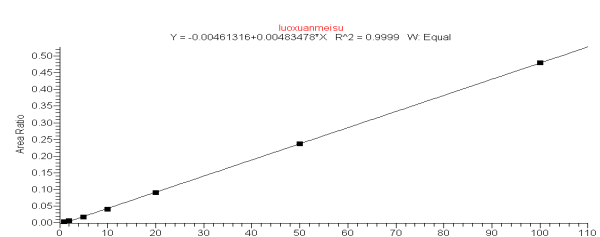
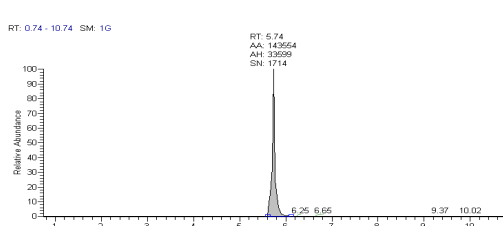
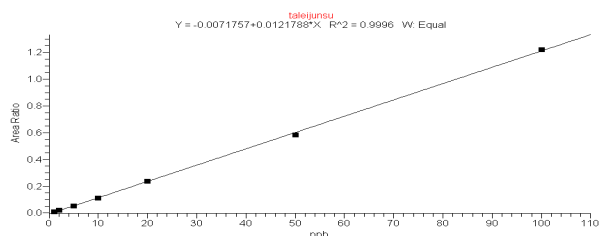
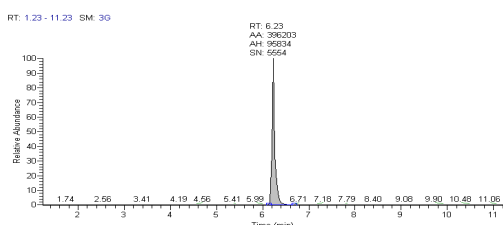
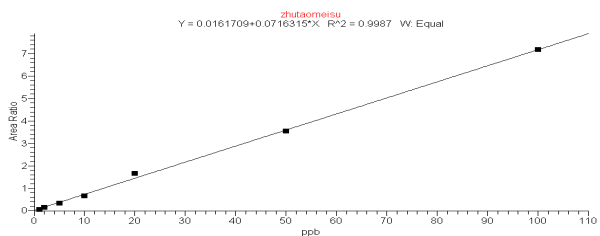
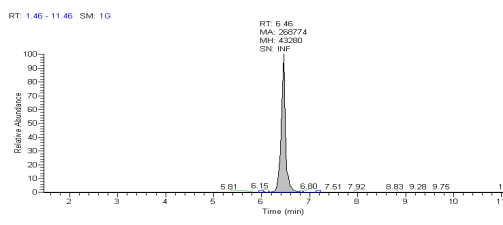
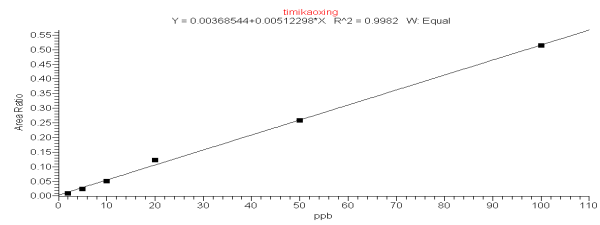
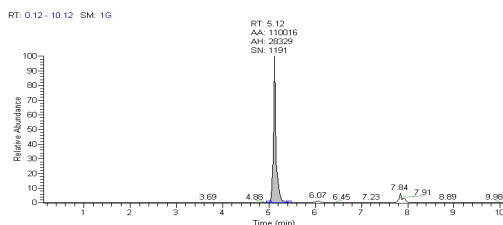
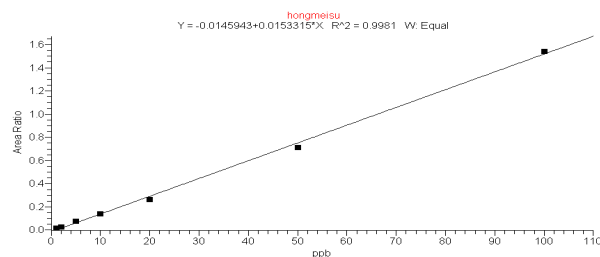
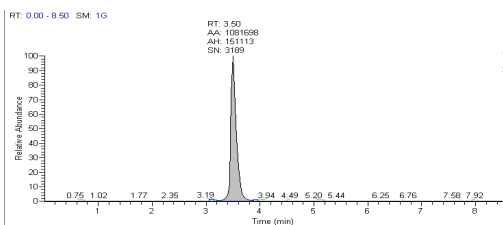
表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	林可霉素	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 (μ g/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



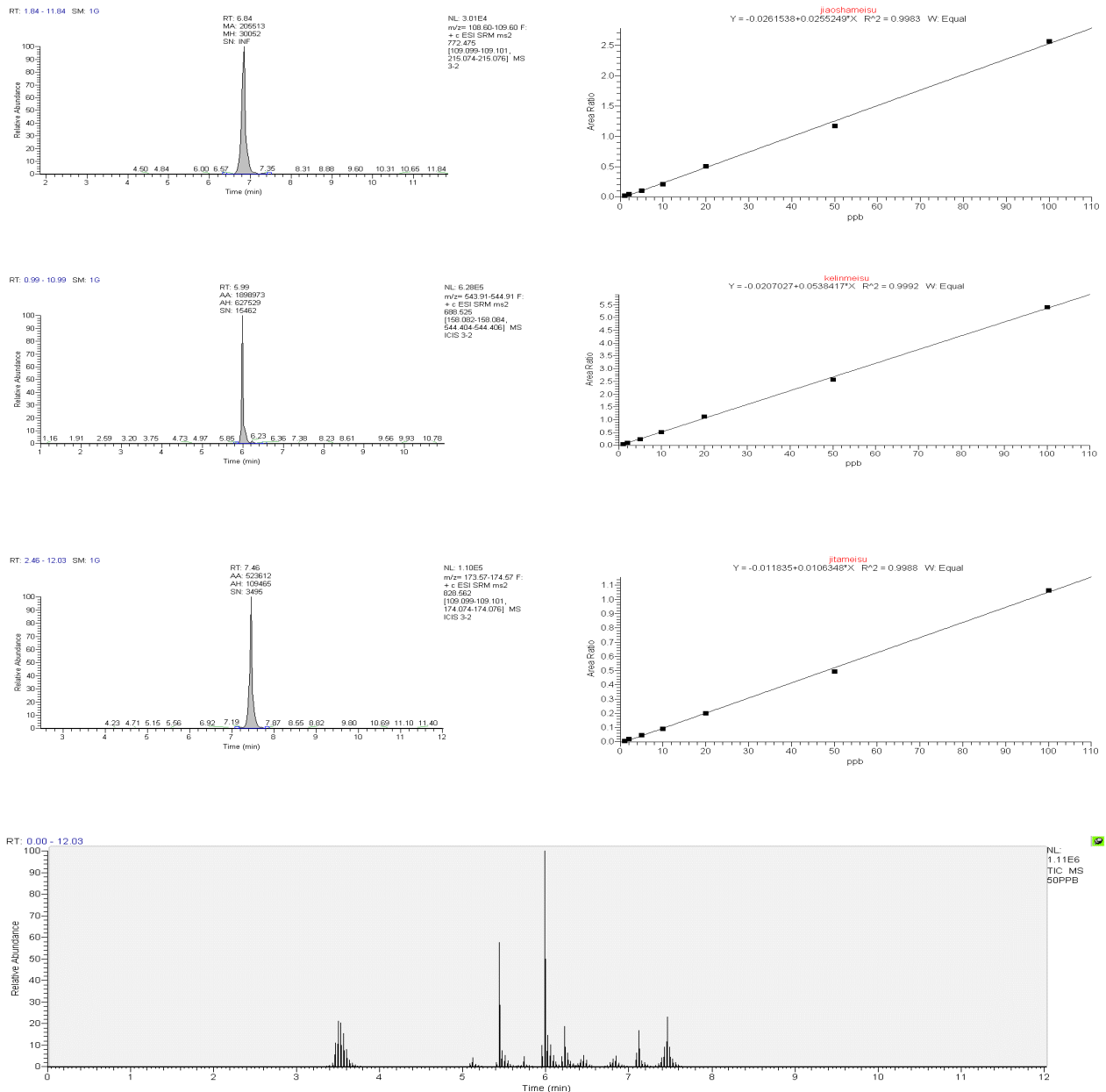


图 1 添加水平为 48 ng/mL 时 9 种大环内酯的提取离子色谱图和总离子流图

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 蓝色聚丙烯瓶盖, 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

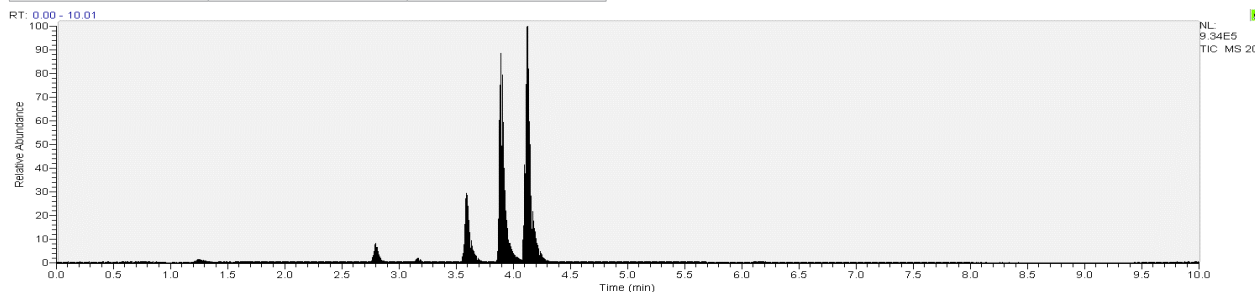


图 1 添加水平为 10 ng/mL 时 6 种 β - 受体激动剂的总离子流图

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°C

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°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	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

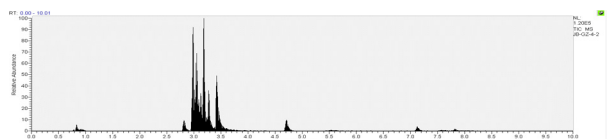


图 1 添加水平为 10 ng/mL 时 15 种磺胺 & 喹诺酮的总离子流图

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 Mcllvaine-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® 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°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
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

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	噻啶酸	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
磺胺二甲异嘧啶	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
噻啶酸	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

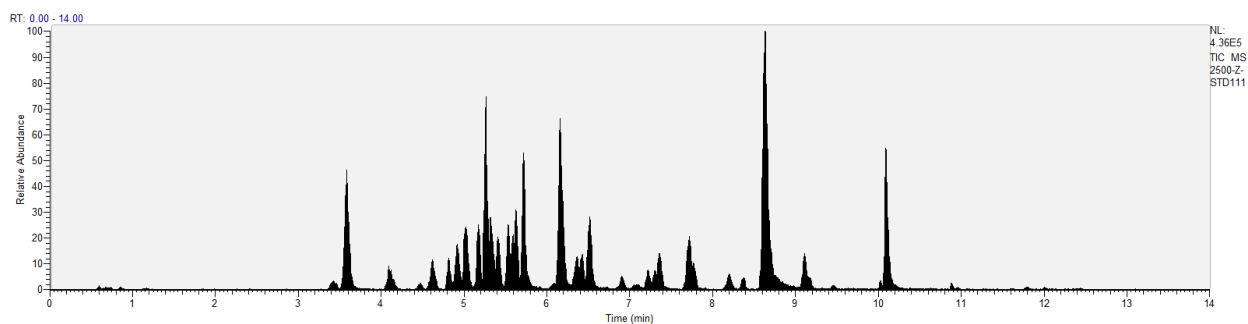


图 1 添加水平为 10 µg/kg 时猪肉样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

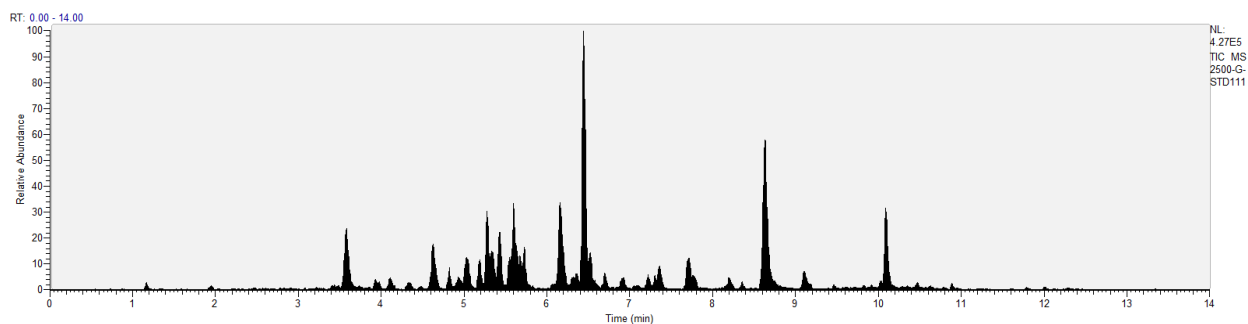


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时猪肝样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

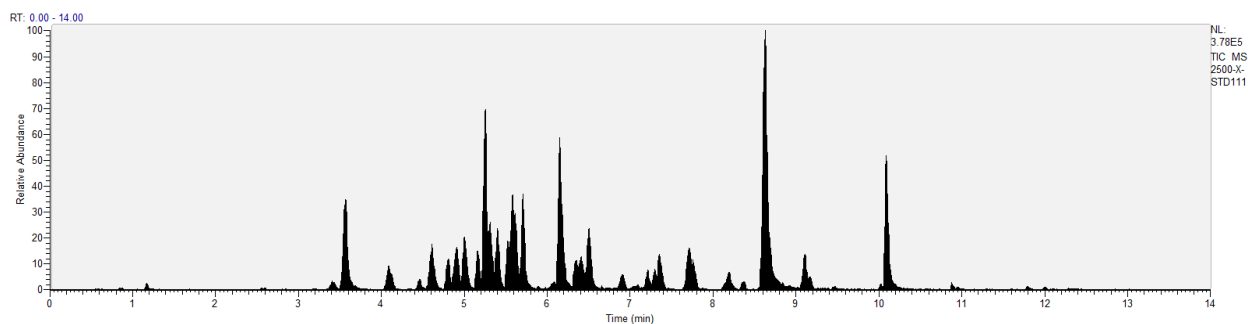


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时虾仁样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

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°C 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°C 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°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
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	苯砒磺胺	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

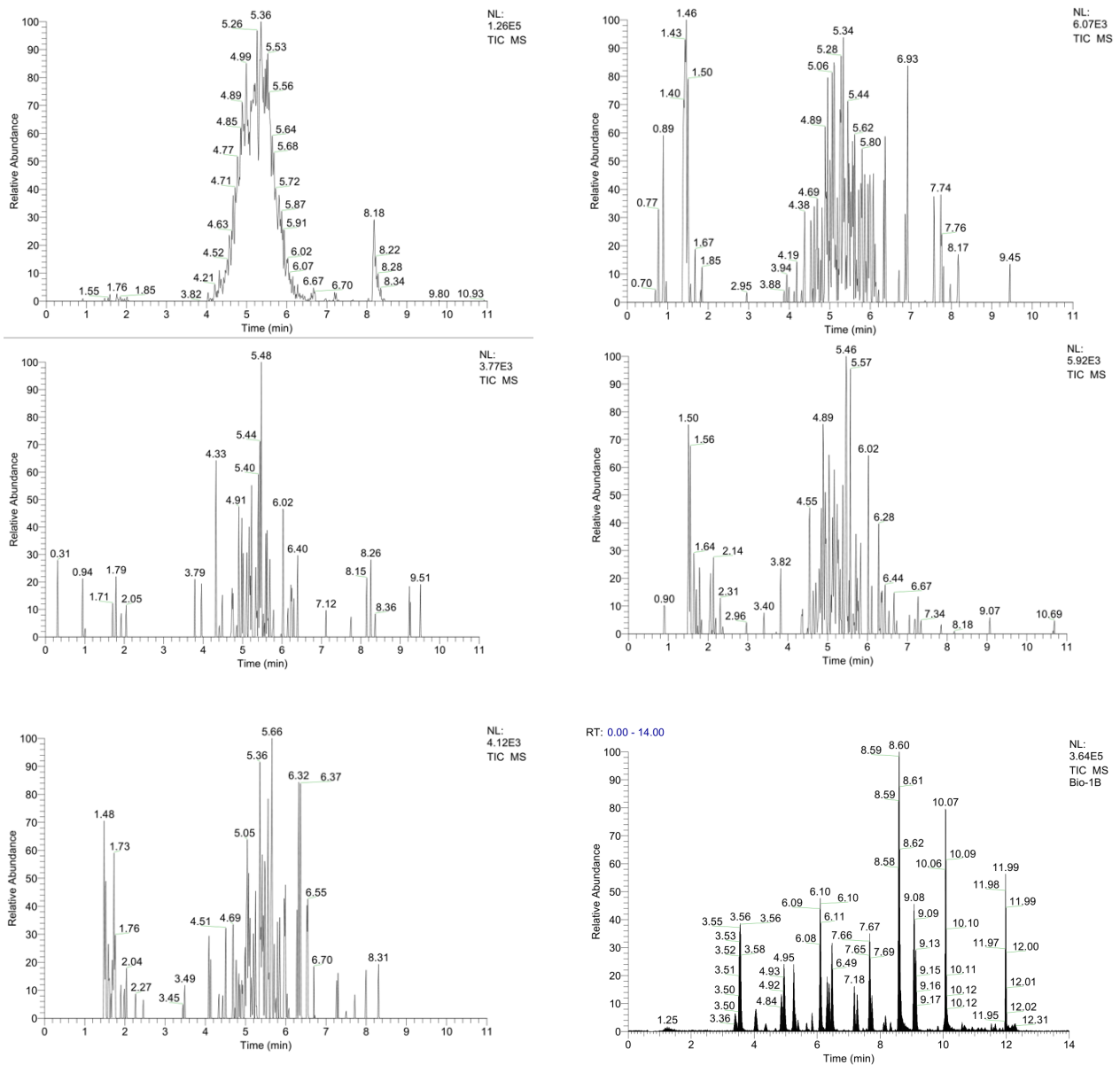


图1 不同品牌净化处理猪肉样品后的 TIC 图，离子扫描 $m/z=184$
 (①猪肉样品 - 未净化处理 ②国外 A 品牌 - 净化处理 ③国外 S 品牌 - 净化处理
 ④国外 B 品牌 - 净化处理 ⑤ Biocomma- 净化处理)

图2 添加水平为 5 ng/g 时猪肉样品中 19 种磺胺类兽残 TIC 色谱图

订购信息

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，配制成为上机浓度分别为 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: Commsil® BEH T-C18 (2.1 mm×100 mm, 3 μm)

流动相: A: 水 (0.1% 甲酸)

B: 甲醇

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/%
0.00	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*

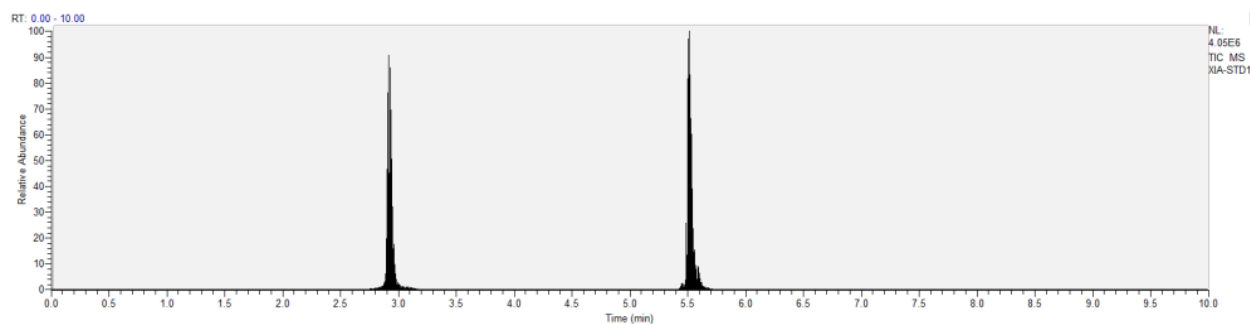


图 1 添加水平为 10 μg/kg 时对虾样品中 9 种大环内酯类总离子流图

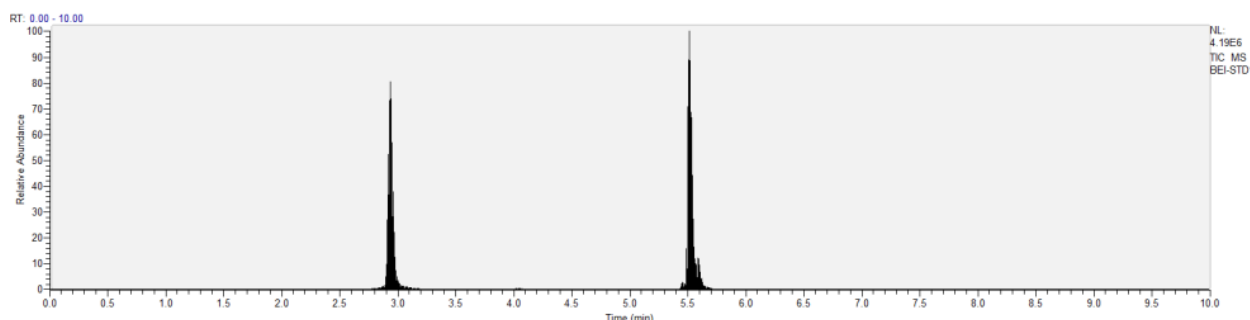


图 2 添加水平为 10 μg/kg 时扇贝样品中 9 种大环内酯类总离子流图

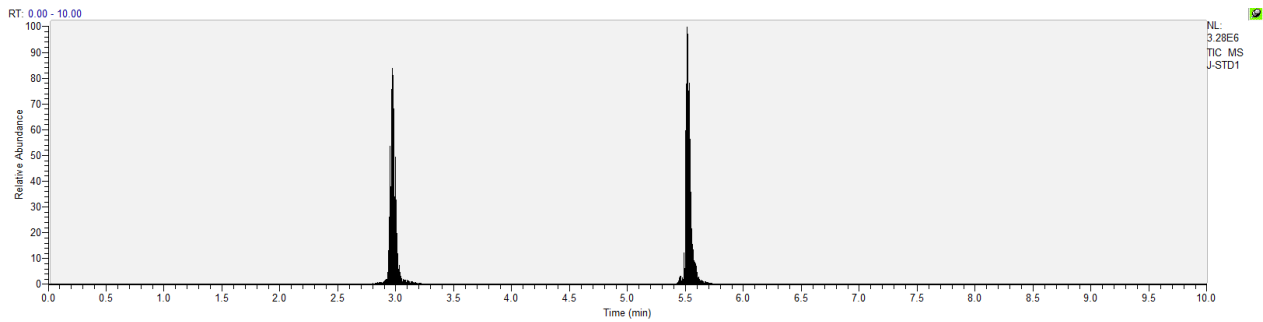


图 3 添加水平为 10 µg/kg 时草鱼样品中 9 种大环内酯类总离子流图

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：依利特 SinoPak BEHT-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

RT: 0.00 - 14.00

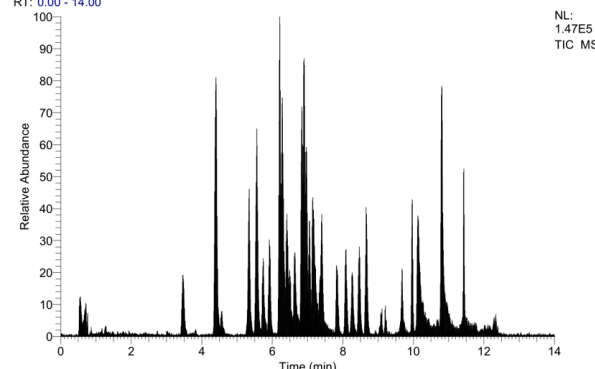


图 1 添加水平为 10 μg/kg 时猪肉样品中 36 种兽残总离子流图

RT: 0.00 - 14.00

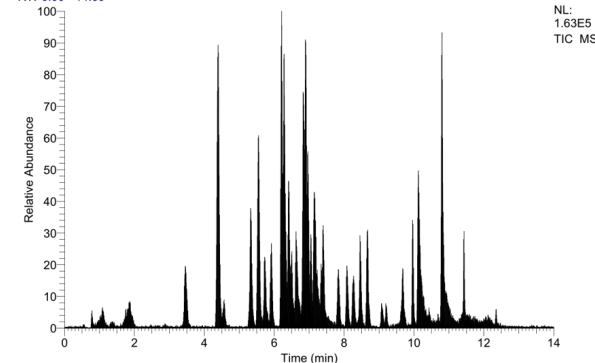


图 2 添加水平为 10 μg/kg 时虾肉样品中 36 种兽残总离子流图

RT: 0.00 - 14.00

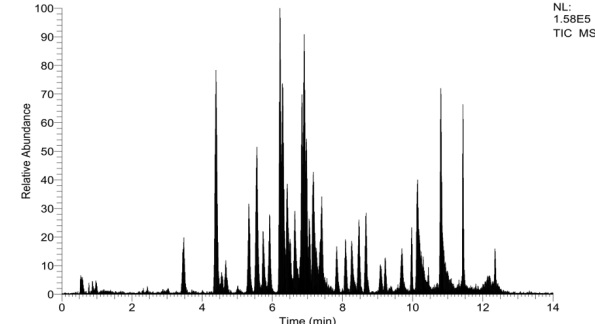


图 3 添加水平为 10 μg/kg 时鸡肉样品中 36 种兽残总离子流图

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
噁唑酸	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
磺胺二甲异恶唑	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