

食品安全

博纳艾杰尔检测方案集锦



艾杰尔 - 飞诺美

About Agela - Phenomenex

作为丹纳赫集团生命科学平台的旗下品牌，艾杰尔 - 飞诺美将全面打造以本土品牌与进口品牌共同经营为特色的双品牌整合发展之路。通过双品牌发展战略的全面开展，艾杰尔 - 飞诺美将充分利用产品间互补优势，不断丰富和扩展其气相色谱、液相色谱、样品制备、分离纯化及制备仪器产品线。放眼未来，艾杰尔 - 飞诺美将持续以优质的产品品质，快速的技术支持响应和方法开发服务于各行业领域用户，共同助力并加速提高全球的健康水平及幸福感。





食品

药物

临床

环境

消费品

司法

化学合成

目录

农药残留	001
中药材中27种禁用农残含量的测定	002
(GB 23200.113-2018) 菠菜中农药残留的分析方法	004
牛奶中农药残留的分析方法	007
(AOAC 2007.01) 白菜、苹果中152种农药残留的测定	009
(AOAC 2007.01) 红茶中146种农药残留的测定	012
(AOAC 2007.01) 绿茶中70种有机磷农药残留的测定	015
(AOAC 2007.01) 油麦菜中29种有机磷农药残留的测定	017
(AOAC 2007.01) 橙子中12种有机氯农药残留的测定	019
(AOAC 2007.01) 黄瓜中12种有机氯农药残留的测定	021
(AOAC 2007.01) 大米中有机氯、有机磷农药残留的测定	023
(AOAC 2007.01) 草莓中42种农药残留的测定	025
(AOAC 2007.01) 马铃薯中35种农药残留的测定	027
(EN 15662-2008) 白菜、油麦菜中23种有机磷农药残留的测定	029
(EN 15662-2008) 柠檬中105种农药残留的测定	031
(EN 15662-2008) 油麦菜中105种农药残留的测定	034
(EN 15662-2008) 白菜中105种农药残留的测定	037
(EN 15662-2008) 苹果中105种农药残留的测定	040
(EN 15662-2008) 韭菜中105种农药残留的测定	043
(GB/T 23205-2008) 茶叶中吡虫啉农药残留的测定	046
(GB/T 23205-2008) 红茶中农药残留的测定	048
(GB/T 23204-2008) 绿茶中菊酯类农药残留的测定	050
(NY/T 1380-2007)	
苹果中有机磷、有机氯、菊酯、氨基甲酸酯类等50种农药残留的测定	052
红茶中112种农药残留的测定	054
乳制品中有机氯农药残留的测定	057
牛奶中有机氯农药残留的测定	059
食盐中农药残留的测定	061
豆芽中植物生长调节剂的测定	063
鸭肉中有机氯农药残留的测定	066
鸡蛋及蛋糕中氟虫腈及其代谢物的测定	068
鸡肉中氟虫腈及其代谢物的测定	070
牛奶中氟虫腈及其代谢物的测定	072
饲料中氟虫腈及其代谢物的测定	074
花生仁中多菌灵的分析方法	076
苹果中甲基硫菌灵的分析方法	078
菜豆中灭蝇胺的分析方法	080
熟咖啡粉中农药残留的分析方法	082
橘子中11种农药的分析方法	084

兽药残留	086
(GB/T20746-2006) 畜禽肉中卡巴氧的测定	087
(GB/T 20762-2006) 畜禽肉中替米考星的测定	089
(GB/T 21314-2007) 畜禽肉中头孢噻吩的测定	091
(GB 23200.20-2016) 猪肉中阿维菌素的测定	093
(GB/T 20759-2006) 猪肉中磺胺类药物的测定	095
(GB/T 21312-2007) 猪肉中氟喹诺酮类药物的测定	097
(GB/T 20762-2006) 猪肉中林可霉素的测定	099
(GB 29699-2013) 猪肉中氯羟吡啶的测定	101
(GB/T 20752-2006) 猪肉中硝基咪唑代谢物的测定	103
(GB 29689-2013) 牛奶中甲砒霉素的测定	105
(GB/T 19857-2005) 鱼肉中孔雀石绿和结晶紫的测定	107
(SN/T 1864-2007) 动物源性食品中氯霉素的测定	109
(SN/T 0670-2012) 猪肉中泰乐菌素的测定	111
(SN/T 2624-2010) 猪肉中齐帕特罗的测定	113
(SN/T 1928-2007) 鱼肉中5种硝基咪唑类药物的测定	115
(农业部1025号公告-2-2008) 畜禽肉中甲硝唑、地美硝唑的测定	117
(农业部1031号公告-2-2008) 动物源性食品中糖皮质激素类药物的测定	119
动物源性食品中碘醚柳胺的测定	121
鸡肉中106种兽药残留的测定 -QuEChERS方法	123
鸡肉中106种兽药残留的测定 -SPE方法	127
动物源性食品中 9 种 β -受体激动剂的分析方法	130
猪肉中 22 种 β -受体激动剂的分析方法	133
添加剂、非法添加、营养成分、污染物	136
十种着色剂的分析方法	137
五种防腐剂的分析方法	138
(GB 22255-2014) 食品中三氯蔗糖的测定	139
(GB 5009.247-2016) 可乐中纽甜的测定	141
(GB 5009.247-2016) 黄桃干中纽甜的测定	143
(GB 5009.247-2016) 酸奶中纽甜的测定	145
(GB 5009.28-2016) 浓缩枣汁中苯甲酸、山梨酸的测定	147
(GB 5009.278-2016) 花生米中EDTA的测定	149
(GB 5009.278-2016) 葡萄汁中EDTA的测定	151
(GB 5009.278-2016) 八宝粥中EDTA的测定	153
(GB 5009.121-2016) 果蔬汁中脱氢乙酸的测定	155
(GB 5009.121-2016) 糕点中脱氢乙酸的测定	157
(GB 5009.121-2016) 酱菜中脱氢乙酸的测定	159
可口可乐中7种人工着色剂的测定	161
茶叶中8种人工着色剂的测定	163

CONTENTS

目录

饼干中8种抗氧化剂的测定	165
花生油中8种抗氧化剂的测定	167
酒中甜蜜素的测定	169
花生中甜蜜素的测定	171
花生油中麦芽酚和乙基麦芽酚的测定	173
菜籽油中8种抗氧化剂的分析方法	175
猪肉和牛肉中五氯酸钠的测定	177
腌肉中9种N-亚硝胺类化合物的分析方法	179
奶粉中香兰素的测定	181
婴幼儿奶粉中双氰胺的测定	183
鸡蛋中三聚氰胺的测定	185
豆制品中二甲基黄的测定	187
鸭血中苏丹红的测定	189
咸鸭蛋黄中苏丹红的测定	191
(DB 31/2010-2012) 火锅底料中罂粟碱类物质的残留量测	193
(GB 28314-2012) 辣椒中天然辣椒素与二氢辣椒素的测定	195
(GB 5413.40-2016) 婴幼儿奶粉中5种核苷酸的测定	197
(GB 5009.158-2016) 奶粉中维生素K1的测定	199
(GB 5009.86-2016) 奶粉中抗坏血酸的测定	201
奶粉中维生素A、D2、D3、E的测定	203
(GB 5009.158-2016) 梨和油菜中维生素K1的测定	205
猪肉中辛基酚等5种酚类物质的分析方法	207
(GB 5009.271-2016) 葵花籽油中16种邻苯二甲酸酯的测定	209
(GB 5009.271-2016) 芝麻油中16种邻苯二甲酸酯的测定	211
(GB 5009.271-2016) 辣椒酱中16种邻苯二甲酸酯的测定	213
(GB 5009.223-2014) 白酒、啤酒中氨基甲酸乙酯的测定	215
(GB 5009.204-2014) 薯片和油条中丙烯酰胺的测定	217
(GB 5009.191-2016) 酱油中3-氯-1,2-丙二醇的测定	219
(GB 5009.265-2016) 食品中多环芳烃的测定	221
(GB 5009.265-2016) 油中多环芳烃的测定	223
(GB 5009.243-2016) 烤鱼中杂环胺类物质的测定	225
(GB 5009.243-2016) 烤肉中杂环胺类物质的测定	227
(GB 5009.191-2016) 奶粉中3-氯-1,2-丙二醇的测定	229
(GB 5009.27-2016) 小麦粉中苯并(a)芘的测定	231
食用油中多环芳烃的测定	233
薯片和油条中丙烯酰胺的测定	235
香油中苯并芘的测定	237
(GB 5009.185-2016) 苹果汁中展青霉素的分析方法	239
咖啡中丙烯酰胺的分析方法	241
山楂卷中展青霉素的分析方法	243
(GB 5009.33-2016) 食品中亚硝酸盐的测定 离子色谱法	245
(中国药典) 酸枣仁中黄曲霉毒素B1, B2, G1, G2的测定 (液相色谱荧光法)	247
(GB 5009.96-2016) 离子交换固相萃取 - HPLC 检测粮食赭曲霉毒素A(OA) 研究	249

农药残留



中药材中27种禁用农残含量的测定

《中国药典》2020年版第四部在《0212药材和饮片检定通则》和《2341农药残留量测定法》中规定了药材及饮片（植物类）禁用农药品种和检测方法。本实验针对中药材中27种禁用农药及代谢物，按照2341农药残留量测定法，选用陈皮、党参、菊花、金银花、三七、麦冬、当归、枸杞等基质做加标回收实验，样品经QuEChERS方法提取净化后，采用LC-MS/MS进行检测，结果良好，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5052
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PP0268

液相色谱产品

产品名称：Luna Omega PS C18
P/N: 00B-4758-Y0

前处理方法

称样

- 精密称取3g测试粉末，置于50 mL聚苯乙烯离心管中

提取

- 向离心管中加入1%冰醋酸溶液15mL，涡旋使药粉充分浸润，放置30分钟，精密加入乙腈15mL，涡旋使混合，置振荡器上剧烈振荡(500次/min)5分钟
- 加入MAS-Q提取包(P/N: MS-MG5052)，立即摇散，再置振荡器上剧烈振荡(500次/min)3分钟，于冰浴中冷却10分钟，离心(4000转/min)5分钟，取上清液备用

净化

- 取上清液9 mL置于净化管(P/N: MS-9PP0268)中，涡旋使充分混匀，置振荡器上剧烈振荡(500次/min)5分钟使净化完全，离心(4000转/min)5分钟，取上清液备用

过滤

- 精密吸取上清液5mL待，置氮吹仪上于40°C水浴浓缩至0.4mL，加乙腈稀释至1.0mL，涡旋混合，滤过，取续滤液即得

色谱条件

色谱柱：Luna Omega PS C18
规格：3 μm, 100 Å, 3.0×50 mm
货号：00B-4758-Y0
流动相：A: 0.1% 甲酸水溶液；
B: 0.1% 甲酸乙腈溶液；
流速：0.4 mL/min
柱温：30.0 °C
进样量：5 μL
梯度洗脱：见表1

时间(min)	A/%	B/%
1.00	60.0	40.0
9.00	30.0	70.0
10.00	0.0	100.0
11.50	0.0	100.0
12.00	90.0	10.0
15.00	90.0	10.0

应用编号：AF10203

实验结果

表2 陈皮、党参、菊花、金银花基质中加标回收实验结果
(添加水平20 µg/kg)

序号	化合物 (中文)	陈皮		党参		菊花		金银花	
		RSD%	回收率%	RSD%	回收率%	RSD%	回收率%	RSD%	回收率%
1	甲胺磷	7.33	69.98	12.41	66.27	3.27	87.15	12.69	90.78
2	苯线磷	0.57	104.19	2.59	88.48	1.43	112.17	7.19	95.29
3	苯线磷砒	4.06	87.51	6.70	89.34	2.95	117.50	9.50	100.52
4	苯线磷亚砒	1.54	80.52	1.02	84.84	2.44	110.08	8.36	87.86
5	地虫硫磷	3.11	86.76	1.87	84.80	3.48	118.64	12.33	88.44
6	治螟磷	1.23	91.46	2.44	90.93	1.99	115.28	8.44	94.04
7	克百威	4.02	85.40	2.41	95.35	2.13	118.42	7.79	99.02
8	3-羟基克百威	2.21	83.59	1.99	94.05	5.89	102.80	1.46	140.72
9	胺苯磷隆	3.69	82.87	2.43	84.71	1.33	110.45	9.91	93.62
10	甲磺隆	10.41	80.47	3.31	86.71	2.31	118.81	10.37	80.71
11	硫线磷	4.43	83.62	1.77	90.89	5.47	111.34	7.24	95.47
12	氯唑磷	2.84	91.33	0.89	91.85	0.52	118.53	9.63	96.31
13	甲拌磷	9.29	81.99	2.13	91.66	1.32	115.51	10.97	89.36
14	甲拌磷砒	14.13	48.31	4.12	119.33	0.89	91.06	8.08	137.18
15	甲拌磷亚砒	5.59	83.12	1.57	95.30	2.39	118.53	9.39	92.66
16	蝇毒磷	6.22	84.04	2.01	76.47	3.97	116.78	14.26	94.76
17	硫环磷	4.77	86.00	4.49	90.34	1.34	114.88	13.94	100.64
18	磷胺	2.07	89.11	3.02	88.16	1.93	116.64	6.96	96.63
19	涕灭威	13.72	81.66	5.29	84.63	3.86	114.36	7.20	101.14
20	涕灭威亚砒	6.15	73.82	1.91	81.01	2.97	104.93	10.90	91.90
21	内吸磷	6.47	83.92	4.77	89.28	3.91	108.36	10.96	93.72
22	灭线磷	4.43	88.16	7.06	95.92	0.60	119.14	10.34	99.90
23	特丁硫磷砒	0.74	92.51	3.62	94.59	0.00	118.18	4.70	107.43
24	特丁硫磷亚砒	4.31	88.13	2.36	90.36	3.84	118.81	9.09	97.63
25	水胺硫磷	3.41	84.64	0.83	91.91	2.55	115.77	8.34	92.48
26	杀虫脒	12.11	26.53	8.29	46.29	9.51	65.69	3.63	74.80
27	甲基异柳磷	3.67	89.25	0.34	94.17	5.23	119.80	8.33	88.93

表3 三七、麦冬、当归、枸杞基质中加标回收实验结果
(添加水平20 µg/kg)

序号	化合物 (中文)	陈皮		党参		菊花		金银花	
		RSD%	回收率%	RSD%	回收率%	RSD%	回收率%	RSD%	回收率%
1	甲胺磷	4.74	88.91	11.66	85.33	5.21	80.30	3.87	61.90
2	苯线磷	4.81	98.28	6.91	86.02	5.37	100.71	5.53	101.33
3	苯线磷砒	4.56	101.64	4.76	92.05	6.05	99.41	4.19	97.10
4	苯线磷亚砒	2.04	94.89	4.54	85.34	2.69	91.76	1.67	96.19
5	地虫硫磷	3.22	103.72	6.25	94.43	4.84	102.00	2.02	97.20
6	治螟磷	4.72	101.84	5.96	95.58	3.66	111.44	6.42	98.84
7	克百威	3.71	100.69	5.88	97.32	2.44	100.75	5.82	102.32
8	3-羟基克百威	7.71	108.33	5.51	87.69	1.45	97.22	4.27	104.74
9	胺苯磷隆	4.92	70.49	10.70	61.52	3.76	90.59	6.14	94.82
10	甲磺隆	1.12	87.62	9.03	81.88	3.75	84.10	1.46	95.54
11	硫线磷	13.71	93.86	3.83	89.80	3.89	94.21	6.00	97.03
12	氯唑磷	4.03	103.53	6.36	96.32	3.88	101.93	4.11	102.01
13	甲拌磷	4.87	104.30	5.06	101.99	4.19	94.37	3.90	101.09
14	甲拌磷砒	3.66	104.79	11.28	92.22	2.38	107.60	9.27	111.27
15	甲拌磷亚砒	4.46	104.98	3.40	88.20	2.33	91.02	4.02	97.11
16	蝇毒磷	5.31	75.92	12.19	52.47	1.99	92.19	5.03	92.33
17	硫环磷	5.21	104.94	0.34	96.06	2.27	92.82	0.91	104.37
18	磷胺	2.51	99.62	4.81	92.90	1.60	97.63	5.26	100.26
19	涕灭威	4.68	111.98	5.76	94.29	1.72	94.86	4.70	100.85
20	涕灭威亚砒	3.48	87.98	4.71	84.54	0.71	89.36	4.86	89.15
21	内吸磷	5.35	94.95	9.35	91.17	5.37	102.06	6.63	98.74
22	灭线磷	3.18	107.86	4.18	90.46	4.07	99.07	8.44	98.19
23	特丁硫磷砒	3.67	113.03	9.43	86.97	2.07	110.62	6.49	101.46
24	特丁硫磷亚砒	4.05	102.14	4.29	89.84	3.08	93.83	3.98	99.51
25	水胺硫磷	4.07	101.46	6.17	93.89	3.93	103.52	4.47	102.16
26	杀虫脒	6.50	48.20	3.78	49.19	7.57	47.33	2.67	47.89
27	甲基异柳磷	4.38	101.80	8.18	93.04	3.98	100.00	5.64	102.26

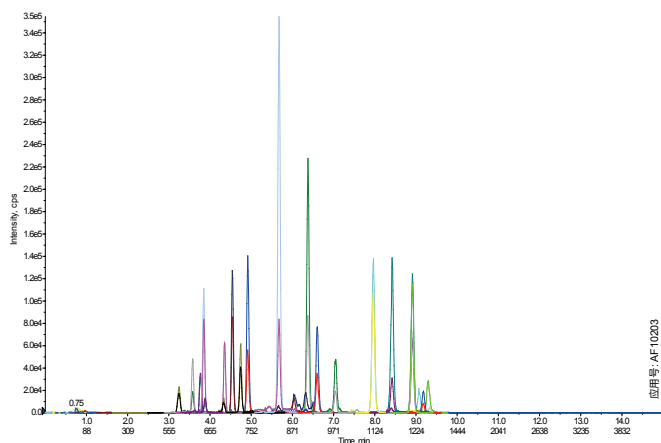


图1 金银花基质20 µg/kg加标色谱图

(GB 23200.113-2018) 菠菜中农药残留的分析方法

本实验参照GB 23200.113-2018，建立了菠菜中农药残留的前处理方法，样品经乙腈和提取盐包（MS-NMS5050）提取，QuEChERS净化管（MS-PP1513）净化，GC-MS/MS检测，外标法进行定量，结果表明，当加标量为0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.05 mg/kg时，回收率在60%~120%之间，可以满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-NMS5050
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-PP1513

气相色谱产品

产品名称：ZB-1701P
P/N: 7HG-G012-11

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的菠菜样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL乙腈，4颗玻璃均质子和MAS-Q提取包（P/N: MS-NMS5050）
- 剧烈振摇1 min，4200 rpm离心5 min上清液待净化

净化

- 取6 mL上清液转移至MAS-Q净化管（P/N: MS-PP1513）
- 涡旋振荡1 min，4200 rpm离心5 min

过滤

- 准确移取2 mL净化的上清液，于40°C氮吹至近干，用1 mL乙酸乙酯定容，涡旋溶解，过0.22 μm尼龙针式过滤器过滤，待检测。

色谱条件

色谱柱：ZB-1701P
货号：7HG-G012-11
载气：氦气，纯度≥99.999%，流速1.0 mL/min
柱温：40°C保持1 min，然后以40°C/min升至120°C，再以5°C/min升温至240°C，再以12°C/min升温至300°C，保持6 min
进样口温度：280 °C
进样方式：不分流进样
进样量：1 μL

应用编号：AF10204

实验结果

表1菠菜样品加标回收率实验结果

序号	化合物(中文)	回收率/%		
		0.01 mg/kg	0.02 mg/kg	0.05 mg/kg
1	乙酰甲胺磷	87.4	92.2	113.1
2	乙草胺	86.5	97.0	89.6
3	苯草醚	73.2	94.1	99.5
4	甲草胺	104.4	103.8	98.9
5	烯丙菊酯	87.7	96.5	99.3
6	α-六六六	102.2	110.7	93.5
7	α-硫丹	85.7	96.1	93.8
8	莎稗磷	87.8	96.0	88.8
9	脱乙基莠去津	76.3	86.2	96.8
10	β-硫丹	81.7	94.8	90.7
11	联苯菊酯	97.8	104.8	102.1
12	啶酰菌胺	96.9	86.7	95.4
13	除草定	77.5	81.4	105.6
14	溴苯烯磷	87.3	98.5	96.7
15	溴硫磷	69.1	86.2	91.5
16	溴螨酯	76.4	93.6	106.0
17	乙啶酚磷酸酯	98.7	92.4	107.5
18	三硫磷	93.4	87.8	86.4
19	虫螨磷	104.7	112.5	107.9
20	环草敌	93.1	86.7	94.7
21	环氟菌胺	86.3	93.3	107.6
22	氧氟菊酯	96.1	91.5	104.7
23	脱叶磷	76.7	88.4	95.1
24	溴氟菊酯	86.0	97.7	95.8
25	除线磷	86.2	87.4	93.1
26	敌草腓	70.4	87.5	95.7
27	敌敌畏	112.7	108.5	114.4
28	氯硝胺	98.8	106.9	118.5
29	三氯杀螨醇	76.3	81.7	93.5
30	乐果	85.7	86.1	94.7
31	敌噁磷	74.7	81.8	96.1
32	灭菌磷	69.2	96.9	97.9
33	敌瘟磷	78.7	83.8	96.8
34	异狄氏剂	75.4	78.6	96.1
35	苯硫磷	109.2	93.7	117.5
36	氟环唑	67.2	78.4	87.0
37	乙丁烯氟灵	69.8	96.9	88.5
38	灭线磷	112.8	98.5	106.6
39	咪唑菌酮	73.5	94.1	93.7
40	氯苯啶啉醇	88.5	77.4	94.1
41	苯硫威	80.7	96.1	102.0
42	丰索磷	99.1	103.4	100.7
43	倍硫磷	72.9	78.8	93.1
44	氟戊菊酯	91.1	96.0	101.3
45	氟酰胺	111.2	89.3	93.8
46	地虫硫磷	88.1	92.7	103.6
47	安硫磷	88.5	94.1	108.4
48	噻唑磷	76.9	93.1	112.5
49	六氯苯	93.5	92.7	108.7
50	环啉酮	86.8	90.7	96.8

序号	化合物(中文)	回收率/%		
		0.01 mg/kg	0.02 mg/kg	0.05 mg/kg
51	抑霉唑	82.4	93.0	108.1
52	异稻瘟净	94.5	88.6	107.1
53	异柳磷	79.2	83.7	111.2
54	甲基异柳磷	67.2	78.1	81.3
55	异丙威	81.3	97.7	92.5
56	啶唑啉	76.1	83.5	102.0
57	醚菌酯	83.5	89.4	90.8
58	啶菌胺	86.4	97.1	94.7
59	地胺磷	66.0	81.7	87.3
60	甲霜灵	82.5	91.2	96.0
61	虫螨畏	74.9	91.7	83.6
62	甲胺磷	93.5	89.2	104.1
63	异丙甲草胺	88.6	87.1	102.5
64	啶草酮	94.6	98.1	106.3
65	速灭磷	73.8	91.6	94.2
66	禾草敌	86.3	87.0	102.2
67	久效磷	91.4	93.7	108.5
68	2,4'-滴滴滴	112.1	108.4	113.5
69	2,4'-滴滴涕	117.1	96.8	105.5
70	啶草酮	86.3	90.1	96.9
71	乙氧氟草醚	105.2	97.1	101.1
72	4,4'-滴滴滴	91.4	99.3	111.7
73	4,4'-滴滴伊	116.2	108.5	104.8
74	对氧磷	96.6	87.8	94.3
75	甲基对氧磷	91.3	82.5	90.9
76	对硫磷	109.1	98.7	93.5
77	戊菌唑	79.7	83.8	96.8
78	氟菊酯	88.7	99.2	92.9
79	甲拌磷砒	65.6	96.0	109.6
80	甲拌磷亚砒	66.1	73.1	76.4
81	增效醚	85.7	101.7	96.4
82	啶草磷	101.7	106.3	107.5
83	抗蚜威	87.9	92.0	88.0
84	甲基啶啉磷	83.5	97.4	108.4
85	丙草胺	91.8	87.2	111.0
86	环丙氟灵	76.3	91.9	96.7
87	扑灭氟灵	96.3	98.9	100.2
88	胺丙畏	76.4	89.8	96.7
89	残杀威	103.5	117.6	105.1
90	吡菌磷	68.2	85.1	78.1
91	啶螨灵	73.5	93.6	107.9
92	吡丙醚	96.4	82.7	91.8
93	啶硫磷	89.5	102.8	97.3
94	啶氧灵	71.7	89.5	104.2
95	治螟磷	85.1	96.1	112.9
96	戊唑醇	73.3	94.7	103.1
97	吡螨胺	85.5	98.7	104.4
98	丁基啶啉磷	76.3	98.1	99.6
99	特丁硫磷砒	77.3	96.1	85.2
100	特丁硫磷砒	82.1	87.5	91.6

序号	化合物(中文)	回收率/%		
		0.01 mg/kg	0.02 mg/kg	0.05 mg/kg
101	三氯杀螨砒	93.7	85.3	90.1
102	胺菊酯	102.9	117.4	105.5
103	禾草丹	91.5	87.6	106.3
104	三唑酮	75.2	100.1	93.3
105	三唑醇	68.2	87.2	112.7
106	野麦畏	77.9	65.3	93.8
107	三唑磷	86.8	97.5	114.2
108	脲菌酯	87.6	97.5	101.6
109	乙烯菌核利	71.6	77.9	82.5
110	氟丙菊酯	91.6	107.4	110.3
111	艾氏剂	108.6	113.2	105.8
112	莠灭净	98.0	115.6	98.7
113	阿特拉通	91.8	93.9	106.2
114	莠去津	90.4	112.7	106.5
115	益棉磷	68.5	72.3	91.8
116	氟丁酰草胺	85.8	93.1	118.1
117	苯霜灵	112.6	93.7	99.0
118	乙丁氟灵	72.4	92.8	113.7
119	β-六六六	98.4	102.6	97.5
120	甲拌除草醚	86.5	89.1	95.5
121	联苯	90.8	112.4	107.5
122	乙基溴硫磷	78.3	96.1	89.7
123	丁草胺	82.8	91.7	104.6
124	抑草磷	85.3	97.4	90.7
125	克百威	66.2	78.3	79.5
126	反式-氯丹	91.7	81.4	93.5
127	杀螨酯	67.5	82.8	90.1
128	毒虫畏	101.4	105.2	103.3
129	乙酯杀螨醇	91.8	86.7	99.2
130	氯苯甲醚	82.8	93.7	102.9
131	氯苯胺灵	115.6	107.4	108.2
132	毒死蜱	91.2	98.3	112.5
133	甲基毒死蜱	118.7	116.2	103.8
134	异噁草酮	69.3	72.4	97.9
135	蝇毒磷	82.4	90.0	97.7
136	氟氯氟菊酯	92.0	88.5	92.6
137	环丙唑醇	106.8	112.3	104.5
138	啶菌环胺	83.6	83.4	84.7
139	δ-六六六	106.7	112.8	93.8
140	敌草净	92.3	98.6	96.9
141	二嗪磷	83.5	97.7	91.7
142	禾草灵	85.0	88.0	93.1
143	百治磷	92.8	99.9	103.6
144	狄氏剂	102.7	112.2	100.1
145	苯醚甲环唑	91.5	105.7	95.0
146	烯唑醇	72.5	87.6	91.1
147	二苯胺	102.4	108.1	95.5
148	异丙净	91.0	99.7	108.2
149	硫草敌	81.6	85.4	86.3
150	乙硫磷	97.1	89.9	93.8

表1菠菜样品加标回收率实验结果

序号	化合物(中文)	回收率/%		
		0.01 mg/kg	0.02 mg/kg	0.05 mg/kg
151	乙氧喹草黄	79.1	102.5	114.6
152	乙螨唑	74.0	92.2	104.9
153	土菌灵	81.0	96.8	99.5
154	乙嘧硫磷	102.7	111.0	106.8
155	伐灭磷	68.5	62.4	71.3
156	腈苯唑	82.4	84.9	96.9
157	杀螟硫磷	81.5	82.4	88.9
158	仲丁威	69.1	72.0	83.3
159	甲氧菊酯	102.1	111.3	105.8
160	倍硫磷砒	91.2	97.7	97.3
161	倍硫磷亚砒	63.6	77.9	82.4
162	氟虫腈	92.1	89.7	97.1
163	吡氟禾草灵	73.3	90.4	86.0
164	氟氰戊菊酯	95.8	113.6	104.1
165	咯菌腈	69.0	77.4	77.7
166	三氟硝草醚	82.6	93.0	78.0
167	氟啶唑	85.1	88.1	99.3
168	氟胺氰菊酯	82.7	93.9	104.7
169	γ-六六六	91.6	103.8	101.2
170	己唑醇	67.3	90.7	109.6
171	异菌脲	85.7	76.1	96.7
172	氯唑磷	81.7	92.6	113.5
173	水胺硫磷	94.6	98.7	99.1
174	氧异柳磷	82.6	91.8	92.5

序号	化合物(中文)	回收率/%		
		0.01 mg/kg	0.02 mg/kg	0.05 mg/kg
175	稻瘟灵	103.1	95.2	98.5
176	高效氟氯菊酯	91.6	98.4	102.7
177	溴苯腈	86.5	93.7	99.8
178	马拉氧磷	81.2	82.1	85.5
179	马拉硫磷	90.0	93.9	106.1
180	苯噻酰草胺	95.7	101.0	108.3
181	杀扑磷	68.7	91.7	103.8
182	烯虫酯	85.2	100.2	111.1
183	甲氧滴滴涕	89.9	98.9	103.3
184	绿谷隆	93.6	95.8	89.7
185	腈菌唑	90.6	91.4	105.6
186	二溴磷	92.3	91.7	99.8
187	敌草胺	89.5	76.4	93.1
188	除草醚	101.7	118.4	109.0
189	2,4'-滴滴伊	107.2	106.1	97.5
190	氧乐果	81.2	97.1	102.6
191	噁霜灵	93.1	89.7	90.3
192	4,4'-滴滴涕	114.8	107.6	110.3
193	多效唑	80.1	86.3	92.8
194	甲基对硫磷	98.1	95.3	91.2
195	二甲戊灵	95.0	101.5	95.7
196	五氯苯胺	91.8	89.9	96.8
197	五氯硝基苯	90.1	86.2	93.7
198	甲拌磷	77.1	107.4	95.8

序号	化合物(中文)	回收率/%		
		0.01 mg/kg	0.02 mg/kg	0.05 mg/kg
199	伏杀硫磷	71.8	78.9	89.2
200	硫环磷	68.9	72.4	78.1
201	亚胺硫磷	88.6	95.6	91.7
202	磷胺	112.4	118.7	108.5
203	噻啉磷	102.2	109.1	107.3
204	腐霉利	77.8	101.1	94.1
205	丙溴磷	74.8	89.6	88.6
206	扑草净	115.0	104.1	103.5
207	炔苯酰草胺	89.5	86.2	97.4
208	敌稗	82.6	97.3	107.1
209	丙环唑	85.1	89.1	93.8
210	丙硫磷	76.4	72.4	90.0
211	哒嗪硫磷	66.5	98.1	93.6
212	啉霉胺	85.3	90.2	84.5
213	皮蝇磷	86.3	92.0	92.1
214	西玛津	103.4	112.6	115.8
215	四氯硝基苯	106.5	92.1	93.6
216	特丁津	94.1	91.2	103.3
217	特丁净	91.7	82.7	103.6
218	杀虫畏	68.5	81.4	98.3
219	四氯醚唑	76.3	89.2	101.0
220	虫线磷	92.4	100.2	110.3
221	甲基立枯磷	87.1	91.5	88.2
222	毒壤磷	72.3	86.4	81.7

应用编号：AF10205

牛奶中农药残留的分析方法

本实验建立了牛奶中农残的前处理方法，采用QuEChERS方法结合气相色谱串联质谱（GC-MS）对牛奶中的22种农药进行了测定，外标法定量。结果表明，当加标量为0.025 mg/kg时，回收率在60%~120%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5054-1
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PA1011

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS Plus
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称取5 g牛奶样品，置于50 mL离心管中

提取

- 加入5 mL水，再加入10 mL 0.1%的乙酸乙腈溶液(V/V)，再加入MS-Q提取包(P/N: MS-MG5054-1)，振荡1 min，8000 r/min离心5 min，取上层清液作为待净化液

净化

- 转移上层清液8 mL至MAS-Q净化管中(P/N: MS-9PA1011)，振荡使样品与填料均匀分散，8000 r/min离心5 min

过滤

- 准确量取上清液4 mL于40°C下氮吹至近干，用正己烷定容至1 mL，涡旋混匀，用0.22 μm的尼龙针式过滤器过滤，待检测

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS Plus
货号：7HG-G030-11
载气：氦气，纯度≥99.999%
柱温：初温40°C，保持1 min，以30°C/min升至130°C，再以5°C/min升至250°C，再以10°C/min升温至300°C，保持5 min
进样口温度：250 °C
进样方式：不分流进样
进样量：1 μL

实验结果

表1 牛奶样品加标回收率实验结果

序号	化合物(中文)	保留时间/min	平均回收率%	变异系数/%
1	二苯胺	12.620	91.3	3.9
2	灭线磷	12.720	68.2	6.3
3	甲拌磷	13.817	73.8	3.0
4	甲基毒死蜱	17.374	92.3	9.9
5	甲基嘧啶磷	18.541	90.6	4.6
6	毒死蜱	19.180	80.1	8.1
7	丁苯吗啉	19.524	81.0	12.3
8	丙溴磷	22.773	110.4	9.4
9	氟硅唑	23.158	118.8	7.3
10	噻嗪酮	23.200	89.4	8.2
11	啶氧灵	25.569	86.5	10.5
12	炔螨特	26.446	94.8	4.2

序号	化合物(中文)	保留时间/min	平均回收率%	变异系数/%
13	联苯菊酯	27.702	77.4	6.1
14	咪唑菌酮	27.972	98.2	5.9
15	氯氟氰菊酯	29.196	96.0	7.5
16	高效氯氟氰菊酯	29.491	104.7	4.3
17	氰戊菊酯	32.984	96.0	13.0
18	S-氰戊菊酯	33.240	98.6	4.3
19	氯苯胺灵	13.211	91.8	1.2
20	丙环唑1	25.573	102.9	7.1
21	丙环唑2	25.789		
22	双甲脒	29.413	98.6	3.7
23	联苯三唑醇	30.544	76.2	9.4

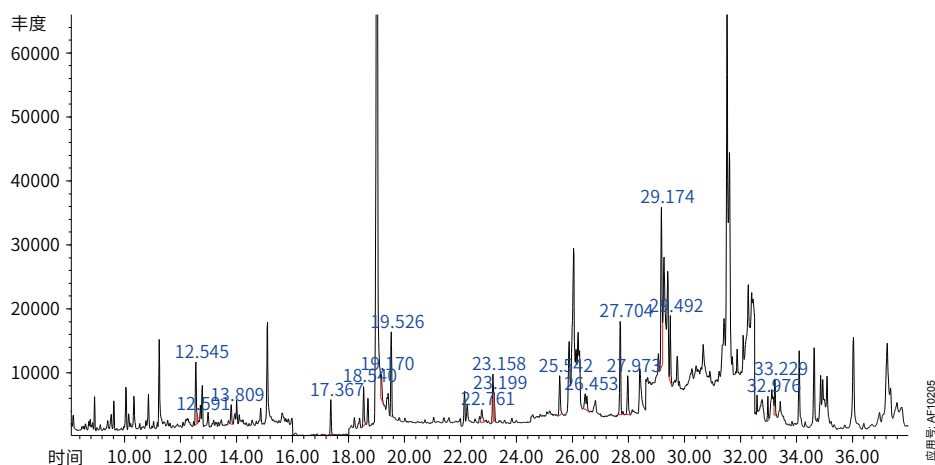


图1 牛奶基质加标GC-MS谱图 (添加浓度0.025 mg/kg)

应用编号：AF10002

(AOAC 2007.01) 白菜、苹果中152种农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.03 mg/kg时，回收率在60%~110%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称15 g白菜、苹果样品分别于50 mL离心管

提取

- 加15 mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PA0203)
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取上清液过0.22 μm尼龙滤膜

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包

P/N: MS-MG5052

产品名称：MAS-Q净化管

P/N: MS-9PA0203

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18

P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18

规格：5 μm，150 Å，2.1×150 mm

货号：VS951502-0

流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液

流动相B：0.1%甲酸乙腈

柱温：30 °C

进样量：10 μL

梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.3	1
3.00	0.3	30
6.00	0.3	40
9.00	0.3	40
15.00	0.3	60
19.00	0.3	99
23.00	0.3	99
23.01	0.3	1
40.00	0.3	1

实验结果

表1白菜、苹果加标回收实验结果 (添加水平0.03 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	苹果		白菜		RT/min	序号	化合物(中文)	化合物(英文)	苹果		白菜		RT/min
			平均回收率%	RSD %	平均回收率%	RSD %					平均回收率%	RSD %			
1	杀虫脒	Chlordimeform	81.5	7.0	88.6	7.1	1.4	46	甲萘威	Carbaryl	78.0	5.8	67.4	2.2	18.2
2	涕灭威亚砷	Aldicarb-sulfoxide	85.6	4.4	83.5	5.1	12.0	47	敌草隆	Diuron	83.4	6.2	75.0	8.7	18.3
3	呋虫胺	Dinotefuran	99.3	1.6	94.6	8.6	12.1	48	氟草隆	Fluometuron	78.8	0.5	75.0	5.3	18.3
4	涕灭威	Aldicarb-sulfone	81.0	8.9	73.2	7.1	12.2	49	萎锈灵	Carboxin	78.6	9.6	70.7	9.3	18.4
5	杀线威	Oxamyl	86.0	4.0	84.0	8.3	12.7	50	酰肼磺隆	Amidosulfuron	92.0	9.6	86.1	7.1	18.4
6	砒吸磷	Demeton-S-methyl sulfoxide	105.1	4.9	97.7	9.1	12.9	51	氯磺隆	Chlorsulfuron	82.3	7.1	79.7	6.9	18.5
7	久效磷	Monocrotophos	86.2	5.3	93.5	8.7	13.1	52	绿谷隆	Monolinuron	92.2	7.3	86.9	8.1	18.5
8	敌百虫	Trichlorfon	81.3	3.9	91.3	9.7	13.3	53	啉啉环胺	Cyprodinil	79.5	4.6	90.9	8.9	18.5
9	久效威亚砷	Thiofanox-sulfoxide	85.7	6.9	85.0	3.2	13.9	54	乙硫苯威	Ethiofencarb	96.0	9.0	107.2	6.3	18.5
10	噻虫胺	Clothianidin	79.6	3.5	67.0	9.1	14.3	55	砒啉磺隆	Rimsulfuron	79.3	4.9	106.4	7.1	18.5
11	乐果	Dimethoate	91.5	3.2	75.2	8.4	14.5	56	氯吡啶	Forchlorfenuron	83.9	7.0	66.6	7.7	18.7
12	久效威砒	Thiofanox-sulfone	81.9	4.0	74.0	9.1	14.6	57	胺苯磺隆	Ethametsulfuron-methyl	90.4	9.0	75.3	9.9	18.8
13	咪草酸甲酯	Imazamethabenz Methyl	97.4	7.7	66.4	7.5	15.0	58	福拉比	Furametpyr	84.5	6.4	80.2	7.0	18.9
14	啶虫脒	Acetamiprid	69.5	2.2	64.4	5.6	15.2	59	异丙隆	Isoproturon	104.4	7.5	71.9	6.8	19.1
15	霜脲氰	Cymoxanil	71.0	8.2	72.8	4.9	15.2	60	二甲噻酚	Dimethirimol	84.2	1.8	109.7	7.6	19.3
16	啉啉磺草胺	Flumetsulam	93.8	9	106.2	6.9	15.3	61	磺草唑胺	Metosulam	82.3	7.9	79.6	5.4	19.3
17	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	94.5	2.8	63.0	5.0	15.5	62	乙噻吩磺酸酯	Bupirimate	93.4	2.5	109.1	8.0	19.3
18	涕灭威	Aldicarb	97.2	2.5	83.5	8.7	15.8	63	四唑啉磺隆	Azimsulfuron	91.2	5.7	75.5	7.4	19.4
19	双酰草胺	Carbetamide	66.0	6.2	68.6	5.5	16.0	64	甲基二磺隆	Mesosulfuron-methyl	92.0	0.4	88.2	9.2	19.4
20	咪唑乙烟酸	Imazethapyr	83.0	5.8	60.6	8.6	16.0	65	氧环唑	Azaconazole	76.7	7.1	83.0	0.7	19.8
21	丁噻隆	Tebuthiuron	101.2	5	75.3	6.2	16.1	66	氟吗啉	Flumorph	95.8	8.3	82.2	8.6	19.8
22	噻虫啉	Thiacloprid	101.1	8.4	65.1	6.3	16.1	67	内吸磷	Demeton	83.8	2.5	75.6	9.9	19.9
23	丁苯吗啉	Fenpropimorph	108.2	8.9	88.1	3.7	16.2	68	硫菌灵	Thiophanate	88.2	5.8	77.1	8.4	20.3
24	磷胺	Phosphamidon	97.9	8.2	98.4	8.8	16.2	69	氯酯磺草胺	Cloransulam-methyl	83.4	9.1	77.8	5.2	20.3
25	辛硫磷	Phoxim	75.5	8.0	99.6	9.5	16.2	70	乙黄隆	Sulfosulfuron	101.8	9.8	92.8	3.4	20.3
26	螺环菌胺	Spiroxamine	85.4	6.4	102.9	7.9	16.2	71	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	97.3	5.2	69.0	7.8	20.6
27	速灭威	Metolcarb	90.5	4.2	107.4	6.9	16.3	72	苄噻磺隆	Bensulfuron-methyl	66.8	2.3	70.9	6.5	20.6
28	异噁隆	Isouron	87.3	6.6	74.5	5.8	16.6	73	啉啉磺隆	Nicosulfuron	99.2	5.5	81.2	9.0	20.6
29	噻苯隆	Thidiazuron	83.2	5.2	70.3	9.4	16.6	74	丰索磷	Fensulfothion	86.3	9.1	74.4	8.2	20.7
30	氰草津	Cyanazine	109.1	3.9	69.9	7.9	16.7	75	啉啉磺隆	Flazasulfuron	97.3	9.8	77.8	7.2	20.8
31	甲基内吸磷	Demeton-S-methyl	79.0	9.3	88.7	7.9	16.9	76	双氯磺草胺	Diclosulam	85.3	2.6	84.3	4.0	20.9
32	甲酰氨基噻磺隆	Foramsulfuron	87.0	4.1	94.5	7.7	16.9	77	啉啉磺隆	Imazosulfuron	103.8	9.6	62.0	6.9	20.9
33	甲基吡啶磷	Azamethiphos	78.2	7.1	101.7	5.0	17.0	78	乙基多杀菌素	Spinetoram	80.8	4.5	81.0	8.5	21.1
34	甲基硫菌灵	Thiophanate-methyl	90.0	4.3	92.7	9.3	17.2	79	丙苯磺隆	Propoxycarbazone	76.3	2.9	91.8	7.3	21.3
35	环草定	Lenacil	78.6	9.8	82.6	8.6	17.2	80	甲硫威	Methiocarb	105.3	9.2	74.6	8.4	21.3
36	咪唑啉喹酸	Imazaquin	85.9	6.9	74.0	9.0	17.3	81	甲基磺隆	Iodosulfuron-methyl	70.6	7.8	76.4	8.3	21.4
37	噻吩磺隆	Thifensulfuron-methyl	81.3	6.7	75.6	6.5	17.3	82	乙霉威	Diethofencarb	97.8	1.9	68.9	5.6	21.4
38	克百威	Carbofuran	61.9	4.0	75.8	8.8	17.4	83	利谷隆	Linuron	82.0	0.2	68.9	4.3	21.5
39	噻磺隆	Cinosulfuron	93.0	4.3	77.2	9.0	17.7	84	咪鲜胺	Prochloraz	97.4	9.4	75.7	9.4	21.5
40	胺苯磺隆	Metsulfuron-methyl	90.9	3.1	75.3	9.9	17.7	85	甜菜安	Desmedipham	90.1	3.0	66.4	5.3	21.7
41	双氟磺草胺	Florasulam	78.8	6.8	78.9	4.5	17.8	86	甜菜宁	Phenmedipham	109.4	2.2	66.4	8.3	21.8
42	甲基苯噻隆	Methabenzthiazuron	77.4	7.0	74.8	9.8	18.0	87	乙虫腈	Ethiprole	76.0	3.6	75.4	6.5	21.9
43	硫双威	Thiodicarb	96.5	1.8	60.3	7.0	18.1	88	猛杀威	Promecarb	76.6	0.8	86.9	8.8	21.9
44	噻苯磺隆	Triasulfuron	74.1	9.4	69.7	8.6	18.1	89	烯霉威	Iprovalicarb	84.1	0.9	84.7	7.5	22.1
45	绿麦隆	Chlortoluron	87.5	9.8	69.7	6.0	18.2	90	氟磺隆	Prosulfuron	92.6	8.2	74.1	8.3	22.2

应用编号：AF10002

表1白菜、苹果加标回收实验结果（添加水平0.03 mg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	苹果		白菜		RT/min
			平均回收率%	RSD %	平均回收率%	RSD %	
91	吡嘧磺隆	Pyrazosulfuron-ethyl	97.0	8.6	80.6	8.0	22.2
92	甲基对氧磷	Paraoxon-methyl	89.7	5.7	85.9	3.6	22.5
93	苯线磷	Fenamiphos	76.4	1.0	81	8.9	22.6
94	螺虫乙酯	Spirotetramat	78.6	8.9	78.9	9.1	22.6
95	枯草隆	Chloroxuron	66.3	6.4	77.5	5.2	22.7
96	二苯隆	Cumyluron	99.5	3.6	74.5	7.7	22.7
97	苯噻草胺	Mefenacet	92.9	3.1	82.3	7.4	22.7
98	环吡氟酰胺	Fenhexamid	82.6	4.8	78.2	6.2	22.7
99	嘧菌胺	Mepanipyrim	95.8	6.1	75.5	8.2	22.8
100	氟吡嘧磺隆	Halosulfuron Methyl	80.3	8.2	80.6	7.6	22.9
101	嘧菌酯	Azoxystrobin	69.3	1.4	74.2	1.7	23.0
102	啶酰菌胺	Boscalid	95.4	5.1	76.4	9.6	23.0
103	氟吡菌胺	Fluopicolide	86.0	5.7	85.7	4.5	23.3
104	双炔酰菌胺	Mandipropamid	90.9	9.7	74.9	5.8	23.4
105	异丙甲草胺	Metolachlor	87.7	9.2	86.9	7.9	23.5
106	氟胺磺隆	Triflusulfuron-methyl	89.9	9.7	69.8	9.5	23.5
107	除虫脲	Diflubenzuron	79.5	3.3	76.1	7.7	23.7
108	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	78.3	2.8	76.5	4.9	23.7
109	环丙嘧磺隆	Cyclosulfamuron	79.6	5.0	83.2	9.5	23.9
110	啶嘧菌胺	Ametoctradin	92.9	7.1	75.5	7.1	24.0
111	啶草胺	Cafenstrole	107.4	8.7	80.9	6.2	24.1
112	噻吩草胺	Thenylchlor	89.5	5.8	80.6	5.0	24.1
113	腈苯唑	Fenbuconazole	95.4	5.1	78.8	9.5	24.2
114	灭幼脲	Chlorbenzuron	97.8	4.5	66.7	7.2	24.2
115	苯氧威	Fenoxycarb	104.9	3.1	76.5	8.0	24.3
116	鱼藤酮	Rotenone	98.7	6.1	67.4	8.3	24.4
117	敌瘟磷	Edifenphos	88.6	1.6	72.5	3.5	24.5
118	棉铃威	Alanycarb	66.8	2.4	61.0	4.3	24.6
119	虫酰肼	Tebufenozide	109.1	9.3	80.6	5.0	24.7
120	异丙草胺	Propisochlor	81.1	4.1	88.7	7.2	24.8
121	氟噻甲草胺	Fluthiacet-Methyl	99.1	2.3	74.5	6.1	24.9
122	苜草唑	Pyrazoxyfen	101.9	9.9	84.4	7.0	24.9

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	苹果		白菜		RT/min
			平均回收率%	RSD %	平均回收率%	RSD %	
123	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	91.0	4.3	71.7	9.4	25.1
124	氟虫双酰胺	Flubendiamide	91.2	1.0	77.9	6.1	25.1
125	杀铃脲	Triflumuron	103.4	7.3	83.9	9.0	25.2
126	吡唑硫磷	Pyraclufos	83.9	3.5	78.6	7.9	25.3
127	地散磷	Bensulide	74.7	2.6	73.5	7.6	25.6
128	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	72.4	4.8	72.8	6.5	25.6
129	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	97.8	3.3	75.1	7.5	25.7
130	四螨嗪	Clofentezine	70.9	9.6	68.8	8.6	25.8
131	戊菌隆	Pencycuron	87.8	4.7	81.9	6.0	25.8
132	苯醚甲环唑	Difenoconazole	89.1	1.3	77.2	9.1	25.8
133	蝇毒磷	Coumaphos	87.8	7.2	81.6	7.0	25.9
134	噻草酮	Cycloxydim	85.8	7.0	69.3	9.8	26.0
135	氟吡甲禾灵	aloxypop-R-methyl	91.8	9.0	85.9	7.4	26.1
136	吡氟酰草胺	Diflufenican	71.7	7.5	79.4	6.9	26.2
137	氟铃脲	Hexaflumuron	90.2	8.1	89.1	8.8	26.2
138	噁唑磷	Isoxathion	96.7	8.0	77.3	4.6	26.2
139	茚虫威	Indoxacarb	95.8	8.3	67.2	9.0	26.3
140	唑禾灵	Quizalofop-ethyl	86.9	5.5	76.9	6.5	26.3
141	烯草酮	Clethodim	74.1	2.0	67.1	3.8	26.4
142	烯禾啶	Sethoxydim	92.6	6.3	68.3	1.6	26.5
143	亚胺唑	Imibenconazole	89.2	8.2	70.7	9.9	26.6
144	吡啶啉草酯	Cinidon-ethyl	78.5	1.3	72.3	9.4	26.7
145	呋线威	Furathiocarb	81.9	3.0	86.9	7.7	26.7
146	三甲苯草酮	Tralkoxydim	74.0	2.8	68.3	8.9	26.9
147	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodium	75.3	9.8	69.2	9.1	27.3
148	双硫磷	Temephos	74.2	2.2	65.6	8.0	27.3
149	氟虫脲	Flufenoxuron	73.2	9.8	72.7	5.9	27.3
150	仲丁灵	Butralin	75.5	8.0	107.1	6.6	27.4
151	螺甲螨酯	Spiromesifen	79.6	3.0	74.8	9.5	28.0
152	丁硫克百威	Carbosulfan	84.5	5.3	77.0	9.9	29.0

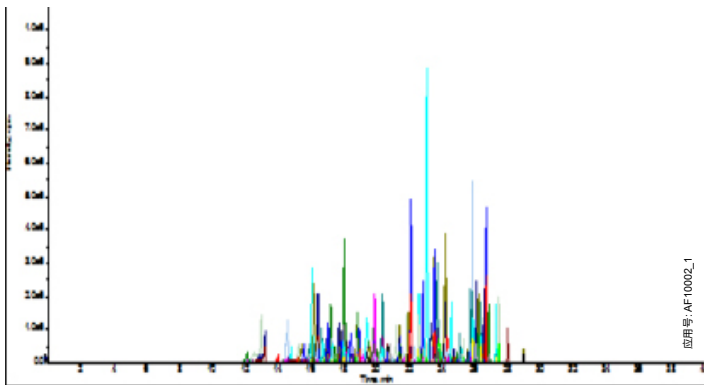


图1 白菜样品加标LC-MS谱图（添加水平0.03 mg/kg）

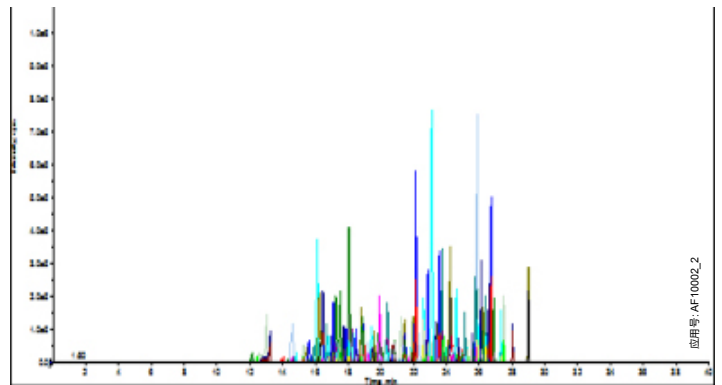


图2 苹果样品加标LC-MS谱图（添加水平0.03 mg/kg）

(AOAC 2007.01) 红茶中146种农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.1 mg/kg时，回收率在60%~110%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称2 g 红茶粉于50 mL离心管
- 加10 mL水浸泡1 h

提取

- 加15 mL 0.1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N:MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

净化

- 取10 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0253)
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取5 mL上清液40°C氮吹至近干
- 1 mL乙腈:水(V/V=3:2)复溶，0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5052
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PP0253

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS931502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18
规格：3 μm，150 Å，2.1×150 mm
货号：VS931502-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
流动相B：0.1%甲酸乙腈
柱温：30 °C
进样量：10 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.3	1
3.00	0.3	30
6.00	0.3	40
9.00	0.3	40
15.00	0.3	60
19.00	0.3	99
23.00	0.3	99
23.01	0.3	1
40.00	0.3	1

应用编号: AF10055

实验结果

表1红茶样品加标回收实验结果 (添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	涕灭威亚砷	Aldicarb-sulfoxide	82.6	3.4	12.0
2	多菌灵	Carbendazim	96.3	8.5	12.0
3	呋虫胺	Dinotefuran	68.7	3.0	12.1
4	氟啶虫酰胺	Fonicamid	89.5	3.9	12.4
5	杀线威	Oxamyl	86.6	2.9	12.7
6	砒吸磷	Demeton-S-methyl sulfoxide	50.3	6.2	12.9
7	久效磷	Monocrotophos	77.9	3.9	13.1
8	抗蚜威	Pirimicarb	61.6	2.1	13.1
9	敌百虫	Trichlorfon	101.6	5.2	13.3
10	久效威亚砷	Thiofanox-sulfoxide	69.1	6.4	13.9
11	蚜灭磷	Vamidotion	83.2	2.7	14.1
12	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	86.81	9.8	14.2
13	杀虫脒	Chlordimeform	108.6	2.4	14.3
14	噻虫胺	Clothianidin	75.0	5.1	14.3
15	氯草敏	Chloridazon	74.8	9.6	14.5
16	乐果	Dimethoate	87.0	8.8	14.5
17	久效威砷	Thiofanox-sulfone	91.5	9.5	14.6
18	咪草酸	Imazamethabenz Methyl	75.2	1.7	15.0
19	啶虫脒	Acetamiprid	78.1	6.2	15.2
20	霜脲氧	Cymoxanil	87.8	5.6	15.2
21	唑啶磺草胺	Flumetsulam	77.5	1.7	15.3
22	硫环磷	Phosfolan	87.9	3.2	15.4
23	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	86.9	1.2	15.5
24	涕灭威	Aldicarb	70.5	2.7	15.8
25	双酰草胺	Carbetamide	91.1	2.5	16.0
26	氟苯脲	Tebuthiuron	80.8	6.5	16.1
27	噻虫啉	Thiacloprid	70.4	7.8	16.1
28	丁苯吗啉	Fenpropimorph	74.0	8.5	16.2
29	磷胺	Phosphamidon	89.8	8.0	16.2
30	辛硫磷	Phoxim	80.2	9.6	16.2
31	螺环菌胺	Spiroxamine	62.3	5.4	16.2
32	速灭威	Metolcarb	90.7	3.0	16.3
33	异噁隆	Isouron	83.8	3.8	16.6
34	噻苯隆	Thidiazuron	63.9	3.2	16.6
35	氰草津	Cyanazine	75.6	4.3	16.7
36	甲基内吸磷	Demeton-S-methyl	64.2	4.6	16.9
37	甲酰氨基噻磺隆	Foramsulfuron	70.1	1.3	16.9
38	甲基吡啶磷	Azamethiphos	75.9	2.3	17.0
39	环草定	Lenacil	68.8	7.3	17.2
40	噻吩磺隆	Thifensulfuron-methyl	71.5	6.7	17.3
41	克百威	Carbofuran	87.1	7.9	17.4
42	醚磺隆	Cinosulfuron	68.2	1.4	17.7
43	甲磺隆	Metsulfuron-methyl	71.9	8.7	17.7
44	双氟磺草胺	Florasulam	87.0	5.6	17.8
45	甲基苯噻隆	Methabenzthiazuron	74.4	2.0	18.0
46	硫双威	Thiodicarb	66.6	3.9	18.1
47	醚苯磺隆	Triasulfuron	70.3	8.7	18.1
48	甲萘威	Carbaryl	84.0	2.6	18.2

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
49	绿麦隆	Chlortoluron	79.2	5.1	18.2
50	敌草隆	Diuron	80.5	7.7	18.3
51	氟草隆	Fluometuron	80.5	1.1	18.3
52	酰嘧磺隆	Amidosulfuron	80.6	7.8	18.4
53	氯磺隆	Chlorsulfuron	70.1	6.0	18.5
54	噻菌环胺	Cyprodinil	81.2	5.3	18.5
55	绿谷隆	Monolinuron	83.4	4.6	18.5
56	砒嘧磺隆	Rimsulfuron	77.9	5.3	18.5
57	氯吡啶	Forchlorfenuron	60.9	5.2	18.7
58	胺苯磺隆	Ethametsulfuron-methyl	64.8	8.7	18.8
59	福拉比	Furametypr	72.8	1.9	18.9
60	异丙隆	Isoproturon	77.9	2.5	19.1
61	乙嘧酚磺酸酯	Bupirimate	66.9	7.1	19.3
62	二甲噻酚	Dimethirimol	62.1	3.9	19.3
63	磺草唑胺	Metosulam	80.1	4.5	19.3
64	四唑啉磺隆	Azimsulfuron	71.1	4.6	19.4
65	甲基二磺隆	Mesosulfuron-methyl	65.0	12.6	19.4
66	氧环唑	Azaconazole	69.1	4.5	19.8
67	氟吗啉	Flumorph	67.2	4.5	19.8
68	氯酯磺草胺	Cloransulam-methyl	70.4	2.5	20.3
69	乙黄隆	Sulfosulfuron	77.4	4.4	20.3
70	苄嘧磺隆	Bensulfuron-methyl	63.2	8.3	20.6
71	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	75.4	6.3	20.6
72	烟嘧磺隆	Nicosulfuron	65.8	2.0	20.6
73	丰索磷	Fensulfothion	70.0	7.1	20.7
74	啶嘧磺隆	Flazasulfuron	68.3	1.7	20.8
75	双氯磺草胺	Diclosulam	68.0	13.5	20.9
76	唑吡啉磺隆	Imazosulfuron	74.4	1.7	20.9
77	乙基多杀菌素	Spinetoram	65.9	6.3	21.1
78	甲硫威	Methiocarb	75.8	11.9	21.3
79	丙苯磺隆	Propoxycarbazone	69.2	8.2	21.3
80	乙霉威	Diethofencarb	78.1	4.5	21.4
81	甲基碘磺隆	Iodosulfuron-methyl	64.1	1.5	21.4
82	利谷隆	Linuron	78.2	4.0	21.5
83	咪鲜胺	Prochloraz	85.9	2.5	21.5
84	甜菜安	Desmedipham	66.9	12.9	21.7
85	甜菜宁	Phenmedipham	66.9	10.9	21.8
86	乙虫腈	Ethiprole	70.2	6.2	21.9
87	猛杀威	Promecarb	77.7	2.5	21.9
88	缙霉威	Iprovalicarb	73.9	1.0	22.1
89	氟磺隆	Prosulfuron	66.4	3.2	22.2
90	吡嘧磺隆	Pyrazosulfuron-ethyl	68.0	2.2	22.2
91	苯线磷	Fenamiphos	63.4	6.2	22.6
92	螺虫乙酯	Spirotetramat	70.2	1.7	22.6
93	枯草隆	Chloroxuron	70.1	5.1	22.7
94	二苯隆	Cumyluron	65.1	2.5	22.7
95	环酰菌胺	Fenhexamid	68.8	4.9	22.7
96	苯噻酰草胺	Mefenacet	74.8	7.2	22.7
97	噻菌胺	Mepanipyrim	62.7	2.5	22.8
98	氯吡啉磺隆	Halosulfuron Methyl	67.9	2.4	22.9

表1红茶样品加标回收实验结果 (添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
99	啉菌酯	Azoxystrobin	76.6	5.7	23.0
100	啉酰菌胺	Boscalid	65.1	3.0	23.0
101	氟吡菌胺	Fluopicolide	61.4	5.0	23.3
102	双炔酰菌胺	Mandipropamid	67.5	5.5	23.4
103	异丙甲草胺	Metolachlor	70.7	4.3	23.5
104	氟唑磺隆	Triflusaluron-methyl	65.6	2.2	23.5
105	除虫脲	Diflubenzuron	66.0	5.5	23.7
106	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	64.7	9.2	23.7
107	环丙唑磺隆	Cyclosulfamuron	62.2	3.5	23.9
108	唑啉菌胺	Ametoctradin	72.2	6.5	24.0
109	噻吩草胺	Thenylchlor	63.1	5.4	24.1
110	灭幼脲	Chlorbenzuron	80.2	12.3	24.2
111	腈苯唑	Fenbuconazole	64.1	2.3	24.2
112	苯氧威	Fenoxycarb	65.1	3.2	24.3
113	鱼藤酮	Rotenone	61.7	7.5	24.4
114	敌瘟磷	Edifenphos	64.9	3.7	24.5
115	毒草胺	Propisochlor	68.4	8.1	24.8
116	氟噻甲草胺	Fluthiacet-Methyl	68.1	5.5	24.9
117	苜草唑	Pyrazoxyfen	80.2	3.7	24.9
118	氟虫双酰胺	Flubendiamide	61.1	4.0	25.1
119	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	72.9	2.2	25.1
120	杀铃脲	Triflumuron	63.2	6.1	25.2
121	吡唑硫磷	Pyraclufos	72.4	2.5	25.3
122	地散磷	Bensulide	68.1	9.9	25.6
123	氯噻磺隆	Chlorimuron-ethyl	69.2	7.8	25.6

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
124	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	62.6	9.3	25.7
125	苯醚甲环唑	Difenoconazole	78.3	4.1	25.8
126	戊菌隆	Pencycuron	77.9	10.6	25.8
127	蝇毒磷	Coumaphos	61.1	3.3	25.9
128	氟吡甲禾灵	Haloxypop-R-methyl	63.4	2.3	26.1
129	吡唑酰草胺	Diflufenican	65.2	8.1	26.2
130	氟铃脲	Hexaflumuron	73.8	9.5	26.2
131	噁唑磷	Isoxathion	69.1	3.1	26.2
132	茚虫威	Indoxacarb	67.8	4.7	26.3
133	隆禾灵	Quizalofop-ethyl	62.5	6.6	26.3
134	亚胺唑	Imibenconazole	60	5.9	26.6
135	吲哚萘草酯	Cinidon-ethyl	65.0	8.9	26.7
136	呋线威	Furathiocarb	63.8	3.1	26.7
137	三甲苯草酮	Tralkoxydim	64.1	5.7	26.9
138	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodium	106.9	6.4	27.3
139	氟虫脲	Flufenoxuron	76.3	6.1	27.3
140	双硫磷	Temephos	75.5	10.9	27.3
141	仲丁灵	Butralin	79.2	4.5	27.4
142	氟啶脲	Chlorfluazuron	60.4	2.4	27.6
143	唑螨酯	Fenpyroximate	66.2	7.5	27.7
144	螺甲螨酯	Spiromesifen	64.9	7.6	28.0
145	哒草特	Pyridate	62.6	9.9	29.0
146	内吸磷	Demeton	60.2	8.9	30.0

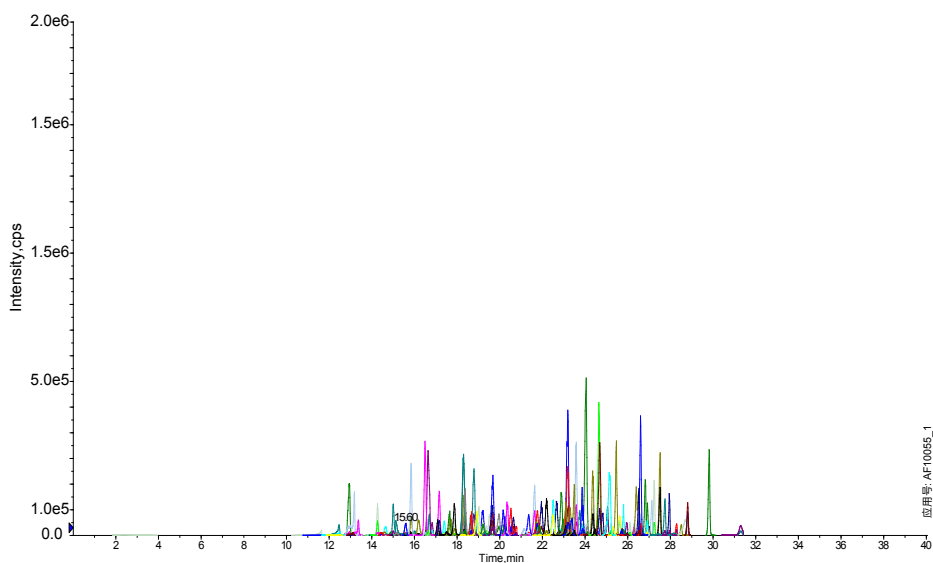


图1 红茶样品加标LC-MS/MS谱图 (添加水平0.1 mg/kg)

应用编号：AF10081

(AOAC 2007.01) 绿茶中70种有机磷农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-GC-FPD方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.1 mg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称3 g绿茶粉于50 mL离心管中
- 加10 mL水，静置1h

提取

- 加15 mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0250)
- 涡旋振荡1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包

P/N: MS-MG5052

产品名称：MAS-Q净化管

P/N: MS-9PP0250

气相色谱产品

产品名称：ZB-1701P

P/N: 7HM-G012-11

色谱条件

色谱柱：ZB-1701P

规格：30 m × 0.32 mm × 0.25 μm

货号：7HM-G012-11

进样：不分流进样，250 °C，1 μL

载气：氮气，纯度≥99.999%

柱温箱程序：初始温度150°C，保持2 min，然后以8°C/min 升至210°C，再以5°C/min升至250°C，保持15 min

实验结果

表1绿茶样品加标回收率实验结果(添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	敌敌畏	Dichlorvos	74.4	4.1	4.5
2	乙酰甲胺磷	Acephate	105.7	0	5.9
3	虫线磷	Thionazin	81.5	1.3	6.3
4	百治磷	Dicrotophos	105.2	0.6	8.0
5	乙拌磷	Disulfoton	78.2	0.2	8.5
6	倍硫磷	Fenthion	115.1	0	11.0
7	灭蚜磷	Mecarbam	118.8	2.7	11.8
8	丙虫磷	Propaphos	113.8	1.2	12.3
9	灭菌磷	Ditalimfos	115.9	0.7	13.5
10	莎稗磷	Anilofos	107.6	3.4	18.9
11	亚胺硫磷	Phosmet	118.6	0.2	19.3
12	灭线磷	Ethoprophos	104.5	0.6	5.8
13	甲拌磷	Phorate	105.4	0.2	6.6
14	二嗪磷	Diazinon	94.8	1.5	7.6
15	地虫硫磷	Fonofos	107.2	1.1	7.9
16	异稻瘟净	Iprobenfos	97.1	1.5	8.5
17	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	101.2	0	9.3
18	杀螟硫磷	Fenitrothion	103.9	2.2	10.3
19	溴硫磷	Bromophos	89.8	2.0	10.9
20	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	91.1	1.2	11.59
21	丙溴磷	Profenofos	82.2	1.1	13.0
22	乙拌磷砒	Disulfoton sulfone	75.7	0.8	13.5
23	乙硫磷	Ethion	74.2	0.5	14.6
24	治螟磷	Sulfotepp	105.1	0.5	6.6
25	特丁硫磷	Terbufos	102.3	1.5	7.2
26	除线磷	Dichlofenthion	100.4	0.9	8.5
27	皮蝇磷	Fenclorophos	102.1	2.6	9.4
28	对硫磷	Parathion	99.1	1.0	10.4
29	异柳磷	Isofenphos	95.0	0.7	11.3
30	脱叶磷	Merphos	86.4	2.6	12.3
31	杀扑磷	Methidathion	81.1	6.5	13.3
32	虫螨磷1	Chlorthiophos	108.8	1.1	13.9
33	虫螨磷2	Chlorthiophos	97.3	4.1	14.1
34	虫螨磷3	Chlorthiophos	94.3	13.8	14.7
35	伐灭磷	Famphur	72.7	5.7	16.6
36	呱草磷	Piperophos	75.2	9.6	17.6
37	伏杀硫磷	Phosalone	80.2	4.3	19.0
38	速灭磷	Mevinphos	79.5	4.8	3.8
39	胺丙畏	Propetamphos	103.4	0.7	7.6
40	马拉硫磷	Malathion	103.8	3.7	10.5
41	水胺硫磷	Isocarbophos	104.5	2.7	11.5
42	喹硫磷	Quinalphos	101.7	0.5	12.0
43	丙硫磷	Prothiophos	104.5	1.8	12.4
44	杀虫畏	Tetrachlorvinphos	88.6	7.6	12.8
45	苯线磷	Fenamiphos	94.5	1.4	13.2
46	三硫磷	Carbophenothion	105.4	1.2	15.3

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
47	苯硫磷	EPN	93.4	3	17.9
48	乙拌磷亚砷	Disulfoton sulfoxide	70.2	3.4	2.6
49	内吸磷1	Demeton	80.7	0.5	5.4
50	内吸磷2	Demeton	105.8	1.5	8.2
51	乙啶硫磷	Etrimphos	102.9	1.2	8.8
52	氯唑磷	Isazofhos	104.1	0.9	9.8
53	甲基立枯磷	Toiclofos-methyl	100.6	2.6	11.2
54	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	95.6	1.0	12.1
55	特丁硫磷砒	Terbufos-Sulfone	70.0	0.7	12.4
56	噻唑硫磷	Fosthiazate	99.8	2.6	13.1
57	吡啶硫磷	Pyridaphenthione	77.4	13.8	18.6
58	蝇毒磷	Coumaphos	79.6	9.6	23.3
59	氧乙啶硫磷	Etrimfos-oxon	101.1	12.6	2.9
60	甲基内吸磷	Demetone-methyl	93.8	1.9	6.1
61	硫线磷	Cadusafos	91.4	14.7	6.4
62	丁基噻啶磷	Tebupirimphos	96.8	2.9	7.4
63	敌恶磷	Dioxathion	94.7	1.4	8.2
64	氧异柳磷	Isofenphos	96.3	1.3	10.8
65	甲拌磷砒	Phorat su	87.8	0.1	11.3
66	稻丰散	Phenthoate	99.1	0.6	12.4
67	碘硫磷	Iodofenphos	91.5	0.3	13.3
68	恶唑磷	Isoxathion	120.2	4.2	14.1
69	敌瘟磷	Ediphenphos	76.6	1.2	17.0
70	吡啶磷	Afugan	73.5	9.5	20.2

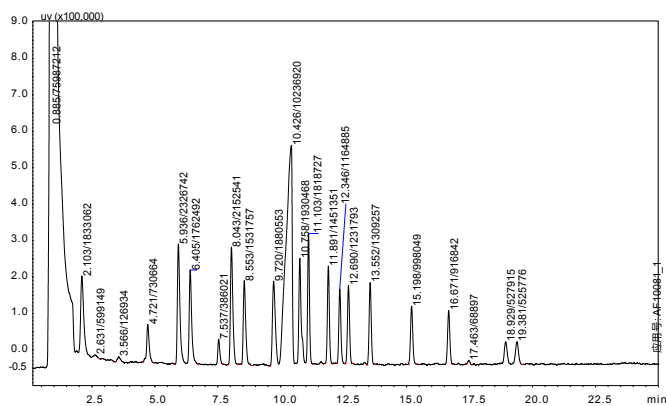


图1 绿茶样品加标GC谱图 (添加水平0.1 mg/kg)

应用编号：AF10085

(AOAC 2007.01) 油麦菜中29种有机磷农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.05 mg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称15 g已均质好的油麦菜样品于50 mL 离心管中

提取

- 加15 mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0265)
- 涡旋振荡1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包

P/N: MS-MG5052

产品名称：MAS-Q净化管

P/N: MS-9PP0265

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18

P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18

规格：5 μm，150 Å，2.1 × 150 mm

货号：VS951502-0

流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液

流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液

柱温：30 °C

进样量：10 μL

梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.3	5
1.00	0.3	5
8.00	0.3	60
15.00	0.3	99
19.00	0.3	99
19.01	0.3	5
30.00	0.3	5

实验结果

表1油麦菜样品加标回收率实验结果 (添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	敌百虫	Trichlorofon	97.8	2.5	10.0
2	灭线磷	Ethoprophos	91.4	11.8	12.0
3	甲拌磷	Phorate	78.3	3.7	13.5
4	二嗪磷	Diazinon	97.4	8.6	13.2
5	地虫硫磷	Fonofos	104.1	12.3	13.4
6	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	86.0	9.1	13.6
7	对氧磷	Paraoxon	110.1	5.0	10.9
8	杀螟硫磷	Fenitrothion	90.0	13.0	9.8
9	溴硫磷	Bromophos	108.7	1.7	12.2
10	丙溴磷	Profenofos	91.8	5.9	13.8
11	乙拌磷砷	Disulfoton sulfone	87.4	11.6	11.4
12	乙硫磷	Ethion	83.9	1.5	14.7
13	吡菌磷	Pyrazophos	112.9	2.9	13.3
14	敌敌畏	Dichlorvos	91.7	13.3	9.7
15	虫线磷	Thionazin	109.0	10.2	11.3
16	百治磷	Dicrotophos	107.0	11.5	7.4
17	乙拌磷	Disulfoton	72.0	10.8	13.6
18	乐果	Dimethoate	84.9	5.6	8.2
19	甲基对硫磷	Parathion-methyl	101.7	4.1	12.6
20	毒死蜱	Chlorpyrifos	70.3	8.0	14.6
21	倍硫磷	Fenthion	85.5	5.5	13.1
22	灭蚜磷	Mecarbam	90.2	14.6	12.7
23	丙虫磷	Propaphos	93.7	6.3	12.6
24	抑草磷	Butamifos	81.0	5.4	13.8
25	灭菌磷	Ditalimfos	92.0	2.9	12.4
26	硫丙磷	Sulprofos	77.7	8.7	14.8
27	三唑磷	Triazophos	113.5	13.5	12.4
28	莎稗磷	Anilofos	92.4	0.3	13.1
29	亚胺硫磷	Phosmet	93.2	13.1	11.8

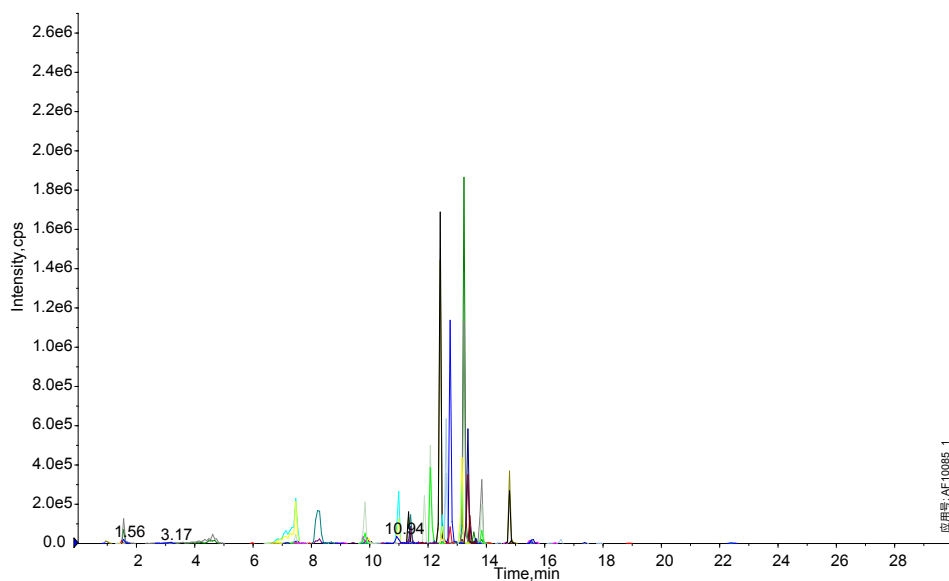


图1 油麦菜样品加标LC-MS谱图 (添加水平0.05 mg/kg)

应用编号：AF10114

(AOAC 2007.01) 橙子中12种有机氯农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-GC-ECD方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.075 mg/kg时，回收率在65%~90%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包

P/N: MS-MG5052

产品名称：MAS-Q净化管

P/N: MS-9PA1011

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS

P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称10 g均质好的橙子于50 mL离心管

提取

- 加15mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

净化

- 取10 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PA1011)
- 涡旋1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取2 mL上清液40°C氮吹至近干
- 1 mL丙酮定容，0.22 μm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS

规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号：7HG-G030-11

进样：不分流进样，250 °C，1 μL

载气：氮气，纯度≥99.999%

柱温箱程序：初始温度110°C，保持0.5 min，然后以15°C/min 升至320°C，保持5 min

实验结果

表1 橙子样品加标回收率实验结果 (添加水平0.075 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	α-六六六	α-HCH	74.2	3.9	5.906
2	β-六六六	β-HCH	79.0	5.9	6.376
3	γ-六六六	γ-HCH	88.5	0.7	6.524
4	δ-六六六	δ-HCH	78.8	3.8	6.757
5	七氯	Heptachlor	80.2	6.7	7.034
6	艾氏剂	Aldrin	73.0	4.5	7.425
7	p,p'-滴滴伊	p,p'-DDE	70.5	4.2	8.676
8	o,p'-滴滴涕	o,p'-DDT	77.7	8.7	9.177
9	异狄氏剂	Endrin	74.9	4.5	9.245
10	p,p'-滴滴滴	p,p'-DDD	75.0	8.1	9.384
11	β-硫丹	β-endosulfan	68.1	6.0	9.511
12	p,p'-滴滴涕	p,p'-DDT	76.7	3.5	9.711

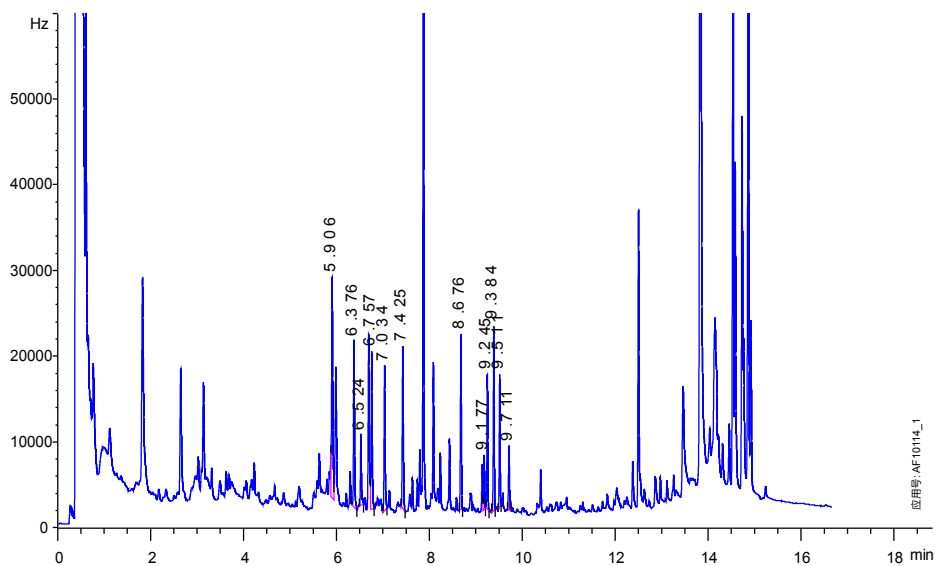


图1 橙子样品加标GC谱图 (添加水平0.075 mg/kg)

应用编号：AF10115

(AOAC 2007.01) 黄瓜中12种有机氯农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-GC-ECD方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.075 mg/kg时，回收率在45%~100%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5052
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PA1011

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称10 g均质好的黄瓜样品于50 mL离心管

提取

- 加15 mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

净化

- 取10 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PA1011)
- 涡旋1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取2 mL上清液40°C氮吹至近干
- 1 mL丙酮定容，0.22 μm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS
规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
货号：7HG-G030-11
进样：不分流进样，250 °C，1 μL
载气：氮气，纯度≥99.999%
柱温箱程序：初始温度110°C，保持0.5 min，然后以15°C/min 升至320°C，保持5 min

实验结果

表1 黄瓜农药残留加标回收实验结果 (添加水平0.075 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	α-六六六	α-HCH	88.8	2.7	5.902
2	β-六六六	β-HCH	82.0	3.7	6.372
3	γ-六六六	γ-HCH	93.3	5.1	6.520
4	δ-六六六	δ-HCH	89.3	5.3	6.753
5	七氯	Heptachlor	77.4	4.0	7.030
6	艾氏剂	Aldrin	92.2	3.7	7.421
7	p,p'-滴滴伊	p,p'-DDE	94.0	3.6	9.382
8	o,p'-滴滴涕	o,p'-DDT	96.3	4.9	8.674
9	异狄氏剂	Endrin	88.5	4.4	9.243
10	p,p'-滴滴滴	p,p'-DDD	48.6	13.7	9.709
11	β-硫丹	β-endosulfan	92.5	3.9	9.509
12	p,p'-滴滴涕	p,p'-DDT	63.3	11.8	9.174

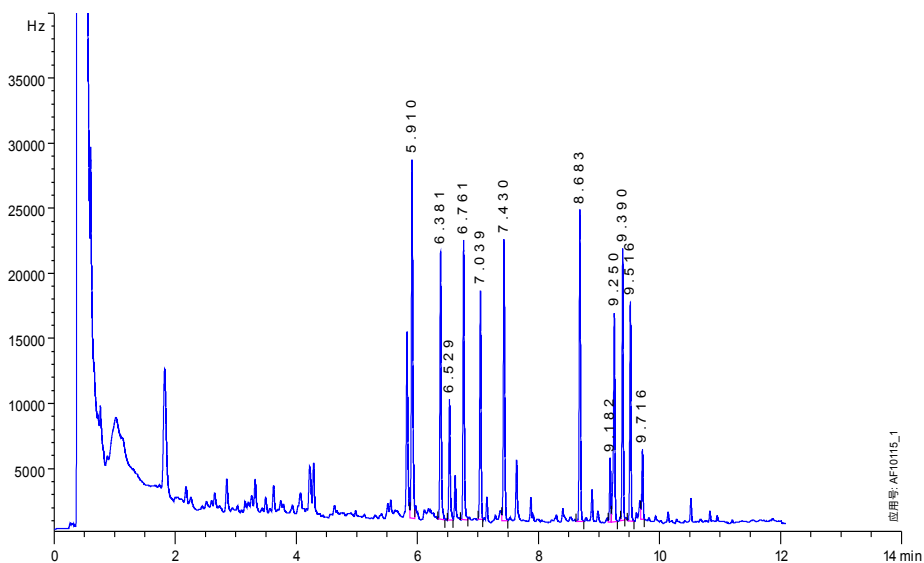


图1 黄瓜样品加标GC谱图 (添加水平0.075 mg/kg)

应用编号：AF10116

(AOAC 2007.01) 大米中有机氯、有机磷农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-GC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.15 mg/kg时，有机氯回收率在85%~130%之间，RSD小于5%，有机磷回收率在85%~115%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5052
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PA0203

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的样品于50 mL 离心管中

提取

- 加15 mL 乙腈剧烈震荡1min，加入MAS-Q提取包(P/N: MS-MG5052)
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管(P/N: MS-9PA0203)
- 剧烈振摇1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取上清液0.5 mL于40°C氮吹至近干
- 用正己烷或丙酮定容至0.5 mL，0.22 μm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS
规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
货号：7HG-G030-11
进样：不分流进样，250 °C，1 μL
载气：氮气，纯度≥99.999%

柱温箱程序：(有机氯农残)：初始温度70°C，然后以20°C/min 升至150°C，再以10°C/min升至220°C，保持5 min，最后以5°C/min升至280°C
(有机磷农残)初始温度50°C，保持2min，然后以10°C/min 升至180°C，保持1min，再以3°C/min升至250°C，保持1 min，最后以10°C/min升至280°C

实验结果

表1 大米样品有机氯加标回收率实验结果 (添加水平0.15 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	α-六六六	α-HCH	91.2	0.1	9.360
2	β-六六六	β-HCH	111.8	0.3	9.845
3	γ-六六六	γ-HCH	104.6	0.9	10.004
4	δ-六六六	δ-HCH	112.5	3.9	10.537
5	七氯	Heptachlor	115.1	0.2	11.445
6	艾氏剂	Aldrin	97.5	0.6	12.265
7	p,p'-滴滴伊	p,p'-DDE	118.8	3.8	15.281
8	o,p'-滴滴涕	o,p'-DDT	88.9	2.7	15.486
9	异狄氏剂	Endrin	105.8	3.2	16.374
10	p,p'-滴滴滴	p,p'-DDD	104.0	0.1	16.846
11	β-硫丹	β-endosulfan	112.5	2.0	17.204
12	p,p'-滴滴涕	p,p'-DDT	130.3	1.5	18.763

表2 大米样品有机磷加标回收率实验结果 (添加水平0.15 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	敌敌畏	Dichlorvos	93.6	5.0	11.156
2	敌百虫	Trichlorfon	91.4	14.8	15.270
3	虫线磷	Thionazin	98.3	3.7	16.002
4	异吸硫磷	Demeton-S-meth	95.9	6.7	16.297
5	灭线磷	Ethoprophos	101.0	2.8	16.478
6	百治磷	Dicrotophos	102.8	3.4	16.962
7	甲拌磷	Phorate	99.1	1.3	17.407
8	乐果	Dimethoate	114.7	6.5	18.024
9	地虫硫磷	Fonofos	99.8	0.3	18.972
10	二嗪磷	Diazinon	97.9	0.1	19.105
11	乙拌磷	Disulfoton	99.0	1.2	19.475
12	异稻瘟净	Iprobenfos	106.3	2.4	20.055
13	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	97.2	3.3	20.898
14	甲基对硫磷	Parathion-methyl	94.1	14.3	21.167
15	对氧磷	Paraoxon	101.7	7.0	21.74
16	杀螟硫磷	Fenitrothion	97.4	0.7	22.248
17	毒死蜱	Chlorpyrifos	99.8	0.6	22.969
18	倍硫磷	Fenthion	99.8	1.5	23.146
19	溴硫磷	Bromophos	107.3	0.5	23.927
20	啶啉磷	Pirimiphos	101.9	0.6	24.068
21	灭蚜磷	Mecarbam	105.3	0.1	25.187
22	巴毒磷	Crotoxyphos	106.6	6.8	25.749
23	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	105.9	1.8	25.999
24	丙虫磷	Propaphos	108.0	1.4	26.229
25	乙拌磷砷	Disulfoton-sulfone	109.6	0.0	26.473
26	灭菌磷	Ditalimfos	88.5	1.4	26.778
27	抑草磷	Butamifos	104.9	2.2	26.89
28	丙溴磷	Profenofos	111.2	1.1	27.683
29	乙硫磷	Ethion	108.0	0.9	30.192
30	三唑磷	Triazophos	110.9	0.3	31.011
31	硫丙磷	Sulprofos	104.0	0.8	31.011
32	亚胺硫磷	Phosmet	112.4	2.0	34.578
33	莎稗磷	Anilofos	109.8	3.3	35.769
34	溴苯磷	Leptophos	100.9	0.8	36.735
35	吡菌磷	Pyrazophos	104.9	1.2	38.647

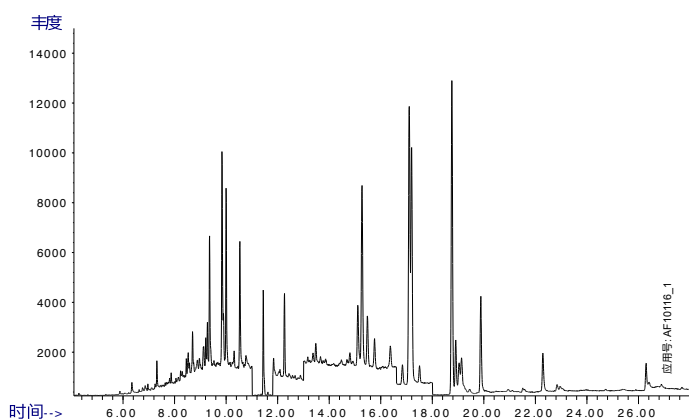


图1 大米样品有机氯加标GC-MS谱图 (添加水平0.15 mg/kg)

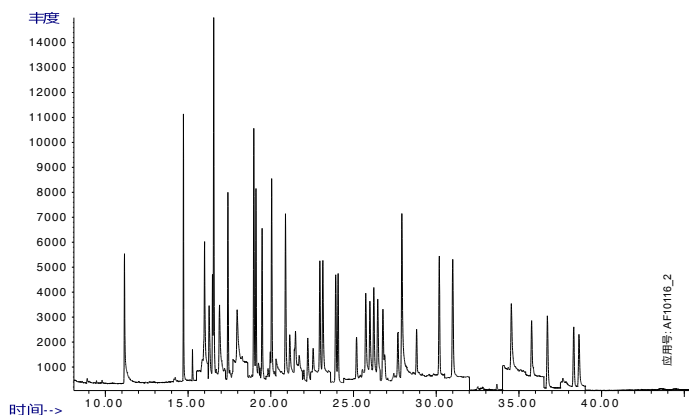


图2 大米样品有机磷加标GC-MS谱图 (添加水平0.15 mg/kg)

应用编号：AF10140

(AOAC 2007.01) 草莓中42种农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.03 mg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的草莓样品于50 mL 离心管中

提取

- 加10 mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min，6000rpm离心5min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0265)
- 涡旋振荡1min，6000rpm离心5min

过滤

- 取适量上清液用水以1:2比例稀释，0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5052
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PP0265

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：3 μm，100 Å，3.0 × 50 mm
货号：VA930503-0
流动相：流动相A：5mM甲酸铵水溶液
流动相B：5mM甲酸铵甲醇溶液
柱温：30 °C
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.4	5
0.5	0.4	5
1.0	0.4	40
3.0	0.4	85
4.5	0.4	95
6.0	0.4	95
6.1	0.4	5
12.0	0.4	5

实验结果

表1 草莓样品加标回收率实验结果 (添加水平0.03 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	甲胺磷	Methamidophos	77.6	17.4	1.99
2	乙酰甲胺磷	Acephate	100.6	1.7	3.15
3	氧乐果	Omethoate	91.8	1.1	3.50
4	涕灭威亚砷	Aldicarb sulfoxide	93.0	2.2	3.61
5	涕灭威砷	Aldicarb Sulfone	93.7	1.6	3.75
6	灭多威	Methomyl	105.2	1.2	3.96
7	噻虫嗪	Thiamethoxam	101.7	2.0	4.04
8	吡虫啉	Imidacloprid	75.4	0.7	4.31
9	3-羟基克百威	3-Hydroxycarbofuran	114.3	1.0	4.43
10	敌敌畏	Dichlorvos	98.6	4.8	5.01
11	敌百虫	Trichlorfon	103.1	1.9	4.47
12	乐果	Dimethoate	85.6	10.0	4.50
13	多菌灵	Carbendazim	88.3	0.7	4.77
14	涕灭威	Aldicarb	109.8	5.4	4.82
15	克百威	Carbofuran	98.0	3.5	5.04
16	甲萘威	Carbaryl	96.9	2.4	5.15
17	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	103.9	0.8	5.33
18	啉菌酯	Azoxystrobin	99.2	2.3	5.44
19	亚胺硫磷	Phosmet	101.3	0.4	5.51
20	烯酰吗啉	Dimethomorph	110.4	3.3	5.63
21	马拉硫磷	Malathion	96.4	4.6	5.64
22	三唑酮	Triadimefon	102.2	8.4	5.67
23	嘧霉胺	Pyrimethanil	89.2	4.0	5.67
24	三唑磷	Triazophos	106.3	6.1	5.74
25	芬普尼	Fipronil	96.1	7.2	5.84
26	除虫脲	Diflubenzuron	79.5	1.4	5.95
27	水胺硫磷	Isocarbophos-H ₂ O	90.6	3.8	5.95
28	二嗪磷	Diazinon	93.3	3.7	6.09
29	倍硫磷	Fenthion	81.0	10.2	6.09
30	辛硫磷	Phoxim	98.2	2.6	6.13
31	伏杀硫磷	Phosalone	92.8	3.3	6.15
32	咪鲜胺	Prochloraz	96.0	0.4	6.18
33	甲拌磷	Phorate	102.3	5.3	6.23
34	苯醚甲环唑	Difenoconazole	100.2	10.7	6.26
35	丙溴磷	Profenofos	94.4	0.2	6.48
36	甲维盐	Emamectin B1a	86.8	1.2	6.52
37	甲氧菊酯	Fenpropathrin	101.2	6.3	6.77
38	毒死蜱	Chlorpyrifos	98.3	0.4	6.80
39	二甲戊灵	Pendimethalin	102.6	7.2	6.87
40	氟啶脲	Chlorfluazuron	84.5	3.7	7.00
41	吡蚜酮	Pyridaben	100.5	3.6	7.24
42	联苯菊酯	Bifenthrin	86.3	12.0	7.76

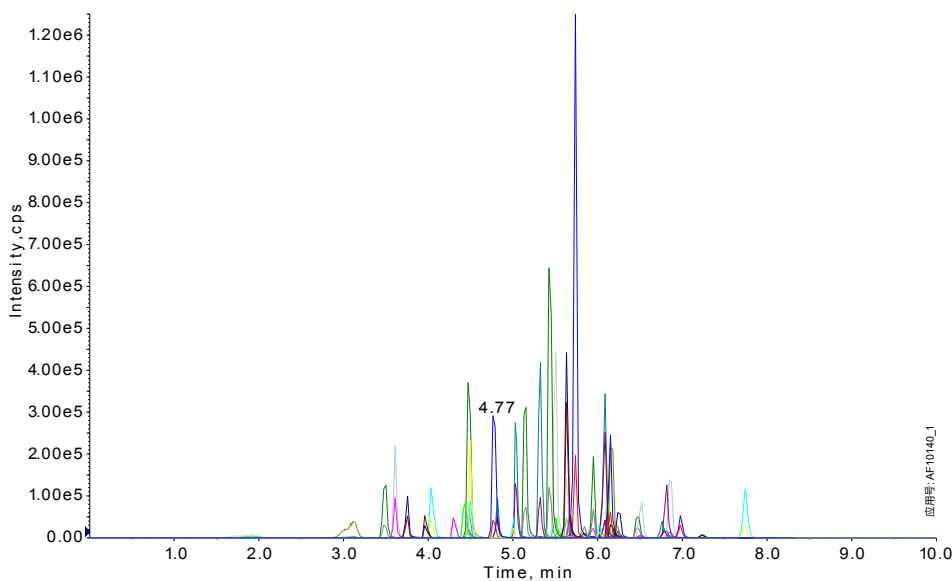


表1 草莓样品加标LC-MS谱图 (添加水平0.03 mg/kg)

应用编号：AF10141

(AOAC 2007.01) 马铃薯中35种农药残留的测定

本实验以AOAC 2007.01为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.03 mg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的马铃薯样品于50 mL 离心管中

提取

- 加10 mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5052) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min，6000rpm离心5min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0265)
- 涡旋振荡1min，6000rpm离心5min

过滤

- 取适量上清液用水以1:2比例稀释，0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5052
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PP0265

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：3 μm，100 Å，3.0 × 50 mm
货号：VA930503-0
流动相：流动相A：5mM甲酸铵水溶液
流动相B：5mM甲酸铵甲醇溶液
柱温：30 °C
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.4	5
0.5	0.4	5
1.0	0.4	40
3.0	0.4	85
4.5	0.4	95
6.0	0.4	95
6.1	0.4	5
12.0	0.4	5

实验结果

表1 马铃薯样品加标回收率实验结果 (添加水平0.03 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min	序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	甲胺磷	Methamidophos	83.9	13.1	1.96	18	嘧菌酯	Azoxystrobin	97.3	2.8	5.45
2	乙酰甲胺磷	Acephate	89.2	1.5	3.13	19	亚胺硫磷	Phosmet	82.5	0.9	5.51
3	氧乐果	Omethoate	96.8	4.1	3.50	20	烯酰吗啉	Dimethomorph	90.2	2.7	5.66
4	涕灭威亚砷	Aldicarb sulfoxide	99.6	1.3	3.62	21	马拉硫磷	Malathion	87.9	1.8	5.67
5	涕灭威砷	Aldicarb Sulfone	102.8	1.9	3.75	22	三唑酮	Triadimefon	87.3	2.0	5.68
6	灭多威	Methomyl	87.9	6.1	3.98	23	啉霉胺	Pyrimethanil	70.9	5.3	5.70
7	噻虫嗪	Thiamethoxam	90.1	1.3	4.06	24	三唑磷	Triazophos	91.6	3.0	5.75
8	吡虫啉	Imidacloprid	88.4	3.1	4.32	25	水胺硫磷	Isocarbophos-H ₂ O	78.7	3.4	5.97
9	3-羟基克百威	3-Hydroxycarbofuran	91.5	1.4	4.44	26	二嗪磷	Diazinon	96.2	0.9	6.10
10	敌敌畏	Dichlorvos	91.5	4.1	4.47	27	倍硫磷	Fenthion	79.1	3.7	6.11
11	敌百虫	Trichlorfon	78.6	6.0	4.48	28	辛硫磷	Phoxim	96.7	1.8	6.15
12	乐果	Dimethoate	96.9	2.3	4.50	29	咪鲜胺	Prochloraz	86.3	0.2	6.19
13	多菌灵	Carbendazim	95.2	4.2	4.51	30	甲拌磷	Phorate	86.0	14.2	6.24
14	涕灭威	Aldicarb	96.2	0.7	4.83	31	苯醚甲环唑	Difenoconazole	87.8	1.6	6.27
15	克百威	Carbofuran	101.9	1.0	5.05	32	丙溴磷	Profenofos	82.4	1.4	6.51
16	甲萘威	Carbaryl	100.4	0.4	5.16	33	甲氧菊酯	Fenpropathrin	70.4	0.3	6.79
17	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	92.1	1.1	5.34	34	毒死蜱	Chlorpyrifos	91.9	0.1	6.82
						35	联苯菊酯	Bifenthrin	90.3	17.0	7.80

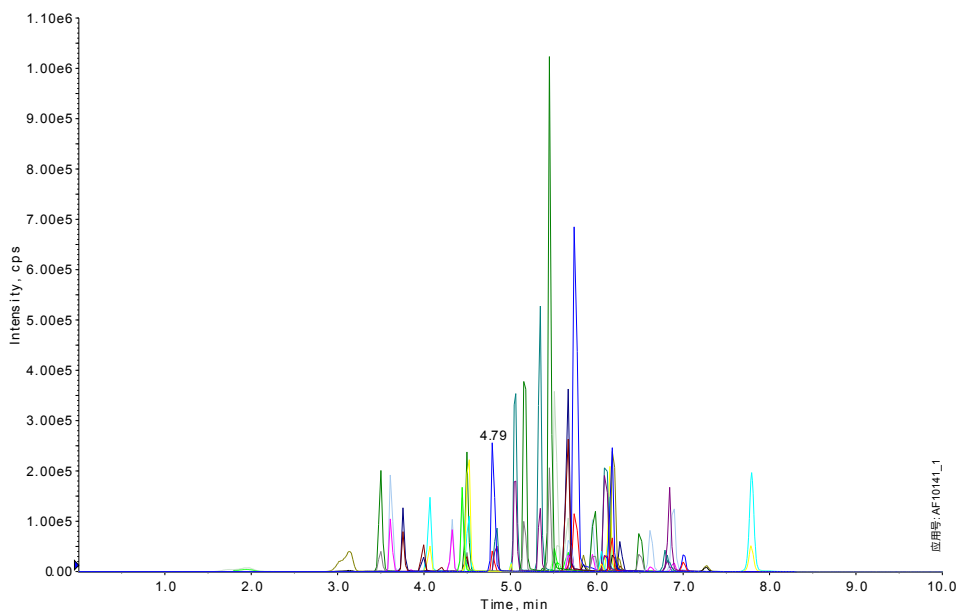


表1 马铃薯样品加标LC-MS谱图 (添加水平0.03 mg/kg)

应用编号：AF10080

(EN 15662-2008) 白菜、油麦菜中23种有机磷农药残留的测定

本实验以EN 15662-2008为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.05 mg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的白菜、油麦菜样品分别于50 mL 离心管中

提取

- 加10 mL 乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-NMS5050) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振荡1min，8000rpm离心5min

净化

- 取6 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N:MS-PP1511)
- 涡旋振荡1min，8000rpm离心5min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-NMS5050
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-PP1511

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18
规格：5 μm，150 Å，2.1 × 150 mm
货号：VS951502-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
 流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液
柱温：30 °C
进样量：10 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	5
1.0	0.3	5
8.0	0.3	60
15.0	0.3	99
19.0	0.3	99
19.0	0.3	5
30.0	0.3	5

实验结果

表1白菜、油麦菜加标回收率实验结果 (添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	白菜		油麦菜	
			平均回收率%	RSD/%	平均回收率%	RSD/%
1	灭线磷	Ethoprophos	110.9	6.5	104.3	5.8
2	氧乐果	omethoate	92.2	8.6	96.6	4.5
3	对氧磷	Paraoxon	109.8	4.1	108.2	4.6
4	溴硫磷	Bromophos	81.2	8.9	72.7	3.5
5	乙基溴硫磷	bromophos ethyl	108.0	10.5	116.4	8.6
6	丙溴磷	Profenofos	103.7	2.3	114.3	2.2
7	乙拌磷砷	Disulfoton sulfone	75.6	4.4	79.1	2.8
8	乙硫磷	Ethion	105.0	3.6	102.9	2.7
9	吡菌磷	Pyrazophos	101.3	9.8	76.7	6.5
10	乙酰甲胺磷	Acephate	84.9	8.7	80.0	5.2
11	虫线磷	Thionazin	114.8	1.2	105.4	1.1
12	百治磷	Dicrotophos	113.5	3.3	80.3	4.6
13	乙拌磷	Disulfoton	75.5	2.1	79.2	4.3
14	乐果	Dimethoate	94.2	2.4	87.7	7.7
15	甲基对硫磷	Parathion methyl	91.5	5.0	89.8	3.1
16	毒死蜱	Chlorpyrifos	99.4	7.4	111.1	2.2
17	倍硫磷	Fenthion	100.0	8.7	120.7	7.5
18	灭蚜磷	Mecarbam	76.7	1.6	92.2	1.3
19	抑草磷	Butamifos	70.0	6.4	77.2	3.5
20	硫丙磷	Sulprofos	100.8	5.2	102.0	8.9
21	三唑磷	Three Triazophos	81.0	4.2	73.3	2.7
22	莎稗磷	Anilofos	82.2	10.0	79.2	7.1
23	亚胺硫磷	Phosemet	86.9	4.9	83.2	9.5

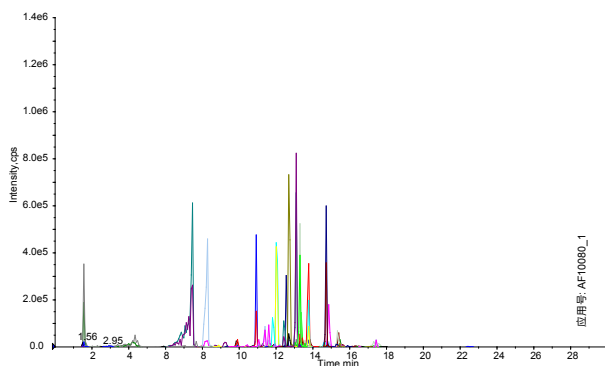


图1 白菜样品加标LC-MS谱图(添加水平0.05 mg/kg)

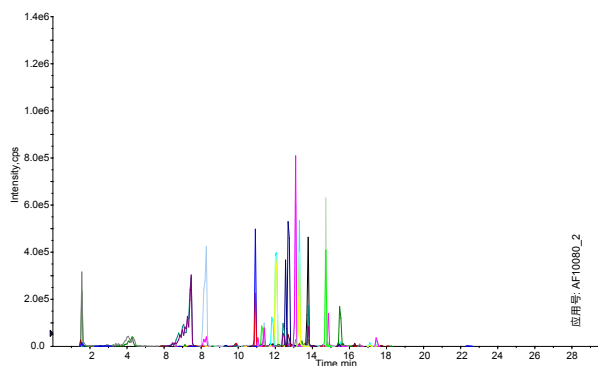


图2 油麦菜样品加标LC-MS谱图(添加水平0.05 mg/kg)

应用编号: AF10103

(EN 15662-2008) 柠檬中105种农药残留的测定

本实验以EN 15662-2008为依据,采用QuEChERS-LC-MS/MS方法,外标法定量。实验结果表明,添加量为0.05 mg/kg时,回收率在60%~120%之间,RSD小于20%,能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的柠檬样品于50 mL 离心管中

提取

- 加10 mL 乙腈, MAS-Q提取包 (P/N:MS-NMS5050)和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1min, 8000rpm离心5min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-PA0251)
- 涡旋振荡1min, 8000rpm离心5min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称: MAS-Q提取包
P/N: MS-NMS5050
产品名称: MAS-Q净化管
P/N: MS-PA0251

液相色谱产品

产品名称: Venusil ASB C18
P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18
规格: 5 μm, 150 Å, 2.1 × 150 mm
货号: VS951502-0
流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液
流动相B: 0.1%甲酸乙腈溶液
柱温: 30 °C
进样量: 10 μL
梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	1
3.0	0.3	30
6.0	0.3	40
9.0	0.3	40
15.0	0.3	60
19.0	0.3	99
23.0	0.3	99
23.0	0.3	1
40.0	0.3	1

实验结果

表1 柠檬样品加标回收率实验结果(添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	氧环唑	Azaconazole	88.7	8.6	50	蝇毒磷	Coumaphos	96.7	4.3
2	甲基吡恶磷	Azamethiphos	109.5	2.7	51	内吸磷	Demeton2	93.8	4.8
3	四唑嘧磺隆	Azimsulfuron	76.8	11.5	52	双氟磺草胺	Florasulam	78.3	10.2
4	地散磷	Bensulide	103.2	7.1	53	氟虫双酰胺	Flubendiamide	92.1	7.1
5	唑草胺/苯酮唑	Cafenstrole	94.7	3.9	54	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodium	105.5	4.4
6	氯草敏	Chloridazon	93.1	5.8	55	氟吡菌胺	Fluopicolide	94.1	15.2
7	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	106.6	14.2	56	氟吡乙禾灵	Haloxypop-R-methyl	93.7	0.3
8	枯草隆	Chloroxuron	116.3	3.0	57	硫环磷	Phosfolan	93.8	1.4
9	吲哚啉草酯	Cinidon-ethyl	114.0	8.7	58	异丙草胺	Propisochlor	109.8	10.5
10	醚黄隆	Cinosulfuron	113.0	12.1	59	烯禾定	Sethoxydim	105.2	9.4
11	四螨嗪	Clofentazine	88.0	10.5	60	乙基多杀菌素	Spinetoram	102.8	8.2
12	二苯隆	Cumyluron	107.3	18.5	61	螺甲螨酯	Spiromesifen	113.9	3.8
13	环丙嘧磺隆	Cyclosulfamuron	108.0	10.1	62	螺虫乙酯	Spirotetramat	106.3	7.5
14	除虫脲	Diflubenzuron	106.5	11.4	63	双硫磷	Temephos	117.8	5.8
15	吡氟酰草胺	Diflufenican	95.2	9.9	64	鱼藤酮	Rotenone	100.4	1.4
16	呋虫胺	Dinotefuran	90.7	4.0	65	啶虫脒	Acetamiprid	87.8	3.9
17	乙虫腈	Ethiprole	101.8	13.1	66	涕灭威	Aldicarb	81.7	15.6
18	苯线磷	Fenamiphos	109.1	17.2	67	涕灭砒威	Aldicarb-sulfone	117.7	16.1
19	腈苯唑	Fenbuconazole	108.7	3.7	68	涕灭威亚砒	Aldicarb-sulfoxide	104.6	7.9
20	丰索磷	Fensulfothion	114.1	6.3	69	啉菌酯	Azoxystrobin	109.4	5.4
21	氟噻甲草酯	Fluthiacet-Methyl	97.0	9.2	70	啉酰菌胺	Boscalid	105.9	5.3
22	氯吡啶	Forchlorfenuron	94.9	2.5	71	多菌灵	Carbendazim	80.3	10.1
23	福拉比	Furametypr	108.6	5.5	72	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	106.9	4.2
24	氯吡嘧磺隆	Halosulfuron Methyl	85.0	3.5	73	灭幼脲	Chlorbenzuron	90.3	13.7
25	氟铃脲	Hexaflumuron	76.2	8.1	74	噻虫胺	Clothianidin	84.0	3.9
26	咪草酸甲酯	Imazamethabenz Methyl	108.4	8.3	75	氰草津	Cyanazine	79.7	7.8
27	亚胺唑	Imibenconazole	109.9	0.5	76	霜脲氰	Cymoxanil	106.9	4.4
28	异噁隆	Isouron	103.6	5.2	77	乐果	Dimethoate	106.5	4.2
29	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	107.0	15.9	78	敌瘟磷	Edifenphos	104.1	2.8
30	噻唑磷	Isoxathion	88.5	12.1	79	环吡菌胺	Fenhexamid	109.1	15.6
31	氟吗啉	Flumorph	98.7	5.3	80	苯氧威	Fenoxycarb	110.3	10.3
32	氟啶虫酰胺	Flonicamid	87.0	9.6	81	唑螨酯	Fenpyroximate	104.1	1.2
33	双炔酰菌胺	Mandipropamid	112.8	3.9	82	氟虫脲	Flufenoxuron	103.5	10.2
34	环草定	Lenacil	108.0	9.6	83	氟线威	Furathiocarb	100.5	7.2
35	苯噻酰草胺	Mefenacet	110.4	12.9	84	抑霉唑	Imazalil	112.5	14.9
36	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	99.4	6.5	85	茚虫威	Indoxacarb	116.1	1.2
37	戊菌隆	Pencycuron	106.7	2.7	86	缬霉威	lprovalicarb	116.2	6.4
38	吡唑硫磷	Pyraclofos	109.0	9.2	87	异丙隆	Isoproturon	113.2	6.2
39	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	108.8	13.2	88	利谷隆	Linuron	93.5	5.3
40	苄草唑	Pyrazoxyfen	95.6	5.2	89	苯噻草酮	Metamitron	93.7	5.1
41	乙黄隆	Sulfosulfuron	74.3	5.6	90	甲硫威	Methiocarb	106.6	1.7
42	丁噻隆	Tebuthiuron	98.4	4.3	91	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	104.3	13.2
43	噻苯隆	Thidiazuron	94.6	3.9	92	异丙甲草胺	Metolachlor	106.9	9.5
44	三甲苯草酮	Tralkoxydim	100.0	8.0	93	氧乐果	Omethoate	93.6	11.1
45	杀铃脲	Triflumuron	118.1	12.5	94	磷胺	Phosphamidon	95.2	7.3
46	酰胺磺隆	Amidosulfuron	71.3	7.3	95	咪鲜胺	Prochloraz	91.3	17
47	仲丁灵	Butralin	103.7	5.0	96	猛杀威	Promecarb	105.7	13.3
48	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	93.7	5.6	97	喹禾灵	Quizalofop-ethyl	95.3	7.1
49	绿麦隆	Chlortoluron	76.4	16.5	98	虫酰肼	Tebufenozide	110.6	4.6
					99	噻菌灵	Thiabendazole	98.4	13

应用编号：AF10103

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
100	硫双灭多威	Thiodicarb	111.4	12.2
101	久效威砒	Thiofanox-sulfone	93.9	15.9
102	久效威亚砒	Thiofanox-sulfoxide	110.7	5.1
103	醚苯磺隆	Triasulfuron	94.6	4.6
104	敌百虫	Trichlorfon	106.9	9.2
105	蚜灭磷	Vamidotion	98.9	16.7

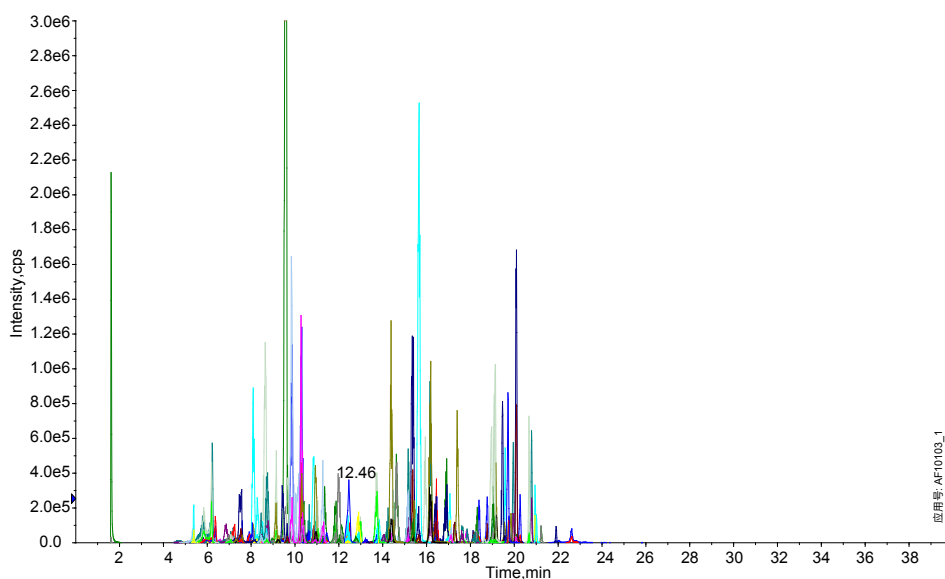


图1 柠檬样品加标LC-MS谱图(添加水平0.05 mg/kg)

(EN 15662-2008) 油麦菜中105种农药残留的测定

本实验以EN 15662-2008为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.05 mg/kg时，回收率在60% ~ 120%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的油麦菜样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL 乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-NMS5050)和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0265)
- 涡旋振荡1 min，8000 rpm离心5 min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-NMS5050
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PP0265

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18
规格：5 μm，150 Å，2.1 × 150 mm
货号：VS951502-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
 流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液
柱温：30 °C
进样量：10 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	1
3.0	0.3	30
6.0	0.3	40
9.0	0.3	40
15.0	0.3	60
19.0	0.3	99
23.0	0.3	99
23.0	0.3	1
40.0	0.3	1

应用编号: AF10104

实验结果

表1 油麦菜样品加标回收率实验结果 (添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	氧环唑	Azaconazole	74.1	10.5
2	甲基吡恶磷	Azamethiphos	116.6	10.2
3	四唑嘧磺隆	Azimsulfuron	67.4	6.4
4	地散磷	Bensulide	88.1	12.1
5	唑草胺/苯酮唑	Cafenstrole	87.2	16.3
6	氯草敏	Chloridazon	82.5	17.9
7	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	115.9	5.8
8	枯草隆	Chloroxuron	102.7	8.5
9	吲哚啉草酯	Cinidon-ethyl	99.0	8.8
10	醚黄隆	Cinosulfuron	105.1	13.9
11	四螨嗪	Clofentezine	111.8	5.3
12	二苯隆	Cumyluron	101.9	18.9
13	环丙嘧磺隆	Cyclosulfamuron	74.1	15.0
14	除虫脲	Diflubenzuron	64.0	17.5
15	吡氟酰草胺	Diflufenican	107.3	8.1
16	呋虫胺	Dinotefuran	100.2	2.4
17	乙虫腈	Ethiprole	108.2	4.1
18	苯线磷	Fenamiphos	113.3	16.3
19	腈苯唑	Fenbuconazole	92.1	7.4
20	丰索磷	Fensulfotion	90.1	19.1
21	氟噻甲草酯	Fluthiacet-Methyl	85.8	8.3
22	氯吡啶	Forchlorfenuron	99.2	13.6
23	福拉比	Furametpyr	104.2	12.5
24	氯吡嘧磺隆	Halosulfuron Methyl	80.7	9.3
25	氟铃脲	Hexaflumuron	106.0	7.0
26	咪草酸甲酯	Imazamethabenz Methyl	87.2	17.2
27	亚胺唑	Imibenconazole	116.3	14.8
28	异噁隆	Isouron	90.8	14.5
29	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	105.4	5.1
30	噁唑磷	Isoxathion	109.6	6.6
31	氟吗啉	Flumorph	65.8	16.6
32	氟啶虫酰胺	Fonicamid	115.0	1.7
33	双炔酰菌胺	Mandipropamid	102.9	3.0
34	环草定	Lenacil	107.8	9.1
35	苯噻酰草胺	Mefenacet	108.4	3.0
36	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	105.8	6.9
37	戊菌隆	Pencycuron	100.2	0.8
38	吡唑硫磷	Pyraclifos	108.7	6.2
39	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	110.6	15.9
40	苄草唑	Pyrazoxyfen	105.8	9.0
41	乙黄隆	Sulfosulfuron	89.6	16.1
42	丁噻隆	Tebuthiuron	107.7	15.1
43	噻苯隆	Thidiazuron	101.2	4.4
44	三甲苯草酮	Tralkoxydim	87.9	3.7
45	杀铃脲	Triflumuron	100.8	8.8
46	酰胺磺隆	Amidosulfuron	95.1	15.2
47	仲丁灵	Butralin	112.7	9.6
48	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	87.6	18.7
49	绿麦隆	Chlortoluron	92.8	2.8

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
50	蝇毒磷	Coumaphos	106.3	6.1
51	内吸磷	Demeton2	88.3	16.7
52	双氟磺草胺	Florasulam	77.2	12.3
53	氟虫双酰胺	Flubendiamide	98.3	5.5
54	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodium	97.8	11.3
55	氟吡菌胺	Fluopicolide	91.7	6.7
56	氟吡乙禾灵	Haloxypop-R-methyl	90.2	5.2
57	硫环磷	Phosfolan	90.6	14.4
58	异丙草胺	Propisochlor	102.4	11.7
59	烯禾定	Sethoxydim	79.1	12.8
60	乙基多杀菌素	Spinetoram	101.1	15.4
61	螺甲螨酯	Spiromesifen	79.6	9.7
62	螺虫乙酯	Spirotetramat	100.4	7.8
63	双硫磷	Temephos	111.0	7.1
64	鱼藤酮	Rotenone	100.5	11.9
65	啉虫脒	Acetamiprid	71.7	8.9
66	涕灭威	Aldicarb	105.3	13.1
67	涕灭砒威	Aldicarb-sulfone	92.0	12.2
68	涕灭威亚砒	Aldicarb-sulfoxide	101.1	5.1
69	啉菌酯	Azoxystrobin	107.0	7.3
70	啉酰菌胺	Boscalid	87.0	1.9
71	多菌灵	Carbendazim	62.6	12.4
72	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	96.1	6.3
73	灭幼脲	Chlorbenzuron	103.8	9.2
74	噻虫胺	Chlothianidin	78.4	10.3
75	氰草津	Cyanazine	116.5	13.6
76	霜脲氰	Cymoxanil	94.0	7.4
77	乐果	Dimethoate	98.0	9.9
78	敌瘟磷	Edifenphos	95.8	8.3
79	环酰菌胺	Fenhexamid	87.5	15.7
80	苯氧威	Fenoxycarb	94.2	5.7
81	唑螨酯	Fenpyroximate	108.2	2.6
82	氟虫脲	Flufenoxuron	104.2	1.6
83	氟线威	Furathiocarb	103.5	7.0
84	抑霉唑	Imazalil	94.6	6.4
85	茚虫威	Indoxacarb	119.6	5.6
86	啉霉威	Iprovalicarb	100.5	13.2
87	异丙隆	Isoproturon	93.6	15.0
88	利谷隆	Linuron	84.2	11.8
89	苯噻草酮	Metamitron	86.8	15.7
90	甲硫威	Methiocarb	113.7	12.4
91	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	114.6	11.7
92	异丙甲草胺	Metolachlor	97.7	10.9
93	氧乐果	Omethoate	100.1	7.7
94	磷胺	Phosphamidon	108.8	14.4
95	咪鲜胺	Prochloraz	95.6	0.6
96	猛杀威	Promecarb	95.7	11.8
97	喹禾灵	Quizalofop-ethyl	111.7	6.0
98	虫酰肼	Tebufenozide	118.0	13.7
99	噻菌灵	Thiabendazole	82.1	17.5

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
100	硫双灭多威	Thiodicarb	107.4	6.6
101	久效威砒	Thiofanox-sulfone	88.5	18.8
102	久效威亚砒	Thiofanox-sulfoxide	83.1	15.2
103	醚苯磺隆	Triasulfuron	68.5	17.6
104	敌百虫	Trichlorfon	112.8	16.6
105	蚜灭磷	Vamidothion	103.4	15.5

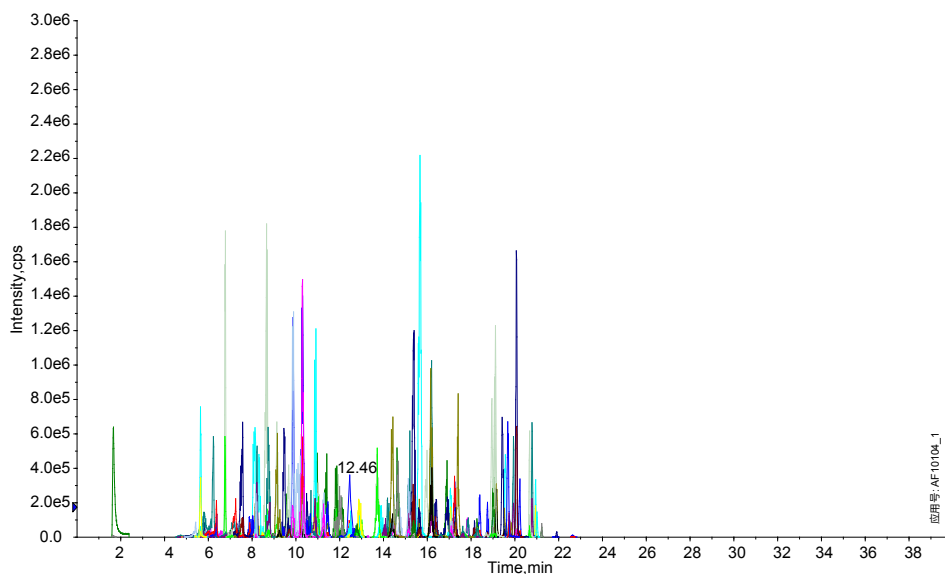


图1 油麦菜样品加标LC-MS/MS谱图 (添加水平0.05 mg/kg)

应用编号：AF10105

(EN 15662-2008) 白菜中105种农药残留的测定

本实验以EN 15662-2008为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.05 mg/kg时，回收率在60% ~ 120%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的白菜样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-NMS5050) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-PA0251)
- 涡旋振荡1 min，8000 rpm离心5 min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-NMS5050
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-PA0251

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18
规格：5 μm，150 Å，2.1 × 150 mm
货号：VS951502-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液
柱温：30 °C
进样量：10 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	1
3.0	0.3	30
6.0	0.3	40
9.0	0.3	40
15.0	0.3	60
19.0	0.3	99
23.0	0.3	99
23.0	0.3	1
40.0	0.3	1

实验结果

表1 白菜样品加标回收率实验结果 (添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	氧环唑	Azaconazole	109.9	19.2
2	甲基吡恶磷	Azamethiphos	112.0	6.4
3	四唑嘧磺隆	Azimsulfuron	74.2	11.2
4	地散磷	Bensulide	88.7	7.5
5	唑草胺/苯酮唑	Cafenstrole	84.1	13.8
6	氯草敏	Chloridazon	91.5	14.5
7	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	98.0	17.0
8	枯草隆	Chloroxuron	98.3	6.4
9	吲哚酮草酯	Cinidon-ethyl	99.2	13.2
10	醚黄隆	Cinosulfuron	79.5	4.3
11	四螨嗪	Clofentezine	98.9	13.3
12	二苯隆	Cumyluron	106.6	11.2
13	环丙嘧磺隆	Cyclosulfamuron	73.4	6.2
14	除虫脲	Diflubenzuron	77.6	16.3
15	吡氟酰草胺	Diflufenican	104.3	6.8
16	呋虫胺	Dinotefuran	68.4	3.1
17	乙虫腈	Ethiprole	99.3	15.3
18	苯线磷	Fenamiphos	107.1	12.7
19	腈苯唑	Fenbuconazole	100.4	5.8
20	丰索磷	Fensulfotion	70.9	17.7
21	氟噻甲草酯	Fluthiacet-Methyl	94.4	4.8
22	氯吡脲	Forchlorfenuron	76.7	12.1
23	福拉比	Furametpyr	103.7	19.5
24	氯吡嘧磺隆	Halosulfuron Methyl	93.7	16.2
25	氟铃脲	Hexaflumuron	82.1	4.1
26	咪草酸甲酯	Imazamethabenz Methyl	108.6	13.7
27	亚胺唑	Imibenconazole	83.7	16.1
28	异噁隆	Isouron	88.1	15.3
29	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	101.6	14.8
30	噁唑磷	Isoxathion	88.3	14.4
31	氟吗啉	Flumorph	100.5	13.0
32	氟啶虫酰胺	Fonicamid	100.5	9.8
33	双炔酰菌胺	Mandipropamid	87.4	1.3
34	环草定	Lenacil	87.2	7.6
35	苯噻酰草胺	Mefenacet	102.6	5.8
36	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	104.5	12.7
37	戊菌隆	Pencycuron	112.5	6.4
38	吡唑硫磷	Pyraclofos	111.1	5.5
39	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	100.0	7.5
40	苜草唑	Pyrazoxyfen	101.5	10.6
41	乙黄隆	Sulfosulfuron	66.2	5.1
42	丁噻隆	Tebuthiuron	90.4	5.5
43	噻苯隆	Thidiazuron	85.5	9.6
44	三甲苯草酮	Tralkoxydim	82.7	11.0
45	杀铃脲	Triflumuron	103.6	8.4
46	酰胺嘧磺隆	Amidosulfuron	110.1	4.1
47	仲丁灵	Butralin	96.5	11.3
48	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	115.4	17.9
49	绿麦隆	Chlortoluron	67.5	19.4
50	蝇毒磷	Coumaphos	116.2	2.4
51	内吸磷	Demeton2	109.1	10.5
52	双氟磺草胺	Florasulam	68.7	10.5
53	氟虫双酰胺	Flubendiamide	116.5	3.0
54	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodiu	66.4	12.1
55	氟吡菌胺	Fluopicolide	83.6	3.1
56	氟吡乙禾灵	Haloxfop-R-methyl	101.2	4.9
57	硫环磷	Phosfolan	100.2	15.9
58	异丙草胺	Propisochlor	92.9	14.4
59	烯禾定	Sethoxydim	92.8	15.2
60	乙基多杀菌素	Spinetoram	95.4	19.3
61	螺甲螨酯	Spiromesifen	95.8	10.5
62	螺虫乙酯	Spirotetramat	96.8	10.7
63	双硫磷	Temephos	91.8	4.8
64	鱼藤酮	Rotenone	100.4	1.6
65	啶虫脒	Acetamiprid	82.2	14.8
66	涕灭威	Aldicarb	96.6	16.4
67	涕灭砒威	Aldicarb-sulfone	106.6	7.1
68	涕灭威亚砒	Aldicarb-sulfoxide	108.4	11.7
69	啉菌酯	Azoxystrobin	93.2	4.0
70	啶酰菌胺	Boscalid	95.4	10.4
71	多菌灵	Carbendazim	93.2	3.5
72	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	91.6	2.2
73	灭幼脲	Chlorbenzuron	100.4	15.8
74	噻虫胺	Clothianidin	89.4	5.9
75	氰草津	Cyanazine	88.6	7.0
76	霜脲氰	Cymoxanil	108.6	7.9
77	乐果	Dimethoate	90.5	9.9
78	敌瘟磷	Edifenphos	96.7	0.7
79	环酰菌胺	Fenhexamid	90.7	18.9
80	苯氧威	Fenoxycarb	96.3	12.2
81	唑螨酯	Fenpyroximate	93.4	7.5
82	氟虫脲	Flufenoxuron	87.5	1.4
83	氟线威	Furathiocarb	91.6	14.7
84	抑霉唑	Imazalil	79.7	14.8
85	茚虫威	Indoxacarb	97.5	15.0
86	螺霉威	Iprovalicarb	97.4	11.3
87	异丙隆	Isoproturon	75.8	13.7
88	利谷隆	Linuron	81.5	8.8
89	苯噻草酮	Metamitron	84.6	11.6
90	甲硫威	Methiocarb	68.0	12.6
91	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	101.8	6.8
92	异丙甲草胺	Metolachlor	103.7	9.9
93	氧乐果	Omethoate	109.4	11.5
94	磷胺	Phosphamidon	107.2	12.3
95	咪鲜胺	Prochloraz	92.7	22
96	猛杀威	Promecarb	79.3	17.8
97	喹禾灵	Quizalofop-ethyl	89.6	14.0
98	虫酰肼	Tebufenozide	98.2	8.5

应用编号：AF10105

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
99	噻菌灵	Thiabendazole	96.9	10.0
100	硫双灭多威	Thiodicarb	103.9	10.2
101	久效威砒	Thiofanox-sulfone	104.5	13.9
102	久效威亚砒	Thiofanox-sulfoxide	81.7	11.9
103	醚苯磺隆	Triasulfuron	69.2	15.8
104	敌百虫	Trichlorfon	82.1	13.8
105	蚜灭磷	Vamidothion	108.2	5.7

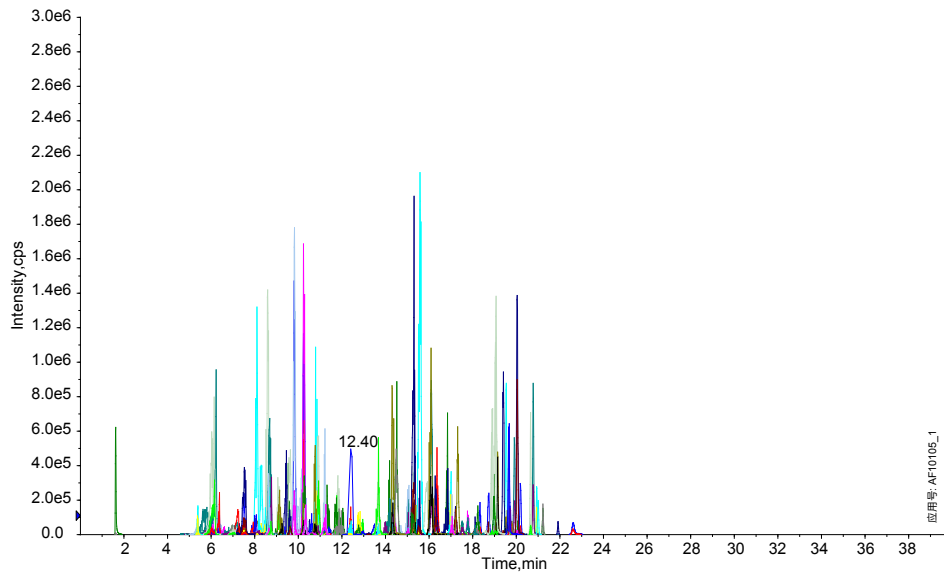


图1 白菜样品加标LC-MS/MS (添加水平0.05 mg/kg)

(EN 15662-2008) 苹果中105种农药残留的测定

本实验以EN 15662-2008为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.05 mg/kg时，回收率在60% ~ 120%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的油麦菜样品于50 mL 离心管中

提取

- 加10 mL 乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-NMS5050)和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0265)
- 涡旋振荡1 min，8000 rpm离心5 min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-NMS5050
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PP0265

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18
规格：5 μm，150 Å，2.1×150 mm
货号：VS951502-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液
柱温：30 °C
进样量：10 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	1
3.0	0.3	30
6.0	0.3	40
9.0	0.3	40
15.0	0.3	60
19.0	0.3	99
23.0	0.3	99
23.0	0.3	1
40.0	0.3	1

应用编号: AF10106

实验结果

表1油麦菜样品加标回收率实验结果 (添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	氧环唑	Azaconazole	74.1	10.5
2	甲基吡恶磷	Azamethiphos	116.6	10.2
3	四唑嘧磺隆	Azimsulfuron	67.4	6.4
4	地散磷	Bensulide	88.1	12.1
5	唑草胺/苯酮唑	Cafenstrole	87.2	16.3
6	氯草敏	Chloridazon	82.5	17.9
7	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	115.9	5.8
8	枯草隆	Chloroxuron	102.7	8.5
9	吡啶酮草酯	Cinidon-ethyl	99.0	8.8
10	醚黄隆	Cinosulfuron	105.1	13.9
11	四螨嗪	Clofentezine	111.8	5.3
12	二苯隆	Cumyluron	101.9	18.9
13	环丙嘧磺隆	Cyclosulfamuron	74.1	15.0
14	除虫脲	Diflubenzuron	64.0	17.5
15	吡氟酰草胺	Diflufenican	107.3	8.1
16	吡虫啉	Dinotefuran	100.2	2.4
17	乙虫腈	Ethiprole	108.2	4.1
18	苯线磷	Fenamiphos	113.3	16.3
19	腈苯唑	Fenbuconazole	92.1	7.4
20	丰索磷	Fensulfotioin	90.1	19.1
21	氟噻甲草酯	Fluthiacet-Methyl	85.8	8.3
22	氟吡啶	Forchlorfenuron	99.2	13.6
23	福拉比	Furametpyr	104.2	12.5
24	氯吡嘧磺隆	Halosulfuron Methyl	80.7	9.3
25	氟铃脲	Hexaflumuron	106.0	7.0
26	咪草酸甲酯	Imazamethabenz Methyl	87.2	17.2
27	亚胺唑	Imibenconazole	116.3	14.8
28	异噁隆	Isouron	90.8	14.5
29	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	105.4	5.1
30	噁唑磷	Isoxathion	109.6	6.6
31	氟吗啉	Flumorph	65.8	16.6
32	氟啶虫酰胺	Fonicamid	115.0	1.7
33	双炔酰菌胺	Mandipropamid	102.9	3.0
34	环草定	Lenacil	107.8	9.1
35	苯噻酰草胺	Mefenacet	108.4	3.0
36	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	105.8	6.9
37	戊菌隆	Pencycuron	100.2	0.8
38	吡唑硫磷	Pyraclafos	108.7	6.2
39	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	110.6	15.9
40	苄草唑	Pyrazoxyfen	105.8	9.0
41	乙黄隆	Sulfosulfuron	89.6	16.1
42	丁噻隆	Tebuthiuron	107.7	15.1
43	噻苯隆	Thidiazuron	101.2	4.4
44	三甲苯草酮	Tralkoxydim	87.9	3.7
45	杀铃脲	Triflumuron	100.8	8.8
46	酰胺磺隆	Amidosulfuron	95.1	15.2
47	仲丁灵	Butralin	112.7	9.6
48	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	87.6	18.7
49	绿麦隆	Chlortoluron	92.8	2.8

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
50	蝇毒磷	Coumaphos	106.3	6.1
51	内吸磷	Demeton2	88.3	16.7
52	双氟磺草胺	Florasulam	77.2	12.3
53	氟虫双酰胺	Flubendiamide	98.3	5.5
54	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodium	97.8	11.3
55	氟吡菌胺	Fluopicolide	91.7	6.7
56	氟吡乙禾灵	Haloxypop-R-methyl	90.2	5.2
57	硫环磷	Phosfolan	90.6	14.4
58	异丙草胺	Propisochlor	102.4	11.7
59	烯禾定	Sethoxydim	79.1	12.8
60	乙基多杀菌素	Spinetoram	101.1	15.4
61	螺甲螨酯	Spiromesifen	79.6	9.7
62	螺虫乙酯	Spirotetramat	100.4	7.8
63	双硫磷	Temephos	111.0	7.1
64	鱼藤酮	Rotenone	100.5	11.9
65	啉虫脒	Acetamiprid	71.7	8.9
66	涕灭威	Aldicarb	105.3	13.1
67	涕灭威砜	Aldicarb-sulfone	92.0	12.2
68	涕灭威亚砜	Aldicarb-sulfoxide	101.1	5.1
69	啉菌酯	Azoxystrobin	107.0	7.3
70	啉酰菌胺	Boscalid	87.0	1.9
71	多菌灵	Carbendazim	62.6	12.4
72	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	96.1	6.3
73	灭幼脲	Chlorbenzuron	103.8	9.2
74	噻虫胺	Clothianidin	78.4	10.3
75	氰草津	Cyanazine	116.5	13.6
76	霜脲氰	Cymoxanil	94.0	7.4
77	乐果	Dimethoate	98.0	9.9
78	敌瘟磷	Edifenphos	95.8	8.3
79	环酰菌胺	Fenhexamid	87.5	15.7
80	苯氧威	Fenoxycarb	94.2	5.7
81	唑螨酯	Fenpyroximate	108.2	2.6
82	氟虫脲	Flufenoxuron	104.2	1.6
83	氟线威	Furathiocarb	103.5	7.0
84	抑霉唑	Imazalil	94.6	6.4
85	茚虫威	Indoxacarb	119.6	5.6
86	唑啉威	Iprovalicarb	100.5	13.2
87	异丙隆	Isoproturon	93.6	15
88	利谷隆	Linuron	84.2	11.8
89	苯噻草酮	Metamitron	86.8	15.7
90	甲硫威	Methiocarb	113.7	12.4
91	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	114.6	11.7
92	异丙甲草胺	Metolachlor	97.7	10.9
93	氧乐果	Omethoate	100.1	7.7
94	磷胺	Phosphamidon	108.8	14.4
95	咪鲜胺	Prochloraz	95.6	0.6
96	猛杀威	Promecarb	95.7	11.8
97	喹禾灵	Quizalofop-ethyl	111.7	6.0
98	虫酰肼	Tebufenozide	118.0	13.7
99	噻菌灵	Thiabendazole	82.1	17.5

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
100	硫双灭多威	Thiodicarb	107.4	6.6
101	久效威砒	Thiofanox-sulfone	88.5	18.8
102	久效威亚砒	Thiofanox-sulfoxide	83.1	15.2
103	醚苯磺隆	Triasulfuron	68.5	17.6
104	敌百虫	Trichlorfon	112.8	16.6
105	蚜灭磷	Vamidothion	103.4	15.5

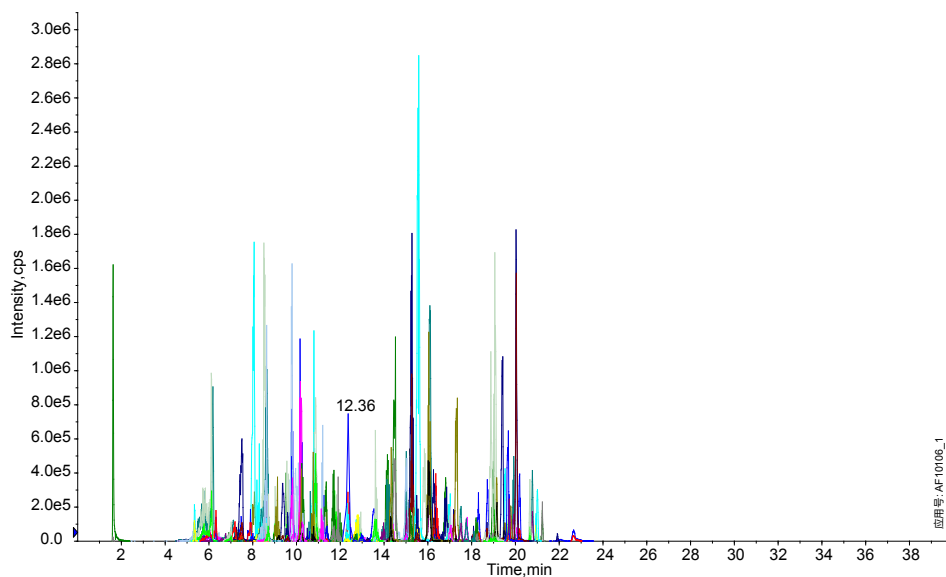


图1 油麦菜样品加标LC-MS/MS谱图 (添加水平0.05 mg/kg)

应用编号：AF10107

(EN 15662-2008) 韭菜中105种农药残留的测定

本实验以EN 15662-2008为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.05 mg/kg时，回收率在60% ~ 120%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的韭菜样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-NMS5050) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

净化

- 取1 mL上清液转移至MAS-Q净化管 (P/N: MS-9PP0265)
- 涡旋振荡1 min，8000 rpm离心5 min

过滤

- 取上清液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-NMS5050
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PP0265

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18
规格：5 μm，150 Å，2.1×150 mm
货号：VS951502-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
 流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液
柱温：30 °C
进样量：10 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	1
3.0	0.3	30
6.0	0.3	40
9.0	0.3	40
15.0	0.3	60
19.0	0.3	99
23.0	0.3	99
23.0	0.3	1
40.0	0.3	1

实验结果

表1韭菜样品加标回收率实验结果 (添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	氧环唑	Azaconazole	108.9	7.6
2	甲基吡恶磷	Azamethiphos	111.2	8.2
3	四唑嘧磺隆	Azimsulfuron	68.2	5.5
4	地散磷	Bensulide	85.9	5.2
5	唑草胺/苯酮唑	Cafenstrole	100.9	1.8
6	氯草敏	Chloridazon	106.6	8.1
7	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	95.9	9.7
8	枯草隆	Chloroxuron	117.0	5.1
9	引哚酮草酯	Cinidon-ethyl	97.2	3.8
10	醚黄隆	Cinosulfuron	71.1	12.5
11	四螨嗪	Clofentezine	68.6	7.5
12	二苯隆	Cumyluron	114.9	4.6
13	环丙嘧磺隆	Cyclosulfamuron	79.0	3.7
14	除虫脲	Difluzenuron	109.7	2.8
15	吡氟酰草胺	Diflufenican	96.9	5.5
16	呋虫胺	Dinotefuran	69.3	14.4
17	乙虫腈	Ethiprole	101.4	12.1
18	苯线磷	Fenamiphos	89.6	9.1
19	腈苯唑	Fenbuconazole	101.6	5.2
20	丰索磷	Fensulfotion	110.8	10.1
21	氟噻甲草酯	Fluthiacet-Methyl	99.3	9.4
22	氯吡啶	Forchlorfenuron	103.7	4.6
23	福拉比	Furametpyr	91.6	5.4
24	氯吡嘧磺隆	Halosulfuron Methyl	77.2	8.9
25	氟铃脲	Hexaflumuron	94.9	5.4
26	咪草酸甲酯	Imazamethabenz Methyl	98.5	10.6
27	亚胺唑	Imibenconazole	89.5	7.3
28	异噁隆	Isouron	94.7	4.5
29	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	92.1	6.7
30	噁唑磷	Isoxathion	91.3	2.8
31	氟吗啉	Flumorph	106.6	12.6
32	氟啶虫酰胺	Fonicamid	101.2	4.1
33	双炔酰菌胺	Mandipropamid	97.2	2.7
34	环草定	Lenacil	90.3	1.3
35	苯噻草胺	Mefenacet	118.7	7.2
36	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	114.8	4.8
37	戊菌隆	Pencycuron	111.3	2.7
38	吡唑硫磷	Pyraclafos	112.0	8.0
39	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	101.9	4.9
40	苄草唑	Pyrazoxyfen	101.9	2.9
41	乙黄隆	Sulfosulfuron	72.7	8.0
42	丁噻隆	Tebuthiuron	91.8	2.0
43	噻苯隆	Thidiazuron	104.9	3.8
44	三甲苯草酮	Tralkoxydim	82.9	4.4
45	杀铃脲	Trifluron	99.3	7.0
46	酰胺磺隆	Amidosulfuron	83.6	8.5
47	仲丁灵	Butralin	111.8	4.1
48	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	104.7	13.7
49	绿麦隆	Chlortoluron	93.9	8.6

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
50	蝇毒磷	Coumaphos	101.0	10.4
51	内吸磷	Demeton2	104.9	5.3
52	双氟磺草胺	Florasulam	65.0	5.0
53	氟虫双酰胺	Flubendiamide	94.2	16.7
54	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodium	83.4	14.2
55	氟吡菌胺	Fluopicolide	87.8	2.4
56	氟吡乙禾灵	Haloxypop-R-methyl	99.0	0.9
57	硫环磷	Phosfolan	92.6	3.8
58	异丙草胺	Propisochlor	108.0	3.9
59	烯禾定	Sethoxydim	67.5	19.0
60	乙基多杀菌素	Spinetoram	106.7	11.2
61	螺甲螨酯	Spiromesifen	116.1	4.3
62	螺虫乙酯	Spirotetramat	99.1	4.6
63	双硫磷	Temephos	105.5	4.6
64	鱼藤酮	Rotenone	96.8	3.3
65	啉虫脒	Acetamiprid	94.4	6.6
66	涕灭威	Aldicarb	88.8	5.8
67	涕灭砒威	Aldicarb-sulfone	70.8	12.7
68	涕灭威亚砒	Aldicarb-sulfoxide	107.0	14.1
69	啉菌酯	Azoxystrobin	92.1	5.1
70	啉酰菌胺	Boscalid	97.0	5.4
71	多菌灵	Carbendazim	81.3	1.6
72	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	75.1	15.7
73	灭幼脲	Chlorbenzuron	95.4	7.3
74	噻虫胺	Clothianidin	95.3	3.8
75	氰草津	Cyanazine	97.0	6.5
76	霜脲氰	Cymoxanil	84.6	8.2
77	乐果	Dimethoate	91.3	4.1
78	敌瘟磷	Edifenphos	104.4	3.0
79	环吡菌胺	Fenhexamid	103.0	10.2
80	苯氧威	Fenoxycarb	113.4	10.1
81	唑螨酯	Fenpyroximate	83.9	1.2
82	氟虫脲	Flufenoxuron	97.7	8.2
83	氟线威	Furathiocarb	89.5	16.4
84	抑霉唑	Imazalil	112.4	11.3
85	茚虫威	Indoxacarb	93.1	4.9
86	啉霉威	Iprovalicarb	98.8	7.3
87	异丙隆	Isoproturon	89.4	2.9
88	利谷隆	Linuron	100.5	13.5
89	苯噻草酮	Metamitron	79.1	11.5
90	甲硫威	Methiocarb	71.6	12.3
91	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	97.8	3.0
92	异丙甲草胺	Metolachlor	108	1.1
93	氧乐果	Omethoate	108.5	7.9
94	磷胺	Phosphamidon	90.5	9.6
95	咪鲜胺	Prochloraz	101.4	15.4
96	猛杀威	Promecarb	84.9	11.2
97	啉禾灵	Quizalofop-ethyl	89.2	10.2
98	虫酰肼	Tebufenozide	97.1	7.7
99	噻菌灵	Thiabendazole	88.8	13.2

应用编号：AF10107

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
100	硫双灭多威	Thiodicarb	91.8	15.6
101	久效威砷	Thiofanox-sulfone	85.2	3.6
102	久效威亚砷	Thiofanox-sulfoxide	91.0	2.2
103	醚苯磺隆	Triasulfuron	83.6	5.0
104	敌百虫	Trichlorfon	98.8	10.9
105	蚜灭磷	Vamidotion	75.7	10.2

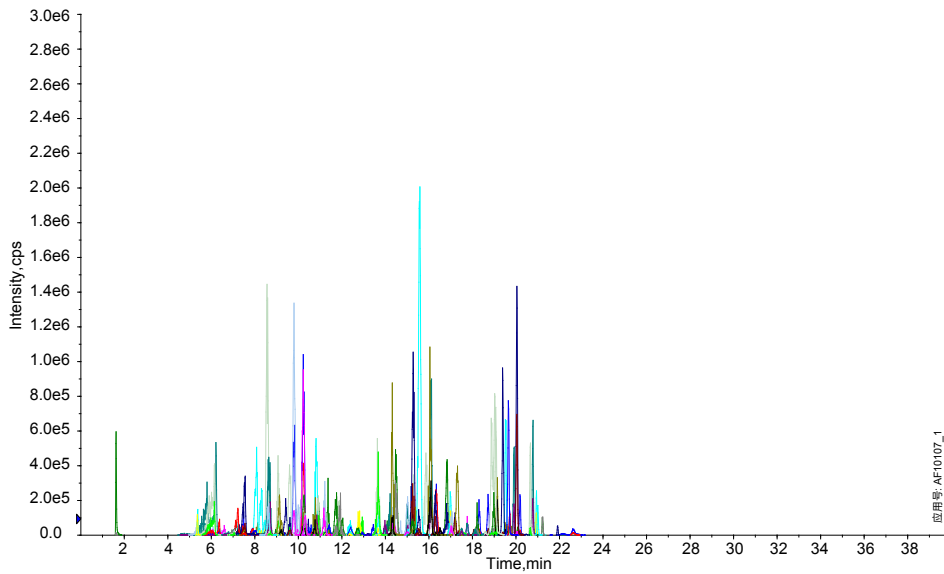


图1 韭菜样品加标LC-MS/MS (添加水平0.05 mg/kg)

(GB/T 23205-2008) 茶叶中吡虫啉农药残留的测定

本实验以GB/T 23205-2008为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.05 mg/kg时，回收率在70% ~ 100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert TPT
P/N: TPT200010

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA951502-0

前处理方法

称样

- 称2 g红茶样品于50 mL离心管中

提取

- 加30 mL乙腈，15000 rpm匀浆提取1 min，4200 rpm离心5 min，取出上清液，残渣重复提取两次，合并上清液
- 上清液于45°C水浴浓缩至近干，35°C氮吹至干，加2 mL乙腈溶解残留物，待净化

净化

- 取TPT小柱(P/N:TPT200010)加2 cm高的无水硫酸钠，5 mL乙腈/甲苯(3 : 1)活化，液面到达无水硫酸钠顶部时，迅速将提取液转移至小柱上，接收
- 小柱加25 mL贮液器，25 mL乙腈/甲苯(3 : 1)洗脱，合并洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C水浴旋转浓缩至约0.5 mL，35°C氮气吹干，用1 mL乙腈/水(3 : 2)溶液溶解定容
- 上述溶液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：5 μm，100 Å，2.1 × 150 mm
货号：VA951502-0
流动相：0.1 %甲酸水溶液：乙腈 = 72 : 28
柱温：30 °C
流速：0.2 mL/min
进样量：10 μL

应用编号：AF10068

实验结果

表1 红茶样品加标回收率实验结果 (添加水平0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	吡虫啉	Imidacloprid	78.01	8.75	5.57

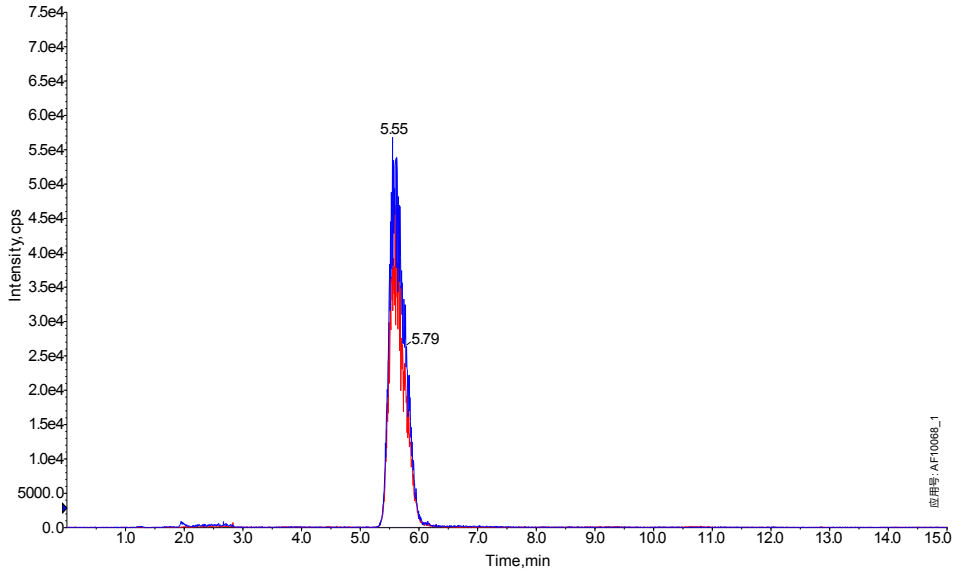


图1 红茶样品加标LC-MS/MS谱图 (添加水平0.05 mg/kg)

(GB/T 23205-2008) 红茶中农药残留的测定

本实验以GB/T 23205-2008为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为5 µg/kg时，回收率在60%~105%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert TPT
P/N: TPT200010

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18(2)
P/N: VA930502-2

前处理方法

称样

- 称2 g红茶样品于50 mL离心管中

提取

- 加30 mL 乙腈，15000 rpm匀浆提取1 min，4200 rpm离心5 min，取出上清液，残渣重复提取两次，合并上清液
- 上清液于45°C水浴浓缩至近干，35°C氮吹至干，加5 mL乙腈溶解残留物，待净化

净化

- 取TPT小柱(P/N:TPT200010)加2cm高的无水硫酸钠，5 mL乙腈/甲苯(3:1)活化，液面到达无水硫酸钠顶部时，迅速将提取液转移至小柱上，接收
- 小柱加25 mL贮液器，25 mL乙腈/甲苯(3:1)洗脱，合并洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C水浴旋转浓缩至约0.5 mL，35°C氮气吹干，用1 mL乙腈/水(3:2)溶液溶解定容
- 上述溶液用0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18(2)

规格：5 µm，100 Å，2.1 × 150 mm

货号：VA930502-2

流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液

流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液

柱温：30 °C

进样量：10 µL

梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	1
1.0	0.3	1
2.0	0.3	5
5.0	0.3	80
10.0	0.3	95
11.0	0.3	1
15.0	0.3	1

应用编号：AF10123

实验结果

表1红茶样品加标回收率实验结果 (添加水平5 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	多菌灵	Albendazole	93.3	5.6	5.28
2	吡虫啉	Imidacloprid	92.5	4.0	6.17
3	杀螟硫磷	Fenitrothion	103.7	9.8	7.77
4	噻虫嗪	Thiamethoxam	92.4	0.1	5.83
5	啉螨醚	Fenazaquin	85.3	2.5	8.90
6	甲氧菊酯	Fenpropathrin	62.4	4.8	9.31
7	噻螨酮	Hexythiazox	91.2	1.9	8.91

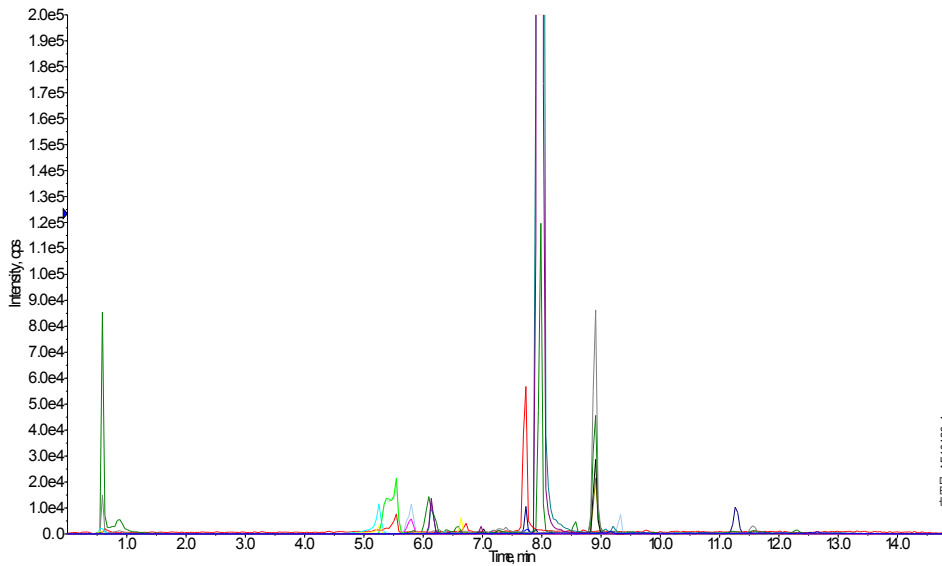


图1 红茶样品加标LC-MS/MS谱图 (添加水平5 µg/kg)

(GB/T 23204-2008) 绿茶中菊酯类农药残留的测定

本实验以GB/T 23204-2008为依据，采用SPE-GC/ECD方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.25 mg/kg时，回收率在60% ~ 100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert TPT
P/N: TPT200010

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称2 g绿茶样品于50 mL离心管中

提取

- 加15 mL 乙腈，15000 rpm匀浆提取1 min，4200 rpm离心5 min，取出上清液，残渣重复提取一次，合并上清液
- 上清液于40°C水浴旋蒸至1 mL，待净化

净化

- 取TPT小柱(P/N:TPT200010)加2cm高的无水硫酸钠，10 mL乙腈/甲苯(3：1)活化，待液体全部流出，净化液全部上样并进行接收，2 mL乙腈/甲苯(3：1)洗涤样品瓶，重复三次，将洗涤液倒入柱中
- 用25 mL乙腈/甲苯(3：1)进行洗脱,收集洗脱液脱，合并洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C水浴中旋转浓缩至约0.5 mL，加入5 mL正己烷进行溶剂交换，重复两次，使溶液体积约为1 mL
- 上述溶液用0.22 μm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS
规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
货号：7HG-G030-11
进样：不分流进样，220 °C，1 μL
载气：氦气，纯度>99.999%

柱温箱程序：初始温度40°C保持1min，之后以30°C/min的速度升至130°C，再以5°C/min升温至250°C，再以10°C/min升温至300°C，保持5 min

应用编号: AF10127

实验结果

表1 绿茶样品加标回收率实验结果 (添加水平0.25 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	联苯菊酯	Bifenthrin	89.6	6.8	31.6
2	氯菊酯	Permethrin	87.9	7.4	37.6
3	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	68.9	5.5	38.9
4	氯氰菊酯	Cypermethrin	90.0	9.5	40.1
5	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	66.5	7.7	40.3
6	氰戊菊酯	Fenvalerate	75.9	8.1	41.9
7	溴氰菊酯	Deltamethrin	78.5	5.5	44.1

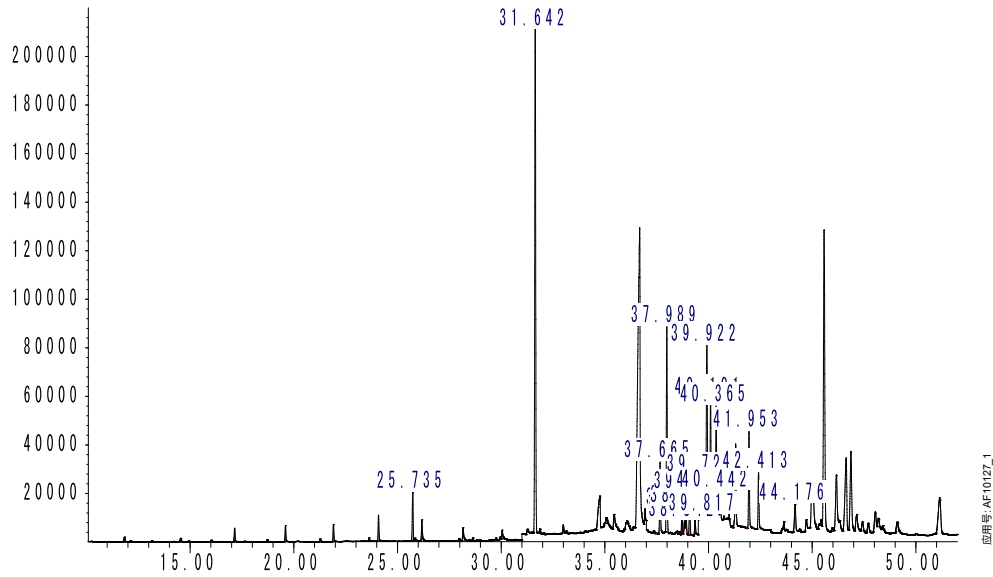


图1 绿茶样品加标GC-MS图 (添加水平0.25 mg/kg)

(NY/T 1380-2007)

苹果中有机磷、有机氯、菊酯、氨基甲酸酯类等50种农药残留的测定

本实验以NY/T 1380-2007为依据，采用QuEChERS-GC/ECD(有机氯、菊酯类)、QuEChERS-GC/FPD(有机磷)、QuEChERS-LC-MS/MS(氨基甲酸酯类)方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.02 mg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于15%，满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5050
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PA1011

气相色谱产品

产品名称：ZB-1701P
P/N: 7HG-G012-11

前处理方法

称样

- 称15 g已均质好的苹果样品于50 mL离心管中

提取

- 加15 mL 0.1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包(P/N: MS-MG5050)和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

净化

- 取10 mL上清液转移至MAS-Q净化管(P/N: MS-9PA1011)
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

过滤

- 取5 mL上清液40°C氮吹至近干，1 mL丙酮溶，用于气相检测
- 取5 mL上清液40°C氮吹至近干，1 mL乙腈溶，用于液质检测

色谱条件

色谱柱：ZB-1701P
规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
货号：7HG-G012-11
进样：不分流进样，1 μL
载气：氮气，纯度≥99.999%

柱温箱程序：初始温度150°C，保持2 min，然后以8°C/min升至250°C，保持12 min

应用编号：AF10086

实验结果

表1 苹果样品有机磷加标回收率实验结果
(添加水平0.02 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	甲胺磷	Methamidophos	82.2	0.8	5.789
2	乙硫甲胺磷	Acephate	76.4	6.4	7.152
3	甲拌磷	Phorate	76.5	4.8	8.677
4	氧化乐果	Omethoate	95.6	4.5	9.089
5	二嗪磷	Diazinon	86.3	1.4	9.539
6	乐果	Dimethoate	85.5	6.5	11.273
7	甲基对硫磷	Parathion-methyl	102.4	7.5	13.78
8	毒死蜱	Chlorpyrifos	86.5	1.2	14.649
9	马拉硫磷	Malathion	99.2	6.2	15.073
10	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	88.5	3.8	16.641
11	水胺硫磷	Isocarbophos	95.6	3.5	17.184
12	三唑磷	Triazophos	92.1	8.6	22.672
13	伏杀硫磷	Phosalone	97.5	4.4	27.166
14	亚胺硫磷	Phosmet	106.1	3.9	27.542

表2 苹果样品中有机氯和菊酯类农残加标回收率实验结果
(添加水平0.02 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	α-六六六	α-HCH	84.8	13.8	5.715
2	林丹	γ-HCH	87.3	13.4	6.327
3	五氯硝基苯	Pentachloronitrobenzene	83.5	11.0	6.425
4	百菌清	Chlorothalonil	85.5	8.4	6.879
5	三唑酮	Traidimefon	91.7	3.9	8.518
6	腐霉利	Procyimdone	93.6	2.6	9.388
7	O,P'-滴滴伊	O,P'-DDE	89.5	2.4	9.603
8	P,P'-滴滴伊	P,P'-DDE	92.3	1.1	10.179
9	O,P'-滴滴滴	O,P'-DDD	94.0	2.3	10.333
10	P,P'-滴滴滴	P,P'-DDD	95.3	2.6	10.934
11	联苯菊酯	Bifenthrin	95.0	1.0	12.572
12	甲氧菊酯	Fenpropathrin	96.4	0.5	12.678
13	三氟氯菊酯	Cyhalothrin	99.3	3.6	13.537
14	氯菊酯	Permethrin	95.5	0.1	14.349
15	氰戊菊酯	Fenvalerate	94.7	0.9	16.529
16	β-六六六	β-HCH	81.3	3.2	6.216
17	δ-六六六	δ-HCH	84.7	12.2	6.777
18	乙烯菌核利	Vinclozolin	90.3	14.9	7.531
19	O,P'-滴滴涕	O,P'-DDT	83.3	2.4	10.334
20	P,P'-滴滴涕	P,P'-DDT	81.6	3.1	10.935
21	三氯杀螨醇	Dicofol	83.9	8.7	11.781
22	异菌脲	Iprodione	77.3	2.5	12.336
23	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	80.3	7.8	15.119
24	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	101.3	2.7	15.529
25	氟胺氰菊酯	Tau-fluvalinate	92.7	8.6	17.002
26	溴氰菊酯	Deltamethyrin	91.5	8.6	17.852

表3 氨基甲酸酯类农残加标回收实验结果
(添加水平0.02 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	涕灭威砒	Aldicarb sulfone	84	5.0
2	灭多威	Methomyl	81	6.8
3	涕灭威亚砒	Aldicarb sulfoxide	75	4.3
4	吡虫啉	Imidacloprid	80	7.1
5	3-羟基克百威	3-hydroxycarbofuran	70	11.3
6	涕灭威	Aldicarb	70	4.7
7	啉虫脒	Acetamiprid	70	6.8
8	克百威	Carbofuran	71	2.4
9	氟虫腴	Fipronil	70	2.3
10	甲萘威	Carbaryl	70	10.1

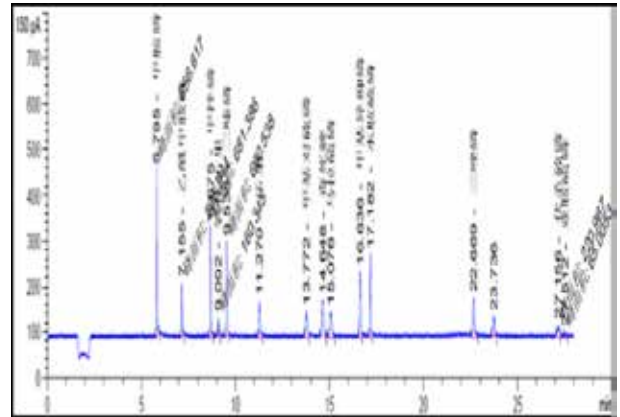


图1 苹果样品有机磷加标GC谱图
(添加水平0.02 mg/kg)

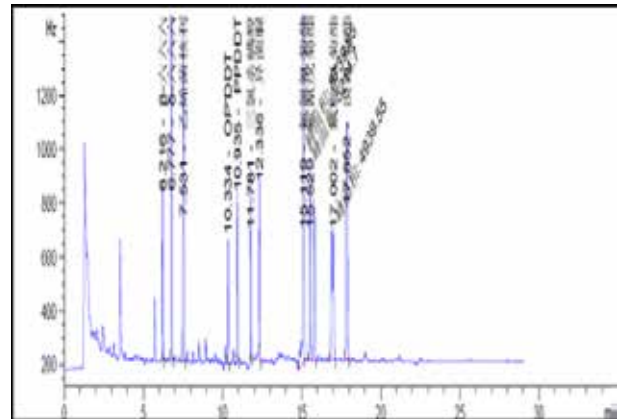


图2 苹果样品有机氯和菊酯类加标GC谱图
(添加水平0.02 mg/kg)

红茶中112种农药残留的测定

本实验以实验室自建方法为依据，采用QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.15 mg/kg时，回收率在60%~110%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称2 g茶叶粉于50 mL离心管中
- 加10 mL水静置1 h

提取

- 加15 mL 乙腈，MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5055) 和4颗玻璃均质子
- 剧烈振摇1 min，8000 rpm离心5 min

净化

- 用10 mL注射器串联Cleanert NANO (IC-NN1510-C)，抽取提取液1 mL，然后再推出，此步骤重复3次，收集滤液

过滤

- 上述滤液过0.22 μm尼龙滤膜

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包

P/N: MS-MG5055

产品名称：Cleanert NANO

P/N: IC-NN1510-C

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18

P/N: VS951502-0

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18

规格：5 μm，150 Å，2.1 × 150 mm

货号：VS951502-0

流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液

流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液

柱温：30 °C

进样量：10 μL

梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.30	1
3.00	0.30	30
6.00	0.30	40
9.00	0.30	40
15.00	0.30	60
19.00	0.30	99
23.00	0.30	99
23.01	0.30	1
40.00	0.30	1

应用编号: AF10004

实验结果

表1红茶样品加标回收率实验结果 (添加水平0.15 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min	序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	烯啶虫胺	Nitenpyram	72.27	6.24	11.4	48	乙基多杀菌素	Spinetoram	63.78	3.65	21.1
2	涕灭威亚砷	Aldicarb-sulfoxide	76.50	3.52	12.0	49	甲硫威	Methiocarb	67.59	0.85	21.3
3	氟啶虫酰胺	Flonicamid	60.79	0.38	12.4	50	丙苯磺隆	Propoxycarbazon	107.38	6.11	21.3
4	杀线威	Oxamyl	72.30	3.23	12.7	51	乙霉威	Diethofencarb	83.17	0.77	21.4
5	砒吸磷	Demeton-S-methyl sulfoxide	66.28	8.39	12.9	52	甲基磺隆	Iodosulfuron-methyl	71.30	1.09	21.4
6	久效磷	Monocrotophos	68.10	5.91	13.1	53	利谷隆	Linuron	66.89	1.46	21.5
7	噻虫胺	Clothianidin	60.06	9.02	14.3	54	乙虫腈	Ethiprole	85.67	3.38	21.9
8	乐果	Dimethoate	67.51	5.36	14.5	55	猛杀威	Promecarb	77.97	6.39	21.9
9	久效威砒	Thiofanox-sulfone	73.17	2.57	14.6	56	唑啉威	Iprovalicarb	83.05	0.93	22.1
10	啉虫脒	Acetamiprid	60.37	1.29	15.2	57	氟磺隆	Prosulfuron	62.99	5.28	22.2
11	霜脲氰	Cymoxanil	63.14	6.05	15.2	58	吡啶磺隆	Pyrazosulfuron-ethyl	99.62	3.83	22.2
12	硫环磷	Phosfolan	66.10	0.91	15.4	59	甲基对氧磷	Paraoxon-methyl	82.20	5.73	22.5
13	氧化萎锈灵	Oxycarboxin	64.66	1.82	15.5	60	苯线磷	Fenamiphos	88.73	8.32	22.6
14	丁噻隆	Tebuthiuron	82.90	1.41	16.1	61	螺虫乙酯	Spirotetramat	100.40	2.12	22.6
15	丁苯吗啉	Fenprosimorph	101.14	0.82	16.2	62	枯草隆	Chloroxuron	73.03	8.35	22.7
16	磷胺	Phosphamidon	79.88	0.51	16.2	63	二苯隆	Cumyluron	81.57	6.76	22.7
17	辛硫磷	Phoxim	69.03	5.06	16.2	64	环吡啶酮	Fenhexamid	75.30	2.35	22.7
18	异噻隆	Isouron	77.76	1.71	16.6	65	苯噻酰草胺	Mefenacet	68.90	0.00	22.7
19	氰草津	Cyanazine	73.76	1.89	16.7	66	氯吡啶磺隆	Halosulfuron Methyl	77.68	1.88	22.9
20	环草定	Lenacil	65.75	0.38	17.2	67	啞菌酯	Azoxystrobin	81.52	0.99	23.0
21	甲基硫菌灵	Thiophanate-methyl	66.23	2.03	17.2	68	啉酰菌胺	Boscalid	65.43	2.76	23.0
22	噻吩磺隆	Thifensulfuron-methyl	65.60	8.45	17.3	69	氟吡菌胺	Fluopicolide	61.94	8.53	23.3
23	克百威	Carbofuran	79.22	3.12	17.4	70	双炔酰菌胺	Mandipropamid	74.56	7.50	23.4
24	醚磺隆	Cinosulfuron	64.43	8.63	17.7	71	异丙甲草胺	Metolachlor	80.18	3.16	23.5
25	硫双威	Thiodicarb	76.22	8.75	18.1	72	杀铃脲	Triflusulfuron-methyl	78.78	2.67	23.5
26	醚苯磺隆	Triasulfuron	76.45	6.15	18.1	73	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	84.95	3.92	23.7
27	甲萘威	Carbaryl	69.01	1.17	18.2	74	噻草酮	Cyclosulfamuron	71.00	9.19	23.9
28	敌草隆	Diuron1	80.90	4.68	18.3	75	唑草胺/苯酮唑	Cafenstrole	87.76	6.35	24.1
29	氟草隆	Fluometuron 1	80.90	4.68	18.3	76	噻吩草胺	Thenylchlor	77.21	0.62	24.1
30	啉啉磺隆	Amidosulfuron	72.45	21.65	18.4	77	腈苯唑	Fenbuconazole	81.58	2.86	24.2
31	萎锈灵	Carboxin	79.99	4.65	18.4	78	苯氧威	Fenoxycarb	76.69	6.29	24.3
32	乙硫苯威	Ethiofencarb	71.86	4.46	18.5	79	鱼藤酮	Rotenone	73.81	0.81	24.4
33	绿谷隆	Monolinuron	85.28	3.93	18.5	80	敌瘟磷	Edifenphos	77.71	1.44	24.5
34	胺苯磺隆	Ethametsulfuron-methyl	80.78	6.90	18.8	81	棉铃威	Alanycarb	77.65	2.89	24.6
35	异丙隆	Isoproturon	95.95	7.79	19.1	82	虫酰肼	Tebufenozide	70.55	1.67	24.7
36	乙噻吩磺酸酯	Bupirimate	81.18	3.18	19.3	83	异丙草胺	Propisochlor	84.64	3.87	24.8
37	四唑啉磺隆	Azimsulfuron	61.82	7.44	19.4	84	氟噻甲草酯	Fluthiacet-Methyl	68.89	3.98	24.9
38	甲基二磺隆	Mesosulfuron-methyl	82.92	3.81	19.4	85	苄草唑	Pyrazoxyfen	65.43	2.52	24.9
39	氧环唑	Azaconazole	77.84	2.75	19.8	86	氟虫双酰胺	Flubendiamide	70.02	1.60	25.1
40	乙黄隆	Sulfosulfuron	84.18	7.73	20.3	87	双苯恶唑酸	Isoxadifen-Ethyl	73.78	1.63	25.1
41	硫双威	Thiophanate	73.74	4.02	20.3	88	杀铃脲	Triflumuron	63.53	6.63	25.2
42	苄啉磺隆	Bensulfuron-methyl 1	74.78	3.03	20.6	89	地散磷	Bensulide	65.41	2.53	25.6
43	氯虫苯甲酰胺	Chlorantranilprole	67.29	2.35	20.6	90	氯啉磺隆	Chlorimuron-ethyl	80.73	2.96	25.6
44	啉啉磺隆	Nicosulfuron	77.10	9.85	20.6	91	吡啶啉啉酯	Pyraclostrobin	70.29	8.54	25.7
45	丰索磷	Fensulfotion	74.77	3.82	20.7	92	戊菌隆	Pencycuron	75.45	0.82	25.8
46	双氯磺草胺	Diclosulam	66.28	9.66	20.9	93	蝇毒磷	Coumaphos	70.75	4.30	25.9
47	啉吡啉磺隆	Imazosulfuron	60.16	8.77	20.9	94	乙拌磷	Disulfoton	92.03	6.40	25.9
						95	噻草酮	Cycloxydim	61.50	5.42	26.0
						96	高效氟吡甲禾灵	Haloxyfop-R-methyl	71.90	6.13	26.1
						97	啉啉啉	Isoxathion	71.46	4.88	26.2

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
98	茚虫威	Indoxacarb	78.03	1.85	26.3
99	烯草酮	Clethodim	63.49	3.05	26.4
100	烯禾定	Sethoxydim	70.91	1.40	26.5
101	亚胺唑	Imibenconazole	63.49	3.77	26.6
102	氟线威	Furathiocarb	72.77	0.30	26.7
103	丙硫克百威	Benfuracarb	71.08	0.36	26.8
104	三甲苯草酮	Tralkoxydim	70.82	4.85	26.9
105	氟唑磺隆	Flucarbazone-sodium	64.51	9.37	27.3
106	氟虫脲	Flufenoxuron	70.07	8.96	27.3
107	双硫磷	Temephos	63.99	5.42	27.3
108	仲丁灵	Butralin	82.74	3.13	27.4
109	唑螨酯	Fenpyroximate	75.35	1.57	27.7
110	螺甲螨酯	Spiromesifen	76.36	2.57	28.0
111	丁硫克百威	Carbosulfan	68.47	3.78	29.0
112	内吸磷	Demeton1	83.26	9.85	30.0

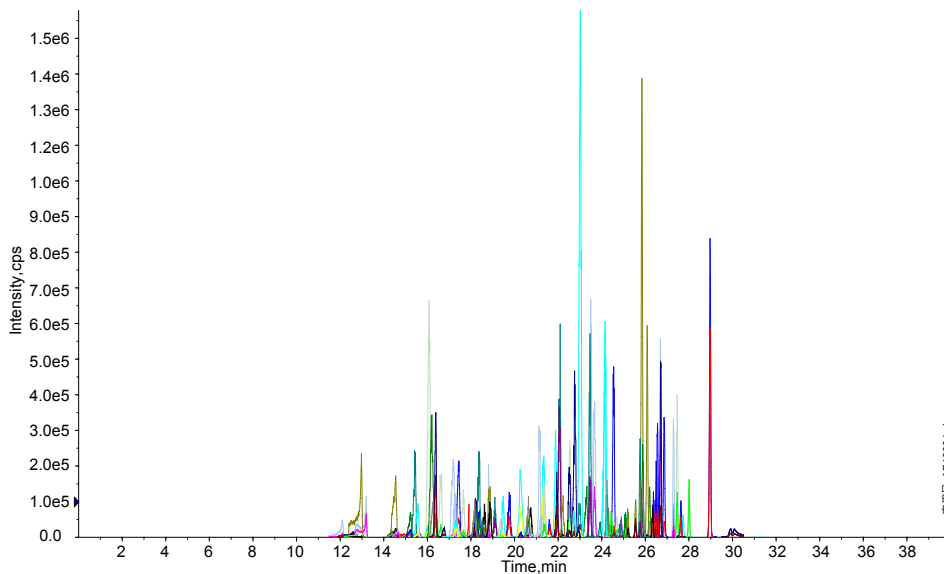


图1 红茶样品加标LC-MS/MS谱图 (添加水平0.15 mg/kg)

应用编号：AF10097

乳制品中有机氯农药残留的测定

本实验为实验室自建方法，采用 QuEChERS-GC/ECD方法，外标法定量。实验结果表明，添加量分别为0.01 mg/kg，0.05 mg/kg时，回收率在60%~105%之间，RSD小于15%，满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-MP01

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HM-G030-11

前处理方法

称样

- 称10 g牛奶样品，冰淇淋、奶粉样品各2 g于50 mL离心管，其中奶粉样品加10 mL水溶解

提取

- 加10 mL丙酮/正己烷(1:9)，涡旋混合1 min，再依次加入10 mL丙酮/正己烷(1:9)，4 g氯化钠，2 mL 200 g/L乙酸铅溶液
- 超声提取5 min，4000 rpm离心5 min

净化

- 取10 mL上清液转移至MAS-Q净化管(P/N: MS-MP01)
- 涡旋混合1 min，4000 rpm离心5 min

过滤

- 取5 mL上清液40°C氮吹至0.5 mL，用正己烷溶解定容至1 mL
- 取上清液过0.22 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS

规格：30 m × 0.32 mm × 0.25 μm

货号：7HM-G030-11

进样：不分流进样，250 °C，1 μL

载气：氮气，纯度≥99.999%

柱温箱程序：初始温度110°C，保持0.5 min，以15°C/min的速率，升至320°C，保持5 min

实验结果

表1有机氯加标回收实验结果 (添加水平牛奶为0.01 mg/kg, 奶粉为0.05 mg/kg, 冰淇淋为0.05 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%			RSD/%		
			牛奶	奶粉	冰激凌	牛奶	奶粉	冰激凌
1	α-六六六	α-HCH	92.4	76.0	80.9	5.7	7.6	10.0
2	β-六六六	β-HCH	93.5	74.5	78.4	5.5	7.3	9.4
3	δ-六六六	δ-HCH	81.8	64.6	76.1	8.9	9.1	9.6
4	γ-六六六	γ-HCH	78.5	62.8	73.2	8.8	9.1	9.7
5	2,4-滴滴涕	2,4-DDT	84.2	72.5	90.0	3.1	5.1	10.6
6	4,4-滴滴涕	4,4-DDT	90.7	85.8	91.4	3.4	4.9	11.3
7	4,4-滴滴伊	4,4-DDE	72.8	66.4	83.9	5.1	3.2	9.3
8	4,4-滴滴滴	4,4-DDD	103.8	98.2	100.2	4.3	4.4	12.5

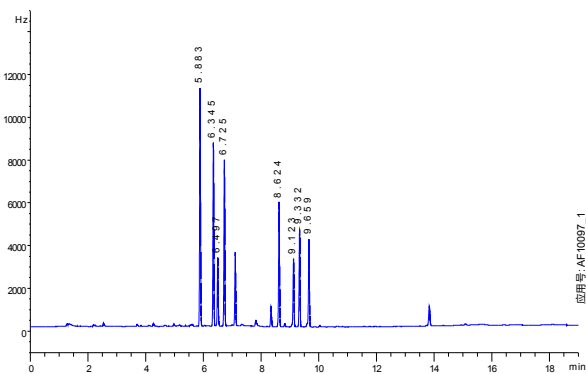


图1 牛奶样品加标GC谱图 (添加水平0.01 mg/kg)

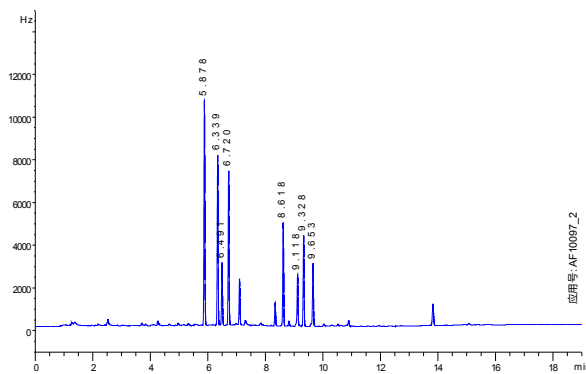


图2 奶粉样品加标GC谱图 (添加水平0.05 mg/kg)

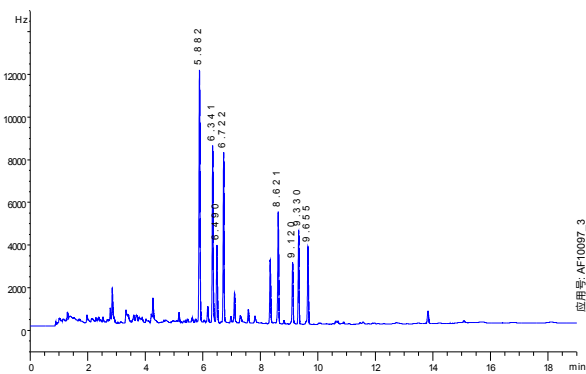


图3 冰淇淋样品加标GC谱图 (添加水平0.05 mg/kg)

应用编号：AF10099

牛奶中有机氯农药残留的测定

前处理方法

本实验为实验室自建方法，采用SPE-GC/ECD、QuEChERS-GC/ECD方法，外标法定量。实验结果表明，添加量分别为0.01 mg/kg，0.04 mg/kg时，回收率在60%~105%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

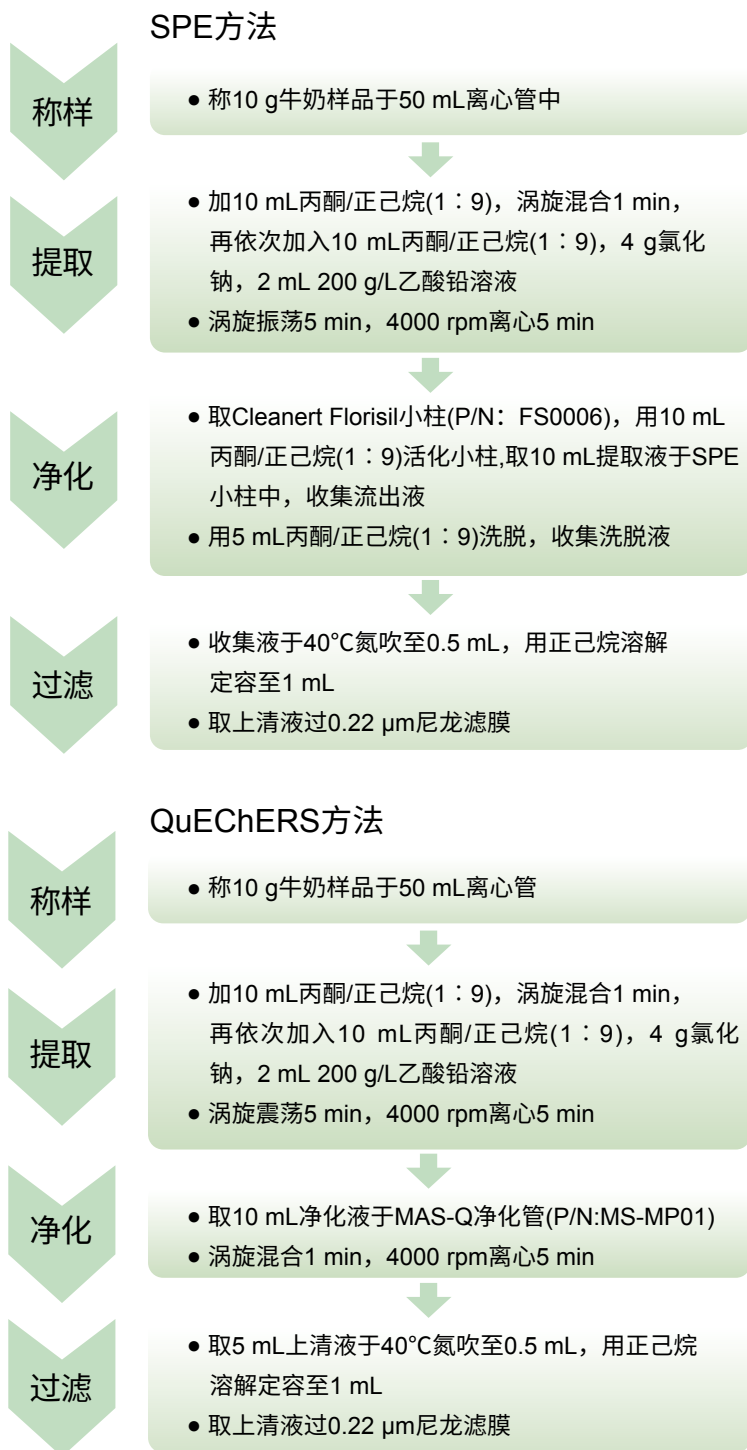
产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Florisil
P/N: FS0006
产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-MP01

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HM-G030-11



色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS
 规格：30 m × 0.32 mm × 0.25 μm
 货号：7HM-G030-11
 进样：不分流进样，250 °C，1 μL
 载气：氮气，纯度≥99.999%
 柱温箱程序：初始温度110°C，保持0.5 min，以15°C/min的速率，升至320°C，保持5 min

实验结果

表1有机氯加标回收实验结果（添加水平牛奶为0.01 mg/kg，奶粉为0.05 mg/kg，冰淇淋为0.05 mg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%		RSD/%		RT/min
			SPE	QuEChERS	SPE	QuEChERS	
1	α-六六六	α-HCH	79.7	92.4	1.6	5.7	5.88
2	β-六六六	β-HCH	82.0	93.5	0.4	5.5	6.34
3	δ-六六六	δ-HCH	73.1	81.8	6.3	8.9	6.49
4	γ-六六六	γ-HCH	69.7	78.5	1.9	8.8	6.72
5	2,4-滴滴涕	2,4-DDT	67.9	84.2	4.5	3.1	8.62
6	4,4-滴滴涕	4,4-DDT	93.6	90.7	1.1	3.4	9.12
7	4,4-滴滴伊	4,4-DDE	64.7	72.8	2.1	5.1	9.33
8	4,4-滴滴滴	4,4-DDD	96.5	103.8	2.1	4.3	9.65

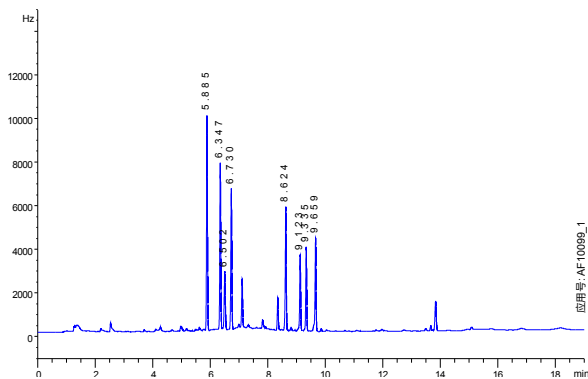


图1 牛奶样品加标GC-MS谱图
(添加水平0.01 mg/kg, SPE方法)

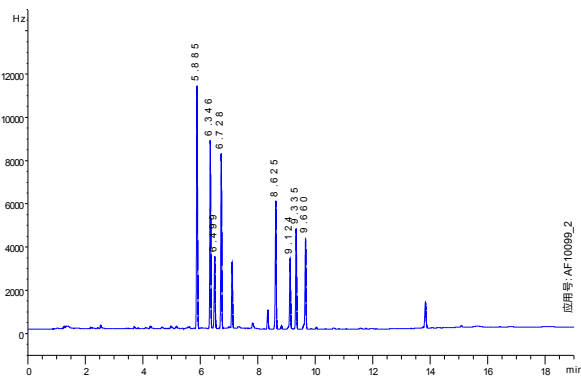


图2 牛奶样品加标GC-MS谱图
(添加水平0.04 mg/kg, QuEChERS方法)

应用编号：AF10134

食盐中农药残留的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg时，回收率在60% ~ 105%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP-2
P/N: PE0603-2

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 称10 g食盐样品于100 mL烧杯中

提取

- 加100 mL水，振荡使其溶解，待净化

净化

- 将PEP-2(P/N:PE0603-2)依次用5 mL甲醇，5 mL水活化；将待净化液以10 mL/min的流速通过小柱，弃去流出液，用5 mL水淋洗小柱抽干
- 5 mL 5%氨化甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C氮气吹干，用1 mL 20%乙腈水溶解残渣
- 上述溶解液过0.22 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：3 µm, 100 Å, 3.0 × 50 mm
货号：VA930503-0
流动相：流动相A：水
 流动相B：乙腈
柱温：30 °C
进样量：5 µL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.50	0.40	5
1.00	0.40	40
3.00	0.40	85
4.50	0.40	95
6.00	0.40	95
6.10	0.40	5
12.00	0.40	5

实验结果

表1 食盐样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	多菌灵	Benomyl	105.2	12.2	16	乐果	Omethoate	94.0	2.3
2	啉虫脒	Acetamiprid	101.7	8.2	17	3-羟基克百威	Carbofuran	88.8	4.2
3	吡虫啉	Imidacloprid	108.5	5.1	18	涕灭威砒	Aldicarb sulfone	72.6	12.5
4	噻虫嗪	Thiamethoxam	90.6	4.3	19	水胺硫磷	Isocarbophos	74.2	13.3
5	烯酰吗啉	Dimethomorph	104.8	7.8	20	三唑酮	Triadimefon	110.0	7.3
6	苯醚甲环唑	Difenoconazole	80.6	5.5	21	灭幼脲	Chlorbenzuron	81.7	9.0
7	三唑磷	Triazophos	100.0	3.1	22	啶菌酯	Azoxystrobin	99.7	0.3
8	克百威	Carbofuran	80.8	3.3	23	甲维盐	Methylamino abamectin benzoate	67.9	14.2
9	咪鲜胺	Prochloraz	73.5	4.0	24	4-氯苯氧乙酸	4-Chlorophenoxyacetic acid	85.2	1.3
10	除虫脲	Diflubenzuron	69.6	9.0	25	2-萘乙酸	2-Napthaleneacetic acid	98.5	0.7
11	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	91.8	1.8	26	2,4-滴	2,4-D	91.0	6.9
12	敌敌畏	Dichlorvos	62.2	7.3					
13	灭多威	Methomyl	86.6	6.7					
14	啉霉胺	Pyrimethanil	90.3	2.3					
15	涕灭威	Aldicarb	76.9	10.6					

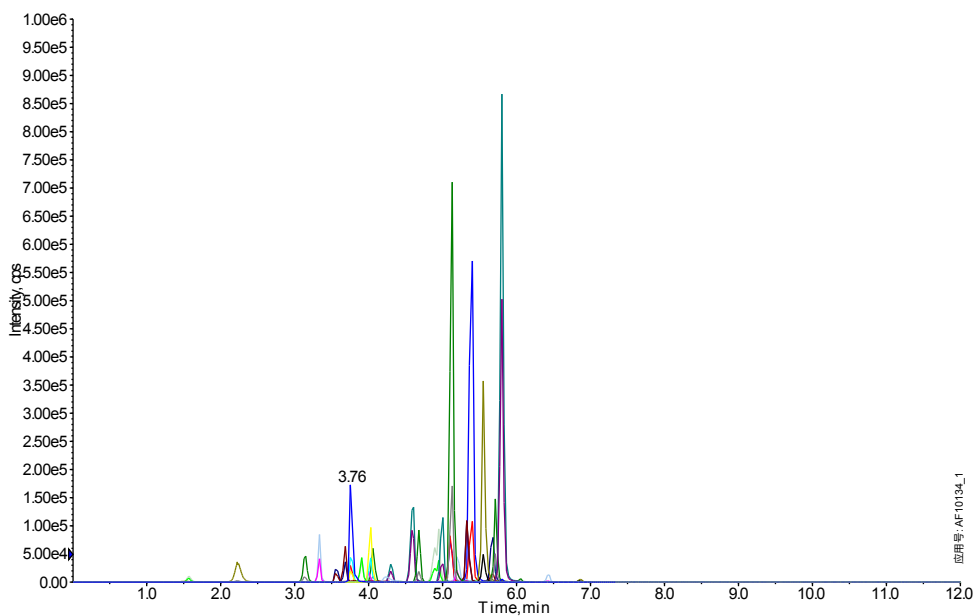


图1 食盐样品加标LC-MS/MS (添加水平1.0 µg/kg)

应用编号：AF10142

豆芽中植物生长调节剂的测定

本实验以实验室自建方法为依据，采用QuEChERS-GC/MS、SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.1 mg/kg和0.004 mg/kg时，回收率在60% ~ 100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-HM01
产品名称：Cleanert MCS
P/N: MCS5006

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

SPE方法

称样

- 称10g豆芽样品于50ml离心管中

提取

- 加40 μ L甲酸，20 mL乙腈，涡旋1 min，超声30 min，8000rpm离心5 min，上清液转移至新的50 mL离心管中，加入3.0 g氯化钠，涡旋1 min，超声10 min，冷却后8000 rpm离心5 min
- 取出乙腈层，用无水硫酸钠脱水过滤至40 mL玻璃瓶中，用氮气吹至近干，加入2 mL甲醇超声溶解，待净化。

净化

- 另取1 mL待净化液，加9 mL 40 mmol/L的盐酸溶液，超声混匀转移至15 mL离心管后，8000rpm离心5 min，上清液待净化
- 将MCS(P/N:MCS5006)小柱依次用5 mL甲醇，5 mL水和5 mL 40 mmol/L的盐酸溶液活化平衡
- 将待净化液转移到小柱内，用5 mL水淋洗并抽干，用5 mL甲醇洗脱收集，抽干得洗脱液1
- 5 mL 5%氨化甲醇洗脱收集，抽干得洗脱液2

过滤

- 洗脱液1、2于45°C氮气吹干，用1 mL 20%乙腈水溶解定容，过0.22 μ m PTFE-Q针式过滤器后，用于LC-MS/MS分析
- 洗脱液1用于分析赤霉素、2,4-D、4-氯苯氧乙酸、吲哚乙酸、吲哚丁酸、2-萘乙酸6种植物生长调节剂；洗脱液2用于分析氯吡脞、噻苯隆、6-BA、多效唑4种植物生长调节剂。

QuEChERS方法



色谱条件

色谱柱: ZB-5MS PLUS
 规格: 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m
 货号: 7HG-G030-11
 进样: 不分流进样, 220 $^{\circ}$ C, 1 μ L
 载气: 氦气, 纯度 > 99.999%

柱温箱程序: 起初80 $^{\circ}$ C保持1min, 之后以10 $^{\circ}$ C/min的速度升至280 $^{\circ}$ C, 保持21 min

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 3 μ m, 100 \AA ; 3.0 \times 50 mm
 货号: VA930503-0
 流动相: 流动相A: 水
 流动相B: 乙腈

柱温: 30 $^{\circ}$ C
 进样量: 5 μ L

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.50	0.4	5
1.00	0.4	40
3.00	0.4	85
4.50	0.4	95
6.00	0.4	95
6.10	0.4	5
10.00	0.4	5

应用编号：AF10142

实验结果

表1 豆芽样品加标回收率实验结果 (添加水平0.1 mg/kg、0.004 mg/kg)

序号	物质名称	英文名	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	2,4-滴-乙酯	2,4-D- ethyl ester	0.1	75.2	3.4	13.194
2	2,4-滴-丁酯	Butyl 2,4-dichlorophenoxyacetate	0.1	74.4	2.8	15.215
3	吲哚乙酸	3-Acetoxyindole	0.004	63.2	8.1	4.040
4	吲哚丁酸	1h-indole-3-butanoic acid	0.004	61.8	3.4	4.400
5	多效唑	Paclobutrazol	0.004	87.6	1.1	4.920
6	4-氯苯氧乙酸	4-Chlorophenoxyacetic acid	0.004	86.8	1.1	4.460
7	2-萘乙酸	2-Napthaleneacetic acid	0.004	74.1	6.2	4.560
8	2,4-滴	2,4-D	0.004	86.4	2.0	4.760
9	噻苯隆	Thidiazuron	0.004	79.9	0.4	4.240
10	6-苄氨基嘌呤	6-Benzylaminopurine	0.004	96.3	0.8	3.880
11	氯吡脞	Forchlorfenuron	0.004	81.6	0.1	4.580
12	赤霉素	Gibberellin	0.004	92.7	0.1	3.750

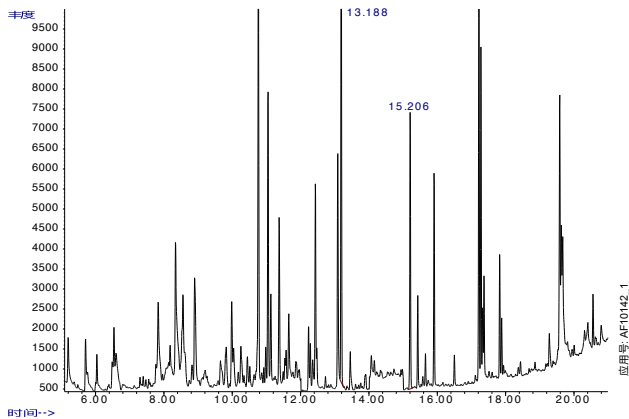


图1 豆芽样品加标GC-MS谱图 (添加水平0.1 mg/kg)

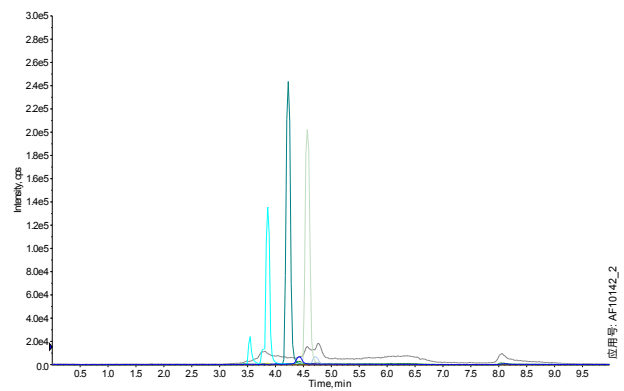


图2 豆芽样品加标LC-MS/MS谱图 (添加水平0.004 mg/kg)

鸭肉中有机氯农药残留的测定

本实验为实验室自建方法，采用QuEChERS-GC/ECD、SPE-GC/ECD方法，外标法定量。实验结果表明，QuERChERS方法添加量为0.075 mg/kg，SPE方法添加量为0.03 mg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包

P/N: MS-MG5052-1

产品名称：MAS-Q净化管

P/N: MS-9PA1210

产品名称：Cleanert PSA/C18

P/N: 9PA0006

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS

P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称5 g已均质的鸭肉样品于50 mL离心管中
- 加5 mL水涡旋使样品分散

提取

- 加15 mL 0.1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包(P/N:MS-MG5052-1)和4颗玻璃珠均质
- 剧烈震荡1 min，8000 rpm离心5 min，上清液待净化

净化

- QuEChERS方法：取待净化液8 mL，加入到MAS-Q(P/N:MS-9PA1210)净化管中，涡旋1 min，8000 rpm离心5 min
- SPE方法：将PSA/C18(P/N:9PA0006)小柱用10 mL乙腈活化，弃去流出液，移取待净化液5 mL于小柱上，收集流出液，用5 mL乙腈洗脱，收集流出液，合并两次收集液

过滤

- QuEChERS方法：取上清液2 mL于40°C氮吹至近干，用丙酮定容至1 mL，涡旋混匀后过0.22 μm 尼龙滤膜
- SPE方法：收集液于40°C氮吹至近干，用丙酮定容至1 mL，涡旋混匀后过0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS

规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号：7HG-G030-11

进样：不分流进样，250 °C，1 μL

载气：氮气，纯度≥99.999%

柱温箱程序：初始温度 80°C保持0.5min，之后以15°C/min的速度升至 320°C，保持 5 min

应用编号：AF10168

实验结果

表1 鸭肉样品加标回收率实验结果 (添加水平0.075 mg/kg、0.03 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%		RSD/%		RT/min
			QuEChERS	SPE	QuEChERS	SPE	
1	α-六六六	α-HCH	103.3	108.1	2.9	2.5	6.826
2	β-六六六	β-HCH	106.9	109.8	2.0	2.2	7.355
3	γ-六六六	γ-HCH	107.2	111.1	1.7	1.0	7.493
4	δ-六六六	δ-HCH	90.9	95.1	2.9	5.6	7.893
5	艾氏剂	Aldrin	82.8	86.7	3.5	1.1	8.374
6	α-硫丹 1	α-endosulfan 1	86.5	86.9	0.7	1.5	9.152
7	α-硫丹 2	α-endosulfan 2	88.2	90.9	1.3	1.2	9.605
8	o,p`滴滴涕	o,p`DDT	77.8	83.0	0.8	1.1	9.765
9	狄氏剂	Dieldrin	90.1	90.4	1.4	1.5	9.942
10	p,p`滴滴涕	p,p`DDT	94.2	93.9	1.5	1.9	10.368
11	p,p`滴滴伊	p,p`DDE	85.0	87.5	0.7	1.2	10.460
12	环氧七氯	Heptachlor	93.8	95.7	0.9	1.3	10.565
13	p,p-滴滴滴	p,p-DDD	97.5	101.8	3.2	1.5	10.829

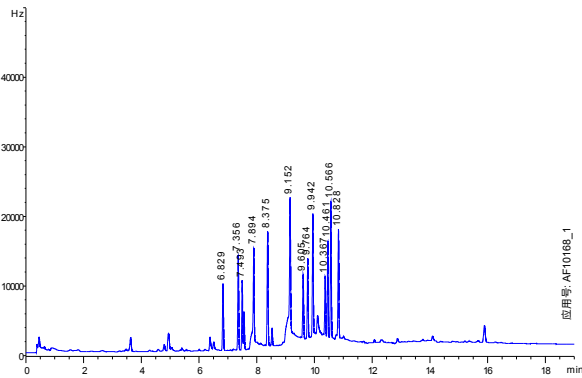


图1 鸭肉样品加标GC-ECD谱图 (添加水平0.075 mg/kg, QuEChERS方法)

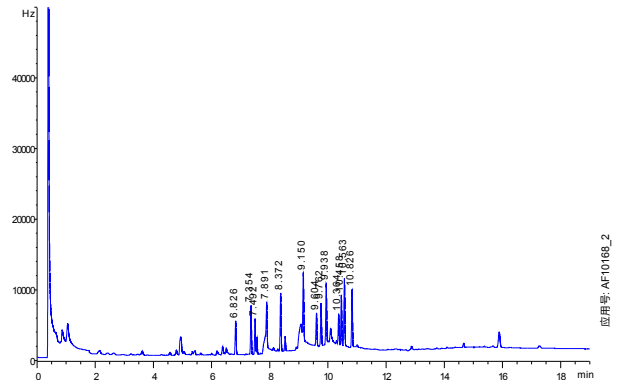


图2 鸭肉样品加标GC-ECD谱图 (添加水平0.03 mg/kg, SPE方法)

鸡蛋及蛋糕中氟虫腈及其代谢物的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，回收率在80% ~ 115%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称5 g已均质的样品于50 mL离心管中
- 加5 mL水手动震荡使样品分散

提取

- 加10 mL 1%乙酸乙腈，超声提取10 min
- 加3 g氯化钠，手动振荡后以8000 rpm离心5 min，上清液待净化

净化

- 取上述待净化液2 mL，加入到PEP Plus (P/N:PE0603X)萃取柱中，前0.5 mL流出液弃去，收集剩余的上样流出液

过滤

- 取0.5 mL收集液，向其中加入0.5 mL水，混匀过0.22 μm 尼龙滤膜

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP Plus
P/N: PE0603X

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：3 μm ，100 \AA ，3.0 \times 50 mm
货号：VA930503-0
流动相：流动相A：水
 流动相B：乙腈
柱温：30 $^{\circ}\text{C}$
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.5	0.4	55
1.0	0.4	80
4.0	0.4	80
4.5	0.4	55
7.0	0.4	55

应用编号：AF10175

实验结果

表1鸡蛋和蛋糕样品加标回收率实验结果（添加水平4 μg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%		RSD/%		RT/min
			鸡蛋	蛋糕	鸡蛋	蛋糕	
1	氟虫腈	Fipronil	101.6	95.9	7.1	6.2	3.58
2	氟甲腈	Fipronil-desulfinyl	104.0	85.8	7.2	4.2	3.75
3	氟虫腈砒	Fipronil-sulfone	112.8	96.0	7.0	2.5	3.96
4	氟虫腈亚砒	Fipronil-sulfide	111.4	83.0	5.1	8.0	3.99

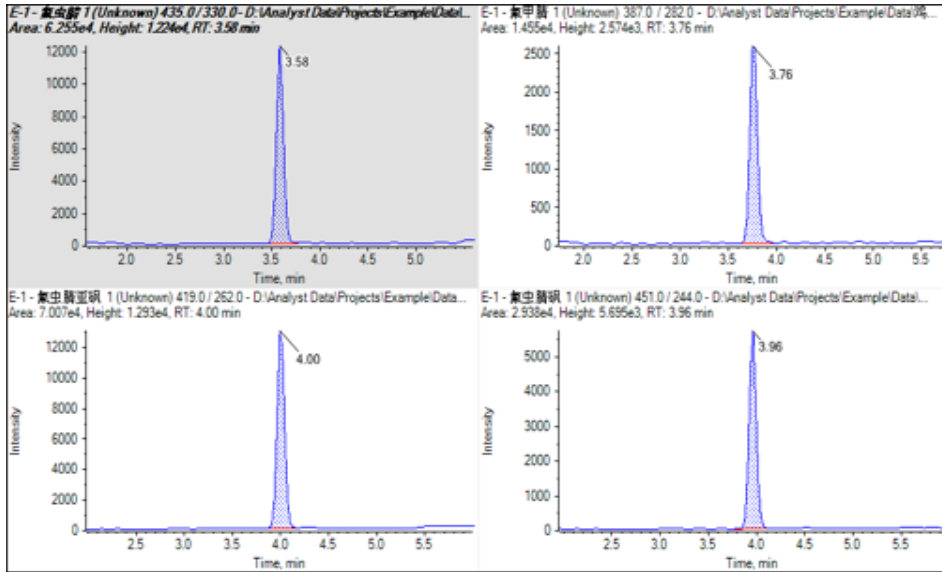


图1 鸡蛋样品加标LC-MS/MS谱图（添加水平4 μg/kg）

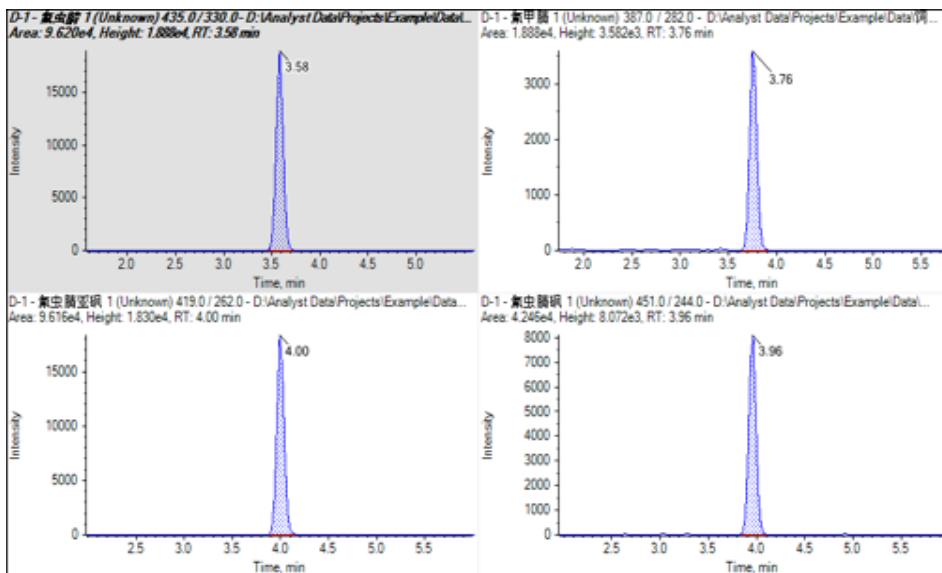


图2 蛋糕样品加标LC-MS/MS谱图（添加水平4 μg/kg）

鸡肉中氟虫腈及其代谢物的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为 0.01 mg/kg时，回收率在95% ~ 110%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称2 g已均质的鸡肉样品于50 mL离心管中
- 加5 mL水涡旋震荡使样品分散

提取

- 加10 mL 1%乙酸乙腈，超声提取10 min
- 加3 g氯化钠，手动振摇后以8000 rpm离心5 min，上清液待净化

净化

- 取上述待净化液2 mL，加入到PEP Plus (P/N:PE0603X)萃取柱中，前0.5 mL流出液弃去，收集剩余的上样流出液

过滤

- 取0.5 mL收集液，向其中加入0.5 mL水，混匀过0.22 μm 尼龙滤膜

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP Plus
P/N: PE0603X

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm
货号：VA930503-0
流动相：流动相A：水
 流动相B：乙腈
柱温：30 °C
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.5	0.4	55
1.0	0.4	80
4.0	0.4	80
4.5	0.4	55
7.0	0.4	55

应用编号：AF10176

实验结果

表1鸡肉样品加标回收率实验结果（添加水平0.01 mg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD/%	RT/min
1	氟虫腈	Fipronil	97.5	1.1	3.58
2	氟甲腈	Fipronil-desulfinyl	101.6	2.6	3.75
3	氟虫腈砒	Fipronil-sulfone	100.4	1.8	3.96
4	氟虫腈亚砒	Fipronil-sulfide	105.4	2.8	4.00

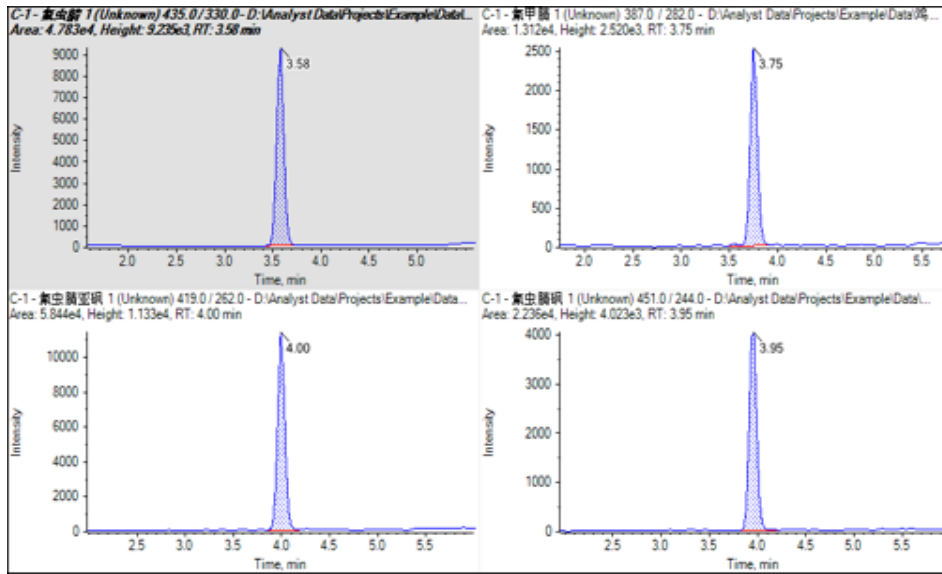


图1 鸡肉样品加标LC-MS/MS谱图（添加水平0.01 mg/kg）

牛奶中氟虫腈及其代谢物的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，回收率在105% ~ 125%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称5 g牛奶样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL 1%乙酸乙腈，超声提取10min
- 加3 g氯化钠，手动振摇后以8000 rpm离心5 min，上清液待净化

净化

- 取上述待净化液2 mL，加入到PEP Plus (P/N:PE0603X)萃取柱中，前0.5 mL流出液弃去，收集剩余的上样流出液

过滤

- 取0.5 mL收集液，向其中加入0.5 mL水，混匀过0.22 μm 尼龙滤膜

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP Plus
P/N: PE0603X

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：3 μm ，100 \AA ，3.0 \times 50 mm
货号：VA930503-0
流动相：流动相A：水
 流动相B：乙腈
柱温：30 $^{\circ}\text{C}$
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.5	0.4	55
1.0	0.4	80
4.0	0.4	80
4.5	0.4	55
7.0	0.4	55

应用编号：AF10177

实验结果

表1牛奶样品加标回收率实验结果（添加水平4 µg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD/%	RT/min
1	氟虫腈	Fipronil	108.4	7.1	3.66
2	氟甲腈	Fipronil-desulfinyl	124.6	8.0	3.83
3	氟虫腈砒	Fipronil-sulfone	122.5	4.2	4.05
4	氟虫腈亚砒	Fipronil-sulfide	114.7	5.2	4.10

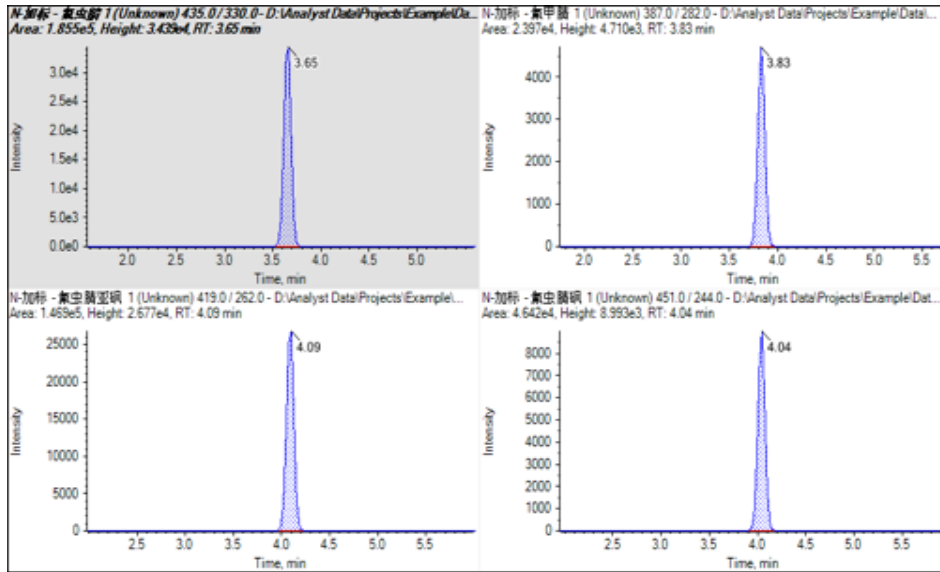


图1 牛奶样品加标LC-MS/MS谱图（添加水平4 µg/kg）

饲料中氟虫腈及其代谢物的测定

前处理方法

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC-MS/MS、QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，当SPE方法添加量为10 µg/kg，QuEChERS方法添加量为1 µg/kg时，回收率在70%~120%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP Plus
P/N: PE0603X
产品名称：MAS-Q净化包
P/N: MS-9PP0260

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

SPE方法

称样

- 称2 g饲料样品于50 mL离心管中
- 加5 mL水振荡使样品分散

提取

- 加10 mL 1%乙酸乙腈，超声提取10 min
- 加3 g氯化钠，手动振荡后以8000 rpm 离心5 min，上清液待净化

净化

- 取上述待净化液2 mL，加入到PEP Plus (P/N:PE0603X)萃取柱中，前0.5 mL流出液弃去，收集剩余的上样流出液

过滤

- 取0.5 mL收集液，向其中加入0.5 mL水，混匀过0.22 µm 尼龙滤膜

QuEChERS方法

称样

- 称2 g饲料样品于50 mL离心管中
- 加5 mL水振荡使样品分散

提取

- 加10 mL 1%乙酸乙腈，MAS-Q提取包 (P/N:MS-MG5052)和4颗玻璃均质子
- 手动振荡1 min，8000 rpm离心5 min，上清液待净化

净化

- 取上述待净化液全部转移至MAS-Q净化包 (P/N:MS-9PP0260)
- 涡旋震荡1 min，8000 rpm离心5 min

过滤

- 取上清液2.5 mL于40°C氮吹至近干
- 用50%乙腈水定容至0.5 mL，混匀，过0.22 µm 尼龙滤膜

应用编号：AF10178

色谱条件

色谱柱： Venusil MP C18
规格： 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm
货号： VA930503-0
流动相： 流动相A： 水
 流动相B： 乙腈
柱温： 30 °C
进样量： 5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.5	0.4	55
1.0	0.4	80
4.0	0.4	80
4.5	0.4	55
7.0	0.4	55

实验结果

表1 饲料样品加标回收实验结果 (添加水平：SPE为10 μg/kg, QuEChERS为1 μg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%		RSD/%		RT/min
			SPE	QuEChERS	SPE	QuEChERS	
1	氟虫腈	Fipronil	115.7	85.6	3.4	4.8	3.83
2	氟甲腈	Fipronil-desulfinyl	116.5	85.2	0.8	9.0	4.01
3	氟虫腈砒	Fipronil-sulfone	111.8	74.4	2.0	8.4	4.22
4	氟虫腈亚砒	Fipronil-sulfide	113.2	73.6	2.9	8.6	4.28

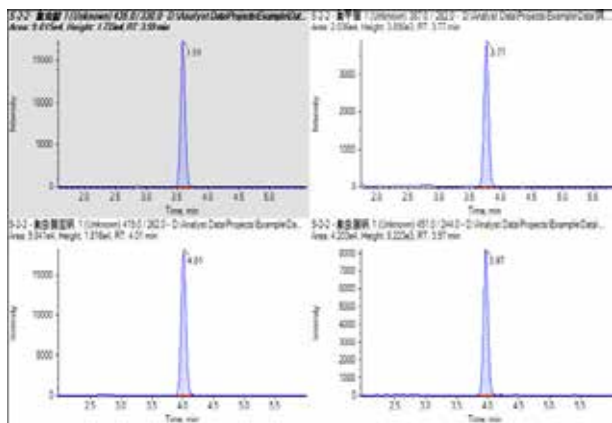


图1 饲料样品加标LC-MS/MS谱图
(SPE方法添加水平10 μg/kg)

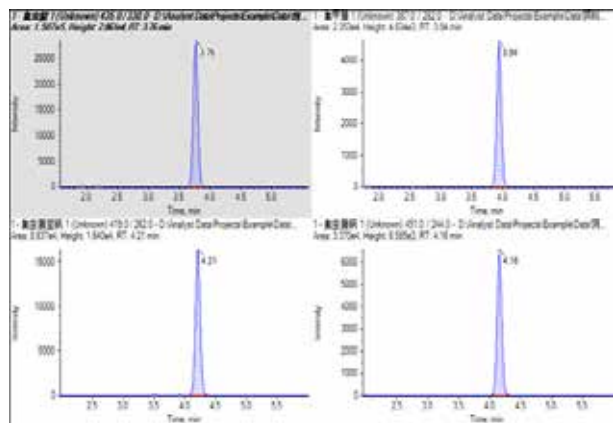


图2 饲料样品加标LC-MS/MS谱图
(QuEChERS方法添加水平1 μg/kg)

花生仁中多菌灵的分析方法

本实验依据NY/T 1680-2009建立了花生仁中多菌灵的前处理方法，样品经乙腈提取，QuEChERS净化管(MS-PA0250)净化，Venusil XBP C18(L)色谱柱(4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å)分离，离子对试剂作为流动相洗脱，高效液相色谱仪(HPLC)检测，外标法进行定量，结果表明，当多菌灵的加标量为0.1 mg/kg时，回收率为81.5%，可以满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-PA0250

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 称取12.5 g打碎的花生仁样品于50 mL离心管中

提取

- 加入12.5 mL乙腈，高速匀浆2 min
- 加入0.5 g无水硫酸镁，剧烈振摇1 min，2500 r/min离心5 min，上清液待净化

净化

- 取上述待净化液1 mL置于QuEChERS净化管(MS-PA0250)中，涡旋振荡1 min，2500 r/min离心5 min

过滤

- 准确移取0.5 mL上清液，加入离子对试剂0.5 mL，摇匀后过0.22 μm尼龙针式过滤器，待检测

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm
货号：VX952505-L
流动相：甲醇：离子对试剂 = 40 : 60 (V/V)
柱温：45 °C
流速：1.25 mL/min
进样量：40 μL
检测波长：275 nm

应用编号：AF10188

实验结果

表1多菌灵加标回收实验结果(n=3, 添加水平0.1 mg/kg)

序号	物质名称	英文名	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	多菌灵	Carbendazim	81.5	4.6	9.831

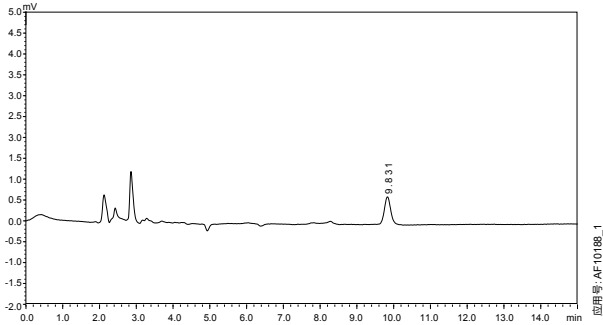


图1 0.05 µg/mL多菌灵标准溶液色谱图

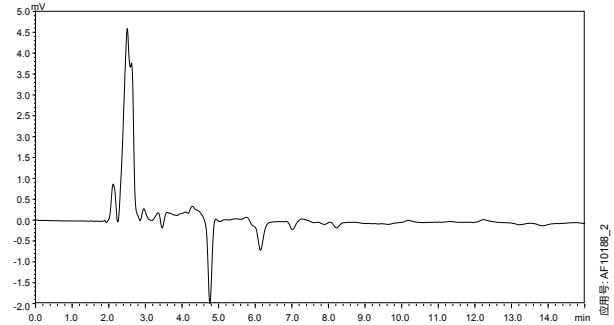


图2 花生仁基质空白色谱图

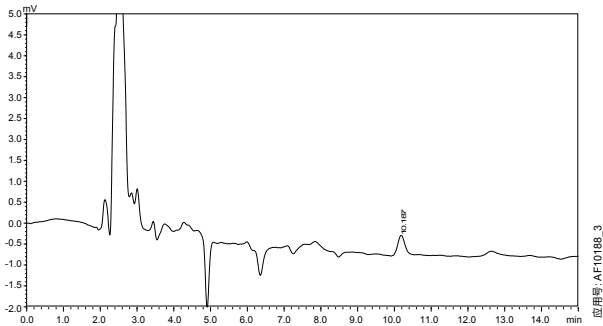


图3 0.1 mg/kg花生仁基质加标色谱图

苹果中甲基硫菌灵的分析方法

按照NY/T 1680-2009 (蔬菜水果中多菌灵等4中苯并咪唑类农药残留量的测定)方法,本实验建立了苹果中甲基硫菌灵的检测方法。Venusil XBP C18 (L) 色谱柱分离,外标法定量。结果表明,苹果中甲基硫菌灵回收率93.95%,变异系数0.69%,能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称取试样12.5 g 苹果试样 (精确至0.01 g), 置于50 mL 离心管中

提取

- 加入12.5 mL乙腈, 高速匀浆2 min
- 加入7.5 g无水硫酸镁, 盖上盖子, 剧烈振摇1 min, 静置30min, 2500 r/min离心5 min, 使乙腈和水相分层

净化

- 移取1 mL上层乙腈溶液于2 mL离心管中, 加入净化包(P/N: MS-PA0250) 2500 r/min离心5 min

过滤

- 准确吸取0.5 mL乙腈溶液, 加入0.5 mL离子对试剂, 振荡后, 过0.45 μm滤膜, 待检测

产品信息

前处理产品

产品名称: MAS-Q净化管
P/N: MS-PA0250

液相色谱产品

产品名称: Venusil XBP C18(L)
P/N: VX952505-L

色谱条件

色谱柱: Venusil XBP C18(L)
规格: 5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm
货号: VX952505-L
流动相: 甲醇: 离子对试剂 = 40: 60 (V/V)
柱温: 45 °C
流速: 1.25 mL/min
进样量: 40 μL
检测波长: 265 nm

应用编号：AF10189

实验结果

表1 苹果中甲基硫菌灵回收实验结果

序号	物质名称	英文名	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	甲基硫菌灵	thiophonate-methyl	0.8	93.95	0.69	11.176

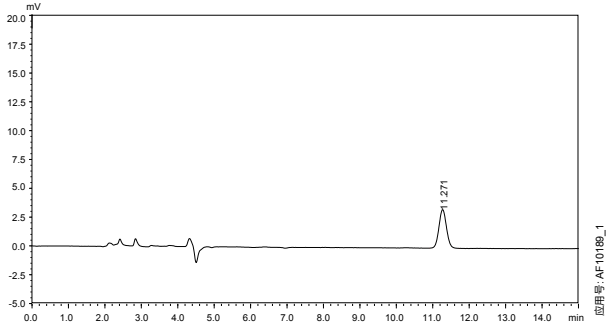


图1 甲基硫菌灵标准溶液 0.4 µg/mL液相色谱图

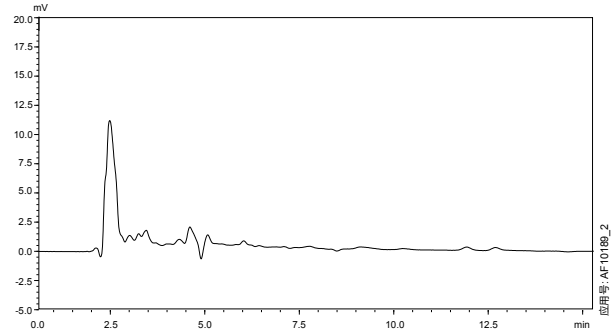


图2 苹果空白色谱图

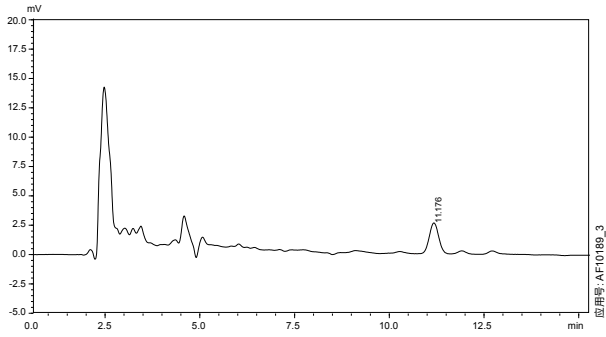


图3 苹果基质加标液相色谱图

菜豆中灭蝇胺的分析方法

本实验重现了NY/T 1725-2009蔬菜中灭蝇胺的前处理方法，样品经乙酸铵-乙腈溶液提取，Cleanert SCX固相萃取小柱净化，Venusil XBP NH₂色谱柱分离，乙腈-水(97+3)作为流动相洗脱，高效液相色谱仪(HPLC)检测，外标法进行定量，结果表明，当灭蝇胺的加标量为0.5 mg/kg时，回收率为94.8%，可以满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert SCX
P/N: SC5006

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP NH₂
P/N: VN852505-0

前处理方法

称样

- 称取均匀的菜豆样品10 g置于50 mL离心管中

提取

- 加入25 mL乙酸铵-乙腈溶液，匀浆提取2 min
- 取另一50 mL离心管，加入15 mL乙酸铵-乙腈溶液清洗刀头30 s
- 将上述两支离心管分别用6000 r/min离心5 min，合并上清液，混合均匀
- 取出10 mL于40°C旋蒸至无有机相(冷凝装置无液滴滴下)，加入0.1 mol/L盐酸溶液2 mL，混合，待净化

净化

- 将Cleanert SCX小柱依次用5 mL甲醇，5 mL水活化平衡，将上述待净化液全部上样于小柱上，再用3 mL 0.1 mol/L盐酸溶液洗涤样品瓶并上样于小柱上，重复洗涤1次，弃去流出液
- 依次用5 mL水和5 mL甲醇淋洗小柱，抽干

过滤

- 用15 mL 5%氨化甲醇溶液分三次洗脱，收集洗脱液于40°C旋蒸至近干，用2 mL流动相复溶，过0.22 μm尼龙针式过滤器过滤，待检测

应用编号：AF10193

色谱条件

色谱柱： Venusil XBP NH₂
规格： 5 μm, 100 Å, 4.6 × 250 mm
货号： VN852505-0
流动相： 乙腈：水=97：3
柱温： 35 °C
流速： 1.0 mL/min
进样量： 10 μL
检测波长： 215 nm

实验结果

表1 灭蝇胺加标回收实验结果(n=3, 添加水平0.5 mg/kg)

序号	物质名称	英文名	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	灭蝇胺	Cyromazine	94.8	4.4	12.309

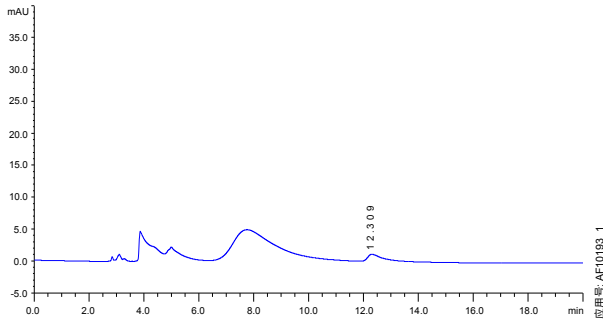


图1 1 μg/mL灭蝇胺标准溶液色谱图

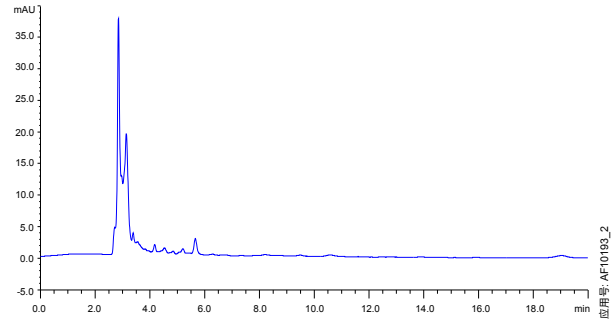


图2 菜豆基质空白色谱图

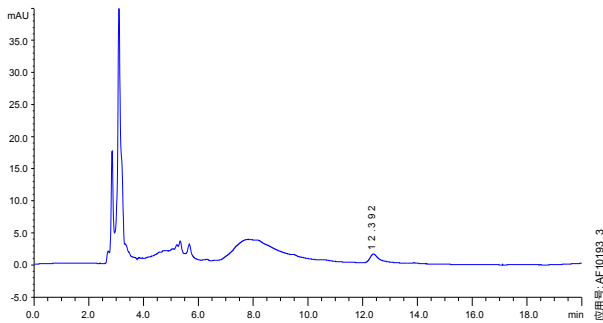


图3 0.5 mg/kg菜豆基质加标色谱图

熟咖啡粉中农药残留的分析方法

本实验采用QuEChERS方法结合高效液相色谱串联质谱(LC-MS/MS)建立了熟咖啡粉中农药残留的前处理方法。样品经酸化乙腈提取，QuEChERS填料净化，LC-MS/MS检测，Venusil MP C18进行分离，外标法进行定量。结果表明，农药的回收率在90%-120%，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q提取包
P/N: MS-MG5052
产品名称：MAS-Q净化包
P/N: MS-9PA0203
产品名称：玻璃珠均质子
P/N: HG-01

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 称取2 g熟咖啡粉，向其中加入10 mL 1%酸化乙腈(V/V)

提取

- 加入4颗玻璃均质子，再加入MAS-Q提取包(MS-MG5052)，剧烈震荡1 min，8000 r/min离心5 min，上清液作为待净化液

净化

- 取上述待净化液1 mL加入到QuEChERS净化管(MS-9PA0203)中，涡旋震荡1 min，5000 r/min离心5 min

过滤

- 移取0.5 mL上层清液于样品瓶中，氮气吹至近干，用20%乙腈水定容至0.5 mL，过0.22 μm Nylon针式过滤器后，待检测

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：3 μm，100 Å，3.0 × 50 mm
货号：VA930503-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水
流动相B：0.1%甲酸乙腈
柱温：35 °C
流速：0.3 mL/min
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	10
1.0	0.3	10
3.0	0.3	95
8.0	0.3	95
8.1	0.3	10
13.0	0.3	10

应用编号：AF10194

质谱条件

离子源：ESI+
电喷雾电压：5500 V
雾化气压力：50 psi
气帘气压力：10 psi
辅助气压力：60 psi
离子源温度：550°C
采集方式：多反应监测(MRM)

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
丙环唑	342.1	158.8	94	34.5
		69.3	94	37.8
多菌灵	192.3	159.9	58	21.9
		132.1	58	40.9
三唑醇	296.3	226.8	44	23.1
		198.8	44	36.2
三唑酮	294.3	197.1	52	22.9
		69.1	52	29.4
戊唑醇	308.3	70.1	73	53.0
		125.1	73	47.2

注：下划线为定量离子对

实验结果

表1 熟咖啡粉中农药加标回收实验结果(添加水平0.1 mg/kg)

序号	物质名称	英文名	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	丙环唑	Propiconazole	119.3	8.9	6.79
2	多菌灵	Carbendazim	95.8	3.1	2.72
3	三唑醇	Triadimenol	109.8	0.9	6.46
4	三唑酮	Triadimefon	114.3	4.6	6.45
5	戊唑醇	Tebuconazole	117.0	8.0	6.57

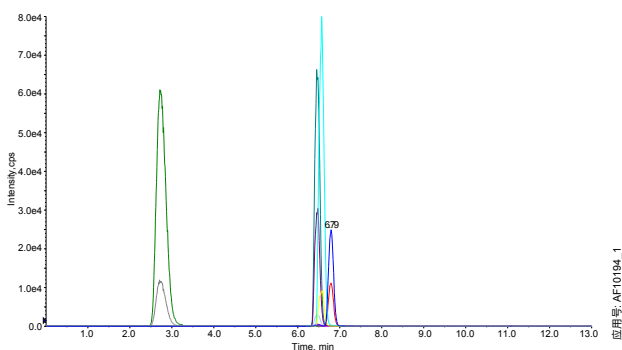


图1 0.02 µg/mL 5种农药标样色谱图

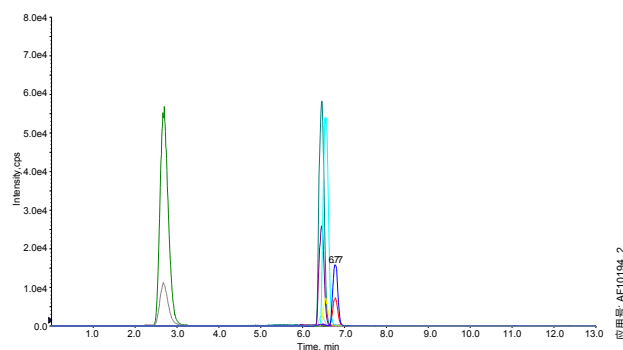


图2 0.02 µg/mL熟咖啡粉基质混合标准工作液色谱图

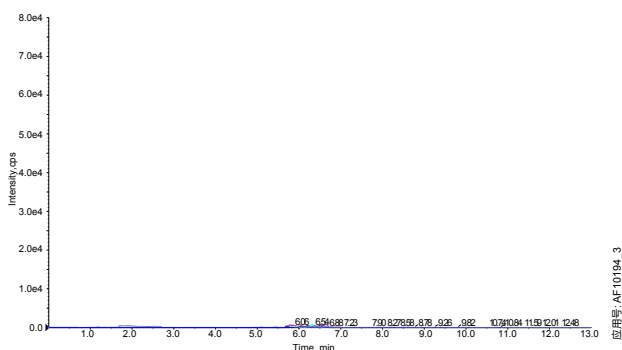


图3 熟咖啡粉基质空白色谱图

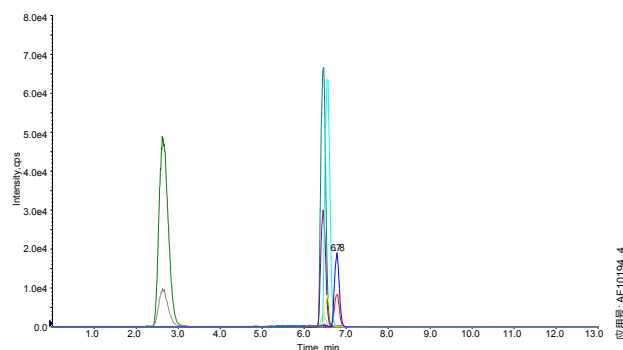


图4 0.1mg/kg熟咖啡粉基质加标色谱图

橘子中11种农药的分析方法

本实验根据 GB23200.8-2016，采用 SPE 结合液相色谱-串联质谱建立了橘子中 11 种农药残留的前处理方法。样品经乙腈提取，经 C18、PC/NH₂ 混合柱净化，GC-MS 检测，外标法进行定量。结果表明，农药添加量为 0.02 mg/kg 时，11种农药回收率在 65% ~ 100%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18

P/N: S18200012

产品名称：Cleanert PC/NH₂

P/N: PN0006

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS

P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称取10 g已均质好的橘子样品，置于50 mL 离心管中

提取

- 加入20 mL乙腈，均质提取1 min
- 加入5 g氯化钠，再匀浆提取1 min，3000 r/min 离心5 min，取上层清液作为待净化液

净化

- 将上述待净化液加入到已用10 mL乙腈活化好的 C18小柱中，接收上样液，并用15 mL乙腈进行洗脱，将收集的上样液和洗脱液在40°C水浴中旋转浓缩至1 mL，作为备用液

过滤

- 在 Cleanert PC/NH₂ 小柱中加入2 cm 高的无水硫酸钠，用 4 mL 乙腈/甲苯=3/1(V/V) 进行活化，当液面达到无水硫酸钠顶部时，迅速将备用液转移至净化柱中
- 每次用 2 mL 乙腈/甲苯=3/1(V/V) 三次洗涤样液瓶，并将洗涤液移入柱中
- 用 25 mL 乙腈/甲苯=3/1(V/V) 进行洗脱，收集上样液和洗脱液，并在 40°C 水浴中旋转浓缩至 0.5 mL
- 每次加入 5 mL 正己烷在 40°C 水浴中旋转蒸发，进行溶剂交换两次，最后使样液体积约为 1 mL，加入 40 μL 内标，混匀，用于 GC-MS 检测

应用编号：AF10197

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS
 规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
 货号：7HG-G030-11
 进样：不分流进样，250°C，1 μL
 载气：氦气，1 mL/min
 离子源：230°C
 柱温箱程序：起初 40°C 保持 1 min，之后以 30°C/min 的速度升至 130°C，再以 5°C/min 升温至 250°C，再以 10°C/min 升温至 300°C，保持 5 min

质谱参数

物质名称	定量离子	定性离子1	定性离子2
甲基毒死蜱	286	288	197
倍硫磷	278	169	153
马拉硫磷	173	158	143
环氧七氯	353	355	351
二甲戊灵	252	220	162
腐霉利	283	285	255
三唑醇	112	168	130
醚菌酯	116	206	131
溴虫腈	247	328	408
溴螨酯	341	183	339
氰戊菊酯	167	225	419
苯醚甲环唑	323	325	265

实验结果

表1 橘子基质加标回收实验结果(添加水平 0.02 mg/kg)

序号	物质名称	英文名	平均回收率/%	变异系数/%
1	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	71.9	1.0
2	倍硫磷	Fenthion	81.0	3.5
3	马拉硫磷	Malathion	69.5	4.9
4	二甲戊灵	Pendimethalin	73.9	3.2
5	腐霉利	Procymidone	73.1	9.2
6	三唑醇	Triadimenol	80.7	6.2
7	醚菌酯	Kresoxim-methyl	72.1	6.7
8	溴虫腈	Chlorfenapyr	83.3	3.9
9	溴螨酯	Bromopropylate	82.2	2.5
10	氰戊菊酯	Fenvalerate	85.2	2.5
11	苯醚甲环唑	Difenoconazole	91.5	0.4

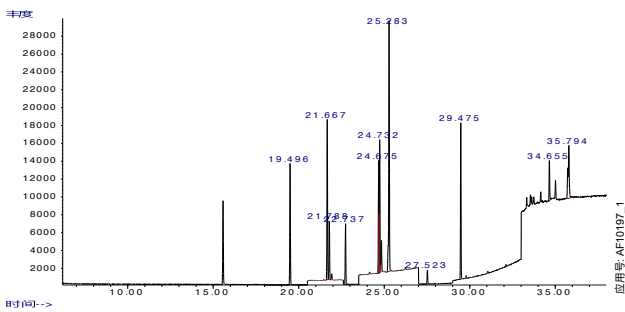


图1 0.2 μg/mL 11种农药标准溶液色谱图

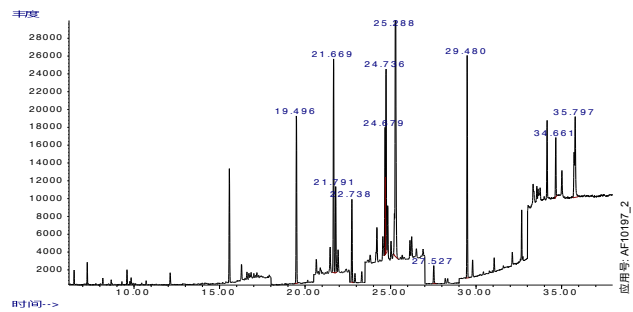


图2 0.2 μg/mL 橘子基质混合标准工作溶液色谱图

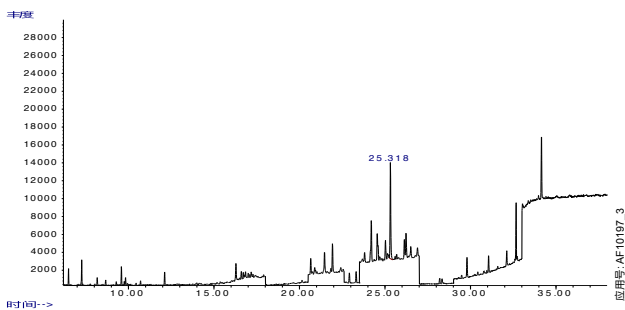


图3 橘子基质空白色谱图

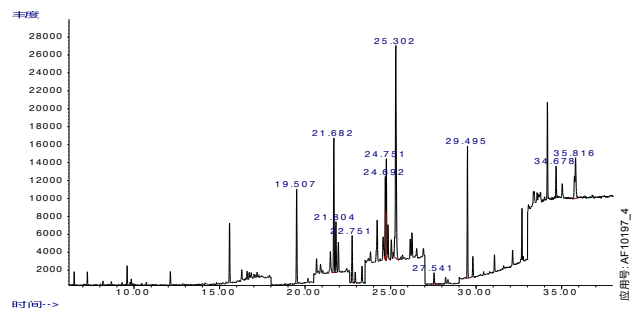


图4 0.02 mg/kg 橘子基质加标色谱图

兽药残留



应用编号：AF10028

(GB/T20746-2006) 畜禽肉中卡巴氧的测定

本实验以GB/T 20746-2006为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg时，回收率在80% ~ 100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Alumina N
P/N:AL0100-N

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA920502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL 离心管中

提取

- 加5 g中性氧化铝，加25 mL乙腈-乙酸乙酯(1:1)，均质5 min，5000 rpm离心5 min，上清液待净化

净化

- 取待净化液移至另一50 mL离心管中，加5 g无水硫酸钠和10 mL正己烷，振荡2 min，5000 rpm离心5 min，将下层清液转移至鸡心瓶中，重复上述步骤合并两次清液。

过滤

- 合并液于40°C减压旋转蒸发至近干，准确加入1.0 mL 0.1%甲酸水溶液定容
- 上述溶液用0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：2.5 µm，100 Å，2.1 × 50 mm
货号：VA920502-0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
流动相B：乙腈
柱温：35 °C
进样量：5 µL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.35	5.0
1.50	0.35	5.0
4.00	0.35	40.0
5.00	0.35	90.0
5.01	0.35	5.0
7.00	0.35	5.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	卡巴氧	Carbadox	87.80	6.84	1.55

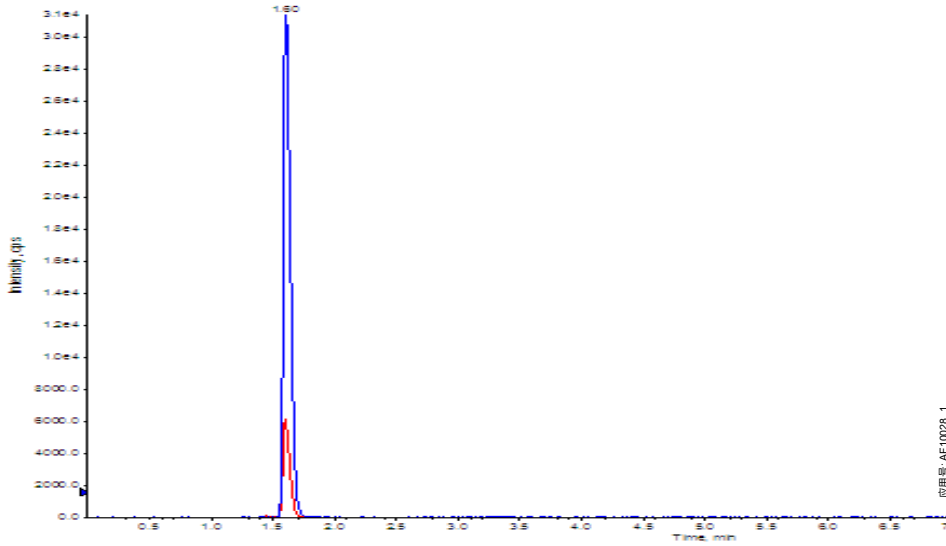


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平1.0 µg/kg)

应用编号：AF10029

(GB/T 20762-2006) 畜禽肉中替米考星的测定

本实验以GB/T 20762-2006为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg和20.0 µg/kg时，回收率在90%~100%之间，RSD小于10%，满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP-2
P/N: PE5006-2

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951002-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加15 mL乙腈，均质1 min，振荡10 min，4200 rpm离心5 min
- 取上清液加入2 g氯化钠和10 mL正己烷，振荡10 min，4200 rpm离心10 min，吸取中间乙腈层12.0 mL于另一离心管中，氮气吹至近干

净化

- 将PEP-2 (P/N:PE5006-2)分别用10 mL甲醇、10 mL水、5 mL 2%氯化钠溶液和5 mL磷酸二氢铵缓冲溶液活化平衡，用7 mL磷酸二氢铵缓冲溶液分两次溶解残液过柱(流速控制在2~3 mL/min)，弃去滤液
- 用10 mL水和5 mL甲醇-水(2:3)淋洗，弃去淋洗液，将小柱抽干；最后用10 mL甲醇洗脱，接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C氮气吹干，用1 mL 0.1%乙酸铵水溶液溶解残留物
- 上述溶液用0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18
规格：5 µm，150 Å，2.1×100 mm
货号：VS951002-0
流动相：流动相A：10 mM乙酸铵溶液
流动相B：乙腈
柱温：35 °C
进样量：5 µL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.35	5.0
1.50	0.35	5.0
2.00	0.35	40.0
4.00	0.35	40.0
4.01	0.35	90.0
5.00	0.35	90.0
5.01	0.35	5.0
7.00	0.35	5.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 µg/kg、20.0 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标量/µg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	替米考星	Tilmicosin	1.0	92.52	3.88	2.50
			20.0	91.91	4.21	

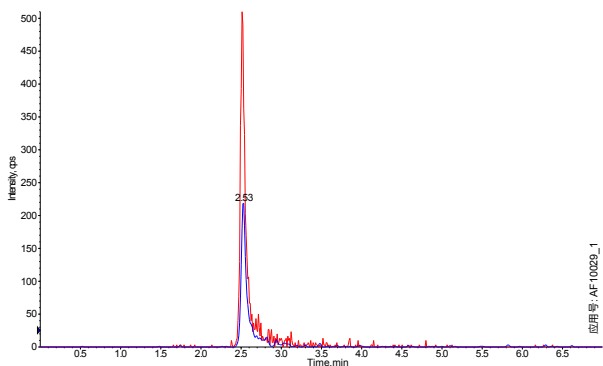


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平1.0 µg/kg)

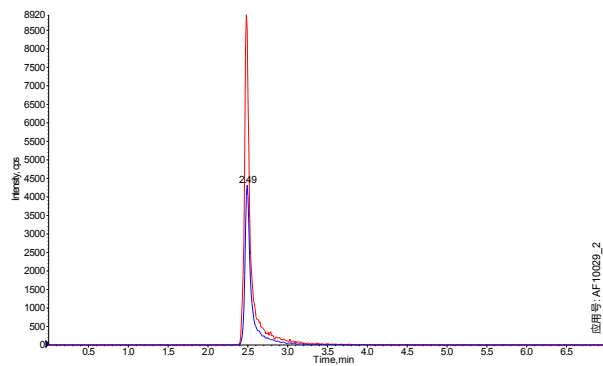


图2 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平20.0 µg/kg)

应用编号：AF10030

(GB/T 21314-2007) 畜禽肉中头孢噻唑的测定

本实验以GB/T 21314-2007为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为50 µg/kg时，回收率在70% ~ 100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18
P/N: S185003

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951002-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加15 mL 乙腈-水(15:2)，均质30 s，洗涤均质器刀头，洗涤液倒回离心管中，振荡1 min，4000 rpm离心5 min，转移上清液于另一50 mL离心管中
- 重复用10 mL乙腈-水(15:2)洗涤刀头提取一次合并上清液，用乙腈-水(15:2)定容至40 mL，准确移取20 mL于100 mL鸡心瓶中，35°C旋蒸去除乙腈

净化

- 将S C18 (P/N:S185003)小柱分别用3 mL甲醇、3 mL水活化平衡；向除去乙腈层的瓶中加入25 mL 0.05 mol/L磷酸盐缓冲溶液，涡旋混匀1 min，用0.1 mol/L NaOH溶液调节pH值为8.5，再以1 mL/min流速过柱
- 用2 mL磷酸盐缓冲液淋洗2次，再用2 mL超纯水淋洗，最后3 mL乙腈洗脱，接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C氮气吹干，用1 mL 0.01 mol/L乙酸铵溶液(pH 4.5)溶解残留物
- 上述溶液用0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18
 规格: 5 μ m, 150 \AA , 2.1 \times 100 mm
 货号: VS951002-0
 流动相: 流动相A: 10 mM乙酸铵溶液
 (pH4.5)
 流动相B: 乙腈
 柱温: 35 $^{\circ}$ C
 进样量: 5 μ L
 梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.35	2.0
1.50	0.35	2.0
3.00	0.35	40.0
3.01	0.35	90.0
5.00	0.35	90.0
5.01	0.35	2.0
7.00	0.35	2.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	头孢噻唑	Ceftiofur	77.32	2.80	1.86

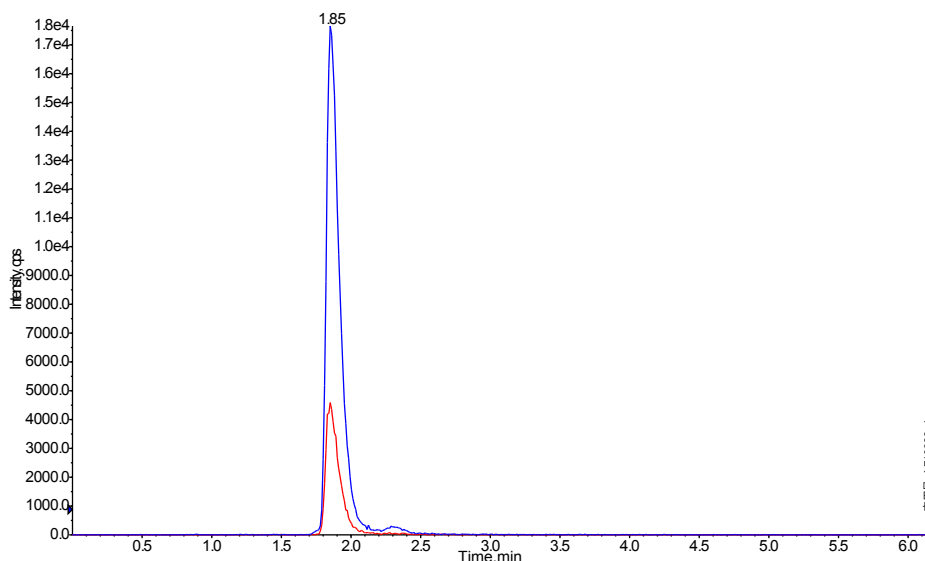


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平50 μ g/kg)

应用编号：AF10031

(GB 23200.20-2016) 猪肉中阿维菌素的测定

本实验以GB 23200.20-2016为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为5 µg/kg 和50 µg/kg时，回收率在75% ~ 90%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Alumina N
P/N: AL0003-N

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA920502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加5 g无水硫酸钠和15 mL 乙腈，以10000 rpm均质2 min, 3000 rpm离心5 min，取上清液经无水硫酸钠过滤并转入浓缩瓶中，用10 mL乙腈再提取一次，合并提取液
- 提取液于40°C水浴中旋转浓缩至2-3 mL

净化

- 将 Alumina N(P/N:AL0003-N)小柱用3 mL乙腈预淋洗，将提取液 转入SPE柱(流速控制在2~3 mL/min)，用5 mL乙腈分两次洗涤浓缩并将洗涤液转入SPE柱，最后用2 mL乙腈洗脱，接收全部流出液

过滤

- 洗脱液于50°C氮气吹干，用1 mL 乙腈复溶
- 上述溶液用0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：2.5 µm, 100 Å, 2.1×50 mm
货号：VA920502-0
流动相：0.1%乙酸水溶液-乙腈(25:75)
流速：0.35 mL/min
柱温：35 °C
进样量：5 µL

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标量/ $\mu\text{g}/\text{kg}$	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	阿维菌素	Abamectin	5	78.05	8.50	2.54
			50	84.25	5.46	

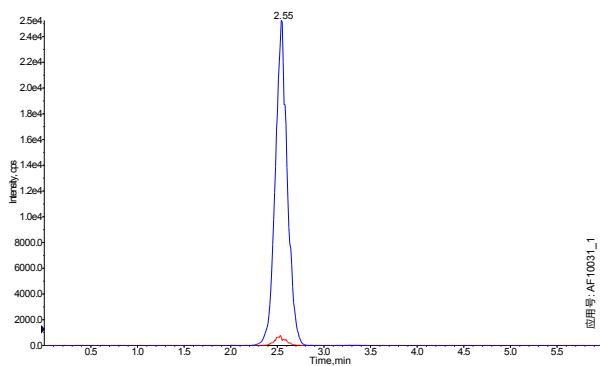


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

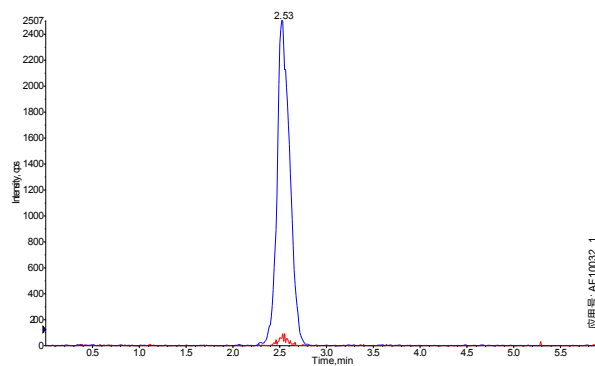


图2 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平50 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

应用编号：AF10033

(GB/T 20759-2006) 猪肉中磺胺类药物的测定

本实验以农业部1025号公告-23-2008为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为10 µg/kg时，回收率在70% ~ 110%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PCX
P/N: CX1506

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS931502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加15 mL乙酸乙酯涡旋振荡2 min，5000 rpm离心10 min，分离上清液于100 mL鸡心瓶，残渣用同样方法重复提取1次，合并乙酸乙酯层。
- 在提取液中加入0.1 mol/L的盐酸5 mL，45°C旋蒸出乙酸乙酯，将残留的盐酸层转移至10 mL离心管中，分两次用2 mL 0.1 mol/L盐酸洗涤鸡心瓶，洗涤液转移至同一离心管中，再用5 mL正己烷洗涤鸡心瓶，然后将正己烷转入含有盐酸的离心管中，用手振摇使其混合均匀，3500 rpm离心5 min，弃去正己烷，再用3 mL正己烷重复洗涤1次，取下层液作为待净化液。

净化

- 将PCX (P/N:CX1506)小柱分别用3 mL甲醇和3 mL 0.1 mol/L盐酸活化，将待净化液移至柱中
- 分别用2 mL 0.1 mol/L盐酸和2 mL 水-甲醇-乙腈(55:25:20)洗涤小柱;最后用2 mL 水-甲醇-乙腈-氨水(75:10:10:5)洗脱,接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C氮气吹干，用1 mL 水定容
- 上述溶液用0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18

规格: 3 μ m, 150 \AA , 2.1 \times 150 mm

货号: VS931502-0

流动相: 流动相A: 水

流动相B: 乙腈

柱温: 35 $^{\circ}$ C

进样量: 5 μ L

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.20	1.0
5.00	0.20	10.0
25.0	0.20	50.0
26.00	0.20	60.0
26.01	0.20	1.0
30.00	0.20	1.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平10 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	磺胺乙酰	Sulfanilacetamide	92.54	3.87	13.57
2	磺胺氯哒嗪	Sulfachlorpyridazine	73.08	5.55	21.46
3	磺胺二甲异恶唑	Sulfisoxazole	81.48	10.20	23.52
4	磺胺甲基恶唑	Sulfamethoxazole	75.16	14.18	22.48
5	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	92.56	3.86	19.15
6	磺胺苯吡唑	Benzenesulfonamide	79.01	11.72	26.11
7	磺胺吡啶	Sulfapyridine	87.80	6.49	16.45
8	磺胺噻唑	Sulfathiazole	92.24	4.04	16.26
9	磺胺-6-甲氧嘧啶	Sulfamomethoxine	103.10	1.53	18.33
10	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	96.21	1.93	15.22
11	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	95.33	2.39	17.35
12	磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	106.93	3.35	18.94
13	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	70.48	7.31	25.60
14	磺胺甲氧哒嗪	Sulfamethoxy pyridazine	98.15	0.93	19.37
15	磺胺-5-甲氧嘧啶	Sulfamer	99.94	0.03	19.37
16	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamomethoxine	88.43	6.14	20.84

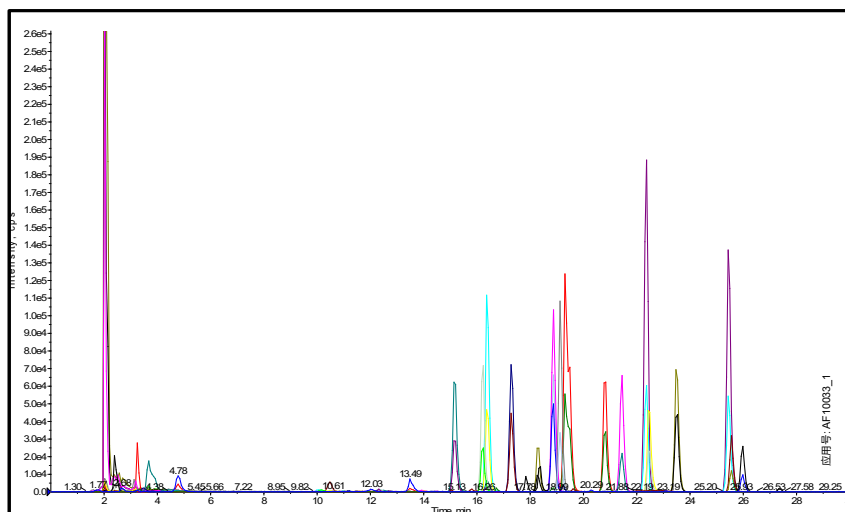


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平10 μ g/kg)

应用编号: AF10036

(GB/T 21312-2007) 猪肉中氟喹诺酮类药物的测定

本实验以GB/T 21312-2007为依据,采用SPE-LC-MS/MS方法,外标法定量。实验结果表明,添加量为2.0 µg/kg、20 µg/kg、100 µg/kg时,回收率在70%~120%之间,RSD小于5%,能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称: Cleanert PEP-2
P/N: PE2006-2

液相色谱产品

产品名称: Venusil MP C18
P/N: VA920502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加入20 mL 配制好的0.1 mol/L的缓冲溶液,1000 rpm涡旋混合1 min,再超声提取10 min,于8000 rpm离心10 min,重复提取三次,合并上清液,待净化

净化

- 将PEP-2(P/N:PE2006-2)小柱分别用6 mL甲醇和6 mL水活化,然后将待净化液过柱(流速控制在2~3 mL/min),弃去滤液
- 用3 mL 5%甲醇水淋洗,弃去淋洗液,将小柱抽干;用6 mL甲醇洗脱,接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹干,用1 mL 0.2%甲酸水溶液溶解残留物
- 上述溶液过0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
规格: 2.5 µm, 100 Å, 2.1×50 mm
货号: VA920502-0
流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液
流动相B: 乙腈
柱温: 30 °C
进样量: 10 µL
梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.3	15.0
6.00	0.3	20.0
7.00	0.3	90.0
7.10	0.3	15.0
12.00	0.3	15.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平2.0 µg/kg、20 µg/kg、100 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标量/µg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	诺氟沙星	Norfloxacin	2	78.77	0.15	3.26
			20	84.95	0.12	
			100	100.34	0.03	
2	环丙沙星	Ciprofloxacin	2	87.98	0.08	3.79
			20	71.63	0.11	
			100	79.66	0.01	
3	培氟沙星	Pefloxacin	2	86.21	0.08	3.57
			20	83.65	0.15	
			100	92.67	0.18	
4	洛美沙星	Lomefloxacin	2	101.39	0.07	4.34
			20	92.97	0.12	
			100	108.73	0.04	
5	恩诺沙星	Enrofloxacin	2	94.27	0.03	5.02
			20	88.12	0.16	
			100	93.05	0.05	
6	氧氟沙星	Ofloxacin	2	102.73	0.08	3.23
			20	103.91	0.15	
			100	114.35	0.12	

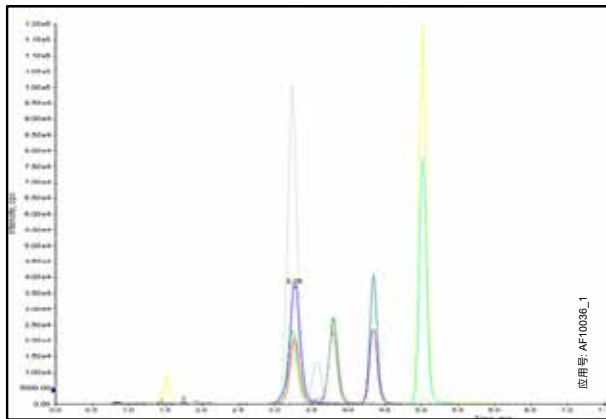


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平2.0 µg/kg)

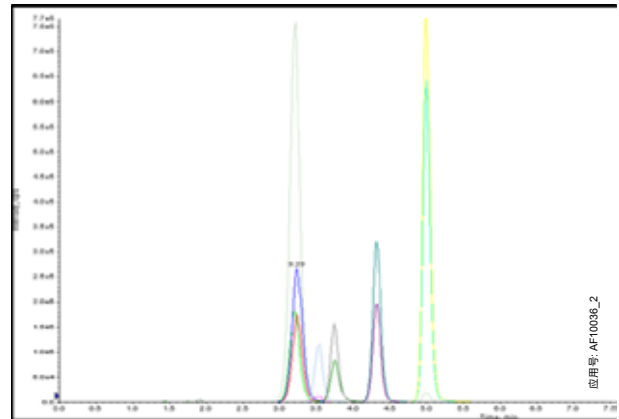


图2 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平20 µg/kg)

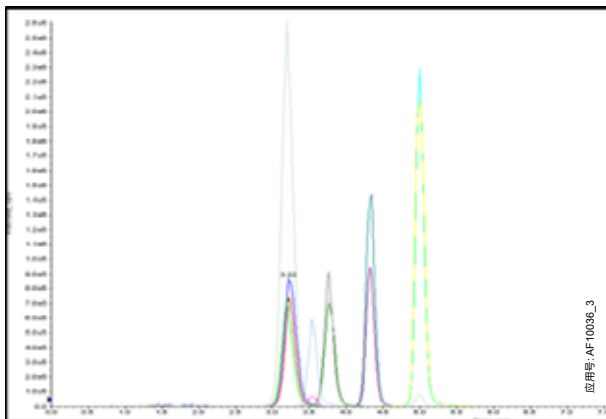


图3 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平100 µg/kg)

应用编号：AF10037

(GB/T 20762-2006) 猪肉中林可霉素的测定

本实验以GB/T 20762-2006为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg时，回收率在90% ~ 110%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP-2
P/N: PE5006-2

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951002-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加15 mL 乙腈，均质1 min,振荡10 min，4200 rpm离心5 min，取上清液于另一50 mL离心管中；再加入10 mL乙腈于样品残渣，重复提取一次，合并上清液于50 mL离心管中
- 残渣加入2 g氯化钠和10 mL正己烷，剧烈振荡10 min，以4200 rpm离心10 min，吸取中间乙腈层10 mL于另一离心管中，55°C水浴氮气浓缩至近干。用7 mL磷酸盐缓冲液分两次溶解残留物，作为待净化液。

净化

- 将PEP-2(P/N:PE5006-2)小柱分别用10 mL甲醇，10 mL水，5 mL 0.2%氯化钠，5 mL磷酸盐缓冲液活化；然后将待净化液过柱（流速控制在1 mL/min）
- 用10 mL水和5 mL甲醇-水(2:3)淋洗小柱，弃去全部流出液，小柱用真空泵抽干15 min；最后用10 mL甲醇洗脱，接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C氮气吹干，用1 mL 10 mmol乙酸铵溶液(含0.15%甲酸)溶解残留物
- 上述溶液过0.22 µm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18

规格：5 μm, 150 Å, 2.1×100 mm

货号：VS951002-0

流动相：流动相A：0.3%甲酸水溶液

流动相B：0.3%甲酸乙腈溶液

柱温：30 °C

进样量：10 μL

梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.25	5.0
2.00	0.25	5.0
5.00	0.25	95.0
6.00	0.25	95.0
6.01	0.25	5.0
10.00	0.25	5.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果（添加水平1.0 μg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	林可霉素	Lincomycin	90.92	5.34	1.63

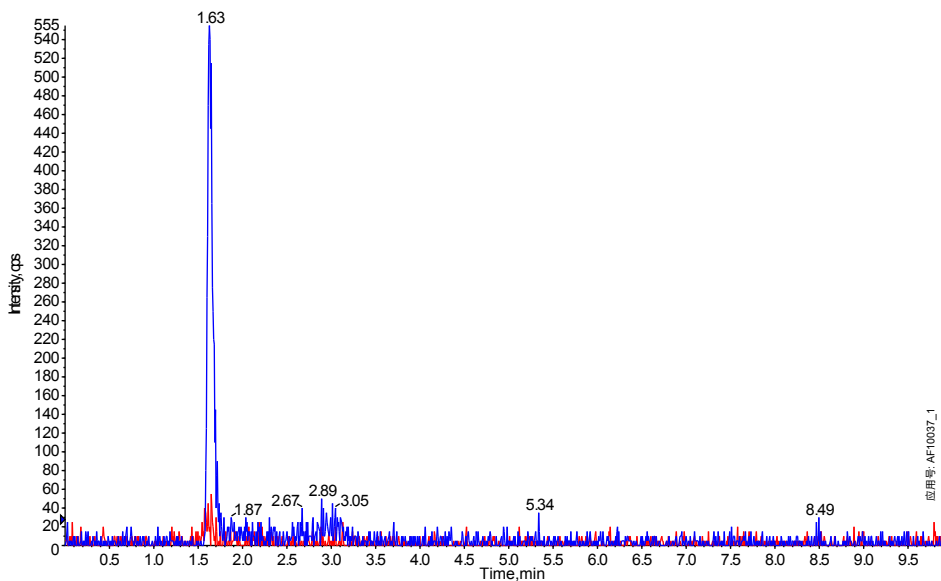


表1 样品加标回收率实验结果（添加水平1.0 μg/kg）

应用编号：AF10038

(GB 29699-2013) 猪肉中氯羟吡啶的测定

本实验以GB 29699-2013为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg和5.0 µg/kg时，回收率在80% ~ 100%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Alumina-N
P/N: AL5006-N

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA950502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好样品于50 mL聚丙烯离心管中

提取

- 加15 mL乙腈，均质1 min，振荡提取10 min，以6000 rpm离心10 min，取上清液于另一50 mL离心管中；用10 mL乙腈洗涤刀头，洗涤液倒入残渣中重复提取一次
- 合并上清液，加正己烷15 mL，无水硫酸钠2 g，振荡提取5 min，6000 rpm离心5 min，取乙腈层于50°C旋转蒸发至近干；用5 mL乙腈溶解残留物，作为待净化液

净化

- 将 Alumina-N (P/N:AL5006-N)小柱用10 mL乙腈活化，取备用液过柱，控制流速为1 mL/min，收集上样流出液
- 用10 mL乙腈分两次冲洗放置备用液的离心管，再以相同流速洗脱小柱，并收集洗脱液

过滤

- 将所有流出液与洗脱液于50°C氮气吹至近干
- 用1 mL 10%甲醇水溶液溶解残留物，涡旋振荡2 min，再超声2 min，过0.22 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18

规格：5 μm, 100 Å, 2.1×50 mm

货号：VA950502-0

流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液

流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液

柱温：30 °C

进样量：10 μL

梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.20	5.0
2.00	0.20	5.0
2.01	0.20	90.0
3.00	0.20	90.0
3.01	0.20	5.0
10.00	0.20	5.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 μg/kg、5.0 μg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标量/μg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	氯羟吡啶	Clopidol	1.0	82.22	0.97	2.07
			5.0	80.24	2.78	

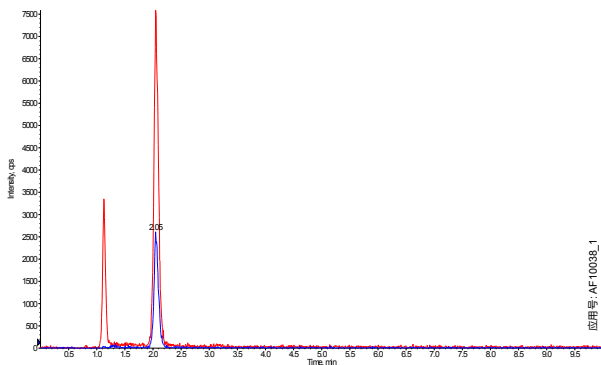


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平1.0 μg/kg)

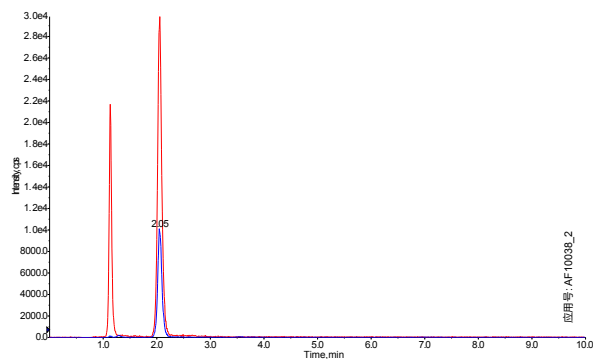


图2 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平5.0 μg/kg)

应用编号：AF10041

(GB/T 20752-2006) 猪肉中硝基呋喃代谢物的测定

本实验以GB/T 20752-2006为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.25 µg/kg、2.5 µg/kg时，回收率在65% ~ 100%之间，RSD小于15%，满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP-2
P/N: PE0603-2

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA951502-0

前处理方法

称样

- 称2 g已均质好的样品于50 mL棕色离心管中

提取

- 加15 mL甲醇-水(2:1)，均质1 min，再用5 mL甲醇-水(2:1)洗涤刀头，二者合并于8000 rpm离心5 min，弃去上清液
- 向棕色离心管中加入20 mL 0.2 mol/L的盐酸溶液，涡旋1 min，加入0.3 mL 0.05 mol/L的2-硝基苯甲醛的二甲亚砷溶液，涡旋混匀，于37°C温水中避光衍生16 h
- 将衍生后的样品冷却至室温，加入0.1 mol/L的磷酸氢二钾5 mL，用1 mol/L的氢氧化钠调pH约为7.4，混合均匀后以8000 rpm离心10 min，上清液作为待净化液

净化

- 将PEP-2(P/N:PE0603-2)小柱分别用5 mL甲醇和5 mL水活化，将待净化液转入SPE柱(流速控制为2 mL/min)，再用10 mL水洗脱固相萃取小柱，然后负压抽干柱子15 min
- 最后用5 mL乙酸乙酯洗脱，接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹干，将10mL乙腈、0.3 mL的乙酸混合液用水稀释至100 mL，混匀后取1 mL溶解残留物
- 上述溶液过0.22 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
 规格：5 μm ，100 \AA ，2.1 \times 150 mm
 货号：VA951502-0
 流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
 流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液
 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$
 进样量：5 μL
 梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.2	20.0
1.0	0.2	20.0
3.0	0.2	50.0
7.0	0.2	75.0
7.1	0.2	95.0
10.0	0.2	95.0
10.1	0.2	20.0
16.0	0.2	20.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、2.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标量/ $\mu\text{g}/\text{kg}$	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	呋喃唑酮代谢	AOZ	0.25	95.36	3.33	10.70
			2.5	89.26	5.28	
2	呋喃它酮代谢物	AMOZ	0.25	88.64	11.61	3.84
			2.5	91.37	2.25	
3	呋喃妥因代谢物	AHD	0.25	98.86	3.32	9.32
			2.5	87.87	2.14	
3	呋喃西林代谢物	SEM	0.25	65.73	6.01	9.16
			2.5	83.89	0.79	

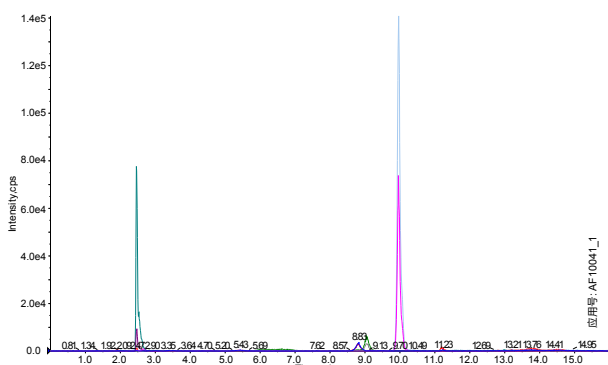


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平0.25 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

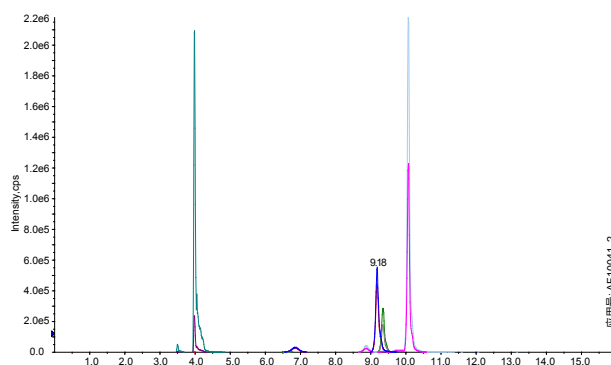


图2 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平2.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

应用编号：AF10121

(GB 29689-2013) 牛奶中甲砒霉素的测定

本实验以GB 29689-2013为依据，采用SPE-HPLC方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.1 mg/kg、2.0 mg/kg时，回收率在80%~100%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert AQ C18
P/N: S185003-AQ

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 称5 g牛奶样品于50 mL离心管中

提取

- 加乙酸乙酯20 mL,振荡10 min, 4000 rpm离心5 min, 取上清液于鸡心瓶中, 残渣加乙酸乙酯20 mL, 重复提取一次, 合并两次提取液
- 提取液于45°C旋蒸至近干, 加水5 mL于鸡心瓶中, 超声5 min, 转至50 mL离心管中, 再加水5 mL于鸡心瓶中重复溶解后转至同一离心管中。加20 mL正己烷, 振荡5 min, 4000 rpm离心2 min, 取下层液作为待净化液

净化

- 先将AQ C18(P/N:S185003-AQ)小柱分别用5 mL乙腈, 5 mL水溶液活化平衡, 然后将待净化液过柱, 弃去全部流出液并抽干, 最后用5 mL乙腈洗脱, 接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C氮气吹干, 用1 mL水复溶
- 上述溶液过0.45 μm PTFE-Q 滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm
货号：VX952505-L
流动相：乙腈-水(20 : 80)
柱温：35 °C
流速：1 mL/min
进样量：20 μL
检测波长：225 nm

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平0.1 mg/kg、2.0 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	甲磺霉素	Thiamphenicol	2.0	95.7	2.6	7.501
			0.1	83.2	0.6	

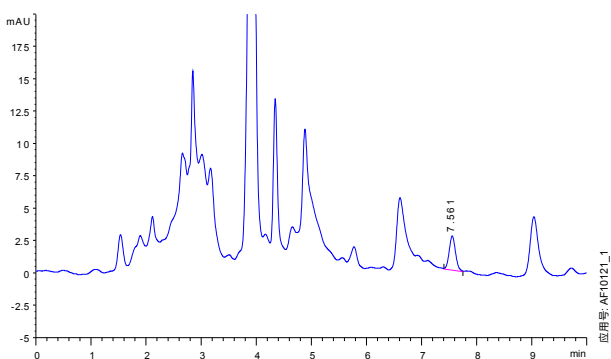


图1 样品加标HPLC图 (添加水平0.1mg/kg)

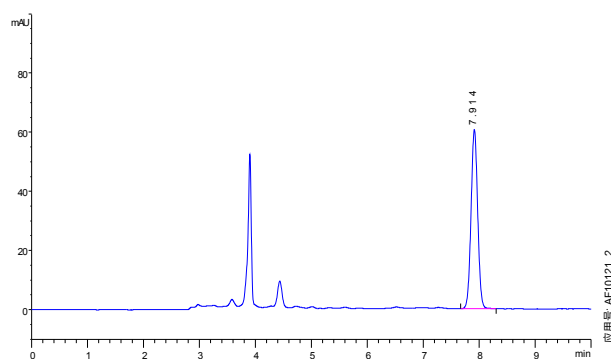


图2 样品加标HPLC图 (添加水平2.0 mg/kg)

应用编号：AF10146

(GB/T 19857-2005) 鱼肉中孔雀石绿和结晶紫的测定

本实验以GB/T 19857-2005为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，内标法定量。实验结果表明，添加量为2.5 µg/kg时，回收率在90% ~ 115%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Alumina-N
P/N: AL0003-N

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中，加入200 µL 2 ng/mL的内标溶液

提取

- 加入11 mL乙腈，超声提取2 min，8000 rpm匀浆30 s，4000 rpm离心5 min，取全部上清液置于25 mL比色管中
- 取另一离心管加入11 mL乙腈洗涤匀浆刀头10 s，合并于装有样品残渣的离心管中，残渣用玻璃棒捣碎，涡旋30 s，超声振荡5 min，4000 rpm离心5 min，合并两次上清液，用乙腈定容至25 mL，摇匀，作为待净化液。

净化

- 将Alumina-N(P/N:AL0003-N)小柱用5 mL乙腈活化，从上述待净化液中取出5 mL上样于小柱上，收集流出液于KD浓缩瓶中，再用4 mL乙腈洗涤小柱，收集流出液于同一KD浓缩瓶中

过滤

- 流出液于45°C旋蒸至小于1 mL，用乙腈定容至1 mL，超声振荡5 min，加入1 mL 5 mmol/L乙酸铵溶液，超声振荡1 min
- 上述溶液过0.22 µm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18

规格: 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm

货号: VA930503-0

流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液

流动相B: 乙腈溶液

柱温: 30 °C

进样量: 5 μL

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	40
1.0	0.3	40
2.0	0.3	90
6.0	0.3	90
6.1	0.3	40
10.0	0.3	40

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平2.5 μg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	孔雀石绿	Malachite Green	90.3	4.4	1.65
2	隐色孔雀石绿	Leucomalachite Green	98.1	1.8	4.17
3	结晶紫	Crystal violet	113.7	2.7	3.87
4	隐色结晶紫	Leucocrystal Violet	97.0	1.5	1.46

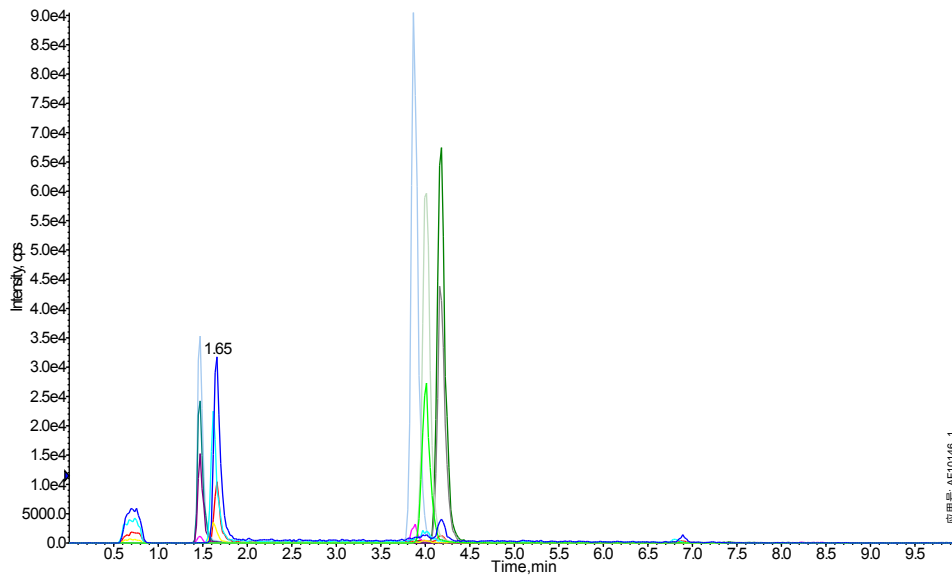


图1 基质混合标准溶液LC-MS/MS图

应用编号：AF10026

(SN/T 1864-2007) 动物源性食品中氯霉素的测定

本实验以SN/T 1864-2007为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg和10 µg/kg时，回收率在80%~100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18
P/N: S185003

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA920502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加20 mL乙酸乙酯，以14000 rpm均质30 s，以3000 rpm离心5 min，定量滤纸漏斗加约25 g无水硫酸钠于浓缩瓶口，将离心过的上层乙酸乙酯提取液由滤纸漏斗过滤至浓缩瓶中，重复两次
- 合并液于50°C以下减压浓缩至近干，用4 mL正己烷和4 mL水依次将残渣转移至10 mL玻璃离心管中，2000 rpm涡旋混合1 min，2000 rpm离心3 min，弃去上层正己烷溶液，再加入4 mL正己烷，重复上述操作，下层水层做待净化液

净化

- 先将S C18 (P/N:S185003)小柱分别用5 mL甲醇和5 mL水平衡，然后将待净化液过柱（流速控制在2~3 mL/min），10 mL水两次洗涤离心瓶，弃去滤液
- 用5 mL甲醇-水(2:8)溶液淋洗，弃去淋洗液，将小柱负压抽干；最后用6 mL甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹近干，5 mL水复溶
- 上述溶液过0.22 µm 滤膜

| 色谱条件

色谱柱: Venusil® MP C18

规格: 2.5 μm, 100 Å, 2.1 × 50 mm

货号: VA920502-0

流动相: 流动相A: 水

流动相B: 乙腈

柱温: 35 °C

进样量: 5 μL

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.25	15.0
1.50	0.25	15.0
5.00	0.25	70.0
5.01	0.25	90.0
6.00	0.25	90.0
6.01	0.25	15.0
8.00	0.25	15.0

| 实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 μg/kg、10 μg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标量/μg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	氯霉素	Chloramphenicol	1.0	99.19	7.45	3.60
			10	89.66	5.75	

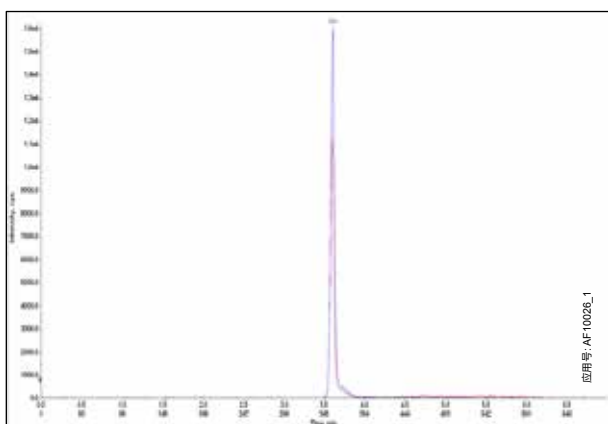


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平1.0 μg/kg)

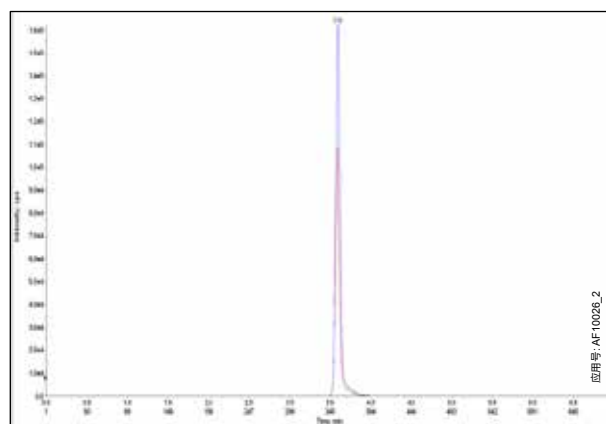


图2 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平10 μg/kg)

应用编号：AF10040

(SN/T 0670-2012) 猪肉中泰乐菌素的测定

本实验以SN/T 0670-2012为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为4.0 µg/kg和20 µg/kg时，回收率在80%~100%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP-2
P/N: PE5006-2

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA950502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加20 mL 乙腈，均质1 min,振荡10 min，4200 rpm离心5 min，取上清液于另一50 mL离心管中；再加入20 mL乙腈于样品残渣，重复提取一次，合并上清液于50 mL离心管中，用乙腈定容至50 mL
- 移取10 mL提取液，加入30 mL正己烷，涡旋振荡2 min，以4200 rpm离心5 min，弃去正己烷，下层提取液于50°C水浴氮气浓缩至近干，用10 mL磷酸盐缓冲液分两次溶解残留物，作为待净化液

净化

- 将 PEP-2 (P/N:PE5006-2)小柱分别用5 mL甲醇，5 mL水，5 mL磷酸盐缓冲液活化平衡；将待净化液过柱(流速控制在1 mL/min)
- 用5 mL水和5 mL甲醇-水(2:8)洗柱，弃去全部流出液，小柱用真空泵抽30 min；最后用10 mL甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于45°C氮气吹至近干，用1 mL 10%甲醇水溶液溶解残留物
- 上述溶液过0.22 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 5 μ m, 100 \AA , 2.1 \times 50 mm
 货号: VA950502-0
 流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液
 流动相B: 0.1%甲酸乙腈溶液
 柱温: 30 $^{\circ}$ C
 进样量: 10 μ L
 梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.30	20.0
1.00	0.30	20.0
2.50	0.30	95.0
4.00	0.30	95.0
6.00	0.30	20.0
15.00	0.30	20.0

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平4.0 μ g/kg、20 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标量/ μ g/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	泰乐菌素	Tylosin	4.0	91.56	4.35	9.59
			20.0	88.74	1.31	

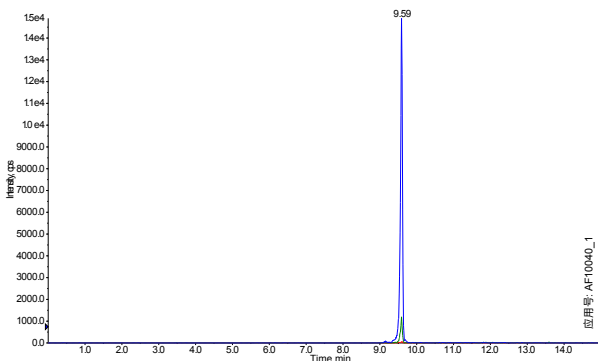


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平4.0 μ g/kg)

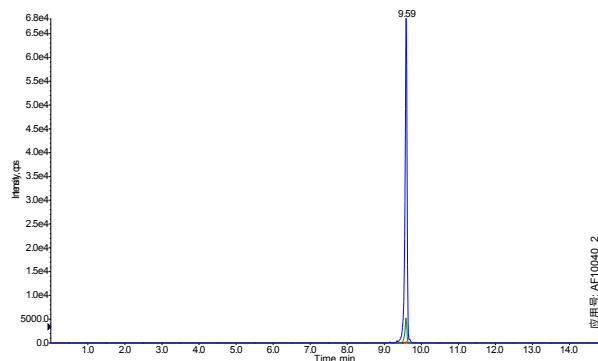


图2 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平20 μ g/kg)

应用编号：AF10090

(SN/T 2624-2010) 猪肉中齐帕特罗的测定

本实验以SN/T 2624-2010为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为4.0 µg/kg时，回收率为100.84%，RSD小于15%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP-2

P/N: PE0603-2

产品名称：Cleanert PCX

P/N: CX0603

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18

P/N: VA930502-0

前处理方法

称样

- 称5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加30 mL乙腈，2 mL异丙醇和10 mL柠檬酸缓冲液，涡旋提取3 min，8000rpm 离心3 min，上清液转移至250 mL梨心瓶中
- 重复上述提取操作，合并提取液，加入6 mL异丙醇后，40°C旋蒸浓缩至5 mL左右，转移浓缩液至50 mL离心管中，并用5 mL柠檬酸缓冲液润洗梨心瓶，合并洗液，8000 rpm离心10 min，取清液作为待净化液

净化

- 取PEP-2 (P/N:PE0603-2) 和PCX (P/N:CX0603)，用转接头按从上到下的顺序串联好，依次用3 mL甲醇、3 mL水、3 mL柠檬酸缓冲液活化小柱，待净化液以0.5 mL/min流速全部过柱
- 依次用3 mL柠檬酸缓冲液、3 mL水、3 mL水-甲醇(95:5)淋洗小柱，弃去淋洗液，抽干5 min，最后依次用4 mL甲醇、6 mL甲醇-氨水(95: 5)洗脱小柱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹近干，加入1.0 mL 0.1%甲酸水-甲醇溶液(95:5)振荡溶解残渣
- 上述溶液过0.22 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
 规格：5 μm, 100 Å, 2.1 × 50 mm
 货号：VA930502-0
 流动相：0.1%甲酸水溶液-0.1%甲酸乙腈溶液(95：5)
 柱温：30 °C
 流速：0.3 mL/min
 进样量：10 μL

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平4.0 μg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	齐帕特罗	Zilpaterol	100.84	11.47	4.98

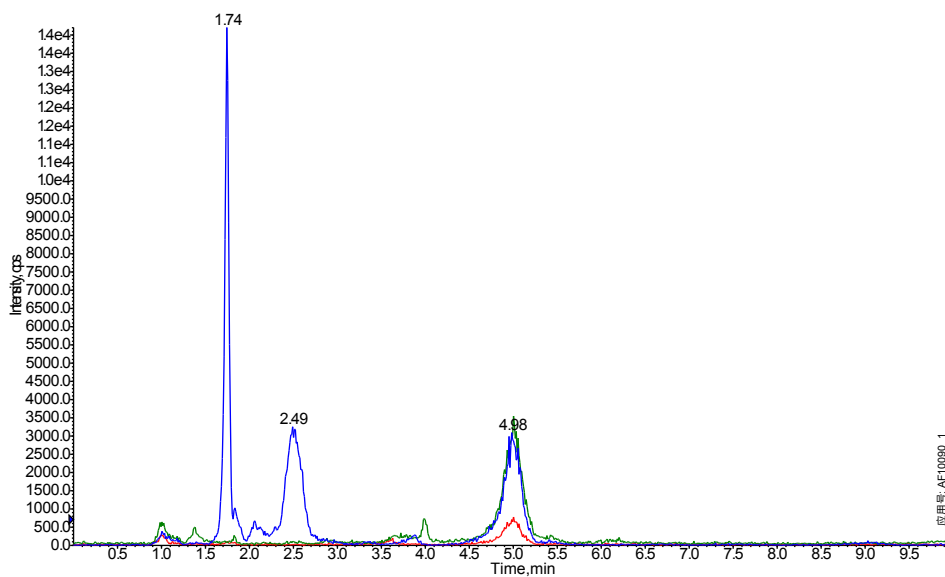


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平4.0 μg/kg)

应用编号：AF10147

(SN/T 1928-2007) 鱼肉中5种硝基咪唑类药物的测定

本实验以SN/T 1928-2007为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg时，回收率在90%~110%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert C18
P/N: S180006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 称均质好的鱼肉样品20 g于250 mL具塞锥形瓶中，加入10 g硅藻土与样品充分混匀

提取

- 依次加入5 mL饱和氯化钠溶液和70 mL甲醇-丙酮(3:1)，高速均质3 min。将提取液转移至离心管中，10000 rpm离心5 min，将上清液转移至250 mL浓缩瓶中，剩余残渣用甲醇-丙酮(3:1)重复提取两次，合并提取液
- 将提取液用40°C旋蒸至只剩余水相，转移至分液漏斗中，加入50 mL饱和氯化钠和25 mL乙酸乙酯，振摇3 min，静置分层，收集乙酸乙酯相，水相再用20 mL乙酸乙酯重复提取2次，合并乙酸乙酯相。再经约3 g的无水硫酸钠脱水，收集于浓缩瓶中，40°C旋蒸至近干，加5 mL甲醇溶解残渣，0.45 µm 尼龙滤膜过滤，待净化

净化

- 将C18(P/N:S180006)小柱用5 mL甲醇活化平衡，将上述待净化液全部上样于小柱上，收集流出液，再用10 mL甲醇洗脱小柱，收集流出液，合并两次流出液

过滤

- 流出液于45°C下旋转蒸发至干，用流动相定容至1 mL
- 上述溶液过0.22 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18

规格: 3 μ m, 100 \AA , 3.0 \times 50 mm

货号: VA930503-0

流动相: 流动相A: 5mM乙酸铵溶液

流动相B: 甲醇

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 5 μ L

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.3	5
1.0	0.3	5
3.5	0.3	90
6.0	0.3	90
6.1	0.3	5
10.0	0.3	5

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	羟甲基咪唑	Hydroxyl methyl imidazole	108.0	4.0	3.19
2	2-甲硝咪唑	Dimetridazole	102.3	6.6	5.14
3	甲硝唑	Metronidazole	104.4	5.0	5.14
4	洛硝达唑	Ronidazol	100.3	5.5	4.99
5	羟基二甲硝咪唑	Dimetridazol	92.0	2.7	4.48

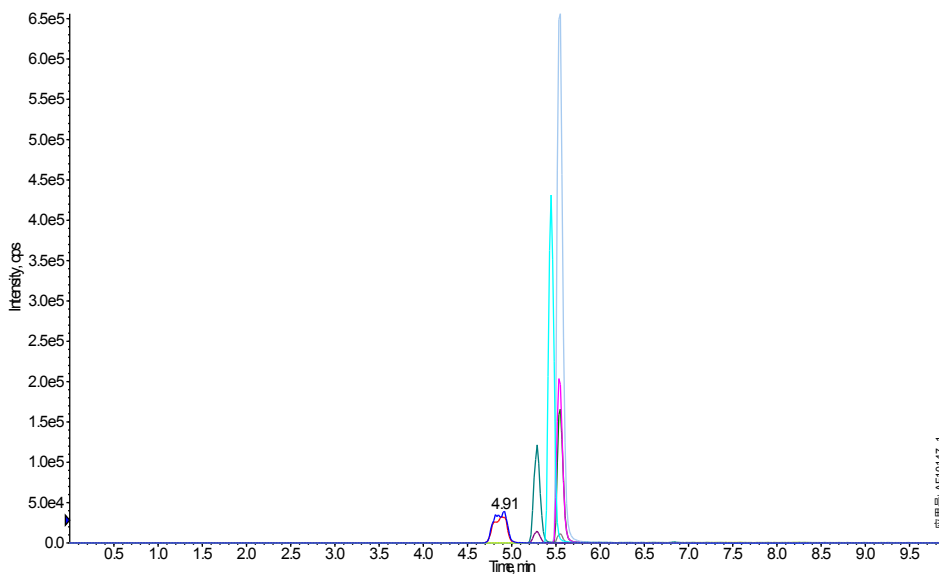


图1 基质混合标准溶液LC-MS/MS图

应用编号：AF10027

(农业部1025号公告-2-2008) 畜禽肉中甲硝唑、地美硝唑的测定

本实验以农业部1025号公告-2-2008为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为1.0 µg/kg时，回收率在90% ~ 100%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PCX
P/N: CX0603

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS951002-0

前处理方法

称样

- 称2 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加15 mL乙酸乙酯，涡旋振荡2 min，4000 rpm离心5 min，上清液转移至80 mL顶空瓶中，残渣用15 mL乙酸乙酯重复提取一次，合并两次提取液
- 提取液中加入4 g氯化钠和20 mL正己烷，振荡器上振荡10 min，4200 rpm离心10 min，小心吸取下层乙酸乙酯层于另一离心管中，氮气吹至近干，用6 mL 0.1 mol/L盐酸溶液溶解残渣，作为待净化液

净化

- 将PCX (P/N:CX0603)小柱分别用2 mL甲醇、2 mL 0.1 mol/L盐酸水溶液活化平衡，待净化液全部过柱(流速 2~3 mL/min)，弃去滤液
- 用1 mL 0.1mol/L盐酸水溶液、1 mL甲醇和1 mL 甲醇-水(1:9)淋洗SPE柱，弃去淋洗液，后以3.0 mL 甲醇-5%氨水(3:2)洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹干，用1 mL 甲醇-水溶液(1:9)溶解残留物
- 上述溶液过0.22 µm尼龙滤膜

| 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18
 规格: 5 μ m, 150 \AA , 2.1 \times 100 mm
 货号: VS951002-0
 流动相: 流动相A: 水
 流动相B: 乙腈
 柱温: 35 $^{\circ}$ C
 进样量: 5 μ L
 梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.35	0.0
1.50	0.35	0.0
3.50	0.35	40.0
4.00	0.35	40.0
4.01	0.35	95.0
5.00	0.35	95.0
5.01	0.35	0.0
7.00	0.35	0.0

| 实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平1.0 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	甲硝唑	Metronidazole	93.00	3.63	1.23
2	地美硝唑	Dimetridazole	95.12	2.50	2.24

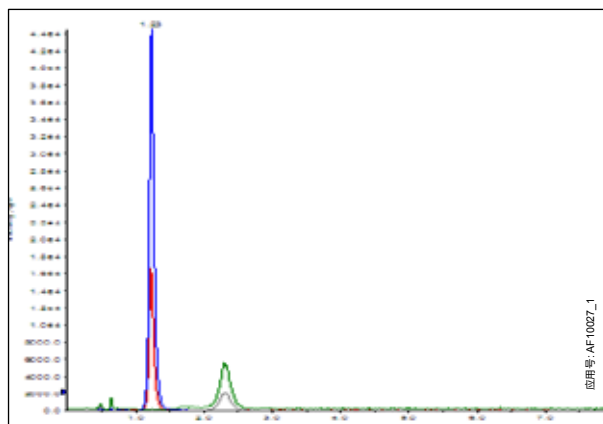


图1 样品加标LC-MS/MS图 (添加水平1.0 μ g/kg)

应用编号: AF10044

(农业部1031号公告-2-2008) 动物源性食品中糖皮质激素类药物的测定

本实验以农业部1031号公告-2-2008为依据,采用SPE-LC-MS/MS方法,外标法定量。实验结果表明,添加量为10 µg/kg时,回收率在70%~90%之间,RSD小于5%,能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称: Cleanert Silica
P/N: SI5006

液相色谱产品

产品名称: Venusil ASB C18
P/N: VS951502-0

前处理方法

称样

- 称取已均质好的猪肉样品2 g,置于50 mL离心管中

提取

- 加乙酸乙酯15 mL,涡旋混合,8 000 rpm离心15 min,移取乙酸乙酯层。
- 残渣中加0.1 mol/L氢氧化钠溶液10 mL,混匀,加乙酸乙酯20 mL,涡旋混合,8000 rpm离心15 min,移取乙酸乙酯层。合并两次提取液,40°C旋转蒸至近干,加乙酸乙酯1 mL和正己烷5 mL,溶解残渣,作为待净化液

净化

- Silica小柱(P/N:SI5006)用正己烷6 mL活化平衡;取全部待净化液上样,弃去流出液
- 用正己烷6 mL淋洗小柱,抽干,用正己烷-丙酮(6:4)6 mL洗脱,收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于50°C氮气吹干,加20%乙腈水溶液0.5 mL,溶解残渣,转入1.5 mL离心管中,15000 rpm离心20 min,取上清液,过0.22 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18
 规格: 5 μ m, 150 \AA 2.1 \times 150 mm
 货号: VS951502-0
 流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液
 流动相B: 乙腈
 柱温: 30 $^{\circ}$ C
 进样量: 10 μ L
 梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.2	38
2.00	0.2	38
8.00	0.2	45
8.01	0.2	90
10.00	0.2	90
10.01	0.2	38
15.00	0.2	38

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平10 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	泼尼松	Prednisone	89.74	1.65	4.70
2	泼尼松龙	PrednisoLone	77.61	3.10	4.55
3	氢化可的松	Hydrocortisone	83.85	2.62	4.65
4	甲基泼尼松	MethylprednisoLone	86.03	2.60	6.44
5	地塞米松	Dexamethasone	86.10	2.41	7.23

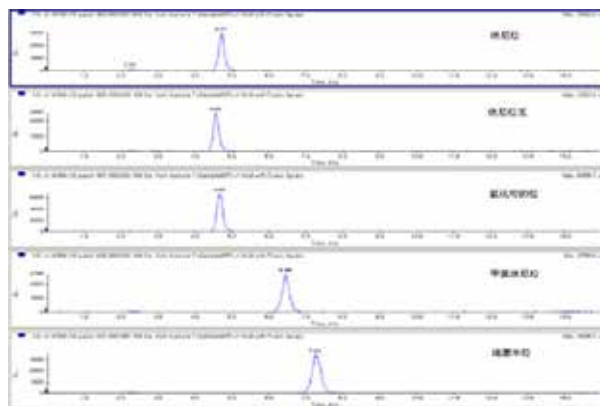


图1 糖皮质激素标品LC-MS/MS图

应用编号：AF10102

动物源性食品中碘醚柳胺的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为15 µg/kg ~ 500 µg/kg时，回收率在60% ~ 101%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX1506

液相色谱产品

产品名称：Durashell C18
P/N: DC951505-0

前处理方法

称样

- 称10 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加乙腈20 mL，10000 rpm均质1 min，4000 rpm离心5 min，移取上清液。残渣以10 mL乙腈重复提取一次，合并上清液，作为待净化液

净化

- 将 PAX (P/N:AX1506)小柱依次用5 mL乙腈活化；然后将待净化液以1 mL/min的流速全部上样过柱
- 用5 mL乙腈淋洗小柱，弃去全部流出液，真空抽干；最后用10 mL 1%甲酸化乙腈溶液洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹干，残留物用乙腈溶解并定容至0.5 mL
- 上述溶液过0.45 µm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Durashell C18
规格：5 µm，100 Å，4.6 × 150 mm
货号：DC951505-0
流动相：磷酸水溶液(pH2.5)-乙腈（15：85）
柱温：30 °C
流速：1.0 mL/min
进样量：20 µL
检测波长：282 nm

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平15 µg/kg ~ 500 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	样品基质	添加水平/µg/kg	平均回收率%	RSD%
1	碘醚柳胺	Rafoxanidum	牛肉	15	100.78	3.3
				30	92.25	3.1
				60	91.08	2.1
			牛肾	20	76.36	7.5
				40	74.73	6.5
				80	80.54	5.6
			羊肉	100	94.94	3.3
				200	74.79	6.8
				400	81.31	4.9
			羊肾	75	78.56	4.6
				150	82.08	2.4
				300	91.33	4.0
			羊油	100	65.25	4.7
				250	76.10	9.4
						500

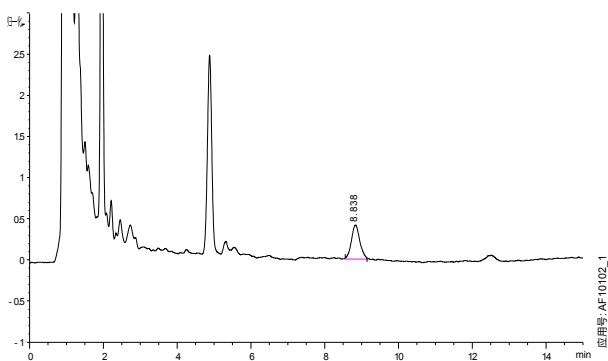


图1 牛肉样品加标LC图

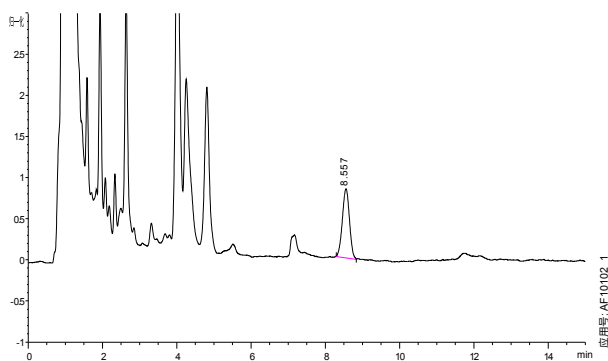


图2 羊脂肪样品加标LC图

应用编号: AF10182

鸡肉中106种兽药残留的测定 -QuEChERS方法

本实验为实验室自建方法，采用 QuEChERS-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.01 mg/kg 和 0.02 mg/kg 时，回收率在60% ~ 120%之间，RSD小于20%，满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称2.5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加2 mL 0.1 mol/L EDTA-2Na 水溶液，涡旋1 min，再加入8 mL乙腈，涡旋1 min，超声15 min，8000 rpm离心5 min，上清液作为待净化液

净化

- 取3 mL上清液加入 LipoNo(P/N:MS-LN0415) 净化管中，振摇1 min后，静置1 min

过滤

- 取0.4 mL上清液，加0.8 mL水，混匀后过0.22 μm聚醚砜滤膜

产品信息

前处理产品

产品名称: Cleanert LipoNo
P/N: MS-LN0415

液相色谱产品

产品名称: Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
规格: 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm
货号: VA930503-0
流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液
流动相B: 0.1%甲酸乙腈溶液
柱温: 30 °C
进样量: 5 μL
梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.4	5
1.0	0.4	5
1.1	0.4	15
9.5	0.4	75
9.6	0.4	95
11.5	0.4	95
11.6	0.4	5
16.0	0.4	5

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果（添加水平0.01 mg/kg、0.02 mg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	醋酸甲羟孕酮	Medroxyprogesteron	0.01	64.6	18.0	11.50
2	格列吡嗪	Glipizide	0.01	99.8	11.8	8.88
3	瑞格列奈	Repaglinide	0.01	78.1	12.6	12.45
4	甲苯磺丁脲	Tolubutyback	0.01	90.4	7.6	9.06
5	泼尼松	Prednisone	0.01	92.6	11.5	7.22
6	可的松	Cortisone	0.01	88.6	8.5	7.37
7	氢化可的松	Hydrocortisone	0.01	86.0	11.5	7.22
8	甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	0.01	96.9	7.6	7.73
9	氟米龙	Fluorometholone	0.01	82.2	9.3	8.80
10	倍他米松	Betamethasone	0.01	101.2	11.7	7.91
11	曲安西龙	Fluoxyprednisolone	0.01	86.3	5.6	5.87
12	醋酸泼尼松	Prednisone acetate	0.01	74.0	18.0	8.95
13	醋酸可的松	Cortisone acetate	0.01	92.4	12.3	9.10
14	醋酸氢化可的松	Hydrocortisone acetate	0.01	74.7	6.2	8.80
15	倍氯米松	Beclomethasone	0.01	93.9	16.0	8.13
16	氟米松	Flumethasone	0.01	96.4	13.9	8.04
17	甲基泼尼松龙醋酸酯	Methylprednisolone acetate	0.01	79.0	10.8	9.25
18	醋酸氟米龙	Fluorometholone acetate	0.01	82.8	10.2	9.70
19	醋酸氟氢可的松	Flucortisone acetate	0.01	92.0	8.1	8.87
20	布地奈德	Budesonide	0.01	82.4	5.7	9.45
21	氢化可的松丁酸酯	Hydrocortisone butyrate	0.01	72.7	10.8	9.47
22	曲安奈德	Triamcinolone acetoneide	0.01	89.3	10.0	8.27
23	氟氢缩松	Flurandrenolide	0.01	79.0	1.3	8.55
24	地夫可特	Deflazacort	0.01	78.4	9.3	8.72
25	氢化可的松戊酸酯	Hydrocortisone valerate	0.01	76.6	7.6	10.10
26	醋酸曲安奈德	Triamcinolone acetoneide acetate	0.01	72.9	5.6	10.20
27	二氟拉松双醋酸酯	Diflorasone diacetate	0.01	108.3	6.1	10.30
28	安西奈德	Amcinonide	0.01	106.1	17.3	11.10
29	醋酸曲安西龙双	Triamcinolone double	0.01	71.1	2.9	8.57
30	泼尼松龙	Prednisolone	0.01	94.5	10.4	7.07
31	地塞米松	Dexamethasone	0.01	92.9	7.6	7.88
32	醋酸泼尼松龙	Prednisolone acetate	0.01	77.2	8.3	8.59
33	醋酸地塞米松	Dexamethasone acetate	0.01	88.5	8.9	8.27
34	倍他米松戊酸酯	Betamethasone valerate	0.01	98.2	3.5	10.50
35	醋酸倍他米松	Betamethasone acetate	0.01	86.1	10.9	9.47
36	氟轻松醋酸酯	Fluorine acetate	0.01	96.9	10.9	10.20
37	替诺昔康	Ticoxicam	0.01	114.0	6.1	6.51
38	茚酮苯丙酸	Indoprofen	0.01	98.5	4.2	8.29
39	双水杨酸酯	Salicylate	0.01	86.9	8.9	8.75
40	酮基布洛芬	Ketoprofen	0.01	91.9	4.6	9.04
41	美洛昔康	Meloxicam	0.01	116.3	3.5	9.45
42	氟尼辛	Flunixin	0.01	98.5	4.9	9.33
43	双氯芬酸	Diclofenac	0.01	116.2	13.3	10.43
44	吡罗昔康	Piroxicam	0.01	94.4	7.0	8.21
45	舒林酸	Sulindac	0.01	97.6	0.8	8.37
46	托麦汀	Tumaine	0.01	95.7	6.6	8.73
47	吲哚美辛	Indometacin	0.01	118.8	19.0	10.40
48	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	0.02	82.7	15.6	4.54
49	磺胺噻唑	Sulfathiazol	0.02	84.7	4.2	4.79

应用编号: AF10182

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
50	磺胺吡啶	Sulfonazine pyridine	0.02	86.1	6.6	4.78
51	磺胺甲基嘧啶	Sulfamethazine	0.02	92.9	10.5	5.04
52	磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	0.02	76.4	3.6	5.42
53	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	0.02	75.3	5.4	5.65
54	磺胺甲噻二唑	Sulfamethythiadiazole	0.02	79.4	1.0	5.62
55	磺胺对甲氧嘧啶	Sulfamethoxydiazine	0.02	82.1	3.4	5.66
56	磺胺氯哒嗪	Sulfamethoxazine	0.02	72.5	1.8	6.36
57	磺胺甲氧哒嗪	Sulfamethoxazine	0.02	81.3	0.7	5.66
58	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadimoxine	0.02	75.0	1.8	7.43
59	磺胺间二甲氧嘧啶	Sulfadimethdme	0.02	74.7	1.4	7.43
60	磺胺甲基异噁唑	Sulfamethoxazole	0.02	77.4	1.0	6.69
61	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	0.02	74.7	2.3	6.93
62	苯甲酰磺胺	Benzoyl Sulfanilamide	0.02	71.1	1.7	7.33
63	磺胺噻恶琳	Sulfamethoxazoline	0.02	70.4	6.7	7.42
64	磺胺醋纤	Sulfonamide fiber	0.02	84.5	9.0	4.23
65	磺胺苯吡唑	Sulfamethazol	0.02	68.1	5.0	7.56
66	羟基甲硝唑	Hydroxyl metronidazole	0.01	98.5	11.6	2.80
67	甲硝唑	Metronidazole	0.01	100.4	6.6	3.70
68	二甲硝咪唑	Dimetridazole	0.01	90.7	7.2	3.94
69	罗硝唑	Ronidazole	0.01	103.5	9.2	4.22
70	氯甲硝咪唑	Ornidazole	0.01	94.6	12.4	4.95
71	苯硝咪唑	Benzimidazole	0.01	96.0	8.2	4.70
72	异丙硝唑	Isoproprazole	0.01	82.9	2.7	6.52
73	阿苯哒唑亚砷	Albendazole sulfoxide	0.01	101.5	5.7	5.11
74	氟苯咪唑	Fluorbenzimidazole	0.01	98.2	6.0	7.65
75	奥芬达唑	Oxfendazole	0.01	101.5	7.3	6.11
76	甲苯咪唑	Toluimidazole	0.01	102.7	6.1	7.29
77	噻苯哒唑	Thiazolidazole	0.01	98.5	6.6	4.23
78	替硝唑	Tinidazole	0.01	101.4	7.2	5.10
79	奥硝唑	Ornidazole	0.01	102.7	7.1	5.60
80	恩诺沙星	Enrofloxacin	0.02	74.7	6.0	4.64
81	诺氟沙星	Norfloxacin	0.02	65.7	6.2	4.44
82	培氟沙星	Pefloxacin	0.02	98.1	5.5	4.44
83	环丙沙星	Ciprofloxacin	0.02	78.4	15.2	4.49
84	氧氟沙星	Ofloxacin	0.02	87.3	10.3	4.44
85	沙拉沙星	Sarafloxacin	0.02	60.5	7.3	4.92
86	洛美沙星	Lomefloxacin	0.02	75.1	17.5	4.54
87	萘啶酸	Nnidium acid	0.02	63.2	2.2	8.09
88	恶喹酸	Oxolinic acid	0.02	60.9	2.6	8.37
89	氟甲喹	Flumequine	0.02	61.9	1.0	8.33
90	双氟沙星	Difloxacin	0.02	69.2	2.1	4.94
91	司帕沙星	Sparfloxacin	0.02	73.1	8.0	4.94
92	氟罗沙星	Fleroxacin	0.02	72.1	3.0	4.40
93	红霉素	Erythromycin	0.02	72.1	5.3	6.08
94	克林霉素	Clindamycin	0.02	71.1	4.6	5.27
95	罗红霉素	Roxithromycin id	0.02	66.3	3.1	6.81
96	替米考星	Stmicco	0.02	102.6	13.2	5.35
97	头孢噻呋	Ceftif	0.02	71.1	2.2	6.68
98	四环素	Tetracycline	0.01	85.8	8.9	4.64
99	盐酸土霉素	Oxytetracycline hydrochloride	0.01	65.8	18.9	4.47
100	金霉素	Aureomycin	0.01	92.7	3.6	4.47

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率%	RSD%	RT/min
101	多西环素	Doxycycline	0.01	96.1	11.2	4.92
102	氯羟吡啶	Chloro hydroxypyridine	0.01	74.7	19.5	4.42
103	金刚烷胺	Amantadine	0.01	78.0	12.3	4.38
104	氯霉素	Chloramphenicol	0.01	100.2	13.3	6.69
105	甲砜霉素	Sulfonamycin	0.01	116.1	13.9	5.11
106	氟苯尼考	Florfenicol	0.01	95.3	14.5	6.49

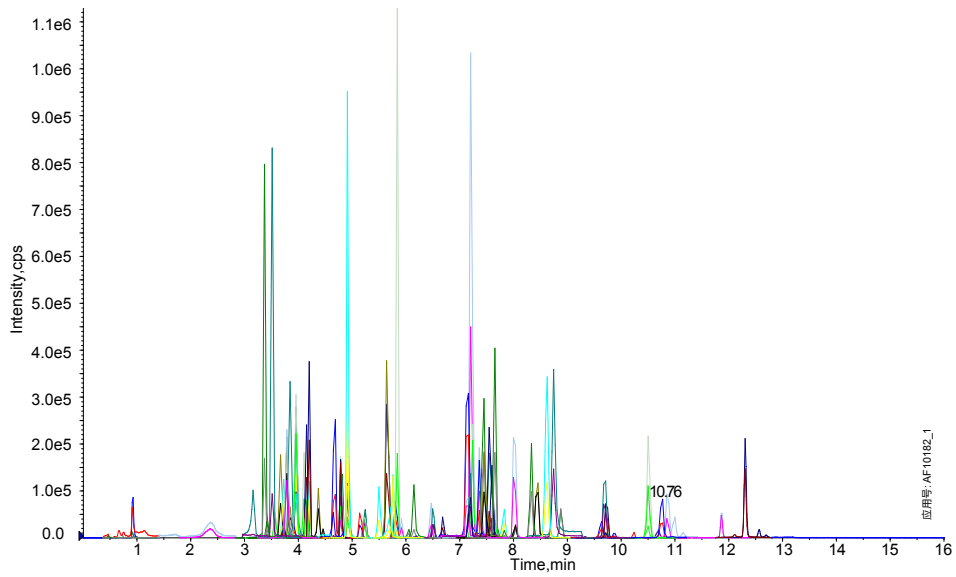


图1 基质混合标准溶液LC-MS/MS图谱

应用编号: AF10183

鸡肉中106种兽药残留的测定 -SPE方法

本实验为实验室自建方法，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为0.01 mg/kg时，回收率在60%~120%之间，RSD小于20%，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称2.5 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加2 mL 0.1 mol/L EDTA-2Na水溶液，涡旋1 min，再加入8 mL乙腈，涡旋1 min，超声15 min，8000 rpm离心5 min，上清液作为待净化液

净化

- 取2 mL上清液加入 PEP Plus(P/N:PE0603X)小柱中，弃去前0.5 mL流出液后，收集剩余的上样流出液

过滤

- 取0.4 mL流出液，加0.8 mL水，混匀后过0.22 μm聚醚砜滤膜

产品信息

前处理产品

产品名称: Cleanert PEP Plus
P/N: PE0603X

液相色谱产品

产品名称: Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
规格: 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm
货号: VA930503-0
流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液
流动相B: 0.1%甲酸乙腈溶液
柱温: 30 °C
进样量: 5 μL
梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	0.4	5
1.0	0.4	5
1.1	0.4	15
9.5	0.4	75
9.6	0.4	95
11.5	0.4	95
11.6	0.4	5
16.0	0.4	5

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平0.01 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min	序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	醋酸甲羟孕酮	Medroxyprogesteron	66.6	15.0	11.50	38	茚酮苯丙酸	Indoprofen	90.4	7.9	8.29
2	格列吡嗪	Glipizide	106.5	6.8	8.88	39	双水杨酸酯	Salicylate	94.0	10.3	8.75
3	瑞格列奈	Repaglinide	109.0	14.4	12.45	40	酮基布洛芬	Ketoprofen	76.4	11.3	9.04
4	甲苯磺丁脲	Tolubutyback	87.0	6.3	9.06	41	美洛昔康	Meloxicam	98.3	8.1	9.45
5	泼尼松	Prednisone	92.1	10.5	7.22	42	氟尼辛	Flunixin	86.1	5.8	9.33
6	可的松	Cortisone	97.1	4.8	7.37	43	双氯芬酸	Diclofenac	64.5	11.3	10.43
7	氢化可的松	Hydrocortisone	91.6	12.9	7.22	44	吡罗昔康	Piroxicam	101.0	3.5	8.21
8	甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	87.7	14.1	7.73	45	舒林酸	Sulindac	90.4	7.5	8.37
9	氟米龙	Fluorometholone	80.4	14.4	8.80	46	托麦汀	Tumaine	92.0	8.4	8.73
10	倍他米松	Betamethasone	88.0	12.2	7.91	47	吲哚美辛	Indometacin	68.6	10.0	10.40
11	曲安西龙	Fluoxyprednisolone	84.5	9.3	5.87	48	磺胺噻唑	Sulfadiazine	61.9	12.8	4.54
12	醋酸泼尼松	Prednisone acetate	100.3	15.5	8.95	49	磺胺噻唑	Sulfathiazol	78.3	8.1	4.79
13	醋酸可的松	Cortisone acetate	80.2	8.0	9.10	50	磺胺吡啶	Sulfonazine pyridine	68.1	8.7	4.78
14	醋酸氢化可的松	Hydrocortisone acetate	78.0	16.2	8.80	51	磺胺甲噁唑	Sulfamethazine	72.3	17.5	5.04
15	倍氯米松	Beclomethasone	97.6	7.0	8.13	52	磺胺二甲噁唑	Sulfamethazine	83.9	4.0	5.42
16	氟米松	Flumethasone	96.0	7.9	8.04	53	磺胺间甲氧噁唑	Sulfamonomethoxine	83.5	5.5	5.65
17	甲基泼尼松龙醋酸酯	Methylprednisolone acetate	73.4	12.8	9.25	54	磺胺甲噻二唑	Sulfamethylthiadiazole	75.1	2.1	5.62
18	醋酸氟米龙	Fluorometholone acetate	80.7	14.7	9.70	55	磺胺对甲氧噁唑	Sulfamethoxydiazine	83.3	4.2	5.66
19	醋酸氟氢可的松	Flucortisone acetate	88.8	10.8	8.87	56	磺胺氯噻唑	Sulfamethoxazine	68.4	5.3	6.36
20	布地奈德	Budesonide	80.7	2.3	9.45	57	磺胺甲氧噻唑	Sulfamethoxazine	88.7	4.9	5.66
21	氢化可的松丁酸酯	Hydrocortisone butyrate	78.2	7.4	9.47	58	磺胺邻二甲氧噁唑	Sulfadimoxine	79.1	2.7	7.43
22	曲安奈德	Triamcinolone acetonide	96.7	3.8	8.27	59	磺胺间二甲氧噁唑	Sulfadlmethdme	77.5	7.4	7.43
23	氟氢缩松	Flurandrenolide	101.2	15.7	8.55	60	磺胺甲基异噁唑	Sulfamethoxazole	81.0	3.9	6.69
24	地夫可特	Deflazacort	93.9	2.8	8.72	61	磺胺二甲异噁唑	Sulfisoxazole	75.4	4.1	6.93
25	氢化可的松戊酸酯	Hydrocortisone valerate	81.0	13.7	10.10	62	苯甲酰磺胺	Benzoyl Sulfanilamide	70.8	7.3	7.33
26	醋酸曲安奈德	Triamcinolone acetonide acetate	83.1	7.9	10.20	63	磺胺噻恶啉	Sulfamethoxazoline	65.3	5.9	7.42
27	二氟拉松双醋酸酯	Diflorasone diacetate	109.0	19.4	10.30	64	磺胺醋纤	Sulfonamide fiber	83.0	4.8	4.23
28	安西奈德	Amcinonide	85.1	13.0	11.10	65	磺胺苯吡唑	Sulfamethazol	69.4	6.3	7.56
29	醋酸曲安西龙双	Triamcinolone double	102.7	3.0	8.57	66	羟基甲硝唑	Hydroxyl metronidazole	106.0	3.4	2.80
30	泼尼松龙	Prednisolone	94.8	10.9	7.07	67	甲硝唑	Metronidazole	109.3	4.2	3.70
31	地塞米松	Dexamethasone	93.1	13.8	7.88	68	二甲硝咪唑	Dimetridazole	108.3	6.9	3.94
32	醋酸泼尼松龙	Prednisolone acetate	95.1	13.4	8.59	69	罗硝唑	Ronidazole	106.0	2.5	4.22
33	醋酸地塞米松	Dexamethasone acetate	78.5	11.9	8.27	70	氯甲硝咪唑	Ornidazole	100.8	6.3	4.95
34	倍他米松戊酸酯	Betamethasone valerate	83.0	10.4	10.50	71	苯硝咪唑	Benzimidazole	99.8	5.7	4.7
35	醋酸倍他米松	Betamethasone acetate	87.9	3.8	9.47	72	异丙硝唑	Isoproprnazole	105	1.0	6.52
36	氟轻松醋酸酯	Fluorine acetate	81.4	7.5	10.2	73	阿苯达唑亚砷	Albendazole sulfoxide	102.8	3.2	5.11
37	替诺昔康	Ticocicam	109.0	4.1	6.51	74	氟苯咪唑	Fluorbenzimidazole	103.7	2.0	7.65
						75	奥芬达唑	Oxfendazole	110.3	3.7	6.11
						76	甲苯咪唑	Toluimidazole	109.0	2.5	7.29
						77	噻苯达唑	Thiazolidazole	95.0	1.2	4.23
						78	替硝唑	Tinidazole	114.3	11.2	5.10
						79	奥硝唑	Ornidazole	109.0	4.2	5.60
						80	恩诺沙星	Enrofloxacin	94.2	7.0	4.64
						81	诺氟沙星	Norfloxacin	70.1	9.0	4.44
						82	培氟沙星	Pefloxacin	102.3	10.0	4.44
						83	环丙沙星	Ciprofloxacin	77.7	14.6	4.49
						84	氧氟沙星	Ofloxacin	75.0	15.5	4.44

应用编号：AF10183

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min	序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%	RT/min
85	沙拉沙星	Sarafloxacin	76.70	14.30	4.92	97	头孢噻唑	Ceftif	73.2	5.80	6.68
86	洛美沙星	Lomefloxacin	61.40	14.30	4.54	98	四环素	Tetracycline	81.9	13.80	4.64
87	萘啶酸	Nnidium acid	75.20	4.30	8.09	99	盐酸土霉素	Oxytetracycline hydrochloride	70.0	15.00	4.47
88	恶唑酸	Oxolinic acid	78.10	5.40	8.37	100	金霉素	Aureomycin	71.7	12.70	4.47
89	氟甲喹	Flumequine	74.90	7.20	8.33	101	多西环素	Doxycycline	78.7	14.40	4.92
90	双氟沙星	Difloxacin	86.60	12.70	4.94	102	氯羟吡啶	Chloro hydroxypyridine	86.0	5.00	4.42
91	司帕沙星	Sparfloxacin	66.8	12.10	4.94	103	金刚烷胺	Amantadine	81.70	8.00	4.38
92	氟罗沙星	Fleroxacin	68.00	7.10	4.4	104	氯霉素	Chloramphenicol	91.20	9.50	6.69
93	红霉素	Erythromycin	72.00	6.10	6.08	105	甲磺霉素	Sulfonamycin	96.20	8.90	5.11
94	克林霉素	Clindamycin	92.3	10.00	5.27	106	氟苯尼考	Florfenicol	91.30	9.50	6.49
95	罗红霉素	Roxithromycin id	75.3	5.70	6.81						
96	替米考星	Stmicco	79.4	11.40	5.35						

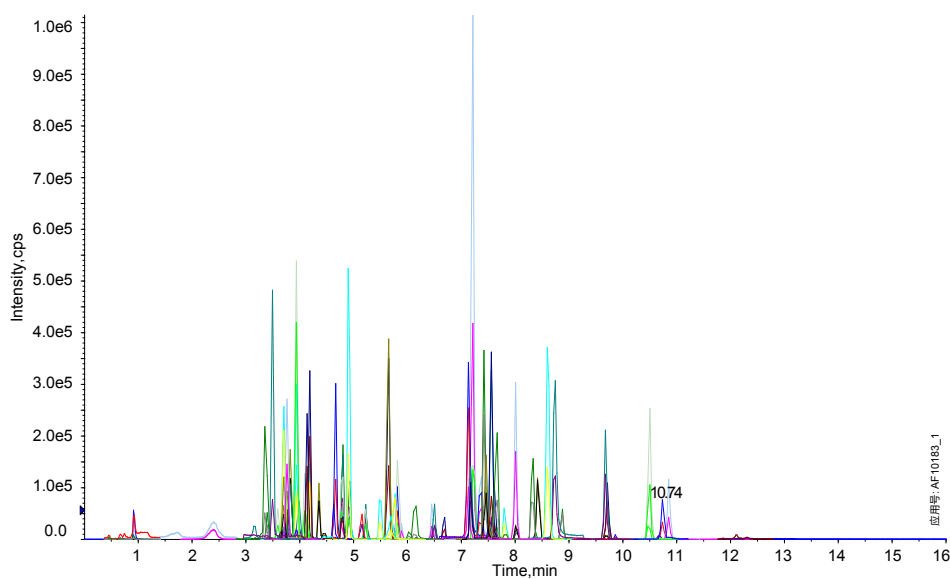


图1 基质混合标准溶液LC-MS/MS图

动物源性食品中 9 种 β -受体激动剂的分析方法

本实验建立了动物源性食品中9种 β -受体激动剂的前处理方法，采用Agela新产品Cleanert LipoNo结合液相色谱串联质谱的检测方法，对猪臀肉、牛腿肉和羊腿肉中的 β -受体激动剂进行了测定。样品经提取和酶解处理后，用Cleanert LipoNo进行净化，Kinetex F5(2.6 μ m, 3.0 \times 50mm)色谱柱进行检测，内标法定量。结果表明，当加标量为5 μ g/kg时，回收率在70% ~ 100%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert LipoNo
P/N: MS-LN0415

液相色谱产品

产品名称：Kinetex F5
P/N: 00B-4723-Y0

前处理方法

称样

- 称取 2.0 g 已均质好的样品

提取

- 加入 0.05 μ g/mL 混合内标溶液0.1 mL
- 加入 8 mL 2 mol/L 乙酸铵缓冲液 (pH 5.2) 和 40 μ L 酶解液，涡旋混匀 1 min，37 $^{\circ}$ C 水浴酶解12 小时，取出冷却至室温
- 加入10 mL 1%氨水乙腈 (V/V) 和1.5 g无水硫酸镁，手动振摇1 min，8000 r/min离心5 min

净化

- 将全部上清液转移至 Cleanert LipoNo 净化管 (P/N: MS-LN0415) 中，手动振摇1 min

过滤

- 静置 1 min 后移取 5 mL 上清液于 45 $^{\circ}$ C 下氮吹至干，残渣加 0.1% 甲酸复溶，经 0.22 μ m 尼龙针式过滤器过滤，待检测

色谱条件

色谱柱：Kinetex F5
规格：2.6 μ m, 3.0 \times 50 mm
货号：00B-4723-Y0
流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液(V/V)
流动相B：0.1%甲酸乙腈(V/V)
柱温：35 $^{\circ}$ C
进样量：10 μ L
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	0.4	5
1	0.4	5
1.1	0.4	15
9.5	0.4	75
9.6	0.4	95
11.5	0.4	95
11.6	0.4	5
15	0.4	5

应用编号：AF10195

质谱条件

离子源：ESI+
电喷雾电压：5500 V
雾化气压力：50 psi
气帘气压力：10 psi
辅助气压力：60 psi
离子源温度：550°C
采集方式：多反应监测(MRM)

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
莱克多巴胺	302.2	164.1	80	23
		107.1	80	51
沙丁胺醇	240.2	148.1	70	24
		222.1	70	15
特布他林	226.2	152	70	21
		107.1	70	36
西马特罗	220	202	65	13
		160	65	22
克伦特罗	277	203	65	21
		168.1	65	38
妥布特罗	228	154	65	21
		118	65	35
喷布特罗	292.2	236.2	73	23
		201	73	28
心得安	260.1	116.1	80	23
		183.1	80	24
氯丙那林	214	154.1	73	23
		118	73	34
克伦特罗-D9	286	204	65	21
沙丁胺醇-D3	243	151	70	24

实验结果

表1 9种β-受体激动剂加标回收实验结果(n=3, 添加水平5 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%			变异系数/%		
			猪臀肉	牛腿肉	羊腿肉	猪臀肉	牛腿肉	羊腿肉
1	莱克多巴胺	Ractopamine	93.8	80.0	85.3	13.9	8.1	3.2
2	沙丁胺醇	Salbutamol	85.1	74.7	74.6	0.1	8.5	0.4
3	特布他林	Terbutaline	81.8	75.5	78.0	2.4	4.8	4.7
4	西马特罗	Cimaterol	91.9	85.3	88.9	8.0	3.9	3.7
5	克伦特罗	Clenbuterol	85.0	89.6	80.0	12.1	4.6	2.4
6	妥洛特罗	Tulobuterol	82.8	86.8	89.7	14.9	2.4	0.6
7	喷布特罗	Penbutolol	84.6	81.1	84.9	3.2	0.9	1.0
8	心得安	Propranolol	85.6	85.9	81.7	10.7	3.9	2.2
9	氯丙那林	Clorprenaline	90.6	96.9	89.2	13.8	4.6	7.1

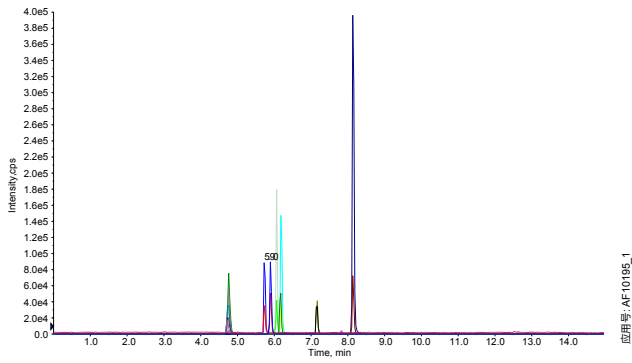


图1 混合标准工作溶液色谱图

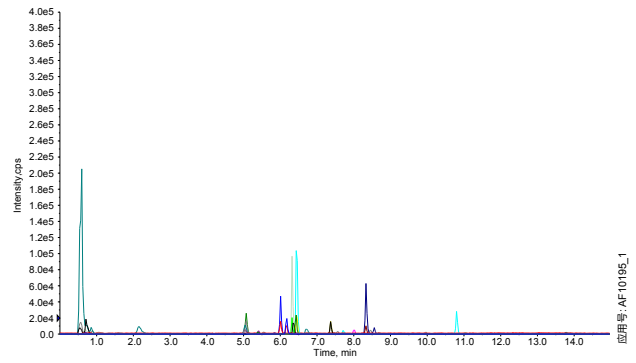


图2 5 µg/kg牛腿肉基质加标色谱图

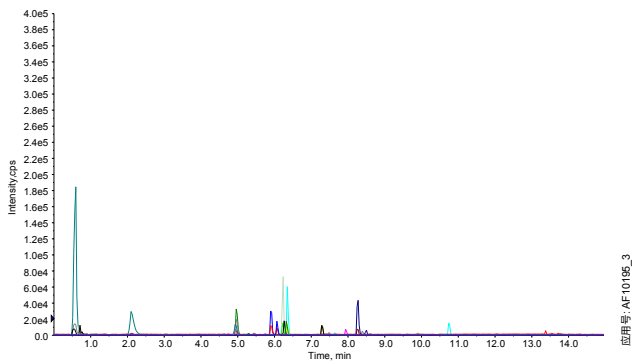


图3 5 µg/kg猪臀肉基质加标色谱图

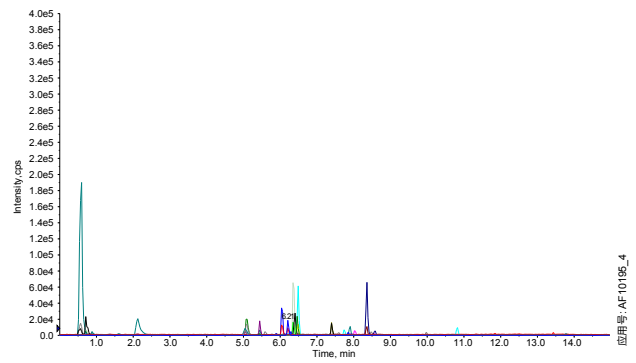


图4 5 µg/kg羊腿肉基质加标色谱图

应用编号: AF10196

猪肉中 22 种 β -受体激动剂的分析方法

本实验建立了猪肉中 22 种 β -受体激动剂的前处理方法,采用新产品 Cleanert LipoNo 结合液相色谱串联质谱的检测方法,对猪肉中的 β -受体激动剂进行了测定。样品经酶解和提取处理后,用 Cleanert LipoNo 进行净化, Kinetex F5 色谱柱进行检测,外标法定量。结果表明,当加标量为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,回收率在 60% ~ 100% 之间,能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称: Cleanert LipoNo
P/N: MS-LN0415

液相色谱产品

产品名称: Kinetex F5
P/N: 00B-4723-Y0

前处理方法

称样

- 称取 2 g 已均质好的样品

提取

- 加入 8 mL 2 mol/L 乙酸铵缓冲液 (pH 5.2) 和 40 μL 酶解液,涡旋混匀 1 min, 37°C 水浴酶解 12 小时,取出冷却至室温
- 加入 10 mL 1% 氨水乙腈 (V/V) 和 1.5 g 无水硫酸镁,手动振摇 1 min, 8000 r/min 离心 5 min

净化

- 将全部上清液转移至 Cleanert LipoNo 净化管 (P/N: MS-LN0415) 中,手动振摇 1 min

过滤

- 静置 1 min 后移取 5 mL 上清液于 45°C 下氮吹至干,残渣加 0.1% 甲酸复溶,经 0.22 μm 尼龙针式过滤器过滤,待检测

色谱条件

色谱柱: Kinetex F5
规格: 2.6 μm , 3.0 \times 50 mm
货号: 00B-4723-Y0
流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液(V/V)
流动相B: 0.1%甲酸乙腈(V/V)
柱温: 35 °C
进样量: 10 μL
梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	0.4	5
1	0.4	5
1.1	0.4	15
9.5	0.4	75
9.6	0.4	95
11.5	0.4	95
11.6	0.4	5
15	0.4	5

质谱条件

离子源: ESI+
电喷雾电压: 5500 V
雾化气压力: 50 psi
气帘气压力: 10 psi
辅助气压力: 60 psi
离子源温度: 550°C
采集方式: 多反应监测(MRM)

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
氯丙那林	213.9	153.9	39	24
		90.9	39	52
西马特罗	220.1	202.1	38	16
		160	38	24
特步他林	226	152	40	22
		170	40	17
妥布特罗	228	154	43	24
		172	43	17
西布特罗	234	160	40	22
		216	40	15
沙丁胺醇	240	148	36	25
		222	36	16
克伦普罗	263.1	203.1	38	25
		245.1	38	16
克伦特罗	277	203	50	24
		259	50	16
利托君	288	150	40	28
		121.2	40	31
齐帕特罗	262.2	185	42	31
		220.9	42	15
		244	42	18

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
喷布特罗	292.2	236.2	50	23
		209.2	50	20
		168	50	29
异克舒令	302	150	45	30
		107	45	37
莱克多巴胺	302.2	163.9	48	22
		284.2	48	19
马布特罗	310.9	236.9	42	24
		216.9	42	36
		293	42	17
克伦塞罗	319.1	202.9	33	29
		301.1	33	17
马喷特罗	325.2	237	38	23
		307.1	38	17
		217	38	36
拉贝特罗	329	207	42	24
		311	42	18
		294	42	28
福莫特罗	345	149	46	28
		120.9	46	42
苯乙醇胺A	345.1	150	44	31
		327.2	44	19
溴布特罗	367	293	40	26
		349	40	16
班布特罗	368	294	44	26
		71.9	44	60
		312.2	44	21
沙美特罗	416.2	380.3	40	28
		398.3	40	22
		232.1	40	31
		248.1	40	30

实验结果

表1 22种β-受体激动剂加标回收实验结果(n=3, 添加水平5 μg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
1	氯丙那林	Clorprenaline	93.2	4.7
2	西马特罗	Cimaterol	88.4	11.4
3	特步他林	Terbutaline	65.0	1.6
4	妥布特罗	Tulobuterol	96.9	10.7
5	西布特罗	Cimbuterol	86.2	8.9
6	沙丁胺醇	Salbutamol	73.1	7.8
7	齐帕特罗	Zilpaterol hydrochloride	68.4	5.2
8	克伦普罗	Clenproperol	87.3	2.4
9	克伦特罗	Clenbuterol	95.4	7.9
10	利托君	Ritodrine	83.4	5.6
11	喷布特罗	Penbutolol	85.9	5.4

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率%	RSD%
12	异克舒令	Isoxsuprine Hydrochloride	84.1	1.6
13	莱克多巴胺	Ractopamine	82.9	6.4
14	马布特罗	Mabuterol	82.4	5.3
15	克伦塞罗	Clencyclohexerol	91.8	9.6
16	马喷特罗	Mapenterolhydrochloride	90.6	8.3
17	拉贝特罗	Labetalol	84.8	12.8
18	福莫特罗	Formoterol	66.7	8.8
19	苯乙醇胺A	Phenylethanolamine A	69.0	15.2
20	溴布特罗	Brombuterol	87.6	9.3
21	班布特罗	Bambuterol	81.1	10.0
22	沙美特罗	Salmeterol	95.1	16.7

应用编号：AF10196

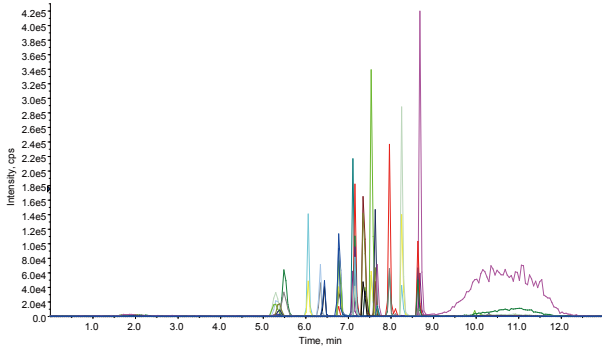


图1 混合标准工作溶液色谱图

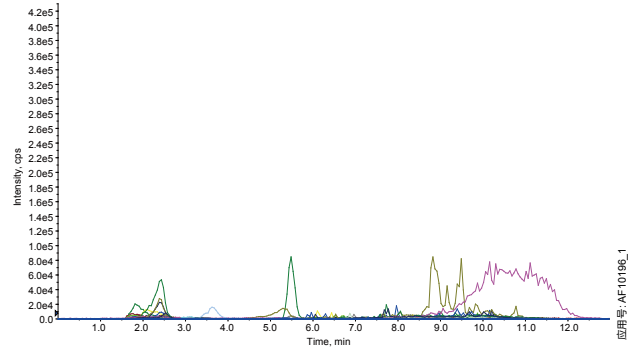


图2 猪肉基质空白色谱图

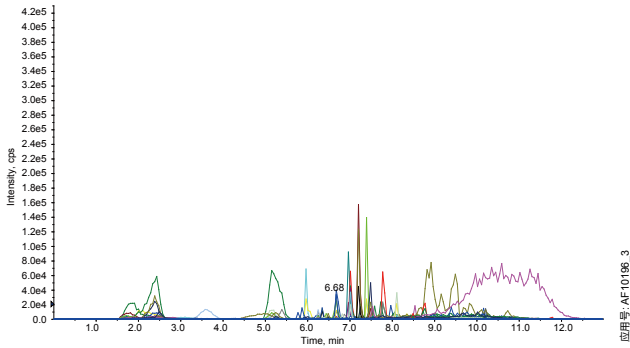
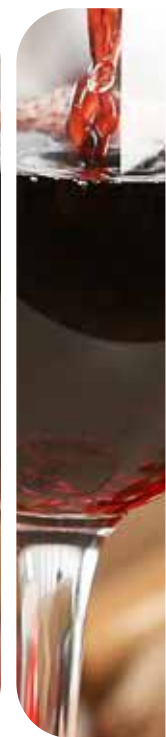


图3 5 µg/kg 猪肉基质加标色谱图

添加剂、非法添加
///
营养成分、污染物



应用编号：AF10206

十种着色剂的分析方法

本实验参考GB5009.35-2016方法建立了10种着色剂的分离方法，选择HyperClone BDS C18 (5 μm , 130 \AA ; 4.6 \times 250 mm) 色谱柱对10种着色剂的对照品进行了测试。结果显示：10种着色剂分离度 >1.5 ，满足检测要求。

产品信息

液相色谱产品

产品名称：HyperClone BDS C18
P/N: 00G-4420-E0

色谱条件

色谱柱：HyperClone BDS C18
规格：5 μm , 130 \AA , 4.6 \times 250 mm
货号：00G-4420-E0
流动相：A: 0.02 mol/L乙酸铵溶液
B: 甲醇
流速：1.0 mL/min
柱温：40 $^{\circ}\text{C}$
进样量：10 μL
检测波长：254 nm
洗脱梯度：

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	95	5
3	65	35
7	0	100
10	0	100
10.1	95	5
21	95	5

实验结果

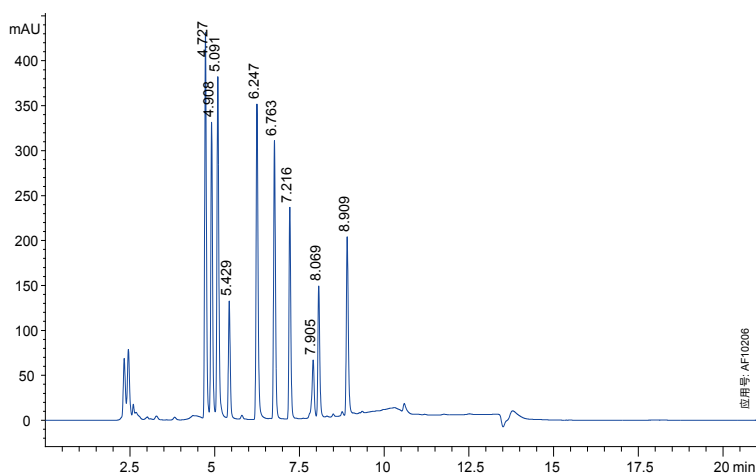


图1 十种着色剂混合标准溶液LC图

五种防腐剂的分析方法

本实验采用高效液相色谱 (HPLC) 法结合紫外检测器，参照国标方法，使用Venusil® C18 Plus色谱柱对苯甲酸、山梨酸、糖精钠、安赛蜜、脱氢乙酸混合对照溶液进行测试。结果表明：当检测波长为230 nm，流动相为甲醇-pH8.5的乙酸铵溶液(8 : 92)时，Venusil® C18 Plus能够将上述五种物质分开，分离效果良好，满足检测要求。

产品信息

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

色谱条件

色谱柱：Venusil C18 Plus
规格：5 μm, 100 Å, 4.6 × 250 mm
货号：VPS952505-A
乙酸铵溶液：0.02 mol/L乙酸铵溶液，调pH值至8.5
流动相：甲醇-乙酸铵溶液(8 : 92)
流速：1.5 mL/min
柱温：40 °C
进样量：5 μL
检测波长：230 nm

实验结果

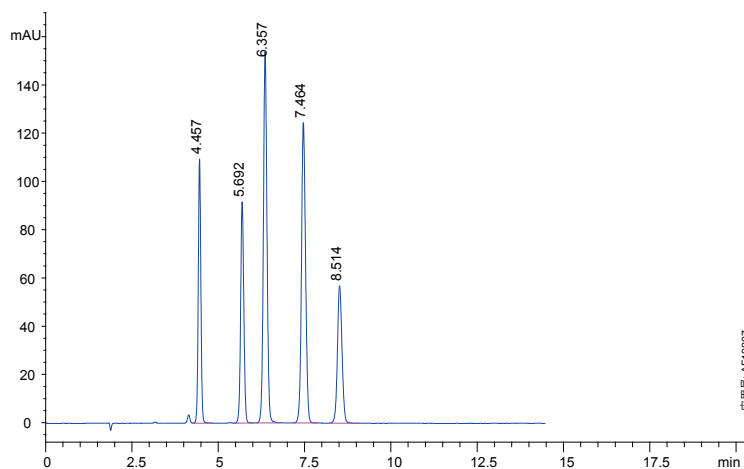


图1 五种防腐剂混合标准溶液LC图

应用编号：AF10079

(GB 22255-2014) 食品中三氯蔗糖的测定

本实验以GB 22255-2014为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为50 mg/kg和500 mg/kg时，回收率在80% ~ 100%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP-2
P/N: PE2006-2

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX951505-L

前处理方法

称样

- 称2 g酸奶样品于50 mL 离心管中

提取

- 加5 mL水，涡旋振荡3 min后加15 mL甲醇，0.5 mL乙酸锌，0.5 mL亚铁氰化钾振荡30 s，超声提取20 min，3000 rpm离心10 min，上清液移入50 mL离心管中，沉淀物加入5.0 mL甲醇水(3 : 1)，涡旋30 s，3000 rpm离心10 min，重复提取2次，将上清液合并于150 mL分液漏斗中
- 在分液漏斗中加入30 mL正己烷，振摇2 min，静置分层，20 min后，下层水相移于50 mL蒸发皿。蒸发皿于沸水浴上蒸发，当液体在1 mL左右时，用9 mL水分3次冲洗蒸发皿，合并于15 mL离心管中，超声5 min，3000 rpm离心10 min，待净化。

净化

- 将 PEP-2 (P/N:PE2006-2)小柱分别用4 mL甲醇，4 mL水溶液活化平衡；将待净化液全部过柱，弃去流出液
- 用1 mL水洗柱，弃去全部流出液；最后用3 mL甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹干，用1 mL乙腈水(11 : 89)溶解残留物
- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil XBP C18(L)
 规格: 5 μ m, 150 \AA , 4.6 \times 150 mm
 货号: VX951505-L
 流动相: 乙腈:水=11:89
 柱温: 35 $^{\circ}$ C
 进样量: 20 μ L
 蒸发温度: 50 $^{\circ}$ C

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平50 mg/kg、500 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率%	RSD%
1	三氯蔗糖	Sucralose	50.0	86.5	0.5
			500	84.1	4.2

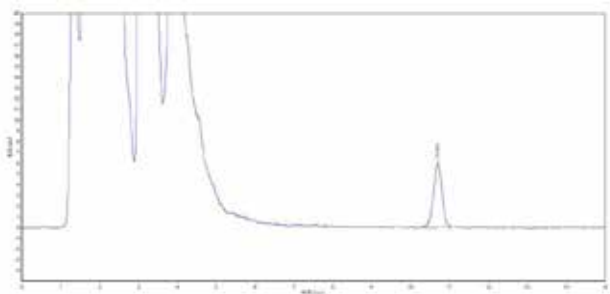


图1 酸奶样品加标LC图 (添加水平50 mg/kg)

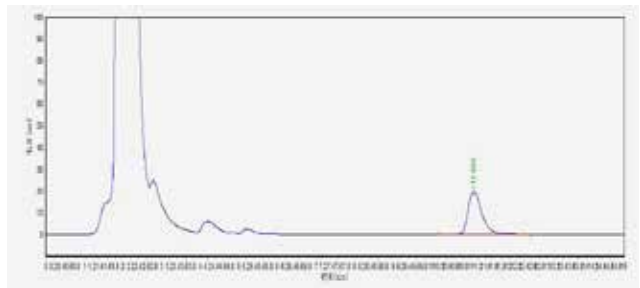


图2 酸奶样品加标LC图 (添加水平500 mg/kg)

应用编号：AF10117

(GB 5009.247-2016) 可乐中纽甜的测定

本实验以GB 5009.247-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为25 mg/kg时，回收率在90% ~ 100%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18

P/N: S185006

产品名称：Cleanert S C18-N

P/N: S185006N

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)

P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 量取10 mL经超声除气后的可乐样品于50 mL离心管中

提取

- 加30 mL混合提取液，振摇2 min，混匀，超声15 min，作为待净化液

净化

- 将S C18(P/N:S185006)或 S C18-N(P/N:S185006N)固相萃取柱依次用5 mL甲醇、10 mL水活化平衡，取10 mL上述待净化液过固相萃取柱，然后用5 mL混合提取液洗柱，弃去全部流出液
- 以5 mL甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹至约2 mL，用混合提取液定容至5 mL
- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)

规格：5 μm, 150Å, 4.6 × 250 mm

货号：VX952505-L

流动相：离子对试剂缓冲液：称取2.0 g辛烷磺酸钠，加适量水溶解，加入1.0 mL磷酸，加水稀释至1000 mL

离子对试剂缓冲液：乙腈 = 60 : 40

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：50 μL

检测波长：218 nm

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平25 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	固相萃取柱	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	纽甜	Neotame	Cleanert S C18	96.5	1.91	11.979
			Cleanert S C18-N	96.5	0.23	12.096

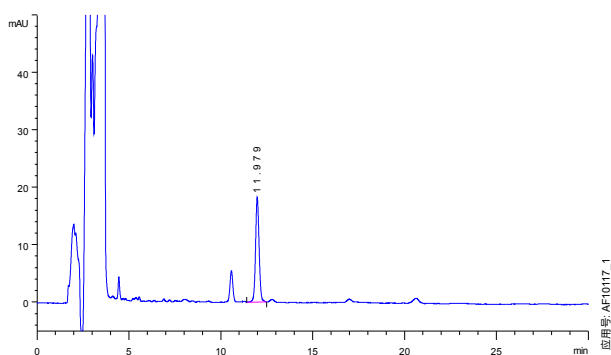


图1 Cleanert S C18样品加标LC图 (添加水平25 mg/kg)

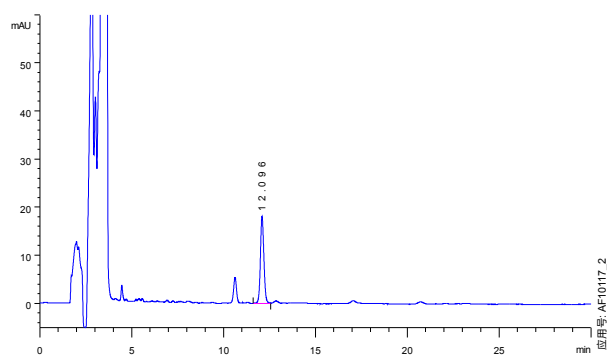


图2 Cleanert S C18-N样品加标LC图 (添加水平25 mg/kg)

应用编号：AF10118

(GB 5009.247-2016) 黄桃干中纽甜的测定

本实验以GB 5009.247-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为20 mg/kg时，回收率在80%~100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18

P/N: S180006

产品名称：Cleanert S C18-N

P/N: S180006N

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)

P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 称1 g经粉碎后的黄桃干样品于50 mL离心管中

提取

- 加5 mL混合提取液，涡旋振荡10 min，超声30 min后，8000 rpm离心5 min，再次加入5 mL混合提取液进行重复上述提取过程，离心后取下层溶液至15 mL具塞塑料离心管中，作为待净化液

净化

- 将S C18(P/N:S180006)或S C18-N(P/N:S180006N)固相萃取柱依次用5 mL甲醇、10 mL水活化平衡，将待净化液全部过固相萃取柱，然后用5 mL混合提取液洗柱，弃去全部流出液
- 以5 mL甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹至约2 mL，用混合提取液定容至5 mL
- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)

规格：5 μm，150Å，4.6 × 250mm

货号：VX952505-L

流动相：离子对试剂缓冲液：称取2.0 g辛烷磺酸钠，加适量水溶解，加入1.0 mL磷酸，加水稀释至1000 mL

离子对试剂缓冲液：乙腈 = 60 : 40

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：50 μL

检测波长：218 nm

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果 (添加水平25 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	固相萃取柱	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	纽甜	Neotame	Cleanert S C18	88.1	6.01	11.106
			Cleanert S C18-N	89.5	1.51	11.031

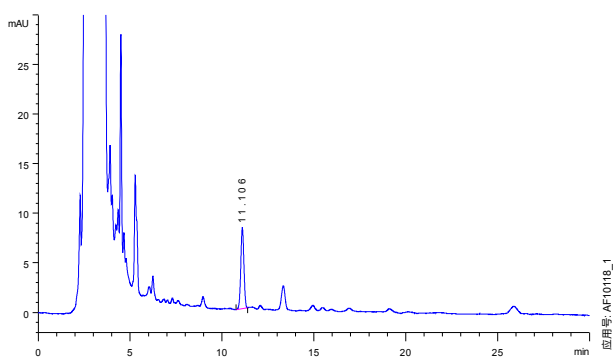


图1 Cleanert S C18样品加标LC图 (添加水平20 mg/kg)

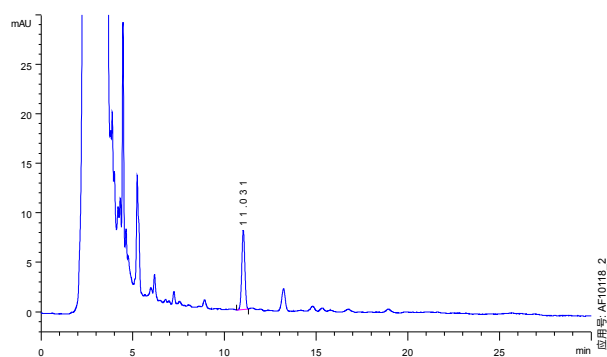


图2 Cleanert S C18-N样品加标LC图 (添加水平20 mg/kg)

应用编号：AF10119

(GB 5009.247-2016) 酸奶中纽甜的测定

本实验以GB 5009.247-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，添加量为25 mg/kg时，回收率在80%~100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18

P/N: S180006

产品名称：Cleanert S C18-N

P/N: S180006N

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)

P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 称2 g酸奶样品于50 mL 离心管中

提取

- 加10 mL混合提取液，涡旋振荡5 min，超声15 min后，6000 rpm离心10 min后，再次加入10 mL混合提取液进行重复上述提取过程
- 合并提取液并加入20%乙酸锌、10%亚铁氰化钾各200 μ L，超声10 min后，8000 rpm离心10 min，取上清液，作为待净化液

净化

- 将S C18(P/N:S180006)或S C18-N(P/N:S180006N)固相萃取柱依次用5 mL甲醇、10 mL水活化平衡，将待净化液全部过固相萃取柱，然后用5 mL混合提取液洗柱，弃去全部流出液
- 以5 mL甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹至约2 mL，用混合提取液定容至5 mL
- 上述溶液过0.45 μ m尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
 规格：5 μm, 150Å, 4.6 × 250mm
 货号：VX952505-L
 流动相：离子对试剂缓冲液：称取2.0 g 辛烷磺酸钠，加适量水溶解，加入1.0 mL 磷酸，加水稀释至1000 mL
 离子对试剂缓冲液：乙腈 = 60 : 40
 流速：1.0 mL/min
 柱温：30 °C
 进样量：50 μL
 检测波长：218 nm

实验结果

表1 样品加标回收率实验结果（添加水平25 mg/kg）

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	固相萃取柱	平均回收率%	RSD%	RT/min
1	纽甜	Neotame	Cleanert S C18	92.75	2.9	10.815
			Cleanert S C18-N	88.58	6.2	10.661

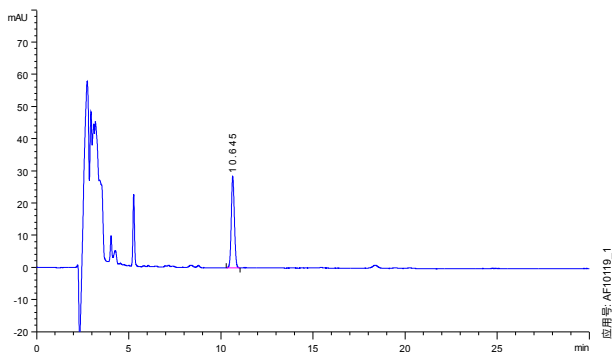


图1 Cleanert S C18样品加标LC图（添加水平25 mg/kg）

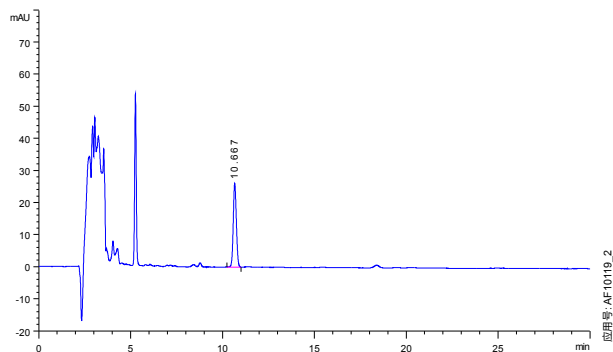


图2 Cleanert S C18-N样品加标LC图（添加水平25 mg/kg）

应用编号：AF10124

(GB 5009.28-2016) 浓缩枣汁中苯甲酸、山梨酸的测定

本实验以GB 5009.28-2016为依据，采用LC方法进行检测。实验结果表明，Venusil MP C18(2)测试枣汁供试品溶液，苯甲酸与相邻杂质分离度均大于1.0，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称10 g浓缩酸枣汁样品于50 mL 容量瓶中

提取

- 加20 mL水稀释混匀

净化

- 用稀氨水(1 : 1)调pH至7.0，用水定容至刻度

过滤

- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

产品信息

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18(2)

P/N: VA952505-2

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18(2)

规格：5 μm，110 Å；4.6 × 250 mm

货号：VA952505-2

流动相：0.02 mol/L乙酸铵溶液：甲醇(95 : 5)

流速：1.0 mL/min

柱温：35 °C

进样量：5 μL

检测波长：230 nm

实验结果

表1 浓缩酸枣汁中防腐剂测定数据

序号	样品名称	化合物(中文)	化合物(英文)	理论塔板数	分离度	拖尾因子	RT/min
1	混合标准溶液	苯甲酸	Benzoic Acid	19074	—	1.45	12.306
		山梨酸	Sorbic Acid	21118	12.12	1.27	17.376
2	浓缩枣汁供试品溶液	未知杂质1	—	13633	—	—	11.991
		苯甲酸	Benzoic Acid	20295	1.19	0.89	12.443
		未知杂质2	—	9598	1.51	—	13.111

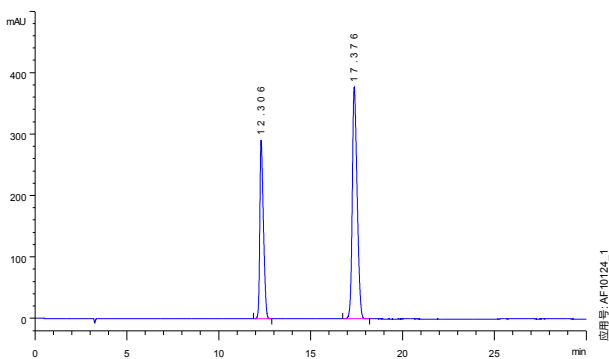


图1 混合标准溶液LC图

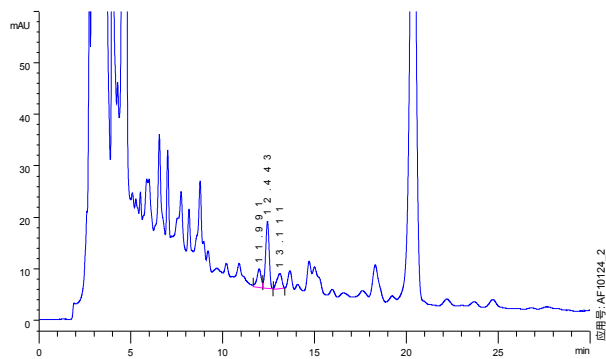


图2 浓缩酸枣汁样品LC图

应用编号：AF10169

(GB 5009.278-2016) 花生米中EDTA的测定

本实验以GB 5009.278-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为0.25 g/kg时，回收率为75.1%，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX2006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18(2)
P/N: VA952505-2

前处理方法

称样

- 称5 g已均质的花生米样品于50 mL离心管中

提取

- 加25 mL水，涡旋混匀，超声20 min，7500 rpm离心5 min，取上清液置于50 mL玻璃比色管中。剩余残渣重复提取一次，离心后合并上清液，加水定容至50 mL。吸取5 mL上述溶液于15 mL离心管中，待络合。
- 络合：向上述提取溶液中加入0.5 mL 三氯化铁溶液，涡旋混匀1 min，超声20 min，7500 rpm离心5 min，上清液作为待净化液。

净化

- 将PAX (P/N:AX2006)小柱依次用5 mL甲醇、5 mL水活化平衡，将待净化液全部上样过柱
- 依次用5 mL水、5 mL甲醇淋洗，抽干，最后用5 mL 5%甲酸甲醇水溶液洗脱，收集洗脱液定容至5 mL

过滤

- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18(2)
 规格: 5 μ m, 110 Å, 4.6 \times 250 mm
 货号: VA952505-2
 流动相: 甲醇:四丁基溴化铵乙酸钠混合溶液 (pH4.0) (15 : 85)
 流速: 0.8 mL/min
 柱温: 35 $^{\circ}$ C
 进样量: 10 μ L
 检测波长: 254 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平0.25g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	EDTA	EDTA	75.1	5.6	7.789

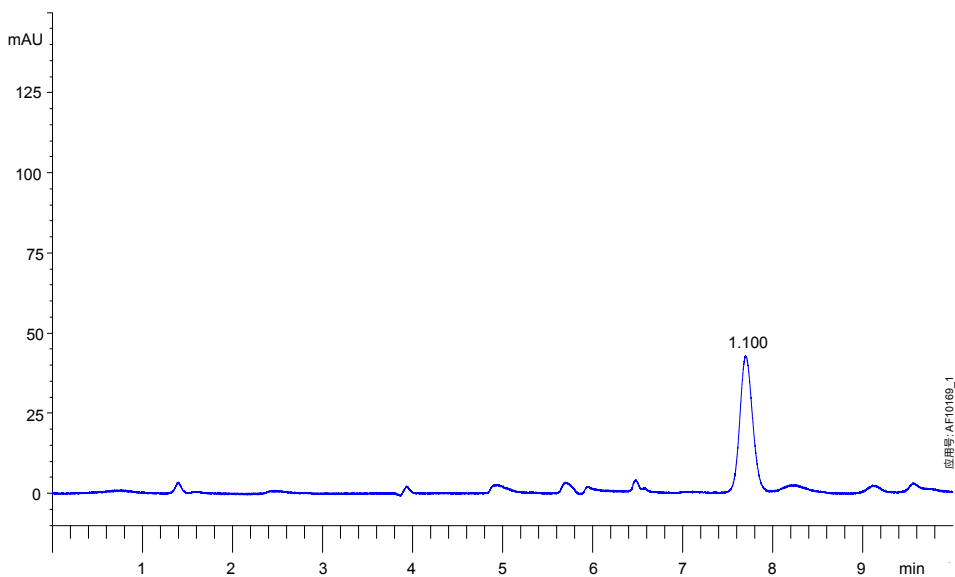


图1 花生米样品基质加标LC图 (添加水平0.25g/kg)

应用编号：AF10170

(GB 5009.278-2016) 葡萄汁中EDTA的测定

本实验以GB 5009.278-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为0.03 g/kg时，回收率为101.6%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX2006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18(2)
P/N: VA952505-2

前处理方法

称样

- 称5 g葡萄汁样品于50 mL离心管中

提取

- 25 mL水，涡旋混匀，超声20 min，置于50 mL玻璃比色管中，加水定容至50 mL。吸取5 mL定容液于15 mL离心管中，待络合
- 络合：向上述提取溶液中加入0.5 mL 三氯化铁溶液，涡旋混匀1 min，超声20 min，7500 rpm离心5 min，上清液作为待净化液

净化

- 将PAX (P/N:AX2006)小柱依次用5 mL甲醇、5 mL水活化平衡，将待净化液全部上样过柱
- 依次用5 mL水、5 mL甲醇淋洗，抽干，最后用5 mL 5%甲酸甲醇水溶液洗脱，收集洗脱液定容至5 mL

过滤

- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18(2)
 规格: 5 μ m, 110 \AA , 4.6 \times 250 mm
 货号: VA952505-2
 流动相: 甲醇: 四丁基溴化铵乙酸钠混合溶液 (pH4.0) (15 : 85)
 流速: 0.8 mL/min
 柱温: 35 $^{\circ}$ C
 进样量: 10 μ L
 检测波长: 254 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平0.03 g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	EDTA	EDTA	101.6	3.9	7.710

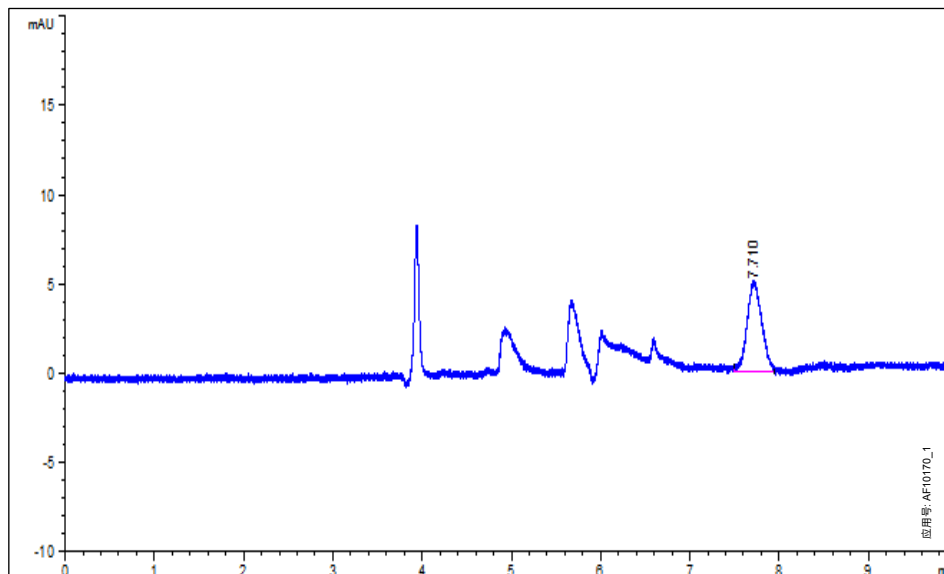


图1 葡萄汁样品基质加标LC图 (添加水平0.03 g/kg)

应用编号：AF10172

(GB 5009.278-2016) 八宝粥中EDTA的测定

本实验以GB 5009.278-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为0.25 g/kg时，回收率为96.7%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX2006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18(2)
P/N: VA952505-2

前处理方法

称样

- 称5 g八宝粥样品于50 mL离心管中

提取

- 加25 mL水，涡旋混匀，超声20 min，7500 rp离心5 min，取上清液置于50 mL玻璃比色管中。剩余残渣重复提取一次，离心后合并上清液，加水定容至50 mL。吸取5 mL定容液于15 mL离心管中，待络合
- 络合：向上述提取溶液中加入0.5 mL 三氯化铁溶液，涡旋混匀1 min，超声20 min，7500 rpm离心5 min，上清液作为待净化液

净化

- 将PAX (P/N:AX2006)小柱依次用5 mL甲醇、5 mL水活化平衡，将待净化液全部上样过柱
- 依次用5 mL水、5 mL甲醇淋洗，抽干，最后用5 mL 5%甲酸甲醇水溶液洗脱，收集洗脱液定容至5 mL

过滤

- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

| 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18(2)
 规格: 5 μm, 110 Å, 4.6 × 250 mm
 货号: VA952505-2
 流动相: 甲醇:四丁基溴化铵乙酸钠混合溶液 (pH4.0) (15 : 85)
 流速: 0.8 mL/min
 柱温: 35 °C
 进样量: 10 μL
 检测波长: 254 nm

| 实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平0.25 g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	EDTA	EDTA	96.7	0.04	7.116

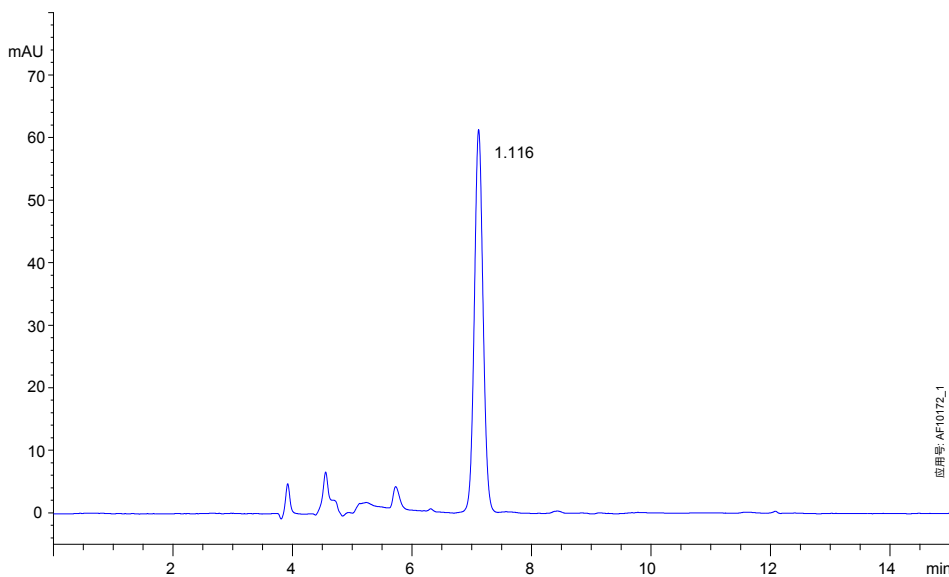


图1 八宝粥样品基质加标LC图 (添加水平0.25 g/kg)

应用编号：AF10180

(GB 5009.121-2016) 果蔬汁中脱氢乙酸的测定

本实验以GB 5009.278-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为5 mg/kg时，回收率为90.8%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18 N
P/N: S18200012N

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

前处理方法

称样

- 称5 g均匀样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL水，用20 g/L氢氧化钠水溶液调pH至7.5，转移至50 mL容量瓶中加水稀释至刻度，摇匀后取出适量溶液置于50 mL离心管中，4000 rpm离心10 min。移取20 mL上清液用10%甲酸水溶液调pH至5，用水定容至25 mL，作为待净化液

净化

- 将S C18 N (P/N:S18200012N) 小柱依次用10 mL 甲醇、20 mL水活化平衡，再取上述待净化液5 mL上样于小柱上，用10 mL水淋洗抽干，弃去流出液
- 最后用2 mL 70%甲醇水溶液洗脱并吹干小柱，收集流出液，涡旋混合

过滤

- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil C18 Plus
 规格: 5 μm, 120 Å, 4.6 × 250 mm
 货号: VPS952505-A
 流动相: 20 mM 乙酸铵水溶液(氨水调节pH至8.5): 甲醇(90 : 10)
 流速: 1 mL/min
 柱温: 30 °C
 进样量: 10 μL
 检测波长: 293 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平5 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	脱氢乙酸	Dehydroacetic	90.8	1.9	8.985

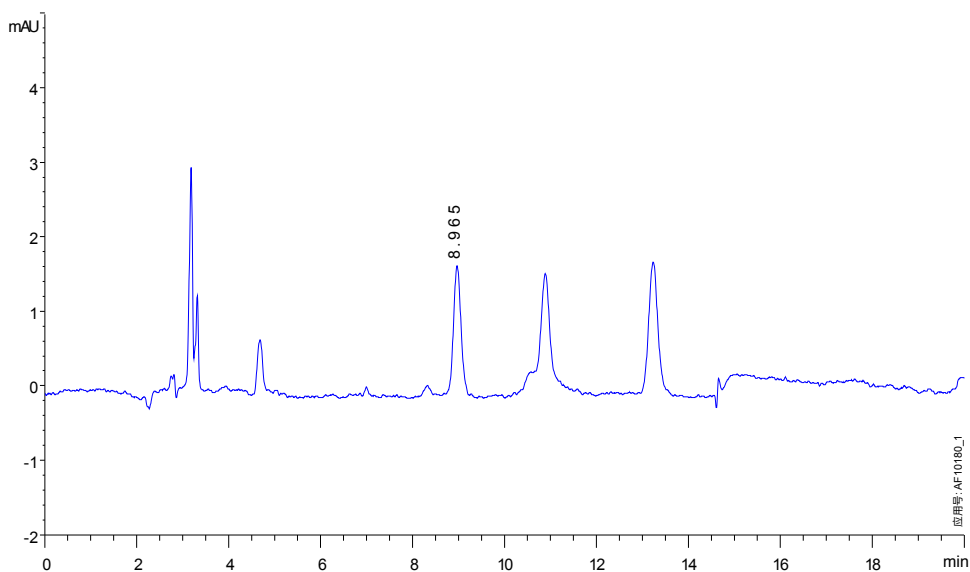


图1 果蔬汁样品基质加标LC图 (添加水平5 mg/kg)

应用编号：AF10181

(GB 5009.121-2016) 糕点中脱氢乙酸的测定

本实验以GB 5009.278-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为5 mg/kg时，回收率为84.9%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18 N
P/N: S18200012N

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

前处理方法

称样

- 称5 g均匀样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL水、5 mL硫酸锌溶液，用20 g/L氢氧化钠水溶液调pH至7.5，转移至50 mL容量瓶中加水稀释至刻度，摇匀后置于50 mL离心管中超声提取10 min。取出适量溶液置于50 mL离心管中，8000 rpm离心5 min，上清液转移至分液漏斗中，加入10 mL正己烷振荡1 min，静置分层，弃去正己烷层，再加入10 mL正己烷重复上述萃取操作一次
- 将下层水相置于50 mL离心管中，4000 rpm离心10 min，移取20 mL上清液用10%甲酸水溶液调pH至5，用水定容至25 mL，作为待净化。

净化

- 将S C18 N (P/N:S18200012N) 小柱依次用10 mL 甲醇、20 mL水活化平衡，再取上述待净化液5 mL上样于小柱上，用10 mL水淋洗抽干，弃去流出液
- 最后用4 mL 70%甲醇水溶液洗脱并吹干小柱，收集流出液，涡旋混合

过滤

- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil C18 Plus
 规格: 5 μm, 120 Å, 4.6 × 250 mm
 货号: VPS952505-A
 流动相: 20 mM乙酸铵水溶液(氨水调节pH至8.5): 甲醇(90:10)
 流速: 1 mL/min
 柱温: 30 °C
 进样量: 10 μL
 检测波长: 293 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平5 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	脱氢乙酸	Dehydroacetic	84.9	4.6	9.196

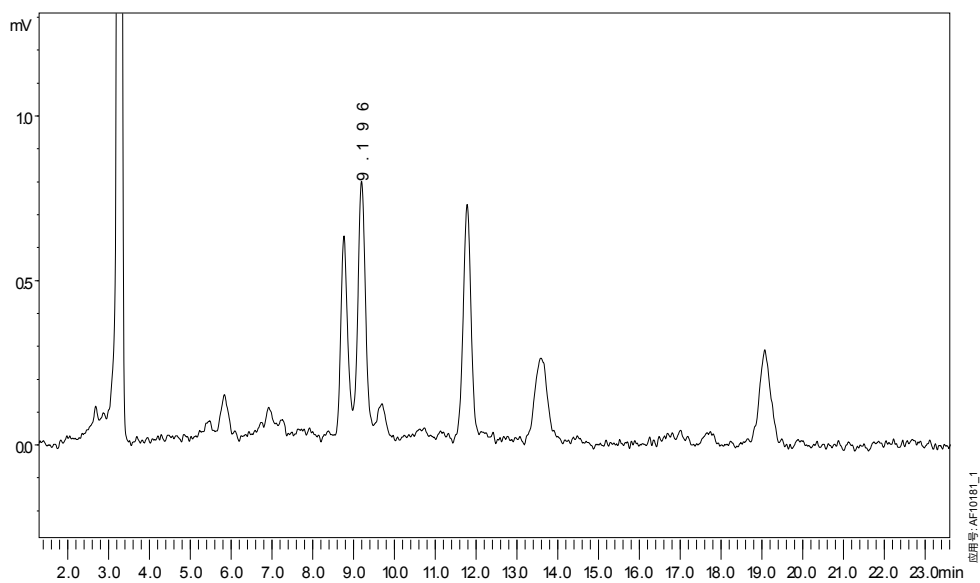


图1 糕点样品基质加标LC图 (添加水平5 mg/kg)

应用编号：AF10184

(GB 5009.121-2016) 酱菜中脱氢乙酸的测定

本实验以GB 5009.278-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为5 mg/kg时，回收率为98.2%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18 N
P/N: S18200012N

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

前处理方法

称样

- 称5 g均匀样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL水、5 mL硫酸锌溶液，用20 g/L氢氧化钠水溶液调pH至7.5，转移至50 mL容量瓶中加水稀释至刻度，摇匀后置于50 mL离心管中超声提取10 min。转移至50 mL离心管中，4000 rpm离心10 min，移取20 mL上清液用10%甲酸水溶液调pH至5，用水定容至25 mL，作为待净化液

净化

- 将S C18 N (P/N:S18200012N) 小柱依次用10 mL 甲醇、20 mL水活化平衡，再取上述待净化液5 mL上样于小柱上，用10 mL水淋洗抽干，弃去流出液
- 最后用4 mL 70%甲醇水溶液洗脱并吹干小柱，收集流出液，涡旋混合

过滤

- 上述溶液过0.45 μm尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil C18 Plus
 规格: 5 μm, 120 Å, 4.6 × 250 mm
 货号: VPS952505-A
 流动相: 20 mM乙酸铵水溶液(氨水调节pH至8.5): 甲醇(90 : 10)
 流速: 1 mL/min
 柱温: 30 °C
 进样量: 10 μL
 检测波长: 293 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平5 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	脱氢乙酸	Dehydroacetic	98.2	1.08	9.283

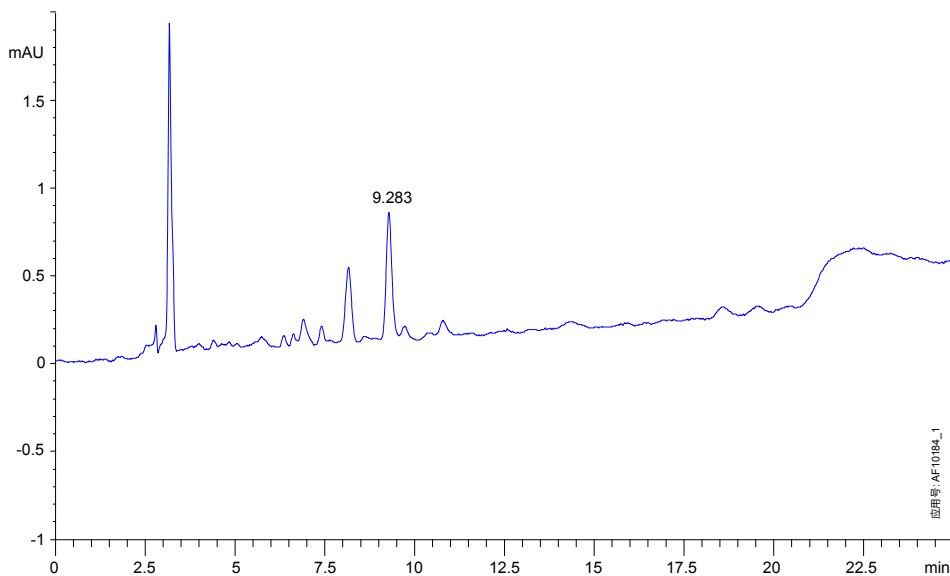


图1 酱菜样品基质加标LC图 (添加水平5 mg/kg)

应用编号：AF10111

可口可乐中7种人工着色剂的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为0.2 mg/kg时，回收率在60% ~ 100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PWAX
P/N: WA1506

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 称10 g可口可乐样品于100 mL烧杯中

提取

- 超声去除二氧化碳，静置作为待净化液

净化

- 将 PWAX (P/N:WA1506) 小柱分别用6 mL甲醇，6 mL水溶液活化平衡；然后将待净化液全部过柱，弃去流出液
- 用6 mL水和6 mL甲醇洗柱，弃去全部流出液，小柱用真空泵抽干；最后用6 mL 2%氯化甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮气吹干，用1 mL 20%甲醇水溶液溶解残留物，混匀
- 上述溶液过0.45 μm PTFE滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm
货号：VX952505-L
流动相：流动相A：20 mM乙酸铵水溶液
流动相B：甲醇
柱温：30 °C
进样量：20 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	1.0	5
3	1.0	35
7	1.0	100
10	1.0	100
10.1	1.0	5
21	1.0	5

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平0.2 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	最大吸收波长/nm	RT/min
1	柠檬黄	Tartrazine	93.6	1.5	426	5.314
2	苋菜红	Amaranthusred	90.1	1.4	522	5.647
3	靛蓝	Indigotine	68.5	0.0	610	5.983
4	胭脂红	Ponceau 4R	93.2	1.0	510	6.852
5	日落黄	Sunset yellow	97.7	2.2	484	7.340
6	诱惑红	Allura red	95.8	2.6	508	7.729
7	赤藓红	Erythrosine	72.4	5.1	530	9.585

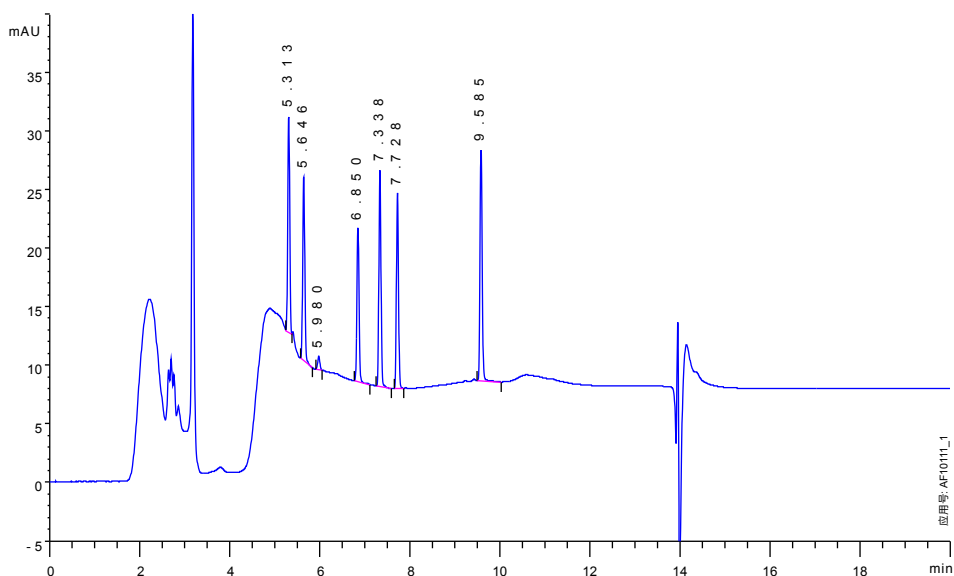


图1 可乐样品基质加标LC图 (添加水平0.2 mg/kg)

应用编号：AF10122

茶叶中8种人工着色剂的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当靛蓝添加量为0.25 mg/kg，其余七种着色剂添加量为0.05 mg/kg时，回收率在75% ~ 115%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PWAX
P/N: WA1506

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX951505-L

前处理方法

称样

- 称2 g茶叶于50 mL离心管中
- 加10 mL 60°C水，浸泡1小时

提取

- 超声提取15 min，10000 rpm离心10 min，取上清液转移到新的离心管中，重复提取一次，合并两次提取液，作为待净化液

净化

- 将PWAX (P/N:WA1506) 小柱分别用6 mL甲醇，6 mL水溶液活化平衡；然后将待净化液全部过柱，弃去流出液
- 用6 mL水 (pH为4.0)、6 mL甲醇/甲酸 (6 : 4) 和6 mL水(pH为7.0)洗柱，弃去全部流出液，小柱用真空泵抽干；最后用6 mL 2%氯化甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮气吹干，用1 mL 水溶液溶解残留物，混匀
- 上述溶液过0.45 μm PTFE滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm，150 Å，4.6 × 150 mm
货号：VX951505-L
流动相：流动相A：20 mM乙酸铵水溶液
流动相B：甲醇
柱温：30 °C
进样量：20 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	1.0	5
10	1.0	20
18	1.0	60
25	1.0	60
25.01	1.0	5
40	1.0	5

实验结果

表1 样品加标回收率结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	最大吸收波长/nm	RSD/%
1	柠檬黄	Tartrazine	0.05	111.1	428	8.1
2	苋菜红	Amaranthusred	0.05	79.8	521	5.5
3	胭脂红	Ponceau 4R	0.05	95.8	509	9.0
4	靛蓝	Indigotine	0.25	86.4	600	4.5
5	日落黄	Sunset yellow	0.05	112.2	483	5.2
6	诱惑红	Allura red	0.05	96.0	507	6.2
7	亮蓝	Light blue	0.05	100.8	600	0.8
8	酸性红	Carmosine	0.05	88.8	510	1.0

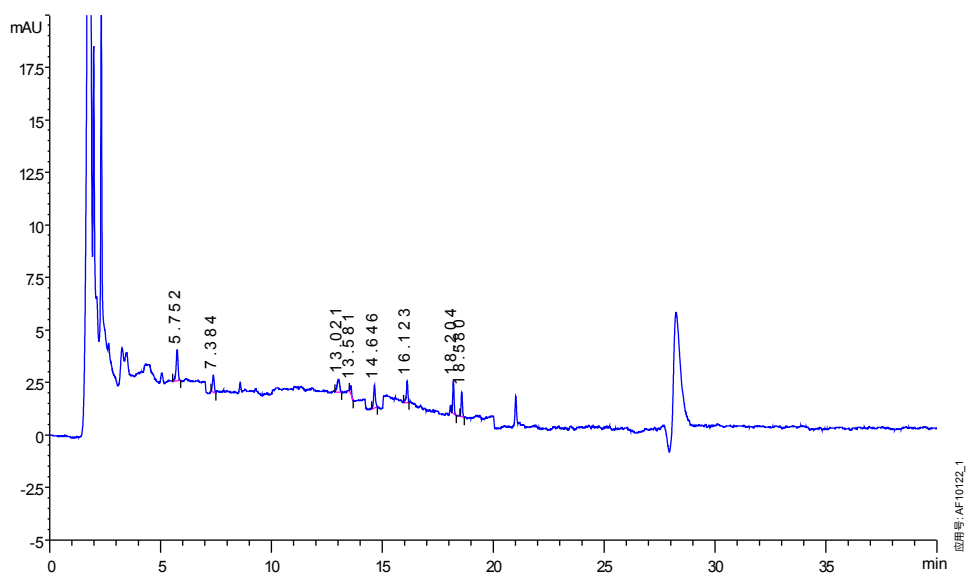


图1 茶叶样品基质加标LC图 (添加水平0.05 mg/kg)

应用编号：AF10132

饼干中8种抗氧化剂的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为117 mg/kg ~ 240 mg/kg时，回收率在85% ~ 105%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18-N
P/N: S18200012N

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 称1 g均质好的饼干样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL乙腈，振荡2 min，超声10 min，3000 rpm 离心5 min，收集上清液至鸡心瓶中
- 加10 mL乙腈，振荡2 min，超声1 min，3000 rpm 离心5 min合并上清液，作为待净化液

净化

- 将 S C18-N (P/N:S18200012N) 小柱分别用5 mL 甲醇，5 mL乙腈活化平衡，然后将待净化液全部上样，收集流出液
- 用10 mL 乙腈-甲醇(2:1)进行淋洗洗脱，收集洗脱液，合并上述收集的洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮气吹干，用1 mL 乙腈溶解残留物，混匀
- 上述溶液过0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil XBP C18(L)

规格: 5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm

货号: VX952505-L

流动相: 流动相A: 0.5%甲酸水溶液

流动相B: 甲醇

柱温: 35 °C

进样量: 5 μL

检测波长: 280 nm

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	1.0	60
15	1.0	70
25	1.0	100
30	1.0	100
31	1.0	60
35	1.0	60

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平117 mg/kg ~ 240mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	没食子酸丙酯	Propyl gallate	129	92.7	5.8	4.416
2	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	121	86.0	11.6	5.974
3	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	119	100.3	4.9	11.095
4	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	240	98.4	0.7	12.798
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	181	99.1	0.4	17.538
6	没食子酸辛酯	Octyl gallate	117	90.4	6.1	20.627
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	155	89.6	4.5	26.444
8	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	147	85.9	7.7	26.704

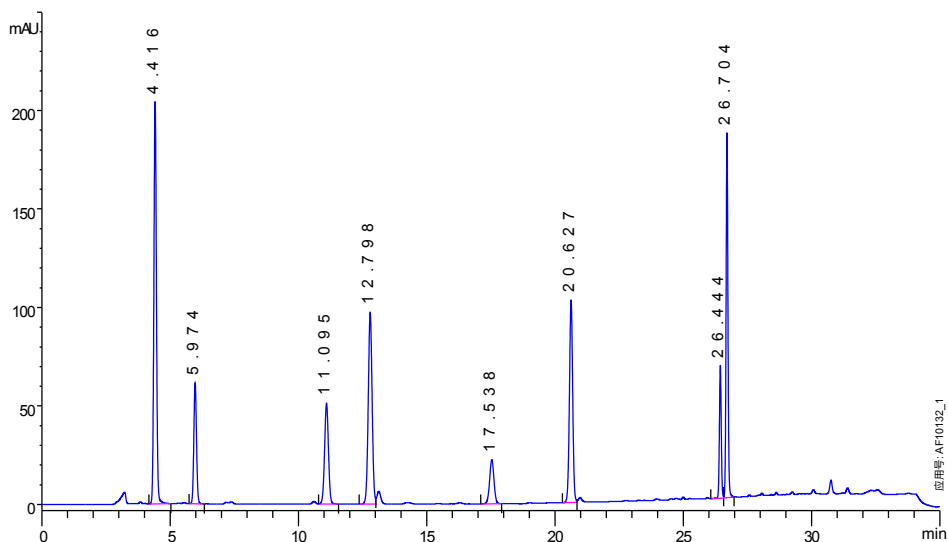


图1 饼干基质加标LC图(添加水平117 mg/kg ~ 240mg/kg)

应用编号：AF10133

花生油中8种抗氧化剂的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为95 mg/kg ~ 213 mg/kg时，回收率在85% ~ 110%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18-N
P/N: S18200012N

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX952505-L

前处理方法

称样

- 称1 g均质好的花生油样品于50 mL离心管中

提取

- 加10 mL乙腈，振荡2 min，超声10 min，3000 rpm离心5 min，收集上清液至鸡心瓶中
- 加10 mL乙腈，振荡2 min，超声1 min，3000 rpm离心5 min合并上清液，作为待净化液

净化

- 将 S C18-N (P/N:S18200012N) 小柱分别用5 mL 甲醇，5mL乙腈活化平衡，然后将待净化液全部上样，收集流出液
- 用10 mL 乙腈-甲醇(2:1)进行淋洗洗脱，收集洗脱液，合并上述收集的洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮气吹干，用1 mL 乙腈溶解残留物，混匀
- 上述溶液过0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil XBP C18(L)

规格: 5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm

货号: VX952505-L

流动相: 流动相A: 0.5%甲酸水溶液

流动相B: 甲醇

柱温: 35 °C

进样量: 5 μL

检测波长: 280 nm

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	1.0	60
15	1.0	70
25	1.0	100
30	1.0	100
31	1.0	60
35	1.0	60

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平95mg/kg ~ 213mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	没食子酸丙酯	Propyl gallate	171	93.8	4.3	4.430
2	叔丁基对苯二酚	Tert-butylhydroquinone	135	100.6	2.5	6.058
3	去甲二氢愈创木酸	Nordihydroguaiaretic acid	121	95.5	5.8	11.447
4	叔丁基对羟基茴香醚	Butylhydroxyanisole	213	105.0	3.0	13.078
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	141	105.2	2.8	17.806
6	没食子酸辛酯	Octyl gallate	95	93.5	4.2	20.920
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	Butylated hydroxytoluene	151	101.3	2.7	26.506
8	没食子酸十二酯	Dodecyl gallate	135	89.5	4.3	26.804

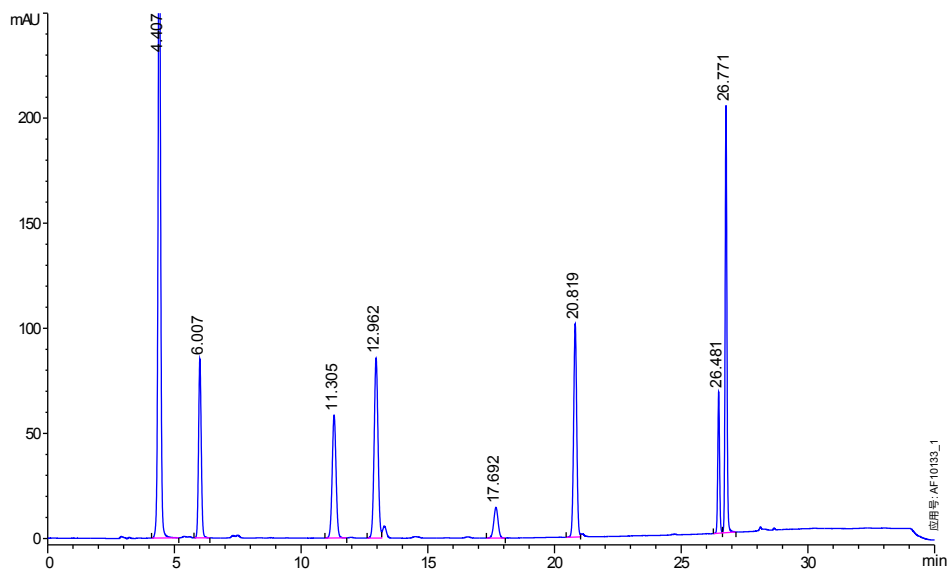


图1 花生油基质加标LC图 (添加水平95 mg/kg ~ 213mg/kg)

应用编号：AF10135

酒中甜蜜素的测定

本实验为实验室自建方法，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为200 mg/kg时，回收率为106.7%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PWAX
P/N: WA1506

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C8(L)
P/N: VX850503-L

前处理方法

称样

- 称5 g样品于40 mL样品瓶中

提取

- 于60°C水浴上加热30 min，残渣全部转移至50 mL容量瓶中，用纯净水定容至刻度，摇匀，作为待净化液

净化

- 将PWAX (P/N:WA1506) 小柱分别用5 mL甲醇，5 mL水活化平衡，取1 mL待净化液上样
- 用5 mL水和5 mL 10%甲醇水溶液淋洗，抽干小柱，用5 mL 2%的氯化甲醇溶液洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液用超纯水定容至10 mL
- 上述溶液过0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C8(L)
规格：5 μm，150 Å，3.0 × 50 mm
货号：VX850503-L
流动相：流动相A：10 mM乙酸铵溶液
流动相B：乙腈
柱温：30 °C
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	0.4	3
0.5	0.4	3
3	0.4	50
5	0.4	50
5.5	0.4	3
10	0.4	3

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平200mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	甜蜜素	Sodium cyclamate	200.0	106.7	1.5	3.83

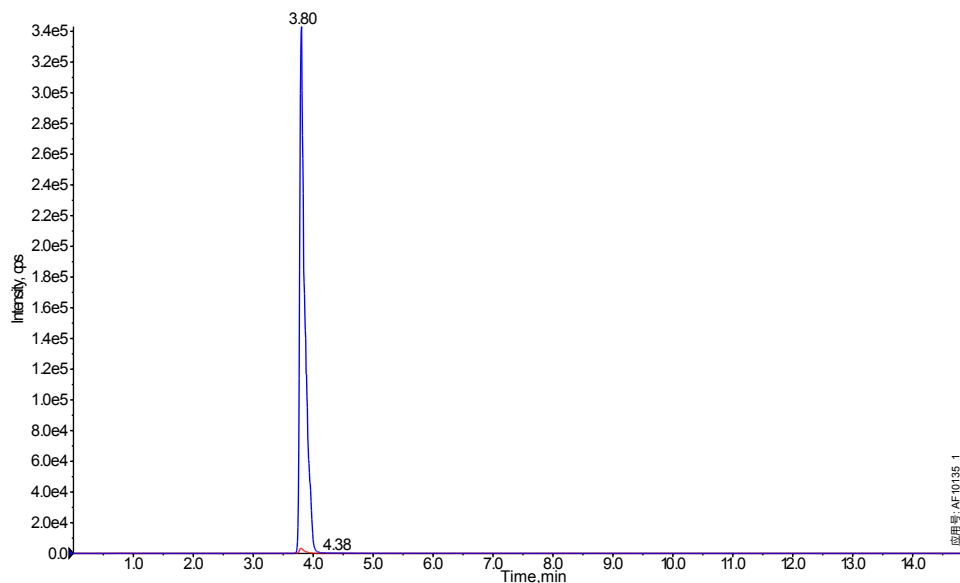


图1 酒基质加标LC-MS/MS图 (添加水平200 mg/kg)

应用编号：AF10136

花生中甜蜜素的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为166.7 mg/kg时，回收率为82.9%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PWAX
P/N: WA1506

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C8(L)
P/N: VX850503-L

前处理方法

称样

- 称3 g均质好的花生样品于50 mL离心管中

提取

- 加20 mL水，超声20 min，每10 min振匀1 min，冷冻5 min，10000 rpm离心10 min，取上清液至50 mL容量瓶中
- 残渣加15 mL水二次提取，10000 rpm离心10 min取上清至50 mL容量瓶中，再用10 mL水洗涤残渣，10000 rpm离心10 min取上清至50 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，用0.45 μm 尼龙滤膜过滤，滤液作为待净化液

净化

- 将PWAX (P/N:WA1506) 小柱分别用5 mL甲醇，5 mL水活化平衡，取1 mL待净化液上样
- 用5 mL水和5 mL 10%甲醇水溶液淋洗，抽干小柱，用5 mL 2%的氨化甲醇溶液洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液用超纯水定容至10 mL
- 上述溶液过0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil XBP C8(L)

规格: 5 μm, 150 Å, 3.0 × 50 mm

货号: VX850503-L

流动相: 流动相A: 10 mM乙酸铵溶液

流动相B: 乙腈

柱温: 30 °C

进样量: 5 μL

梯度洗脱:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	0.4	3
0.5	0.4	3
3	0.4	50
5	0.4	50
5.5	0.4	3
10	0.4	3

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平166.7 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	甜蜜素	Sodium cyclamate	166.7	82.9	0.86	3.83

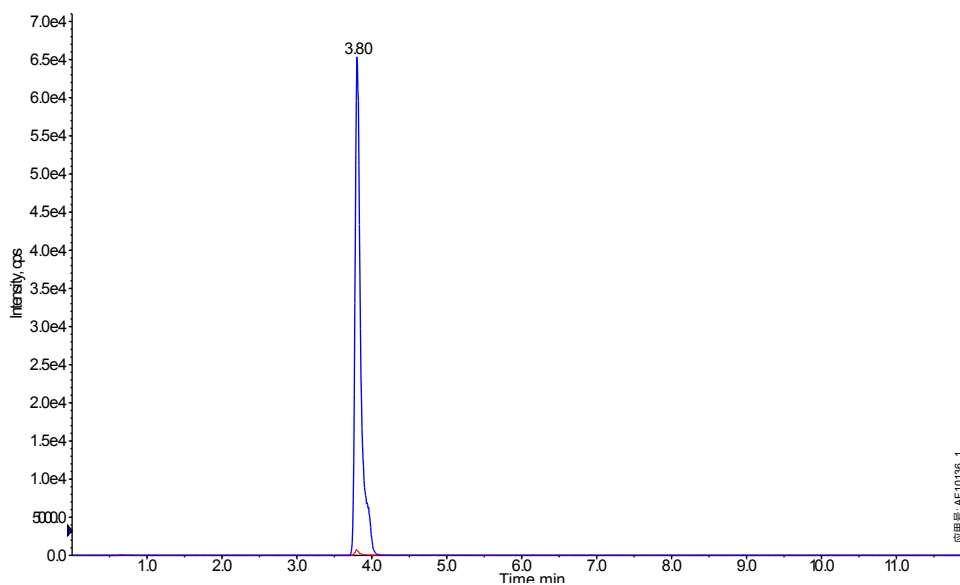


图1 花生基质加标LC-MS/MS图 (添加水平166.7 mg/kg)

应用编号：AF10138

花生油中麦芽酚和乙基麦芽酚的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。实验结果表明，当麦芽酚和乙基麦芽酚的添加量分别为4.55 mg/kg和5.04 mg/kg时，回收率在80% ~ 100%之间，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18
P/N: S185006

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C8
P/N: VS850502-0

前处理方法

称样

- 称2 g花生油样品于15 mL离心管中

提取

- 加5 mL甲醇，涡旋振荡5 min，10000 rpm离心5 min，取上层甲醇溶液，作为待净化液

净化

- 将 S C18 (P/N:S185006) 小柱分别用5 mL甲醇，5 mL水活化平衡，将净化液全部上样
- 用4 mL甲醇洗脱，收集上样液和洗脱液

过滤

- 收集到的溶液用甲醇定容至10 mL
- 上述溶液过0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C8
规格：5 μm，150 Å，2.1 × 50 mm
货号：VS850502-0
流动相：流动相A：10 mM乙酸铵溶液
(含0.2%甲酸)
流动相B：甲醇
柱温：30 °C
进样量：5 μL
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.00	0.4	5
0.50	0.4	5
2.50	0.4	95
4.50	0.4	95
4.51	0.4	5
7.50	0.4	5

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平分别为4.55 mg/kg和5.04 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	麦芽酚	Maltol	4.55	89.3	3.6	1.57
2	乙基麦芽酚	Ethyl maltol	5.04	86.1	2.2	3.27

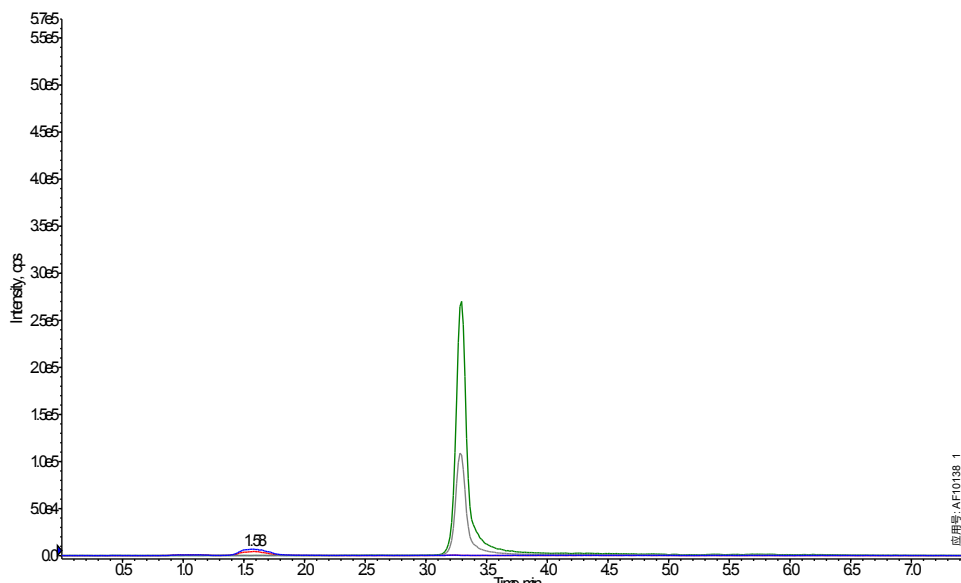


图1 花生油基质加标LC-MS/MS图 (添加水平分别为4.55 mg/kg和5.04 mg/kg)

应用编号：AF10190

菜籽油中8种抗氧化剂的分析方法

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱的方法，建立了菜籽油中8种抗氧化剂 (PG、TBHQ、NDGA、BHA、Ionox-100、OG、BHT、DG) 的检测方法。样品经乙腈提取，Cleanert S C18-N固相萃取柱净化，Venusil XBP C18(L) 色谱柱分离，0.5% 甲酸水溶液和甲醇为流动相进行梯度洗脱，外标法进行定量。结果表明，8种抗氧化剂添加量为 30 mg/kg 时，回收率在 75% ~ 115% 之间，变异系数小于 6.0%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert S C18-N
P/N: S18200012N

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VS850502-0

前处理方法

称样

- 称 1 g 样品至 50 mL 离心管中

提取

- 加 10 mL 乙腈，震荡 2 min，超声 10 min，3000 r/min 离心 5 min，收集上清液
- 加 10 mL 乙腈萃取，震荡 2 min，超声 10 min，3000 r/min 离心 5 min，合并上清液

净化

- 先将 Cleanert S C18-N 小柱用 5 mL 甲醇，5 mL 乙腈活化平衡，然后将待净化液上样于 SPE 柱，收集流出液

过滤

- 用 10 mL 乙腈进行洗脱，并收集洗脱液，合并流出液于 40°C 旋蒸至干，用 1 mL 乙腈溶解残留物，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm
货号：VX952505-L
流动相：流动相A：0.5%甲酸水溶液
 流动相B：甲醇
柱温：35 °C
进样量：5 μL
检测波长：280 nm
梯度洗脱：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.0	1.0	60
15.0	1.0	70
25.0	1.0	100
30.0	1.0	100
31.0	1.0	60
35.0	1.0	60

实验结果

表1 菜籽油中8种抗氧化剂加标回收实验结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	没食子酸丙酯	PG	30	86.2	0.7	4.378
2	叔丁基对苯二酚	TBHQ	30	86.5	2.1	5.867
3	去甲二氢愈创木酸	NDGA	30	114.1	5.6	10.712
4	叔丁基对羟基茴香醚	BHA	30	98.6	1.8	12.476
5	2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	Ionox-100	30	100.6	3.6	17.213
6	没食子酸辛酯	OG	30	82.5	1.6	20.284
7	2,6-二叔丁基对甲基苯酚	BHT	30	81.7	3.1	26.38
8	没食子酸十二酯	DG	30	78.5	1.4	26.617

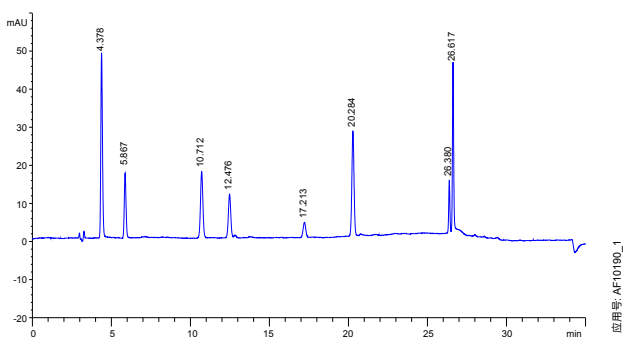


图1 8种抗氧化剂标准溶液液相色谱图(标准浓度: 30 μg/mL)

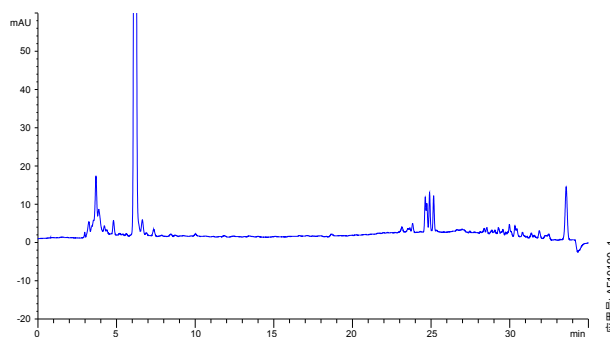


图2 菜籽油基质空白液相色谱图(过柱后)

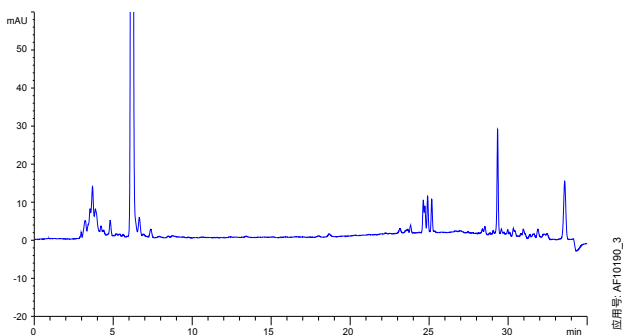


图3 菜籽油基质空白液相色谱图(过柱前)

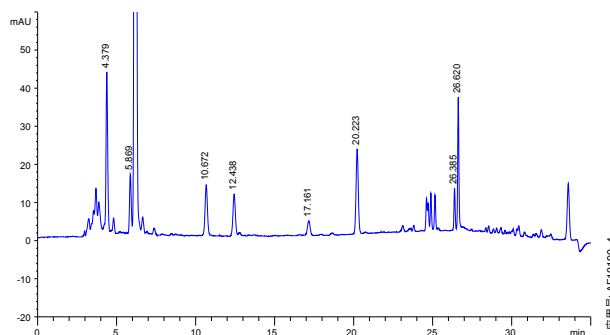


图4 菜籽油基质加标液相色谱图(加标浓度: 30 mg/kg)

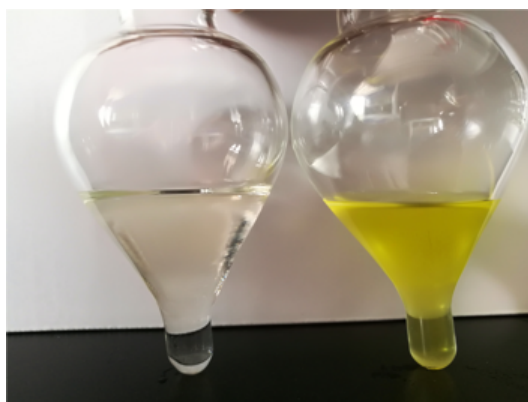


图5 菜籽油基质乙腈与乙腈:甲醇=2:1洗脱对比(左:乙腈;右:乙腈:甲醇=2:1)

应用编号：AF10200

猪肉和牛肉中五氯酚酸钠的测定

本实验根据GB 23200.92-2016，采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱的方法，外标法进行定量。结果表明，五氯酚钠添加量为2.5 µg/kg条件下，猪肉基质回收率高于80%，牛肉基质回收率高于70%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX0603

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 取2 g均质好的样品置于50 mL离心管中

提取

- 加入2 mL纯净水，涡旋混合；加入400 µL 10 mmol/L NaOH，涡旋混合；加入4玻璃珠粒均质子及5 mL异丙醇剧烈震荡2 min，再次加入5 mL异丙醇剧烈震荡2 min后再次加入5 mL异丙醇剧烈震荡2 min；并于8000 rpm条件下离心5 min，取上清液备用

净化

- 将上述待净化液全部加样至活化好的 Cleanert PAX (P/N: AX0603) 小柱
- 依次用5 mL 5%氨水、5 mL甲醇、5 mL 2%甲酸的甲醇水溶液淋洗，淋洗液完全通过小柱后，弃去流出液，用真空泵抽干固相萃取柱5 min以上。以5 mL 4%甲酸的甲醇溶液洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液在40 °C条件下氮吹干，用1 mL甲醇复溶，混匀
- 上述溶液过0.22 µm PTFE-Q 滤膜过滤

| 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 5 μ m 150 Å, 4.6 \times 150 mm
 货号: VA930503-0
 流动相: A: 5 mmol/L乙酸铵水溶液
 B: 甲醇
 流速: 0.4 mL/min
 柱温: 30 $^{\circ}$ C
 进样量: 20 μ L
 洗脱梯度:

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0.50	60.0	40.0
1.00	20.0	80.0
7.00	0.0	100.0
11.00	0.0	100.0
11.10	60.0	40.0
15.00	60.0	40.0

| 实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为2.5 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%		RSD/%		RT/min
			猪肉	牛肉	猪肉	牛肉	
1	五氯酚酸钠	Sodium pentachlorophenol	84.14	75.35	3.69	3.89	4.45

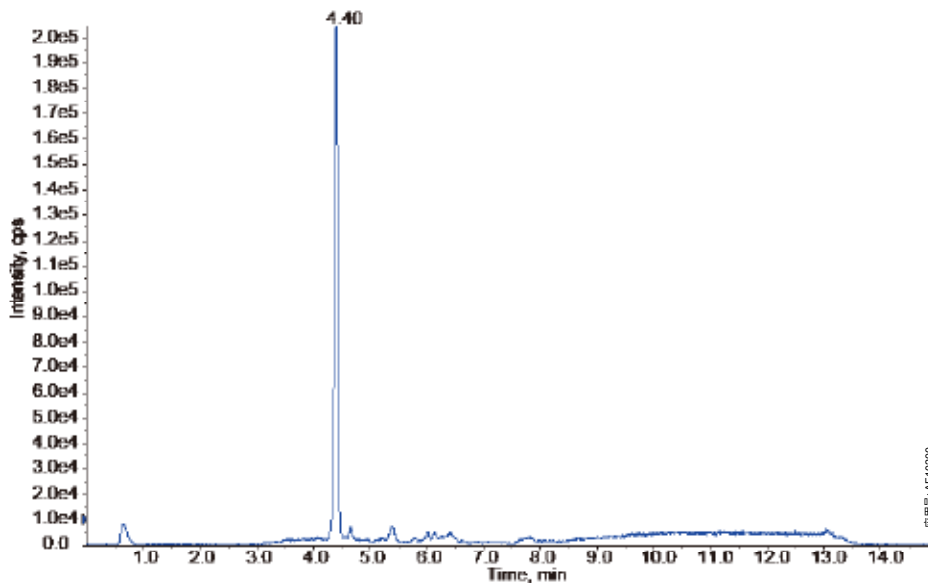


图1 猪肉基质加标LC图 (添加水平为2.5 μ g/kg)

应用编号：AF10201

腌肉中9种N-亚硝胺类化合物的分析方法

本实验优化了GB 5009.26-2016 熟肉制品中N-亚硝胺类化合物的前处理方法，采用QuEChERS方法结合气相色谱串联质谱（GC-MS）的方法，外标法定量。实验结果表明，当加标量为0.4 mg/kg时，回收率在90% ~ 120%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert MAS-Q

P/N: MS-MG5054

产品名称：Cleanert Nitro

P/N: MS-NT02

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18

P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 称取5 g样品置于50 mL离心管中

提取

- 加入10 mL水和10 mL乙腈，涡旋1 min，加入4颗玻璃珠均质子，再加入MAS-Q提取包 (P/N: MS-MG5054)
- 剧烈振摇1 min，10000 rpm离心5 min

净化

- 取1 mL上清液转移至Cleanert Nitro净化管中 (P/N: MS-NT02)
- 涡旋振荡1 min，8000 rpm离心5 min

过滤

- 准确移取上清液0.5 mL于40°C氮吹至近干
- 用二氯甲烷定容至1 mL，用0.22 μm尼龙滤膜过滤

色谱条件

色谱柱：ZB-WAX

规格：5 μm 150 Å, 4.6 × 150 mm

货号：7HG-G007-11

载气：氮气，纯度≥99.999%

柱温：初温50°C保持4 min，以5°C/min速率升至100°C，再以20°C/min的速率升至250°C保持5min

进样口温度：250 °C

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

实验结果

表1 腌肉样品加标回收率实验结果(添加水平0.4 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	N-亚硝基二甲基胺	NDMA	93.1	3.8	10.264
2	N-亚硝基甲基乙基胺	NMEA	107.7	4.9	11.518
3	N-亚硝基二乙基胺	NDEA	112.2	5.1	12.219
4	N-亚硝基二丙基胺	NDPA	114.5	3.9	15.313
5	N-亚硝基二丁基胺	NDBA	115.2	5.0	17.292
6	N-亚硝基哌啶	NPIP	111.1	5.1	17.489
7	N-亚硝基吡咯烷	NPYR	102.6	4.1	17.775
8	N-亚硝基吗啉	NMOR	90.2	13.5	18.190
9	N-亚硝基二苯基胺	NDPhA	112.7	5.1	22.110

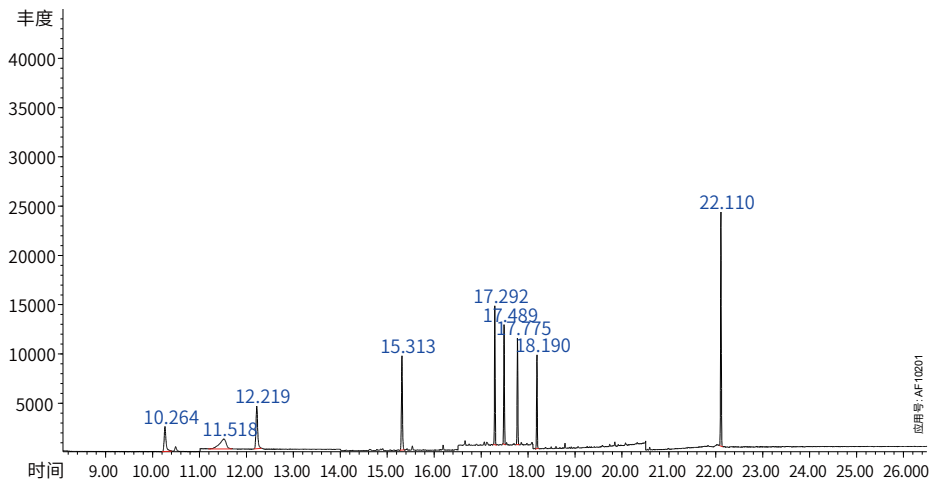


图1 9种N-亚硝胺标准溶液GC-MS谱图

应用编号：AF10021

奶粉中香兰素的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为5 mg/kg时，回收率为91.33%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX0603

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX951505-L

前处理方法

称样

- 称1 g奶粉样品于50 mL离心管中

提取

- 加pH为4.5的水溶液5 mL，混匀超声提取5 min，加2%乙酸铅溶液2 mL，混匀后静置2 min，8000 rpm离心10 min；取上清液用5%氨水溶液调节pH至中性，作为待净化液

净化

- 将上述待净化液全部加样至活化好的 PAX (P/N:AX0603) 小柱
- 分别用3 mL 5%氨水溶液和3 mL甲醇淋洗小柱，弃去淋洗液；用3 mL 5%酸化甲醇洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于30°C下氮气吹干，用1 mL流动相重新溶解，混匀
- 上述溶液过0.45 μm PTFE亲水滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm 150 Å, 4.6 × 150 mm
货号：VX951505-L
流动相：0.02 mol/L磷酸二氢钾溶液(磷酸调节pH为4.0)-乙腈= 90 : 10
流速：1.0 mL/min
柱温：30 °C
进样量：20 μL
检测波长：276 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为5 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	香兰素	Vanillin	91.33	2.70	11.784

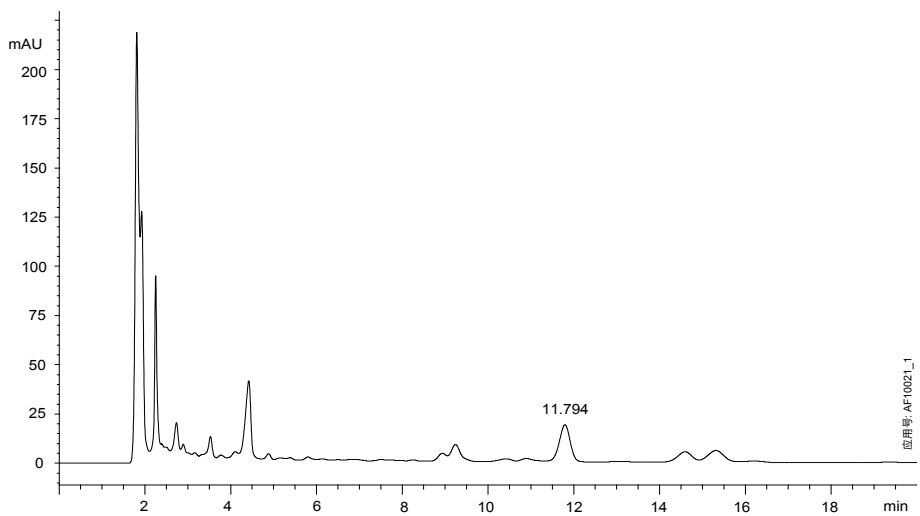


图1 奶粉基质加标LC图 (添加水平为5 mg/kg)

应用编号：AF10045

婴幼儿奶粉中双氰胺的测定

本实验为实验室自建方法，采用 QuEChERS-LC-MS/MS 方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，回收率为 85.2%，RSD 小于 5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q 净化管
P/N: MS-SQA02

液相色谱产品

产品名称：Venusil HILIC
P/N: VH951505-0

前处理方法

称样

- 称 1 g 奶粉样品于 50 mL 离心管中

提取

- 加 2 mL 水，涡旋 30 s，加 2 mL 乙腈涡旋 30 s 往现有的提取液中加入 2 mL 乙腈，重复上述提取步骤。再将该提取步骤重复 2 次，得到共计约 10 mL 的提取液，以 4000 rpm 离心 5 min，上清液作为待净化液

净化

- 将全部待净化液加入 MAS-QuEChERS 管中 (P/N: MS-SQA02)，将 MAS 管上下晃动 30 s，然后涡旋 30 s 后，8000 rpm 离心 5 min，取全部上清液 (约 10 mL) 于玻璃试管中

过滤

- 上清液于 50°C 下氮气吹干，加入 1 mL 乙腈-水混合溶液 (97:3) 复溶，混匀
- 上述溶液过 0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil HILIC
规格：5 μm ，100 \AA ，4.6 \times 250mm
货号：VH951505-0
流动相：流动相A：0.5 mmol/L 乙酸铵 (pH 4.0)
流动相B：乙腈
柱温：30 $^{\circ}\text{C}$
进样量：10 μL
洗脱梯度：

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0	0.3	90
0.4	0.3	50
1.8	0.3	50
1.9	0.3	90
7	0.3	90

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为10 µg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	双氰胺	Dicyandiamide	85.2	4.31	3.15

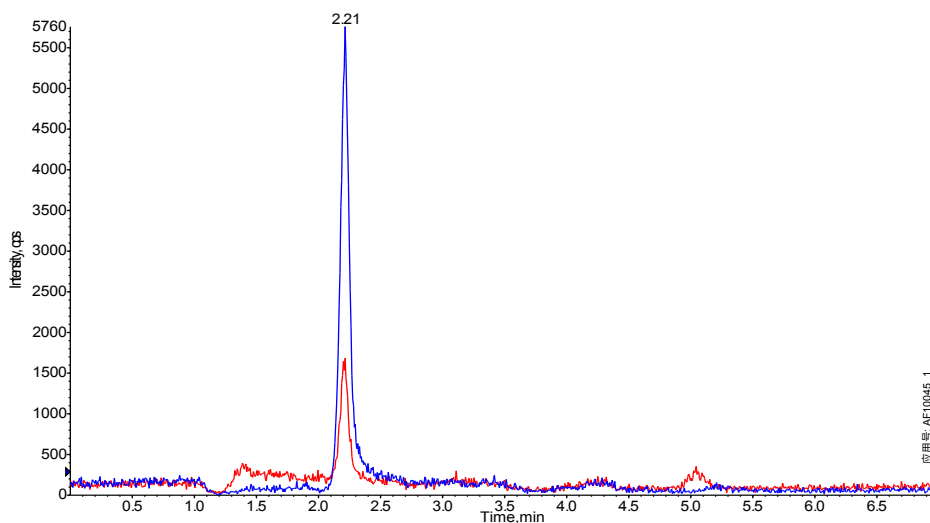


图1 奶粉基质加标LC-MS/MS图 (添加水平为10 µg/kg)

应用编号：AF10048

鸡蛋中三聚氰胺的测定

本实验以实验室方法为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为10 mg/kg时，回收率为104.81%，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PCX
P/N: CX0603

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C8
P/N: VS852505-0

前处理方法

称样

- 称1 g搅匀的鸡蛋样品于15 mL离心管中，加入100 mg/L三聚氰胺标样溶液100 μ L

提取

- 加入10 mL 1%三氯乙酸溶液，2 mL 5%醋酸铅溶液，摇匀，超声20 min，8000 rpm 离心10 min，上清液作为待净化液

净化

- 将PCX小柱 (P/N:CX0603) 依次用3 mL甲醇，3 mL水活化平衡，待净化液全部上样
- 分别用3 mL水，3 mL甲醇淋洗，抽干，最后用5 mL 5%的氨化甲醇洗脱，接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于50 $^{\circ}$ C下氮气吹干，加入1 mL流动相定容，混匀
- 上述溶液过0.45 μ m 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C8
规格：5 μ m，150 \AA ，4.6 \times 250mm
货号：VS852505-0
流动相：乙腈-10 mM柠檬酸 与 10 mM庚烷磺酸钠缓冲液(pH=3.0)
= 7: 93
流速：1.0 mL/min
柱温：30 $^{\circ}$ C
进样量：20 μ L
检测波长：240 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为10 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	三聚氰胺	Melamine	104.81	7.43	18.830

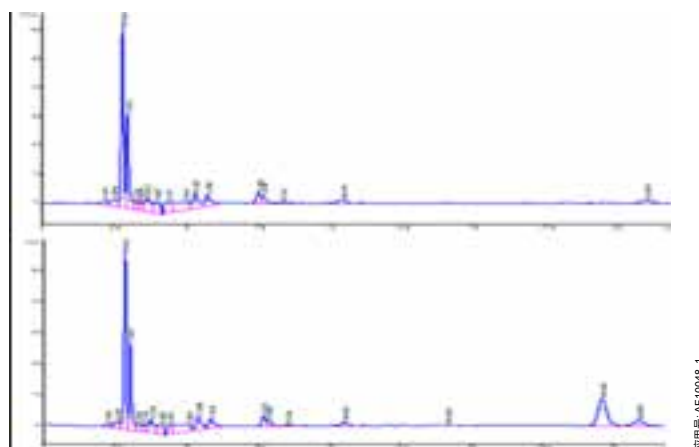


图1 鸡蛋基质加标LC图 (添加水平为10 mg/kg)

应用编号：AF10052

豆制品中二甲基黄的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为0.5 mg/kg时，回收率为87.4%，RSD小于5%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Sudan专用柱
P/N: SD5006

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX951505-L

前处理方法

称样

- 称1 g已均质好的样品于50 mL离心管中

提取

- 加入5 mL甲醇，混匀后超声提取10 min，4000 rpm离心10 min，将上清液转移至另一50 mL离心管中，残渣用5 mL甲醇再次提取，离心后合并上清液，作为待净化液

净化

- 取Cleanert® Sudan专用柱 (P/N: SD5006)，依次用5 mL二氯甲烷，10 mL甲醇活化小柱；将上述待净化液以1.0 ml/min流速通过小柱，再用5 mL甲醇淋洗小柱，抽干
- 最后用10 mL二氯甲烷洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮气吹干，加入1 mL甲醇溶解定容，混匀
- 上述溶液过0.45 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm，150 Å，4.6 × 150 mm
货号：VX951505-L
流动相：0.1%甲酸水溶液-甲醇 = 25: 75
流速：1.0 mL/min
柱温：30 °C
进样量：20 μL

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为0.5 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	二甲基黄	Dimethyl yellow	87.4	3.36	8.681

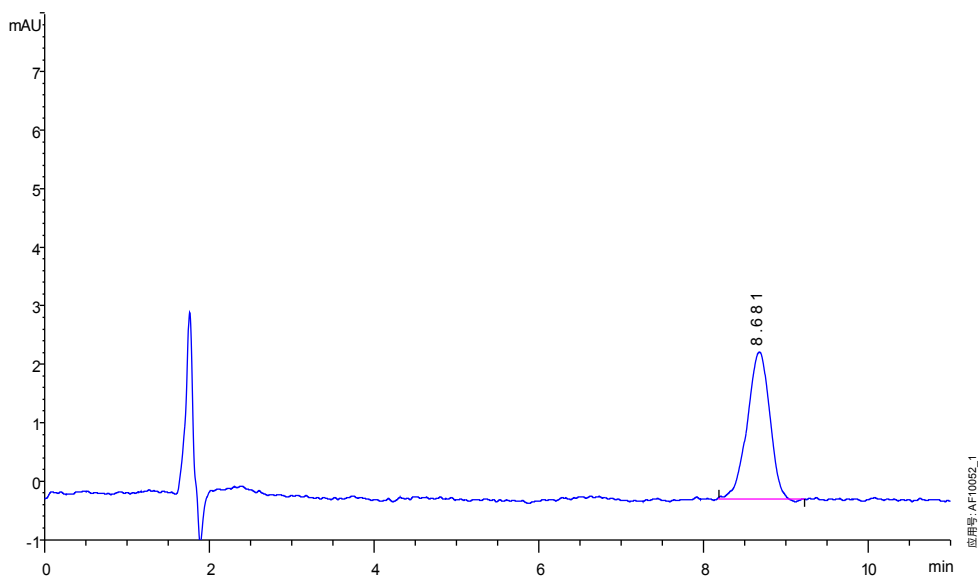


图1 豆干基质加标LC图 (添加水平为0.5 mg/kg)

应用编号：AF10120

鸭血中苏丹红的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为12 mg/kg时，回收率在80%~100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Sudan专用柱
P/N: SD5006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA951505-0

前处理方法

称样

- 称1 g已均质好的鸭血样品于50 mL离心管中

提取

- 加1 mL水，再加入5 mL正己烷，涡旋3 min，超声提取10 min，以8000 rpm离心10 min，取上层有机相3 mL，加入无水硫酸钠0.5 g，涡旋0.5 min，静置，取上清液作为待净化液

净化

- 取Cleanert Sudan专用柱 (P/N:SD5006)，依次用5 mL二氯甲烷，5 mL正己烷活化平衡；将上述待净化液全部上样，再用1 mL正己烷洗涤装待净化液的容器，全部上样于小柱上，弃去流出液
- 用3 mL 3%异丙醇/正己烷溶液洗涤小柱，弃去流出液，将小柱抽干，再用3 mL二氯甲烷洗脱小柱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮气吹干，加入1 mL乙腈溶解定容，混匀
- 上述溶液过0.45 μm PTFE滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
规格: 5 μ m, 100 Å, 4.6 \times 150 mm
货号: VA951505-0
流动相: 水-乙腈 = 3: 97
流速: 1.0 mL/min
柱温: 35 $^{\circ}$ C
进样量: 20 μ L
检测波长: 520 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为12 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	苏丹红 I	Sudan I	90.5	3.8	4.174
2	苏丹红 II	Sudan II	88.5	3.1	5.783
3	苏丹红 III	Sudan III	86.4	4.6	7.242
4	苏丹红 IV	Sudan IV	86.5	5.3	10.696

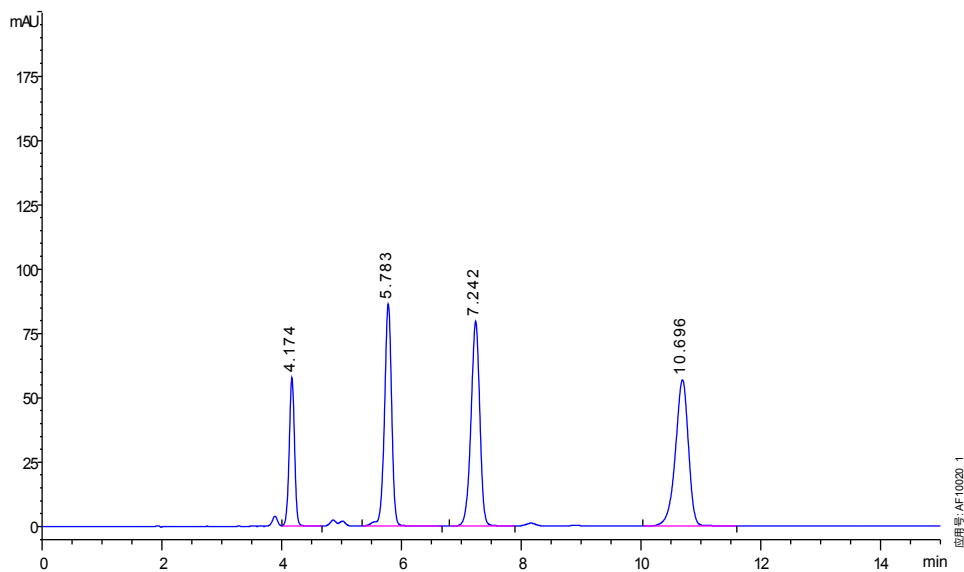


图1 鸭血基质加标LC图 (添加水平为12 mg/kg)

应用编号：AF10151

咸鸭蛋黄中苏丹红的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-LC方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为0.5 mg/kg时，回收率在80% ~ 100%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Sudan专用柱
P/N: SD5006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA951505-0

前处理方法

称样

- 称1 g咸鸭蛋黄样品于50 mL离心管中

提取

- 加5 mL 正己烷，涡旋1 min，超声10 min，以5000 rpm离心5 min，将上清液转移至另一新的离心管中，然后再加入5 mL正己烷，涡旋1 min，超声10 min，5000 rpm离心5 min，合并两次提取液，氮吹浓缩至5 mL左右，作为待净化液

净化

- 取Cleanert Sudan专用柱 (P/N:SD5006)，依次用5 mL二氯甲烷，5 mL正己烷活化平衡；将上述待净化液全部上样，弃去流出液
- 用3 mL 3%异丙醇/正己烷溶液洗涤小柱，弃去流出液，将小柱抽干，再用3 mL二氯甲烷洗脱小柱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮气吹干，加入1 mL乙腈溶解定容，混匀
- 上述溶液过0.45 μm PTFE滤膜

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 5 μ m, 100 \AA , 4.6 \times 150 mm
 货号: VA951505-0
 流动相: 水-乙腈 = 3: 97
 流速: 1.0 mL/min
 柱温: 35 $^{\circ}$ C
 进样量: 20 μ L
 检测波长: 520 nm

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为0.5 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	苏丹红 I	Sudan I	93.9	0.9	3.85
2	苏丹红 II	Sudan II	88.3	0.5	5.55
3	苏丹红 III	Sudan III	85.8	1.5	7.12
4	苏丹红 IV	Sudan IV	85.5	1.8	10.97

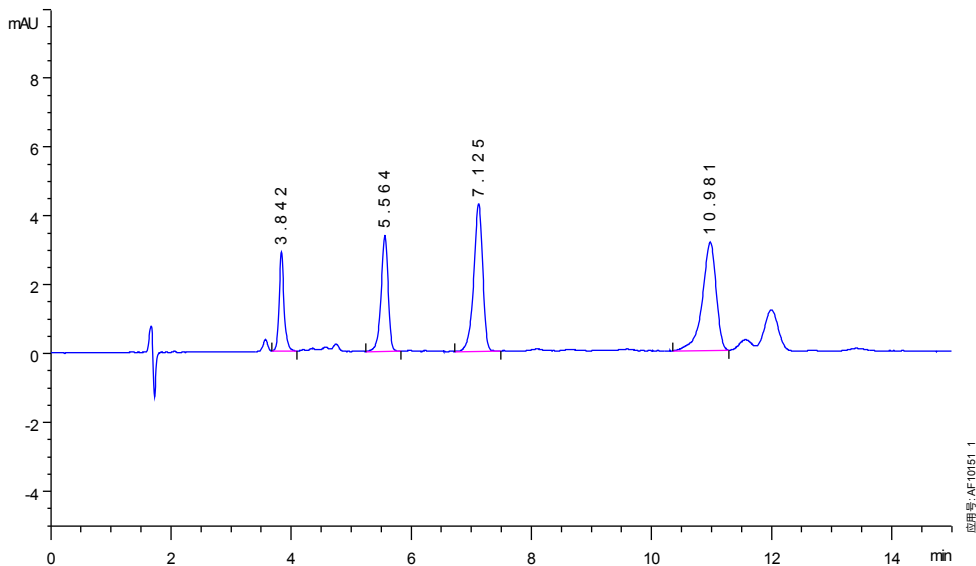


图1 咸鸭蛋黄基质加标LC图 (添加水平为0.5 mg/kg)

应用编号: CU1005

(DB 31/2010—2012) 火锅底料中罂粟碱类物质的残留量测

罂粟碱是罂粟壳的主要成分之一, 罂粟碱对血管、心脏或其它平滑肌有直接的非特异性松弛作用, 人体长期摄入可成瘾, 大量摄入可导致严重心律失常。同时, 罂粟壳中还含有吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因等相关违禁成分。近些年一些不法商贩在大众食品调料、汤料中掺入罂粟壳及其水浸物, 企图使顾客产生依赖成瘾以达到拉“回头客”的目的。地方食品安全标准DB 31/2010—2012规定了火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因的液相色谱-串联质谱测定方法。适用于火锅酱料、汤料、调味油和固体类调味粉等火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因、蒂巴因的测定。

本方法样品用水或盐酸溶液分散均匀、乙腈提取后, 经盐析分层, 乙腈提取液用键合硅固相萃取吸附剂净化, 离心, 液相色谱-串联质谱仪检测, 罂粟碱、那可丁和蒂巴因采用外标法定量, 吗啡和可待因采用内标法定量。

样品处理

称取2 g 试样(精确至0.01 g)于50 mL 聚四氟乙烯具塞离心管中, 加入150 μ L 同位素内标工作液, 加入5 mL 水, 振摇使分散均匀(酱类样品必要时可加10 mL 水), 加入15 mL 乙腈, 涡旋振荡1 min, 加入6 g 无水硫酸镁(3.7)和1.5 g 无水醋酸钠(3.8)的混合粉末(P/N: MS-MG5052), 迅速振摇, 涡旋振荡1 min, 以4000 转/分钟离心5 min, 取上清液待净化。

称取50 mg (\pm 5 mg) PSA (3.9), 100 mg (\pm 5 mg) 无水硫酸镁(3.7), 100 mg (\pm 5 mg) C18 粉末置于2 mL 聚四氟乙烯具塞离心管中(P/N: MS-9PA0205), 移取1.5 mL 上清液至此离心管中, 涡旋混合1 min, 以10 000 转/分钟离心2 min, 移取上清液, 0.22 μ m 滤膜过滤, 取滤液待测。

以上前处理方法主要针对火锅酱料、汤料、调味油。

液相条件

色谱柱: Venusil HILIC

规格: 3 μ m, 100 \AA , 2.1 \times 100 mm

货号: VH931002-0

流动相: 流动相A: 0.1%甲酸, 10 mmol/L乙酸铵水溶液

流动相B: 乙腈

进样量: 10 μ L

洗脱梯度:

时间(min)	流速(mL/min)	流动相B(%)
0.3	300	90
1	300	80
2.5	300	80
3	300	90
6	300	90

质谱条件

离子源: 具备电喷雾接口的Turbo V™离子源

极性: 正离子模式, 离子源相关参数如下:

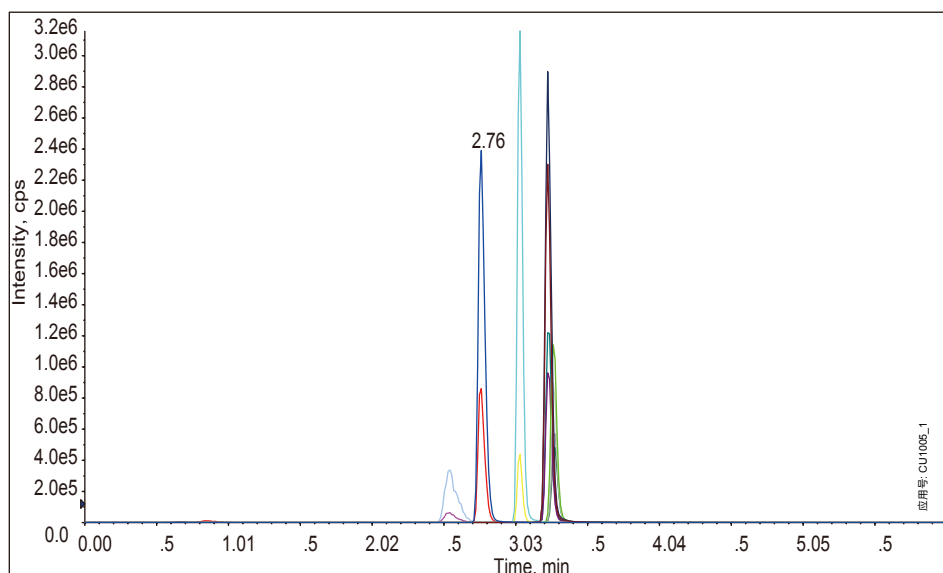
CUR: 40.00; TEM: 600.00

GS1: 60.00; GS2: 60.00; IS: 5500.00

物质名称	Q1	Q3
罂粟碱	340.1	202.1
		171.1
吗啡	286.1	181.1
		165.1
那可丁	414.2	220.1
		353.2
可待因	300.1	215.1
		165.1
蒂巴因	312.2	58.1
		249.2
吗啡-D3	289.2	185.1
		165.1
可待因-D3	303.2	215.1
		165.1

实验结论

该方法基于(DB 31/2010—2012)，使用LC-MS/MS法进行火锅调料中罂粟碱类的物质检测，并且通过验证可用于各种火锅调料产品中罂粟碱类物质的定量、定性分析。经验证适用于SCIEX Triple Quad 4000系列、4500系列、API 5000、5500系列以及6500系列的LC/MS/MS系统。灵敏度高，重现性好，适用于各相关实验室进行该类物质的日常分析。



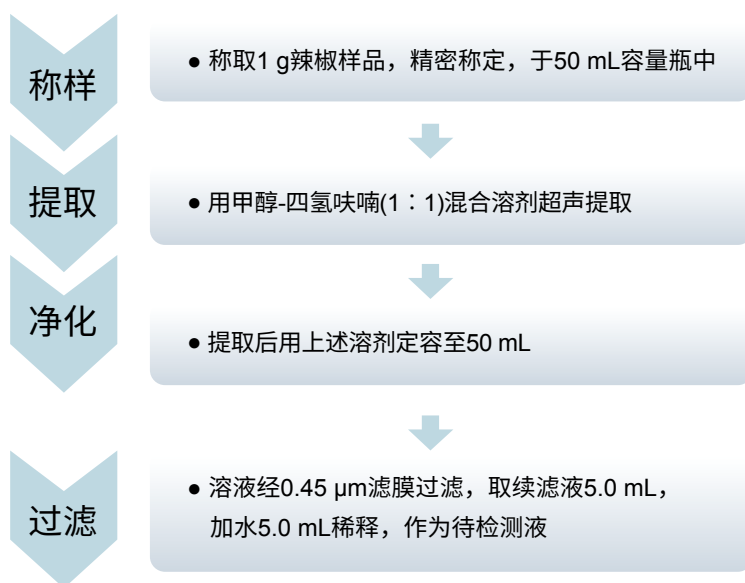
5种罂粟碱类物质的总离子流色谱图

应用编号：AF10074

(GB 28314-2012) 辣椒中天然辣椒素与二氢辣椒素的测定

本实验以GB 28314-2012为依据，采用HPLC方法对辣椒中的天然辣椒素和二氢辣椒素进行了测试。实验结果表明，样品中天然辣椒素与二氢辣椒素分离效果良好，能够满足检测要求。

前处理方法



产品信息

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX952505-L

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)
规格：5 μm，150 Å，4.6 × 250 mm
货号：VX952505-L
流动相：甲醇-水=65 : 35
流速：1.0 mL/min
柱温：30 °C
进样量：20 μL
检测波长：280 nm

实验结果

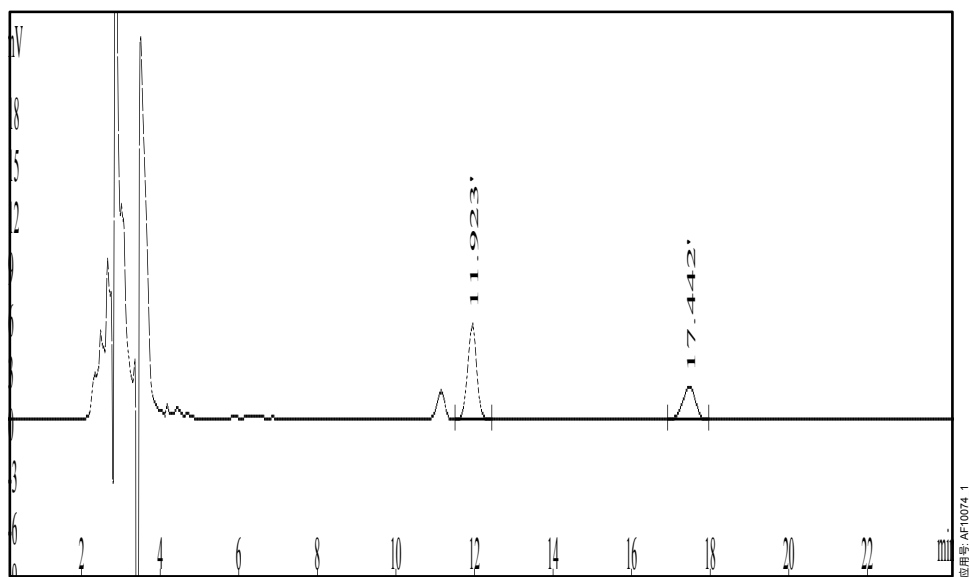


图1 辣椒样品中辣椒素与二氢辣椒素LC图

应用编号：AF10154

(GB 5413.40-2016) 婴幼儿奶粉中5种核苷酸的测定

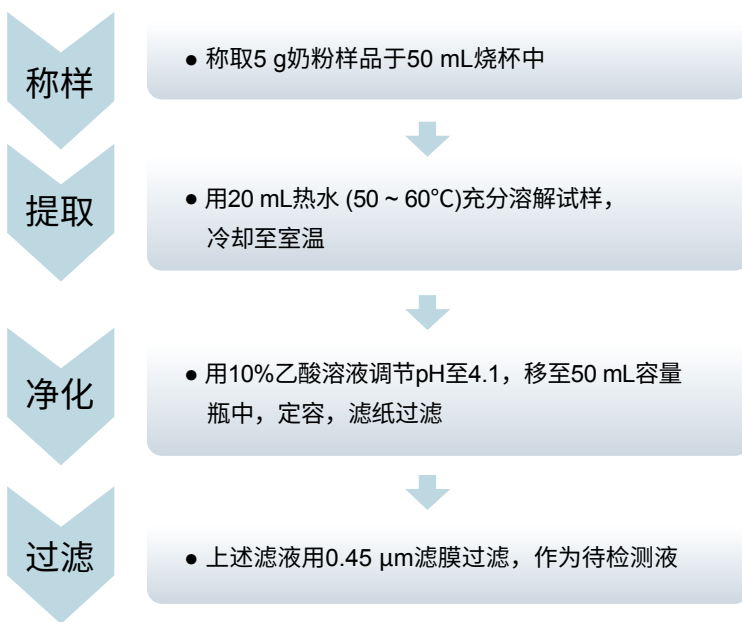
本实验以GB 5413.40-2016为依据，采用HPLC方法对婴幼儿奶粉中5种核苷酸进行了测试。实验结果表明，Venusil C18 Plus色谱柱可将5种核苷酸完全分离，基质样品中5种核苷酸与杂质分离度大于1.5，五种核苷酸的回收率97%~109%，能够满足检测要求。

产品信息

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

前处理方法



色谱条件

色谱柱：Venusil C18 Plus
规格：5 μm，120 Å，4.6 × 250 mm
货号：VPS952505-A
流动相：称取1.360 g磷酸二氢钾，加0.4753 g四丁基硫酸氢铵至1000 mL容量瓶中，用水补齐至刻度，准确加2.5 mL磷酸和40 mL甲醇，混匀后超声10 min。
(备注：由于流动相中含离子对试剂，色谱柱需要先用流动相平衡至少90min后，再运行4针标准品，系统才能稳定)

流速：1.0 mL/min
柱温：30 °C
进样量：10 μL
检测波长：254 nm

实验结果

表1 婴幼儿奶粉5种核苷酸加标实验结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	加标浓度/(ug/mL)	平均回收率/%	RT/min
1	胞嘧啶核苷酸	CMP	12.2	108.4	3.660
2	腺嘌呤核苷酸	AMP	7.6	101.8	5.605
3	鸟嘌呤核苷酸	GMP	9.2	97.7	11.050
4	尿嘧啶核苷酸	UMP	14.8	106.3	21.213
5	次黄嘌呤核苷酸	IMP	11	101.9	26.028

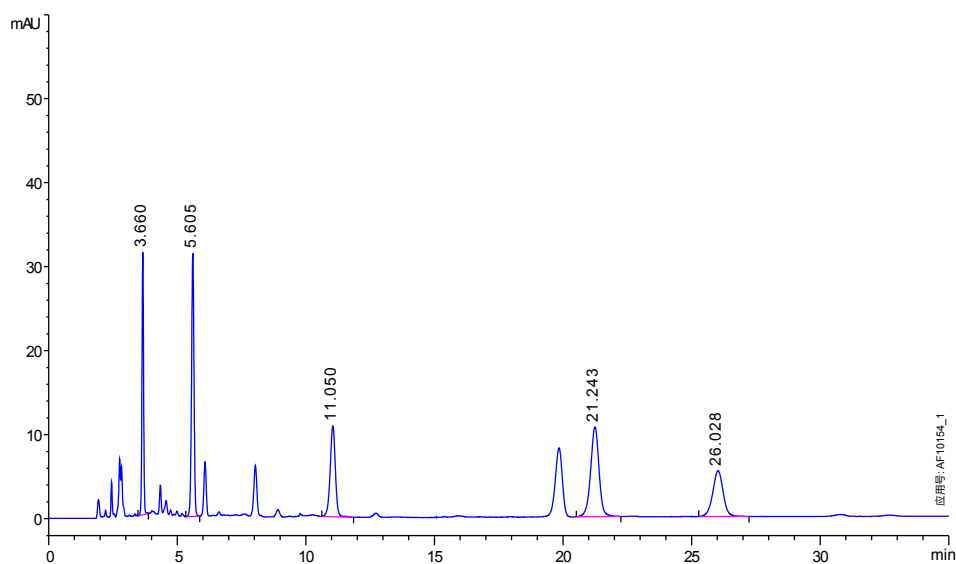


图1 奶粉基质加标LC图

应用编号：AF10165

(GB 5009.158-2016) 奶粉中维生素K1的测定

本实验以GB 5009.158-2016为依据，采用HPLC方法对奶粉中的维生素K1进行了测试。实验结果表明，奶粉样品中维生素K1回收率为88.70%，变异系数3.89%，能够满足检测要求。

产品信息

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

前处理方法

称样

- 称取奶粉样品1~5 g 于50 mL离心管中

提取

- 加入5 mL温水溶解，加入磷酸盐缓冲液(pH8.0) 5 mL，混匀，加入0.2 g脂肪酶和0.2 g淀粉酶，加盖涡旋2-3min，混匀后，置于37°C±2°C恒温水浴振荡器中振荡2 h以上，使其充分酶解

净化

- 取出酶解完的试样，分别加入10 mL乙醇及1 g碳酸钾，混匀后加入10 mL 正己烷和10 mL水，涡旋或振荡提取10 min，6000 rpm离心5 min（如发生乳化现象，可适当增加正己烷或水的加入量，以排除乳化现象），转移上清液至100 mL旋蒸瓶中，向下层液再加入10 mL正己烷，重复操作1次，合并上清液至上述旋蒸瓶中

过滤

- 将上述正己烷提取液旋蒸至干(如有残液，可用氮气轻吹至干)，用甲醇转移并定容到5 mL容量瓶中，摇匀，0.22 μm 滤膜过滤，作为待检测液

色谱条件

色谱柱：Venusil C18 Plus

规格：5 μm ，120 \AA ，4.6 \times 250 mm

货号：VPS952505-A

锌还原柱：粒径50 ~ 70 μm ，柱长 50 mm，内径 4.6 mm

流动相：甲醇900 mL，四氢呋喃 100 mL，冰乙酸 0.3 mL，混匀后，加入氯化锌1.5 g无水乙酸钠 0.5 g，超声溶解后，用 0.22 μm 尼龙滤膜过滤

流速：1.0 mL/min

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

进样量：10 μL

检测波长：激发波长243 nm，发射波长430 nm

实验结果

表1 奶粉中维生素K1加标实验结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	维生素K1	Vitamin K1	88.70	3.89	16.268

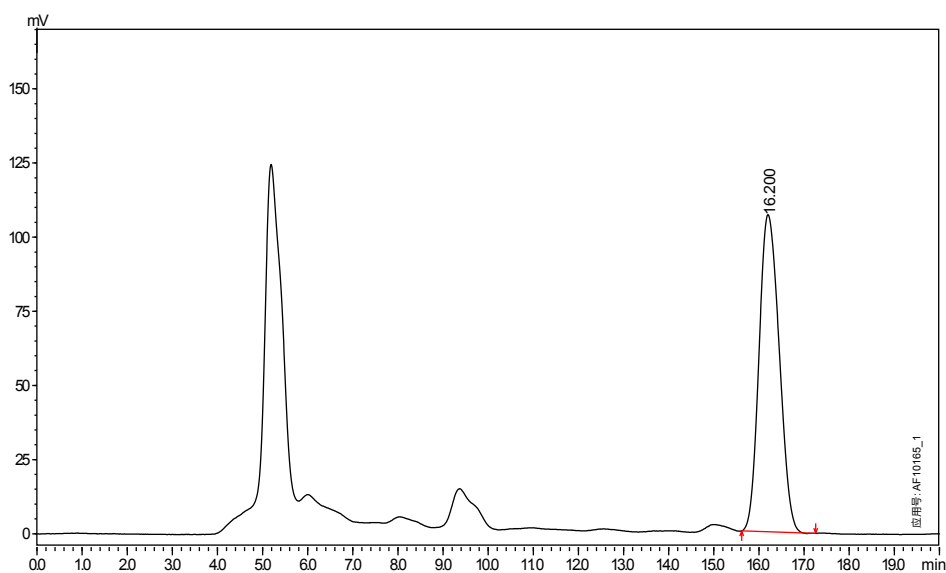


图1 奶粉基质加标LC图

应用编号：AF10166

(GB 5009.86-2016) 奶粉中抗坏血酸的测定

本实验以GB 5009.86-2016为依据，采用HPLC方法对奶粉中的抗坏血酸进行了测试。实验结果表明，奶粉样品中L(+)-抗坏血酸和D(+)-抗坏血酸回收率在93% ~ 105%之间，变异系数小于4%，能够满足检测要求。

产品信息

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

前处理方法

称样

- 称取奶粉样品约0.5 g ~ 2 g 于50 mL离心管中

提取

- 用20 g/L的偏磷酸溶液，将试样转移至50 mL容量瓶中，振摇溶解并定容，摇匀后，全部转移至50 mL离心管中，超声提取5 min后，于4000 rpm离心5 min，取上清液过0.45 μm 水相滤膜，滤液待测 (由此试液可同时分别测定试样中L(+)-抗坏血酸和D(+)-抗坏血酸的含量)

净化

- 准确吸取20 mL上述离心后的上清液于50 mL离心管中，加入10 mL 40 g/L的L-半胱氨酸溶液，用100 g/L磷酸三钠溶液调节pH 至7.0 ~ 7.2，以200次/min振荡5 min。再用磷酸调节pH至2.5 ~ 2.8，用水将试液全部转移至50 mL容量瓶中，定容到刻度

过滤

- 混匀后取此试液过0.45 μm 水相滤膜，作为待检测液

色谱条件

色谱柱: Venusil C18 Plus
规格: 5 μm , 120 \AA , 4.6 \times 250 mm
货号: VPS952505-A
流动相: 6.8 g 磷酸二氢钾, 用水溶解并定容至1 L (用磷酸调pH 至2.5
~ 2.8)-甲醇=98 : 2
流速: 0.7 mL/min
柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$
进样量: 20 μL
检测波长: 245 nm

实验结果

表1 奶粉中抗坏血酸加标实验结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/ $\mu\text{g}/\text{mL}$	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	L (+)-抗坏血酸	L (+)-Ascorbic acid	20	105	2.6	7.071
2	D (+)-抗坏血酸	D (+)-Ascorbic acid	20	93	3.8	7.552

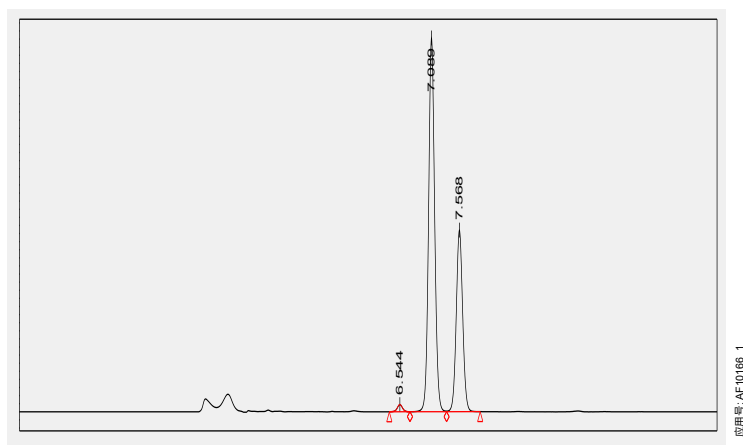


图1 奶粉基质加标LC图

应用编号：AF10171

奶粉中维生素A、D2、D3、E的测定

本实验为实验室自建方法，采用SPE-LC方法对奶粉中的维生素A、D2、D3、E进行了测试。实验结果表明，当维生素加标量为1.0 mg/kg时，回收率在80%~100%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Vitamin
P/N: VD2000060

液相色谱产品

产品名称：Venusil XBP C18(L)
P/N: VX951505-L

前处理方法

称样

- 称取试样5 g，置于250 mL圆底烧瓶中，加入50 mL L-抗坏血酸乙醇溶液，使试样完全分散、浸湿，加10 mL 500 g/L氢氧化钾溶液，混合均匀

提取

- 置于沸水浴上回流30 min，不时振荡防止试样粘附在瓶壁上，皂化结束，分别用5 mL无水乙醇、5 mL水自冷凝管顶端冲洗其内部，取出烧瓶冷却至约40°C。将皂化液转移至100 mL棕色容量瓶中，然后用20 mL蒸馏水分两次冲洗圆底烧瓶，将液体全部倒入到100 mL棕色容量瓶中，最后用蒸馏水定容到100 mL，作为待净化液

净化

- 取20 mL上样液，加入到Vitamin (P/N:VD2000060) 萃取柱中，静置10 min，待完全浸湿。使用SPE-10仪器，用100 mL正己烷（含BHT浓度为50 mg/L）5 mL/min的流速洗脱至接收瓶中。然后将收集液倒入到旋蒸瓶中，35°C旋蒸至2 - 5 mL，将旋蒸瓶中液体转移至10 mL棕色小瓶中，用2 mL正己烷分两次润洗旋蒸瓶，转移合并到10 mL棕色瓶中，不加热，氮气吹干

过滤

- 用1 mL甲醇复溶，过0.45 μm 尼龙滤膜，作为待检测液

色谱条件

色谱柱：Venusil XBP C18(L)

规格：5 μm, 120 Å, 4.6 × 150 mm

货号：VX951505-L

流动相：甲醇

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

波长梯度：

物质名称	时间/min	波长/nm
维生素A	0.0 - 5.0	325
维生素D2、D3	5.0 - 6.2	264
维生素E	6.2 - 12.0	210

实验结果

表1 奶粉中维生素加标实验结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	维生素A	Vitamin A	98.1	5.1	2.965
2	维生素D2	Vitamin D2	85.3	6.1	5.651
3	维生素D3	Vitamin D3	81.6	6.8	5.974
4	维生素E	Vitamin E	87.2	6.9	6.567

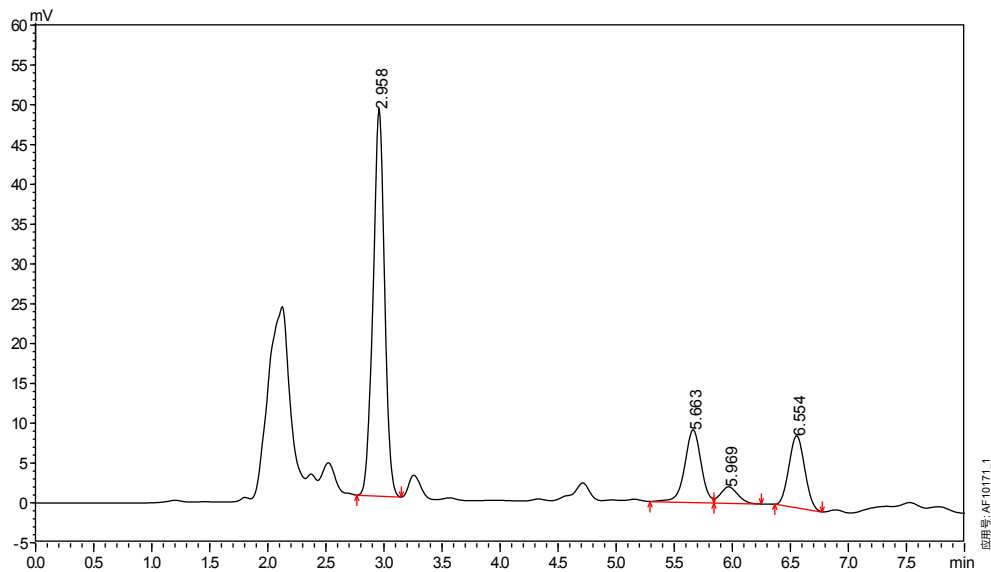


图1 奶粉基质加标LC图

应用编号：AF10179

(GB 5009.158-2016) 梨和油菜中维生素K1的测定

本实验以GB 5009.158-2016为依据，采用SPE-LC方法对梨和油菜中的维生素K1进行了测试。实验结果表明，当梨基质的维生素K1添加量为1.2 mg/kg，油菜基质维生素K1的添加量为3 mg/kg时，维生素K1的回收率均在90%以上，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Alumina N
P/N: AL20006-10N

液相色谱产品

产品名称：Venusil C18 Plus
P/N: VPS952505-A

前处理方法

称样

- 称取5 g均匀的样品，置于50 mL离心管中

提取

- 加5 mL异丙醇，涡旋1 min，超声5 min，再加10 mL正己烷，涡旋振荡提取3 min，6000 rpm离心5 min，移取上清液于25 mL棕色容量瓶中，向剩余残渣中加入10 mL正己烷，重复提取1次，合并上清液于上述棕色容量瓶中，用正己烷定容至刻度，摇匀。准确移取定容液5 mL，氮气轻轻氮吹至干，加入1 mL正己烷溶解，作为待净化液

净化

- 将Cleanert Alumina N (P/N:AL20006-10N) 小柱用5 mL正己烷活化，再将上述待净化液用少量正己烷上样于小柱上，用5 mL正己烷淋洗，弃去流出液，再用6 mL正己烷-乙酸乙酯溶液洗脱，收集流出液

过滤

- 流出液氮吹至干，用甲醇定容至5 mL，过0.22 μm尼龙针式过滤器，待检测

色谱条件

色谱柱：Venusil C18 Plus

规格：5 μm ，120 \AA ，4.6 \times 250 mm

货号：VPS952505-A

锌还原柱：Venusil Zinc Reduction

货号：VZN9600505-0

流动相：量取900 mL甲醇，加入100 mL四氢呋喃，冰乙酸0.3 mL，混匀后，加入氯化锌1.5 g，无水乙酸钠0.5 g，超声溶解后，用0.22 μm 尼龙滤膜过滤

流速：1.0 mL/min

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$

进样量：10 μL

检测波长：激发波长：243 nm，发射波长：430 nm

实验结果

表1 梨和油菜基质加标实验结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	梨		油菜	
			平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
1	维生素K1	Vitamin K1	90.4	12.2	93.7	4.5

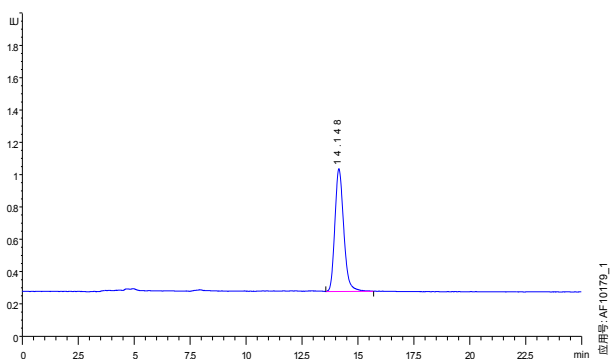


图1 梨基质加标LC图

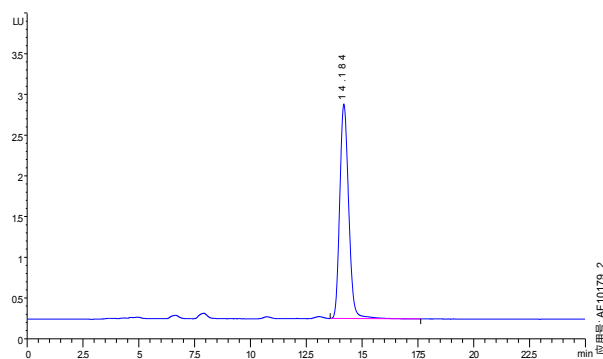


图2 油菜基质加标LC图

应用编号：AF10202

猪肉中辛基酚等5种酚类物质的分析方法

本实验重现了《BJS201913食品中辛基酚等5种酚类物质的测定方法》的前处理方法，使用Cleanert PEP固相萃取柱结合LC-MS/MS对猪肉样品进行了测试，内标法定量。实验结果表明，当添加水平为5 µg/kg和20 µg/kg时，5种酚类物质相对回收率在80% ~ 120%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP
P/N: PE2006-G

液相色谱产品

产品名称：Kinetex EVO C18
P/N: 00B-4725-Y0
产品名称：Venusil XBP C18
P/N: VX950505-0

前处理方法

称样

- 称取1 g已均质好的样品，置于50 mL离心管中，加入同位素内标混合标准工作溶液0.1 mL

提取

- 加入5 mL 乙腈，涡旋混匀1 min，超声提取15 min，8000 r/min离心5 min，取上层清液；残渣再使用5 mL乙腈重复提取一次，合并乙腈相，置冰箱-20°C冷冻2小时，取出于8000 r/min离心5 min，取上清液待净化

净化

- 将上述待净化液加30 mL水稀释，混匀，全部经过预先活化的Cleanert PEP (P/N: PE2006-G) 柱，然后使用12 mL的60 %甲醇水溶液 (V/V) 淋洗，再用6 mL乙腈洗脱，接收洗脱液

过滤

- 洗脱液于50°C氮吹至近干
- 用甲醇定容至1 mL，8000rpm离心5 min，待测

色谱条件

色谱柱: Kinetex EVO C18
 规格: 2.6 μm , 100 \AA , 3.0 \times 50 mm
 货号: 00B-4725-Y0
 捕集柱: Venusil XBP C18
 货号: VX950505-0
 流动相: A: 0.05%氨水溶液

B: 甲醇

流速: 0.4 mL/min

柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$

进样量: 10 μL

洗脱梯度:

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	70	30
9	5	95
14.5	5	95
14.51	70	30
18	70	30

实验结果

表1 猪肉样品加标回收率实验结果 (添加水平5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%
1	双酚A		96.4	6.2
2	壬基酚		103.9	3.7
3	正壬基酚		101.0	6.5
4	辛基酚		101.5	6.9
5	正辛基酚		100.5	8.0

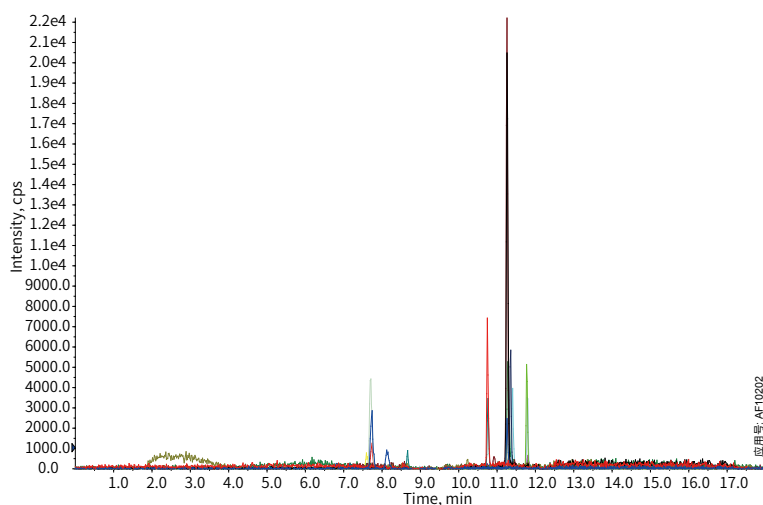


图1 猪肉基质加标谱图 (添加浓度5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

应用编号：AF10153

(GB 5009.271-2016) 葵花籽油中16种邻苯二甲酸酯的测定

本实验以GB 5009.271-2016为依据，采用SPE-GC-MS方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为0.8 mg/kg时，回收率在70%~115%之间，RSD小于10%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PSA/Silica
P/N: PAE0006-G

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称0.5 g葵花籽油样品于15 mL玻璃管中

提取

- 加100 μ L正己烷，2 mL乙腈，涡旋1 min，超声提取20 min，4000 rpm离心5 min，转移上清液于另一干净玻璃瓶中，残渣加入2 mL乙腈，涡旋1 min，4000 rpm离心5 min，转移上清液，残渣再加入2 mL乙腈提取一次，合并3次上清液，作为待净化液

净化

- 将PSA/Silica (P/N:PAE0006-G) 小柱依次用5 mL二氯甲烷，5 mL乙腈活化，弃去流出液
- 将上述待净化液全部上样，收集流出液，再用5 mL乙腈洗脱小柱，收集流出液，合并两次流出液

过滤

- 流出液中加入1 mL丙酮，于40°C氮吹至近干，用正己烷定容至2 mL，涡旋混匀
- 上述溶液过0.22 μ m 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: ZB-5MS PLUS

规格: 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号: 7HG-G030-11

进样: 不分流进样, 260°C, 1 μL

载气: 氦气, 纯度≥99.999%

柱温箱程序: 初始温度60°C, 保持1 min, 以20°C/min 升至220°C, 保持1 min, 再以5°C/ min 升至250°C 保持1 min; 再以20°C/min升温至290°C, 保持7.5 min。

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为0.8 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	80.2	0.5	7.898
2	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	87.5	1.2	8.765
3	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	77.4	4.7	10.596
4	邻苯二甲酸二正丁酯	DBP	78.6	4.3	11.401
5	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	DMEP	81.6	9.0	11.717
6	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	BMPP	88.0	4.0	12.452
7	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	DEEP	86.0	3.4	12.850
8	邻苯二甲酸二戊酯	DPP	92.5	3.2	13.298
9	邻苯二甲酸二己酯	DHXP	110.7	3.8	15.564
10	邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	85.7	2.4	15.706
11	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	DBEP	90.9	2.6	17.267
12	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	97.0	1.2	17.889
13	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	DEHP	85.5	7.0	18.019
14	邻苯二甲酸二苯酯	DPHP	101.8	1.4	18.152
15	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	83.4	1.9	19.711
26	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	84.5	3.3	20.171

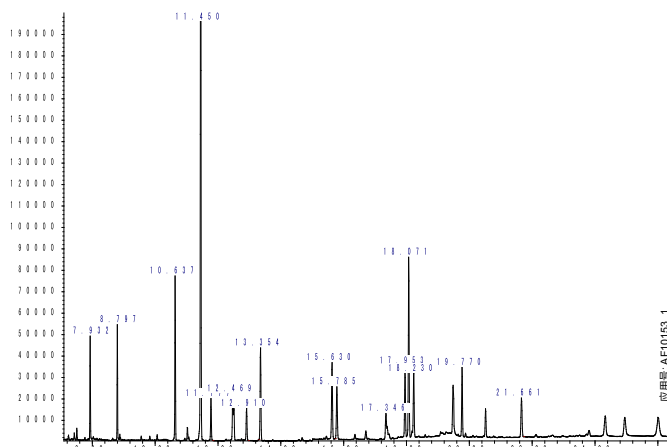


图1 葵花籽油基质加标GC-MS图(添加水平为0.8 mg/kg)

应用编号：AF10159

(GB 5009.271-2016) 芝麻油中16种邻苯二甲酸酯的测定

本实验以GB 5009.271-2016为依据，采用SPE-GC-MS方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为0.8 mg/kg时，回收率在70%~130%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PSA/Silica
P/N: PAE0006-G

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称0.5 g芝麻油样品于15 mL玻璃管中

提取

- 加100 μ L正己烷，2 mL乙腈，涡旋1 min，超声提取20 min，4000 rpm离心5 min，转移上清液于另一干净玻璃瓶中，残渣加入2 mL乙腈，涡旋1 min，4000 rpm离心5 min，转移上清液，残渣再加入2 mL乙腈提取一次，合并3次上清液，作为待净化液

净化

- 将 PSA/Silica (P/N:PAE0006-G) 小柱依次用5 mL 二氯甲烷，5 mL乙腈活化，弃去流出液
- 将上述待净化液全部上样，收集流出液，再用5 mL 乙腈洗脱小柱，收集流出液，合并两次流出液

过滤

- 流出液中加入1 mL丙酮，于40°C氮吹至近干，用正己烷定容至2 mL，涡旋混匀
- 上述溶液过0.22 μ m 尼龙滤膜

色 谱 条 件

色谱柱: ZB-5MS PLUS

规格: 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号: 7HG-G030-11

进样: 不分流进样, 260°C, 1 μL

载气: 氦气, 纯度≥99.999%

柱温箱程序: 初始温度60°C, 保持1 min, 以20°C/min 升至220°C, 保持1 min, 再以5°C/ min 升至250°C 保持1 min; 再以20°C/min升温至290°C, 保持7.5 min

实 验 结 果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为0.8 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	99.4	7.3	7.911
2	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	107.0	6.8	8.776
3	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	115.0	9.3	10.603
4	邻苯二甲酸二正丁酯	DBP	113.5	3.3	11.412
5	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	DMEP	104.8	8.3	11.748
6	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	BMPP	115.4	2.1	12.458
7	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	DEEP	115.0	11.2	12.872
8	邻苯二甲酸二戊酯	DPP	112.6	3.6	13.306
9	邻苯二甲酸二己酯	DHXP	105.0	3.5	15.57
10	邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	112.4	4.6	15.728
11	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	DBEP	127.3	4.1	17.289
12	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	118.9	4.7	17.894
13	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	DEHP	76.5	8.2	18.015
14	邻苯二甲酸二苯酯	DPHP	104.0	8.6	18.181
15	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	99.8	4.0	19.716
16	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	93.7	4.3	21.591

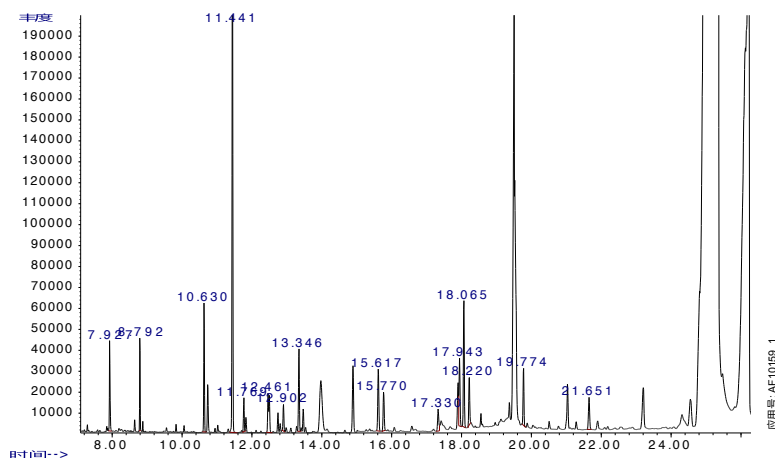


图1 芝麻油基质加标GC-MS图(添加水平为0.8 mg/kg)

应用编号：AF10160

(GB 5009.271-2016) 辣椒酱中16种邻苯二甲酸酯的测定

本实验以GB 5009.271-2016为依据，采用SPE-GC-MS方法，外标法定量。实验结果表明，当添加量为0.8 mg/kg时，回收率在80%~115%之间，RSD小于15%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PSA/Silica
P/N: PAE0006-G

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称0.5 g均质后的辣椒酱样品于15 mL玻璃管中

提取

- 加1 mL正己烷，涡旋2 min，再加入5 mL乙腈，涡旋1 min，超声提取20 min，4000 rpm离心5 min，转移上清液于另一干净玻璃瓶中，残渣再加入5 mL乙腈提取一次，合并上清液于40°C氮气吹干，加入6 mL乙腈，涡旋混匀，作为待净化液

净化

- 将 PSA/Silica (P/N:PAE0006-G) 小柱依次用5 mL 二氯甲烷，5 mL乙腈活化，弃去流出液
- 将上述待净化液全部上样，收集流出液，再用5 mL 乙腈洗脱小柱，收集流出液，合并两次流出液

过滤

- 流出液中加入1 mL丙酮，于40°C氮吹至近干，用正己烷定容至2 mL，涡旋混匀
- 上述溶液过0.22 μm 尼龙滤膜

色谱条件

色谱柱: ZB-5MS PLUS

规格: 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号: 7HG-G030-11

进样: 不分流进样, 260°C, 1 μL

载气: 氦气, 纯度≥99.999%

柱温箱程序: 初始温度60°C, 保持1 min, 以20°C/min 升至220°C, 保持1 min, 再以5°C/min 升至250°C 保持1 min; 再以20°C/min升温至290°C, 保持7.5 min

实验结果

表1 样品加标回收率结果(添加水平为0.8 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	101.1	12.2	7.911
2	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	101.5	8.3	8.776
3	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	100.2	8.5	10.603
4	邻苯二甲酸二正丁酯	DBP	107.0	10.3	11.412
5	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	DMEP	108.5	7.8	11.748
6	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	BMPP	103.4	9.0	12.458
7	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	DEEP	92.2	12.1	12.872
8	邻苯二甲酸二戊酯	DPP	105.1	8.9	13.306
9	邻苯二甲酸二己酯	DHXP	100.2	9.8	15.570
10	邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	105.9	9.5	15.728
11	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	DBEP	105.0	5.9	17.289
12	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	104.7	7.5	17.894
13	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	DEHP	83.1	13.0	18.015
14	邻苯二甲酸二苯酯	DPHP	112.6	8.5	18.181
15	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	93.9	10.5	19.716
16	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	94.8	13.2	21.591

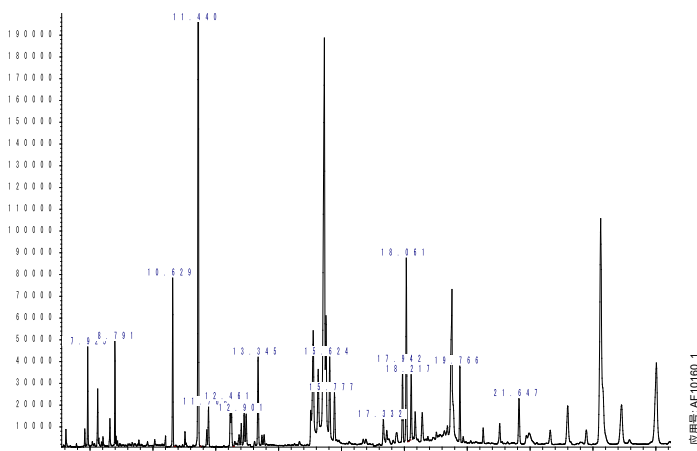


图1 辣椒酱基质加标GC-MS图(添加水平为0.8 mg/kg)

应用编号：AF10076

(GB 5009.223-2014) 白酒、啤酒中氨基甲酸乙酯的测定

本实验以GB 5009.223-2014为依据，采用SLE-GC-MS方法对白酒和啤酒中的氨基甲酸乙酯进行了测定，内标法定量。结果表明，氨基甲酸乙酯加标量为0.1 mg/kg时，回收率在80% ~ 110%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert EC
P/N: GB50092232014

气相色谱产品

产品名称：ZB-WAX PLUS
P/N: 7HG-G013-11

前处理方法

称样

- 称取白酒、啤酒各2 g，置于50 mL离心管中，分别加入100 μ L 2.0 μ g/mL D5-氨基甲酸乙酯内标使用液

提取

- 白酒样品混匀即可作为待净化液
- 啤酒样品中加入氯化钠0.3 g，超声10 min，混匀，作为待净化液

净化

- 将上述待净化液上样于Cleanert EC氨基甲酸乙酯专用柱上，静置10 min，用正己烷淋洗，抽干，用15 mL 5%乙酸乙酯/乙醚溶液以1 mL/min流速洗脱，洗脱液通过装有2 g无水硫酸钠的玻璃漏斗脱水后收集

过滤

- 接收的洗脱液在室温下氮吹至约0.5 mL左右，用甲醇定容至1 mL供气质检测

色谱条件

色谱柱: ZB-WAX PLUS

规格: 30 m×0.25 mm×0.25 μm

货号: 7HG-G013-11

进样: 不分流进样, 220°C, 1 μL

载气: 氦气, 纯度≥99.999%

流速: 1 mL/min

柱温箱程序: 初温50°C, 保持1 min, 然后以8°C/min 升至180°C, 然后以15°C/min 升至210°C 保持5 min

实验结果

表1 白酒和啤酒基质加标实验结果(添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	白酒		啤酒		RT/min
			平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	
1	氨基甲酸乙酯	Ethyl carbonate	84.5	3.8	105.6	0.8	18.286

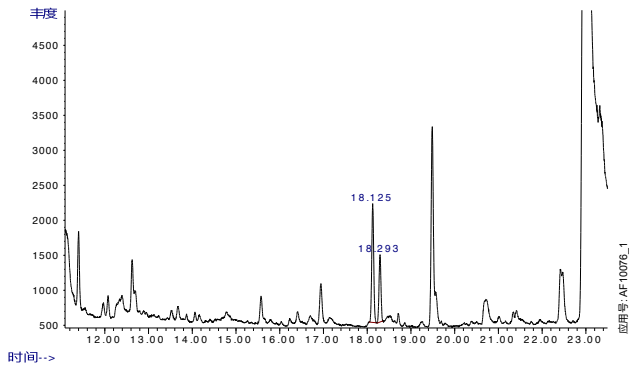


图1 白酒基质加标GC-MS图 (添加水平0.1 mg/kg)

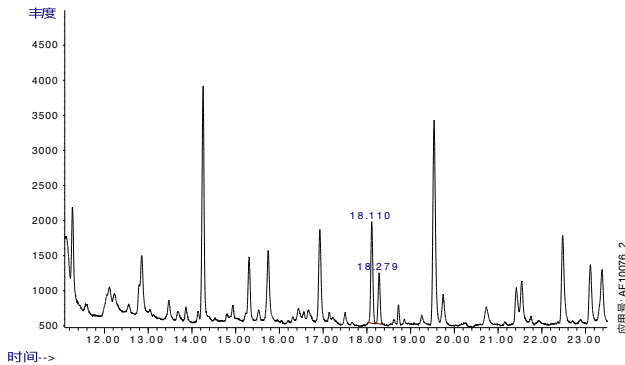


图2 啤酒基质加标GC-MS图 (添加水平0.1 mg/kg)

应用编号：AF10096

(GB 5009.204-2014) 薯片和油条中丙烯酰胺的测定

本实验以GB 5009.204-2014第一法为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法对薯片和油条中的丙烯酰胺进行了测定，内标法定量。结果表明，当丙烯酰胺的加标量为2 mg/kg时，回收率在100%~115%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PEP
P/N: PE2006
产品名称：Cleanert SAS
P/N:SS2003

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA951502-0

前处理方法

称样

- 准确称取粉碎后的1 g样品置于50 mL离心管中，加入200 μ L D3-丙烯酰胺内标（1 mg/L）

提取

- 加入10 mL水，超声振荡30 min后，于8000 rpm离心5 min，将上清液转移到15 mL离心管中，加入5 mL正己烷，漩涡萃取1 min，以6000 rpm的速度离心5 min，除去上层有机相，再用5 mL正己烷重复萃取一次，之后迅速取5 mL水相作为待净化液

净化

- Cleanert PEP固相萃取柱 (P/N:PE2006) 使用前依次用3 mL甲醇、3 mL水活化，将上述上样液上固相萃取柱，收集上样液，并用4 mL 80%的甲醇水溶液洗脱，合并收集全部洗脱液，该洗脱液待用Cleanert SAS固相萃取柱净化
- Cleanert SAS固相萃取柱 (P/N:SS2003) 依次用3 mL甲醇、3 mL水活化，将上述洗脱液全部上样，在重力作用下流出，收集全部流出液，并用2 mL甲醇洗脱，合并收集全部洗脱液

过滤

- 接收的洗脱液在室温下氮吹至约0.5 mL左右，用甲醇定容至1 mL供气质检测

色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 5 μ m, 100 Å, 2.1 \times 150 mm
 货号: VA951502-0
 流动相: 0.1%甲酸水溶液
 流速: 0.2 mL/min
 柱温: 26 $^{\circ}$ C
 进样量: 2 μ L

实验结果

表1 白酒和啤酒基质加标实验结果(添加水平2 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	薯片		油条		RT/min
			平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	
1	丙烯酰胺	Acrylamide	108.6	3.33	113.6	2.77	3.56

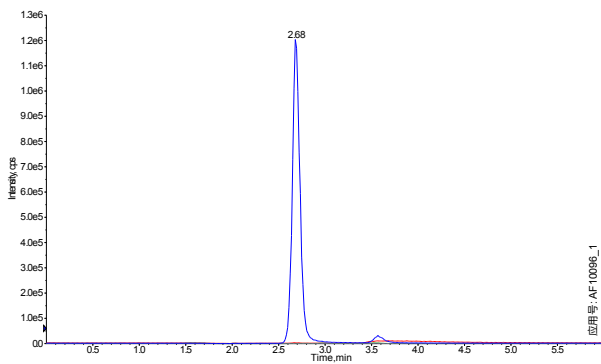


图1 薯片基质加标LC-MS/MS图 (添加水平2 mg/kg)

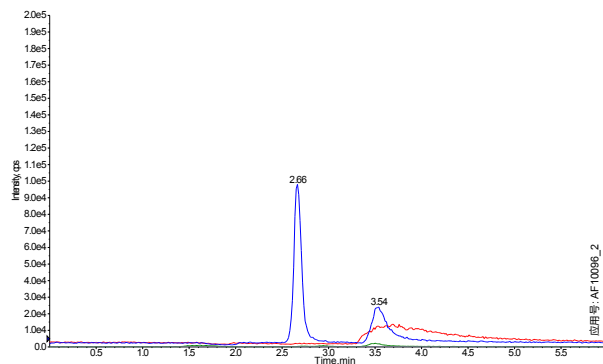


图2 油条基质加标LC-MS/MS图 (添加水平2 mg/kg)

应用编号：AF10158

(GB 5009.191-2016) 酱油中3-氯-1,2-丙二醇的测定

本实验以GB 5009.191-2016为依据，采用SPE-GC-MS方法，内标法定量。结果表明，当加标量为0.02 mg/kg时，回收率在90%以上，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert MCPD
P/N: LBC500030

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称取酱油样品4 g于50 mL离心管中，加入0.8 µg/mL的D5-3-MCPD内标40 µL

提取

- 超声5 min混匀，作为待净化液
- 将上述待净化液上样于Cleanert[®] MCPD (P/N:LBC500030) 氯丙醇专用柱上，平衡10 min。用10 mL正己烷淋洗，弃去流出液，抽干小柱。再用15 mL乙酸乙酯洗脱，收集洗脱液于30°C氮吹至约0.5 mL，用正己烷定容至2 mL，待衍生化

净化

- 衍生化：向上述的待衍生化溶液中加入0.04 mL的七氟丁酰基咪唑，立即密塞，涡旋混合30 s，于70°C保温20 min。取出冷却至室温，加入2 mL 20%氯化钠溶液，涡旋混合1 min，静置分层，且水相澄清。转移上层正己烷层，加入约0.3 g的无水硫酸钠进行除水，转移上清液至样品瓶中

过滤

- 上清液过0.22 µm的滤膜，待检测

色谱条件

色谱柱：ZB-5MS PLUS

规格：30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号：7HG-G030-11

进样：不分流进样，250°C，1 μL

载气：氦气，纯度≥99.999%

流速：1 mL/min

柱温箱程序：初始温度50°C，保持1 min，以2°C/min 升至90°C，再以40°C/min升至270°C 保持5 min

实验结果

表1 基质加标实验结果(添加水平0.02 mg/kg)

序号	化合物(中文)	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	3-MCPD衍生物	91.0	3.9	14.990

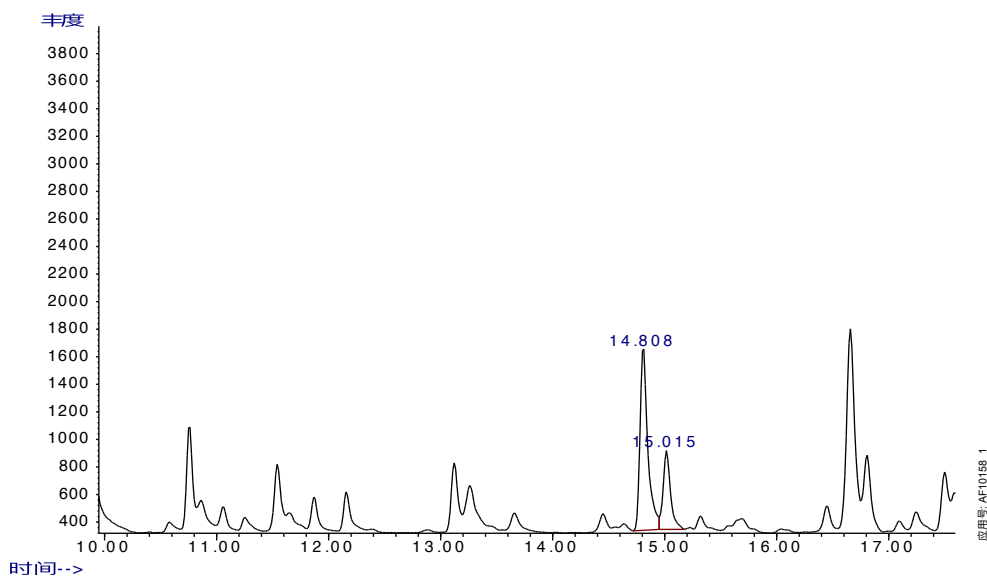


图1 酱油基质加标GC-MS图(添加水平0.02 mg/kg)

应用编号：AF10161

(GB 5009.265-2016)食品中多环芳烃的测定

本实验以GB 5009.265-2016为依据，采用QuEChERS-LC方法，外标法定量。结果表明，当多环芳烃加标量为0.25 mg/kg时，回收率在70% ~ 105%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：MAS-Q净化管
P/N: MS-9PA1229

液相色谱产品

产品名称：Venusil PAH
P/N: VP952505-L

前处理方法

称样

- 称取2 g大米样品于50 mL离心管中
- 称取2 g鸡肉样品于50 mL离心管中，加入1 g 硅藻土(碱性)，用玻璃棒搅匀

提取

- 大米：加10 mL正己烷，涡旋振荡30 s后，放入40°C水浴超声30 min，4500 rpm离心5 min，吸取上清液于40 mL玻璃瓶中，离心管下层用10 mL正己烷重复提取1次，合并提取液，氮吹(35°C以下)除去溶剂，吹至近干
- 鸡肉：加10 mL正己烷，涡旋振荡30 s后，放入40°C水浴超声30 min，4500 rpm离心5 min，吸取上清液于40 mL玻璃瓶中，离心管下层用10 mL正己烷重复提取1次，合并提取液，氮吹(35°C以下)除去溶剂，吹至近干

净化

- 在上述氮吹完之后的玻璃瓶中加入4 mL乙腈，涡旋混合30 s，倒入到QuEChERS (P/N:MS-9PA1229) 净化管中，涡旋混合30 s，4500 rpm离心3 min，取上清液于10 mL玻璃定量管中，离心管下层再用2 mL乙腈重复提取1次，合并净化液于玻璃定量管中，氮吹蒸发溶剂至近1 mL

过滤

- 上述溶液用乙腈定容至1 mL，混匀后，过0.22 μm PTFE-Q针式过滤器，待检测

色谱条件

色谱柱: Venusil PAH
 规格: 5 μ m, 200 \AA , 4.6 \times 250 mm
 货号: VP952505-L
 流动相: 流动相A: 水
 流动相B: 甲醇
 柱温: 30 $^{\circ}$ C
 进样量: 20 μ L

时间/min	流速/mL/min	流动相B(%)
0	1.2	85
2	1.2	85
6.5	1.2	99
15	1.2	99
25	1.2	100
35.1	1.2	85
45	1.2	85

实验结果

表1 大米和鸡肉基质加标实验结果(添加水平0.25 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	大米		鸡肉	
			平均回收率/%	CV/%	平均回收率/%	CV/%
1	萘	Naphthalene	82.2	2.7	74.0	1.0
2	蒽	Acenaphthene	88.4	2.3	76.1	1.0
3	芴	Fluorene	91.9	1.9	87.0	1.2
4	菲	Phenanthrene	91.3	0.3	88.6	2.1
5	葱	Anthracene	93.6	1.6	88.0	1.5
6	荧葱	Fluoranthene	93.3	1.5	91.5	2.3
7	芘	Pyrene	90.4	2.4	96.2	3.9
8	苯并[a]葱	Benzo (a) anthracene	92.3	1.0	89.8	2.3
9	屈	Chrysene	94.2	1.1	87.9	2.5
10	苯并[b]荧葱	Benzo (b) fluoranthene	94.1	0.4	100.9	6.3
11	苯并[k]荧葱	Benzo (k) fluoranthene	93.0	0.4	87.9	3.0
12	苯并[a]芘	Benzo (a) pyrene	90.4	0.4	86.7	3.3
13	二苯并[a,h]葱	Dibenz (a, h) anthracene	90.9	2.1	87.1	3.3
14	苯并[g,h,i]芘	Benzo (g, h, i) Perylene	88.7	3.2	82.2	4.5
15	茚并[1,2,3-cd]芘	Benzo (1,2,3-c, d) pyrene	88.7	3.3	80.3	2.0

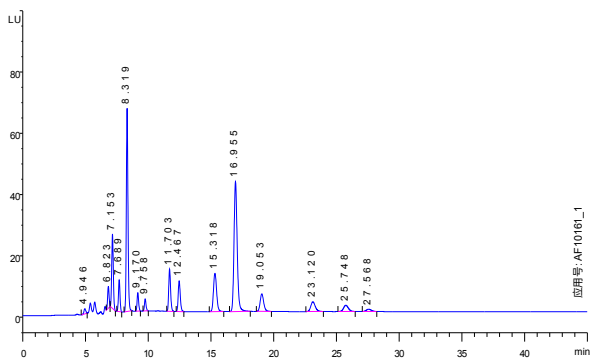


图1 大米基质加标LC图(添加水平0.25 mg/kg)

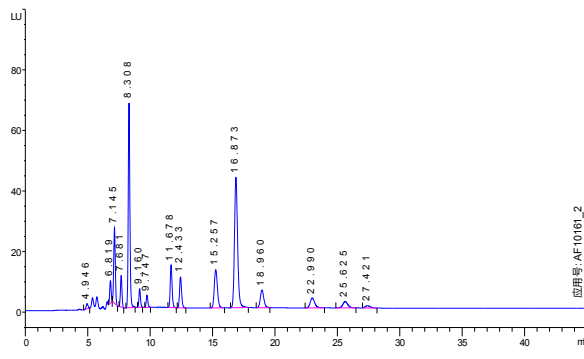


图2 鸡肉基质加标LC图(添加水平0.25 mg/kg)

应用编号：AF10162

(GB 5009.265-2016)油中多环芳烃的测定

本实验以GB 5009.265-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。结果表明，当多环芳烃加标量为0.5 mg/kg时，回收率在60%~100%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert Florisil
P/N: FS5003

液相色谱产品

产品名称：Venusil PAH
P/N: VP952505-L

前处理方法

称样

- 称取1 g样品于50 mL离心管中

提取

- 加入20 mL乙腈和10 mL乙腈饱和的正己烷，涡旋振荡30 s后，放入40°C水浴超声30 min，摇匀后以4500 rpm冷冻（-4°C）离心5 min，吸取下层乙腈层于100 mL鸡心瓶中，离心管中溶液用20 mL乙腈重复提取1次，提取液合并于鸡心瓶中，35°C减压旋转蒸发至近干，加入5 mL正己烷，涡旋震荡30 s溶解，作为待净化液

净化

- Cleanert Florisil (FS5003)小柱依次用5 mL二氯甲烷和10 mL正己烷活化小柱，将5 mL提取液全部倒入到小柱中，并进行接收，再用5 mL正己烷洗涤鸡心瓶并入柱中，用8 mL正己烷/二氯甲烷混合溶液洗脱，将收集的所有流出物合并于20 mL玻璃瓶中

过滤

- 上述流出液氮吹蒸发溶剂至近干，用乙腈定容至1 mL，混匀后，过0.22 μm PTFE-Q针式过滤器，待检测

色谱条件

色谱柱：Venusil PAH

规格：5 μm, 200 Å, 4.6 × 250 mm

货号：VP952505-L

流动相：流动相A：水

流动相B：甲醇

柱温：30 °C

进样量：20 μL

洗脱梯度：

时间/min	流速/mL/min	流动相B(%)
0	1.2	85
2	1.2	85
6.5	1.2	99
15	1.2	99
25	1.2	100
35	1.2	100
35.1	1.2	85
45	1.2	85

荧光波长变换条件：

时间/min	激发波长/nm	发射波长/nm
0.0	280	324
7.5	254	350
8.0	254	400
9.0	290	460
9.5	336	376
10.5	275	385
13	305	430
26	305	500

实验结果

表1 油基质加标实验结果(添加水平0.5 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	CV/%
1	萘	Naphthalene	64.7	6.7
2	茈	Acenaphthene	60.4	3.5
3	芴	Fluorene	83.6	1.6
4	菲	Phenanthrene	95.4	0.3
5	蒽	Anthracene	85.1	0.5
6	荧蒽	Fluoranthene	85.5	0.3
7	芘	Pyrene	82.4	0.2
8	苯并[a]蒽	Benzo (a) anthracene	81.3	1.4
9	屈	Chrysene	81.0	0.4
10	苯并[b]荧蒽	Benzo (b) fluoranthene	90.8	7.3
11	苯并[k]荧蒽	Benzo (k) fluoranthene	78.8	0.5
12	苯并[a]芘	Benzo (a) pyrene	75.2	1.4
13	二苯并[a,h]蒽	Dibenz (a, h) anthracene	75.6	2.1
14	苯并[g,h,i]芘	Benzo (g, h, i) Perylene	68.9	3.6
15	茚并[1,2,3-cd]芘	Benzo (1,2,3-c, d) pyrene	69.7	1.7

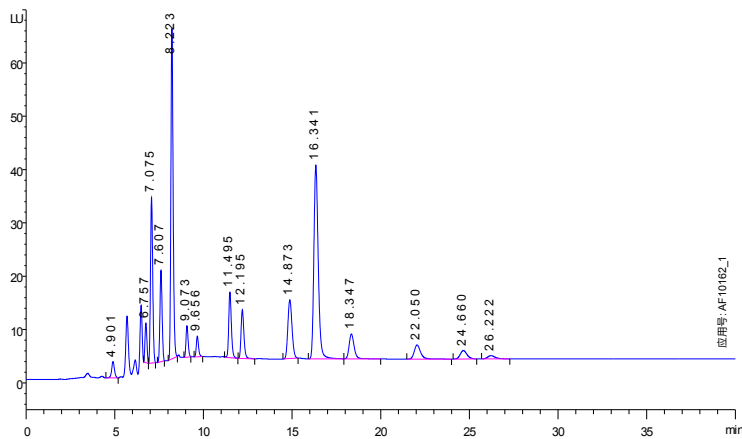


图1 油基质加标LC图(添加水平0.5 mg/kg)

应用编号：AF10163

(GB 5009.243-2016) 烤鱼中杂环胺类物质的测定

本实验以GB 5009.243-2016为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。结果表明，当加标量为0.01 mg/kg时，回收率在65%~95%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PS
P/N: PS2003

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 称取2 g烤鱼样品于50 mL离心管中

提取

- 加入10 mL 40 g/L氢氧化钠：甲醇=70：30混合溶液，均质1 min。均质器刀头分别用5 mL上述溶液各洗涤两次，洗涤液合并至样品提取离心管中。提取液在10000 rpm条件下离心10 min，上清液作为待净化液

净化

- 将Cleanert PS (P/N:PS2003) 小柱依次用2 mL 甲醇、3 mL 4 g/L氢氧化钠溶液活化平衡。量取10 mL提取液加入固相萃取柱中，弃去流出液后，依次用3 mL 4 g/L氢氧化钠：甲醇=45：55混合溶液、2 mL正己烷淋洗，每次淋洗完后都需将柱体内淋洗溶液抽干，最后用3 mL乙醇：二氯甲烷=10：90混合溶液洗脱，洗脱流速小于1 mL/min，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于氮气浓缩至近干后，加入1 mL的10%乙腈水溶液复溶，涡旋混匀，过0.22 μm Nylon针式过滤器，作为待检测液

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
 规格：3.0 × 50 mm, 3 μm, 100 Å
 货号：VA930503-0
 流动相：流动相A：0.1%甲酸水溶液
 流动相B：0.1%甲酸乙腈溶液
 柱温：40 °C
 进样量：5 μL
 洗脱梯度：

时间/min	流速/mL/min	流动相B(%)
0.0	0.2	10
0.5	0.2	10
5	0.2	95
7	0.2	95
7.01	0.2	10
17	0.2	10

实验结果

表1 烤鱼基质加标实验结果(添加水平0.01 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	2-氨基-3,4-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	MelQ	93.5	1.4	1.74
2	2-氨基-3,8-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	MelQx	66.1	3.8	3.98
3	2-氨基-3,4,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	4, 8-DiMelQx	82.7	3.1	6.04
4	2-氨基-3,7,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	7, 8-DiMelQx	80.7	5.9	6.04
5	2-氨基-1-甲基-6-苯基-咪唑并[4,5-b]吡啶	PhIP	72.4	3.0	6.57

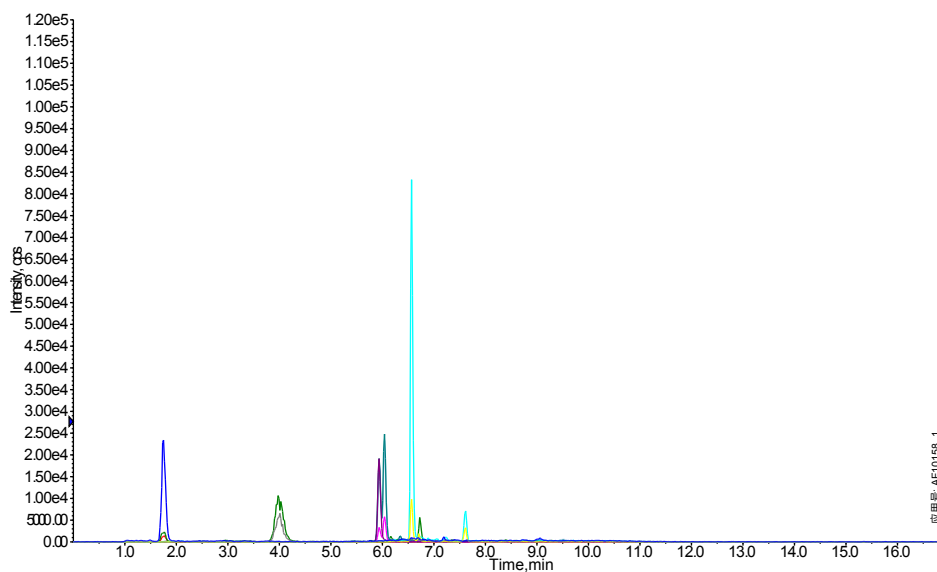


图1 烤鱼基质加标LC-MS/MS图(添加水平0.01 mg/kg)

应用编号：AF10164

(GB 5009.243-2016) 烤肉中杂环胺类物质的测定

本实验以GB 5009.243-2016为依据，采用SPE-LC-MS/MS方法，外标法定量。结果表明，当加标量为0.01 mg/kg时，回收率在80% ~ 110%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PS
P/N: PS2003

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 称取2 g烤肉样品于50 mL离心管中

提取

- 加入10 mL 40 g/L氢氧化钠：甲醇=70：30混合溶液，均质1 min。均质器刀头分别用5 mL上述溶液各洗涤两次，洗涤液合并至样品提取离心管中。提取液在10000 rpm条件下离心10 min，上清液作为待净化液

净化

- 将 Cleanert PS (P/N:PS2003) 小柱依次用2 mL 甲醇、3 mL 4 g/L氢氧化钠溶液活化平衡。量取10 mL提取液加入固相萃取柱中，弃去流出液后，依次用3 mL 4 g/L氢氧化钠：甲醇=45：55混合溶液、2 mL正己烷淋洗，每次淋洗完后都需将柱体内淋洗溶液抽干，最后用3 mL乙醇：二氯甲烷=10：90混合溶液洗脱，洗脱流速小于1 mL/min，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于氮气浓缩至近干后，加入1 mL的10%乙腈水溶液复溶，涡旋混匀，过0.22 μm Nylon针式过滤器，作为待检测液

| 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 3 μ m, 100 \AA , 3.0 \times 50 mm
 货号: VA930503-0
 流动相: 流动相A: 0.1%甲酸水溶液
 流动相B: 0.1%甲酸乙腈溶液
 柱温: 40 $^{\circ}$ C
 进样量: 5 μ L
 洗脱梯度:

时间/min	流速/mL/min	流动相B(%)
0.0	0.2	10
0.5	0.2	10
5	0.2	95
7	0.2	95
7.01	0.2	10
17	0.2	10

| 实验结果

表1 烤肉基质加标实验结果(添加水平0.01 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	2-氨基-3,4-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	MeIQ	109.3	8.9	1.90
2	2-氨基-3,8-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	MeIQx	89.9	14.6	4.63
3	2-氨基-3,4,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	4, 8-DiMeIQx	101.6	8.3	6.27
4	2-氨基-3,7,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	7, 8-DiMeIQx	101.9	8.9	6.28
5	2-氨基-1-甲基-6-苯基-咪唑并[4,5-b]吡啶	PhIP	81.9	15.9	6.71

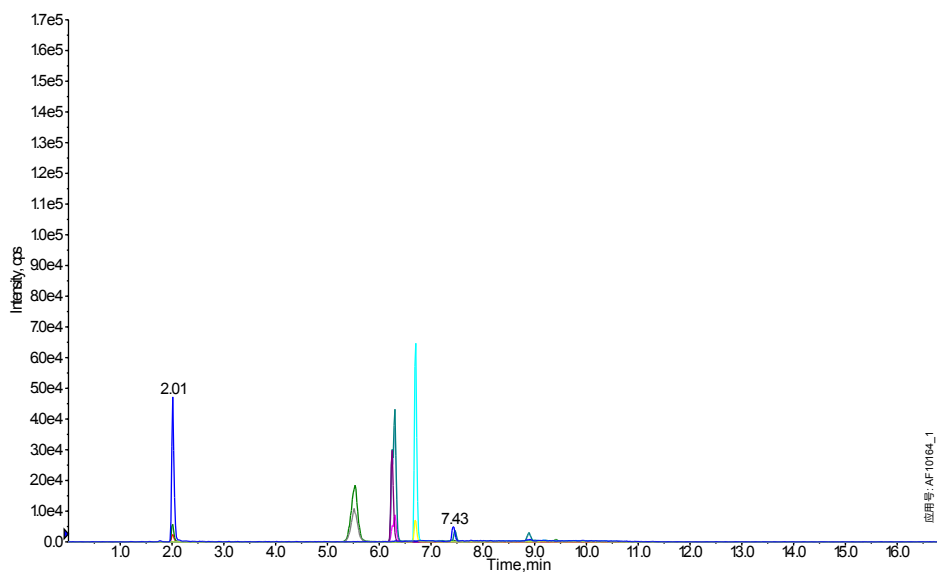


图1 烤肉基质加标LC-MS/MS图(添加水平0.01 mg/kg)

应用编号：AF10167

(GB 5009.191-2016) 奶粉中3-氯-1,2-丙二醇的测定

本实验以GB 5009.191-2016为依据，采用SPE-GC-MS方法，内标法定量。结果表明，当加标量为0.02 mg/kg时，回收率为104.4%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert MCPD
P/N: LBC500030

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称取奶粉样品4 g于50 mL离心管中，加入0.8 μg/mL的D5-3-MCPD内标40 μL

提取

- 加入20%氯化钠溶液4 g，超声提取10 min，8000 rpm离心10 min，若未见上层清液则继续向样品中加入20%氯化钠溶液4 g，重复上述操作，上层清液待净化
- 将上述待净化液全部上样于Cleanert MCPD (P/N:LBC500030)氯丙醇专用柱上，平衡10 min。用10 mL正己烷淋洗，弃去流出液，抽干小柱。再用15 mL乙酸乙酯洗脱，收集洗脱液于30°C氮吹至约0.5 mL，用正己烷定容至2 mL，待衍生化

净化

- 衍生化：向上述的待衍生化溶液中加入0.04 mL的七氟丁酰基咪唑，立即密塞，涡旋混合30 s，于70°C保温20 min。取出冷却至室温，加入2 mL 20%氯化钠溶液，涡旋混合1 min，静置分层，且水相澄清。转移上层正己烷层，加入约0.3 g的无水硫酸钠进行除水，转移上清液至样品瓶中

过滤

- 上清液过0.22 μm的滤膜，待检测

色谱条件

色谱柱: ZB-5MS PLUS

规格: 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号: 7HG-G030-11

进样: 不分流进样, 250°C, 1 μL

载气: 氦气, 纯度≥99.999%

流速: 1 mL/min

柱温箱程序: 初始温度50°C, 保持1 min, 以2°C/min 升至90°C, 再以40°C/min升至270°C 保持5 min

实验结果

表1 奶粉基质加标实验结果(添加水平0.02 mg/kg)

序号	化合物(中文)	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	3-MCPD衍生物	104.4	4.9	15.079

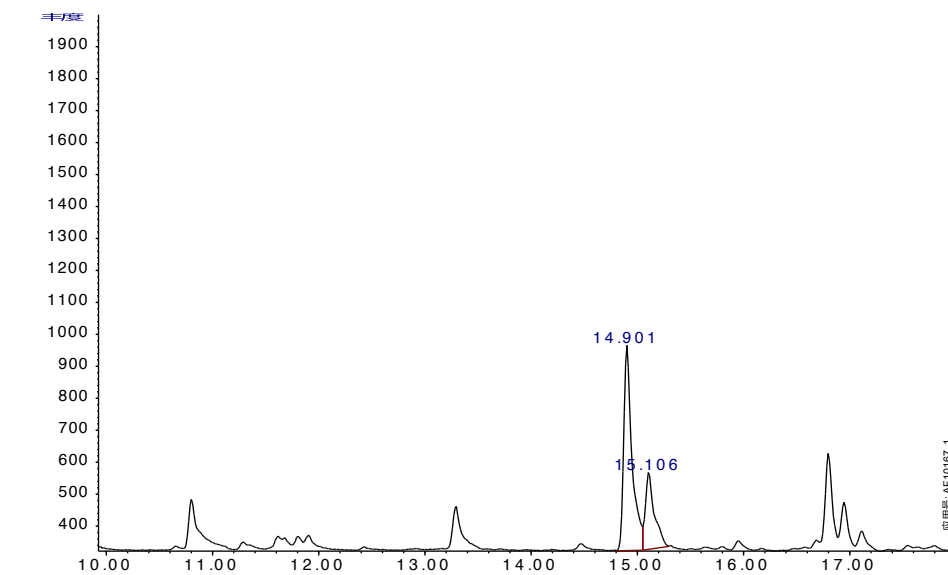


图1 奶粉基质加标GC-MS图(添加水平0.02 mg/kg)

应用编号：AF10187

(GB 5009.27-2016) 小麦粉中苯并(a)芘的测定

本实验以GB 5009.27-2016为依据，采用SPE-LC方法，外标法定量。结果表明，当加标量为5 µg/kg时，回收率为89.8%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert BAP-3
P/N: Bap5006

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18
P/N: VS952505-0

前处理方法

称样

- 称取小麦粉样品2 g于50 mL离心管中

提取

- 加入5 mL正己烷，涡旋混匀1 min，超声5 min，8000 rpm离心5 min，将上清液转移至另一离心管中，然后再用5 mL正己烷提取一次，合并提取液，再次8000 rpm离心5 min，氮吹浓缩至2 mL左右，作为待净化液

净化

- Cleanert BAP-3 (P/N:Bap5006) 固相萃取柱依次用5 mL二氯甲烷，5 mL正己烷活化小柱；将上述待净化液上样到小柱上，然后用10 mL正己烷淋洗小柱，弃去淋洗液；最后用5 mL二氯甲烷洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于35°C氮气吹干洗脱液，用1 mL乙腈溶解定容，过0.22 µm PTFE滤膜，作为待检测液

色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18
 规格: 5 μ m, 150 \AA , 4.6 \times 250 mm
 货号: VS952505-0
 流动相: 水-乙腈 = 12 : 88
 流速: 1.0 mL/min
 柱温: 30 $^{\circ}$ C
 进样量: 20 μ L
 检测波长: 发射波长: 406 nm; 激发波长: 384 nm

实验结果

表1 小麦粉基质加标实验结果(添加水平5 μ g/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	苯并(a)芘	Benzo (a) pyrene	89.8	3.9	8.391

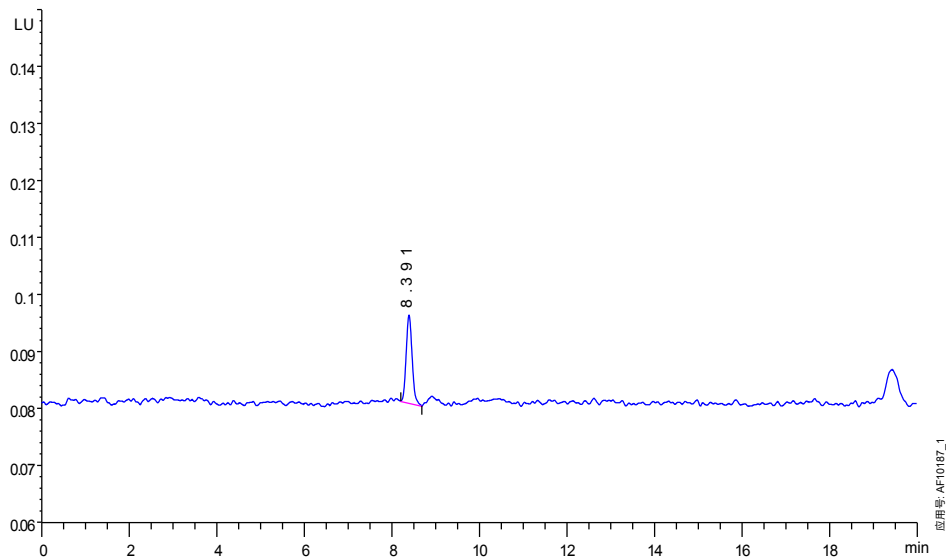


图1 小麦粉基质加标LC图(添加水平5 μ g/kg)

应用编号：AF10185

食用油中多环芳烃的测定

本实验为实验室自建方法，采用 SPE-GC-MS方法，外标法定量。结果表明，当多环芳烃加标量为 0.1 mg/kg时，回收率在80% ~ 150%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAHs-MIP
P/N: PAH0006-G

气相色谱产品

产品名称：ZB-5MS PLUS
P/N: 7HG-G030-11

前处理方法

称样

- 称取植物油样品0.5 g，置于50 mL离心管中

提取

- 加入3 mL环己烷溶解，作为待净化液

净化

- 将Cleanert PAHs-MIP小柱依次用5 mL二氯甲烷，5 mL环己烷活化平衡，将上述待净化液全部上样于小柱上，弃去流出液，用4 mL 环己烷洗涤小柱，弃去流出液，将小柱抽干，再用10 mL二氯甲烷洗脱小柱，收集流出液

过滤

- 上述流出液氮吹蒸发溶剂至近干，用正己烷定容至1 mL，混匀后，过0.22 μm PTFE-Q针式过滤器，待检测

色谱条件

色谱柱: ZB-5MS PLUS

规格: 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

货号: 7HG-G030-11

进样: 不分流进样, 250°C, 1 μL

载气: 氦气, 纯度≥99.999%

流速: 1 mL/min

柱温箱程序: 初温 45°C, 保持1 min, 然后以10°C/min 升至180°C, 保持1 min, 再以10°C/min 升至250°C, 保持2 min, 再以5°C/min升至285°C, 保持2 min, 再以10°C/min升至320°C, 保持1 min, 最后以10°C/min升至345°C

实验结果

表1 食用油基质加标实验结果(添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	CV/%
1	萘	Naphthalene	113.1	11.4
2	茚烯	Acenaphthylene	91.0	4.4
3	茚	Acenaphthene	94.9	2.7
4	芴	Fluorene	96.9	1.6
5	菲	Phenanthrene	96.2	1.6
6	葱	Anthracene	96.0	0.6
7	荧葱	Fluoranthene	92.7	3.2
8	芘	Pyrene	145.3	12.4
9	苯并[a]葱	Benzo (a) anthracene	94.5	4.7
10	屈	Chrysene	89.6	3.5
11	苯并[b]荧葱	Benzo (b) fluoranthene	99.2	2.5
12	苯并[k]荧葱	Benzo (k) fluoranthene	96.5	2.2
13	苯并[a]芘	Benzo (a) pyrene	102.3	3.1
14	二苯并[a,h]葱	Dibenz (a, h) anthracene	97.6	2.6
15	苯并[g,h,i]花	Benzo (g, h, i) Perylene	82.6	1.4
16	茚并[1,2,3-cd]芘	Benzo (1,2,3-c, d) pyrene	99.7	2.6

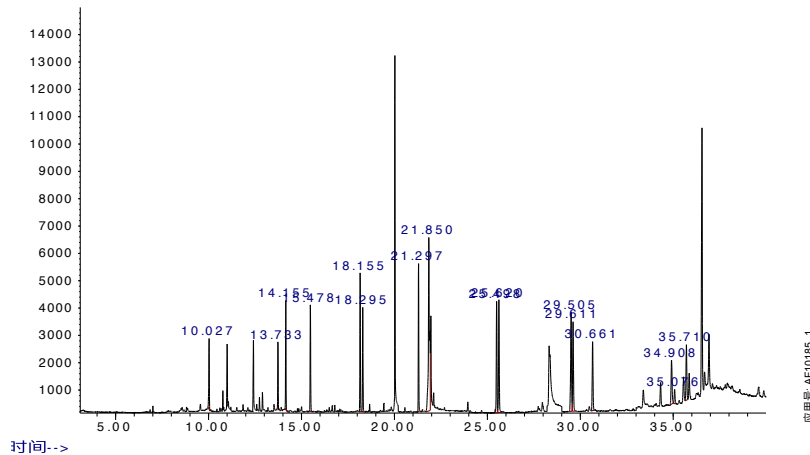


图1 食用油基质加标GC-MS图(添加水平0.1 mg/kg)

应用编号：AF10095

薯片和油条中丙烯酰胺的测定

本实验为实验室方法，采用SPE-LC-MS/MS方法，内标法定量。结果表明，当加标量为2.0 mg/kg时，回收率在100%~110%之间，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert ACA
P/N: ACA2006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA951502-0

前处理方法

称样

- 称取粉碎后的样品1 g于50 mL离心管中，加入200 μ L D3-丙烯酰胺内标(1 mg/L)

提取

- 加入10 mL水，超声振荡30 min后，于8000 rpm离心5 min，将上清液转移到15 mL离心管中，加入5 mL正己烷，漩涡萃取1 min，以6000 rpm的速度离心5 min，除去上层有机相，再用5 mL正己烷重复萃取一次，之后迅速取5 mL水相作为上样液

净化

- Cleanert ACA 固相萃取柱 (P/N:ACA2006) 使用前依次用5 mL甲醇、5 mL水活化，将上样液上固相萃取柱，并用5 mL水洗涤，真空抽干小柱，用5 mL甲醇洗脱，收集全部洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C下氮吹浓缩至近干，用水定容至1 mL，过0.22 μ m 滤膜，作为待检测液

色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18
规格：5 μ m，100 \AA ，2.1 \times 150 mm
货号：VA951502-0
流动相：0.1%甲酸水溶液
流速：0.2 mL/min
柱温：26 $^{\circ}$ C
进样量：2 μ L

实验结果

表1 基质加标实验结果(添加水平2 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	薯片		油条	
			平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
1	丙烯酰胺	Acrylamide	100.4	1.4	102.7	2.0

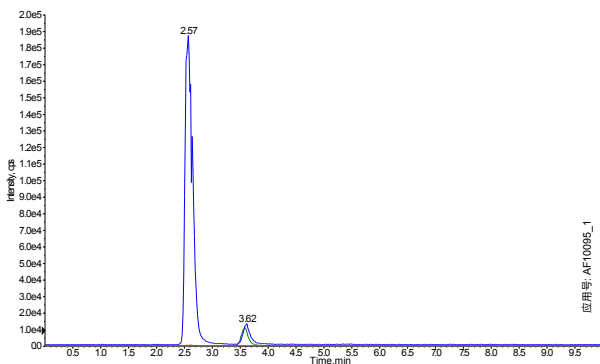


图1 薯片基质加标LC-MS/MS图(添加水平2 mg/kg)

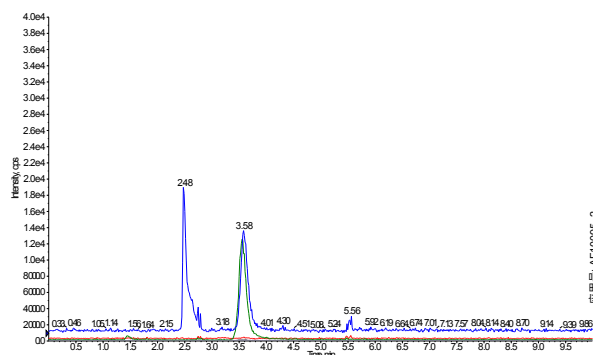


图2 油条基质加标LC-MS/MS图(添加水平2 mg/kg)

应用编号：AF10098

香油中苯并芘的测定

本实验为实验室方法，采用SPE-LC方法，外标法定量。结果表明，当加标量为0.1 mg/kg时，回收率为90.2%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert BAP-3

P/N: Bap5006

产品名称：Cleanert Silica

P/N: SI5006

液相色谱产品

产品名称：Venusil ASB C18

P/N: VS952505-0

前处理方法

称样

- 称取香油0.5 g，置于12 mL样品瓶中

提取

- 加入3 mL正己烷，涡旋振荡溶解，作为待净化液

净化

- 取Cleanert BAP-3萃取柱 (P/N:Bap5006) 需在柱上串联一只Cleanert Silica (P/N:SI5006) 柱，依次用5 mL二氯甲烷，5 mL正己烷活化小柱；将上述待净化液上样到小柱上，然后用2 mL正己烷润洗样品瓶，将润洗液也上样到柱上
- 用5 mL正己烷淋洗串联柱，待溶液完全滴至Cleanert BAP-3上，将Silica 硅胶柱弃去，再用5 mL正己烷淋洗Cleanert BAP-3柱，弃去淋洗液；最后用5 mL二氯甲烷洗脱，收集洗脱液

过滤

- 洗脱液于40°C氮气吹干，用1 mL乙腈溶解定容，超声10 s，过0.22 μm PTFE滤膜，作为待检测液

| 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18
 规格: 5 μ m, 150 \AA , 4.6 \times 250 mm
 货号: VS952505-0
 流动相: 水-乙腈 = 12 : 88
 流速: 1.0 mL/min
 柱温: 30 $^{\circ}$ C
 进样量: 20 μ L
 检测波长: 发射波长: 406 nm; 激发波长: 384 nm

| 实验结果

表1 香油加标实验结果(添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	CV/%	RT/min
1	苯并芘	Benzopyrene	90.2	2.2	8.410

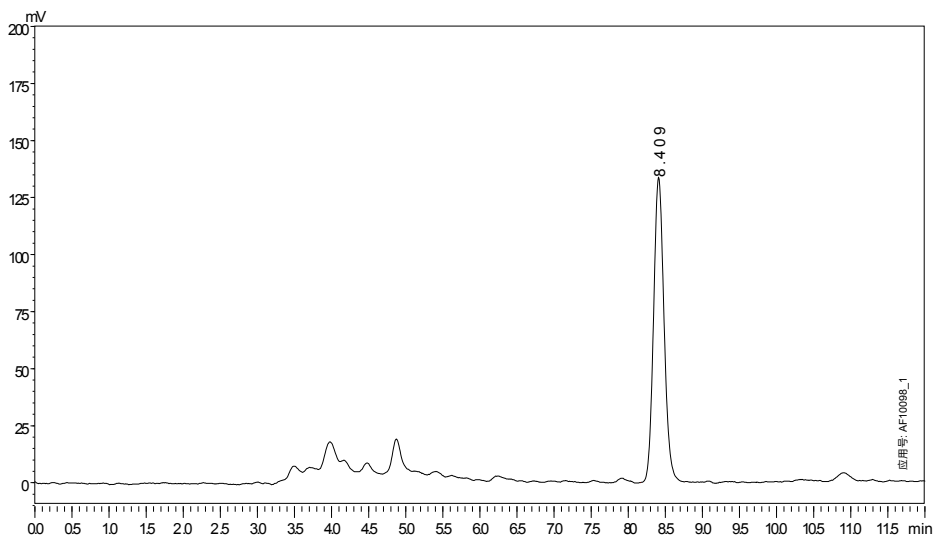


图1 香油基质加标LC图(添加水平0.1 mg/kg)

应用编号：AF10174

(GB 5009.185-2016) 苹果汁中展青霉素的分析方法

本实验以GB 5009.185-2016为依据，采用SPE-LC-MS/MS和SPE-LC方法，外标法定量。结果表明，当展青霉素加标量分别为0.005 mg/kg和0.05 mg/kg时，回收率在90%~115%之间，能够满足检测要求。

前处理方法

称样

- 称取2 g超声后的苹果汁样品，待净化。

净化

- 先用6 mL甲醇和6 mL水将PAX小柱(P/N:AX1506)进行活化，然后将待净化液全部倒入到固相萃取柱中，上样完毕后，依次加入3 mL乙酸铵水溶液和3 mL水进行淋洗，抽干小柱，加入4 mL甲醇进行洗脱，收集洗脱液

过滤

- 待洗脱完毕后，向收集的洗脱液中加入20 μ L的乙酸，于40°C下氮吹至近干，用乙酸溶液定容至1 mL，混匀后，过0.22 μ m Nylon针式过滤器，待检测

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX1506

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA952505-0
P/N: VA930503-0

色谱条件

液相条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 5 μ m, 100 Å, 4.6 \times 250 mm
 货号: VA952505-0
 流动相: 流动相A: 水
 流动相B: 乙腈
 柱温: 40 $^{\circ}$ C
 进样量: 100 μ L

洗脱梯度:

时间/min	流速/mL/min	流动相B(%)
0	1.2	5
20	1.2	5
20.1	1.2	100
25	1.2	100
25.1	1.2	5
35	1.2	5

液质条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 3 μ m, 100 Å, 3.0 \times 50 mm
 货号: VA930503-0
 流动相: 流动相A: 水
 流动相B: 乙腈
 柱温: 40 $^{\circ}$ C
 进样量: 5 μ L

洗脱梯度:

时间/min	流速/mL/min	流动相B(%)
0	0.3	5
2	0.3	5
5	0.3	100
7	0.3	100
7.1	0.3	5
12	0.3	5

实验结果

表1 苹果汁基质加标回收率实验结果

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	添加水平/mg/kg	平均回收率/%	CV/%
1	展青霉素	Patulin	0.005	111.5	5.8
			0.05	94.3	3.9

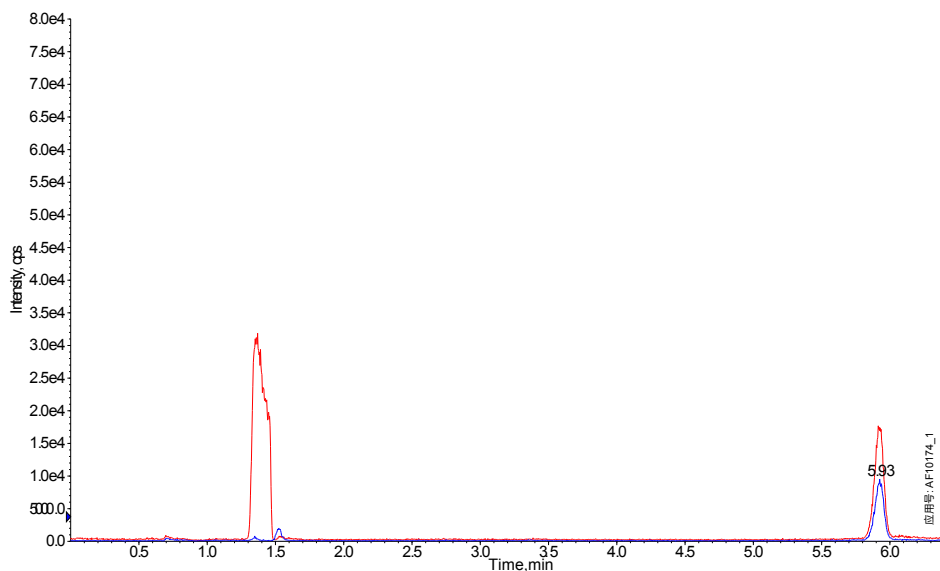


图1 苹果汁基质加标LC-MS/MS图(添加水平0.005 mg/kg)

应用编号：AF10191

咖啡中丙烯酰胺的分析方法

本实验建立了咖啡中丙烯酰胺的前处理方法，样品经水提取，正己烷液液萃取除油后，用 Cleanert ACA 固相萃取小柱净化，Venusil MP C18 色谱柱分离，0.1% 的甲酸水溶液作为流动相洗脱，LC-MS/MS 检测，内标法进行定量，结果表明，当丙烯酰胺的加标量为 0.1 mg/kg 时，回收率在 80% 以上，可以满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert ACA
P/N:ACA2006

液相色谱产品

产品名称：Venusil MP C18
P/N: VA930503-0

前处理方法

称样

- 准确称取 1 g 粉碎后的咖啡样品置于 50 mL 离心管中

提取

- 加入 200 μ L D3-丙烯酰胺内标(1 mg/L)，再加入 10 mL 水，超声振荡 30 min 后，于 8000 r/min 离心 5 min
- 将上清液转移到 15 mL 离心管中，加入 5 mL 正己烷，涡旋振荡 1 min，6000 r/min 离心 5 min，除去上层有机相，再用 5 mL 正己烷重复萃取一次，取 5 mL 水相作为待净化液

净化

- Cleanert ACA 固相萃取柱(200 mg/6 mL)使用前依次用 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化，将待净化液上样于 Cleanert ACA 固相萃取柱，并用 5 mL 水洗涤，真空抽干小柱

过滤

- 用 5 mL 甲醇洗脱，收集全部洗脱液置于 50°C 下氮吹浓缩至近干，用水定容至 1 mL，待 LC-MS/MS 检测

色谱条件

液相条件

色谱柱: Venusil MP C18
 规格: 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm
 货号: VA930503-0
 流动相: 0.1%甲酸水溶液
 流速: 0.2 mL/min
 柱温: 26 °C
 进样量: 5 μL

质谱条件

离子源: ESI+
 电喷雾电压: 5500 V
 雾化气压力: 50 psi
 气帘气压力: 10 psi
 辅助气压力: 60 psi
 离子源温度: 550°C
 采集方式: 多反应监测(MRM)

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
丙烯酰胺	72	55	42	15
		44	42	14
D3-丙烯酰胺	75	58	41	17
		44	41	21

实验结果

表1 丙烯酰胺加标回收实验结果(n=3, 添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%		RSD/%		保留时间/min
			现磨咖啡	速溶咖啡	现磨咖啡	速溶咖啡	
1	丙烯酰胺	acrylamide	86.5	89.0	6.6	3.4	2.85

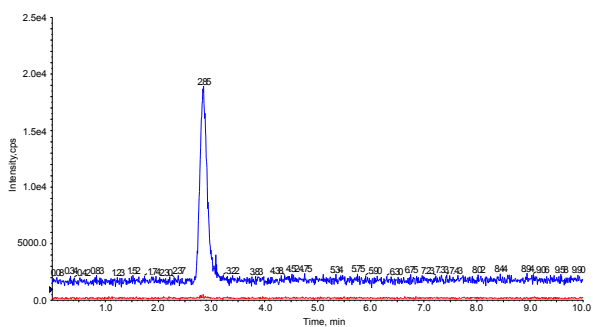


图1 0.05 μg/mL丙烯酰胺标准溶液色谱图

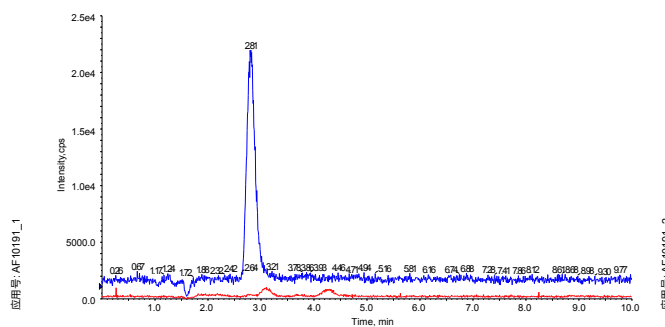


图2 0.1 mg/kg现磨咖啡基质加标色谱图

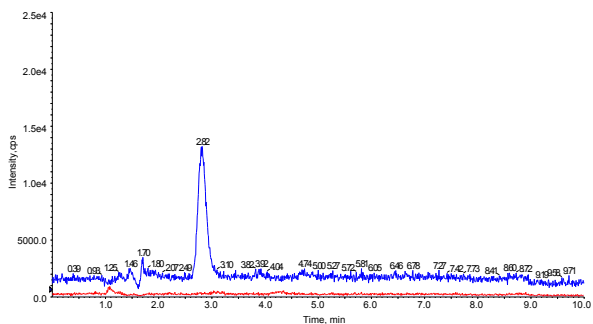


图3 0.1 mg/kg速溶咖啡基质加标色谱图

应用编号：AF10198

山楂卷中展青霉素的分析方法

本实验根据 GB 5009.185-2016 建立了山楂卷中展青霉素的前处理方法，采用 Cleanert PAX 结合高效液相色谱的检测方法，对山楂卷中的展青霉素进行了测定。样品经提取和酶解处理后，用 Cleanert PAX 进行净化，Venusil HLP C18 色谱柱进行检测，外标法定量。结果表明，当展青霉素加标量为 0.1 mg/kg 时，回收率为 105.6%，能够满足检测要求。

产品信息

前处理产品

产品名称：Cleanert PAX
P/N: AX5006

液相色谱产品

产品名称：Venusil HLP C18
P/N: VHP952505-0

前处理方法

称样

- 称取 1 g 已均质好的山楂卷样品

提取

- 加入 10 mL 水和 75 μ L 果胶酶，涡旋混匀 1 min
- 室温避光放置过夜后，加入 10 mL 乙酸乙酯，涡旋混合 2 min，6000 r/min 离心 5 min，取上层乙酸乙酯层至 100 mL 鸡心瓶中
- 剩余水相再加入 10 mL 乙酸乙酯提取一次，合并两次乙酸乙酯提取液，在 40 $^{\circ}$ C 旋蒸至干，以 5 mL 乙酸溶液溶解残留物，超声 1 min，待净化

净化

- 将 Cleanert PAX 小柱依次用 6 mL 甲醇，6 mL 水活化平衡，将待净化液全部转移至小柱上，弃去流出液，再用 6 mL 乙酸铵溶液，6 mL 水淋洗小柱，弃去流出液并抽干小柱 15 min

过滤

- 加入 8 mL 甲醇洗脱，收集流出液并在洗脱液中加入 20 μ L 乙酸，置于 40 $^{\circ}$ C 氮吹至剩余 200 ~ 300 μ L，用 5% 乙腈水溶液定容至 1 mL，涡旋 30 s 溶解残留物，过 0.22 μ m 尼龙针式过滤器过滤，待检测

色谱条件

液相条件

色谱柱: Venusil HLP C18

规格: 5 μm, 4.6 × 250 mm

货号: VHP952505-0

流动相: 流动相A: 水

流动相B: 乙腈

柱温: 40 °C

进样量: 560 μL

检测波长: 276 nm

梯度条件:

时间/min	流速/mL/min	流动相B(%)
0	1.2	5
20	1.2	5
20.1	1.2	100
25	1.2	100
25.1	1.2	5
35	1.2	5

实验结果

表1 山楂卷展青霉素加标回收实验结果(n=3, 添加水平0.1 mg/kg)

序号	化合物(中文)	化合物(英文)	平均回收率/%	RSD/%	RT/min
1	展青霉素	Patulin	105.6	5.0	5.233

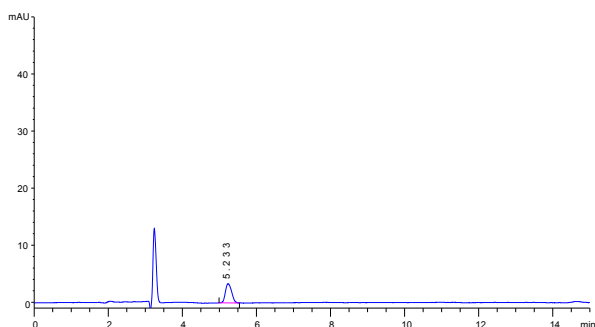


图1 0.1 μg/mL展青霉素标准溶液色谱图

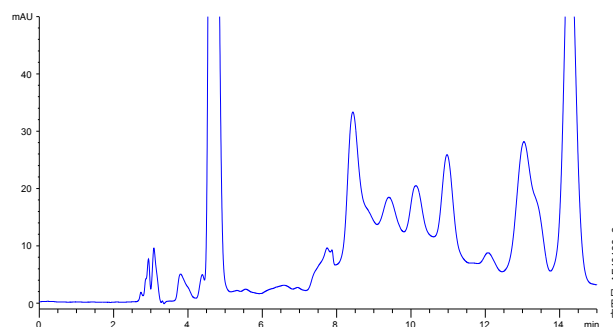


图2 山楂卷基质空白色谱图

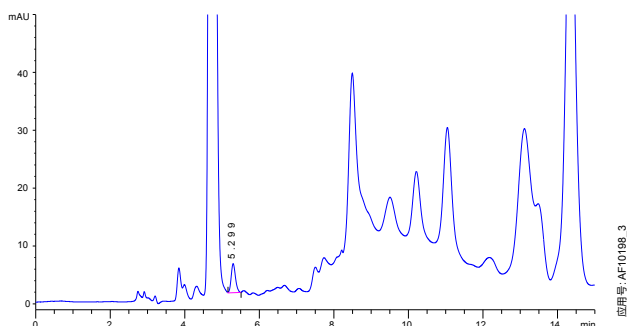


图3 0.1 mg/kg山楂卷基质加标色谱图

应用编号：CU1008

(GB 5009.33-2016) 食品中亚硝酸盐的测定 离子色谱法

关于食品中亚硝酸盐的测定法，离子色谱法以其方便准确的优点正逐渐取代传统重氮化偶合分光光度法。在样品的前处理过程中，提取水溶液中颗粒物、有机物和 Cl⁻ 等杂质的干扰。需要用 Cleanert IC-RP 柱除掉有机物，防止污染离子色谱柱；Cleanert IC-Ag 和 Na 柱串联使用除掉 Cl⁻，避免影响 NO₂⁻ 的峰形。而在此之前需要先将颗粒物通过水系的MCM 针式过滤器去除。

样品处理

试样预处理

1.1 新鲜蔬菜、水果：将试样用去离子水洗净，晾干后，取可食部分切碎混匀。将切碎的样品用四分法取适量，用食物粉碎机制成匀浆备用。如需加水应记录加水量。

1.2 肉类、蛋、水产及其制品：用四分法取适量或取全部，用食物粉碎机制成匀浆备用。

1.3 乳粉、豆奶粉、婴儿配方奶粉等固态乳制品(不包括干酪)：将试样装入能够容纳 2 倍试样体积的带盖容器中，通过反复摇晃和颠倒容器使样品充分混匀直到使试样均一化。

1.4 发酵乳、乳、炼乳及其他液体乳制品：通过搅拌或反复摇晃和颠倒容器使试样充分混匀。

1.5 干酪：取适量的样品研磨成均匀的泥浆状。为避免水分损失，研磨过程中应避免产生过多的热量。

提取

2.1 水果、蔬菜、鱼类、肉类、蛋类及其制品等：称取试样匀浆 5 g (精确至 0.01 g，可适当调整试样的取样量，

以下相同)，以 80 mL 水洗入 100 mL 容量瓶中，超声提取 30 min，每隔 5 min 振摇一次，保持固相完全分散。于 75 °C 水浴中放置 5 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤后，取部分溶液于 10 000 r/min 离心 15 min，上清液备用。

2.2 腌鱼类、腌肉类及其它腌制品：称取试样匀浆 2 g (精确至 0.01 g)，以 80 mL 水洗入 100 mL 容量瓶中，超声提取 30 min，每 5 min 振摇一次，保持固相完全分散。于 75 °C 水浴中放置 5 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤后，取部分溶液于 10 000 r/min 离心 15 min，上清液备用。

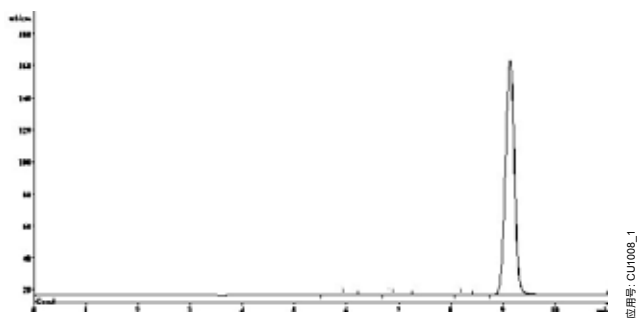
2.3 乳：称取试样 10 g (精确至 0.01 g)，置于 100 mL 容量瓶中，加水 80 mL，摇匀，超声 30 min，加入 3 % 乙酸溶液 2 mL，于 4 °C 放置 20 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤，取上清液备用。

2.4 乳粉：称取试样 2.5 g (精确至 0.01 g)，置于 100 mL 容量瓶中，加水 80 mL，摇匀，超声 30 min，加入 3 % 乙酸溶液 2 mL，于 4 °C 放置 20 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤，取上清液备用。

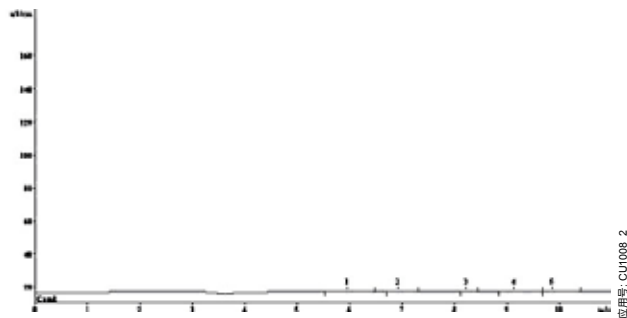
2.5 取上述备用的上清液约 15 mL，通过 0.22 μm 水性滤膜针头滤器、C18 柱，弃去前面 3 mL (如果氯离子大于 100 mg/L，则需要依次通过针头滤器、C18 柱、Ag 柱和 Na 柱，弃去前面 7 mL)，收集后面洗脱液待测。

固相萃取柱使用前需进行活化，如使用 Cleanert IC-RP 柱 (1.0 mL)、Cleanert IC-Ag 柱 (1.0 mL) 和 Cleanert IC-Na 柱 (1.0 mL)，其活化过程为：Cleanert IC-RP 柱 (1.0 mL) 使用前依次用 10 mL 甲醇、15 mL 水通过，静置活化 30 min。Cleanert IC-Ag 柱 (1.0 mL) 和 Cleanert IC-Na 柱 (1.0 mL) 用 10 mL 水通过，静置活化 30 min。

实验结果



处理前的样品



经Cleanert IC-Ag柱和IC-Na柱处理后的样品

应用编号：CU1009

(中国药典) 酸枣仁中黄曲霉毒素B1, B2, G1, G2的测定 (液相色谱荧光法)

参考 2010 版药典 附录 IX V 黄曲霉毒素测定法

样品处理

混合对照品溶液的制备

精密量取黄曲霉毒素混合标准品 (黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 标示浓度分别为 1.0 µg/mL、0.3 µg/mL、1.0 µg/mL、0.3 µg/mL) 1 mL, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 作为储备液。精密量取储备液 1 mL, 置 50 mL 量瓶中, 用 70% 甲醇溶液稀释至刻度, 即得。

样品提取及净化

取供试品粉末约 10 g, 精密称定, 加入氯化钠 2 g, 精密加入 70% 甲醇溶液 100 mL, 超声处理 20 min, 离心 5 min (离心速度8000 r/min), 精密量取上清液 10 mL, 置 50 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 25 mL, 通过免疫亲和柱, 流速每分钟 2-3 mL, 用水 5 mL 淋洗, 洗液弃去, 使空气进入柱子, 再用甲醇 1.4 mL 分 2 次洗脱, 收集洗脱液, 用水定容至 2 mL, 即得。

分别精密吸取上述混合对照品溶液 20 µL、供试品溶液 20 µL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 从标准曲线上读出供试品中相当于黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的量, 计算, 即得。

色谱条件

仪器: LC-10F 高效液相色谱仪, 荧光检测器, 光化学柱后衍生装置 (德国LC Tech)

色谱柱: Venusil MP C18, 5 µm, 100 Å, 4.6 × 150 mm (P/N: VA951505-0)

进样量: 20 µL; 柱温: 40°C; 流速: 1.1 mL/min

梯度洗脱程序: 见表1 (B: 乙腈; C: 甲醇; D: 水)

表1 梯度洗脱程序

	Time	Flow	A%	B%	C%	D%
1	0.01	1.10	0.0	10.0	25.0	65.0
2	17.00	1.10	0.0	10.0	45.0	45.0
3	17.50	1.10	0.0	10.0	25.0	65.0

实验结果

柱回收实验:

取酸枣仁提取液 5 mL, 加 2 ng/mL 混标 5 mL, 用水稀释至 50 mL, 同法以 IAC 柱净化, 测定, 计算回收率, 见表2。

表2 柱回收率实验(2 ng/mL)

	G2	G1	B2	B1	
标液	43312	70186	71599	102448	
峰面积	1	50909	81338	84045	123450
	2	50909	81338	84045	123450
	3	52124	84091	86785	125209
	4	52832	83899	86318	121965
	5	49030	77503	81502	115793
回收率 (%)	1	94.03	92.71	93.91	96.40
	2	94.03	92.71	93.91	96.40
	3	96.28	95.85	96.97	97.77
	4	97.58	95.63	96.45	95.24
	5	90.56	88.34	91.06	90.42
	平均	94.50	93.05	94.46	95.25
	RSD	2.83	3.26	2.50	2.99

进样精密度实验, 见表3

表3 精密度实验(n=6)

n	G2	G1	B2	B1
1	40388	64089	73374	104343
2	40275	64031	73154	104405
3	41324	64982	73406	104862
4	40265	64785	73938	104432
5	40993	65243	74473	105622
6	40726	64987	74403	106207
平均	40661.83	64686.17	73791.33	104978.5
RSD	1.06%	0.78%	0.76%	0.73%

实验图谱

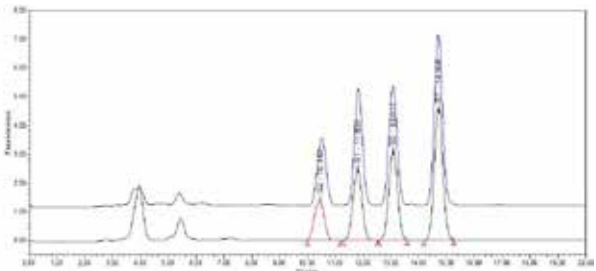


图1 供试品(酸枣仁)加标, 对照品叠加色谱图

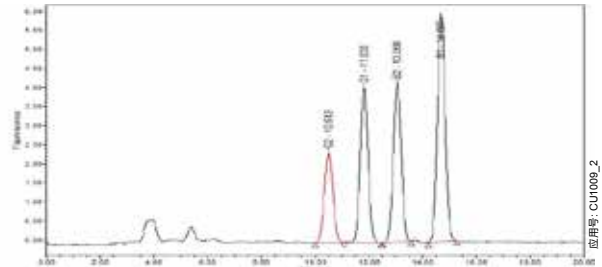


图2 混合对照品色谱图

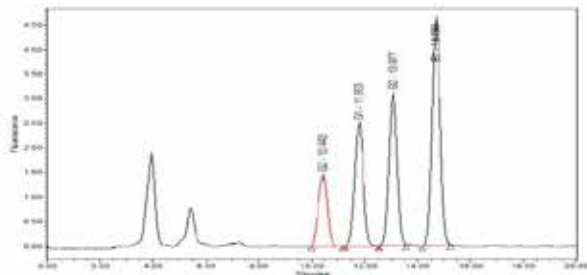


图3 供试品(酸枣仁)加标色谱图

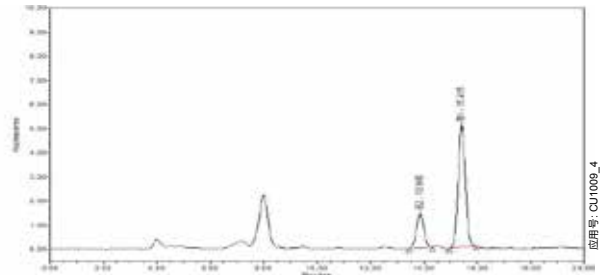


图4 酸枣仁样品色谱图

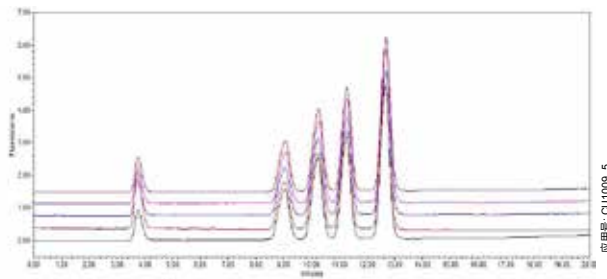


图5 精密度实验

应用编号: CU1010

(GB 5009.96-2016) 离子交换固相萃取 - HPLC 检测粮食赭曲霉毒素A(OA) 研究

样品处理

提取用试剂

提取液:

含 20% 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液 60% 甲醇水溶液;

淋洗液:

含 30% 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液 50% 乙腈水溶液;

洗脱液:

甲醇:乙腈:甲酸:蒸馏水=4:5:0.5:0.5

提取

a) 玉米: 将样品粉碎, 称取玉米粉 10 g, 加入 50 mL 氯仿, 震荡 3 ~ 5 min, 用滤纸过滤, 取滤液 10 mL 进入一个 100 mL 平底烧瓶中, 于 60°C 水浴中旋转蒸发至近干, 用 20 mL 石油醚溶解残渣, 加入 10 mL 提取液, 震荡 3 ~ 5 min, 分层后, 用滤纸过滤, 取下层提取液 5 mL 进行固相萃取。

b) 糙米、小麦、小麦粉和大豆: 将样品粉碎, 称取粉碎样品 10 g, 加入 50 mL 提取液, 震荡 3 ~ 5 min, 用滤纸过滤, 取滤液 10 mL 进入一个 100 mL 平底烧瓶中, 加入 20 mL 石油醚, 震荡 3 ~ 5 min, 分层后, 用滤纸过滤, 取下层提取液 5 mL 至 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪上样管中进行固相萃取操作。

固相萃取净化

Cleanert PAX 固相萃取柱置于 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪中, 上样管至于对应位置, 设定操作程序如下: 5 mL 甲醇, 3 mL 提取液活化, 加样 5 mL, 10 mL 淋洗液淋洗, 吹干, 最后用 5 mL 洗脱液洗脱 OA, 收集 (以上操作流速均为 1 mL/min)。收集液于 60°C 水浴中旋转蒸发至干, 用 1 mL 流动相溶解残留物, 经滤器过滤后上液相色谱检测。

色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18, 4.6 mm × 250 mm, 5 μm

保护柱: Venusil ASB C18, 4.6 mm × 10 mm, 5 μm

流动相: 乙腈:水:乙酸=48:51:1;

检测器波长: 激发光 333 nm, 发射光 460 nm;

进样量: 25 μL; 流速: 1 mL/min; 柱温: 30°C

结果

以小麦粉、小麦、玉米、糙米和大豆为研究对象, 分别作三个不同浓度 OA 添加水平, 这三个浓度分别为 0.8 μg/kg、4 μg/kg、10 μg/kg, 每个浓度水平作 6 次平行性检测。检测回收率和精密度数据见表 1、表 2 和表 3; 典型色谱图见图 3。

表1 添加OA浓度为0.8 μg/kg时各种粮食回收率和精密度

粮食	各个平行试验回收率(%)						平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3	4	5	6		
小麦粉	101.8	107.0	101.4	89.1	107.6	93.4	104.1	4.93
小麦	98.2	94.6	90.2	102.5	89.9	93.4	94.8	5.13
玉米	1130.3	112.2	100.5	98.5	101.9	105.7	104.8	5.13
糙米	86.7	89.0	90.9	85.7	90.0	86.7	88.2	2.36
大豆	101.2	100.9	92.9	92.2	99.4	98.4	97.5	4.07

表2 添加OA浓度为4 μg/kg时各种粮食回收率和精密度

粮食	各个平行试验回收率(%)						平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3	4	5	6		
小麦粉	96.8	92.8	83.7	85.5	89.8	92.6	90.2	5.34
小麦	101.0	99.3	98.8	106.2	100.2	98.6	100.7	2.78
玉米	91.5	92.7	90.8	86.8	87.7	91.3	90.1	2.60
糙米	90.3	85.7	94.1	96.3	96.1	95.8	93.0	4.56
大豆	89.5	93.8	93.7	89.4	89.1	88.9	90.7	2.61

表3 添加OA浓度为10μg/kg时各种粮食回收率和精密度

粮食	各个平行试验回收率(%)						平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3	4	5	6		
小麦粉	98.0	95.8	92.2	78.2	95.6	89.8	91.6	7.85
小麦	85.9	91.7	90.1	86.0	90.5	88.9	88.8	2.71
玉米	91.5	93.3	83.3	82.1	88.1	90.6	88.1	5.22
糙米	96.2	87.9	92.6	91.1	95.4	94.7	93.0	3.35
大豆	99.0	95.3	102.8	97.2	98.4	91.0	97.3	4.05

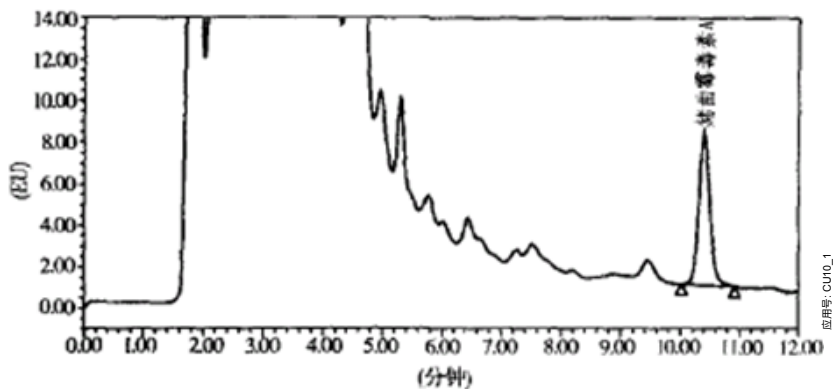


图1 小麦中OA检测典型色谱图

化合物中文名称 - 索引

A

2-氨基-1-甲基-6-苯基-咪唑并[4,5-b]吡啶	226, 228
2-氨基-3,4,8-三甲咪唑并[4,5-f]喹啉	226, 228
2-氨基-3,4-二甲咪唑并[4,5-f]喹啉	226, 228
2-氨基-3,7,8-三甲咪唑并[4,5-f]喹啉	226, 228
2-氨基-3,8-二甲咪唑并[4,5-f]喹啉	226, 228
奥硝唑	125, 128
奥芬达唑	125, 128
安西奈德	124, 128
氨基甲酸乙酯	216
胺丙畏	016
胺苯磺隆	010, 013, 055
艾氏剂	020, 022, 024, 067
阿维菌素	094
阿苯哒唑亚砷	125, 128

B

6-苄氨基嘌呤	065
丙溴磷	016, 018, 024, 026, 028, 030
丙烯酰胺	218, 236
丙硫克百威	056
丙硫磷	016
丙苯磺隆	010, 013, 055
丙虫磷	016, 018, 024
倍他米松	124, 128
倍他米松戊酸酯	124, 128
倍氯米松	124, 128
倍硫磷	016, 018, 024, 026, 028, 030
吡唑硫磷	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044
吡唑醚菌酯	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
吡啶磷	016
吡啶磺隆	011, 013, 055
吡氟酰草胺	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044
吡罗昔康	124, 128
吡菌磷	018, 024, 030
吡虫啉	026, 028, 047, 049, 053, 062
巴毒磷	024

布地奈德	124, 128
百治磷	016, 018, 024, 030
百菌清	053
胞嘧啶核苷酸	198
苄嘧磺隆	010, 013, 055
苄草啞	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
苯噻草酮	032, 035, 038, 041, 044
苯噻酰草胺	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
苊	222, 224, 234
苯并[a]苊	222, 224, 232, 234
苯并[a]蒽	222, 224, 234
苯并[b]荧蒽	222, 224, 234
苯并[g,h,i]花	222, 224, 234
苯并[k]荧蒽	222, 224, 234
苯并苊	238
苯氧威	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
苯甲酰磺胺	125, 128
苯甲酸	148
苯硝咪唑	125, 128
苯硫磷	016
苯线磷	011, 013, 016, 032, 035, 038, 041, 044, 055
苯醚甲环唑	011, 014, 026, 028, 062

C

次黄嘌呤核苷酸	198
虫线磷	016, 018, 024, 030
虫螨磷1	016
虫螨磷2	016
虫螨磷3	016
虫酰肼	011, 032, 035, 038, 041, 044, 055
赤藓红	162
赤霉素	065
醋酸倍他米松	124, 128
醋酸可的松	124, 128
醋酸地塞米松	124, 128
醋酸曲安奈德	124, 128
醋酸曲安西龙双	124, 128

醋酸氟氢可的松	124, 128
醋酸氟米龙	124, 128
醋酸氢化可的松	124, 128
醋酸泼尼松	124, 128
醋酸泼尼松龙	124, 128
醋酸甲羟孕酮	124, 128
除线磷	016
除虫脲	011, 014, 026, 032, 035, 038, 041, 044, 062

D

地散磷	032
2,4-滴	062, 065
2,4-滴-丁酯	065
2,4-滴-乙酯	065
2,4-滴滴涕	058, 060
4,4-滴滴伊	058, 060
4,4-滴滴涕	058, 060
4,4-滴滴滴	058, 060
D (+)-抗坏血酸	202
丁噻隆	010, 032, 035, 038, 044, 055
丁基嘧啶磷	016
丁硫克百威	011, 056
丁苯吗啉	010, 013, 055
哒嗪硫磷	016
哒螨灵	026
啉嘧磺隆	010, 013
啉虫脒	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 055, 062
啉酰菌胺	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
地塞米松	120, 124, 128
地夫可特	124, 128
地散磷	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
地美硝唑	118
地虫硫磷	016, 018, 024
多效唑	065
多菌灵	013, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 049, 062
多西环素	126, 129

化合物中文名称 - 索引

对氧磷	018, 024, 030
对硫磷	016
敌恶磷	016
敌敌畏	016, 018, 024, 026, 028, 062
敌瘟磷	011, 014, 016, 032, 035, 038, 041, 044, 055
敌百虫	010, 013, 018, 024, 026, 028, 033, 036, 039, 042, 045
敌草隆	010, 013, 055
毒死稗	024
毒死蜱	018, 026, 028, 030, 053
毒草胺	014
狄氏剂	067
碘硫磷	016
碘醚柳胺	122
稻丰散	016
蒂巴因	193
靛蓝	162, 164

E

二苯并[a,h]蒽	234
噁唑磷	035
2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚	166, 168
2,6-二叔丁基对甲基苯酚	166, 168
二嗪磷	016, 018, 024, 026, 028, 053
二氟拉松双醋酸酯	124, 128
二甲噁吩	010, 013
二甲基黄	188
二甲戊灵	026
二甲硝咪唑	125, 128
二苯并[a,h]蒽	222, 224, 234
二苯隆	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
噁唑磷	011, 014, 032, 038, 041, 044, 055
恩诺沙星	098, 125, 128
恶唑磷	016
恶唑酸	125, 129
水胺硫磷	026
萘	222, 224, 234
萘烯	234

葱	222, 224, 234
---	---------------

F

丰索磷	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
伏杀硫磷	016, 026, 053
伐灭磷	016
呋喃唑酮代谢	104
呋喃妥因代谢物	104
呋喃它酮代谢物	104
呋喃西林代谢物	104
呋线威	011, 014
呋虫胺	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044
氟吗啉	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044
氟吡乙禾灵	032, 035, 038, 041, 044
氟吡甲禾灵	011, 014
氟吡菌胺	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
氟唑磺隆	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
氟啶脲	014, 026
氟啶虫酰胺	013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
氟噻甲草酯	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
氟尼辛	124, 128
氟氢缩松	124, 128
氟氰氟菊酯	051, 053
氟氰戊菊酯	051, 053
氟甲啶	125, 129
氟甲腈	069, 071, 073, 075
氟磺隆	010, 013, 055
氟米松	124, 128
氟米龙	124, 128
氟线威	032, 035, 038, 041, 044, 056
氟罗沙星	125, 129
氟胺氟菊酯	053
氟胺磺隆	011, 014
氟苯咪唑	125, 128
氟苯尼考	126, 129
氟苯脲	013
氟草隆	010, 013, 055

氟虫双酰胺	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
氟虫脲	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
氟虫腈	053, 069, 071, 073, 075
氟虫腈亚砷	069, 071, 073, 075
氟虫腈砷	069, 071, 073, 075
氟轻松醋酸酯	124, 128
氟铃脲	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044
氟吡脲	038
氟虫苯甲酰胺	010
砒吸磷	010, 013, 055
砒啶磺隆	010, 013
福拉比	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044
腐霉利	053
芬普尼	026
菲	222, 224, 234

G

格列吡嗪	124, 128
高效氟吡甲禾灵	055

H

环丙噁磺隆	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044
环丙沙星	098, 125, 128
环氧七氯	067
环草定	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
环酰胺菌	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
磺胺-5-甲氧嘧啶	096
磺胺-6-甲氧嘧啶	096
磺胺乙酰	096
磺胺二甲基嘧啶	096, 125, 128
磺胺二甲异噁唑	125, 128
磺胺二甲异恶唑	096
磺胺吡啶	096, 125, 128
磺胺喹恶啉	125, 128
磺胺嘧啶	096, 124, 128
磺胺噻唑	096, 124, 128
磺胺对甲氧嘧啶	125, 128
磺胺氯哒嗪	096, 125, 128

化合物中文名称 - 索引

磺胺甲噻二唑 096, 125, 128
 磺胺甲基嘧啶 096, 125, 128
 磺胺甲基异噁唑 125, 128
 磺胺甲基恶唑 096
 磺胺甲氧哒嗪 096, 125, 128
 磺胺苯吡唑 096, 125, 128
 磺胺邻二甲氧嘧啶 096, 125, 128
 磺胺醋纤 125, 128
 磺胺间二甲氧嘧啶 125, 128
 磺胺间甲氧嘧啶 096, 125, 128
 磺草唑胺 010, 013
 红霉素 125, 129

J

2-甲硝咪唑 116
 久效威亚砷 013, 033, 036, 039, 042, 045
 久效威砷 010, 013, 033, 036, 039, 042, 045, 055
 久效磷 010, 013, 055
 氟草津 038
 甲基二磺隆 010, 013, 055
 甲基内吸磷 010, 013, 016
 甲基吡啶磷 010, 013
 甲基吡恶磷 032, 035, 038, 041, 044
 甲基对氧磷 011, 055
 甲基对硫磷 018, 024, 030, 053
 甲基异柳磷 016, 026, 028, 053, 062
 甲基毒死蜱 016, 018, 024
 甲基泼尼松 120
 甲基泼尼松龙 124, 128
 甲基泼尼松龙醋酸酯 124, 128
 甲基硫菌灵 010, 055
 甲基碘磺隆 010, 013, 055
 甲基立枯磷 016
 甲基苯噻隆 010, 013
 甲拌磷 016, 018, 024, 026, 028, 053
 甲拌磷砷 016

甲氧虫酰肼 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 甲氰菊酯 053
 甲氰菊酯 026, 028, 049
 甲砒霉素 106, 126, 129
 甲硝唑 116, 118, 125, 128
 甲硫威 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 甲磺隆 013
 甲维盐 026, 062
 甲胺磷 026, 028, 053
 甲苯咪唑 125, 128
 甲苯磺丁脲 124, 128
 甲萘威 010, 013, 026, 028, 053, 055
 甲酰氨基噻磺隆 010, 013

结晶紫 108, 131
 腈苯唑 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 金刚烷胺 126, 129
 金霉素 125, 129

K

卡巴氧 088
 克林霉素 125, 129
 克百威 010, 013, 026, 028, 053, 055, 062
 可待因 193
 可待因-D3 193
 可的松 124, 128
 喹硫磷 016
 喹禾灵 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044
 喹螨醚 049
 抗蚜威 013
 枯草隆 011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055

L

硫双灭多威 033
 联苯菊酯 026
 4-氯苯氧乙酸 062, 065
 L (+)-抗坏血酸 202
 α -六六六 020, 022, 024, 053, 058, 060, 067

α -硫丹 1 067
 α -硫丹 2 067
 β -六六六 020, 022, 024, 053, 058, 060, 067
 β -硫丹 020, 022, 024
 γ -六六六 020, 022, 024, 058, 060, 067
 δ -六六六 020, 022, 024, 053, 058, 060, 067
 乐果 010, 013, 018, 024, 026, 028, 030, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 055, 062
 亮蓝 164
 利谷隆 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 双硫磷 044
 孔雀石绿 108, 131
 林丹 053
 林可霉素 100
 氯吡啶磺隆 011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 氯吡脞 010, 013, 032, 035, 041, 044, 065
 氯唑磷 016
 氯噻磺隆 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 氯氟菊酯 051
 氯甲硝咪唑 125, 128
 氯磺隆 010, 013
 氯羟吡啶 102, 126, 129
 氯草敏 013, 032, 035, 038, 041, 044
 氯菊酯 051, 053
 氯虫苯甲酰胺 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 氯酯磺草胺 010, 013
 氯霉素 110, 126, 129
 洛硝达唑 116
 洛美沙星 098, 125, 129
 硫丙磷 018, 024, 030
 硫双威 010, 013, 055
 硫双灭多威 036, 039, 042, 045
 硫环磷 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 硫线磷 016
 硫菌灵 010
 磷胺 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055

化合物中文名称 - 索引

绿谷隆	010, 013, 055
绿麦隆	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044
罗硝唑	125, 128
罗红霉素	125, 129
联苯菊酯	028, 051, 053
苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	214
螺环菌胺	010, 013
螺甲螨酯	011, 032, 035, 038, 041, 044, 056
螺虫乙酯	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
邻苯二甲酸丁基苄基酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	210, 212
邻苯二甲酸二乙酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二壬酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二己酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二异丁酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二戊酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二正丁酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二正辛酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二正己酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二甲酯	210, 212, 214
邻苯二甲酸二苯酯	210, 212, 214

M

3-MCPD衍生物	220, 230
吗啡	193
吗啡-D3	193
咪唑乙烟酸	010
咪唑喹啉酸	010
咪草酸	013
咪草酸甲酯	010, 032, 035, 038, 041, 044
咪鲜胺	010, 013, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 062

嘧啶磷	024
嘧菌环胺	010, 013
嘧菌胺	011, 013
嘧菌酯	011, 014, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 055, 062
嘧霉胺	026, 028, 062
棉铃威	011, 055
没食子酸丙酯	166, 168
没食子酸十二酯	166, 168
没食子酸辛酯	166, 168
灭多威	026, 028, 053, 062
灭幼脲	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 062
灭线磷	016, 018, 024, 030
灭菌磷	016, 018, 024
灭蚜磷	016, 018, 024, 030
猛杀威	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
美洛昔康	124, 128
醚磺隆	010, 013, 055
醚苯磺隆	010, 013, 033, 036, 039, 042, 045, 055
醚黄隆	032, 035, 038, 041, 044
马拉硫磷	016, 026, 028, 053
麦芽酚	174, 176

N

诺氟沙星	098
2-萘乙酸	062, 065
内吸磷	010, 032, 035, 038, 041, 044, 056
内吸磷1	016
内吸磷2	016
尿嘧啶核苷酸	198
柠檬黄	162, 164
纽甜	142, 144, 146
萘	222, 224, 234
萘啶酸	125, 129
诺氟沙星	098, 125, 128
那可丁	193
鸟嘌呤核苷酸	198

O

O,P'-滴滴伊	053
o,p'-滴滴涕	067
o,p'-滴滴涕	020, 022, 024
O,P'-滴滴涕	053
O,P'-滴滴滴	053

P

p,p'-滴滴伊	067
p,p'-滴滴伊	020, 022, 024
P,P'-滴滴伊	053
p,p'-滴滴涕	067
p,p'-滴滴涕	020, 022, 024
P,P'-滴滴涕	053
p,p'-滴滴滴	020, 022, 024
p,p-滴滴滴	067
P,P'-滴滴滴	053
呱草磷	016
培氟沙星	098, 125, 128
泼尼松	120, 124, 128
泼尼松龙	120, 124, 128
皮蝇磷	016

Q

3-羟基克百威	026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 062
七氯	020, 022, 024
去甲二氢愈创木酸	166, 168
屈	222, 224, 234
曲安奈德	124, 128
曲安西龙	124, 128
氢化可的松	120, 124, 128
氢化可的松丁酸酯	124, 128
氢化可的松戊酸酯	124, 128
氰戊菊酯	051, 053
氰草津	010, 013, 032, 035, 041, 044, 055
羟基二甲硝咪唑	116
羟基甲硝唑	125, 128

化合物中文名称 - 索引

羟甲基咪唑	116	噻吩草胺	011, 014, 055	替硝唑	125, 128
腺嘌呤核苷酸	198	噻唑硫磷	016	替米考星	125, 129
齐帕特罗	114	噻苯哒唑	125, 128	替诺昔康	124, 128
R					
日落黄	162, 164	噻苯隆	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 065	泰乐菌素	112
瑞格列奈	124, 128	噻草酮	011, 055	涕灭威	010, 013, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 062
S					
三唑酮	026	噻菌灵	032, 035, 039, 041, 044	涕灭威亚砷	010, 013, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 055
三氯蔗糖	140	噻虫啉	010, 013	涕灭威砷	026, 028, 053, 062
双苯恶唑酸	035	噻虫嗪	026, 028, 049, 062	涕灭砷威	010, 032, 035, 038, 041, 044
噻虫胺	010	噻虫胺	013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	特丁硫磷	016
四唑嘧磺隆	032	噻螨酮	049	特丁硫磷砷	016
杀虫脒	010	四唑嘧磺隆	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	甜菜宁	010, 013
莎稗磷	016	四环素	125, 129	甜菜安	010, 013
3-羟基克百威	013	四螨嗪	011, 032, 035, 038, 041, 044	甜蜜素	170, 172
三唑磷	018, 024, 026, 028, 030, 053, 062	山梨酸	148	脱叶磷	016
三唑酮	028, 053, 062	杀扑磷	016	脱氢乙酸	156, 158, 160
三氟氯菊酯	053	杀线威	010, 013, 055	酮基布洛芬	124, 128
三氯杀螨醇	053	杀虫畏	016	W	
三甲苯草酮	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056	杀虫脒	013	五氯硝基苯	053
三硫磷	016	杀螟硫磷	016, 018, 024, 049	戊菌隆	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
三聚氰胺	186	杀铃脲	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	维生素A	204
双氟沙星	125, 129	水胺硫磷	016, 028, 053, 062	维生素D2	204
双氯磺草胺	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044	沙拉沙星	125, 129	维生素D3	204
双氯磺草胺	010, 013, 055	舒林酸	124, 128	维生素E	204
双氯芬酸	124, 128	苏丹红 I	190, 192	维生素K1	200, 206
双氰胺	184	苏丹红 II	190, 192	芴	222, 224, 234
双水杨酸酯	124, 128	苏丹红 III	190, 192	萎锈灵	010, 055
双炔酰菌胺	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	苏丹红 IV	190, 192	X	
双硫磷	011, 014, 032, 035, 038, 041, 056	莎稗磷	018, 024, 030	溴氰菊酯	051, 053
双苯恶唑酸	011, 014, 032, 035, 038, 041, 056	速灭威	010, 013	溴硫磷	016, 018, 024, 030
双酰胺	011, 014, 032, 038, 041, 044, 055	速灭磷	016	溴苯磷	024
双酰草胺	010, 013	酸性红	164	烯啶虫胺	055
叔丁基对羟基茴香醚	166, 168	霜脲氰	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	烯禾啶	011
叔丁基对苯二酚	166, 168	T			
司帕沙星	125, 129	替米考星	090	烯禾定	032, 035, 038, 041, 044, 056
噻吩磺隆	010, 013, 055	头孢噻吩	092, 125, 129	烯草酮	011, 056
		托麦汀	124, 128	烯酰吗啉	026, 028, 062

化合物中文名称 - 索引

缬霉威
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 苋菜红
 162, 164
 辛硫磷
 010, 013, 026, 028, 055
 酰嘧磺隆
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 香兰素
 182

Y

氧环唑
 038
 茚并[1,2,3-cd]芘
 234
 茋葱
 234
 丁噻隆
 041
 乙嘧硫磷
 016
 乙嘧酚磺酸酯
 010, 013, 055
 乙基多杀菌素
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 乙基溴硫磷
 016, 024, 030
 乙基麦芽酚
 174
 乙拌磷
 016, 018, 024, 030, 055
 乙拌磷亚砷
 016
 乙拌磷砷
 016, 018, 024, 030
 乙烯菌核利
 053
 乙硫磷
 016, 018, 024, 030
 乙硫苯威
 010, 055
 乙虫腈
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 乙酰甲胺磷
 016, 026, 028, 030, 053
 乙霉威
 010, 013, 055
 乙黄隆
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 亚胺唑
 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
 亚胺硫磷
 016, 018, 024, 026, 028, 030, 053
 吡啶丁酸
 065
 吡啶乙酸
 065
 吡啶美辛
 124, 128
 吡啶酮草酯
 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044
 异丙甲草胺
 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 异丙硝唑
 125, 128
 异丙草胺
 011, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 异丙隆
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 异吸硫磷
 024

异噁隆
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 异柳磷
 016
 异狄氏剂
 022, 024
 异稻温净
 024
 异稻瘟净
 016
 异菌脲
 053
 抑草磷
 018, 024, 030
 抑霉唑
 032, 035, 038, 041, 044
 氧乐果
 026, 028, 030, 032, 035, 038, 041, 044
 氧乙嘧硫磷
 016
 氧化乐果
 053
 氧化萎锈灵
 010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 氧异柳磷
 016
 氧氟沙星
 098, 125, 128
 氧环唑
 010, 013, 032, 035, 041, 044, 055
 烟嘧磺隆
 010, 013, 055
 盐酸土霉素
 125, 129
 罂粟碱
 193
 胭脂红
 162, 164
 茚并[1,2,3-cd]芘
 222, 224, 234
 茚虫威
 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
 茚酮苯丙酸
 124, 128
 茋葱
 222, 224, 234
 蚜灭磷
 013, 033, 036, 039, 042, 045
 蝇毒磷
 011, 014, 016, 032, 035, 038, 041, 044, 055
 诱惑红
 162, 164
 隐色孔雀石绿
 108, 131
 隐色结晶紫
 108, 131
 鱼藤酮
 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055

Z

唑草胺/苯酮唑
 032
 展青霉素
 240, 242
 仲丁灵
 011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
 唑吡嘧磺隆
 010, 013, 055
 唑嘧磺草胺
 010, 013

唑嘧菌胺
 011, 014
 唑草胺
 011
 唑草胺/苯酮唑
 035, 038, 041, 044, 055
 唑螨酯
 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
 展青霉素
 240, 242
 治螟磷
 016

化合物英文名称 - 索引

A		B		C	
Abamectin	094	Azoxystrobin	011, 014, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 055, 062	Butylated hydroxytoluene	166, 168
Acenaphthene	222, 224	BBP	210, 212, 214	Butylhydroxyanisole	166, 168
Acephate	016, 026, 028, 030, 053	Beclomethasone	124, 128	Cadusafos	016
Acetamidrid	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 055, 062	Benfuracarb	056	Cafenstrole	011, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Acrylamide	218	Benomyl	062	Carbadox	088
Acylamide	236	Bensulfuron-methyl	010, 013	Carbaryl	010, 013, 026, 028, 053, 055
Afugan	016	Bensulide	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Carbendazim	013, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044
AHD	104	Benzenesulfonamide	096	Carbetamide	010, 013
Alanycarb	011, 055	Benzimidazole	125, 128	Carbfuran	053
Albendazole	049	Benzo (1,2,3-c, d) pyrene	222, 224	Carbofuran	010, 013, 026, 028, 055, 062
Albendazole sulfoxide	125, 128	Benzo (a) anthracene	222, 224	Carbofuran-3-hydroxy	013, 032, 035, 038, 041, 044
Aldicarb	010, 013, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 062	Benzo (a) pyrene	222, 224, 232	Carbophenothion	016
Aldicarb sulfone	053, 062	Benzo (b) fluoranthene	222, 224	Carbosulfan	011, 056
Aldicarb-sulfone	010, 032, 035, 038, 041, 044	Benzo (g, h, l) Perylene	222, 224	Carboxin	010, 055
Aldicarb Sulfone	026, 028	Benzoic Acid	148	Carmosine	164
Aldicarb sulfoxide	026, 028, 053	Benzo (k) fluoranthene	222, 224	Ceftif	125, 129
Aldicarb-sulfoxide	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Benzopyrene	238	Ceftiofur	092
Aldrin	020, 022, 024, 067	Benzoyl Sulfanilamide	125, 128	Chloramphenicol	110, 126, 129
Allura red	162, 164	Betamethasone	124, 128	Chlorantraniliprole	010, 032, 035, 038, 041, 044, 055
aloxypop-R-methyl	011	Betamethasone acetate	124, 128	Chlorbenzuron	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 062
Amantadine	126, 129	Betamethasone valerate	124, 128	Chlordimeform	010, 013
Amaranthusred	162, 164	Bifenthrin	026, 028, 051, 053	Chlorflazuron	014, 026
Amcinonide	124, 128	BMPP	210, 212, 214	Chloridazon	013, 032, 035, 038, 041, 044
Ametoctradin	011, 014	Boscalid	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Chlorimuron-ethyl	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Amidosulfuron	010, 032, 035, 038, 041, 044	Bromophos	016, 018, 024, 030	Chloro hydroxypyridine	126, 129
AMOZ	104	Bromophos-ethy	024	Chlorothalonil	053
AMP	198	bromophos ethyl	030	Chloroxuron	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Anilofos	016, 018, 024, 030	Bromophos-ethyl	016	Chlorpyrifos	018, 024, 026, 028, 030, 053
Anthracene	222, 224	Budesonide	124, 128	Chlorpyrifos-methyl	016, 018, 024
AOZ	104	Bupirimate	010	Chlorsulfuron	010
Aureomycin	125, 129	Butamifos	018, 024, 030	Chlorthiophos	016
Azaconazole	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044	Butralin	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056	Chlortoluron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044
Azamethiphos	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044	Butyl 2,4-dichlorophenoxyacetate	065	Chrysene	222, 224
Azimsulfuron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055			Cinidon-ethyl	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044

化合物英文名称 - 索引

Cinosulfuron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Demeton2	032, 035, 038, 041, 044	Disulfoton sulfone	016, 018, 030
Ciprofloxacin	098, 125, 128	Demetone-methyl	016	Disulfoton-sulfone	024
Clethodim	011, 056	Demeton-S-meth	024	Disulfoton sulfoxide	016
Clindamycin	125, 129	Demeton-S-methyl	010, 013	Ditalimfos	016, 018, 024
Clofentezine	011, 032, 035, 041, 044	Demeton-S-methyl sulfoxide	010, 013, 055	Diuron	010, 013
Clopidol	102	DEP	210, 212, 214	Diuron1	055
Cloransulam-methyl	010, 013	Desmedipham	010	DMEP	210, 212, 214
Clothianidin	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Dexamethasone	120, 124, 128	DMP	210, 212, 214
CMP	198	Dexamethasone acetate	124, 128	DNOP	210, 212, 214
Cortisone	124, 128	DHXP	210, 212, 214	DNP	210, 212, 214
Cortisone acetate	124, 128	Diazinon	016, 018, 024, 026, 028, 053	Dodecyl gallate	166, 168
Coumaphos	011, 014, 016, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Dibenz (a, h) anthracene	222, 224	Doxycycline	126, 129
Crotoxyphos	024	DIBP	210, 212, 214	DPHP	210, 212, 214
Crystal violet	108	Dichlofenthion	016	DPP	210, 212, 214
Cumyluron	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Dichlorvos	016, 018, 024, 026, 028, 062	E	
Cyanazine	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Diclofenac	124, 128	Edifenphos	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Cyclosulfamuron	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Diclosulam	010, 013, 055	Ediphenphos	016
Cycloxydim	011, 055	Dicofol	053	EDTA	150, 152, 154
Cyfluthrin	051, 053	Dicrotophos	016, 018, 024, 030	Emamectin B1a	026
Cyhalothrin	053	Dicyandiamide	184	Endrin	020, 022, 024
Cymoxanil	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Dieldrin	067	Enrofloxacin	098, 125, 128
Cypermethrin	051	Diethofencarb	010, 013, 055	EPN	016
Cyprodinil	010, 013	Difenoconazole	011, 014, 026, 028, 062	Erythromycin	125, 129
D		Diflorasone diacetate	124, 128	Erythrosine	162
D (+)-Ascorbic acid	202	Difloxacin	125, 129	Ethametsulfuron-methyl	010, 013, 055
DBEP	210, 212, 214	Diflubenzuron	011, 014, 026, 032, 035, 038, 041, 044, 062	Ethiofencarb	010, 055
DBP	210, 212, 214	Diflufenican	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044	Ethion	016, 018, 024, 030
DCHP	210, 212, 214	Dimethirimol	010, 013	Ethiprole	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
DEEP	210, 212, 214	Dimethoate	010, 013, 018, 024, 026, 028, 030, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 055	Ethoprophos	016, 018, 024, 030
Deflazacort	124, 128	Dimethomorph	026, 028, 062	Ethyl carbonate	216
DEHP	210, 212, 214	Dimethyl yellow	188	Ethyl maltol	174
Dehydroacetic	156, 158, 160	Dimetridazol	116	Etrimfos-oxon	016
Deltamethrin	051	Dimetridazole	116, 118, 125, 128	Etrimphos	016
Deltamethyrin	053	Dinotefuran	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044	F	
Demeton	010, 016	Dioxathion	016	Famphur	016
Demeton1	056	Disulfoton	016, 018, 024, 030, 055	Fenamiphos	011, 013, 016, 032, 035, 038, 041, 044, 055

化合物英文名称 - 索引

Fenazaquin	049	Fluopicolide	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Imazaquin	010	
Fenbuconazole	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Fluoranthene	222, 224	Imazethapyr	010	
Fenchlorphos	016	Fluorbenzimidazole	125, 128	Imazosulfuron	010, 013, 055	
Fenhexamid	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Fluorene	222, 224	Imibenconazole	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056	
Fenitrothion	016, 018, 024, 049	Fluorine acetate	124, 128	Imidacloprid	026, 028, 047, 049, 053, 062	
Fenoxycarb	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Fluorometholone	124, 128	IMP	198	
Fenpropathrin	026, 028, 049, 053	Fluorometholone acetate	124, 128	Indigotine	162, 164	
Fenpropimorph	010, 013, 055	Fluoxyprednisolone	124, 128	Indometacin	124, 128	
Fenpyroximate	014, 032, 035, 038, 041, 044, 056	Flurandrenolide	124, 128	Indoprofen	124, 128	
Fensulfothion	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Fluthiacet-Methyl	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Indoxacarb	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056	
Fenthion	016, 018, 024, 026, 028, 030	Fonofos	016, 018, 024	Iodofenphos	016	
Fenvalerate	051, 053	Foramsulfuron	010, 013	Iodosulfuron-methyl	010, 013, 055	
Fipronil	026, 053, 069, 071, 073, 075	Forchlorfenuron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 065	Iprobenfos	016, 024	
Fipronil-desulfinyl	069, 071, 073, 075	Fosthiazate	016	Iprodione	053	
Fipronil-sulfide	069, 071, 073, 075	Furametpyr	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044	Iprovalicarb	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	
Fipronil-sulfone	069, 071, 073, 075	Furathiocarb	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056	Isazofhos	016	
Flazasulfuron	010, 013	G			Isocarbophos	016, 053, 062
Fleroxacin	125, 129	Gibberellin	065	Isocarbophos-H2O	026, 028	
Flonicamid	013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Glipizide	124, 128	Isofenphos	016	
Florasulam	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044	GMP	198	Isofenphos-methyl	016, 026, 028, 053, 062	
Florfenicol	126, 129	H			Isopropronazole	125, 128
Flubendiamide	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Halosulfuron Methyl	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Isoproturon	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	
Flucarbazono-sodiu	038	Haloxyfop-R-methyl	014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Isouron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	
Flucarbazono-sodium	056	Heptachlor	020, 022, 024, 067	Isxadifen-Ethyl	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	
Flucarbazono-sodium	011, 014, 032, 035, 041, 044	Hexaflumuron	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044	Isoxathion	011, 014, 016, 032, 035, 038, 041, 044	
Flucortisone acetate	124, 128	Hexythiazox	049	K		
Flucythrinate	051, 053	Hydrocortisone	120, 124, 128	Ketoprofen	124, 128	
Flufenoxuron	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056	Hydrocortisone acetate	124, 128	L		
Flumequine	125, 129	Hydrocortisone butyrate	124, 128	L (+)-Ascorbic acid	202	
Flumethasone	124, 128	Hydrocortisone valerate	124, 128	Lenacil	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	
Flumetsulam	010, 013	Hydroxyl methyl imidazole	116	Leptophos	024	
Flumorph	010, 032, 035, 038, 041, 044	Hydroxyl metronidazole	125, 128	Leucocrystal Violet	108	
Flunixin	124, 128	I			Leucomalachite Green	108
Fluometuron	010, 013	Imazalil	032, 035, 038, 041, 044	Light blue	164	
Fluometuron 1	055	Imazamethabenz Methyl	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044	Lincomycin	100	

化合物英文名称 - 索引

Linuron
010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Lomefloxacin
098, 125, 129

M

Malachite Green
108
Malathion
016, 026, 028, 053
Maltol
174
Mandipropamid
011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Mecarbam
016, 018, 024, 030
Medroxyprogesteron
124, 128
Mefenacet
011, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
MelQ
226, 228
MelQx
226, 228
Melamine
186
Meloxicam
124, 128
Mepanipyrim
011, 013
Merphos
016
Mesosulfuron-methyl
010, 013, 055
Metamitron
032, 035, 038, 041, 044
Methabenzthiazuron
010, 013
Methamidophos
026, 028, 053
Methidathion
016
Methiocarb
010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Methomyl
026, 028, 053, 062
Methoxyfenozide
011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Methylamino abamectin benzoate
062
Methylprednisolone
124, 128
Methylprednisolone
120
Methylprednisolone acetate
124, 128
Metolachlor
011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Metolcarb
010, 013
Metosulam
010, 013
Metronidazole
116, 118, 125, 128
Metsulfuron-methyl
010, 013
Mevinphos
016
Monocrotophos
010, 013, 055
Monolinuron
010, 013, 055

N

Naphthalene
222, 224
Neotame
142, 144, 146
Nicosulfuron
010, 013
Nitenpyram
055
Nnidium acid
125, 129
Nordihydroguaiaretic acid
166, 168
Norfloxacin
098, 125, 128

O

Octyl gallate
166, 168
Ofloxacin
098, 125, 128
omethoate
030
Omethoate
026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 053, 062
O,P'-DDD
053
O,P'-DDE
053
o,p'-DDT
020, 022, 024
o,p' DDT
067
O,P'-DDT
053
Ornidazole
125, 128
Oxamyl
010, 013, 055
Oxfendazole
125, 128
Oxolinic acid
125, 129
Oxycarboxin
010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Oxytetracycline hydrochloride
125, 129

P

Paclbutrazol
065
Paraoxon
018, 024, 030
Paraoxon-methyl
011, 055
Parathion methyl
030
Parathion-methyl
018, 024, 053
Patulin
240
Pefloxacin
098, 125, 128
Pencycuron
011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Pendimethalin
026
Pentachloronitrobenzene
053

Permethrin
051, 053
Phenanthrene
222, 224
Phenmedipham
010, 013
Phenthoate
016
PhIP
226, 228
Phorate
016, 018, 024, 026, 028, 053
Phorat su
016
Phosalone
016, 026, 053
Phosemet
030
Phosfolan
013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Phosmet
016, 018, 024, 026, 028, 053
Phosphamidon
010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Phoxim
010, 013, 026, 028, 055
Piperophos
016
Pirimicarb
013
Pirimiphos
024
Piroxicam
124, 128
Ponceau 4R
162, 164
p,p'-DDD
020, 022, 024
p,p-DDD
067
P,P'-DDD
053
p,p'-DDE
020, 022, 024
p,p' DDE
067
P,P'-DDE
053
p,p'-DDT
020, 022, 024
p,p' DDT
067
P,P'-DDT
053
Parathion
016
Prednisolone
124, 128
PrednisoLone
120
Prednisolone acetate
124, 128
Prednisone
120, 124, 128
Prednisone acetate
124, 128
Prochloraz
010, 013, 026, 028, 032, 035, 038, 041, 044, 062
Procymidone
053
Profenofos
016, 018, 024, 026, 028, 030

化合物英文名称 - 索引

Promecarb	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Sorbic Acid	148	Sulfonazine pyridine	125, 128
Propaphos	016, 018, 024	Sparfloxacin	125, 129	Sulfosulfuron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Propetamphos	016	Spinetoram	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Sulfotepp	016
Propisochlor	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Spiromesifen	011, 032, 035, 038, 041, 044, 056	Sulindac	124, 128
Propoxycarbazone	010, 013, 055	Spirotetramat	011, 013, 032, 035, 038, 041, 044	Sulprofos	018, 024, 030
Propyl gallate	166, 168	Spiroxamine	010, 013	Sunset yellow	162, 164
Prosulfuron	010, 013, 055	Stmicco	125, 129	T	
Prothiophos	016	Sucralose	140	Tartrazine	162, 164
Pyraclofos	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044	Sudan I	190, 192	Tau-fluvalinate	053
Pyraclostrobin	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Sudan II	190, 192	Tebufenozide	011, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Pyrazophos	018, 024, 030	Sudan III	190, 192	Tebupirimphos	016
Pyrazosulfuron-ethyl	011, 013, 055	Sudan IV	190, 192	Tebuthiuron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Pyrazoxyfen	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Sulfachlorpyridazine	096	Temephos	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
Pyrene	222, 224	Sulfadiazine	096, 124, 128	Terbufos	016
Pyridaben	026	Sulfadimoxine	125, 128	Terbufos-Sulfone	016
Pyridaphenthione	016	Sulfadlmethdme	125, 128	Tert-butylhydroquinone	166, 168
Pyrimethanil	026, 028, 062	Sulfadoxine	096	Tetrachlorvinphos	016
Q		Sulfamerazine	096	Tetracycline	125, 129
Quinalphos	016	Sulfameter	096	Thenylchlor	011, 055
Quizalofop-ethyl	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044	Sulfamethazine	096, 125, 128	Thiabendazole	032, 035, 039, 041, 044
R		Sulfamethazol	125, 128	Thiacloprid	010, 013
Rafoxanidum	122	Sulfamethizole	096	Thiamethoxam	026, 028, 049, 062
Repaglinide	124, 128	Sulfamethoxazine	125, 128	Thiamphenicol	106
Rimsulfuron	010, 013	Sulfamethoxazole	096, 125, 128	Thiazolidazole	125, 128
Ronidazole	125, 128	Sulfamethoxazoline	125, 128	Thidiazuron	010, 013, 032, 035, 038, 041, 044, 065
Ronidazolol	116	Sulfamethoxydiazine	125, 128	Thifensulfuron- methyl	055
Rotenone	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055	Sulfamethoxyipyridazine	096	Thifensulfuron-methyl	010, 013
Roxithromycin id	125, 129	Sulfamethythiadiazole	125, 128	Thiodicarb	010, 013, 033, 036, 039, 042, 045, 055
S		Sulfamonomethoxine	096, 125, 128	Thiofanox-sulfone	010, 013, 033, 036, 039, 042, 045, 055
Salicylate	124, 128	Sulfanilacetamide	096	Thiofanox-sulfoxide	013, 033, 036, 039, 042, 045
Sarafloxacin	125, 129	Sulfapyridine	096	Thionazin	016, 018, 024, 030
SEM	104	Sulfathiazol	124, 128	Thiophanate	010, 055
Sethoxydim	011, 032, 035, 038, 041, 044, 056	Sulfathiazole	096	Thiophanate-methyl	010, 055
Sodium cyclamate	170, 172	Sulfisoxazole	096, 125, 128	Three Triazophos	030
Sorbic acid	148	Sulfonamide fiber	125, 128	Ticoxicam	124, 128
		Sulfonamycin	126, 129		

化合物英文名称 - 索引

Tilmicosin	090
Tinidazole	125, 128
Tolclofos-methyl	016
Tolubutyback	124, 128
Toluimidazole	125, 128
Traidimefon	053
Tralkoxydim	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 056
Triadimefon	026, 028, 062
Triamcinolone acetonide	124, 128
Triamcinolone acetonide acetate	124, 128
Triamcinolone double	124, 128
Triasulfuron	010, 013, 033, 036, 039, 042, 045, 055
Triazophos	018, 024, 026, 028, 053, 062
Trichlorfon	010, 013, 024, 026, 028, 033, 036, 039, 042, 045
Trichlorofon	018
Triflumuron	011, 014, 032, 035, 038, 041, 044, 055
Triflusulfuron-methyl	011, 014, 055
Tumaine	124, 128
Tylosin	112

U

UMP	198
-----------	-----

V

Vamidothion	013, 033, 036, 039, 042, 045
Vanillin	182
Vinclozolin	053
Vitamin A	204
Vitamin D2	204
Vitamin D3	204
Vitamin E	204
Vitamin K1	200, 206

Z

Zilpaterol	114
------------------	-----

符号

1h-indole-3-butanoic acid	065
2,4-D	062, 065
2,4-DDT	058, 060
2,4-D- ethyl ester	065, 077
2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol	166, 168
2-Napthaleneacetic acid	062, 065
3-Acetoxyindole	065
3-hydroxycarbofuran	053
3-Hydroxycarbofuran	026, 028
4,4-DDD	058, 060
4,4-DDE	058, 060
4,4-DDT	058, 060
4,8-DiMeIQx	226, 228
4-Chlorophenoxyacetic acid	062, 065
6-Benzylaminopurine	065
7,8-DiMeIQx	226, 228
α -endosulfan 1	067
α -endosulfan 2	067
α -HCH	020, 022, 024, 053, 058, 060, 067
β -endosulfan	020, 022, 024
β -HCH	020, 022, 024, 058, 060, 067
γ -HCH	020, 022, 024, 053, 058, 060, 067
δ -HCH	020, 022, 024, 053, 058, 060, 067

中国总部

地址：天津市开发区西区南大街179号

电话：022-25321032

传真：022-25321033

邮箱：cninfo@phenomenex.com

客服热线：400-606-8099

全球总部

地址：411 Madrid Avenue

Torrance, CA 90501-1430, USA

Tel: +1 (310) 212-0555

Fax: +1 (310) 328-7768

Email: cninfo@phenomenex.com

北京

地址：北京市朝阳区酒仙桥中路878东区5层

电话：010-58081368

传真：010-58081358

上海

地址：上海市长宁区福泉北路518号1号楼502室

电话：021-24197358

传真：021-24197333



条款与条件

Agela 公司的标准条款及条件，请参见：

www.agela.com.cn

商标

Venusil 和 Cleanert 是 Agela 的注册商标，Durashell 是 Agela 的商标。

免责声明

比较分离可能无法代表所有应用。

仅用于研究，不用于诊断程序。

© 2020 Bonna-Agela Technologies, Co. Ltd. 版权所有。

