

应对当今食品分析挑战的 创新方法

安捷伦固相萃取食品安全应用文集
第一卷



Our measure is your success.





目录

	页
食品安全概述	3
什么是固相萃取(SPE)?	4
方法开发表	5
■ 农药和污染物	
引言	6
SampliQ Polymer SCX 固相萃取结合高效液相色谱测定苹果汁中苯并咪唑抗真菌剂(出版号 5990-3235CHCN)	7
用新的 Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱和 SampliQ SCX 小柱在 Agilent 7890A/5975 GC/MSD 上分析奶制品中的痕量三聚氰胺(出版号 5990-3282EN)	9
液相色谱-串联质谱技术快速筛选和确认牛奶及奶制品中三聚氰胺残留物(出版号 5989-9950EN)	11
用 Agilent SampliQ 聚合物 SCX 固相萃取技术与 Agilent 1200 系列 HPLC/UV 测定奶粉和鸡蛋中三聚氰胺残留物(出版号 5990-3365EN)	13
用 Agilent 1120 一体式液相色谱仪和 1200 高分离度快速液相色谱系统以及 SampliQ SCX 固相萃取小柱定量分析奶制品中三聚氰胺(出版号 5989-9949EN)	15
■ 药物和抗生素	
引言	17
用 SampliQ OPT 固相萃取-液相色谱法测定鱼类(鲫鱼)中的激素(出版号 5990-3845EN)	18
固相萃取和高效液相色谱法测定鸡肉中的四环素(5989-9735EN)	20
用固相萃取和液相色谱-串联质谱法测定牛奶中的磺胺药物(出版号 5990-3713CHCN)	22
用安捷伦 SampliQ OPT 固相萃取和液相色谱串联质谱法测定蜂蜜中的氯霉素、氟苯考尼和甲砒霉素(出版号 5990-3615CHCN)	24
高效液相色谱法(HPLC/UV 法)和 HPLC/MS/MS 法测定肉类中的青霉素(出版号 5990-3364EN)	26
液相色谱-串联质谱联用技术用于牛奶中多残留四环素及其代谢物的检测(出版号 5990-3816CHCN)	28
利用安捷伦 SampliQ SCX 固相萃取柱和液相色谱-串联质谱联用以检测猪肉中的 β 2-激动剂(出版号 5990-4180CHCN)	30



可靠的食品检测基于 可靠的固相萃取

尊敬的客户：

您承诺生产优质且绝对安全的食品和饮料。消费者的期望也同样如此。

现在，安捷伦能帮你履行这项承诺。

安捷伦的仪器、系统、色谱柱和消耗品，可以全方位地帮助您的实验室满足这些从检验、产品开发到质量保证和包装的最严格的标准。

不仅如此，安捷伦还具备丰富的经验、广博的知识和富有创造力的人才，加上我们对行业发展趋势和全球法规所具有的敏锐的洞察力，这些都可帮助您应对分析和商业挑战。

最新的 Agilent SampliQ SPE 产品：食品安全分析方法的第一步。

高质量的 Agilent SampliQ SPE 产品能够帮助您从复杂的基质中高效地提取和浓缩样品，从分析的第一步开始就能确保您快速、精确和可重复的获得结果。我们 SPE 系列产品包括：

- **Agilent SampliQ QuEChERS 试剂盒**仅需几步简单的操作就可以让您对食物样品中的多种残留物和多类别农药进行分析。
- **Agilent SampliQ 聚合物**可以保留很宽范围的 pKa 目标分子。SampliQ 聚合物与硅胶基质固定相不同，即使在操作过程中不小心变干，也可以得到相同的提取结果。

下面的内容中，您将发现最先进的技术和样品制备方法可以极大地提高可靠性和食品安全分析的通量。

Ronald E. Majors, 博士，资深化学家





什么是固相萃取(SPE)?

因为色谱分析使用高特异性检测器和快速、高分离度的色谱柱，所以样品制备是进行成功色谱分析的重要部分。然而，如果样品中含有一些您不感兴趣的化合物，它们所产生的干扰会影响样品的分离、检测和定量结果。

这个问题可以通过快速、经济纯化提取物并确保准确结果的固相萃取(SPE)技术解决。

SPE可以降低样品的复杂性，简单易行。利用 HPLC 的原理，SPE 可以选择性地从复杂的基质，如食品、环境样品和生物样品中除去干扰物和/或提取被测物。SPE 也能替代液/液萃取，极大地减少溶剂消耗。

简言之，固相萃取对于获得检测结果的好坏关系重大。

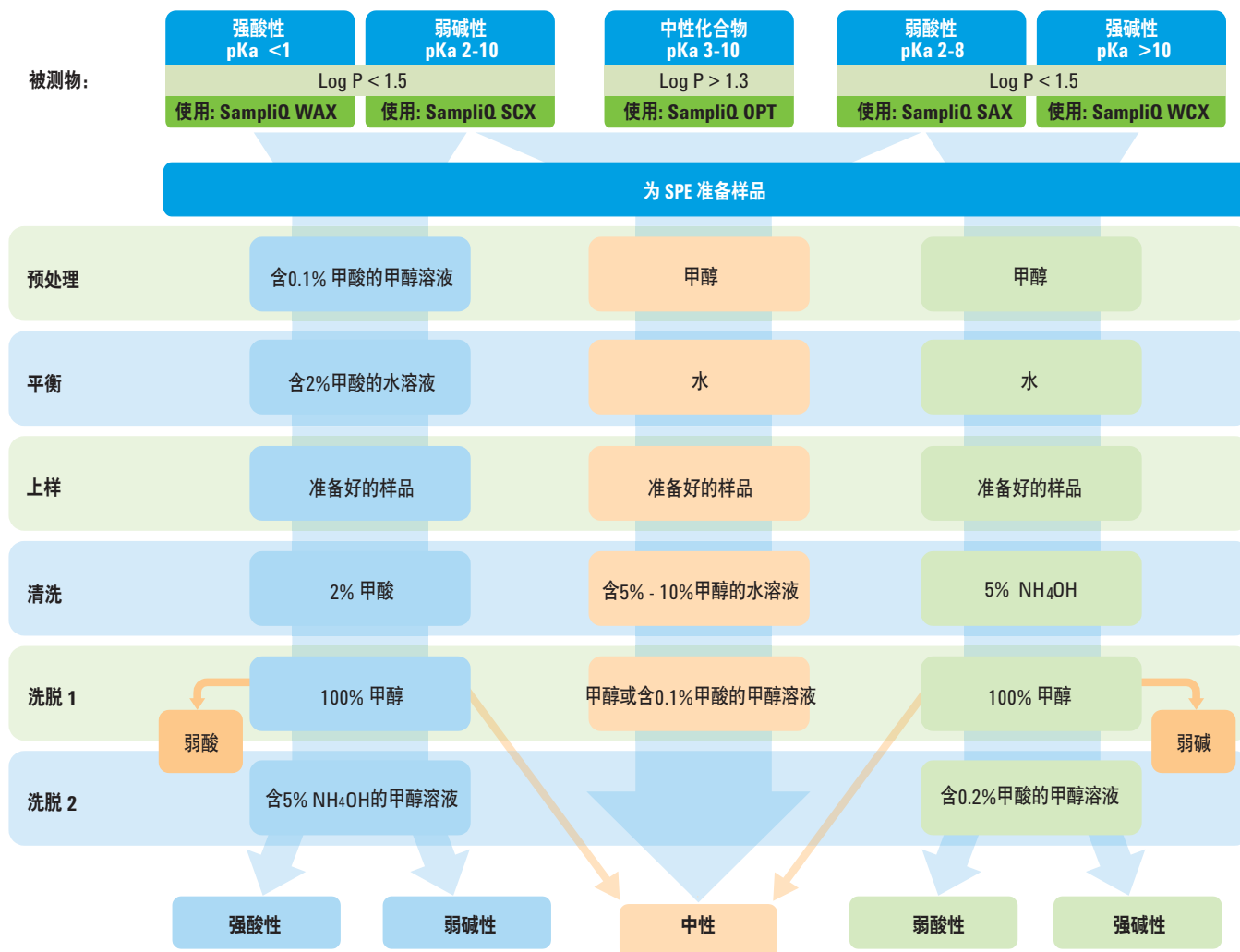
随着 SampliQ 系列产品的出现，安捷伦加强了对固相萃取作为您整个工作流程中的重要组成部分的承诺。我们很高兴能为您提供各种不同配置的聚合物、硅胶和其它吸附剂来满足您不同的样品萃取需求。





方法开发

Agilent SampliQ 聚合物 A/N/B 萃取方法



快速、准确的农药检测和定量

食品中存在的一些农药和污染物（如草甘膦、苯并咪唑、杀真菌剂、真菌毒素和三聚氰胺）会严重危害身体健康。因此，痕量分析正迅速成为法规对所有食品公司的检测要求。

安捷伦的科学家们与主要检测实验室以及法规机构紧密合作开发各种策略，帮助您实现：

- 可靠检测超微量水平的目标和非目标化合物
- 用质谱的多残留检测方法分析各种食品基质样品，检测限和定量限显著降低
- 一次分析完成数百种化合物的常规筛查
- 显著缩短分析时间，提高实验室的效率，并且减少每个样品的分析费用
- 满足客户和不同部门和纯度的法规要求



SampliQ Polymer SCX 固相萃取结合高效液相色谱测定苹果汁中苯并咪唑抗真菌剂（出版号 5990-3235CHCN）

引言

杀真菌剂约占现在农业中所使用农药的 25-30%。苯并咪唑抗真菌剂作为一类杀真菌剂，广泛用于收获前和收获后控制一系列病原体。苯并咪唑抗真菌剂家族的两个主要成份是多菌灵和涕必灵。优化的固相萃取和 HPLC 法用于苹果汁中的这类杀真菌剂的提取和定量。

样品准备

称量 10 g 苹果汁，用水稀释至 100 mL，用玻璃棒搅动混合 1 分钟。将稀释后的样品转移到 250 mL 锥形烧瓶中，用 2 mol/L 氢氧化钠溶液将 pH 调为 10。将样品分成 2 或 3 份置于 50 mL 聚丙烯离心管中，于 4000 rpm 离心 10 分钟。将上清液合并到一个玻璃烧杯中。

仪器条件

HPLC 条件

色谱柱:	ZORBAX Eclipse Plus C18 100 mm × 4.6 mm 3.5 μm (部件号 959793-902)
流速:	1.0 mL/min
进样量:	20 μL
检测波长:	288 nm
流动相:	磷酸盐缓冲液-乙腈 (73:27)

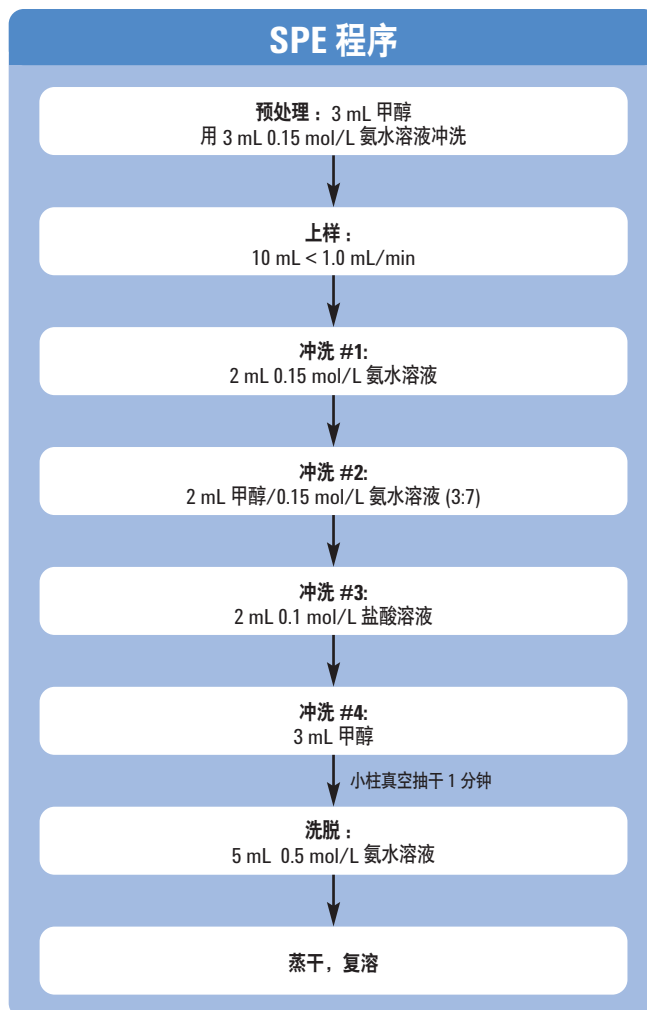


图 1. 苹果汁中抗真菌剂的 SPE 步骤

结果

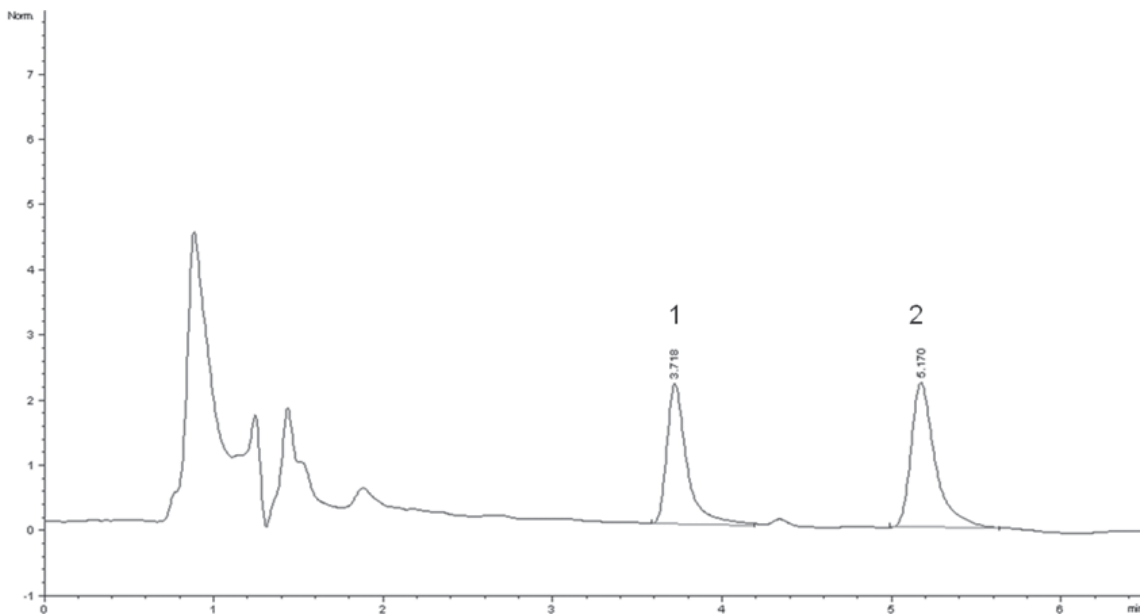


图2. 100 µg/kg 加标苹果汁提取物的色谱图 (1. 多菌灵; 2. 噻菌灵)

化合物	加标浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	% RSD (n = 6)
多菌灵	25	98.6	3.99
	50	99.4	3.24
	100	95.9	3.27
噻菌灵	25	99.0	2.38
	50	92.1	4.90
	100	93.0	3.79

表1. 苹果汁中抗真菌剂 SPE 提取的回收率和相对标准偏差(RSD)

订购信息

Agilent SampliQ SCX, 3 mL, 60 mg. 部件号 5982-3236.

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 LC 色谱柱, 100 mm x 2.1 mm, 3.5 µm. 部件号 959793-902.

Agilent 0.45 µm 滤膜, 部件号 5185-5836.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3235CHCN

用 Agilent 7890A/5975 GC/MSD 和新的 Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱 SampliQ SCX 小柱分析奶制品中的痕量三聚氰胺(出版号 5990-3282EN)

引言

建立了用于定量测定和确认奶制品中三聚氰胺残留的 GC/MS 法。衍生化前，先将牛奶样品经过 SampliQ SCX SPE 小柱纯化提取物得到衍生化后，使用新的 Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱，用带 EI 源的 GC/MS，以选择离子检测/全扫描 (SIM/scan) 数据采集模式进行分析。

仪器条件

气相色谱仪条件

仪器:	Agilent 7890A/5975C 气相色谱质/谱仪 Agilent 7683 自动液体进样器
色谱柱:	Agilent J&W DB-5ms 超高惰性气相色谱柱, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (部件号 122-5532UI)
进样口温度:	EPC, 分流/不分流进口: 250 °C
进样量:	1 μ L, 分流比 3:1
载气:	氮气, 恒流模式, 1.3 mL/min
升温程序:	75 °C (1 min); 以 30 °C/min 升温至 300 °C (2 min)
传输线温度:	290 °C

质谱条件

质谱:	EI, SIM/scan
溶剂延迟:	4.2 min
MS 温度:	离子源 230 °C, 四极杆: 150 °C
扫描模式:	分子量范围 (40 -450 amu)
SIM 模式:	离子 (342, 327*, 171, 99)
*定量离子	

样品制备

样品预处理

提取:

用 40 mL 1%TAA 提取 5g 奶粉。涡旋混合, 超声 15 分钟。加入 2mL 22 g/L 的乙酸铅, 补加 1% TAA 到 50 mL。4000 rpm 离心 1 分钟。

固相萃取程序

预处理/平衡:

3 mL 甲醇/5 mL 水

上样:

5 mL 牛奶上清液

清洗:

3 mL 水/3 mL 甲醇

洗脱:

3 mL 含 5% 氨水的甲醇溶液

蒸发:

50 °C N₂ 吹干

衍生化:

加 600 μ L 吡啶, 200 μ L BSTFA, 70 °C 恒温 30 分钟

图 1. 样品制备过程示意图

结果

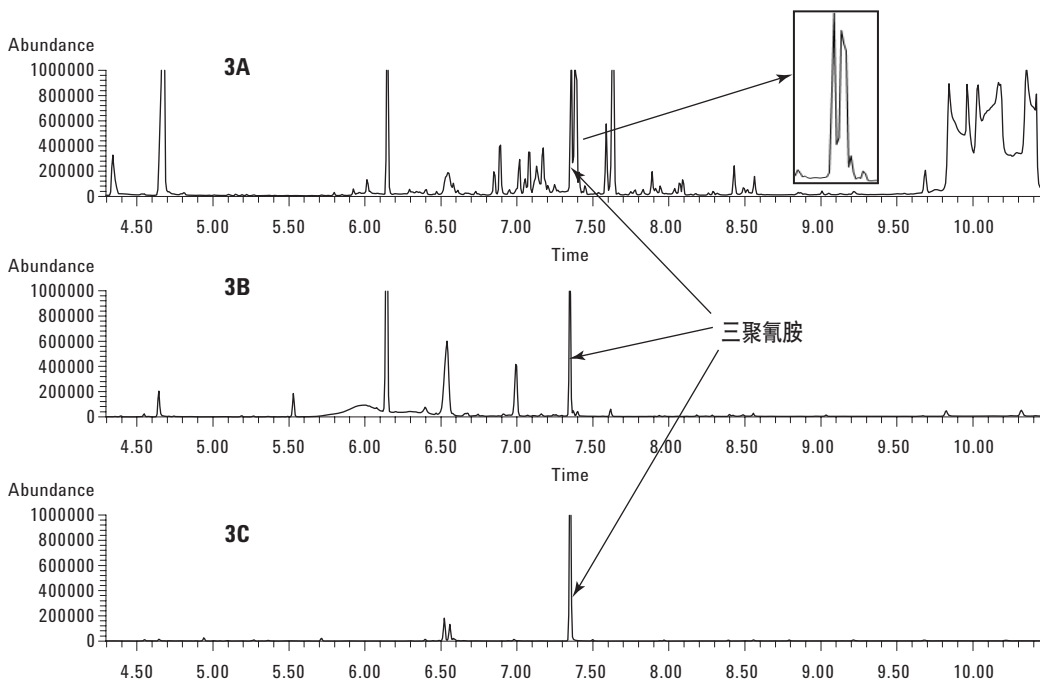


图2. 三聚氰胺的GC/MS SIM谱图(3A: 未经SPE处理; 3B, 经过SPE处理, 3C, 标准品)

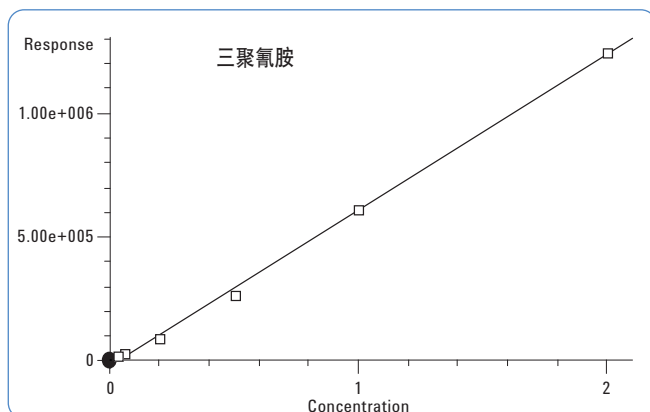


图3. 三聚氰胺标准曲线

化合物	加标浓度 (mg/g)	回收率 (%)	RSD (%) (n = 6)
三聚氰胺	0.080	82.1	2.04
tri-TMS	0.800	82.8	4.88
	1.600	80.8	3.58

表1. 加标样品的回收率和重现性

订购信息

Agilent SampliQ SCX SPE 小柱, 60 mg, 3 mL.
部件号 5982-3236.

Agilent J&W DB-5ms 超高惰性气相色谱柱,
30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m. 部件号 122-5532UI.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3282EN

液相色谱-串联质谱技术快速筛选和确认牛奶及奶制品中三聚氰胺残留物 (出版号 5989-9950EN)

引言

用阳离子交换柱和 Agilent 6410 三重串联四极杆 LC/MS 系统建立了测定乳制品中三聚氰胺的快速方法。牛奶及奶制品只需用安捷伦新产品 SampliQ SCX 小柱进行简单的固相萃取 (SPE) 即可完成样品制备。

仪器条件

液相色谱仪条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX 300-SCX 色谱柱, 2.1 mm x 150 mm, 5 μ m (部件号 883700-704)
进样量:	10 μ L
流速:	0.2 mL/min
柱温:	40 $^{\circ}$ C
流动相:	10 mM 醋酸铵/乙酸 pH 3.0, B: 乙腈, A:B = 20:80
停止时间:	10 min

质谱仪条件

Agilent 6410A 三重串联四极杆 LC/MS

离子源:	电喷雾
极性:	正离子模式
雾化气:	氮气
离子喷雾电压:	4,000 V
干燥气温度:	350 $^{\circ}$ C
干燥气流速:	9 L/min
喷雾压力:	40 psi
分辨率:	Q1 (unit) Q3 (unit)

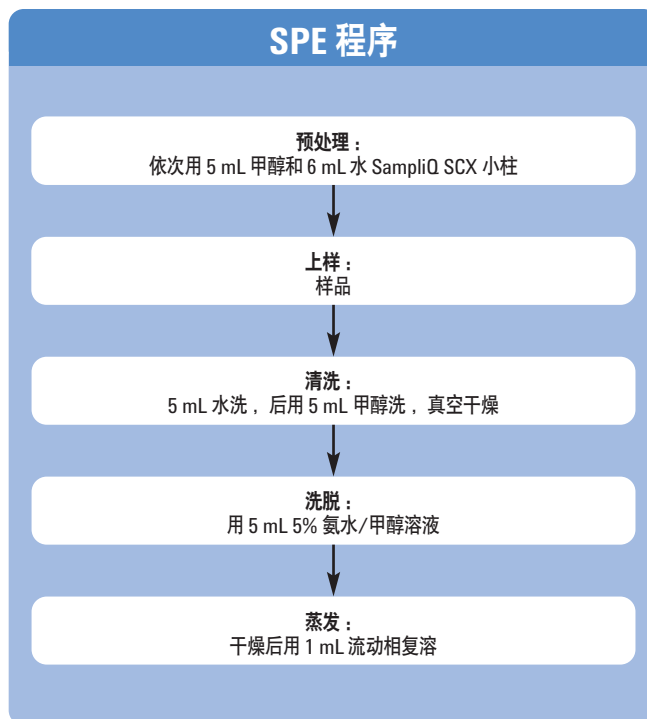


图 1. 样品制备过程示意图

结果

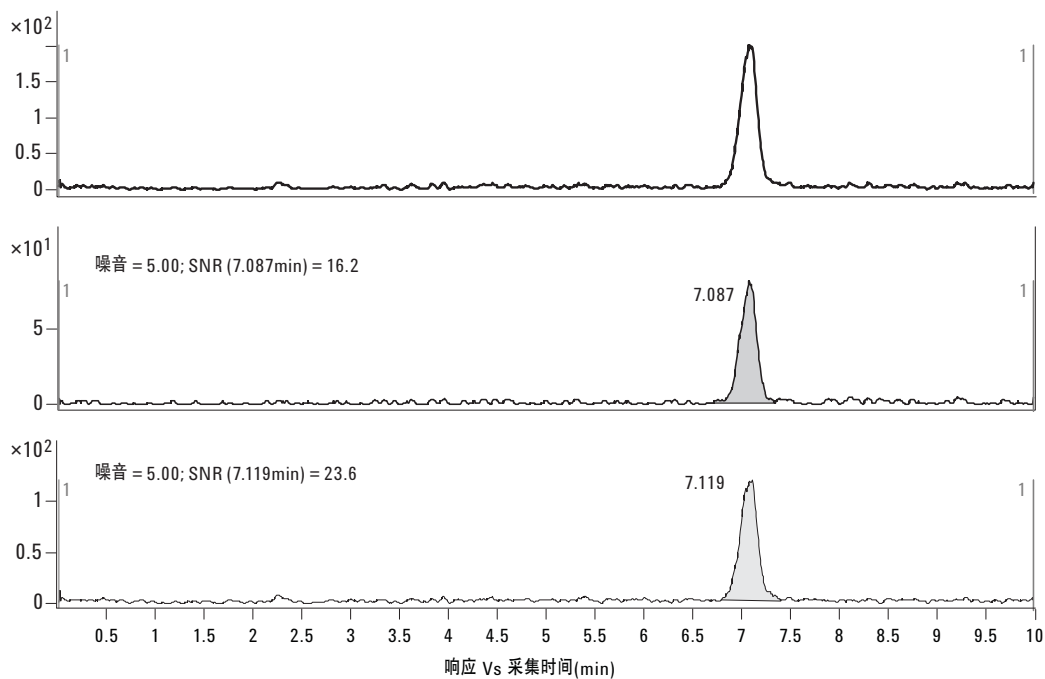


图2. 牛奶样品基质中加标 1ppb 三聚氰胺标准的响应

	浓度 = 50 ppb (n = 3)	浓度 = 80 ppb (n = 3)
回收率 (%)	83.4	62.5
相对标准偏差 (%)	2.78	1.02

表1. 奶粉中三聚氰胺标准的回收率 – 奶粉中添加 50 ppb 和 80 ppb 三聚氰胺标准的回收率，外标法计算的回收率分别为 83.4% 和 62.5%。RSD 小于 3%。

订购信息

Agilent SampliQ SCX 聚合物固相萃取小柱, 150 mg, 6 mL.
部件号 5982-3267.

安捷伦再生纤维滤膜, 0.2 μm. 部件号 5064-8222.

Agilent ZORBAX 300-SCX 色谱柱, 2.1 mm x 150 mm, 5 μm.
部件号 883700-704.

用 Agilent SampliQ 聚合物 SCX 固相萃取 和 Agilent 1200 系列 HPLC/UV 法测定 奶粉和鸡蛋中的三聚氰胺残留物 (出版号 5990-3365EN)

引言

建立了检测奶粉和鸡蛋中三聚氰胺的方法。采用中国法规要求的固相萃取和 HPLC/UV 法。样品制备采用聚合物混合模式阳离子交换树脂。用 HPLC/UV 进行分离和检测。

仪器条件

液相色谱仪条件

用 Agilent 1200 系列液相色谱仪和二极阵列检测器分析样品

色谱柱:	Agilent ZORBAX SB-C8 液相色谱柱 250 mm x 4.6 mm, 5 μ m 部件号 880975-906)
流速:	1.0 mL/min
柱温:	40 $^{\circ}$ C
检测器波长:	240 nm
进样量:	20 μ L
流动相:	乙腈-缓冲液(15:85)
缓冲液:	10 mmol/L 柠檬酸, 10 mmol 辛酸磺酸钠溶液, pH 3.0
色谱分离:	等度

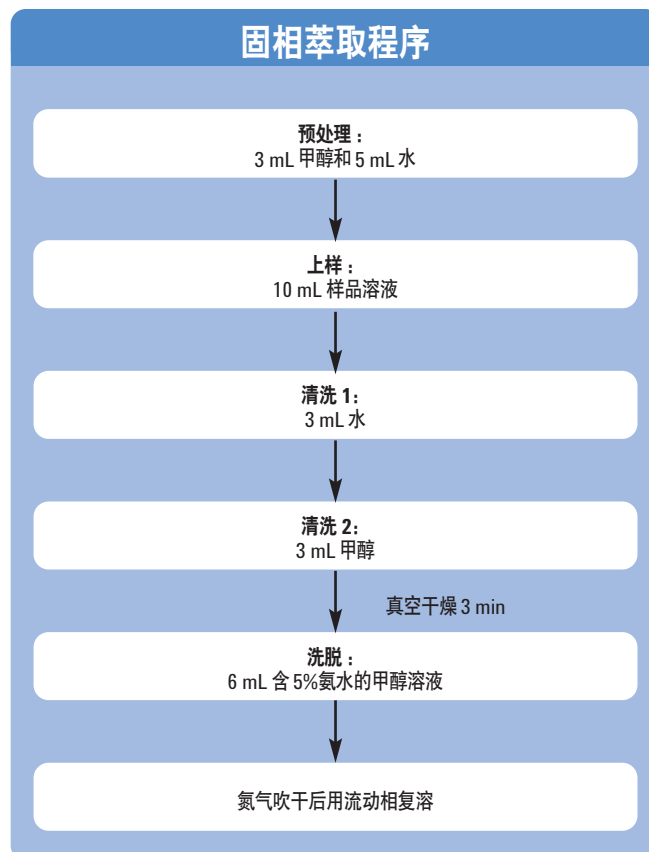


图 1. 奶和鸡蛋中三聚氰胺固相萃取示意图

结果

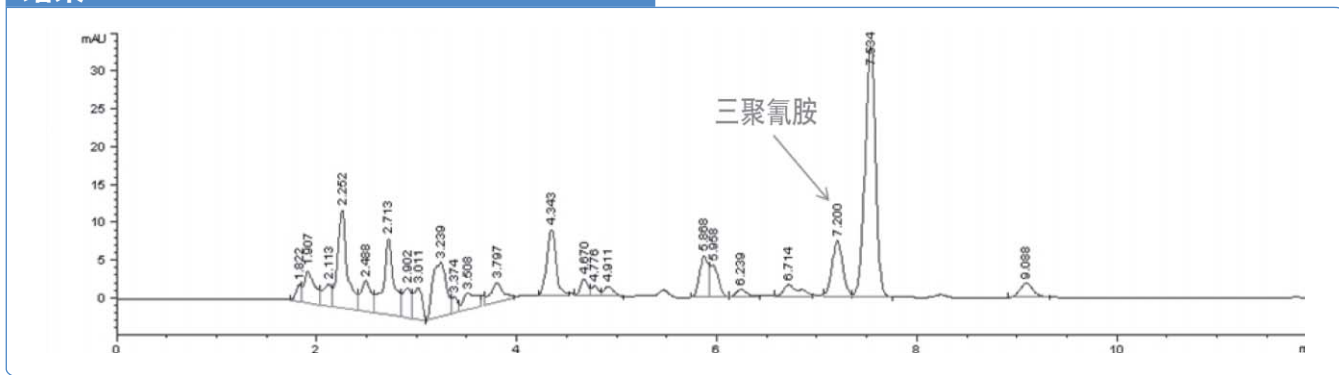


图2. 加标 2 mg/kg 的奶粉基质的色谱图

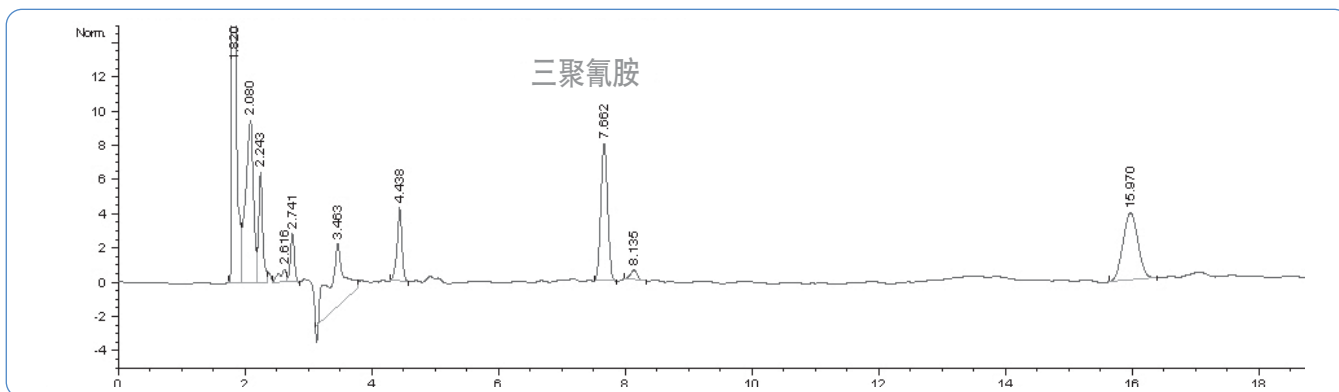


图3. 2 mg/kg 加标的鸡蛋样品色谱图

化合物	回归方程式	相关系数	检出限 (µg/kg)
三聚氰胺	$Y = 77.4698x + 0.2117$	0.9999	10

表1. 三聚氰胺的检出限和线性关系

化合物	样品	加标水平 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)
三聚氰胺	奶粉	2	84.5	2.83
		5	85.3	2.56
		10	86.7	1.18
	鸡蛋	2	95.2	3.00
		5	93.0	2.01
		10	95.7	2.89

表2. 用 Agilent SampliQ SCX 固相萃取后奶粉和鸡蛋样品中三聚氰胺的回收率和相对标准偏差

订购信息

Agilent SampliQ SCX 聚合物 SPE 小柱, 60 mg, 3 mL.
部件号 5982-3236.

Agilent ZORBAX SB-C8 液相色谱柱, 250 mm x 4.6 mm, 5 µm.
部件号 880975-906.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3365EN

用 Agilent 1120 一体式液相色谱仪和 1200 高分离度分离快速液相色谱系统 以及 SampliQ SCX 固相萃取小柱定量分析奶制品中三聚氰胺 (出版号 5989-9949EN)

引言

三聚氰胺最初作为工业用化学品，目前已经以一种牛奶和奶制品中的非法掺杂物方式进入食物链。随着全球对三聚氰胺关注度的提高，对三聚氰胺的检测已经很普遍。下面的方法说明，在用液相色谱分析乳制品中的三聚氰胺时，可以成功地去除复杂基质的干扰（蛋白质，糖类和脂肪）。

仪器条件

用 1120 一体式或 1200 液相色谱仪进行常规的高效液相色谱分析：

- 带梯度泵的 Agilent 1120 一体式液相色谱系统（内置脱气机），自动进样器，柱温箱和可变波长检测器(VWD) 或等同于 1200 系列的仪器组成部分

- EZChrom Elite Compact 软件或 ChemStation 软件 (B.04.01 版或更新版本)

色谱柱： Agilent ZORBAX SB-C8 液相色谱柱（即 Agilent ZORBAX Rx-C8），4.6 mm x 250 mm, 5 μ m (部件号: 880975-906)

缓冲液： 10 mM 柠檬酸, 10 mM 辛酸磷酸钠, pH 3.0

流动相： 92:8 缓冲液: 乙腈

流速： 1.5 mL/min

进样量： 20 μ L

柱温： 30 $^{\circ}$ C

检测波长： 240 nm

运行时间： 20 min

样品制备

对于液态奶、奶粉、奶酪、冰淇淋和奶糖样品：

- 称取 2 ± 0.01 g 样品加到 50 mL 离心管中，加入 15 mL 含 5% 三氯乙酸的水溶液和 5 mL 乙腈，盖上盖
- 超声 10 min，然后把样品在垂直混合器上混合 10 min。4000 rpm，离心 10 min
- 在含 5% 三氯乙酸的水溶液中润湿滤纸，然后将上清液过滤到一个 25 mL 容量瓶中，用 5% 三氯乙酸定容到 25 mL
- 将 5 mL 提取液转移到一个玻璃试管中，然后加入 5.0 mL 纯水。涡旋彻底混匀

对于奶酪、奶油和巧克力样品：

- 称取 2 ± 0.01 g 样品，和 8~12g 海砂在研磨器内一起研磨，然后转移到 50 mL 离心管中
- 用 5 mL 三氯乙酸水溶液清洗研磨器 3 次，清洗液转移到 50 mL 离心管中，然后加入 5 mL 乙腈
- 继续超声，其它步骤同前
- 如果样品含有较多脂肪，要在固相萃取之前，用含 5% 三氯乙酸水溶液用正乙烷饱和的溶液进行液-液萃取对提取物脱脂

SPE 程序

先用 5 mL 甲醇，然后用 6 mL 水预处理固相萃取小柱

将上述样品上样到经预处理的小柱，5 mL 水洗后 5 mL 甲醇洗

真空干燥小柱，然后用 5 mL 含 5% 氨水的甲醇溶液洗脱

50 $^{\circ}$ C 氮气吹干

用 1.0 mL 流动相复溶，涡旋 1 min，0.2 μ m 纤维素滤膜(部件号 5064-8222) 过滤到一个玻璃液相色谱样品瓶中

图 1. 奶制品中三聚氰胺固相萃取示意图

结果

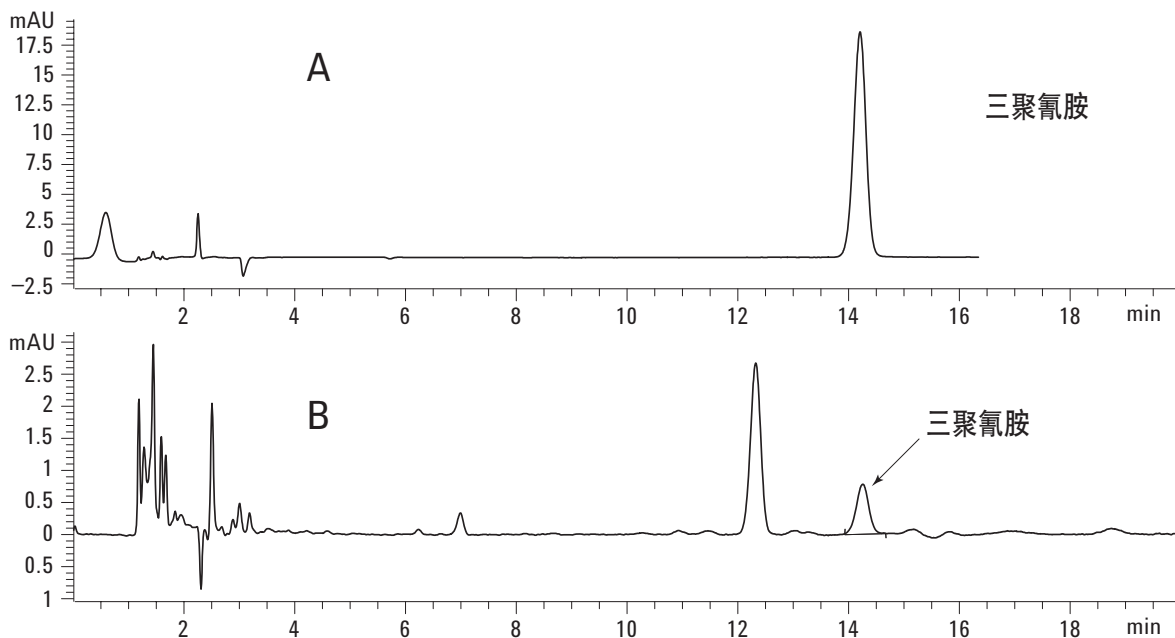


图 2. A: 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 三聚氰胺标准品, B: SampliQ SCX 固相萃取的阳性酸奶样品的分离图。三聚氰胺保留时间 14.2 min

订购信息

Agilent SampliQ SCX 固相萃取小柱, 3 mL, 60 mg.
部件号 5982-3236.

Agilent SampliQ SCX 固相萃取小柱, 6 mL, 150 mg.
部件号 5982-3267.

Agilent ZORBAX SB-C8 液相色谱柱 (即 Agilent ZORBAX Rx-C8),
4.6 mm x 250 mm, 5 μm . 部件号 880975-906.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5989-9949EN

让抗生素、激素和其他化学品远离食品

抗生素能成功预防和治疗由病毒、细菌、原生物和真菌引起的动物疾病。

然而，当痕量的抗生素（或其它药物如生长激素）渗透进入牛奶、肉、鸡蛋、鱼和蜂蜜中时，就会产生严重的长期影响——包括引发一度被认为完全根除的耐抗生素类疾病。



用 SampliQ OPT 固相萃取-液相色谱法测定鱼类（鲫鱼）中的激素 (出版号 5990-3845CHCN)

引言

激素是一种常见的食品添加剂，如果长期食用可能会导致人类健康隐患。许多国家的法规对食品中这类化合物都明确规定了最大残留限量。本文优化了固相萃取和高效液相技术，用于提取和测定鲫鱼/鲤鱼中的 16 种激素。

仪器条件

液相色谱仪条件

色谱柱：安捷伦 ZORBAX Eclipse Plus C18 LC 色谱柱，250 mm x 4.6 mm, 5 μm, (部件号: 959990-902)

流速：1.0 mL/min

进样量：5 μL

柱温：18 °C

检测波长：230 nm

流动相：水-乙腈梯度洗脱

时间 (分钟)	% 水	% 乙腈
0	70	30
10	65	35
23	50	50
30	20	80

样品制备

1. 称取 200 克鲫鱼肉，匀浆，并置洁净、密封容器中 -18 °C 下保存
2. 取 1 g 均质样品（精确到 0.01 g），置 10 mL 聚丙烯离心中，加入 5 mL 甲醇
3. 涡旋 1 分钟
4. 冰浴下超声提取 10 分钟
5. 4000 r/min 转速下离心 5 分钟，取 3 mL 上清液
6. 置于洁净试管中，40 °C 以下用氮气吹干
7. 用 5 mL 含 5% 甲醇的水复溶



图 1. 鱼肉中激素的 SPE 提取过程

结果

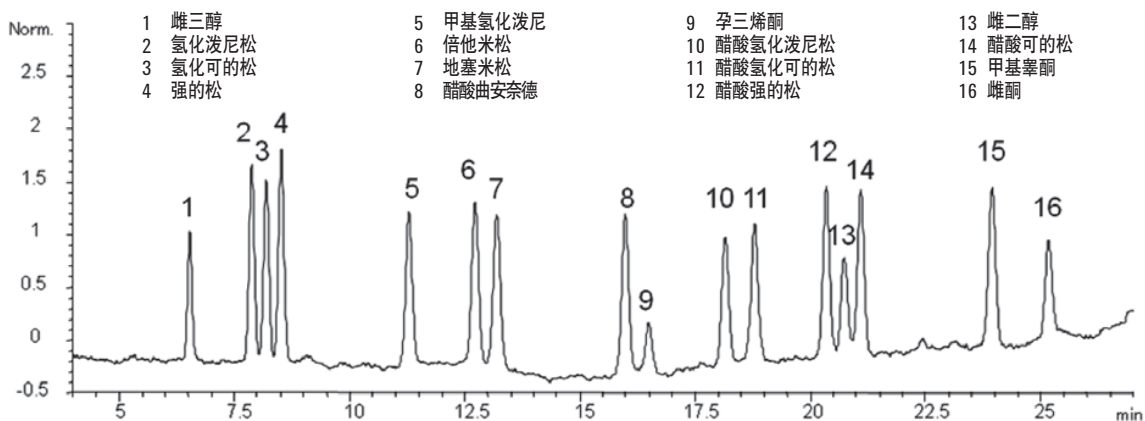


图2. 添加 2 mg/kg 激素标样的鱼肉样品的色谱图

化合物	加标浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (n = 6, %)
雌三醇	2	100.4	2.2
氢化泼尼松	2	89.4	3.8
氢化可的松	2	85.3	6.7
强的松	2	82.5	7.2
甲基氢化泼尼	2	83.2	8.3
倍他米松	2	88.3	8.9
地塞米松	2	79.1	4.3
醋酸曲安奈德	2	86.7	8.4
孕三烯酮	2	78.0	6.6
醋酸氢化泼尼松	2	86.9	7.3
醋酸氢化可的松	2	87.3	6.8
醋酸强的松	2	76.7	7.7
雌二醇	2	78.7	4.2
醋酸可的松	2	82.8	6.9
甲基睾酮	2	82.9	3.4
雌酮	2	76.2	6.4

表1. 鲷鱼肉中激素固相萃取的回收率和相对标准偏差

订购信息

Agilent OPT Polymer Box, 30 x 6 mL 萃取管, 150 mg.
部件号 5982-3067.

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 LC 色谱柱, 250 mm x 4.6 mm,
5 μ m. 部件号 95990-902.

Agilent PTFE 0.45 μ m 优级注射式过滤器, 部件号 5185-5836.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3845CHCN

固相萃取和高效液相法测定鸡肉中的四环素（出版号 5989-9735EN）

引言

开发了一种可以同时测定鸡肉中的 7 种抗生素残留物（二甲胺四环素、土霉素、四环素、去甲基金霉素、金霉素、甲烯土霉素和强力霉素）的方法。在这种方法中使用固相萃取和 HPLC/UV 法，与中国的法规要求方法相一致。

仪器条件

液相色谱仪条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX SB-C8 液相色谱柱, 250 mm x 4.6 mm, 5 μm, (部件号: 880975-906)		
流速:	1.5 mL/min		
柱温:	30 °C		
进样量:	100 μL		
检测波长:	350 nm		
流动相:	甲醇-乙腈-10 mM TFA 溶液, 梯度洗脱		
时间 (分钟)	% 甲醇	% 乙腈	% 10 mM TFA
0	1	4	95
7.5	6	24	70
13.5	7	28	65
15	1	4	95



图 1. 四环素固相萃取程序

结果

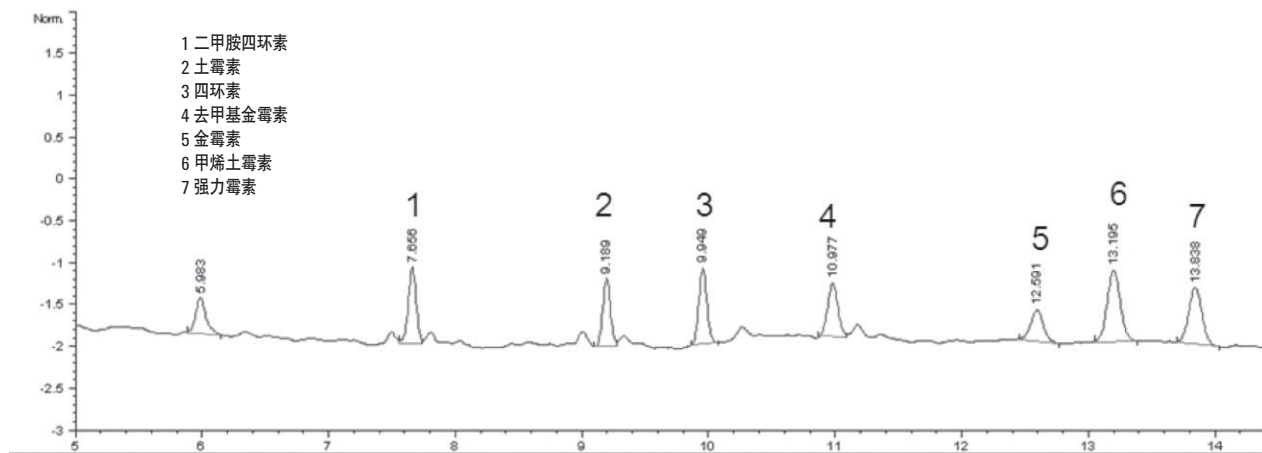


图2. 50 µg/kg 加标鸡肉样品色谱图

化合物	加标浓度 (µg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)
二甲胺四环素	50	87.6	4.13
	100	80.8	5.68
	200	81.3	4.19
土霉素	50	68.8	6.49
	100	63.0	4.87
	200	59.4	4.35
四环素	50	81.0	4.46
	100	70.0	3.47
	200	72.3	4.38
去甲基金霉素	50	92.0	2.06
	100	94.8	3.78
	200	92.9	1.92
金霉素	50	93.3	3.16
	100	92.4	4.01
	200	87.7	2.54
甲烯土霉素	50	93.3	2.89
	100	91.9	2.51
	200	86.6	3.39
强力霉素	50	95.6	4.38
	100	96.4	1.00
	200	92.0	3.02

表1. 固相萃取鸡肉样品的回收率和相对标准偏差

订购信息

Agilent SampliQ OPT 固相萃取小柱, 60 mg 3 mL.
部件号 5982-30360.

Agilent ZORBAX SB-C8 液相色谱柱, 250 mm x 4.6 mm, 5 µm.
部件号 880975-906.

如需查看这篇完整的应用报告，请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5989-9735EN

用固相萃取和液相色谱串联质谱法测定牛奶中的磺胺药物 (出版号 5990-3713CHCN)

引言

用 Agilent SampliQ 聚合型强阳离子交换 (SCX) 小柱固相萃取, 对牛奶样品中 9 种痕量含氮磺胺药物 (磺胺甲恶唑、磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲二唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲氧嘧啶、磺胺氯吡啶和磺胺二甲氧嘧啶) 进行提取。用 Agilent 6410 三重串联四极杆 LC/MS-MS 系统对磺胺药物进行了分离和测定。反相色谱分离采用 Agilent ZORBAX Eclipse Plus 色谱柱 (C18, 3.0 mm × 50 mm, 1.8 μm), 用 0.1% 甲酸/乙腈梯度洗脱。

样品制备

每 1 mL 全脂牛奶中加入 20 μL 45% 甲酸水溶液 (通过将 10 mL 90% 甲酸和 10 mL 水混合而配制), 沉淀蛋白和脂质。然后将牛奶样品在 8000 rpm 离心 10 分钟 (Eppendorf 5810R 15 amp, Westbury, NY)。也可以在 3500 rpm 离心 20 分钟。取出一定量上清 (制备的全脂牛奶提取物), 加载到 SampliQ SCX 小柱上。

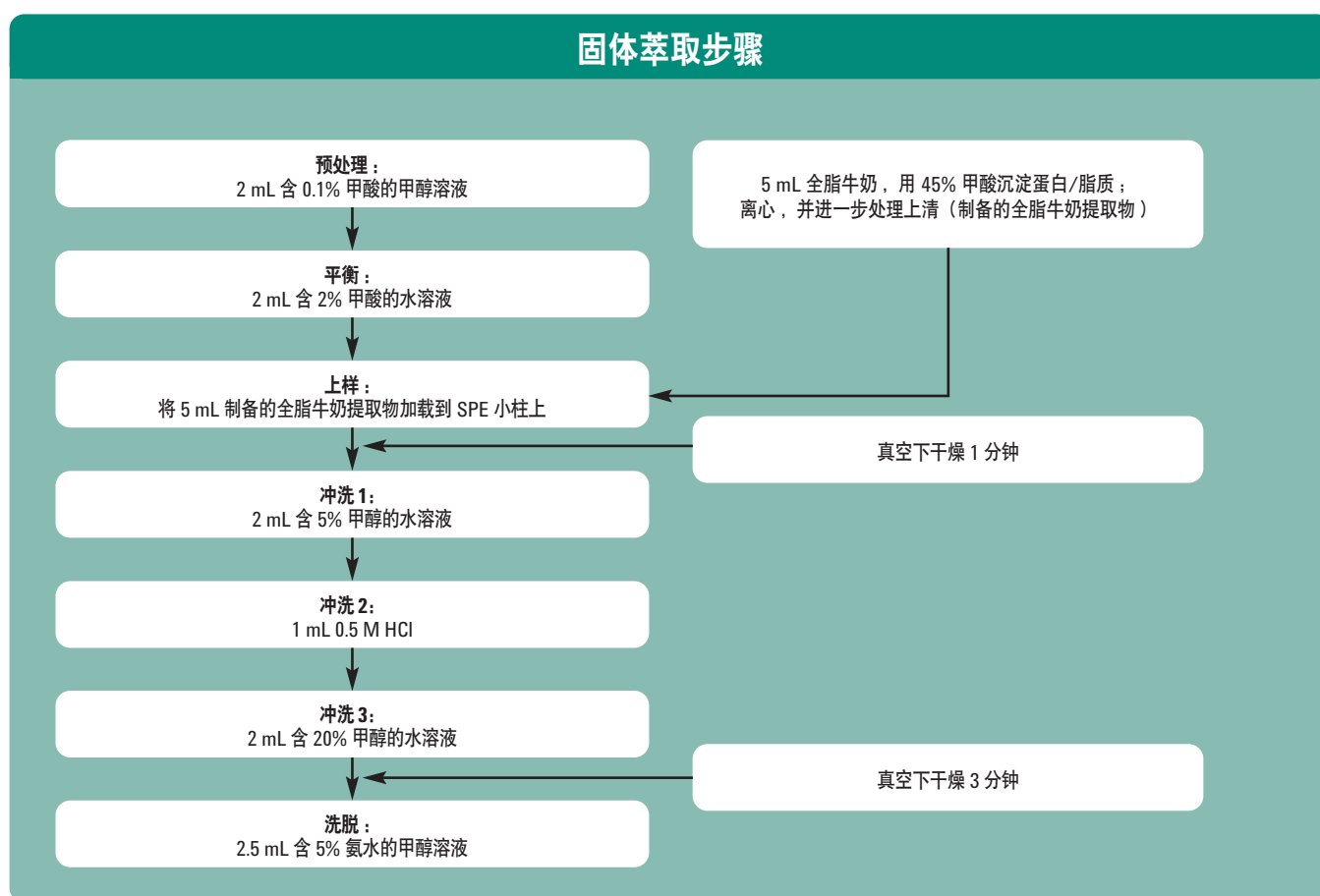


图 1. SPE 流程图

仪器条件

液相色谱仪设置

色谱柱:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 3.0 × 50 mm, 1.8 μm (部件号 959941-302)		
流速:	0.42 mL/min		
柱温:	35 °C		
进样量:	1.7 μL 用针头冲洗, 用甲醇/水(5:1)在进样针清洗站清洗 30 秒		
流动相:	A: 水/乙腈(9:1)含 0.1% 甲酸 B: 乙腈 w/ 0.1% 甲酸		
分析时间:	8 分钟		
后运行时间:	3 分钟		
梯度:	时间	0	3.5
	%B	0	65

电喷雾离子源条件

气体温度:	350 °C
气体流速:	12 L/min
喷雾器:	40 psi
毛细管:	4,000 V

结果

化合物	牛奶中加标浓度 (ng/mL)	回收率	RSD (%)
磺胺嘧啶	5	74.2	8.3
	10	99.7	5.7
磺胺噻唑	5	76.8	4.4
	10	83.2	4.7
磺胺噻唑	5	73.2	6.3
	10	84.8	0.6
磺胺二甲嘧啶	5	78.3	7.5
	10	89.0	3.1
磺胺二甲嘧啶	5	78.4	7.0
	10	94.5	5.3
磺胺甲氧嘧啶	5	76.3	6.2
	10	86.9	2.2
磺胺氯吡啶	5	78.3	9.4
	10	84.3	6.0
磺胺甲恶唑	5	74.0	4.3
	10	87.7	6.4
磺胺二甲氧嘧啶	5	75.4	3.1
	10	82.5	5.4

图 1. 本研究中所用 9 种磺胺药物的回收率和精密度

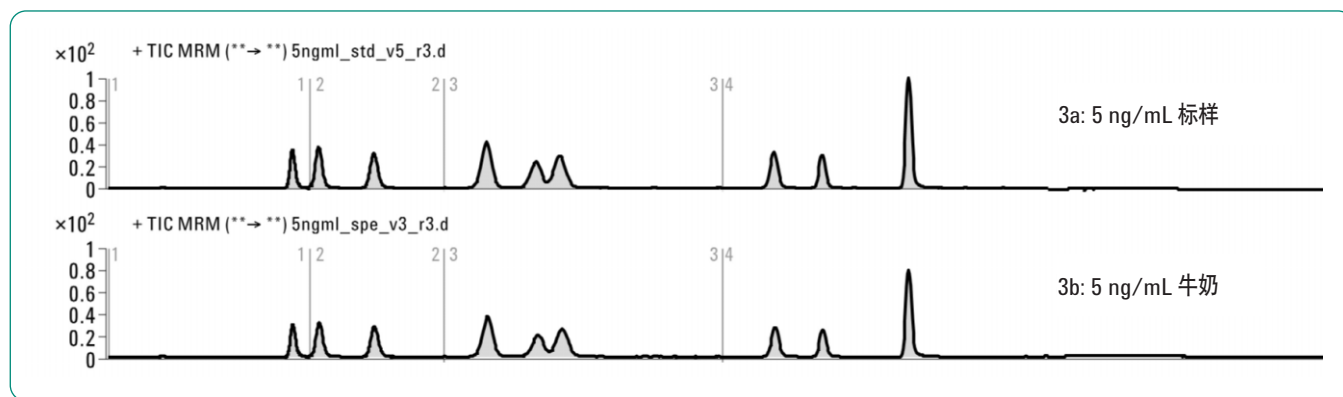


图 2. 通过提取和净化, 并添加磺胺药物得到的牛奶样品总离子流图(3a); (3b)牛奶中添加 5 ng/mL, 然后经过提取和 SPE 净化; (3c)牛奶空白

订购信息

Agilent SampliQ SCX 聚合物 SPE 小柱, 60 mg, 3 mL. 部件号 5982-3236.

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 液相色谱柱, 3.0 mm x 50 mm, 1.8 μm. 部件号 959941-302.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3713CHCN

用安捷伦 SampliQ OPT 固相萃取和液相色谱串联质谱法测定蜂蜜中的氯霉素、氟苯考尼和甲矾霉素（出版号 5990-3615CHCN）

引言

建立了一种同时测定蜂蜜中抗菌素氯霉素(CAP)、氟苯考尼(FF)和甲矾霉素(TAP)残留的方法并进行了方法学考察。待测物用液/液萃取和固相萃取(SPE)纯化, 用液相色谱-电喷雾电离串联质谱(LC-ESI-MS/MS)负离子多反应检测(MRM)模式定量。用氯霉素-D5 作为内标。该方法经验证, 可获得可重复的、满意的定量结果。



图1. 样品制备 – 蜂蜜中氯霉素类化合物的液/液萃取

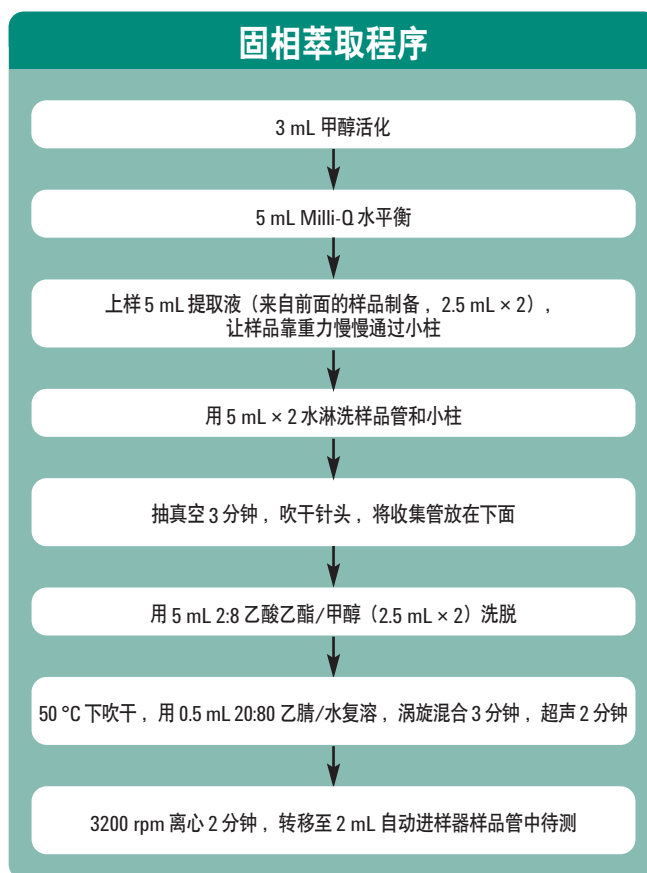


图2. 样品净化 – 安捷伦 SampliQ 固相萃取

仪器条件

液相色谱仪条件

色谱柱: Agilent ZORBAX Eclipse Plus 150 mm × 2.1 mm, 5 μm (部件号: 959701-906)
 流速: 0.3 mL/min
 柱温: 30 °C
 进样量: 20 μL
 流动相: pH 8.5 水(A), 乙腈(B)

梯度:	时间	%乙腈	流速 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	6.0	80	0.3
	6.01	100	0.5
	6.50	100	0.5
	6.51	20	0.3
	7.00	停止	

结果

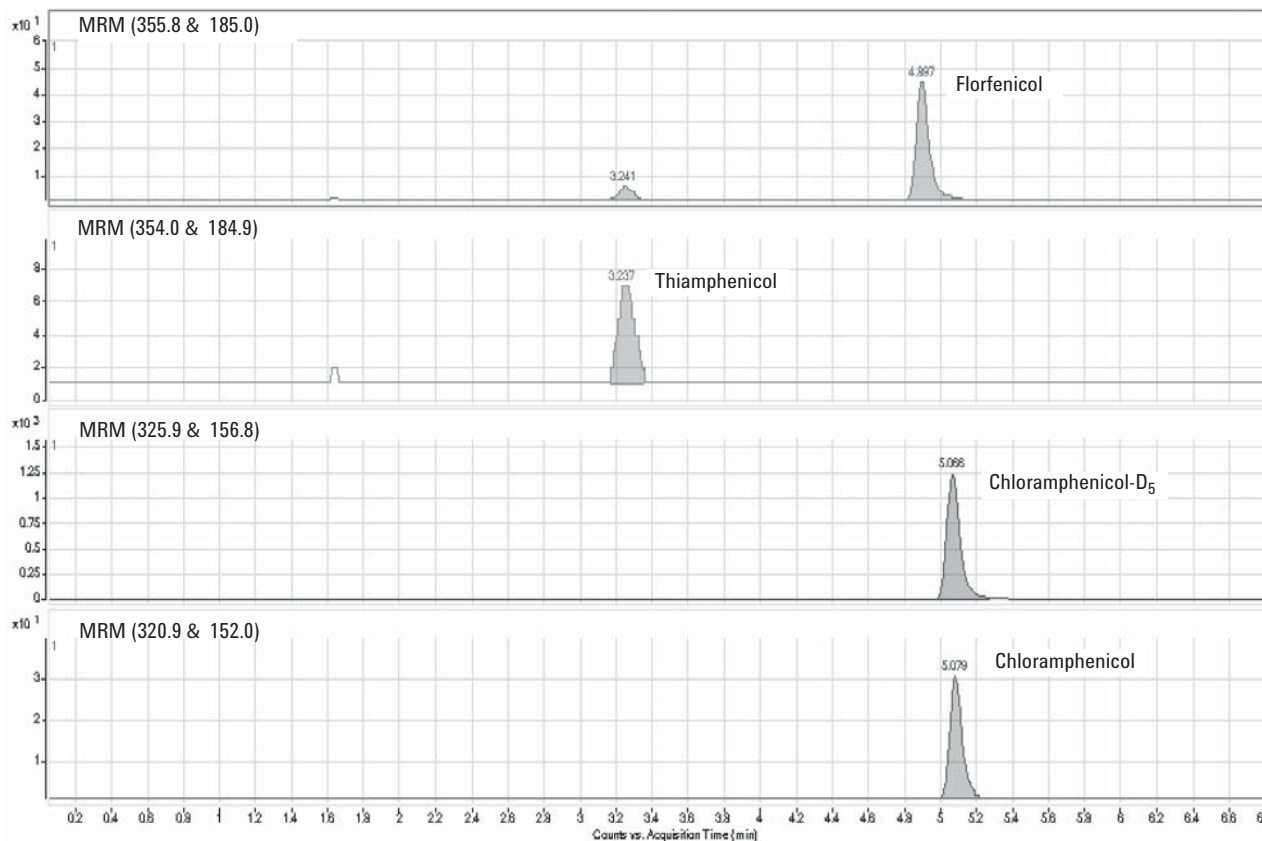


图 3. 0.2 ng/g 加标蜂蜜提取物的色谱图

被分析物	加标浓度 (ng/g 蜂蜜)	回收率 (%)	RSD (%) n = 6
氯霉素	0.10	96.94	3.51
	5.00	98.88	0.87
	20.00	107.32	0.46
氟苯考尼	0.10	100.67	9.77
	5.00	100.28	2.84
	20.00	107.49	2.55
甲矾霉素	1.00	76.00	4.39*
	5.00	74.89	2.34
	20.00	89.81	3.83

* 实验重复了4次

表 2. 加标蜂蜜中氯霉素类化合物的回收率和重现性

订购信息

Agilent SampliQ OPT 聚合物 SPE 小柱, 60 mg, 3 mL. 部件号 5982-3036.

Agilent ZORBAX Eclipse Plus 液相色谱柱, 150 mm x 2.1 mm, 5 μ m. 部件号 959701-906.

如需查看这篇完整的应用报告，请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3615CHCN

高效液相色谱(HPLC/UV)和高效液相色谱-电喷雾串联质谱法测定肉中青霉素含量(出版号 5990-3364EN)

引言

青霉素是广泛应用于治疗动物疾病的抗生素类药物。本文给出了 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 (100 mm x 2.1 mm, 3.5 μm) 反相液相色谱柱和安捷伦混合模式 SPE 小柱(Agilent SampliQ OPT)用于青霉素残留的解决方案。痕量残留的 SPE 效果用 HPLC/MS/MS 进行了评价。

仪器条件

液相色谱仪条件

色谱柱:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus 液相色谱柱, 2.1 mm x 100 mm, 3.5 μm (部件号 959793-902)	
流速:	0.6 mL/min	
流动相:	A: 水/10 mM 醋酸铵 B: 乙腈	
运行时间:	12 min	
后运行:	3 min	
柱温:	30 °C	
进样量:	10 μL	
梯度:	时间	% B
	0	2
	1.2	2
	2.0	10
	6.0	30
	8.0	40
	8.5	80
	11.9	80
	12.0	2



图 1. Agilent SampliQ OPT 固相萃取猪肉中的青霉素

结果

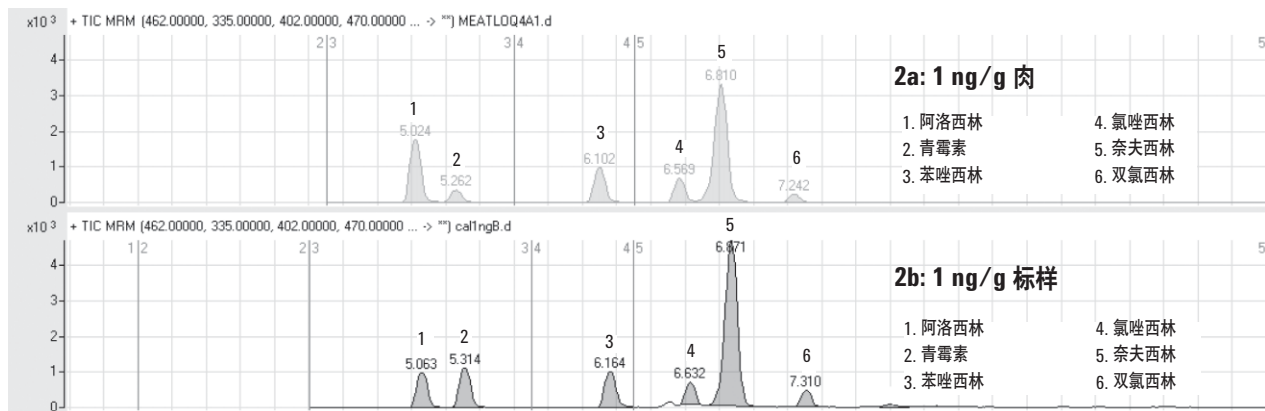


图2. 1 ng/g 加标肉类样品经过提取和固相萃取净化(2a), 肉类样品经提取和固相萃取后添加 1 ng/g 标准品的色谱图

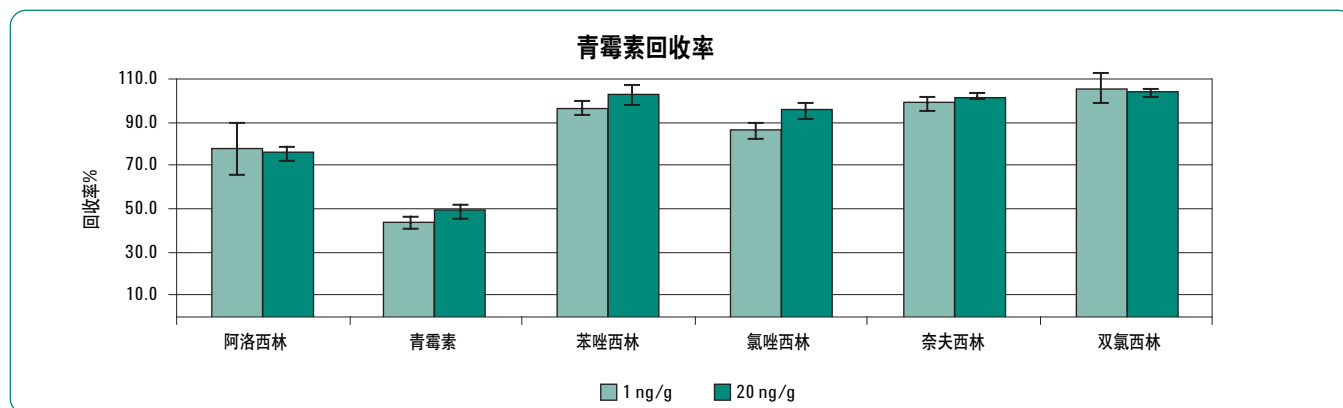


图3. 肉类提取物中含 1.0 ng 和 20 ng 青霉素的回收率数据图

订购信息

Agilent SampliQ OPT 聚合物固相萃取试剂, 150 mg, 6 mL.
部件号 5982-3067.

安捷伦注射式过滤器, 13 mm, 45 μ m PTFE. 部件号 5185-5836.

Agilent ZORBAX Eclipse Plus LC 色谱柱, 2.1 mm x 100 mm, 3.5 μ m. 部件号 959793-902.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3364EN

液相色谱-串联质谱联用技术用于牛奶中多残留四环素及其代谢物的检测 (出版号 5990-3816CHCN)

摘要

高性能液相色谱-串联质谱联用技术同时检测牛奶和动物组织中的 10 种抗生素残留, 包括二甲胺四环素、差向土霉素、差向四环素、四环素、差向金霉素、去甲基金霉素、金霉素、甲烯土霉素、多西环素和土霉素。安捷伦固相萃取柱和反相 Agilent ZORBAX RX C8 column (5 μm , 150 mm \times 2.1 mm) 色谱柱在此方法中被用于样品的纯化和分离。各组分的检测限介于 0.5 至 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间, 定量限(LOQ) 小于 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。线性校正曲线的范围是 5 至 1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。总回收率在 76.4% 至 101% 之间, 相对标准偏差(RSD, $n = 6$) 小于 8.4%。

仪器条件

HPLC

色谱柱: ZORBAX RX-C8, 2.1 mm \times 150 mm, 5 μm
(部件号 883700-906)

流速: 0.3 mL/min

流动相: A: 水/0.1% 甲酸 B: 甲醇

梯度: 0-10 min, B 从 5% 到 30%
10-12 min, B 从 30% 到 40%
12.5-18 min, B 65%
18.5-25 min, B 95%
25.5 min, B 5.0%

总运行时间: 28 min

后运行时间: 5 min

柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$

进样量: 5 μL

质谱参数

离子源: 电喷雾

离子化模式: 正离子模式

干燥气温度: 350 $^{\circ}\text{C}$

干燥气流速: 10 L/min

雾化器压力: 45 psi

毛细管电压: 4000 V

化合物名称	碰撞诱导解离电压(V)	母离子	子离子	碰撞能量	保留时间(min)
二甲胺四环素	120	458	352 441	35 20	8.58
差向土霉素	120	445	410 427	20 10	8.60
差向四环素	120	461	426 444	20 15	9.47
四环素	120	445	410 427	20 15	9.90
土霉素	120	461	426 443	20 10	9.95
去甲基金霉素	120	465	430 448	25 15	11.25
差向金霉素	120	479	444 462	22 15	11.59
金霉素	120	479	444 462	22 15	12.95
甲烯土霉素	120	443	381 426	25 15	13.98
多西环素	120	445	154 428	30 15	14.08

固相萃取程序

提取步骤:

称 5 克牛奶样品 (精确至 0.01 g) 于 50 毫升比色管中, 溶于 0.1 M/L $\text{Na}_2\text{EDTA-McIlvaine}$ 缓冲液, 定容至 50 毫升

涡旋震荡 1 分钟, 提取液在冰水混合液中超声 10 分钟

将样品转移至 50 毫升聚丙烯离心管中并冷却至 0 $^{\circ}\text{C}$ ~ 4 $^{\circ}\text{C}$

样品在 15 $^{\circ}\text{C}$ 下, 5000 r/min 离心 10 分钟

用快速滤纸过滤

净化:

取 10 毫升提取液 (相当于 1g 样品), 注入安捷伦 SampliQ OPT 型固相萃取柱 (部件号 5982-3036), 速度为每秒一滴

当它完全洗脱后, 用三氟乙酸调节 3 mL 水至 pH 4.5 清洗固相萃取柱, 然后丢弃所有流出物

在 2.0 kPa 的负压下, 抽固相萃取柱 5 分钟

用 10 mL 的 10 mmol 乙二酸的甲醇溶液洗脱

收集洗脱液, 在 40 $^{\circ}\text{C}$ 下氮气吹至干

用 1 mL 的初始流动相溶解残留物

用 0.45 μm 的滤膜过滤, 然后进样

图 1. 使用安捷伦 SampliQ OPT 固相萃取从猪肉中提取青霉素

结果

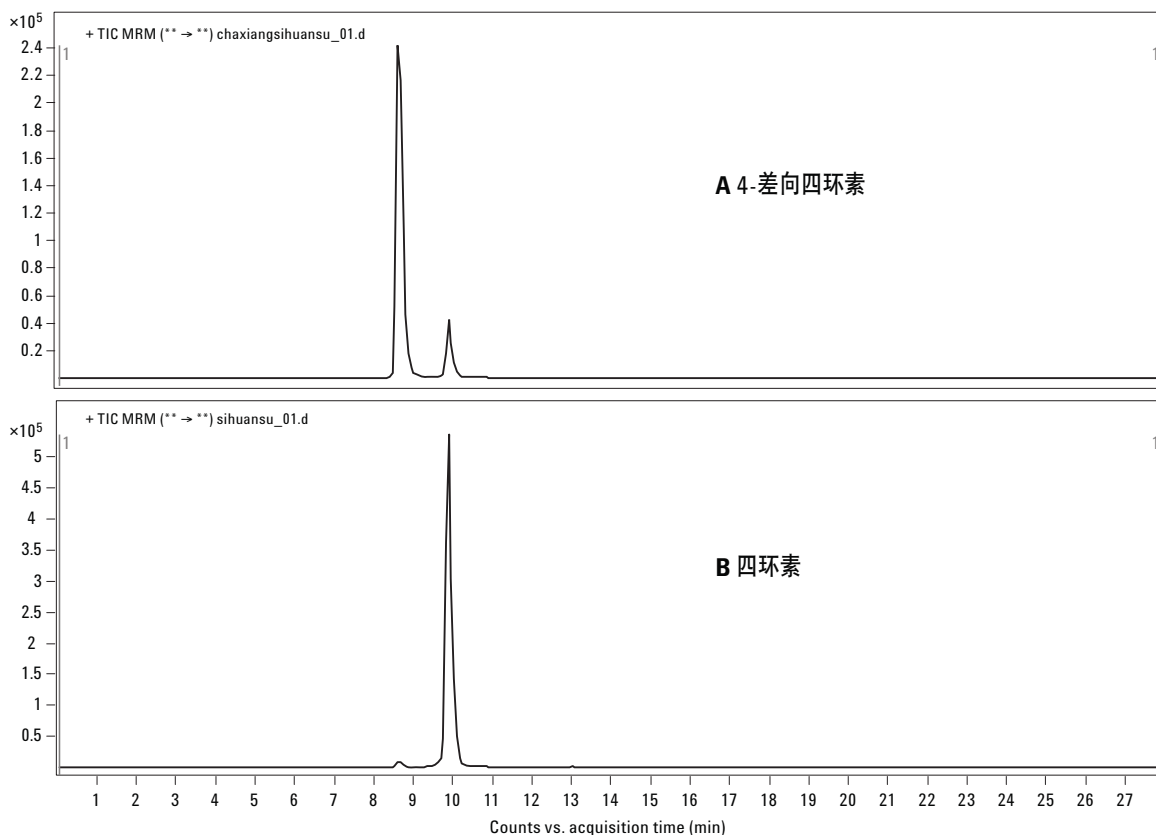


图 1. 四环素和它的降解产物差向四环素的分离色谱图

名称	牛奶中回收率 (浓度 50 ppb n=6)	RSD % (信号响应 n=6)	RSD % (离子比 n=6)	牛奶中回收率 (浓度 100 ppb n=6)	RSD % (信号响应 n=6)	RSD % (离子比 n=6)
二甲胺四环素	96.5	4.9	2.1	101.4	1.6	1.0
差向四环素	89.2	3.8	1.5	96.3	1.6	0.9
差向土霉素	84.4	5.4	1.3	88.2	0.9	0.6
四环素	86.1	2.5	1.2	90.7	1.1	1.2
土霉素	77.6	3.8	1.6	82.5	1.2	0.9
去甲基金霉素	79.2	2.0	3.1	84.7	0.9	0.6
差相金霉素	76.4	5.5	5.4	84.3	1.1	0.5
金霉素	94.3	4.5	1.5	100.9	1.8	1.1
甲烯土霉素	86.3	1.0	1.9	91.2	1.2	0.8
强力霉素	78.7	3.6	6.7	82.4	1.0	0.8

表 3. 牛奶基质中四环素的定量结果

订购信息

Agilent SampliQ OPT 聚合物固相萃取小柱, 60 mg, 3 mL. 部件号 5982-3036.

Agilent ZORBAX Rx-C8 LC 色谱柱, 2.1 mm x 150 mm, 5 μ m. 部件号 883700-906.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-3816CHCN

利用安捷伦 SampliQ SCX 固相萃取柱和液相色谱/串联质谱联用检测猪肉中的 β 2-激动剂(出版号 5990-4180CHCN)

前言

β 2-激动剂是广泛应用于猪肉生产中的一种非法生长促进剂。最近发生的中毒事件都是因为猪肉中含有高浓度的 β -激动剂（克仑特罗）。本应用报告采用了安捷伦公司新推出的固相萃取（SPE）产品来提取和浓缩猪肉中的 β -激动剂，并采用 LC-MS/MS 进行分析。

仪器条件

液相色谱仪条件

色谱柱：	安捷伦 ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱， 50 × 2.1 mm, 1.8 μ m (部件号: 959741-906)		
流速：	0.4 mL/min		
柱温：	40 °C		
进样量：	5 μ L		
流动相：	水 (0.1%甲酸溶液+2mM 乙酸铵, A)， 乙腈 (0.1%甲酸, B)		
梯度：	时间 (分钟)	%A	%B
	0	90	10
	0.5	90	10
	1.8	20	80
	2	90	10
	3.5	90	10

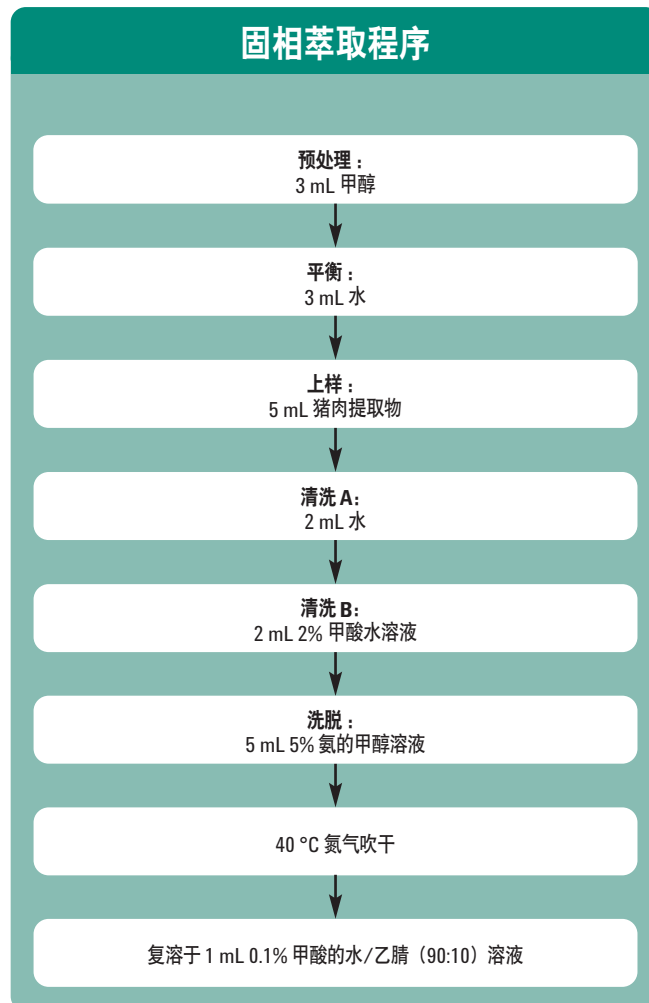


图 1. 猪肉的清理和浓缩-固相萃取过程

结果

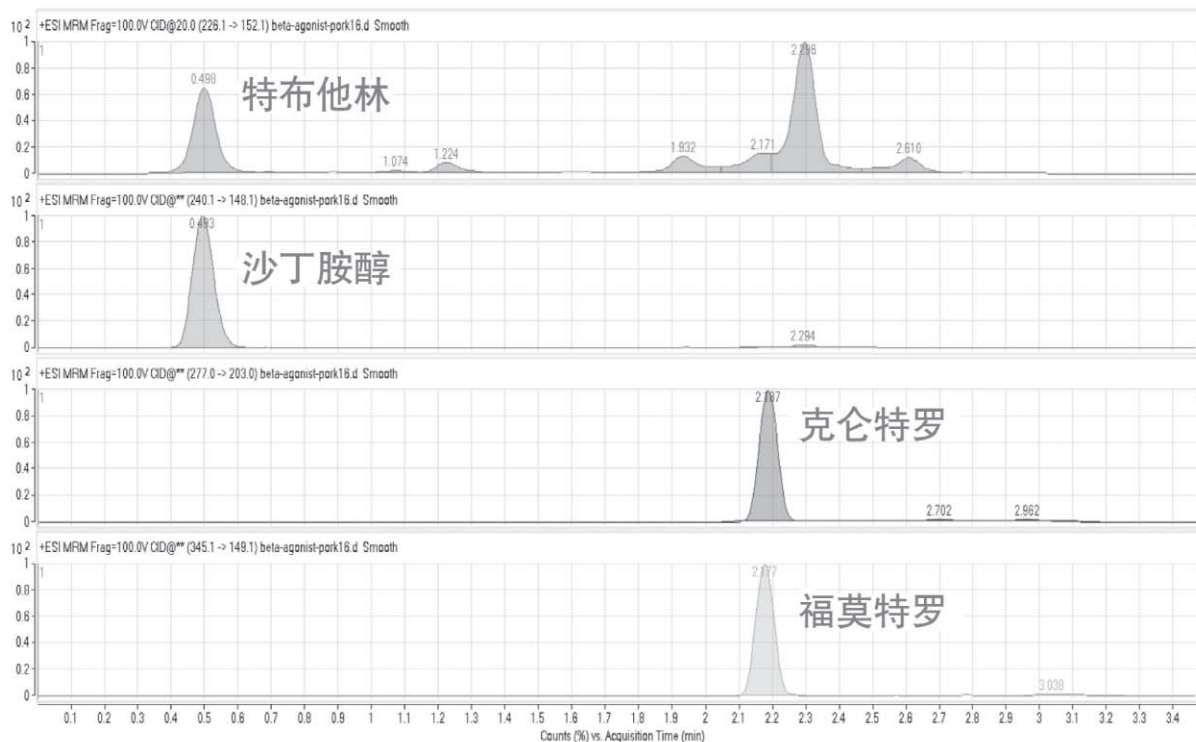


图2. 加标 1.0 ng/g 的猪肉样品萃取物的色谱图

化合物	加标浓度 (ng/g 猪肉)	回收率 (%)	RSD (n=6)
特布他林	0.5	88.7	5.4
	1	98.0	7.2
	2	100.8	5.9
沙丁胺醇	0.5	100.6	1.8
	1	92.9	2.1
	2	97.4	3.9
克仑特罗	0.5	82.3	5.0
	1	91.5	6.3
	2	90.6	4.3
福莫特罗	0.5	85.1	1.9
	1	83.0	4.0
	2	77.9	2.5

表 1. 采用安捷伦 SampliQ SCX 进行固相萃取猪肉中 β_2 -激动剂的回收率和重现性; (部件号: 5982-3236), 平均回收率 90%, 平均相对标准偏差 4.4%

订购信息

Agilent SamliQ SCX 聚合物小柱, 50 x 3 mL 萃取管,
60 mg. 部件号 5982-3236.

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 LC 色谱柱, 50 mm x 2.1 mm,
1.8 μ m. 部件号 959741-906.

如需查看这篇完整的应用报告, 请登录 www.agilent.com/chem/cn 网站查找 5990-4180CHCN

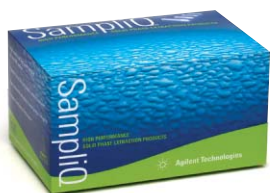
使用 Agilent SampliQ QuEChERS 试剂盒简化样品制备过程并确保优质结果



Agilent SampliQ QuEChERS 试剂盒采用 QuEChERS 方法，简化过程，节省时间并提高效率。与其它 QuEChERS 提取试剂盒不同，SampliQ 的无机盐和缓冲盐预装在脱水包装中，您可以按照标准 QuEChERS 程序，溶解后就可以直接将它们添加到您的样品中。

另外，所有的 QuEChERS 试剂盒都是 Agilent SampliQ 系列 SPE 产品的成员。SampliQ SPE 产品在美国生产制造并严格遵守 ISO-9001 标准，具有您所期待的来自行业领先的色谱仪、色谱柱和消耗品的制造商所能提供的高质量与优异性能。如需获取更多信息，请访问：

www.agilent.com/chem/SampliQ:cn。



如需观看 QuEChERS 标准操作程序直播视频，请访问：

www.agilent.com/chem/quechersdemo

获悉如何使您的食品安全分析水平更上层楼

Agilent SampliQ SPE 产品：

www.agilent.com/chem/SampliQ:cn

安捷伦食品安全检测解决方案：

www.agilent.com/chem/foodsafety:cn



查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus:cn

安捷伦客户服务中心：

免费专线：800-820-3278

400-820-3278（手机用户）

联系我们：

customer-cn@agilent.com

在线购买：

www.agilent.com/chem/store

安捷伦科技大学：

<http://www.lasca-china.com.cn/university>

本资料中涉及的信息、说明和指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2009
2009 年 11 月中国印刷
5990-4917CHCN

色谱柱与消耗品直销电话：

010-64397370

010-64397504

010-64397385



Agilent Technologies