






## QuEChERS 试剂盒

-  NY/T 1380-2007 方法
-  EN 15662 方法
-  AOAC 2007.01 方法





# 目录表



## QuEChERS 简介

- 01 方法概览
- 02 实验流程
- 03 订购信息

## QuEChERS 应用

- 08 QuEChERS EN 方法用于黄瓜中农药多残留的检测
- 12 QuEChERS EN 方法用于菜芯中农药多残留的检测
- 15 QuEChERS EN 方法用于大米中农药多残留的检测
- 19 QuEChERS AOAC 方法用于黄瓜中农药多残留的检测
- 22 QuEChERS AOAC 方法用于菜芯中农药多残留的检测
- 26 QuEChERS AOAC 方法用于大米中农药多残留的检测
- 30 QuEChERS AOAC 方法用于茄子中农药多残留的检测
- 34 QuEChERS 方法用于猪肉中磺胺类药物多残留的检测
- 36 QuEChERS 方法用火锅底料中吗啡的检测
- 38 QuEChERS 方法用火锅底料中罂粟碱的检测
- 40 QuEChERS 方法用于猪肉中激素类药物多残留的检测
- 42 QuEChERS 方法用于猪肉中喹诺酮类多残留的检测
- 44 QuEChERS 方法用于猪肉中氯霉素类药物多残留的检测
- 46 QuEChERS 方法用于猪肉中四环素类药物多残留的检测

## 方法概览

QuEChERS是Michelangelo Anastassiades和Steven J Lehotay等人于2003年提出的一种样品前处理方法，目前已广泛应用于食品、环境水样和土壤污染物检测。

我公司提供灵活的QuEChERS套装，包括不同规格的离心管、提取管、净化管和试剂袋，帮助您快速建立符合标准的检测方法。

### 特点:

- 对大部分农药、兽药和添加剂均有良好的回收率
- 操作步骤少，减少人为误差
- 对操作人员更安全，对环境更友好
- 简单快捷，费用低廉

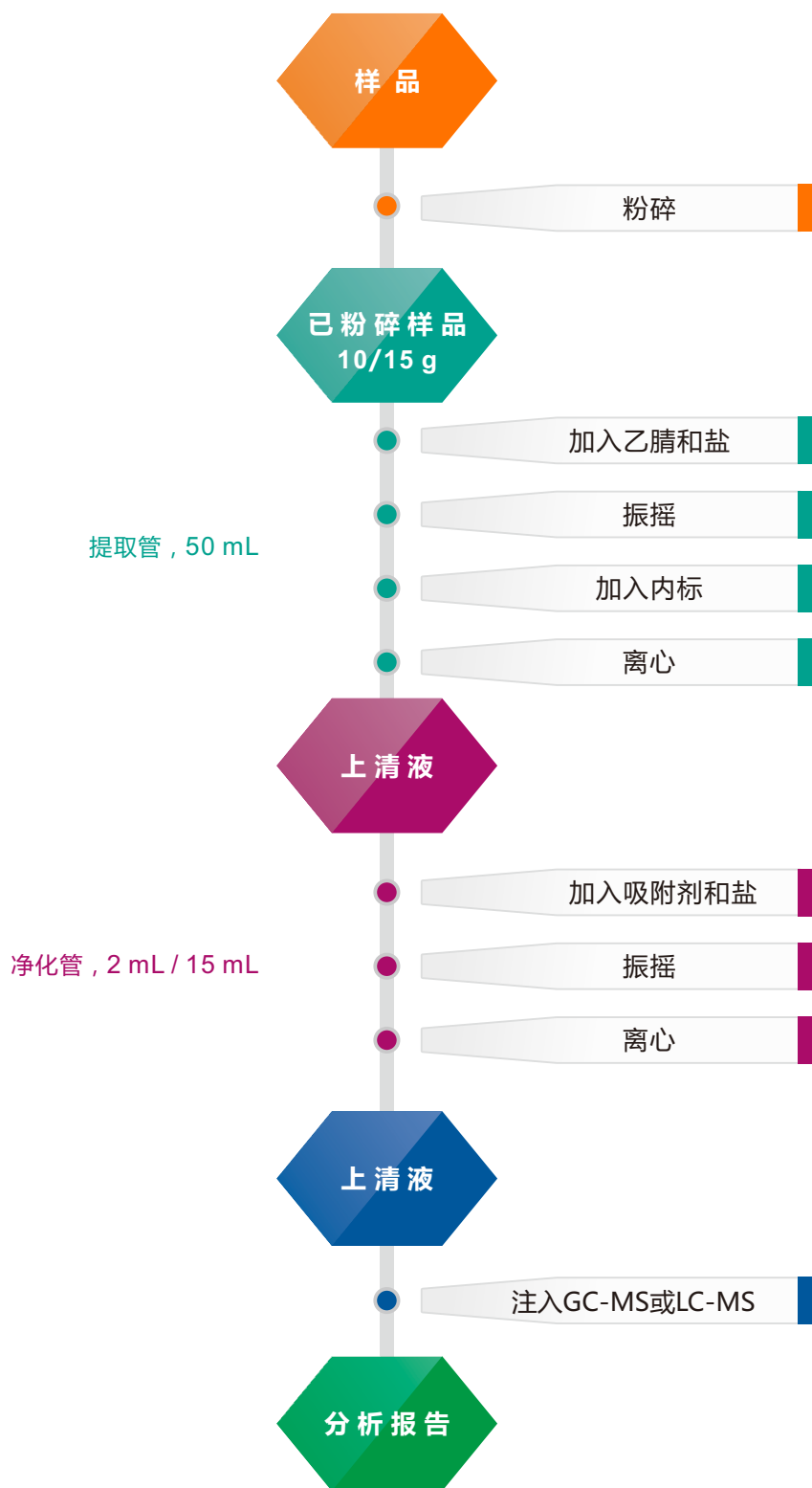
### 相关标准:

QuEChERS产品适用于中国农业部NY/T、美国AOAC和欧盟EN相关方法。

- **NY/T 1380-2007** 蔬菜水果中51种农药多残留的测定 气相色谱-质谱法
- **EN 15662** Foods of plant origin - Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE - QuEChERS-method
- **AOAC Official Method 2007.01** Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate



# 实验流程



## 实验流程

## QuEChERS萃取管

萃取管包括萃取盐包和50 mL离心管，也可以选择配套的陶瓷均质子。

萃取盐包带有预称重的无水萃取盐，其中无水硫酸镁用于除去样品基质中的水份，其他的缓冲盐用于提供适宜的pH，保证一些对碱敏感的农药可以有好的回收率。

当遇到含水量比较大的样品时，缓冲盐会与水发生放热反应，从而影响回收率。我们提供单独萃取盐包，使用者可以在加入有机溶剂后再加入缓冲盐，防止样品局部过热。



- 包装上印有盐包组分，便于选择；采用易撕包装，方便使用；
- 全自动化生产，避免人工称量误差。

## 订购信息

萃取管类型	萃取管规格	萃取盐配方	数量
AOAC 萃取套装 (萃取盐 +50mL 离心管)	50 mL	6 g MgSO <sub>4</sub> 1.5 g 醋酸钠	50/盒
AOAC 萃取盐包 (不含离心管)	50 mL	6 g MgSO <sub>4</sub> 1.5 g 醋酸钠	50/盒
AOAC 萃取盐包 (不含离心管)	50 mL	4 g MgSO <sub>4</sub> 1 g NaCl 1 g 柠檬酸钠 0.5 g 柠檬酸氢二钠	50/盒
EN 萃取盐包 (不含离心管)	50 mL	4 g MgSO <sub>4</sub> 1 g NaCl 1 g 柠檬酸钠 0.5 g 柠檬酸氢二钠	50/盒
早期方法 (萃取盐 +50mL 离心管)	50 mL	4 g MgSO <sub>4</sub> 1 g NaCl	50/盒
早期方法 (不含离心管)	50 mL	4 g MgSO <sub>4</sub> 1 g NaCl	50/盒
陶瓷均质子	50 mL	适用于50mL 萃取管的陶瓷均质子	100/盒

## QuEChERS净化管

QuEChERS净化管包括吸附剂、无水硫酸镁和对应的2mL及15mL离心管。也可以选择配套的陶瓷均质子。

常用的吸附剂有PSA/C18/GCB等，其中PSA用于去除样本中的脂肪酸和有机酸，C18用于去除样本中的脂肪，GCB用于去除样本中的色素。因此可以根据样本的不同，选择不同配比的吸附剂。

### AOAC 2007.01 方法:

应用	组成	规格	包装
一般水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 部分糖和脂类	50 mg PSA 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	400 mg PSA 1200 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
含脂和蜡的水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 某些糖类, 多数脂类和固醇类	50 mg PSA 50 mg C18 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	400 mg PSA 400 mg C18 1200 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
含色素的水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 某些糖类和 脂类, 以及类胡萝卜素和叶绿素	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
含脂肪和色素的水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 某些糖类和脂 类, 以及类胡萝卜素和叶绿素	50 mg PSA 50 mg C18 50 mg GCB 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	400 mg PSA 400 mg C18 400 mg GCB 1200 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
其他食品方法: 去除生物基质干扰, 包括疏水 物质(脂肪, 脂类)和蛋白质	25 mg C18 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	150 mg C18 900 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
所有食品类型: 去除几乎所有基质干扰物, 包括 极性有机酸, 脂类, 糖类, 蛋白 质	50 mg PSA 50 mg C18 7.5 mg GCB 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	400mg PSA 400 mg C18 45 mg GCB 1200 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒

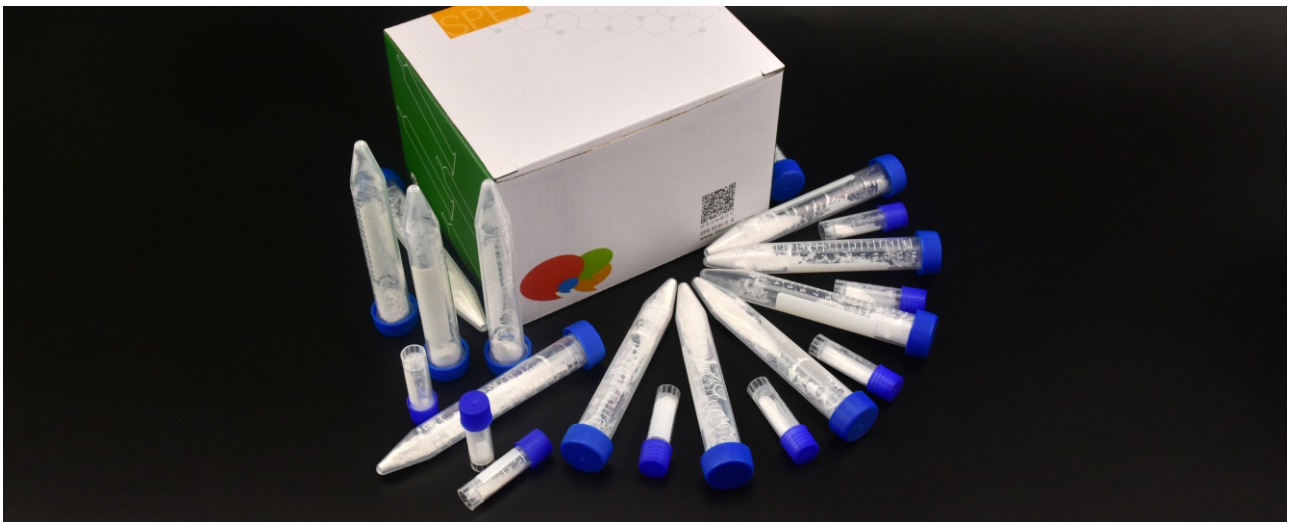
### NY/T 1380-2007 方法:

应用	组成	规格	包装	货号
净化管:	100 mg PSA 100 mg C18 300 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒	COQ015026

## EN 15662 方法:

应用	组成	规格	包装
一般水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 部分糖和脂类	25 mg PSA 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	150 mg PSA 900 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
含脂和蜡的水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 某些糖类, 多数脂类和固醇类	25 mg PSA 25 mg C18 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	150 mg PSA 150 mg C18 900 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
含色素的水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 某些糖类和 脂类, 以及类胡萝卜素和叶绿素	25 mg PSA 2.5 mg GCB 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	150 mg PSA 15 mg GCB 900 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒
高色素含量的水果和蔬菜: 去除极性有机酸, 某些糖类和 脂类, 以及高含量的类胡萝卜素和 叶绿素	25 mg PSA 7.5 mg GCB 150 mg MgSO <sub>4</sub>	2 mL	100 支/盒
	150 mg PSA 45 mg GCB 900 mg MgSO <sub>4</sub>	15 mL	50 支/盒

类型	规格	应用	包装	货号
陶瓷均质子	15 mL	适用于15mL 萃取管的陶瓷均质子	100/包	009902B
陶瓷均质子	2 mL	适用于2mL 萃取管的陶瓷均质子	100/包	009901B

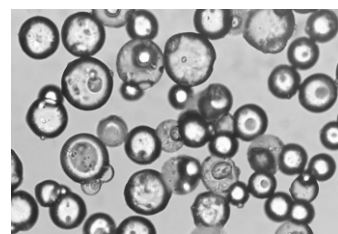
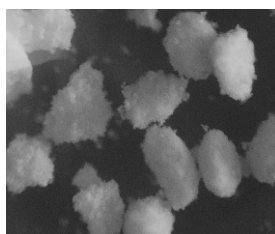
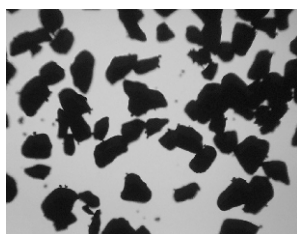


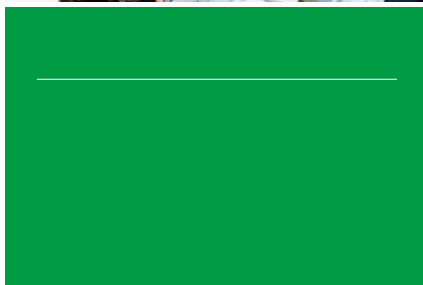


## QuEChERS散装填料

我们提供高品质的QuEChERS散装填料，均经过实验室应用评价，您可以根据实验的需要自行选择配比。

填料类型	参数	包装
PSA	碳含量：8% 粒径：50-75 $\mu\text{m}$	比表面积：500 $\text{m}^2/\text{g}$ 平均孔径：100 $\text{\AA}$ 100 g
C18	碳含量：17.6% 粒径：40-60 $\mu\text{m}$	比表面积：300 $\text{m}^2/\text{g}$ 平均孔径：120 $\text{\AA}$ 100 g
Carb-GCB	比表面积：100 $\text{m}^2/\text{g}$ 粒径：100-200 目	50 g
无水硫酸镁	分析纯	1 Kg
乙酸钠	分析纯	1 Kg
氯化钠	分析纯	1 Kg
柠檬酸钠	分析纯	1 Kg
柠檬酸氢二钠	分析纯	1 Kg





# QuEChERS EN方法用于黄瓜中农药多残留的检测

## 一、实验目的

®

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法, 检测蔬菜水果中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用一般基质的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

## 三、参考标准

《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin—Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE—QuEChERS-method》。

## 四、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050010)。

QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015022)。

®

®

## 五、实验步骤

### 1、样品提取

将黄瓜在-18 °C下冷冻, 彻底粉碎。准确称取已粉碎好的黄瓜10.0 g于50 mL离心管中, 加入10 mL乙腈, 振荡 1 min; 再加入QuEChERS萃取盐包 (4 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g柠檬酸钠和0.5 g柠檬酸氢二钠), 用力振荡1 min, 4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层乙腈层6 mL至15 mL QuEChERS净化管(900 mg MgSO<sub>4</sub>和150 mg PSA)中, 涡旋1 min, 4000 r/min离心5 min。取上清液1 mL, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

### 3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器: Agilent 7890A

色谱柱: Agilent J&W HP-5, 30 m × 0.32 mm, 0.25 μm或者相当者

进样口温度: 220 °C

检测器温度: 300 °C

升温程序:

180 °C(保持2 min)

以10 °C/min升温到230 °C(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)

以25 °C/min升温到270 °C(保持1.6 min)

载气: 氦气  
流速: 1.6 mL/min  
进样方式: 分流进样, 分流比10:1

2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)

质谱仪: API 4000

流动相: A: 0.1% HCOOH + 10 mM 乙酸铵(取1 mL HCOOH和0.77 g 乙酸铵至1 L水溶液中)

B: 甲醇

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 梯度洗脱条件

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40 °C

进样体积: 5 μL

离子源: 电喷雾(ESI)

扫描模式: 正离子模式

检测方式: 多反应监测(MRM)

表2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	ON

表3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1>89.1	30	10	22	12
		208.1>116	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3>123.1	48	10	16	12
		222.3>165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1>86.2	69	10	21	12
		223.1>148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1>132.2	60	10	13	12
		207.1>89.1	60	10	22	12

啉虫脒	6.83	223.4>126.1	70	10	29	12
		223.4>90	70	10	46	12
甲萘威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1>160.1	68	10	34	12
		192.1>132.2	68	10	42	12

## 六、实验结果

### 1、黄瓜中农药多残留的添加回收结果

表4 0.2 mg/kg黄瓜中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
α-666	97.5	91.0	89.5	92.7	4.59
β-666	101.5	94.0	91.5	95.7	5.44
γ-666	100.5	94.5	91.0	95.3	5.04
δ-666	98.5	96.5	95.4	96.8	1.62
p,p'-DDE	90.0	86.0	83.0	86.3	4.07
p,p'-DDD	100.5	91.2	91.0	94.2	5.76
p,p'-DDT	101.0	100.0	92.0	97.7	5.05
o,p'-DDT	100.0	98.5	89.0	95.8	6.22
五氯硝基苯	104.0	102.5	97.0	101.2	3.64
乙烯菌核利	85.2	82.5	86.5	84.7	2.41
腐霉利	115.0	112.0	110.0	12.3	2.24
联苯菊酯	96.5	94.5	89.5	93.5	3.86
甲氰菊酯	105.0	103.5	96.0	101.5	4.75
高效氟氯氰菊酯	96.2	94.3	89.8	93.4	3.52
氟氯氰菊酯	91.1	102.2	89.5	94.3	7.34
氯氰菊酯	91.5	92.1	85.9	89.8	3.81
氟氰戊菊酯	100.8	92.1	102.5	98.5	5.67
氰戊菊酯	106.1	116.5	112.0	111.5	4.68
氟胺氰菊酯	116.5	107.0	114.0	112.5	4.38
溴氰菊酯	102.5	93.4	104.8	100.2	6.01

表5 0.05 mg/kg黄瓜中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	92.0	100.0	101.2	97.7	5.12
克百威	94.0	95.6	91.4	93.7	2.26
灭多威	100.0	94.4	89.0	94.5	5.82
涕灭威砒	94.0	94.2	91.4	93.2	1.68
涕灭威亚砒	99.4	95.0	89.5	94.6	5.24
啉虫脒	103.6	102.6	92.8	99.7	5.99
甲萘威	95.2	93.8	92.5	93.8	1.44
多菌灵	97.6	96.4	95.6	96.5	1.46

## 2、黄瓜中农药多残留检测色谱图

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

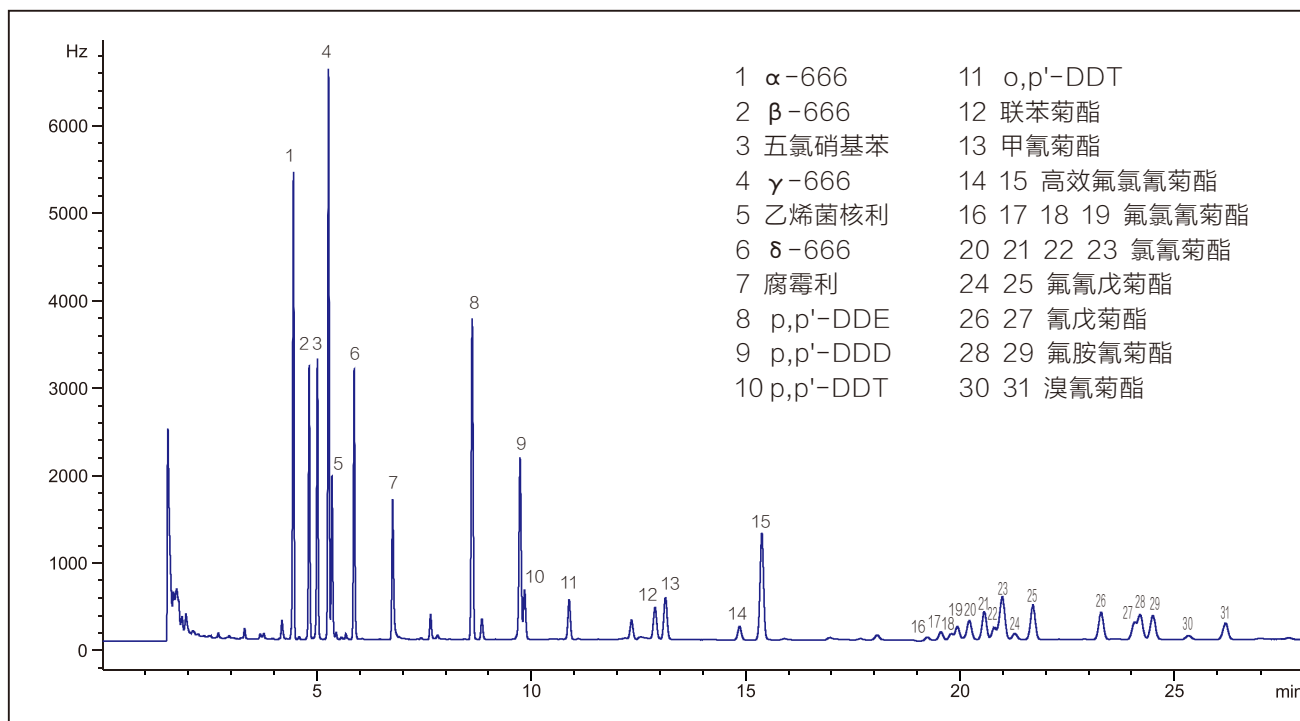
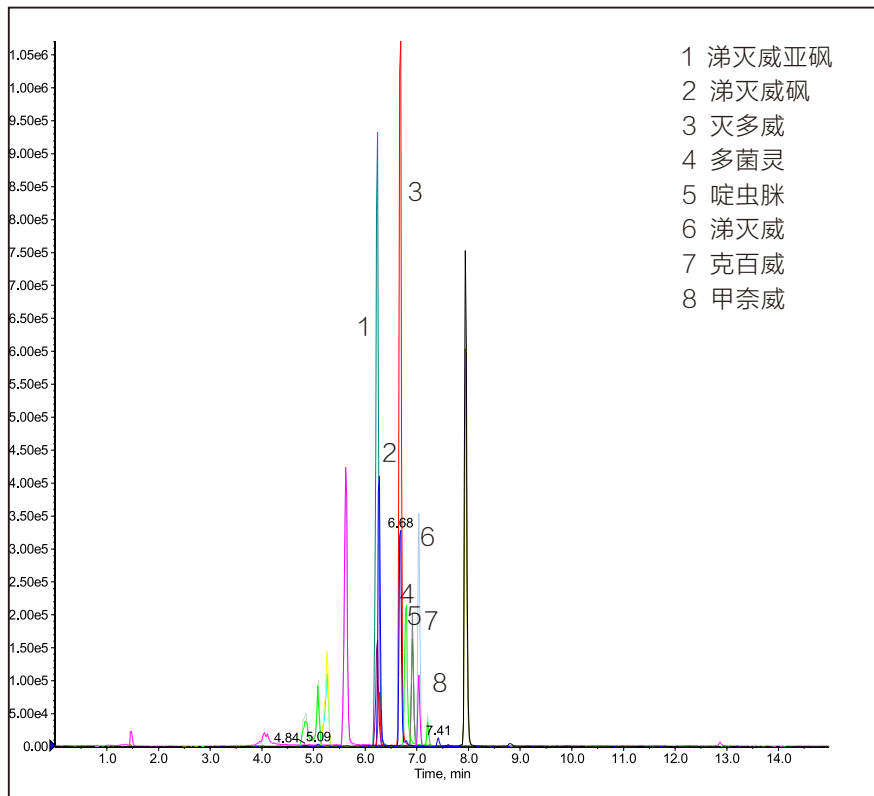


图2 添加水平为0.05 mg/kg黄瓜中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



QUECHERS 应用

# QuEChERS EN方法用于菜芯中农药多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取（QuEChERS）法作为样品的前处理方法，GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法，检测蔬菜水果中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于含色素较多的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

## 三、参考标准

《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin—Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE—QuEChERS-method》。

## 四、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050010)。  
QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015024)。

## 五、实验步骤

### 1、样品提取

将菜芯在-18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取已粉碎好的菜芯10.0 g于50 mL离心管中，加入10 mL乙腈，振摇1 min；再加入QuEChERS萃取盐包（4 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g柠檬酸钠和0.5 g柠檬酸氢二钠），用力振摇1 min，4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

首先在15 mL QuEChERS净化管(900 mgMg SO<sub>4</sub>、150 mg PSA和45 mg GCB)中加入2 mL甲苯，混匀，然后再取待净化的上层乙腈层6 mL至15 mL QuEChERS净化管中，涡旋1 min，4000 r/min离心5 min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5, 30 m × 0.32 mm, 0.25 μm或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：

180℃(保持2 min)

以10℃/min升温到230℃(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)  
以25 °C/min升温到270 °C(保持1.6 min)  
载气: 氦气  
流速: 1.6 mL/min  
进样方式: 分流进样, 分流比10:1

## 2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)  
质谱仪: API 4000  
流动相: A: 0.1% HCOOH+10 mM乙酸铵(取1 mL HCOOH和0.77 g乙酸铵至1 L水溶液中)  
B: 甲醇溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40 °C

进样体积: 5 μL

离子源: 电喷雾(ESI)

扫描模式: 正离子模式

检测方式: 多反应监测(MRM)

表2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	ON

表3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1>89.1	30	10	22	12
		208.1>116	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3>123.1	48	10	16	12
		222.3>165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12



涕灭威砒	6.25	223.1>86.2	69	10	21	12
		223.1>148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1>132.2	60	10	13	12
		207.1>89.1	60	10	22	12
啶虫脒	6.83	223.4>126.1	70	10	29	12
		223.4>90	70	10	46	12
甲萘威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12

## 六、实验结果

### 1、0.26 mg/kg菜芯中农药多残留的添加回收结果

表4 0.26 mg/kg菜芯中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
α-666	92.5	95.5	93.5	93.8	1.63
β-666	93.0	98.1	95.5	95.5	2.67
γ-666	96.0	95.5	93.0	94.8	1.69
δ-666	98.0	95.5	95.0	96.2	1.67
p,p'-DDE	87.0	89.5	87.5	88.0	1.50
p,p'-DDD	91.5	98.2	96.5	95.4	3.65
p,p'-DDT	102.5	105.0	98.0	101.8	3.48
o,p'-DDT	99.5	97.5	97.5	98.2	1.18
五氯硝基苯	84.0	87.5	83.6	85.0	2.52
乙烯菌核利	85.2	82.5	88.5	85.4	3.52
腐霉利	102.5	99.8	99.0	100.4	1.83
联苯菊酯	91.5	90.5	87.5	89.8	2.32
甲氰菊酯	103.0	100.0	96.0	99.7	3.52
高效氟氯氰菊酯	96.2	93.5	95.6	95.1	1.49

表5 0.06 mg/kg菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	91.2	85.7	90.6	89.2	3.38
克百威	99.6	91.6	90.4	93.9	5.33
灭多威	94.4	90.4	88.4	91.1	3.35
涕灭威砒	96.4	91.0	90.8	92.7	3.43
涕灭威亚砒	94.0	88.0	91.0	91.0	3.30
啶虫脒	102.0	94.0	92.8	96.3	5.20
甲萘威	82.0	74.0	80.0	78.7	5.29

# QuEChERS EN方法用于大米中农药多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取（QuEChERS）法作为样品的前处理方法，GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法，检测大米中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于含脂类和蜡类物质较多的水果、蔬菜和谷物等中农药多残留检测及确证。

## 三、参考标准

《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin—Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE—QuEChERS-method》。

## 四、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050010)。  
QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015032)。

## 五、实验步骤

### 1、样品提取

将大米在-18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的大米10.0 g于50 mL离心管中，加入10 mL乙腈，振摇1 min;再加入QuEChERS萃取盐包（4 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g柠檬酸钠和0.5 g柠檬酸氢二钠），用力振摇1 min，4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层乙腈层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(900 mg MgSO<sub>4</sub>、150 mg PSA和150 mg C18)中，涡旋1 min，4000 r/min离心5 min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5，30 m × 0.32 mm，0.25 μm或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：

180℃(保持2 min)

以10℃/min升温到230℃(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)  
以25 °C/min升温到270 °C(保持1.6 min)  
载气: 氦气  
流速: 1.6 mL/min  
进样方式: 分流进样, 分流比10:1

## 2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)  
质谱仪: API 4000  
流动相: A: 0.1% HCOOH+10 mM乙酸铵(取1 mL HCOOH和0.77 g乙酸铵至1 L水溶液中)  
B: 甲醇  
洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min  
柱温: 40 °C  
进样体积: 5 μL  
离子源: 电喷雾(ESI)  
扫描模式: 正离子模式  
检测方式: 多反应监测(MRM)

表2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	ON

表3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1>89.1	30	10	22	12
		208.1>116	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3>123.1	48	10	16	12
		222.3>165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12

涕灭威砒	6.25	223.1>86.2	69	10	21	12
		223.1>148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1>132.2	60	10	13	12
		207.1>89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1>160.1	68	10	34	12
		192.1>132.2	68	10	42	12

## 六、实验结果

### 1、大米中农药多残留的添加回收结果

表4 0.2 mg/kg大米中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	82.0	81.0	83.0	82.00	1.22
百菌清	84.0	86.0	91.5	87.17	4.46
乙烯菌核利	84.0	81.5	84.0	83.17	1.74
三唑酮	103.5	99.0	102.5	101.67	2.32
腐霉利	98.4	94.5	97.5	96.80	2.11
异菌脲	103.5	98.0	100.0	100.50	2.77
联苯菊酯	107.5	101.5	107.5	105.50	3.28
甲氰菊酯	86.5	81.5	85.0	84.33	3.04
高效氟氯氰菊酯	92.0	87.5	88.4	89.30	2.67
氟氯氰菊酯	87.6	85.45	85.8	86.28	1.34
氯氰菊酯	71.5	76.85	71.2	73.18	4.34
氟氰戊菊酯	131.2	123.2	124.5	126.30	3.40
氰戊菊酯	102.5	98.5	88.0	96.33	7.77
氟胺氰菊酯	92.9	90.4	90.7	91.33	1.49
溴氰菊酯	117.5	111.5	109.0	112.67	3.88

表5 0.05 mg/kg大米中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	94.6	93.6	99.2	95.80	3.12
克百威	89.6	91.6	91.2	90.80	1.17
灭多威	107.6	114.4	111.2	111.07	3.06
多菌灵	75.8	82.0	82.6	80.13	4.70
涕灭威砒	97.2	104.4	101.2	100.93	3.57
涕灭威亚砒	93.0	100.0	101.6	98.20	4.66
甲萘威	86.6	85.8	92.6	88.33	4.21

## 2、大米中农药多残留检测色谱图

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

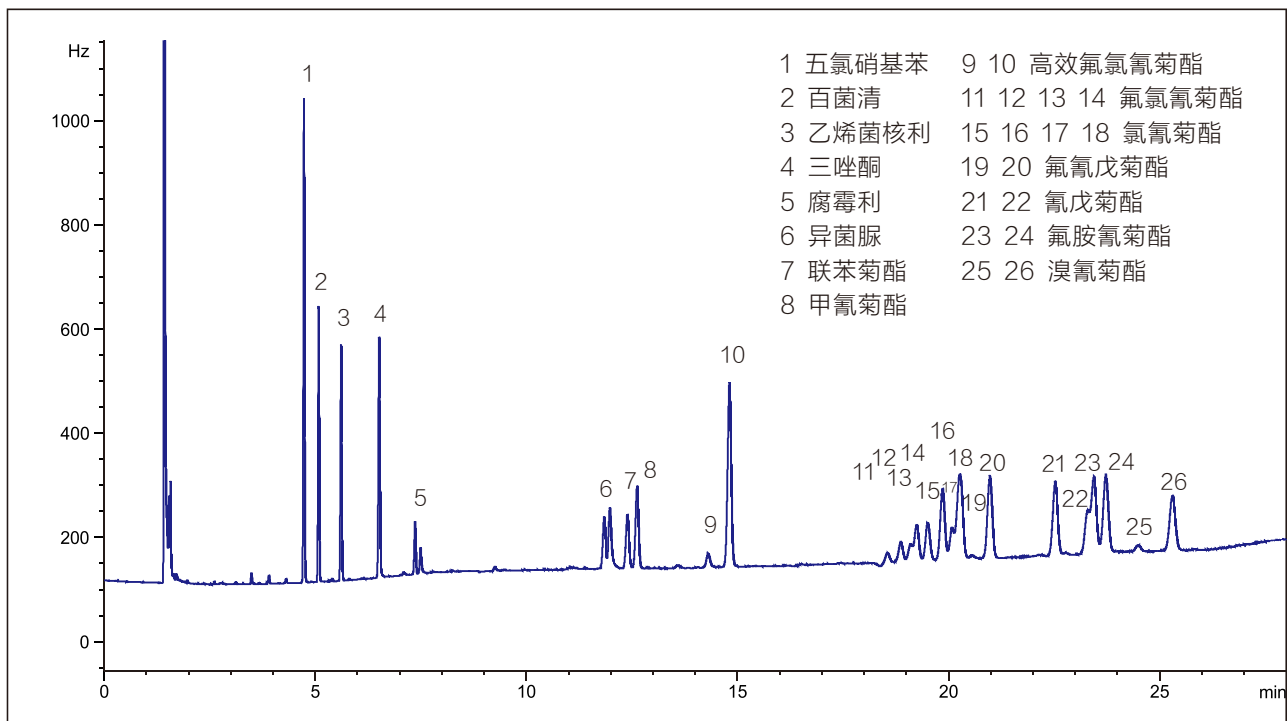
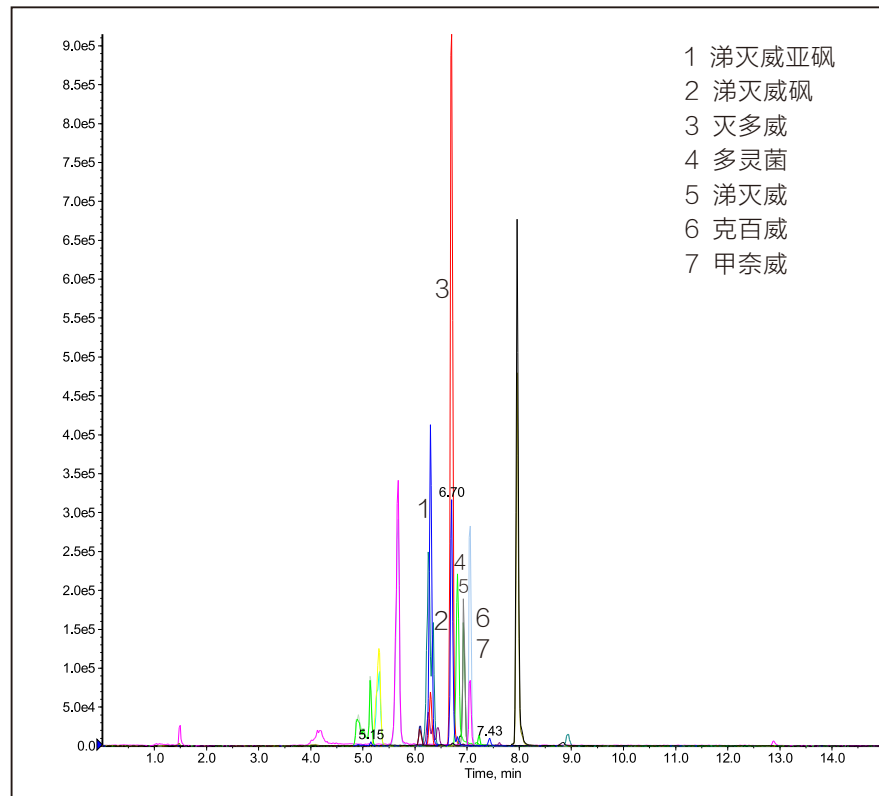


图2 添加水平为0.05 mg/kg大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



QUECHERS 应用

# QuEChERS AOAC方法用于黄瓜中农药多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取（QuEChERS）法作为样品的前处理方法，LC-MS/MS法作为分析方法，检测黄瓜中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于一般基质的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

## 三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

## 四、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050020)。  
QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015031)。

## 五、实验步骤

### 1、样品提取

将黄瓜在-18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的黄瓜15.0 g于50 mL离心管中，加入15 mL 1%乙酸乙腈溶液，再加入QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇1 min，4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层乙腈层8 mL于15 mL QuEChERS净化管(1.2 g MgSO<sub>4</sub>和400 mg PSA)中，涡旋1 min，4000 r/min离心5 min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、LC-MS/MS仪器条件

色谱柱：Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)

质谱仪：API 4000

流动相：A:0.1% HCOOH+10 mM乙酸铵(取1 mL HCOOH和0.77 g乙酸铵至1 L水溶液中)

B:甲醇

洗脱方式：梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40 °C

进样体积: 5 µL

离子源: 电喷雾(ESI)

扫描模式: 正离子模式

检测方式: 多反应监测(MRM)

表2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	ON

表3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1>89.1	30	10	22	12
		208.1>116	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3>123.1	48	10	16	12
		222.3>165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12
涕灭威砒	6.25	223.1>86.2	69	10	21	12
		223.1>148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1>132.2	60	10	13	12
		207.1>89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1>160.1	68	10	34	12
		192.1>132.2	68	10	42	12

## 六、实验结果

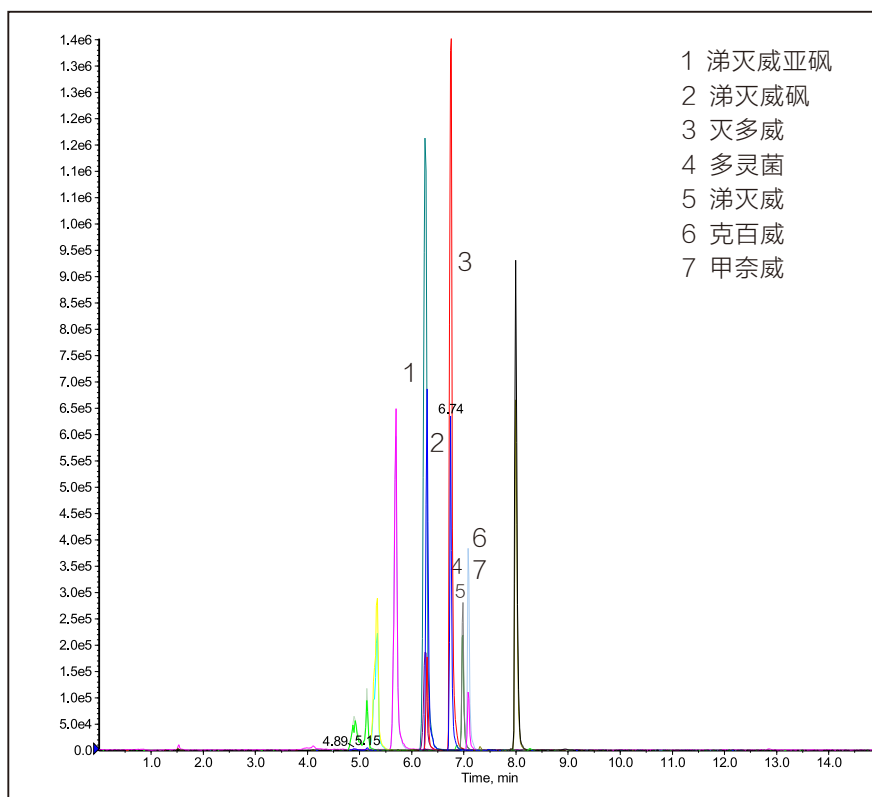
### 1、0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留的添加回收率结果

表4 0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	101.6	94.2	104.2	100.0	5.19
克百威	110.6	117.0	117.2	114.9	3.27
灭多威	111.8	104.4	108.4	108.2	3.42
多菌灵	98.0	92.0	94.6	94.9	3.17
涕灭威砒	118.0	113.0	110.0	113.7	3.56
涕灭威亚砒	100.8	95.2	98.6	98.2	2.87
甲萘威	110.2	99.4	96.2	101.9	7.20

## 2、添加水平为0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留检测色谱图

图1 添加水平为0.05 mg/kg黄瓜中农药多残留检测色谱图





# QuEChERS AOAC方法用于菜芯中农药多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取（QuEChERS）法作为样品的前处理方法，GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法，检测菜芯中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于含色素较多的水果和蔬菜中农药多残留检测及确证。

## 三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

## 四、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050020)。

QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015036)。

## 五、实验步骤

### 1、样品提取

将菜芯在-18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的菜芯15.0 g于50 mL离心管中，加入15 mL 1%乙酸乙腈溶液，混匀，再加入QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇1 min，4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

首先在15 mL QuEChERS净化管(1.2 g MgSO<sub>4</sub>、400 mg PSA和400 mg GCB)中加入3 mL甲苯，取待净化的上层乙腈层8 mL于15 mL QuEChERS净化管中，涡旋1 min，4000 r/min离心5 min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器：Agilent 7890A

色谱柱：Agilent J&W HP-5，30 m × 0.32 mm，0.25 μm或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：

180℃(保持2 min)

以10℃/min升温到230℃(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)  
以25 °C/min升温到270 °C(保持1.6 min)  
载气: 氦气  
流速: 1.6 mL/min  
进样方式: 分流进样, 分流比10:1

## 2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)  
质谱仪: API 4000  
流动相: A: 0.1% HCOOH+10 mM乙酸铵(取1 mL HCOOH和0.77 g乙酸铵至1 L水溶液中)  
B: 甲醇溶液  
洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min  
柱温: 40 °C  
进样体积: 5 μL  
离子源: 电喷雾(ESI)  
扫描模式: 正离子模式  
检测方式: 多反应监测(MRM)

表2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	ON

表3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1>89.1	30	10	22	12
		208.1>116	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3>123.1	48	10	16	12
		222.3>165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12

涕灭威砒	6.25	223.1>86.2	69	10	21	12
		223.1>148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1>132.2	60	10	13	12
		207.1>89.1	60	10	22	12
甲萘威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12

## 六、实验结果

### 1、菜芯中农药多残留的添加回收结果

表4 0.1 mg/kg菜芯中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
乙烯菌核利	101.1	89.1	90.9	93.7	6.91
三唑酮	113.0	114.5	106.2	111.2	3.98
腐霉利	87.6	84.7	82.4	84.9	3.07
异菌脲	119.8	115.1	122.9	119.3	3.29
联苯菊酯	114.9	108.6	108.3	110.6	3.37
甲氰菊酯	91.4	89.4	85.5	88.8	3.38
高效氟氯氰菊酯	105.2	114.1	110.9	110.1	4.10
氟氯氰菊酯	108.1	104.2	101.5	104.6	3.17
氯氰菊酯	77.3	78.8	70.2	75.4	6.09
氟氰戊菊酯	93.3	82.2	84.8	86.8	6.69
氰戊菊酯	107.8	100.8	104.7	104.4	3.36
氟胺氰菊酯	82.1	80.1	87.4	83.2	4.53
溴氰菊酯	113.3	108.2	105.3	108.9	3.72

表5 0.05 mg/kg菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	102.2	110.6	111.2	108.0	4.66
克百威	110.4	116.4	119.8	115.5	4.12
灭多威	104.6	108.4	110.0	107.7	2.58
涕灭威砒	106.2	107.4	111.6	108.4	2.62
涕灭威亚砒	88.6	81.6	87.0	85.7	4.28
甲萘威	101.4	102.4	100.6	101.5	0.89

### 2、菜芯中农药多残留检测色谱图

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

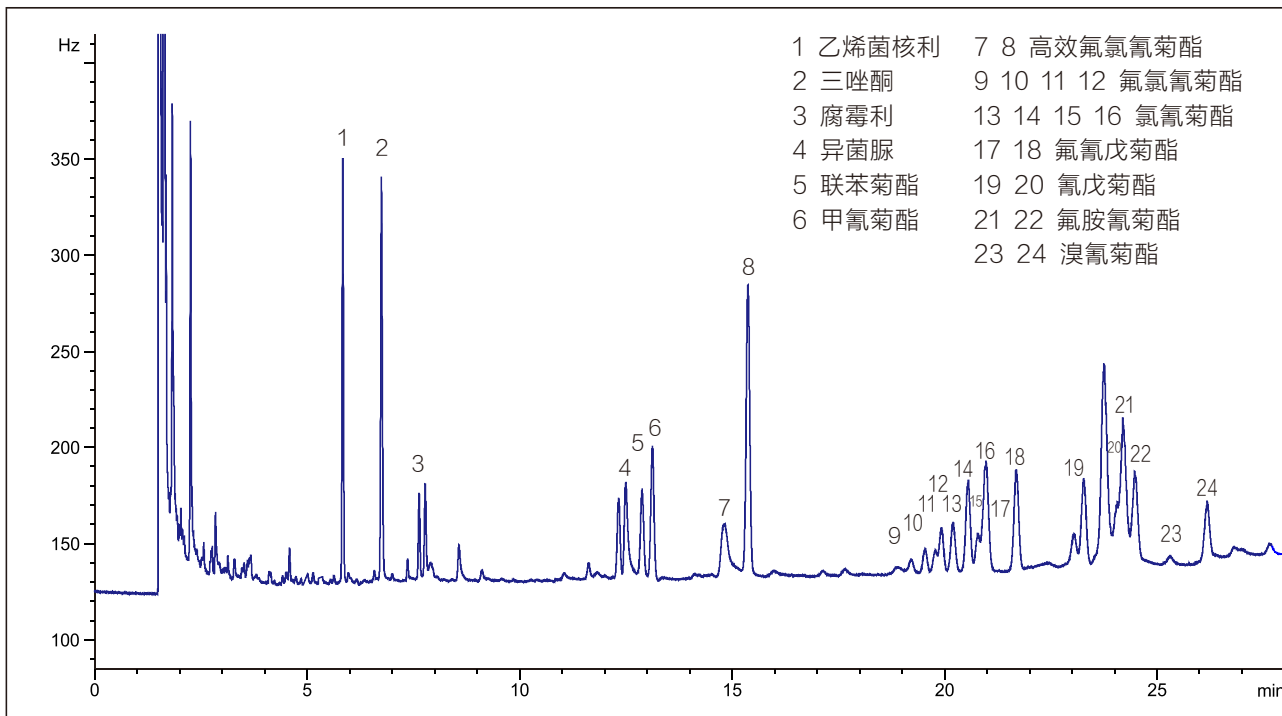
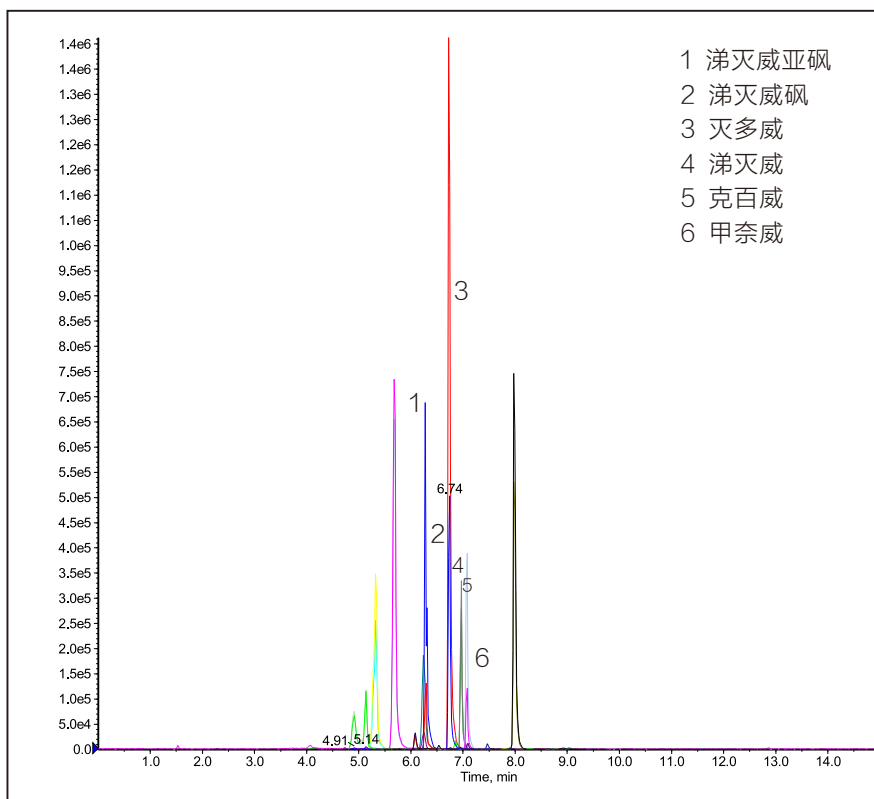


图2 添加水平为0.05 mg/kg菜芯中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



# QuEChERS AOAC方法用于大米中农药多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取（QuEChERS）法作为样品的前处理方法，GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法，检测大米中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于含脂类和蜡类物质较多的水果、蔬菜和谷物等中农药多残留检测及确证。

## 三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

## 四、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050020)。

QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015033)。

## 五、实验步骤

### 1、样品提取

将大米在-18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的大米15.0 g于50 mL离心管中，加入15 mL 1%乙酸乙腈溶液，再加入QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇1 min，4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、净化管净化

取待净化的上层乙腈层8 mL于15 mL QuEChERS净化管(1.2 g MgSO<sub>4</sub>、400 mg PSA和400 mg C18)中，涡旋1 min，4000 r/min离心5 min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器：Agilent 7890A

色谱柱：HP-5柱；30 m×0.32 mm×0.25 μm或者相当者

进样口温度：220℃

检测器温度：300℃

升温程序：

180℃(保持2 min)

以10℃/min升温到230℃(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)  
以25 °C/min升温到270 °C(保持1.6 min)  
载气: 氦气  
流速: 1.6 mL/min  
进样方式: 分流进样, 分流比10:1

## 2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)  
质谱仪: API 4000  
流动相: A: 0.1% HCOOH+10 mM乙酸铵(取1 mL HCOOH和0.77 g乙酸铵至1 L水溶液中)  
B: 甲醇

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min

柱温: 40 °C

进样体积: 5 μL

离子源: 电喷雾(ESI)

扫描模式: 正离子模式

检测方式: 多反应监测(MRM)

表2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	ON

表3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1>89.1	30	10	22	12
		208.1>116	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3>123.1	48	10	16	12
		222.3>165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12

涕灭威砒	6.25	223.1>86.2	69	10	21	12
		223.1>148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1>132.2	60	10	13	12
		207.1>89.1	60	10	22	12
甲奈威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12
多菌灵	6.82	192.1>160.1	68	10	34	12
		192.1>132.2	68	10	42	12

## 六、实验结果

### 1、大米中农药多残留的添加回收结果

表4 0.2 mg/kg大米中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	92.0	101.5	103.3	98.9	6.14
乙烯菌核利	93.5	100.4	102.2	98.7	4.65
三唑酮	114.5	122.5	126.5	121.2	5.04
腐霉利	81.5	84.5	86.1	84.0	2.78
异菌脲	113.0	109.0	113.5	111.8	2.21
联苯菊酯	120.5	120.0	122.0	120.8	0.86
甲氰菊酯	100.5	99.3	101.5	100.4	1.10
高效氟氯氰菊酯	101.5	100.6	102.5	101.5	0.94
氟氯氰菊酯	101.7	96.7	96.3	98.2	3.06
氯氰菊酯	78.7	70.2	70.9	73.3	6.44
氟氰戊菊酯	126.0	130.0	119.5	125.2	4.23
氰戊菊酯	110.0	99.5	111.4	107.0	6.08
氟胺氰菊酯	100.5	100.2	97.45	99.4	1.69
溴氰菊酯	122.5	111.6	120.0	118.0	4.84

表5 0.05 mg/kg大米中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	111.2	118.6	117.6	115.8	3.47
克百威	92.6	85.2	93.4	90.4	5.00
灭多威	90.0	101.4	98.2	96.5	6.09
多菌灵	70.6	79.4	70.2	73.4	7.08
涕灭威砒	107.2	114.0	111.6	110.9	3.11
涕灭威亚砒	114	119.8	117.8	117.2	2.51
甲奈威	92.4	98.4	92.0	94.3	3.80

### 2、大米中农药多残留检测色谱图

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

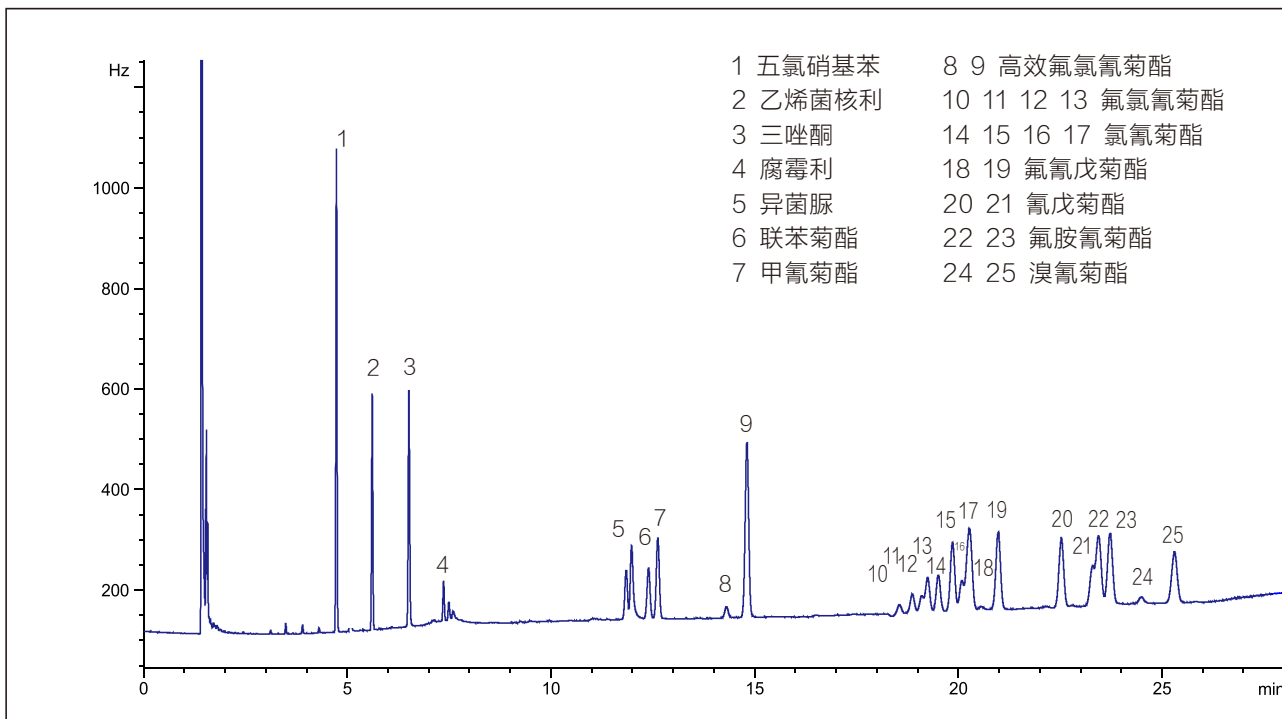
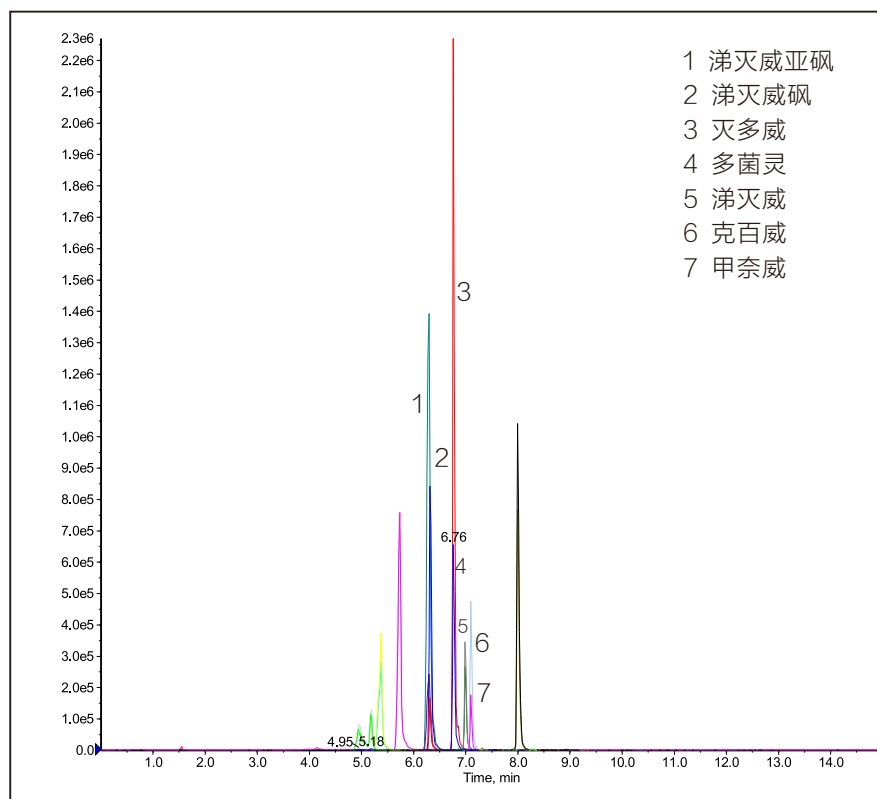


图2 添加水平为0.05 mg/kg大米中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图





# QuEChERS AOAC方法用于茄子中农药多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取（QuEChERS）法作为样品的前处理方法，GC-ECD和LC-MS/MS法作为分析方法，检测茄子中的农药多残留。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于含脂肪和色素较多的蔬菜水果中农药多残留检测及确证。

## 三、参考标准

《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》。

## 四、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat. No. COQ050020)。  
QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015040)。

## 五、实验步骤

### 1、样品提取

将茄子在-18℃下冷冻，彻底粉碎。准确称取粉碎好的茄子15.0 g于50 mL离心管中，加入15 mL 1%乙酸乙腈溶液，混匀，再加入QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇1 min，4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

首先15 mL QuEChERS净化管(1.2 g MgSO<sub>4</sub>、400 mg PSA、400 mg GCB和400 mg C18)中加入3 mL 甲苯，取待净化的上层乙腈层8 mL于15 mL QuEChERS净化管中，涡旋1 min，4000 r/min离心5 min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、仪器条件

1.GC-ECD条件

气相仪器：Agilent 7890A

色谱柱：HP-5柱；30 m × 0.32 mm × 0.25 μm或者相当者

进样口温度：220 °C

检测器温度：300 °C

升温程序：

180 °C(保持2 min)

以10 °C/min升温到230 °C(保持2 min)

以2 °C/min升温到260 °C(保持2 min)  
以25 °C/min升温到270 °C(保持1.6 min)  
载气: 氦气  
流速: 1.6 mL/min  
进样方式: 分流进样, 分流比10:1

## 2.LC-MS/MS条件

色谱柱: Venusil ASB C18(2.1 mm × 150 mm, 5 μm)  
质谱仪: API 4000  
流动相: A: 0.1% HCOOH+10 mM乙酸铵(取1 mL HCOOH和0.77 g乙酸铵至1 L水溶液中)  
B: 甲醇  
洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	95	5
1.50	95	5
6	5	95
11	5	95
11.01	95	5
15	95	5

流速: 0.35 mL/min  
柱温: 40 °C  
进样体积: 5 μL  
离子源: 电喷雾(ESI)  
扫描模式: 正离子模式  
检测方式: 多反应监测(MRM)

表2 质谱仪离子源参数

Source/Gas	
Collision Gas(CAD)	6
Curtain Gas(CUR)	12
Ion Source Gas 1(GS1)	50
Ion Source Gas 2(GS2)	50
Ion Spray Voltage(IS)	5500
Temperature(TEM)	550
Interface Heater(ihe)	ON

表3 氨基甲酸酯类农药各组分名称、保留时间及母离子和子离子检测离子对

物质名称	保留时间 (min)	检测离子对	DP	EP	CE	CXP
涕灭威	7.06	208.1>89.1	30	10	22	12
		208.1>116	30	10	10	12
克百威	7.13	222.3>123.1	48	10	16	12
		222.3>165.2	48	10	31	12
灭多威	6.51	163.2>88.1	36	10	15	12
		163.2>106.1	36	10	12	12

涕灭威砒	6.25	223.1>86.2	69	10	21	12
		223.1>148.1	69	10	13	12
涕灭威亚砒	6.10	207.1>132.2	60	10	13	12
		207.1>89.1	60	10	22	12
甲奈威	7.18	202.1>145.2	58	10	12	12
		202.1>127.1	58	10	40	12

## 六、实验结果

### 1、茄子中农药多残留的添加回收结果

表4 0.1 mg/kg茄子中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
五氯硝基苯	79.8	73.2	70.4	74.5	6.48
百菌清	80.3	77.3	75.4	77.7	3.18
乙烯菌核利	103.1	94.2	93.9	97.1	5.39
三唑酮	121.9	111.3	111.3	114.8	5.33
腐霉利	113.6	102.4	100.2	105.4	6.82
异菌脲	130.6	126.3	128.0	128.3	1.69
联苯菊酯	120.9	107.5	109.6	112.7	6.40
甲氰菊酯	103.9	94.4	96.2	98.2	5.14
高效氟氯氰菊酯	100.7	91.6	93.9	95.4	4.96
氟氯氰菊酯	96.1	87.5	85.6	89.7	6.24
氯氰菊酯	80.6	75.8	73.3	76.6	4.85
氟氰戊菊酯	102.4	104.7	112.4	106.5	4.92
氰戊菊酯	97.2	87.1	85.0	89.8	7.27

表5 0.05 mg/kg茄子中氨基甲酸酯类农药多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
涕灭威	87.2	84.4	93.8	88.5	5.46
克百威	77.6	73.6	72.4	74.5	3.65
灭多威	75.8	85.6	84.2	81.9	6.47
涕灭威砒	92.2	101.0	104.0	99.1	6.19
涕灭威亚砒	92.0	92.2	88.8	91.0	2.10
甲奈威	77.0	72.1	73.4	74.2	3.42

### 2、茄子中农药多残留检测色谱图

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

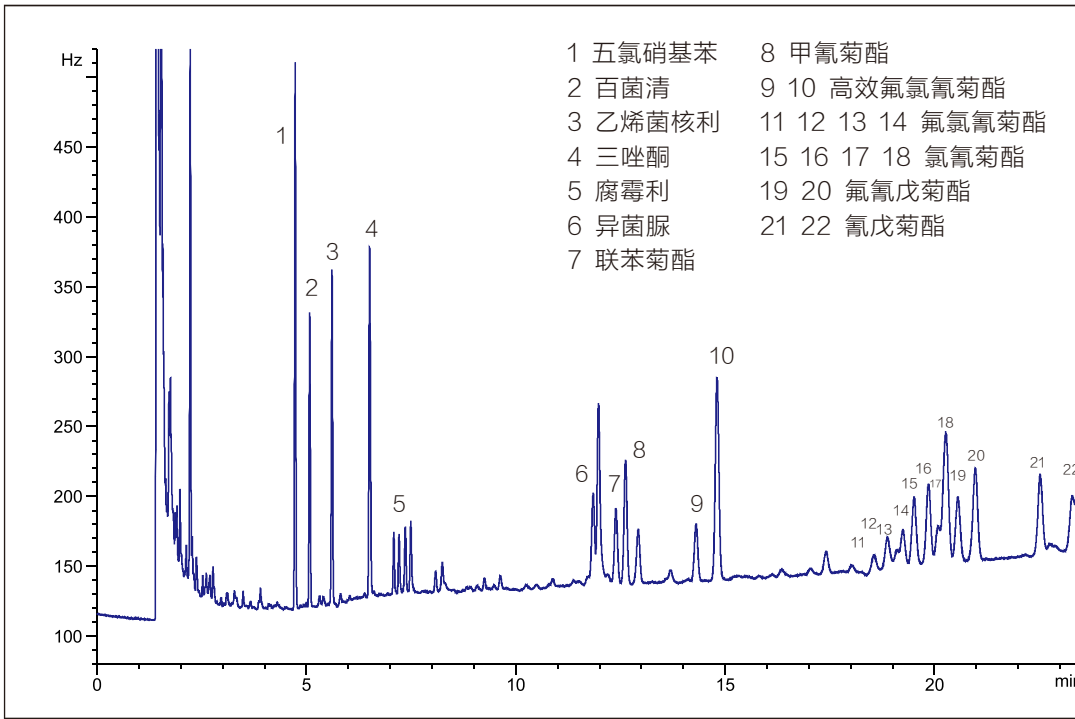
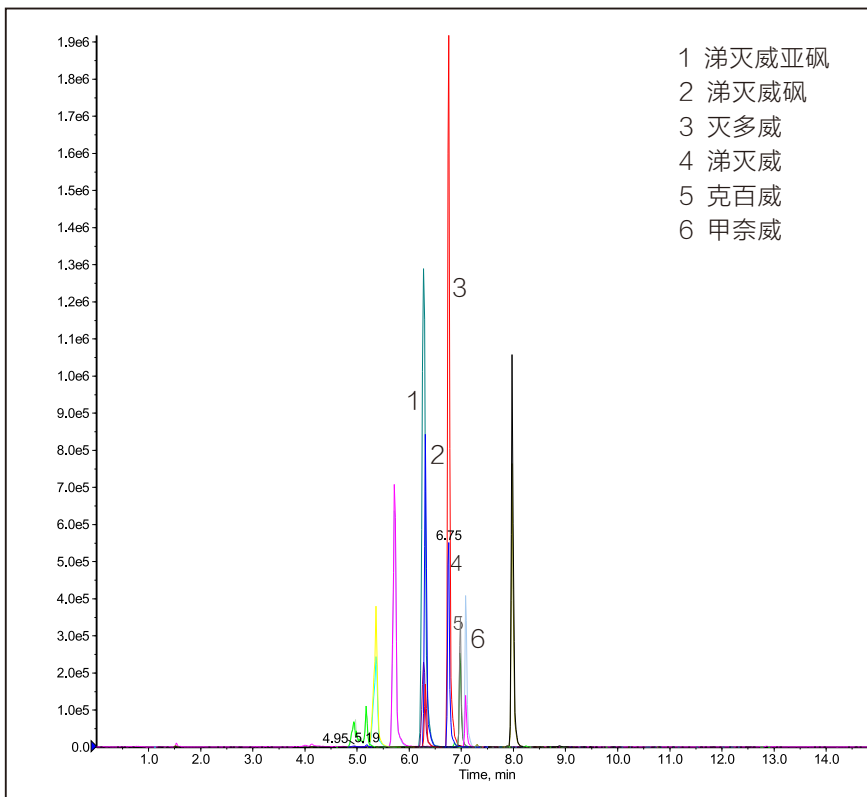


图2 添加水平为0.05 mg/kg茄子中氨基甲酸酯类农药多残留检测色谱图



# QuEChERS 方法用于猪肉中磺胺类药物多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的磺胺类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于肉制品中的磺胺类药物多残留检测及确证。

## 三、实验材料

兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat.No.COQ050050)。  
兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat.No.COQ015601)。

## 四、实验步骤

### 1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉2.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入4 mL 水, 涡旋样品1 min。加入10 mL 1%乙酸乙腈, 再加入QuEChERS盐包 (COQ050050), 用力振摇1 min, 4000 r/min离心5 min。上层CH<sub>3</sub>CN层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层CH<sub>3</sub>CN层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(COQ015601)中, 涡旋 1 min, 4000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL流动相复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

### 3、仪器条件

1.HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex®(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2996 DAD检测器

检测波长: 270 nm

流动相: A: 乙腈 B: 0.1%甲酸水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	10	90
1.0	10	90
3.0	15	85
15	20	80
20	30	70
25	40	60
26	80	20
27	50	50
29	10	90
32	10	90

流速: 1 mL/min

进样体积: 20  $\mu$ L

## 五、实验结果

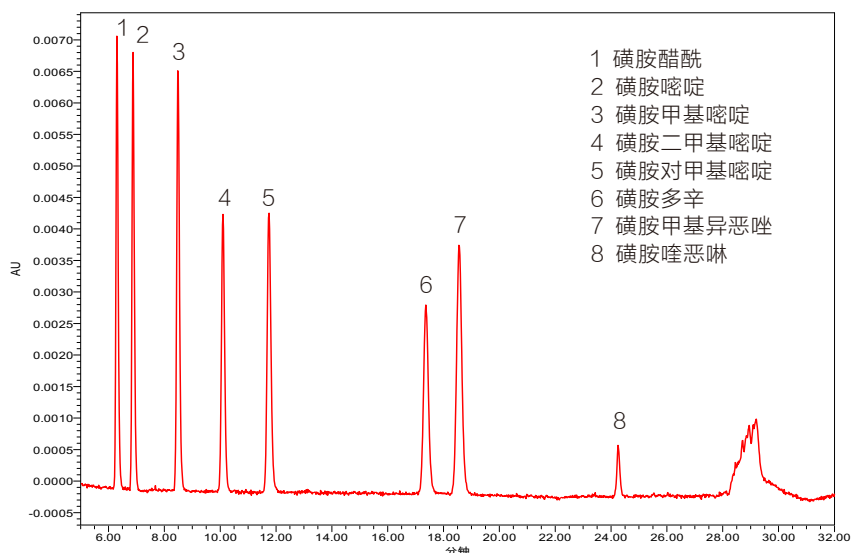
### 1、5mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的添加回收率结果

表2 5 mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
磺胺醋酰	91.9	91.9	92.5	92.1	0.37
磺胺嘧啶	83.6	83.8	82.3	83.2	0.97
磺胺甲基嘧啶	87.0	96.2	92.9	92.0	5.06
磺胺二甲嘧啶	84.4	83.9	83.8	84.0	0.38
磺胺对甲基嘧啶	91.3	92.0	91.1	91.5	0.51
磺胺多辛	87.8	87.7	85.8	87.1	1.29
磺胺甲基异恶唑	84.6	82.1	81.8	82.8	1.85
磺胺喹恶琳	92.7	92.6	96.1	93.8	2.12

### 2、添加水平为5mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为5mg/kg猪肉中磺胺类药物多残留的液相色谱图



# QuEChERS 方法用于火锅底料中吗啡的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取QuEChERS法作为样品的前处理方法，HPLC法作为分析方法，检测火锅料中吗啡的含量。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、实验目标物

吗啡 (CAS:57-27-2)。

## 三、应用范围

本方法适用于火锅底料中吗啡的检测的HPLC检测及确证。

## 四、参考标准

《DB31 2010-2012 食品安全地方标准 火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因的测定液相色谱-串联质谱法》

## 五、实验材料

QuEChERS提取管50 mL(Cat.No.COQ050020)。  
QuEChERS净化管2 mL(Cat.No. QUEMPSC1802)。

## 六、实验步骤

### 1、样品提取

准确移取火锅料2.0 g于50 mL离心管中加入5 mL水，涡旋分散均匀，加入15 mL乙腈，涡旋震荡1 min 入QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇涡旋1 min；4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

取QuEChERS净化管（50 mg PSA、100 mg无水硫酸镁、100 mg C18），移取待净化的乙腈层1.5 mL上清液至此QuEChERS净化管中，漩涡混合1min，以10000 r/min离心2min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、HPLC条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：Welch Ultimate XB-C18 (4.6×250mm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

流动相：A：水 B：乙腈

洗脱方式：等度洗脱

等度洗脱：A：B=（22：78，v/v）

流速：1.0 mL/min

检测波长：216nm

进样体积：20 μL

## 七、实验结果

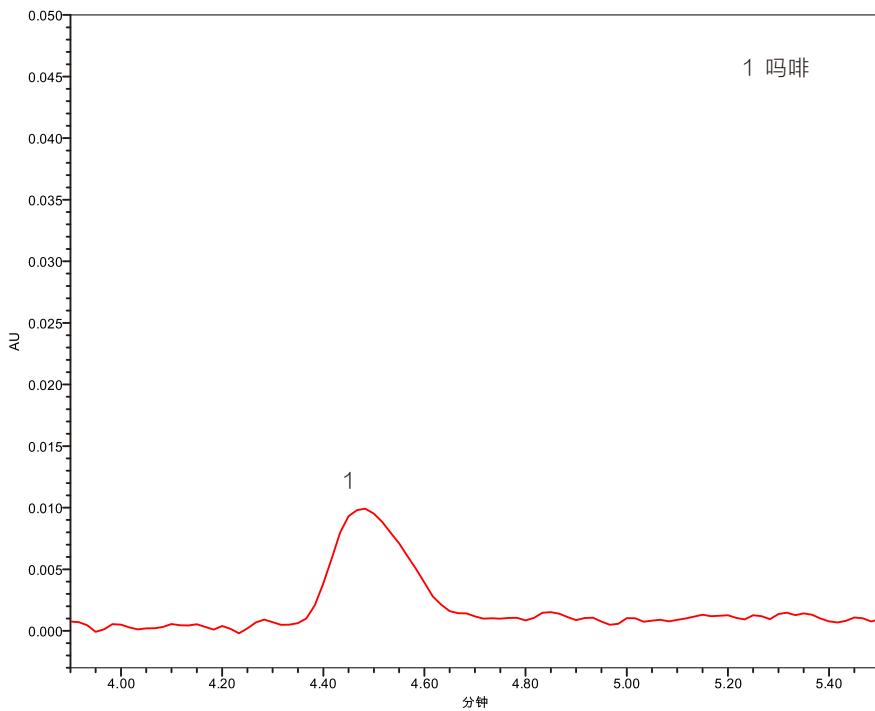
### 1、1 mg/kg火锅料中吗啡的添加回收结果

表1 1 mg/kg火锅料中吗啡的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
吗啡	97.7	99.2	100.7	99.2	1.51

### 2、添加水平为1 mg/kg火锅料中吗啡检测的液相色谱图

图1 添加水平为1 mg/kg火锅料中吗啡检测的液相色谱图





# QuEChERS 方法用于火锅底料中罂粟碱的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取QuEChERS法作为样品的前处理方法，HPLC法作为分析方法，检测火锅料中罂粟碱的含量。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、实验目标物

罂粟碱 (CAS:58-74-2)。

## 三、应用范围

本方法适用于火锅料中罂粟碱的检测的HPLC检测及确证。

## 四、参考标准

《Db31 2010-2012 食品安全地方标准 火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因的测定 液相色谱-串联质谱法》

## 五、实验材料

QuEChERS提取管50 mL ( Cat.No.COQ050020)。

QuEChERS净化管2 mL(Cat.No. QUEMPSC1802)。

## 六、实验步骤

### 1、样品提取

准确移取火锅料2.0 g于50 mL离心管中加入5 mL水，涡旋分散均匀，加入15 mL乙腈，涡旋震荡1 min，加入QuEChERS萃取盐包（6 g无水硫酸镁和1.5 g无水醋酸钠），用力振摇涡旋1 min；4000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

取净化管（50 mg PSA、100 mg无水硫酸镁、100 mg C18），移取待净化的乙腈层1.5 mL上清液至此QuEChERS净化管中，漩涡混合1min，以10000 r/min离心2min。取上清液1 mL，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、HPLC条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：Welch Ultimate XB-C18 (4.6 × 250mm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

流动相：A：乙腈 B：50mmol/L乙酸铵溶液（PH：7.5）

洗脱方式：等度洗脱

等度洗脱：A：B=（40：60，v/v）

流速：1.0 mL/min

检测波长：230 nm

进样体积：20 μL

## 七、实验结果

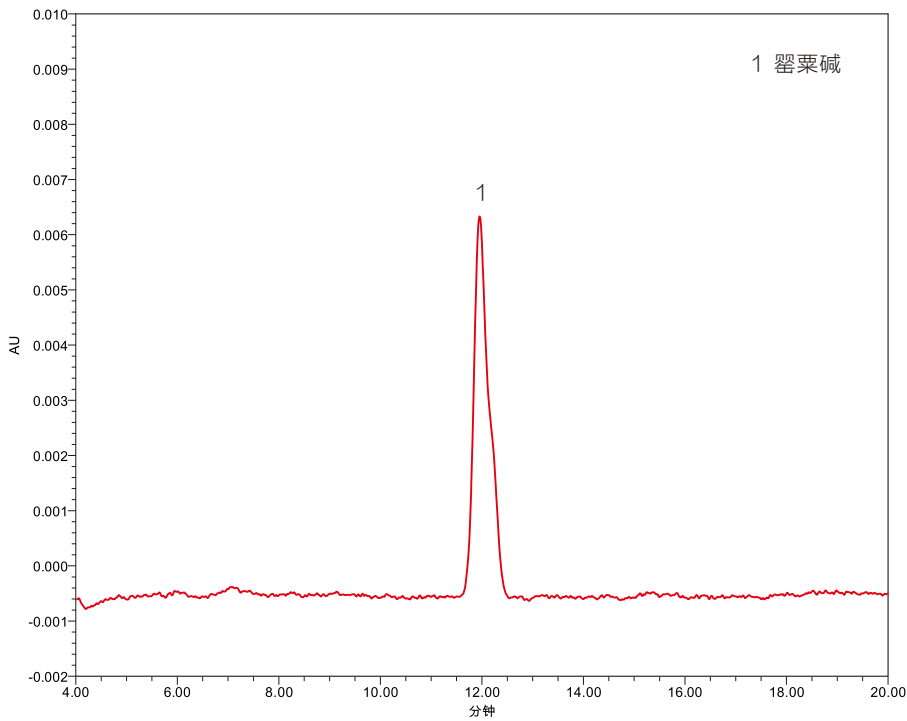
### 1、1 mg/kg火锅料中罂粟碱的添加回收结果

表1 1 mg/kg火锅料中罂粟碱的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
罂粟碱	112.3	111.4	114.5	112.7	1.41

### 2、添加水平为1 mg/kg火锅料中罂粟碱检测的液相色谱图

图1 添加水平为1 mg/kg火锅料中罂粟碱检测的液相色谱图



# QuEChERS 方法用于猪肉中激素类药物多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的激素类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于猪肉中的激素类药物多残留检测及确证。

## 三、实验材料

兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050050)  
兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015601)

## 四、实验步骤

### 1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉5.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入10 mL 乙腈, 涡旋1min。再加入 QuEChERS盐包(Cat. No. COQ050050), 用力振摇1 min 4000 r/min离心5 min。上层CH<sub>3</sub>CN层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层CH<sub>3</sub>CN层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中, 涡旋 1 min, 4000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL流动相复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

### 3、HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695  
色谱柱: Phenomenex kinetex® (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)  
检测器: Waters 2996 DAD检测器  
检测波长: 230 nm  
流动相: A: 乙腈 B: 水

洗脱方式: 梯度洗脱  
表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A (%)	B(%)
--	50	50
4	50	50
13	100	0
15	100	0
19	50	50
24	50	50

流速: 1 mL/min  
进样体积: 20 μL

## 五、实验结果

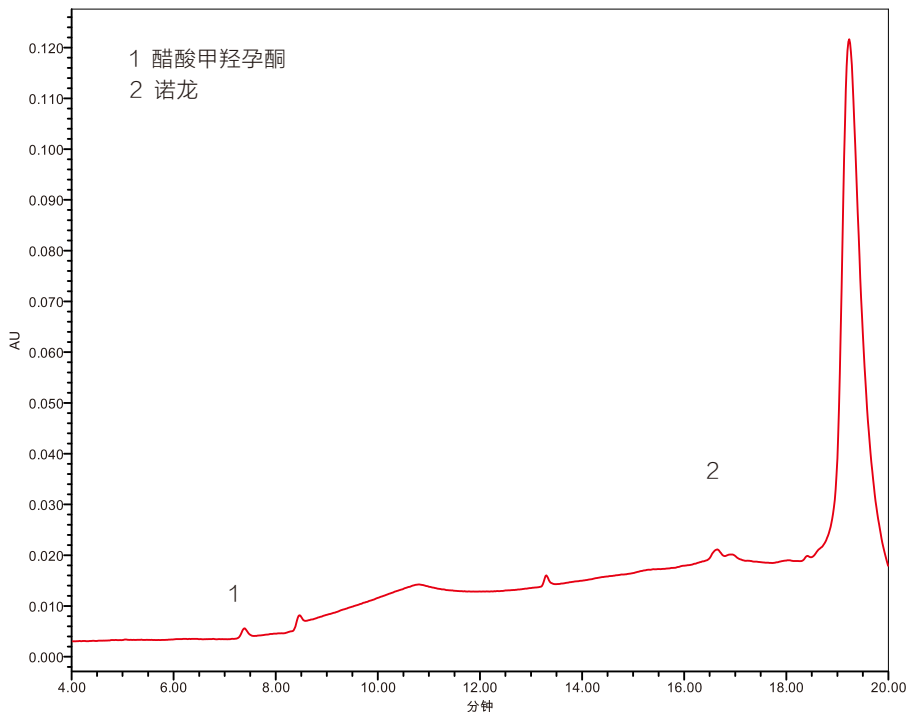
### 1、0.5 mg/kg猪肉中激素的添加回收结果

表2 0.5 mg/kg猪肉中激素的添加回收结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
醋酸甲羟孕酮	95	92.3	93.3	93.5	1.46
诺龙	94.8	91.2	87.8	91.2	3.84

### 2、添加水平为0.5 mg/kg猪肉中激素检测的液相色谱图

图1 添加水平为0.5 mg/kg猪肉中激素检测的液相色谱图



# QuEChERS 方法用于猪肉中喹诺酮类药物多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取（QuEChERS）法作为样品的前处理方法，HPLC法作为分析方法，检测猪肉中的喹诺酮类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的使用，操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于肉制品中的喹诺酮类药物多残留检测及确证。

## 三、实验材料

兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050051)  
兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015601)

## 四、实验步骤

### 1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉 2.0 g于 50 mL QuEChERS提取管中，加入 QuEChERS盐包 (Cat. No. COQ050051), 加入10 mL 1%乙酸乙腈，涡旋1min，用力振摇1 min，5000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层乙腈层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中，涡旋 1 min，5000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中，40 °C下氮吹至干，用1 mL50%甲醇水复溶，过0.22 μm滤膜，待上机测试。

### 3、HPLC仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：Phenomenex kinetex® (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2996 DAD检测器

检测波长：254 nm

流动相：A: 乙腈 B: 0.1%甲酸水溶液

洗脱方式：梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	10	90
3	10	90
8	35	65
11	65	35
12	10	90
17	10	90

流速：1 mL/min

进样体积：20 μL

## 五、实验结果

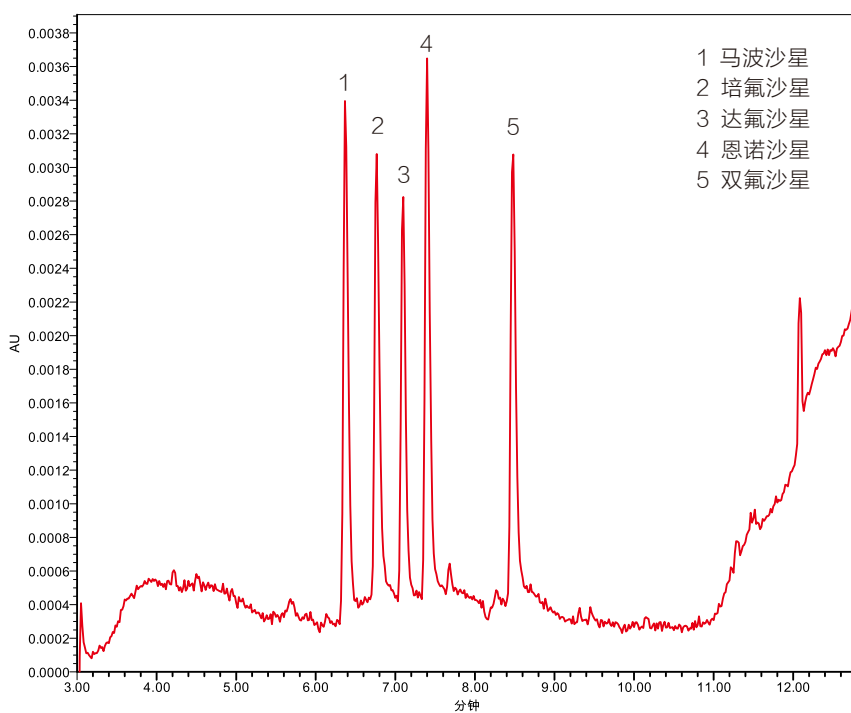
### 1、0.8mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的添加回收率结果

表2 0.8 mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
马波沙星	87.96	81.01	81.55	83.51	4.63
培氟沙星	93.37	87.70	86.43	89.17	4.41
达氟沙星	99.09	91.71	91.91	94.24	4.46
恩诺沙星	104.15	92.12	101.30	99.19	6.34
双氟沙星	102.39	103.53	99.96	101.96	1.79

### 2、添加水平为5mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为0.5mg/kg猪肉中喹诺酮类药物多残留的液相色谱图



# QuEChERS 方法用于猪肉中氯霉素类药物多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的氯霉素类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于肉制品中的氯霉素类药物多残留检测及确证。

## 三、实验材料

兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050050)  
兽残专用QuEChERS净化管15 mL(Cat. No. COQ015601)

## 四、实验步骤

### 1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉2.0 g于50 mL QuEChERS提取管中, 加入4 mL 水, 涡旋样品1min。加入10 mL 1%乙酸乙腈, 再加入QuEChERS盐包(Cat. No. COQ050050),用力振摇1 min, 5000 r/min离心5 min。上层CH<sub>3</sub>CN层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层CH<sub>3</sub>CN层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中, 涡旋 1 min, 5 000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL甲醇复溶, 过0.22 μ m 滤膜, 待上机测试。

### 3、HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex® (250 mm × 4.6 mm, 5 μ m)

检测器: Waters 2996 DAD检测器

检测波长: 268 nm

流动相: A: 乙腈 B: 0.1%甲酸水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	10	90
6	10	90
29	30	70
30	100	0
36	100	0
37	10	90
42	10	90

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μ L

## 五、实验结果

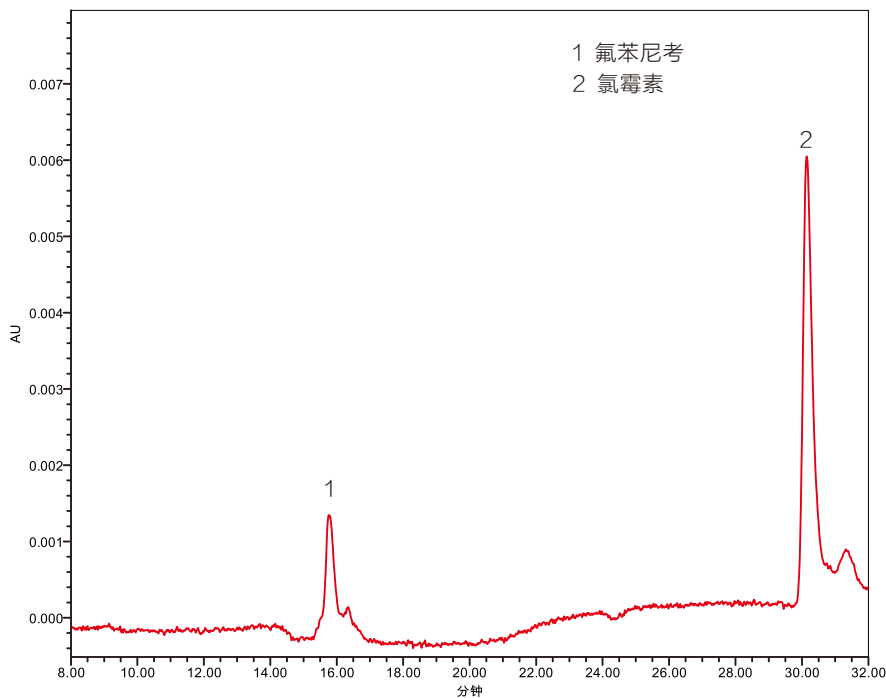
### 1、5mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的添加回收率结果

表2 5mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
氯霉素	78.42	80.51	81.55	80.16	1.99
氟苯尼考	87.11	82.04	86.67	85.27	3.29

### 2、添加水平为5mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为5mg/kg猪肉中氯霉素类药物多残留的液相色谱图





# QuEChERS 方法用于猪肉中四环素类药物多残留的检测

## 一、实验目的

本研究利用分散固相萃取 (QuEChERS) 法作为样品的前处理方法, HPLC法作为分析方法, 检测猪肉中的四环素类药物多残留。该方法可简化样品的前处理过程, 节省有机溶剂的使用, 操作简便。

## 二、应用范围

本方法适用于肉制品中的四环素类药物多残留检测及确证。

## 三、实验材料

兽残专用QuEChERS提取管50 mL (Cat. No. COQ050051)  
兽残专用QuEChERS净化管15 mL (Cat. No. COQ015601)

## 四、实验步骤

### 1、样品提取

准确称取粉碎好的猪肉 2.0 g于 50 mL QuEChERS提取管中, 加入 QuEChERS盐包 (Cat. No. COQ050051), 加入10 mL 1%乙酸乙腈, 涡旋1min, 用力振摇1 min, 5000 r/min离心5 min。上层乙腈层待净化。

### 2、样品净化

取待净化的上层乙腈层6 mL于15 mL QuEChERS净化管(Cat. No. COQ015601)中, 涡旋 1 min, 5000 r/min离心5 min。取上清液4 mL转移至另一试管中, 40 °C下氮吹至干, 用1 mL三氟乙酸水: 甲醇(1:19,v/v)复溶, 过0.22 μm滤膜, 待上机测试。

### 3、HPLC仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Phenomenex kinetex® (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2996 DAD检测器

检测波长: 254 nm

流动相: A: 乙腈 B: 10mM三氟乙酸水溶液

洗脱方式: 梯度洗脱

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A(%)	B(%)
--	4	96
8	30	70
18	35	65
20	4	96
28	4	96

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μL

## 五、实验结果

### 1、1.0mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的添加回收率结果

表2 1.0mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的添加回收率结果

名称	回收率(%)			平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3		
土霉素	80.9	86.3	81.55	81.55	3.56
四环素	76.0	76.7	75.4	75.4	0.86
金霉素	89.3	84.4	84.8	84.8	3.16
强力霉素	86.9	86.9	85.9	85.9	0.67

### 2、添加水平为1.0mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的液相色谱图

图1 添加水平为1mg/kg猪肉中四环素类药物多残留的液相色谱图

