



Thermo Scientific 样品前处理  
应用手册 – 第2期, 2014年4月

**消除不确定性**

# 科技应用于SPE

制药/生物制药 • 环境 • 法医学 • 食品安全

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

## 简介

固相萃取技术 .....	13
SPE键合相选择 .....	14
Thermo SPE键合相 .....	15
SPE流程 – 提取净化的六个步骤 .....	17
选择用于SPE的溶剂 .....	18
SPE通用流程 .....	18
优化SPE方法开发 .....	19
固相萃取常见问题及解决方案 .....	22
固相支持液/液萃取技术 ( SLE ) .....	22

## 食品安全应用

固相萃取应用动物源性样品中 $\beta$ -受体激动剂的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-304) .....	23
动物源性样品中玉米赤霉醇类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-AX固相萃取柱(部件号: 60107-403) .....	24
动物源性样品中合成类固醇类激素的检测(SPE-LC/MS) 使用 500mg 3mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-304) .....	25
动物源性样品中糖皮质激素的检测(SPE-LC/MS) 使用 500mg 3mL HyperSep Silica固相萃取柱(部件号: 60108-315) .....	27
动物源性样品中磺胺类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212) .....	28
动物源性样品中四环素类药物的检测(SPE-HPLC) 使用 200mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-204) .....	30
动物源性样品中喹诺酮类药物的检测(SPE-HPLC,LC/MS) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain-AX固相萃取柱(部件号: 60107-412) .....	31
动物源样品中氨基糖苷类药物的检测 使用 200mg 3mL HyperSep Retain- CX固相萃取柱(部件号: 60107-304) .....	33
动物源性样品中氯霉素的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-204) .....	34
动物源性样品中青霉素类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 3mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-303) .....	35
动物源性样品中安定的检测(SPE-HPLC) 使用 200mg 3mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-303) .....	36
牛奶中四环素类药物的检测(SPE-HPLC) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-203) .....	37
牛奶中青霉素类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 3mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-303) .....	38
牛奶和奶粉的氯霉素的检测 使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-203) .....	39

奶制品中硝基咪唑类药物的测定 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-203) .....	40
奶制品中三聚氰酸的检测(SPE-LC/MS) 使用 50mg 1mL HyperSep Hypercarb固相萃取柱(部件号: 60106-303) .....	40
奶制品中三聚氰胺的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-303).....	41
鸡蛋中三聚氰胺的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-303) .....	42
地沟油中多环芳烃的检测 ( SPE-HPLC,GC/MS ) 使用1g 6mL HyperSep Silica固相萃取柱 ( 部件号: 60108-426 ).....	43
食品中塑化剂的检测 ( SPE-GC/MS,LC/MS ) 使用QueChERS方法 ( 部件号: 60105-341, 60105-204 ).....	45
食品原料中的三聚氰胺 使用200mg 3mL HyperSep Retain-CX(部件号: 60107-304).....	47
食品中三聚氰酸和三聚氰胺的 LC/MS/MS 检测 使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 萃取柱 (部件号: 60108-722) 和 200mg 6mL HyperSep Retain-AX 萃取柱 (部件号: 60107-412).....	48
油炸食品中丙烯酰胺的检测(SPE-LC/MS) 使用200mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-204) 和60mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱(部件号: 60107-303).....	49
蜂蜜中喹诺酮类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 3mL HyperSep Retain-AX固相萃取柱(部件号: 60107-404).....	50
蜂蜜中阿维菌素的检测(SPE-HPLC) 使用 500mg 6mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-305).....	50
蜂蜜中磺胺类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212).....	51
蜂蜜中四环素类药物的检测(SPE-HPLC) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-203).....	53
蜂蜜中链霉素的检测(SPE-LC/MS) 使用200mg 3mL HyperSep SCX 固相萃取柱(部件号: 60108-422) 和200mg 3mL HyperSpe C18 固相萃取柱(部件号: 60108-303).....	54
蜂蜜中大环内酯类抗生素的检测(SPE-HPLC) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212).....	55
蜂蜜和蜂皇浆样品中氯霉素的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg, 200mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-203, 60107-204).....	56
蜂王浆中硝基咪唑药物及其代谢物的测定 使用60mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-303).....	57
鲫鱼中微囊藻毒素的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-PEP固相萃取柱(部件号: 60107-203).....	57
水产品中孔雀石绿和无色孔雀石绿的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain- CX固相萃取柱(部件号: 60107-314).....	59
小龙虾等水产品中硝基咪唑类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-203).....	60

水产品中大环内酯类抗生素的检测(SPE-HPLC) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212).....	62
牡蛎和鱼中多环芳烃的检测 ( SPE- HPLC,GC/MS ) 使用1g 6mL HyperSep Silica固相萃取柱 ( 部件号: 60108-426 ) .....	63
鸡肉中利巴韦林的检测 ( SPE-LC/MS ) 使用200mg 3mL HyperCarb固相萃取柱 ( 部件号: 60106-301 ) .....	65
饲料中 $\beta$ 受体激动剂的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-304).....	66
饲料中三聚氰胺的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-303) .....	67
饲料中氯霉素的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212).....	68
饲料中阿那曲唑的检测(SPE-HPLC) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-303).....	69
饲料中氟米芬的检测(SPE-HPLC) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-314) .....	69
饲料中安定的检测(SPE-HPLC) 使用 200mg 3mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-303).....	70
饲料中磺胺类药物的检测(SPE-LC/MS) 使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212).....	71
蔬菜水果中有机磷有机氯农残的检测(SPE-GC/MS) 使用QueChERS方法(部件号: 60105-210, 60105-204) .....	72
蔬菜水果中有机磷农残的检测(SPE-LC/MS) 使用QueChERS方法(部件号: 60105-210, 60105-204) .....	73
蔬菜水果中氨基甲酸酯类农药的检测(SPE-HPLC) 使用QueChERS方法(部件号: 60105-211, 60105-214) .....	73
蔬菜水果中毒死蜱的检测(SPE-GC/MS) 使用500mg 6mL HyperSep Florisil固相萃取柱(部件号: 60108-500).....	74
蔬菜水果中多菌灵和噻菌灵的检测(SPE-HPLC) 使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60107-304) .....	74
蔬菜水果中吡虫啉和吡虫清的检测(SPE-HPLC) 使用 500mg 3mL HyperSep Florisil固相萃取柱(部件号: 60108-405).....	75
有色水果或蔬菜中杀虫剂的萃取 使用QuEChERS方法(部件号: 60105-216、60105-218和60105-221).....	75
葡萄中多种农残检测(SPE-GC/MS) 使用QueChERS方法(部件号: 60105-210, 60105-206, 60105-203).....	76
洋葱中多种农残检测(SPE-GC/MS) 使用QueChERS方法(部件号: 60105-210, 60105-206, 60105-203).....	77
草莓酱等复杂基质中多农残检测(SPE-GC/MS) 使用QueChERS方法(部件号: 60105-212, 60105-203).....	80
毒豇豆中水胺硫磷和甲胺磷的检测(SPE-GC/MS) 使用QueChERS方法(部件号: 60105-212, 60105-227).....	81



辣椒, 洋葱和大蒜等复杂基质中甲胺磷的检测(SPE-GC/MS) 使用 500mg 6mL Carb/PSA固相萃取柱(部件号: 60105-209)	82
鲜榨果汁中展青霉素的监测(SPE-HPLC) 使用 500mg 3mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-304)	84
辣椒酱和鲜辣椒中苏丹红染料的检测(SPE-LC/MS) 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-AX固相萃取柱(部件号: 60107-403)	84
谷物多残留分析 使用QuEChERS方法(部件号: 60105-211和60105-220)	85
小麦和玉米中单端孢霉烯分析 (A和B) 使用QuEChERS方法(部件号: 60105-211和60105-219)	85
酒精饮料中氨基甲酸乙酯的检测(SPE-GC/MS) 使用 1mg 6mL HyperSep Florisil SPE固相萃取柱(部件号: 60108-431)	86
粮食、花生中黄曲霉素B1 B2 G1 G2 的检测(SPE-HPLC) 使用Vicam Aflatest WB 固相萃取柱	86
葡萄酒中杀虫剂的分析 使用QuEChERS方法(部件号: 60105-205和60105-211)	87
可乐中香兰素的检测 (SPE- GC/MS ) 使用10mg 1mL SOLA HRP固相萃取柱 ( 部件号: 60109-001 )	88
纺织品中偶氮染料的检测 ( SLE-GC/MS ) 使用20g 60mL HyperSep SLE固相萃取柱 ( 部件号: 60109-20000-60-7 )	89

## 环境监测应用

水中草甘膦和AMPA 的检测(SPE-LC/MS) 使用500mg 6mL HyperSep Hypercarb固相萃取柱(部件号: 60106-402)	90
水中的草甘膦和草铵膦 使用1g 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-732)	90
水中酚类化合物的测定(SPE-HPLC) 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-206)	91
水中爆炸物的检测(SPE-HPLC) 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-206)	91
水中多氯联苯的检测(SPE-HPLC) 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-206)	92
水中多环芳烃类化合物的检测(SPE-HPLC) 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-206)	92
水中的乙酰甲胺磷 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203)	93
水中的苯胺和N,N-二甲基苯胺 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203)	93
水中的阿特拉津 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203)	94

水中的噻草平 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-206) .....	94
水中的氯化苯氧酸类除草剂 使用1g 6mL HyperSep C18 固相萃取柱(部件号: 60108-301).....	94
水中的氯酚 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-206) .....	95
水中的2,4-二氯苯酚 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-206) .....	95
水中的2,4-二氯苯氧基乙酸 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-206) .....	95
水中的硝基苯 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-206) .....	96
水中的杀虫剂 使用1g 6mL HyperSep C18 固相萃取柱(部件号: 60108-301) .....	96
水中的洛伐他汀 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203) .....	96
水中苯酚的测定 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203).....	97
水中的吡嗪酮 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203).....	97
饮用水中苯酚的GC/MS 测定 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60108-732) .....	97
饮用水中除草剂的检测(SPE-HPLC,LC/MS) 使用500mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-206) .....	98
饮用水中乙酰氯苯胺除草剂降解物的检测(SPE-LC/MS) 使用200mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212).....	99
自来水中的苯酚 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203).....	100
池水中的多氯联苯 使用2g 15mL HyperSep C18 固相萃取柱(部件号: 60108-701).....	100
池水中的多核芳烃 使用500mg 3mL HyperSep NH <sub>2</sub> 固相萃取柱(部件号: 60108-518).....	101
地表水中多种抗生素的检测(SPE-LC/MS) 使用200mg 6mL HyperSep Retain Ax固相萃取柱(部件号: 60107-412).....	101
废水中磺胺类抗生素的检测(SPE-LC/MS) 使用200mg 6mL HyperSep Retain PEP固相萃取柱(部件号: 60107-212).....	102
废水中医药品, 个人护理品和农药的检测(SPE-LC/MS) 使用200mg 3mL HyperSep C18固相萃取柱(部件号: 60108-303).....	103
废水中抗感染药物的检测(SPE-LC/MS) 使用200mg 3mL HyperSep C18, HyperSep Retain-CX固相萃取柱(部件号: 60108-303, 60107-304) .....	104
土壤中的硫脲类除草剂 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203) .....	104
苯氧基乙酸除草剂的LC/MS/MS 分析 使用10g 75mL HyperSep C18 固相萃取柱(部件号: 60108-703).....	105

EPA 方法535—水中氯乙酰苯胺和乙酰胺除草剂降解物分析 使用500mg 6mL HyperSep Hypercarb 固相萃取柱(部件号: 60106-402).....	105
EPA 方法 8330B – 爆炸物及其残留分析 – 硝基芳香化合物、硝胺、硝酸酯 使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 萃取柱(部件号: 60107-206).....	106
EPA 方法508 -- 氯化杀虫剂、除草剂和有机卤化物分析 使用10g 75mL HyperSep C18 固相萃取柱(部件号: 60108-703).....	107
SPE 萃取金属 使用HyperSep Aminopropyl、HyperSep Retain-AX、HyperSep SAX和 HyperSep Verify-AX 固相萃取柱 .....	107

## 制药/生物制药应用

血清中的4'4 - 二氨基二苯甲烷 使用100mg 1mL HyperSep C18 固相萃取柱(部件号: 60108-302).....	108
小牛血清中的安非他明 使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 萃取柱(部件号: 60107-203).....	108
小牛血清中的安非他明 使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX 萃取柱(部件号: 60107-303) .....	108
从 Hyclone 胎牛血清中萃取和净化对乙酰氨基酚 使用 60mg 6mL Retain PEP 和 CX 萃取柱(部件号: 60107-203 和 60107-308).....	109
血清或血浆中苯二氮卓类药物的HPLC 分析 使用200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-722) .....	109
尿液中的苯二氮卓类药物的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	110
苯二氮卓类药物筛选: 血液、血清、尿液和组织的GC-GC/MS 分析 使用200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-722) .....	111
苯二氮卓类药物筛选: 血液、血清、尿液和组织的LC/MS/MS 分析 使用200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-722) .....	112
尿液中Beta受体激动剂的GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742) .....	113
尿液中氯硝西洋和7-氨基氯硝西洋的GC/MS确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742) .....	113
血液、尿液中Beta 受体阻滞剂的GC/MS确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742) .....	114
血液、血浆/血清和尿液中咖啡因、茶碱和可可碱的提取 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	114
尿液中DHEA、睾酮和表睾酮的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	115
全血中苯二氮卓类药物的GC 或GC/MS 确认分析 使用100mg 1mL HyperSep Diol 固相萃取柱(部件号: 60108-572).....	115
大鼠血清中的多虑平 使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203).....	116

血清药物分析	
使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203)	116
血清或血浆中甲基丙二酸的GC/MS 分析	
使用500mg 6mL HyperSep SAX 固相萃取柱(部件号: 60108-434)	116
血液、血浆/血清中加巴喷丁的GC 或GC/MS 分析	
使用100mg 1mL HyperSep C18 固相萃取柱(部件号: 60108-302)	117
血液、血浆/血清中加巴喷丁的LC/MS 分析	
使用200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-722)	117
尿液或血清中尼古丁和可替宁的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742)	118
全血中的奥氮平	
使用200mg 3mL HyperSep Cyano 固相萃取柱(部件号: 60108-747)	118
血液血浆中的油酸及其代谢物	
使用200mg 3mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱(部件号: 60107-401)	119
人尿液-中阿片类药物丙烷衍生物的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742)	119
尿液中阿片-四甲基硅衍生化法的GC 或GC/MS 方法确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742)	120
尿液中阿片类药物的GC/MS 确认分析	
使用200mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱(部件号: 60107-314)	121
尿液、血液和血浆/血清中帕罗西丁的LC/MS/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742)	121
大鼠血清中的普萘洛尔	
使用60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-203)	122
血液、血浆/血清中舍曲林和去甲舍曲林的HPLC 分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742)	122
全血中的他克莫司、环孢菌素和雷帕霉素	
使用200mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱(部件号: 60107-212)	123
血浆/血清中三环类抗抑郁药的HPLC 分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742)	123
尿样中甾体类激素的检测 (SPE-LC/MS)	
使用10mg 2mL SOLA HRP 96-孔固相萃取板(部件号: 60309-001)	124
尿样中 $\beta$ -受体拮抗剂的检测 (SPE-LC/MS)	
使用10mg 1mL SOLA SCX 固相萃取小柱(部件号: 60109-002)	125
小体积血浆和尿样品中多种中性和碱性化合物的检测 (SPE-HPLC)	
使用10mg 1mL SOLA SCX固相萃取柱(部件号: 60109-002)	126
血浆中普鲁卡因胺的检测 (SPE-HPLC)	
使用10mg 1mL SOLA SCX固相萃取柱(部件号: 60109-002)	128
血浆中羟吗啡酮及 $6\beta$ -羟吗啡酮的检测 (SLE-LC/MS)	
使用200mg 3mL HyperSep SLE固相萃取柱(部件号: 60109-200-3-7)	128
血浆中25-OH Vit D2和25-OH Vit D3的检测 (SPE-LC/MS)	
使用10mg 2mL SOLA HRP 96孔固相萃取板(部件号: 60309-001)	129
血浆中氨氯地平的检测 (SPE-LC/MS)	
使用10mg 2mL SOLA SCX 96孔固相萃取板(部件号: 60309-002)	130

血浆中卡培他滨的检测 (SPE- LC/MS ) 使用10mg 1mL SOLA HRP固相萃取柱 ( 部件号: 60109-001 ).....	131
血浆中罗伐他汀的检测 (SPE- LC/MS ) 使用10mg 2mL SOLA HRP 96孔固相萃取板 ( 部件号: 60309-001 ).....	132
血浆中氢氯噻嗪和氯沙坦的检测 (SPE- LC/MS ) 使用10mg 1mL SOLA SCX固相萃取柱 ( 部件号: 60109-002 ).....	134
血浆中双氯芬酸的检测 (SPE-LC/MS ) 使用10mg 1mL SOLA HRP固相萃取柱 ( 部件号: 60109-001 ).....	135
血浆中乙基羟基二降孕二烯炔酮的检测 (SLE-LC/MS ) 使用500mg 3mL HyperSep SLE固相萃取柱 ( 部件号: 60109-500-3-7 ).....	136
血浆中阿霉素的检测 (SPE- HPLC ) 使用10mg 1mL SOLA HRP固相萃取柱 ( 部件号: 60109-001 ).....	137
血清中多西紫杉醇的检测 (SPE-LC/MS ) 使用10mg 2mL SOLA HRP固相萃取板 ( 部件号: 60309-001 ).....	138

## 法医学应用

尿液中的6-乙酰吗啡 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	139
血清或血浆中的苯二氮杂卓类药物 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	139
尿液中的安非他明, 高碘酸盐氧化后进行GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	140
全血中的苯二氮杂卓类药物 使用500mg 6mL HyperSep Diol 固相萃取柱 (部件号: 60108-575).....	140
尿液中合成类固醇的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	141
血液和尿液中的抗抑郁药/止疼药 使用60mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-303).....	142
尿中吗啡和其代谢产物的检测(SPE-HPLC) 使用30mg 1mL HyperSep Retain- CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-301).....	142
血液和尿液中的抗抑郁药/止疼药的LC/MS/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	143
尿液中巴比妥酸的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	144
尿液中的苯二氮杂卓类药物 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	145
尿液中的苯二氮杂卓类药物替代衍生生化方法 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	146
血液、血清、尿液和组织中苯二氮杂卓类药物的筛选 使用200mg 3mL HyperSep Diol 固相萃取柱 ( 部件号: 60108-573) .....	147

尿液中的Beta 受体激动剂 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	148
血液和尿液中Beta 受体阻滞剂的GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	148
血清中 $\beta$ -阻断剂的检测(SPE-HPLC) 使用30mg 1mL HyperSep Retain- PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-201).....	149
血液中萃取GHB 使用200mg 3mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-404).....	149
小体积血浆中多虑平的检测 ( SPE- HPLC ) 使用10mg 1mL SOLA HRP固相萃取柱 ( 部件号: 60109-001 ).....	150
血浆中氧吗啡酮及其代谢物的检测 ( SPE- HPLC ) 使用200mg 3mL HyperSep SLE固相萃取柱 ( 部件号: 60109-200-3-7 ).....	151
血液和尿液中的丁丙诺啡和去甲丁丙诺啡 使用500mg 6mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱 (部件号: 60108-519).....	151
血液和尿液中丁丙诺啡和去甲丁丙诺啡的GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	152
尿液、血液和血浆/血清中丁丙诺啡和去甲丁丙诺啡的HPLC 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	153
尿中麻黄碱类和安非他命类药物的检测 ( SPE-HPLC ) 使用30mg 1mL HyperSep Retain- CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-301).....	153
尿液、血液和血浆/血清中咖啡因、茶碱和可可碱的LC/PDA 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	154
尿液中的羧基-delta 9-THC 使用500mg 6mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱 (部件号: 60108-519).....	154
尿液中羧基-delta 9-THC (pKa 4.5) 的GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	155
血清、血浆和全血中的可卡因和苯甲酰芽子碱 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	155
全血中羧基-delta 9-THC、Delta-9-THC(原化合物)、Delta-9-羟基THC 的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-730).....	156
尿液中的羧基THC 使用30mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-302).....	157
尿液、血液和血浆/血清和组织中肌安宁和安宁片的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	157
尿液中氯硝西洋和7-氨基氯硝西洋的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	158
尿液、血液、血浆/血清和组织中碱性药物的HPLC 分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	158
血清、血浆全血、尿液和组织中的可卡因和苯甲酰芽子碱和可卡乙碱 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	159
尿液、血液和血浆/血清和组织中芬太尼及其类似物的GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	159



尿液、血液和血浆/血清和组织中可卡因和苯甲酰芽子碱的 GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	160
胎粪中可卡因及其代谢物的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	161
全血中的Delta 9-THC、Delta 9-羟基THC、羧基-Delta-9-THC	
使用200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-730).....	162
尿液中DHEA、睾酮和表睾酮的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	163
血液和尿液中的度洛西汀	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	163
血清、血浆或全血中加巴喷丁的GC 或GC/MS 确认分析	
使用100mg 1mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-302).....	164
尿液中氟硝西泮及其代谢物的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	164
血液、尿液和组织中的Gamma-羟基丁酸(GHB)	
使用200mg 6mL Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-412).....	165
全血和尿液中的美沙芬和苯环利定	
使用200mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-314) .....	165
尿液中未转换为Gamma-丁内酯(GBL) 的Gamma-羟基丁酸(GHB)	
使用200mg 6mL Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-412).....	166
尿液、血液和血浆/血清和中克他命的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	166
尿液、血液和血浆/血清中芬太尼/去甲芬太尼的 LC/MS/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	167
血清或血浆中三环类抗抑郁剂的HPLC 分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	167
血清、血浆或全血中麦角酸酐二乙胺(LSD) 的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	168
尿液中麦角酸酐二乙胺(LSD) 的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	169
血清中睾酮类检测 ( SPE-HPLC )	
使用30mg 1mL HyperSep Retain- PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-201).....	169
血液、血浆、血清和尿液中的LSD 及其代谢物	
使用200mg 3mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱(部件号: 60108-425).....	170
血液、血浆、血清和尿液中的杜冷丁和去甲杜冷丁	
使用200mg 3mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱(部件号: 60108-425).....	170
血液、血浆/血清和组织中游离(未结合)阿片类药物的 GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	171
尿液、血液和血浆/血清和组织中美沙酮/EDDP 的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	172
尿液中的美沙酮的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	173

尿液、血液和血浆/血清中安眠酮的 GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	173
尿液、血液和血浆/血清中安眠酮的LC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	174
尿液或血清中尼古丁和可替宁的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	174
尿液中的阿片类药物—四甲基硅肟的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	175
尿液中阿片类药物—丙基衍生物的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742).....	176
尿液、血液和血浆/血清中帕罗西丁的 LC/MS/MS确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	177
尿液中的苯环利定	
使用30mg 3mL HyperSep Retain-CX固相萃取柱 (部件号: 60107-302).....	177
尿液、血液和血浆/血清和组织中苯环利定的 GC或GC/MS确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	178
尿液、血液和血浆/血清中苯环利定的GC/MS确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	178
尿液、血液和血浆/血清和组织中丙氧芬的 GC或GC/MS确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	179
尿液、血液和血浆/血清和组织中噻硫平的 LC/PDA 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	179
尿液、血液和血浆/血清和组织中丙氧芬和去甲丙氧芬的 LC/MS/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	180
尿中沙丁胺醇的检测(SPE-LC/MS)	
使用30mg 1mL HyperSep Retain- CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-301).....	180
尿液中二甲-4-羟色胺的GC 或GC/MS 确认分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	181
全血筛选分析(手工免疫检测方法)	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	182
血清、血浆或全血中去甲舍曲林和去甲去甲舍曲林的HPLC 分析	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	182
尿液中游离和结合的二甲-4-羟色胺	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	183
尿中利尿剂的检测 ( SPE-HPLC )	
使用30mg 1mL HyperSep Retain- AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-401).....	183
尿液、血液和血浆/血清和组织中拟交感胺的 GC 或GC/MS 确认分析 氟酰化PFPA (PFAA) 衍生物替代干燥方法-	
使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742).....	184

尿液、血液和血浆/血清和组织中拟交感胺的 GC 或GC/MS 确认分析 形成TMS 衍生物的替代干燥方法- 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)	185
尿液、血液和血浆/血清和组织中拟交感胺的 GC 或GC/MS 确认分析 替代干燥方法-形成4-CB(4-乙酰基六氟丁基氯化物)衍生物 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)	186
催泪瓦斯, 布料中提取的氯苯乙酮(CS)、 邻氯代苯亚甲基丙二腈(CN) 和辣椒碱(OC) 的GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)	186
尿液、血液和血浆/血清中治疗药物和滥用药物的酸性/中性和碱性 性药物GC 或GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)	187
口腔液中的安非他明、阿片类药物和苯环利定 使用60mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-308)	188
口腔液中的安非他明、阿片类药物和苯环利定的 GC/MS 确认分析 使用50mg 1mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-741)	188
口腔液中的可卡因和苯甲酰芽子碱 使用60mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-308)	189
口腔棉签中的芬太尼/去甲芬太尼 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)	190
口腔液中四氢大麻酚(THC) 的GC/MS 确认分析 使用200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱(部件号: 60108-742)	190
口腔液中的可卡因和苯甲酰芽子碱的GC/MS 确认分析 使用50mg 1mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-741)	191
口腔液中四氢大麻酚(THC) 的GC/MS 确认分析 使用50mg 1mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-741)	192
口腔液中的THC 使用60mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱(部件号: 60107-308)	192

## 订购信息

订购信息	193
------	-----

# 固相萃取技术

## SPE 的重要性

在进行 LC 或 GC 分析之前，样品制备是一个关键步骤。近年来，人们对更高灵敏度、选择性、准确性、精度和样品通量的要求大幅提升。这是由于人们对更少样品量、更高药效的追求和对污染物毒性的更深认识引起的。

改进的样品制备技术可以从以下几个方面确保实现更加准确的 LC/GC 和 MS 分析：

- 最大程度提高检测选择性
  - 减少离子抑制
  - 减少蛋白结合
  - 减少基质干扰
- 改善分析系统性能
  - 更长的柱寿命
  - 对检测器更少的维护
  - 注射器不容易堵塞
  - 更少的污染
- 提高选择性
  - 更低的检测限
  - 更准确的定量
  - 改进的数据处理

## 样品制备技术

样品分析中广泛被色谱工作者采用的样品制备技术。固相萃取有数量众多的键合相可供选择，有不同的选择性。与液/液萃取 (LLE) 和固体支持液液萃取 (SLE) 方法相比，这种技术可实现自动化并显著减少所需的溶剂量。总体而言，SPE 在样品制备中可用于三种重要用途：

- 浓缩分析物
- 去除干扰化合物
- 将分析物转移到合适的溶剂中用于分析

SPE 与其他样品制备技术，如蛋白沉淀 (PPT) 和 LLE 相比具有很多优势。

蛋白沉淀是一个相对可以快速实施的技术，但它有很多局限。该方法是一种非选择性方法，只能去除含有蛋白质的物质。由于存在严重的基质干扰，采用这种方法可能需要在后续进行多个净化步骤，从而增加了样品净化的成本和时间。

LLE 则有更多缺点。这种方法使用大量潜在的危险性溶剂并通常需要进行繁重的体力工作。并且它对极性化合物的选择性较低。

## 选择合适的 SPE 键合相

为了最好地实现 SPE 的效果，需要考虑以下几点因素：

- 选择合适的 SPE 柱尺寸
  - 考虑样品体积的大小
- 选择合适的 SPE 柱床重量
  - 考虑分析物的浓度/量
- 考虑分析物的物理化学特性，选用合适的键合相
  - pH, pK, 等
  - 溶解性分配系数  $\log P$



# SPE 键合相选择

样品基质	目标物可溶性	目标物极性	分离模式	推荐 SPE 吸附剂
水性	水可溶	非极性	反相	SOLA HRP,C18,C8 Phenyl Retain PEP
		中等极性	反相	SOLA HRP,C18,C8 Retain PEP
		极性	反相	SOLA HRP,Hypercard Retain PEP
		阳离子	离子交换	SCX
		阴离子	离子交换	SAX Aminopropyl
		非极性 & 阳离子	反相和离子交换复合模式	SOLA SCX,Verify CX Retain CX
		非极性 & 阴离子	反相和离子交换复合模式	SOLA SAX,Verify AX Retain AX
水性	有机溶剂可溶	非极性	反相	SOLA HRP,C18,C8, Phenyl Retain PEP
有机溶剂	有机溶剂可溶	极性	正相	Silica,Aminopropyl Cyano, Diol
		中等极性	正相	Silica,Florisil,Aminopropyl Cyano, Diol
		阳离子	离子交换	SCX
		阴离子	离子交换	SAX Aminopropyl
		非极性 & 阳离子	反相和离子交换复合模式	Verify CX
		非极性 & 阴离子	反相和离子交换复合模式	Verify CX

简介

# Thermo SPE 键合相

## 聚合物



### 反相非极性 (疏水) 相

- 非极性 - 非极性相互作用
- 范德华力或色散力

#### HyperSep Retain PEP/SOLA HRP

脲基团修饰的聚苯乙烯 - 二乙烯基苯材料

- 比表面积 550 至 750m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 55 至 90Å

一种多功能聚合物材料, 同时具有亲水性和增水性基团用于保留极性和非极性分析物, PH 范围 1-14, 其吸附能力和样品容量远高于 C18 键合硅胶 (3-5 倍), 可广泛用于各种化合物的提取, 富集和净化。

### 复合模式键合相

- 两种官能团
- 非极性和离子交换
- 疏水性和离子保留
- 非常适合具有复杂结构的样品

#### HyperSep Retain-CX/SOLA SCX

多功能聚合物材料, 用于保留碱性化合物

- 比表面积 550 至 750m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 55 至 90Å

阳离子交换复合机理材料, 对碱性化合物具有很好的保留。典型应用包括对奶粉中三聚氰胺, 猪肉中克伦特罗和各种来自生物基质的药物滥用进行分析。

#### HyperSep Retain-AX/SOLA SAX

多功能聚合物材料, 用于保留酸性化合物

- 比表面积 550 至 750m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 55 至 90Å

阳离子交换复合机理材料, 对酸性化合物具有很好的保留。典型应用包括苏丹红染料, 肉中喳诺酮类和各种来自生物基质的酸性药物的滥用进行分析。

#### HyperSep Hypercarb

用于保留高极性化合物的独特材料

- 100% 多孔石墨化碳
- 保留强极性化合物
- 保留特性允许使用更少填料

在整个 pH 范围内稳定, 保留和分离高极性生化化合物。非常适用于常规 SPE 应用中难以处理的分析物, 如水中三聚氰酸的分析。

## 反相 硅胶相



### 反相疏水相

- 非极性 - 非极性相互作用
- 范德华力或分散力

#### HyperSep C18

对非极性至中等极性的化合物具有较强保留的烷基硅胶键合相

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

一种硅胶基质填料, 用于生物基质中的药物及其代谢物、环境水样品中的痕量有机物和食物样品中的杀虫剂检测等应用。

#### HyperSep C8

对非极性至中等极性化合物的保留相对 C18 较弱

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

一种硅胶基质填料, 用于生物基质中的药物及其代谢物、环境水样品中的痕量有机物和食物样品中的毒素检测等应用。C8 用于在 C18 柱上保留太强的疏水性化合物。

#### HyperSep Phenyl

对化合物的保留具有不同的选择性

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

Phenyl 是一种硅胶基质填料, 由于结构中存在苯环, 对芳香族化合物具有不同的选择性。典型应用包括生物基质中苯二氮杂卓类的检测和芳香族化合物的萃取。



## 正相 硅胶键合相



### 正相亲水性键合相

- 极性 - 极性相互作用
- 偶极 - 偶极相互作用

#### HyperSep Silica

一种主要用于保留非极性基质中分析物的极性吸附剂

- 比表面积 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

硅胶填料主要用于从碳氢化合物、弱极性的酯类和醚类等非极性溶剂中提取分析物。典型的应用领域包括醛类、胺类、杀虫剂、除草剂、类胡萝卜素、脂溶性维生素、黄曲霉毒素、脂肪酸以及磷脂的萃取。

#### HyperSep Florisil®

从非极性基质中分离极性化合物的理想选择

- 比表面积 289m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

Florisil 是一种添加氧化镁的硅胶，专门设计用于通过 AOAC 和 EPA 方法提取杀虫剂，以及变压器油中萃取多氯联苯 (PCB) 类化合物。

#### HyperSep Cyano

适用于从非极性基质中提取极性化合物

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

Cyano 是一种低疏水性硅胶基质填料。其保留能力弱于硅胶或二醇键合相。典型的应用领域包括从己烷和油中提取极性化合物，农药提取。

#### HyperSep Diol

适用于极性化合物的提取

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

一种能够用于提取极性化合物的硅胶基质填料。典型应用包括极性化合物的正相提取。

#### HyperSep Aminopropyl

一种兼具极性相互作用和阴离子交换作用的极性吸附剂

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

氨基是一种硅胶基质填料，能够用作极性吸附剂和弱阴离子交换剂。典型的应用包括石油分馏物、糖类、苯酚药物和药物代谢物。

## 离子交换键合相



### 离子交换键合相

- 静电相互作用

#### HyperSep SAX (强阴离子交换剂)

用于萃取弱酸的强阴离子交换吸附剂

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

SAX 是水性和非水性基质中提取负电荷化合物，以及弱酸如羧酸的理想选择。典型的应用领域包括酸性食品色素和酚类化合物、核酸以及表面活性剂。

#### HyperSep SCX (强阳离子交换剂)

用于提取带电荷碱性化合物的强阳离子交换吸附剂

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

SCX 是提取水性和非水性基质中正电荷化合物的理想选择。典型的应用领域包括抗生素、药物、有机碱、氨基酸、儿茶酚胺和除草剂的萃取。

### 复合模式键合相

- 两种官能团
- 非极性和离子交换
- 疏水性和离子保留
- 非常适合具有复杂结构的样品

#### HyperSep Verify-CX

非极性和阴离子交换特性提高了对碱性滥用药物的保留

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

Verify-CX 是一种复合模式填料，它是基于两种键合在硅胶基质上的功能基团：一个反相 C8 基团和一个强阳离子交换基团。典型的应用领域包括对来自生物基质的各种碱性滥用药物进行分析。

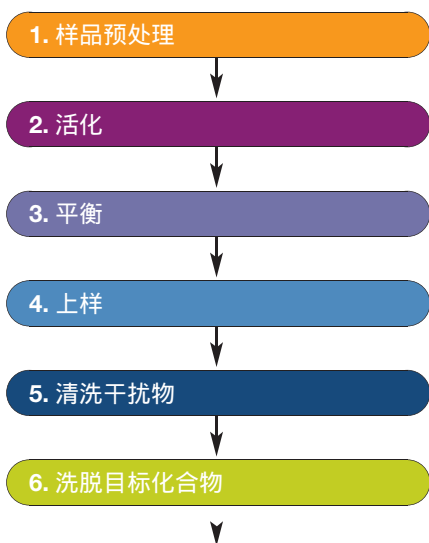
#### HyperSep Verify-AX

非极性和阳离子交换基团能够提高对酸性滥用药物的保留

- 比表面积 470 至 530m<sup>2</sup>/g
- 粒径 40 至 60μm
- 孔径 60Å

Verify-AX 是一种复合模式填料，它基于两种键合在硅胶基质上的官能团：一个反相 C8 和一个强阴离子交换基团。典型的应用领域包括对各种来自生物基质的酸性滥用药物进行分析，包括 THC 及其代谢物。

# SPE 流程 - 提取净化的六个步骤



## 1 样品预处理

样品的预处理对于高效保留分析物是非常重要的。在上样至 SPE 产品之前，请使用下列方法预处理样品：

- 调整样品与基质组成比例，有适宜的稀释度和离子强度
- 使样品 PH 最适，以增强保留
- 确保分析物在溶液中处于游离状态
- 通过过滤或离心去除所有干扰颗粒物

样品基质	样品预处理
血清、血浆	在上样至 SPE 固相萃取柱之前使用等体积的水或适当的缓冲液稀释。根据样品中的目标化合物选择缓冲液和设定 pH。
全血	全血与血清和血浆类似，只是多包含全血红细胞。蛋白沉淀后使用等体积的水或缓冲液稀释以确保目标化合物在溶液中处于游离状态。
尿液	在上样至 SPE 固相萃取柱之前使用等体积的水或适当的缓冲液稀释。
脂肪、油类	鉴于基质为非极性，使用非极性有机溶剂稀释样品，如己烷。
谷物	使用非极性溶剂将样品制成匀浆。
药膏和乳膏	药膏通常是水性或油性的。对于水性产品，请在极性溶剂中稀释，如甲醇。对于油性产品，请在非极性溶剂中稀释，如己烷。
水	如何预处理取决于样品中的颗粒含量。某些样品可以直接上样至 SPE 固相萃取柱。对于包含大量颗粒的样品，可能需要进行过滤/离心。
土壤和淤泥	分析物可能很难被吸附剂吸附通常使用非极性溶剂提取样品，如己烷，并在 SPE 过程中使用极吸附剂材料。
水果和蔬菜	使用极性溶剂将样品制成匀浆，例如甲醇，如有需要，再用水稀释。
原油产品	使用非极性溶剂稀释样品，如己烷。
奶制品	通常使用水或适当缓冲液稀释或制成匀浆。
肉软饮料	用水稀释样品，均浆后用有机溶剂提取。

## 2 活化

活化吸附剂，使其能够与目标化合物有效相互作用。

- 使用合适的溶剂活化固相萃取柱并活化填料表面的键合相
- 活化过程中应避免吸附剂干涸（吸附剂干涸会影响分析物的保留）。使活化溶剂液面高出管顶筛板 1 mm

## 3 平衡

- 在重新平衡固相萃取柱时，请使用与样品预处理步骤同样的溶剂（在活化步骤中请避免吸附剂干涸）
- 使活化溶剂液面高出管顶筛板 1mm

## 4 上样

- 分析物被保留在吸附剂上。以适当的流速上样（典型流速为 1mL/min；流速过高会导致保留不稳定）

## 5 清洗干扰物

清除结合力弱于目标化合物的杂质。

- 选择洗脱能力足够强的洗脱溶剂以去除干扰物，但不能过强，以便目标化合物可以保留住
- 选择性的洗去吸附力较弱的干扰物
- 根据吸附剂机制和分析物的性质选择清洗溶剂（典型的清洗溶剂通常比最终洗脱液含更少的有机相或无机盐）

## 6 洗脱目标化合物

通过破坏分析物和吸附剂间的相互作用，选择性的回收分析物。

- 使用不同溶剂选择性洗脱目标分析物
- 洗脱体积越小，萃取物浓度越高
- 选择一种能够留下强保留性杂质的洗脱剂
- 根据吸附剂机制和分析物的性质选择合适的洗脱剂
- 为了获得最佳结果，请将洗脱剂分两次洗脱目标化合物（而不是一次使用洗脱剂）

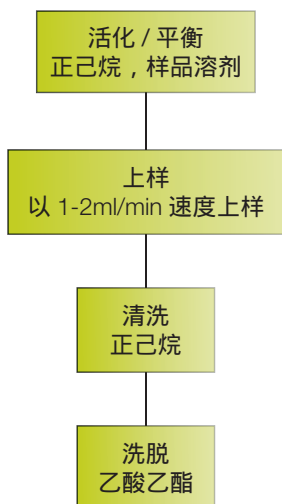
# 选择用于 SPE 的溶剂

溶剂的选择取决于样品基质的性质和吸附剂机制。此表格列出了 SPE 中常用溶剂的不同极性。

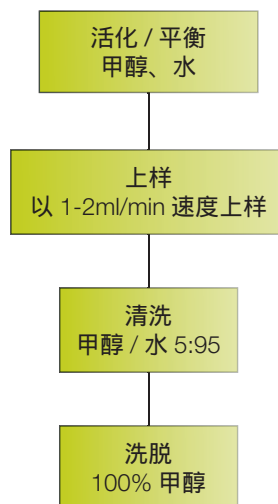
极性	溶剂	与水混溶
非极性 ↓	乙烷	不溶
	异辛烷	不溶
	石油醚	不溶
	环己烷	不溶
	氯仿	不溶
	二氯甲烷	不溶
	四氢呋喃	不溶
	乙醚	可溶
	乙酸乙酯	不溶
	丙酮	微溶
	乙腈	可溶
	异丙醇	可溶
	甲醇	可溶
	水	可溶
极性	乙酸	可溶

## SPE 通用流程

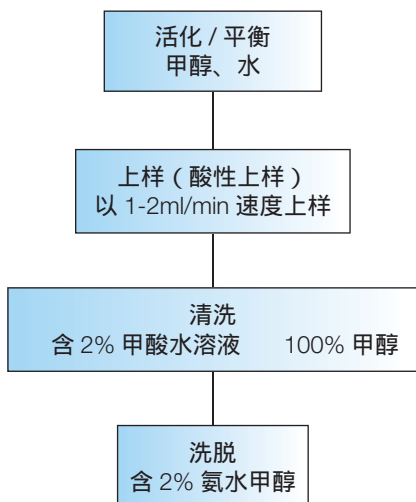
正相 (Silica, Florisil)



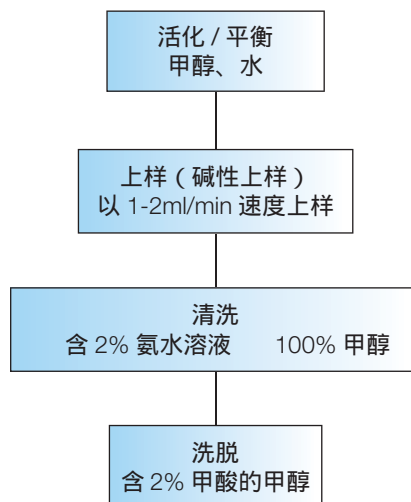
反相 (C18、C8、PEP、SOLA HRP)



阳离子交换加反相  
(Retain - CX/SOLA SCX/Verify - CX)



阴离子交换加反相  
(Retain AX/SOLA SAX/Verify - AX)



# 优化 SPE 方法开发

SPE 作为一种样品制备技术能够显著降低离子抑制作用。SPE 过程的优化对于提高目标物的回收率和纯净度是非常重要的。通过优化 SPE 过程的上样、冲洗和洗脱步骤，能够使样品提取物纯净度更高，提高检测精确度并增加分析仪器的可靠性。使用小柱进行化合物梯度洗脱能够实现最佳清洗和洗脱条件。

我们使用不同 HyperSep SPE 键合相对多种药物进行了提取实验。一般认为，药物的性质以及 pH 将决定进行实验的最佳条件。尤其引人关注的是洗脱条件的影响，因为它们通常默认为 100% 有机溶剂，而这对于分析物的选择性保留而言并不总是最佳的。

影响回收率水平的因素是：

- pH 条件
  - 上样 pH
  - 缓冲液 pH
  - 洗脱剂 pH
- 清洗溶剂
  - 绝不能洗掉分析物
- 洗脱溶剂
  - 极性
  - 溶解度
  - 洗脱强度

## 应用示例

### 1) 上样步骤优化

#### 对于反相相互作用

- 中性化合物不受 pH 影响（不需要调整样品 pH）
- 对于带电荷的化合物，使用能够中和化合物电荷的 pH 根据下列原则中和分子的电荷：
  - 对于碱性化合物，至少高于化合物 pKa 2 pH 单位时，分子才会不带电荷）
  - 对于酸性化合物，至少低于化合物 pKa 2 pH 单位时，化合物才显中性。

#### 对于正相相互作用

- pH 通常不会影响正相相互作用，因为所使用的通常是非极性溶剂，而不是水
- 无需验证上样 pH 对于离子交换相互作用

#### 对于离子交换相互作用

- pH 和 pKa 是重要的因素
- 提取酸性化合物，样品溶液至少高于分析物 pKa 2 pH 单位
- 提取碱性化合物，样品溶液至少低于分析物 pKa 2 pH 单位



## 2) 清洗和洗脱步骤优化

通过测定多个 HyperSep SPE 键合相的清洗和洗脱曲线，能够确定实现化合物最大回收率时清洗溶剂和洗脱溶剂的最佳比例。这些结果表明使用优化的方法对于实现最大回收率水平的重要性。

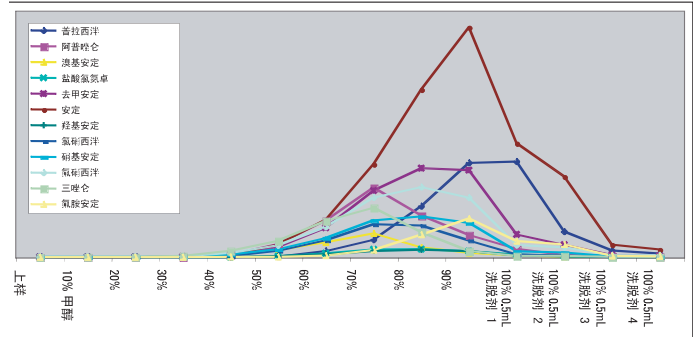
我们使用下列化合物对所有键合相进行了测试：

化合物	pKa 值	结构	化合物	pKa 值	结构
普拉西伴	3.0		羟基安定	1.3	
阿普唑仑	2.4		氯硝西洋	10.5 (1-position), 1.5 (4-position)	
溴基安定	11.0 2.9		硝基安定	2.5	
盐酸氯氨卓	4.8		氟硝西洋	1.8	
支店甲安定	3.5		三唑仑	1.5	
安定	3.3		氟胺安定	8.2 1.9	

**HyperSep Retain PEP**

使用 30mg 1mL SPE 小柱  
(部件号 60107-201)

1. 依次使用 1mL 甲醇和 1mL 水进行活化
2. 上样 1mL 500ng/mL 样品水溶液
3. 使用甲醇水溶液进行清洗, 不断增加洗脱强度, 浓度从 0% 甲醇 /100% 水增至 90% 甲醇 10% 水, 每次增加 10% 的甲醇含量
4. 使用 0.5mL 100% 甲醇洗脱 4 次

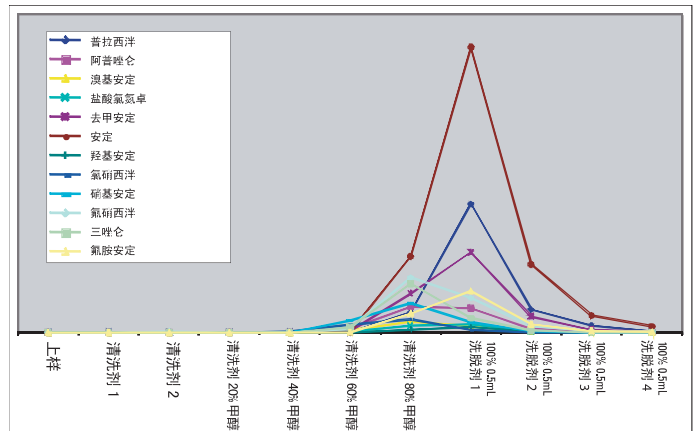
**HyperSep Retain PEP 清洗 / 洗脱曲线**

结果显示目标化合物洗脱前最佳清洗剂比例为 30% 甲醇 /70% 水。将 1.5mL 洗脱剂分成三次洗（每次用 500 $\mu$ L）目标化合物，回收率较高。

**HyperSep Retain-CX**

使用 30mg 1mL 小柱  
(部件号 60107-301)

1. 使用 1mL 0.1% 甲酸甲醇溶液活化, 然后使用 1mL 0.1% 甲酸水溶液平衡
2. 使用 1mL 0.1% 甲酸水溶液溶解样品上样, 样品浓度为 500ng/mL
3. 使用 1mL 0.1% 甲酸水溶液清洗 (清洗剂 1)
4. 使用 1mL 0.1% 甲酸甲醇溶液清洗 (清洗剂 2)
5. 使用含 5% 氨的甲醇 / 水溶液进行清洗, 逐渐增加洗脱强度, 浓度从 20% 甲醇 /80% 水增至 80% 甲醇 /20% 水, 每次增加 10% 的甲醇含量 (清洗剂)
6. 使用 0.5mL 5% 氨甲醇溶液洗脱 4 次 (洗脱剂)

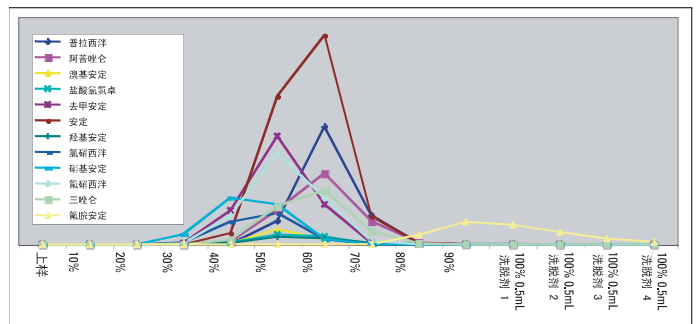
**HyperSep Retain-CX 清洗 / 洗脱曲线**

结果显示目标化合物洗脱前最佳清洗剂比例为 50% 的 5% 氨甲醇溶液 /50% 的 5% 氨水溶液。将 1.5mL 洗脱剂分成三次洗脱目标化合物, (每次用 500 $\mu$ L) 回收率较高。

**HyperSep Phenyl**

使用 100mg 1mL 小柱  
(部件号 60108-386)

1. 依次用 1mL 甲醇和 1mL 水进行活化
2. 500ng/mL 样品水溶液, 上样 1mL
3. 从 10% 至 90% 逐渐增加甲醇浓度进行清洗
4. 使用 0.5mL 100% 甲醇洗脱 4 次

**HyperSep Phenyl 清洗 / 洗脱曲线**

结果显示目标化合物洗脱前最佳清洗剂比例为 20% 甲醇 /80% 水。将 1.5 mL 洗脱剂分成三次洗脱目标化合物 (每次用 500 $\mu$ L), 回收率较高。

**结论**

- 在第二次 (有机) 清洗时, 在不会产生化合物穿透的情况下, 选择最强溶液作为洗脱液。
- 洗脱步骤, 所用溶剂的强度应大于可洗脱所有目标化合物的溶剂的强度。
- 附注: 在选择这些溶液时, 应保留一些误差余地。



## 固相萃取常见问题及解决方案

问题	原因	解决方案
分析物回收率低	活化 / 平衡过程不合适	依据固定相调节 / 活化萃取柱 反相：甲醇、乙腈或者异丙醇，之后使用样品溶剂 离子交换：甲醇或者异丙醇，之后使用具有能够使溶剂和分析物带电的 pH 值的缓冲液
	分析物和溶剂的亲合力大于分析物和柱填料的亲合力	选择对样品具有更大选择性的萃取柱 改变样品的 H 值，以增大分析物对填料的亲合力 改变样品溶剂的极性，使其与分析物产生的亲合力较低
	较差的洗脱	增大洗脱容量，增大洗脱剂强度 降低清洗溶剂的洗脱强度
	分析物不能从柱中洗脱出来	分析物与柱的亲合力大于分析物和洗脱溶剂的亲合力 选择对分析物较弱保留的柱
前后不一致的提取	上样前柱子就干了	重新平衡 / 活化萃取柱
	过载	减少样品量 使用较大柱床重量的萃取柱
	上样速度过快	减慢上样速度
干扰物和目标物一起洗脱	洗脱溶剂非常弱，不能解除填料对化合物的吸附	更变洗脱溶剂的 pH 值，保证其对分析物具有更大的亲合力 更变洗脱溶剂的极性，保证其对分析物具有更大的亲合力
	清洗溶剂强度过高，将目标物洗脱	降低清洗溶剂的强度
	洗脱容量小	增加洗脱溶剂的容量
	干扰物在萃取柱中溶出	在洗脱步骤之前对用合适的清洗溶剂将干扰物选择性地清洗下来 使用对分析物保留比对干扰物保留更强的萃取柱
流速过低	样品溶液中含有颗粒	过滤或者离心处理样品
	样品溶液粘度高	使用弱溶剂稀释样品
	真空度不够	增大真空度
需要大量体积的样品上样	样品量大于提取柱载样量	使用更大柱床重量的提取柱
低通量	不正确的方法	考虑其它保留机理的填料或其它形式的产品

## 固相支持液 / 液萃取技术 (SLE)

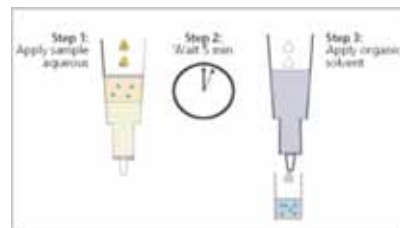
SLE 采用特殊工艺处理的硅藻土，具有最大的比表面积和最低的表面活性，能够提供一个理想的液液分配的支撑表面，可以代替大部分传统的液液萃取方法。该方法可以应用于制药，食品，纺织品，环境等多个领域。与传统液液萃取相比，具有更高的萃取效率和回收率，生物体液的萃取体积可低至 200mL，避免乳化现象，萃取时间缩短一半以上。

**SLE 具有以下优点：**

- 与 LLE 方法相比具有更好的重复性和更高的回收率
- 样品和斥水溶剂不直接接触，有效防止了 LLE 常见的乳化问题
- 对溶剂的要求比 LLE 低
- 本方法可实现完全自动化，而 LLE 则不能
- 样品萃取洁净度比蛋白质沉淀技术有所改善
- 灵敏度比蛋白质沉淀技术提高

**操作步骤：**

- (1)、将水相样品加入到 SLE 产品中等待 5-10 分钟，样品在硅藻土表面会形成一层厚液膜
- (2)、加入适量的与水不混溶的洗脱溶剂洗脱，洗脱溶剂与样品层液膜间进行微观的液液萃取
- (3)、收集洗脱溶剂，浓缩或直接上样分析



# 固相萃取应用

## 动物源性样品中 - 受体激动剂的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-304)

### 样品制备

#### 酶解

动物源性样品 2g (精确到 0.01g) 于 50mL 离心管中, 加入 0.2mol/L 乙酸铵溶液 (pH5.2) 10mL 然后加入  $\alpha$ -盐酸葡萄糖醛苷酶 / 芳基硫酸酯酶 40 $\mu$ L, 涡旋混匀 3min, 于 37 $^{\circ}$ C 下水浴避光振荡 16h。

#### 提取

样品酶解后放置至室温, 涡旋混匀 3min, 高速离心 10min, 取出上清液, 加入 1mol/L 高氯酸溶液 1mL, 涡旋混匀, 高速离心 10min 后, 转移上清液至另一 50mL 离心管内。

#### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水, 3mL 0.5mol/L 高氯酸

#### 上样

#### 样品

#### 清洗

3mL 水, 3mL 甲醇, 柱子抽干

#### 洗脱

3mL 5% 氨水甲醇溶液

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  150mm

#### 货号

25005-152130

#### 流动相

A: 水 (5mM 乙酸铵) B: 甲醇

#### 梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

Time(min)	A(%)	B(%)
0	90	10
0.5	90	10
5	10	90
10	10	90
10.1	90	10
12	90	10

#### 进样量

10 $\mu$ L

#### 流速

250 $\mu$ L/min

#### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

#### 喷雾电压

4500V

#### 离子传输管温度

350

### 结果

#### 1. 典型 LC/MS/MS 色谱图

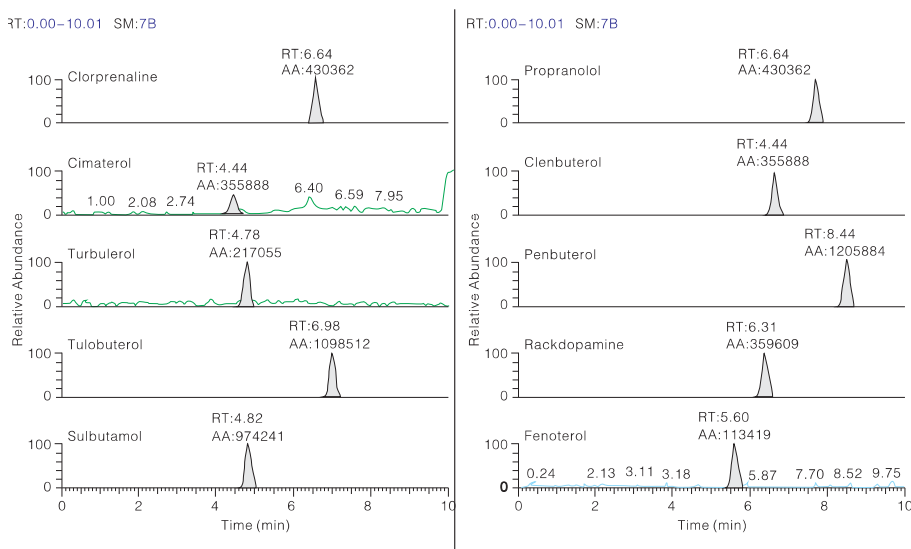


图 2. - 受体激动剂药物 LC/MS/MS 色谱图 (1ng/mL)

2. 定量限 (LOQ): 本方法沙丁胺醇、非诺特罗、氯丙那林、莱克多巴胺、克仑特罗、妥布特罗、喷布特罗和心得安在猪肝、猪肉、牛奶和鸡蛋等动物源性食品组织中的定量限均可达 0.1 $\mu$ g/kg, 西马特罗、特布他林为 0.5  $\mu$ g/kg。

3. 提取回收率均可达 75-120%。

# 动物源性样品中玉米赤霉醇类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-403)

## 样品制备

试样 5g, 置于 50mL 离心管中, 加入乙腈 10mL, 涡旋混合 1min, 离心 10min (5000r/min), 取上清液转移至另一离心管中。重复提取一次, 合并两次提取液并移取 15mL 于另一离心管中, 氮气流下吹至小于 1mL (50<sup>o</sup>C), 用 3mL 0.1mol/L NaOH 调节 pH=11.0, 离心 5min (5000r/min), 待净化。

## 上样

3mL 甲醇, 3mL 水

## 活化

## 样品

## 清洗

3mL 5% 氨水甲醇溶液

## 洗脱

3mL 用 5% 甲酸甲醇溶液

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  150mm

### 流动相

25005-152130

### 货号

0.1% 甲酸 (A) : 乙腈 (B)

### 梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

Time(min)	A(%)	B(%)
0	70	30
5	70	30
8	10	90
12	10	90
12.1	70	30
14	70	30

## 进样量

10 $\mu$ L

## 流速

250 $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

## 喷雾电压

3500V

## 离子传输管温度

350

## 结果

### 1. 典型 LC/MS/MS 色谱图

1. 玉米赤霉烯酮
2. - 玉米赤霉烯醇
3. - 玉米赤霉烯醇
4. 玉米赤霉酮
5. - 玉米赤霉醇
6. - 玉米赤霉醇

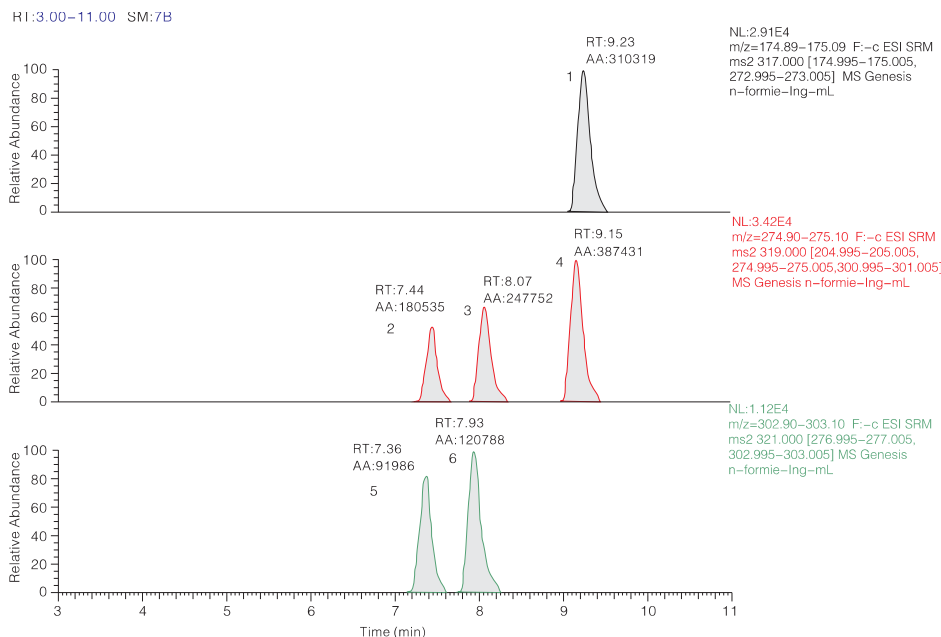


图 2. 6 种玉米赤霉醇类药物的 LC/MS/MS 色谱图 (1ng/mL)

2. 定量限 (LOQ) : 本方法在猪、牛、羊及鸡肌肉和肝脏、牛奶和鸡蛋等动物源性食品中 - 玉米赤霉醇、 - 玉米赤霉醇、 - 玉米赤霉烯醇、 - 玉米赤霉烯醇、玉米赤霉酮、玉米赤霉烯酮的检测限均可达到 0.1 $\mu$ g/kg, 本方法在各肌肉组织、鸡蛋、牛奶中的 - 玉米赤霉醇、 - 玉米赤霉醇、 - 玉米赤霉烯醇、 - 玉米赤霉烯醇、玉米赤霉酮、玉米赤霉烯酮的定量限为 1.0 $\mu$ g/kg.
3. 提取回收率均可达 65-115%.

# 动物源性样品中合成类固醇类激素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 500mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60708-304)

## 样品制备

样品 5g, 加入 10% 碳酸钠溶液 3mL 和 10mL 乙酸乙酯, 均质 30s, 振荡 10min (4 °C), 6000r/min 离心 10min, 将上层有机相转移至梨形瓶中。再用 10mL 乙酸乙酯重复提取一次, 合并上层有机相。在 40 °C 下, 旋转蒸发至干, 用 30% 甲醇溶解并稀释至 5mL。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

## 样品

## 清洗

2mL 30% 甲醇的水溶液

## 洗脱

5mL 甲醇溶液

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  150mm

### 货号

25005-152130

### 流动相

0.1% 甲酸 (A) : 甲醇 (B)

### 梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

Time(min)	A(%)	B(%)
0	90	10
5	10	90
12	10	90
12.1	90	10
14	90	10

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

250 $\mu$ L/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

4500V

### 离子传输管温度

350

结果

1. 典型 LC/MS/MS 色谱图

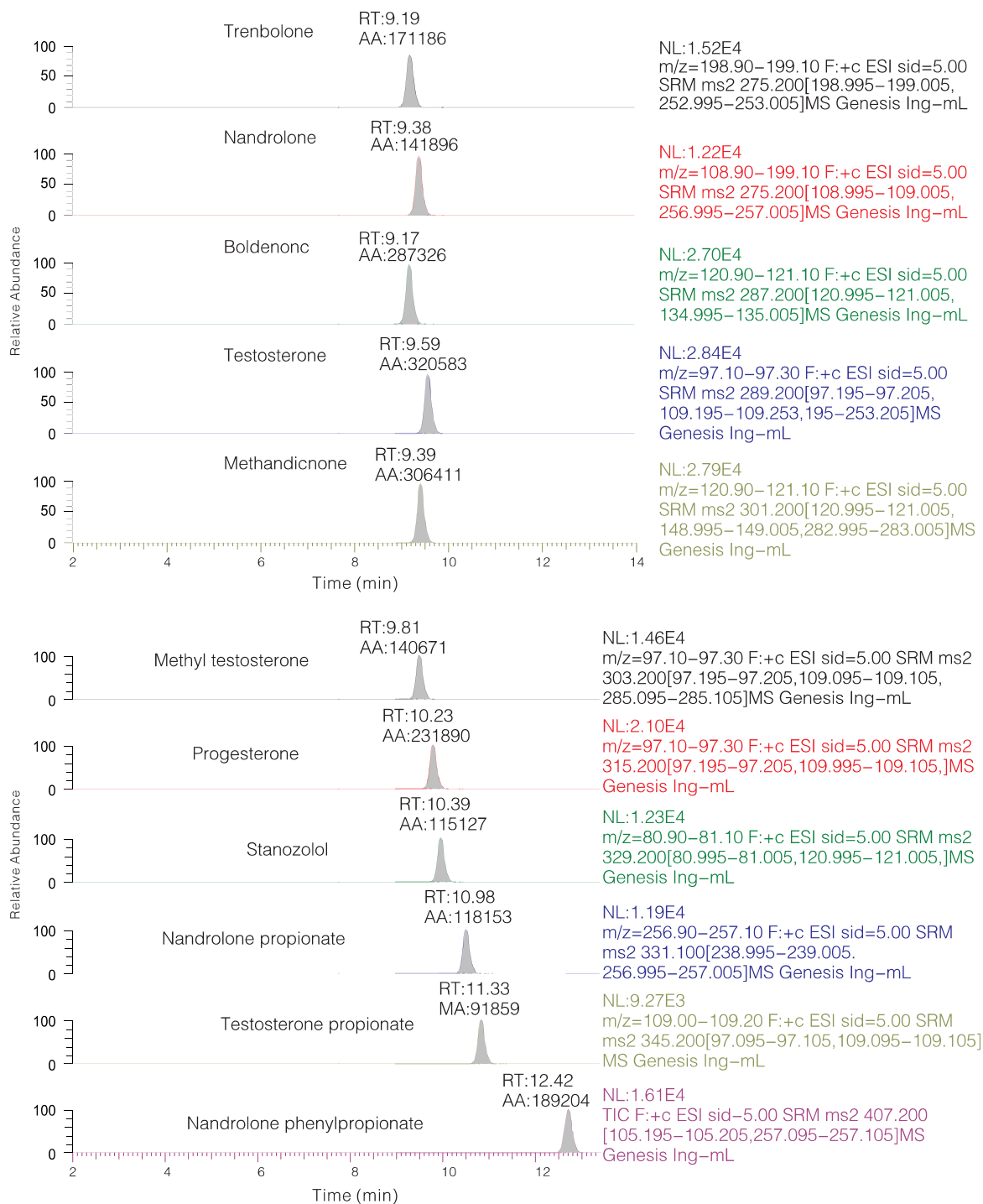


图 2.11 种合成类固醇类激素 LC/MC/MS 色谱图 ( 1.0ng/mL )

2. 定量限 (LOQ) : 本方法在猪、牛、羊、鸡肌肉组织、鸡蛋中, 睾酮、甲基睾酮、黄体酮、群勃龙、勃地龙、诺龙、美雄酮、司坦唑醇、丙酸诺龙、丙酸睾酮及苯丙酸诺龙的检测限均可达到 0.1 $\mu$ g/kg。

本方法在各肌肉组织、鸡蛋、牛奶中的睾酮、甲基睾酮、黄体酮、群勃龙、勃地龙、诺龙、美雄酮、司坦唑醇、丙酸诺龙、丙酸睾酮及苯丙酸诺龙的定量限为 0.5 $\mu$ g/kg。

3. 本方法合成类固醇类激素在猪、牛、羊肌肉, 鸡肉, 鸡蛋, 牛奶等动物源性样品中的提取回收率均可达 50-105%。

# 动物源性样品中糖皮质激素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 500mg 3mL HyperSep Silica 固相萃取柱 (部件号: 60108-315)

## 样品制备

称取 (2 ± 0.05) g 组织样品于 50mL 离心管内, 加乙酸乙酯 15mL, 涡旋混匀提取 3min, 离心 10min (4000rpm), 移取乙酸乙酯层至 50mL 梨形瓶中。残渣中加 0.1mol/L NaOH 溶液 10mL, 混匀, 加乙酸乙酯 15mL 提取后移取乙酸乙酯层。合并两次提取液, 40 °C 下减压浓缩近干, 加入乙酸乙酯 1.0mL 和正己烷 5mL, 使之充分溶解, 待净化。

## 活化

5mL 正己烷

## 上样

样品

## 清洗

5mL 正己烷

## 洗脱

5mL 正己烷-丙酮 (6:4, v/v)

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5μm, 2.1 × 150mm

### 货号

25005-152130

### 流动相

0.01% 甲酸 (A) : 乙腈 (B)

### 梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

Time(min)	A(%)	B(%)
0	70	30
18	40	60
23	40	60
23.1	70	30
28	70	30

### 进样量

10μL

### 流速

250μL/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

3500V

### 离子传输管温度

350

## 结果

### 1. 典型 LC/MS/MS 色谱图

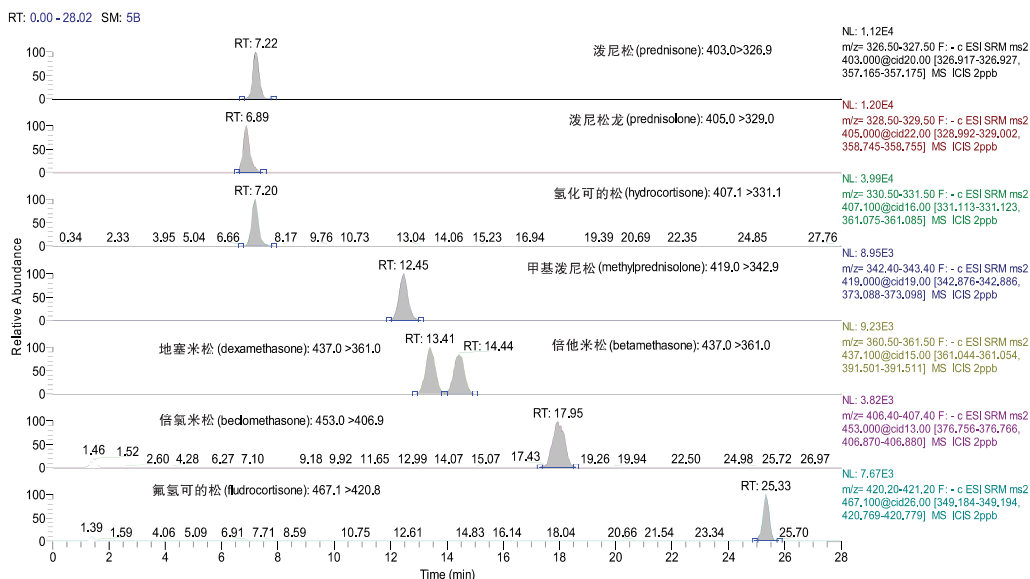


图 2 糖皮质激素类药物 LC/MS 色谱图

2. 定量限 (LOQ) : 泼尼松、泼尼松龙、地塞米松、倍他米松、甲基泼尼松在牛奶中的定量限为 0.1μg/L, 在肌肉, 鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.2 μg/kg; 氟氢可的松、倍氯米松在牛奶中的定量限为 0.2μg/L, 鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.2μg/kg; 氢化可的松在牛奶中的定量限为 0.2μg/L, 鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.5μg/kg。

3. 本方法糖皮质激素类药物在猪、牛、羊的肝脏和肌肉, 鸡肉, 鸡蛋, 牛奶中的提取回收率均可达 60-110%。



# 动物源性样品中磺胺类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

将猪肉、鸡肉和蛋，搅碎、混匀，精密称取 5g，置于 50mL 离心管中，加入 100 $\mu$ L，1 $\mu$ g/mL <sup>13</sup>C-磺胺甲恶唑再加入 20g 无水硫酸钠和 20mL 乙腈（蛋液样品加 25g 无水硫酸钠，且无水硫酸钠与乙腈均在临匀质前加入），匀质 2 分钟，3000r/min 离心 10 分钟，取上层清液于另一离心管中，加入 10mL 正己烷，涡流 30s，弃去正己烷层，加入 10mL 乙酸乙酯萃取，将乙酸乙酯层液转入 100mL 旋转发瓶中，样品再用 10mL 乙酸乙酯萃取 1 次，合并萃取液。在 40 度浓缩萃取液至 0.5mL 左右，用 4mL 超纯水溶解用于固相萃取。

## 活化

6mL 甲醇，6mL 水

## 上样

## 样品

## 清洗

2mL 水，抽干柱子 5min

## 洗脱

6mL 甲醇溶液，6mL 乙酸乙酯，1~2mL/min

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  150mm

### 货号

25005-152130

### 流动相

A: 甲醇; B: 0.1% 甲酸、2mM 甲酸铵水溶液

### 梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	0	1	7	9	12	12.1	12.3	14.8	15
A	10	10	35	70	70	10	10	10	10
B	90	90	65	30	30	90	90	90	90
流速 ( $\mu$ L/min)	250	250	250	250	250	250	300	300	250

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

250 $\mu$ L/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI)，正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

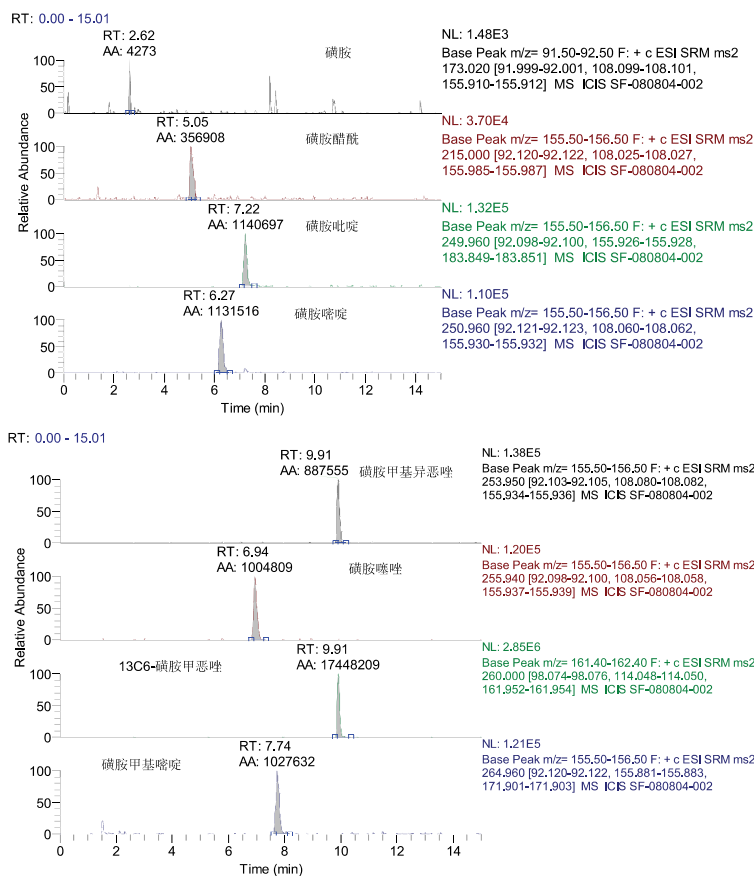
4500V

### 离子传输管温度

350

## 结果

### 1. 典型 LC/MS/MS 色谱图



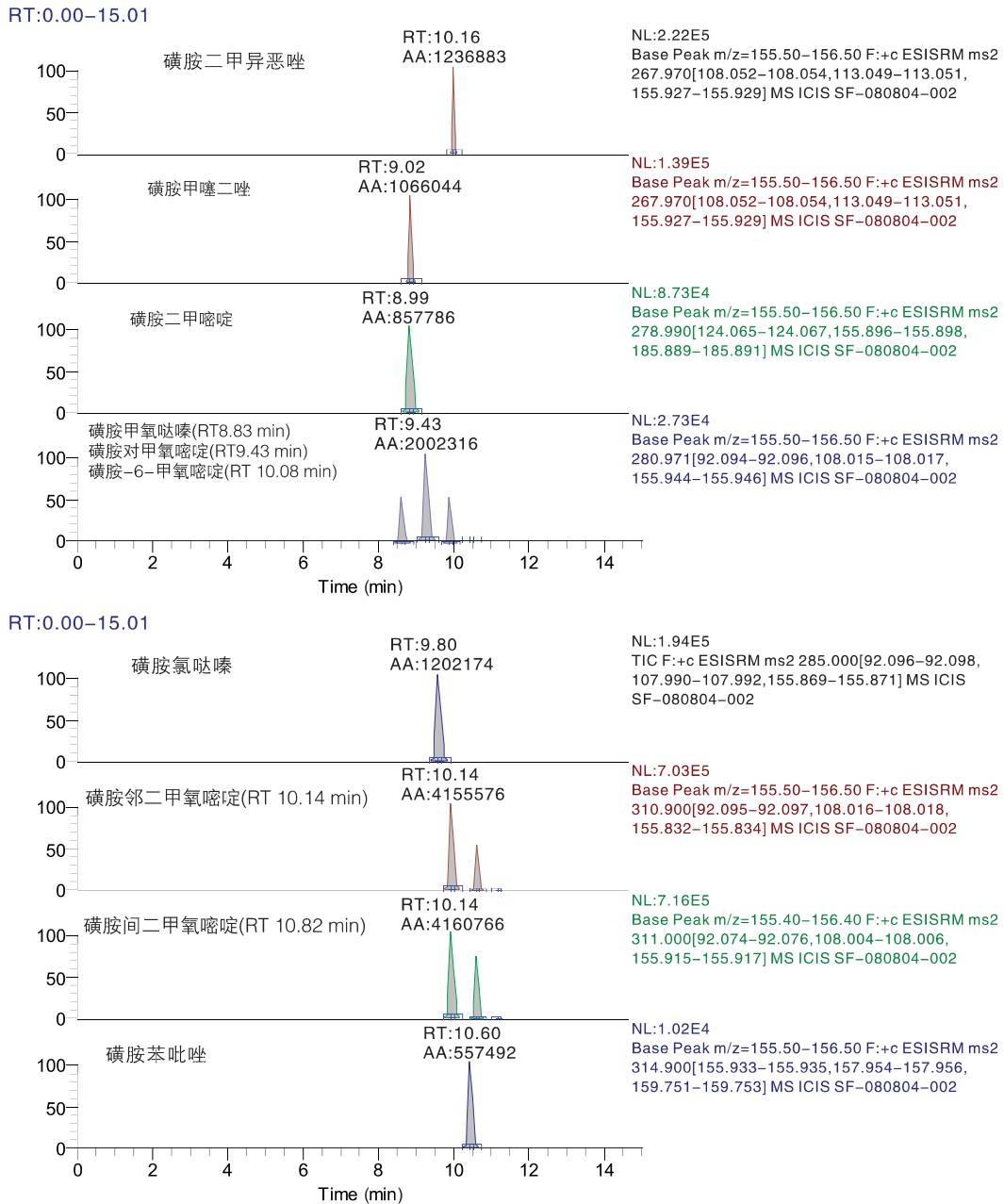


图 1.17 种磺胺类化合物和内标的 2 $\mu$ g/kg 添加到基质样品中的 LC/MS/MS 色谱图

2. 本方法测定十七种磺胺类抗生素，在猪肉、鱼肉和蛋中，定量限为 2 $\mu$ g/kg。
3. 本方法提取回收率在 50%-114%。

# 动物源性样品中四环素类药物的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-204)

## 样品制备

5.00g 动物源性样品, 加入 25mL Mcllvaine 缓冲液混合, 再加入 2mL 50% 三氯乙酸除去蛋白, 均质, 6000rpm 离心 10min, 过滤, 再用 20mL 提取液提取一次, 过滤合并上清液。调上清液的 pH 值至 4.5。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

## 样品

## 清洗

3mL 含 5% 甲醇水溶液

## 洗脱

3mL 甲醇

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold C18, 5 $\mu$ m, 4.6  $\times$  150mm

### 货号

25005-154630

### 流动相

0.1% 甲酸 (A) : 乙腈 (B)

梯度洗脱: 10 分钟内, 10-40%B

### 流速

1.5mL/min

### 检测

UV@350nm

### 柱温

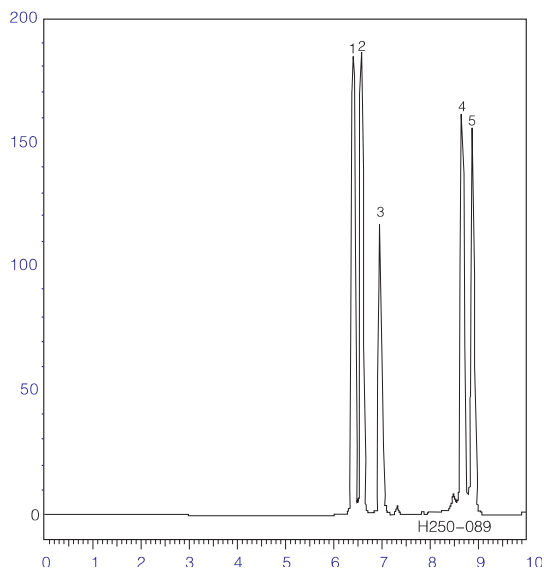
25

### 进样量

10 $\mu$ L

## 结果

### 典型 HPLC 色谱图



(1) 土霉素 (2) 差向四环素 (3) 四环素 (4) 甲烯土霉素 (5) 强力霉素

# 动物源性样品中喹诺酮类药物的检测 (SPE-HPLC,LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-412)

## 样品制备

样品切碎匀浆, 2g 中加入 30mL 50mM 磷酸盐缓冲液 (pH7.4) 超声, 离心取上清。

## 活化

6mL 甲醇, 6mL 5M NaOH 水, 6mL 水

## 上样

5mL, 1-2mL/min

## 清洗

6mL 5% 氨水, 1mL 甲醇

## 洗脱

6mL 4% 甲酸的甲醇溶液, 氮气吹干, 0.4mL 流动相溶解

## HPLC 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold aQ, 5 $\mu$ m, 150  $\times$  4.6mm

### 货号

25305-154630

### 流动相

甲醇 (A), 10mM KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (pH3) (B)

洗脱流程: 20%A~35%A (0~30min)

### 流速

1mL/min

### 检测

UV@280nm

### 柱温

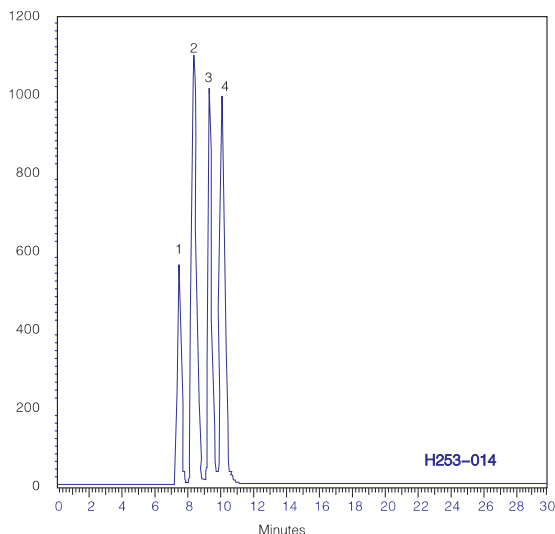
35

### 进样量

5 $\mu$ L

## 结果

### 典型 HPLC 色谱图



1. 氧氟沙星; 2. 诺氟沙星; 3. 环丙沙星; 4. 恩氟沙星

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Thermo Scientific Hypersil GOLD 2.1  $\times$  50 mm, 3 $\mu$ m

### 货号

25003-052130

### 流动相

A: 水 (0.5% 甲酸) B: 甲醇 / 乙腈 (0.5% 甲酸, 1:1 V/V)

### 进样量

20 $\mu$ L

### 流速

300 $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

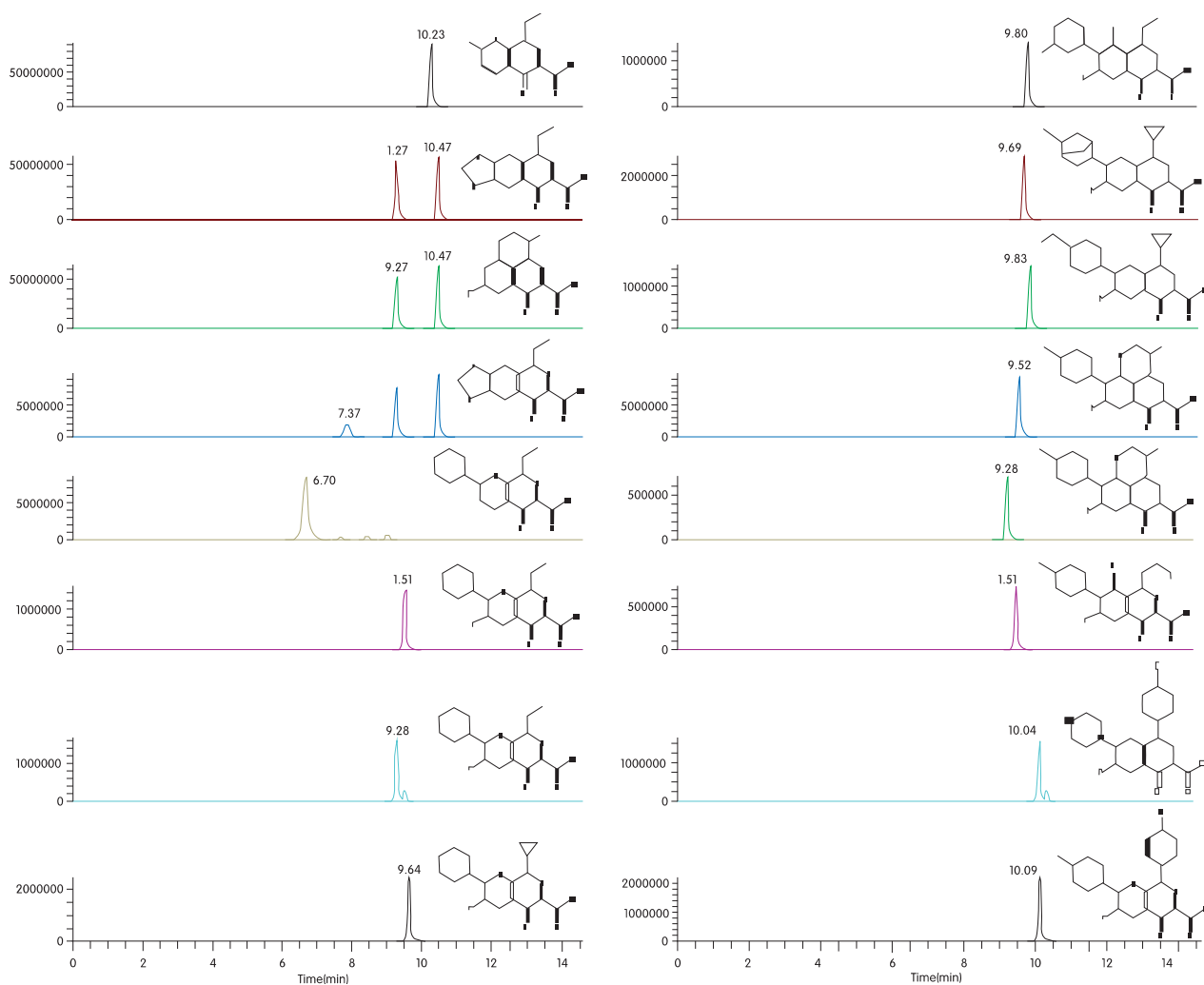
3000V

### 离子传输管度

350

结果

1.16 种喹诺酮类化合物的 LC/MS 图



各种被分析物代表性 SRM 谱图 (含量 20 $\mu$ g/kg)

2. 回收率: 本方法萘啶酸, 恶喹酸, 氟甲喹, 西诺沙星, 吡哌酸, 诺氟沙星, 依诺沙星, 环丙氟哌酸, 洛美沙星, 达氟沙星, 恩诺沙星, 氧氟沙星, 马波沙星, 氟罗沙星, 沙氟沙星, 双氟沙星药物在猪、牛、羊的肝脏, 水产品中的提取回收率均可达 60-110 %。

# 动物源性样品中氨基糖苷类药物的检测

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-304)

## 样品制备

称取 2.0g 匀质样品, 加入 8mL 10mmol/L  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  溶液 (含 0.4mmol/L EDTA 和 2% 三氯乙酸), 涡旋振荡提取, 10,000 rpm 离心 10min, 倾出上清液, 重复提取 1 次, 合并上清液, 10,000rpm 离心 10min, 倾出上清液。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

5mL 水

## 洗脱

5mL 含 5% 氨水的甲醇

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold aQ 5 $\mu\text{m}$  100  $\times$  2.1 mm

### 货号

25305-102130

### 流动相

0.1%HFBA 的水 / 0.1%HFBA 的乙腈 (52:48)

### 进样量

20 $\mu\text{L}$

### 流速

200 $\mu\text{L}/\text{min}$

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

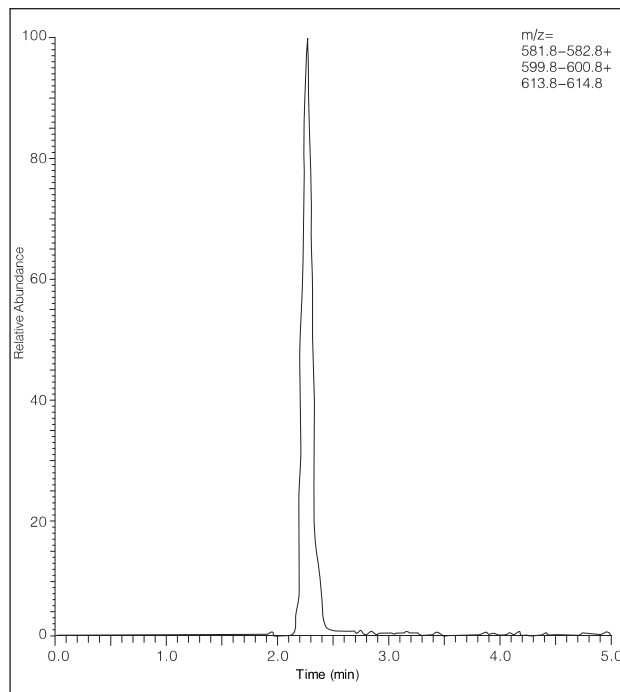
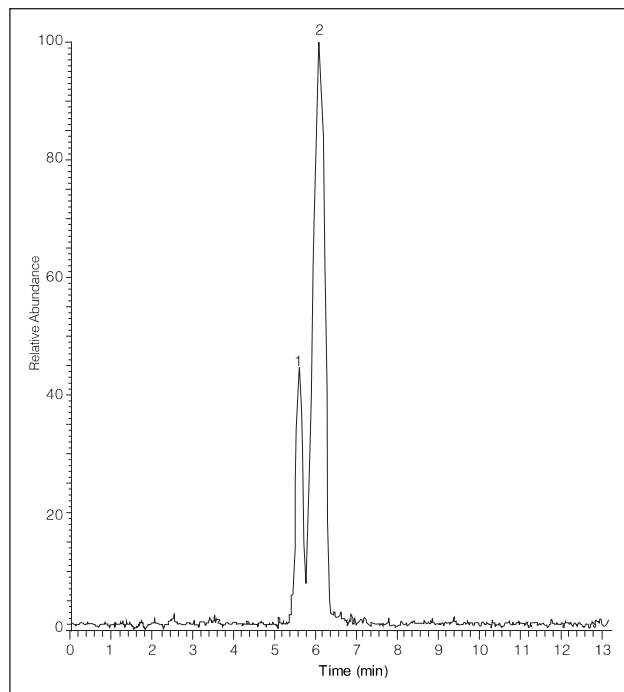
4500V

### 离子传输管度

350

## 结果

庆大霉素和链霉素的典型 LC/MS 图



左图: (1) 川庆大霉素 C1a (2) 庆大霉素 C2 右图: 链霉素



# 动物源性样品中氯霉素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-204)

## 样品制备

4g 样品, 加入 8mL 乙酸乙酯, 均质 2min, 4000rpm 下离心 5min, 然后提取上清液, 再加入 5mL 乙酸乙酯提取一次, 合并提取液, 加入 4mL 正己烷, 震荡 1min, 4000rpm 下离心 3min, 弃去正己烷层, 重复一次后, 乙酸乙酯层蒸干。用 1mL 50:50 甲醇 / 水溶解残留物, 用 10mL 水稀释。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

3mL 30% 甲醇水溶液, 吹干小柱

## 洗脱

3mL 甲醇, 氮气吹干

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil GDL<sup>TM</sup> 50 mm × 2.1 mm, 1.9μm

### 货号

25002-052130

### 流动相

A: 甲醇, B: 水

梯度: 时间 (min) A%

0.0-0.6 5%

2.3 100%

2.35-3.0 5%

### 进样量

20μL

### 流速

500μL/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式选择

反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

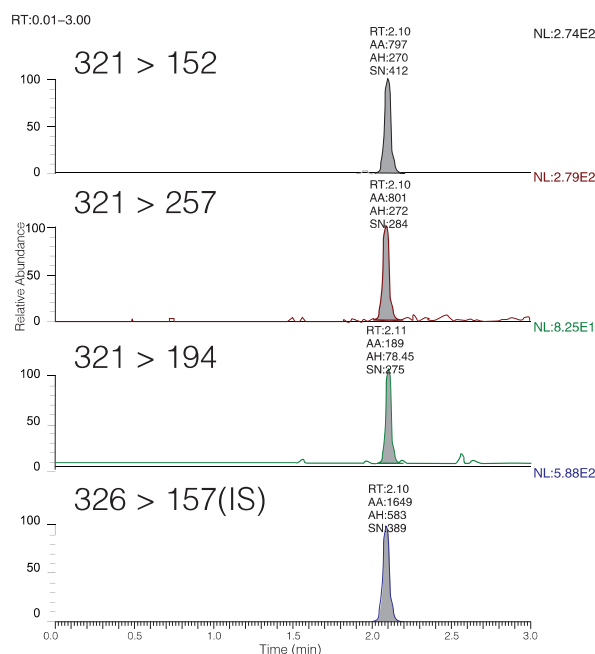
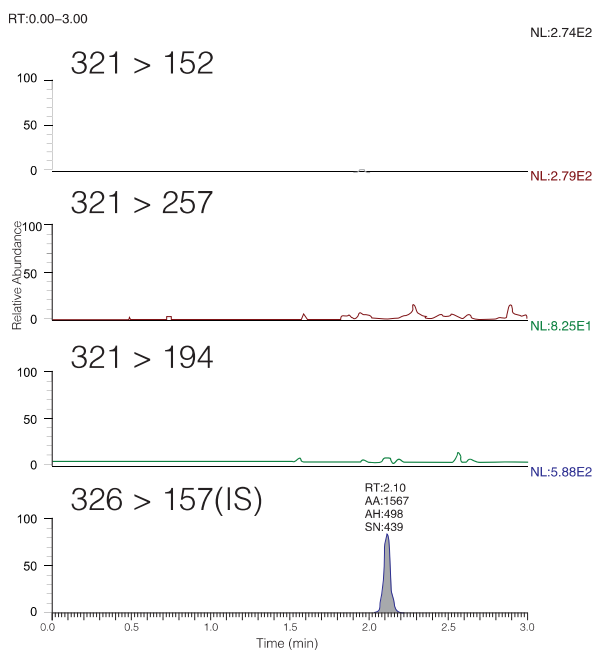
3000V

离子传输管温度

300

## 结果

### 1. 空白样品图和添加 0.050μg/kg 氯霉素样品图



2. LOQ: 猪, 牛, 羊肉, 牛奶等动物源性样品中氯霉素的 LOQ 为 0.050μg/kg。

3. 回收率: 猪, 牛, 羊肉, 水产品等动物源性样品中氯霉素回收率在 94%-104% 之间。

# 动物源性样品中青霉素类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-303)

## 样品制备

5g 样品, 加入 5% 钨酸 5mL, 0.17mol/L 硫酸 5mL, 水 50mL, 混匀。5000rpm 离心 10min。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

3mL 水, 吹干小柱

## 洗脱

6mL 20% 乙腈, 氮气浓缩后加水稀释后上样

## LC/MS 方法

### 色谱柱

BioBasic AX 5 $\mu$ m 150  $\times$  2.1mm

### 货号

73105-152130

### 流动相

A: 10mM 醋酸铵 B: 乙腈 10%B

### 进样量

20 $\mu$ L

### 流速

200 $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

### 喷雾电压

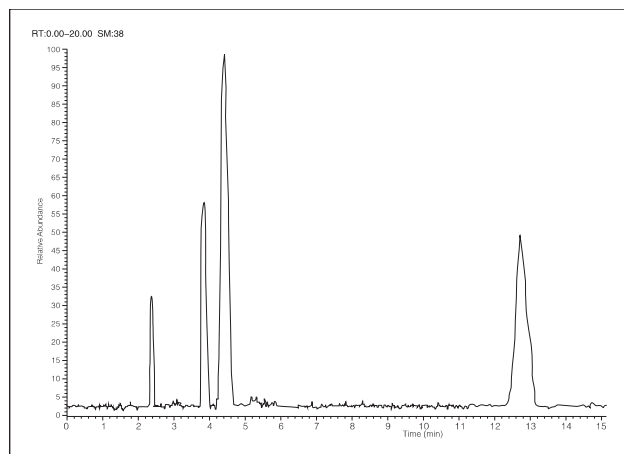
3000V

### 毛细管温度

300

## 结果

### 1. 典型安定 LC/MS/MS 色谱图



(1) 头孢菌素 (2) 羟氨苄青霉素 (3) 阿莫西林 (4) 青霉素 G

# 动物源性样品中安定的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-303)

## 样品制备

5g 样品, 加入 20mL 乙腈提取, 均质 2min, 10000rpm 下离心 5min, 然后提取上清液, 再加入 20mL 乙腈重复提取一次, 合并提取液, 蒸干后用 5mL 20% 甲醇水溶液溶解, 待净化。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

3mL 水溶液, 吹干小柱

## 洗脱

2\*2 mL 甲醇, 氮气吹干

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 150 × 4.6mm, 5μm

### 货号

25005-154630

### 流动相

A: 0.1% 甲酸 B: 甲醇 + 0.1% 甲酸 (35:65)

### 进样量

20μL

### 流速

1mL/min

### UV

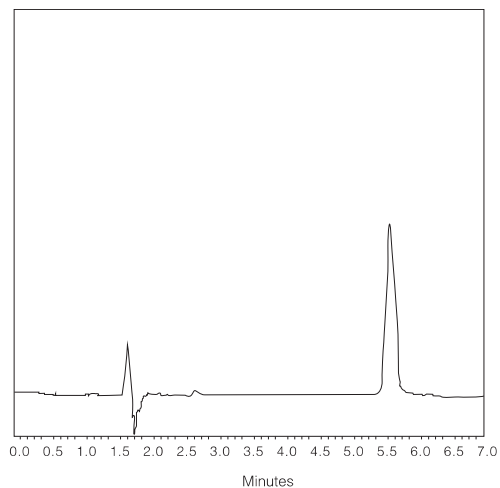
235nm

### 温度

25

## 结果

### 1. 典型安定 HPLC 图



2. 回收率: 猪羊牛肉等动物源性样品中安定的回收率在 95%-99% 之间。

# 牛奶中四环素类药物的检测 (SPE-HPLC)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

## 样品制备

15mL 牛奶, 与 25mL McIlvaine 缓冲液混合, 将样品在 5 及 8000rpm 下离心 10min。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

## 样品

## 清洗

3mL 含 5% 甲醇水溶液

## 洗脱

3mL 甲醇

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 4.6  $\times$  150mm

### 货号

25005-154630

### 流动相

0.1% 甲酸 (A) : 乙腈 (B)

梯度洗脱: 10 分钟内: 10-40%B

### 流速

1.5mL/min

### 检测

UV@350nm

### 柱温

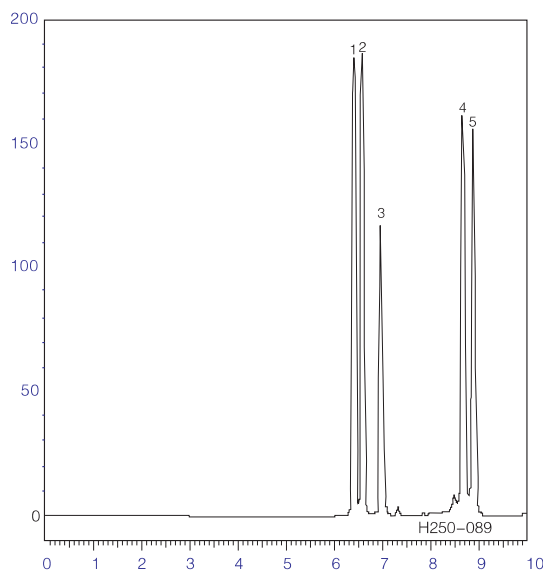
25

### 进样量

10 $\mu$ L

## 结果

### 典型 HPLC 色谱图



(1) 土霉素 (2) 差向四环素 (3) 四环素 (4) 甲烯土霉素 (5) 强力霉素

# 牛奶中青霉素类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-303)

## 样品制备

5mL 样品, 加入 5% 钨酸 5mL, 0.17mol/L 硫酸 5mL, 水 50mL, 混匀。5000rpm 离心 10min。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

3mL 水, 吹干小柱

## 洗脱

6mL 20% 乙腈, 氮气浓缩后加水稀释后上样

## LC/MS 方法

### 色谱柱

BioBasic AX 5 $\mu$ m 120  $\times$  2.1mm

### 货号

73105-152130

### 流动相

A: 10mM 醋酸铵 B: 乙腈, 10%B

### 进样量

20 $\mu$ L

### 流速

200 $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

### 喷雾电压

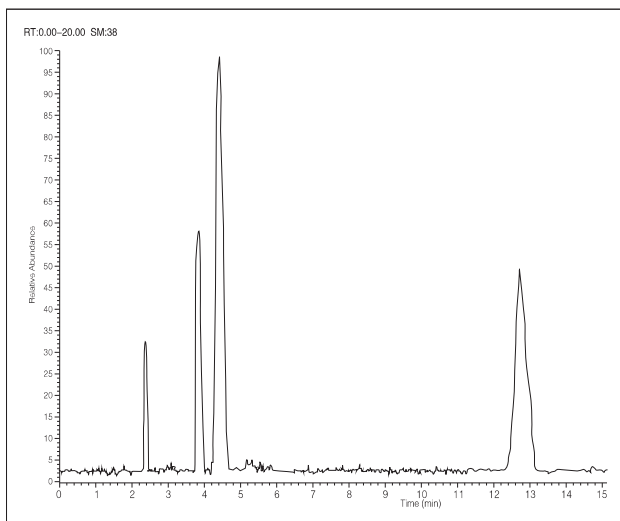
3000V

### 毛细管温度

300

## 结果

### 典型 LC/MS/MS 色谱图



(1) 头孢菌素 (2) 羟氨苄青霉素 (3) 阿莫西林 (4) 青霉素

## 牛奶和奶粉的氯霉素的检测

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 ( 部件号 : 60107-203 )

### 样品制备

0.5g 牛奶或奶粉，加入内标 d5-CAP ( 0.3 ppb )，加入 1mL 乙腈，涡匀 1min，然后在 14000rpm 下离心 10min。提取上清液，吹干后用 2mL 30% 甲醇水溶解。

### 活化

3mL 甲醇，3mL 水

### 上样

样品，1-2mL/min

### 清洗

3mL 30% 甲醇水溶液，吹干小柱

### 洗脱

2mL 甲醇，氮气吹干

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 50 mm × 2.1 mm，1.9μm

#### 货号

25002-052130

#### 流动相

A: 甲醇，B: 水

#### 梯度：时间 (min)

时间 (min)	A%
0.0-0.6	5%
2.3	100%
2.35-3.0	5%

#### 进样量

20μL

#### 流速

500μL/min

#### MS 条件

电喷雾电离源 ( ESI )，负离子模式

选择反应监控 ( SRM ) 扫描模式

#### 喷雾电压

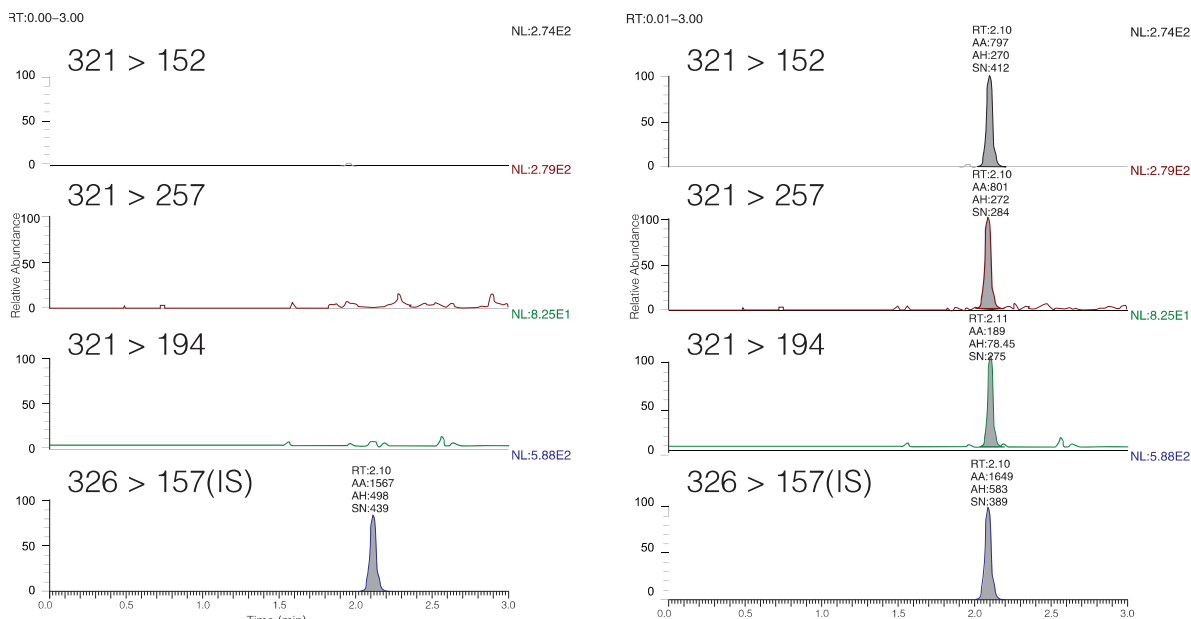
3000V

#### 毛细管温度

300

### 结果

#### 1. 空白样品图和添加 0.050μg/kg 氯霉素样品图



空白样品图和添加 0.050μg/kg 氯霉素样品图

2. LOQ : 牛奶中氯霉素的 LOQ 为 0.050μg/kg.

3. 回收率 : 牛奶中氯霉素回收率在 94%-104% 之间。

CAP Spiking Level (μg/kg)	Within-laboratory Reproducibility ( n=20 )		
	Meam(%)	SD(μg/kg)	%RSD
0.05	97%	0.0065	14%
0.15	101%	0.020	13%
0.30	104%	0.037	11%
0.50	94%	0.042	8.0%

Table 3: Recovery and Reproducibility Data



## 奶制品中硝基咪唑类药物的测定

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

### 样品制备

在 15mL 奶中添加

1 × 2mL 三氯乙酸

1 × 1mL 甲醇

以 4,000rpm 转速离心

去除上清以用于分析

活化 **HyperSep Retain PEP** 固相萃取柱

1 × 5mL 甲醇

1 × 5mL 甲醇

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 × 10mL 甲醇

### 洗脱硝基咪唑类药物

1 × 5mL 乙酸乙酯以 1 至 2mL/min 的速率洗脱,

收集 5mL 洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液

分析

用 1,000μL 的乙腈复溶样品

将 5μL 样品进样至 LC/MS

### 推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

Hypercil GOLD 5μm, 100 × 2.1mm

25005-102130

## 奶制品中三聚氰酸的检测 (SPE-LC/MS)

使用 50mg 1mL HyperSep Hypercarb 固相萃取柱 (部件号: 60106-303)

### 样品制备

1g 牛奶或奶粉, 加入 12mL 50% 乙腈水溶液, 涡匀 2min, 然后在 4000rpm 下离心 10min。提取 5mL 上清液, 加磷酸调 pH=3。

活化

3mL 甲醇, 3mL 水

上样

样品, 1-2mL/min

清洗

吹干小柱

洗脱

3mL 甲醇, 氮气吹干

### LC/MS 方法

色谱柱

BioBasic™ AX 2.1 × 150mm, 5μm

货号

73105-152130

流动相

0-5min: 乙腈 - 异丙醇 - 50mM 醋酸铵 85:10:5

5min-10min: 9:1 水 / 乙腈

进样量

20μL

流速

400μL/min

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

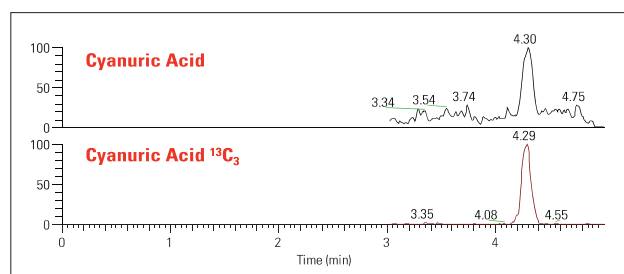
3000V

毛细管温度

350

### 结果

典型三聚氰酸 LC/MS/MS 样品图



# 奶制品中三聚氰胺的检测 (SPE-LC/MS)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-303)

## 样品制备

5g 奶制品 /10mL 牛奶, 1% 三氯乙酸 50mL, 涡旋, 加入 2mL 2% 醋酸铅水溶液, 超声 20min, 离心取上清。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

6mL, 2mL/min

## 清洗

3mL 水, 3mL 甲醇, 抽干柱子 5min

## 洗脱

5mL 5% 氨甲醇溶液, 1-2mL/min, 挥干, 1mL 流动相溶解

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Synchronis HILIC, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  100mm

### 货号

97505-102130

### 流动相

A: 乙腈; B: 10mM 醋酸铵 / 醋酸 (pH=3) 85:15

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

250 $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (MRM) 扫描模式

喷雾电压

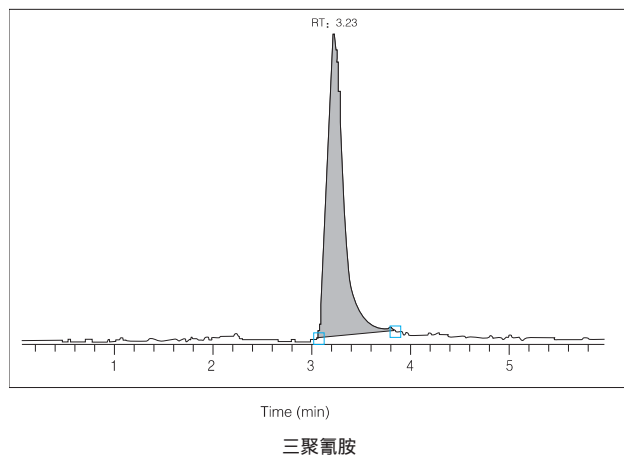
3500V

离子传输管温度

350

## 结果

### 典型 LC/MS/MS 色谱图



# 鸡蛋中三聚氰胺的检测 (SPE-LC/MS)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-303)

## 样品制备

1g 搅匀的鸡蛋, 加入 2mL 三氯甲烷和 5mL 1% 三氯乙酸溶液, 震荡 2min, 3000rpm 下离, 2min, 收集上清液待净化。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

6mL, 2mL/min

## 清洗

3mL 水, 3mL 甲醇, 抽干柱子 5min

## 洗脱

5mL 5% 氨甲醇溶液, 1-2mL/min, 挥干, 1mL 流动相溶解

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Syncranis HILIC, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  100mm

### 货号

97505-102130

### 流动相

A: 乙腈; B: 10mM 醋酸铵 / 醋酸 (pH=3) 85:15

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

250 $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (MRM) 扫描模式

### 喷雾电压

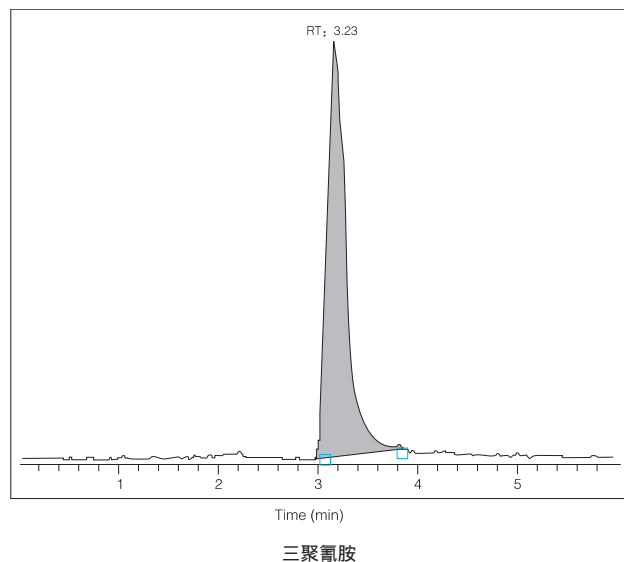
3500V

### 离子传输管温度

350

## 结果

### 典型 LC/MS/MS 色谱图



# 地沟油中多环芳烃的检测 (SPE-HPLC,GC/MS)

使用 1g 6mL HyperSep Silica 固相萃取柱 (部件号: 60108-426)

## 样品制备

准确称取试样 2.5g, 加入 10mL 乙腈和丙酮的 (6:4) 的混合溶液。震荡 30s 后, 将离心管放入超声水浴中保存 5min, 4000r/min 离心 5min, 取上清液, 于 40 °C 氮吹 30min-40min。使用混合溶剂重复提取 2 次, 合并萃取液, 40 °C 氮吹浓缩近干, 用 2mL 正己烷复溶。

## 净化

### 活化

二氯甲烷 6mL, 正己烷 6mL

### 上样

样品 2mL, 加入 4mL 正己烷分两次洗涤试管上样

### 洗脱

10mL 二氯甲烷: 正己烷 2:3

吹干后重溶于流动相中

## HPLC 方法

### 色谱柱

Hypersil Green PAH 3 $\mu$ m, 100  $\times$  4.6mm

### 货号

31103-104630

### 流动相

A: 99:1 水: 乙腈; B: 99:1 乙腈: 水

梯度: 50:50-5min 50:50-25min 0:100

### 流速

2mL/min

### 进样量

10 $\mu$ L

## UV

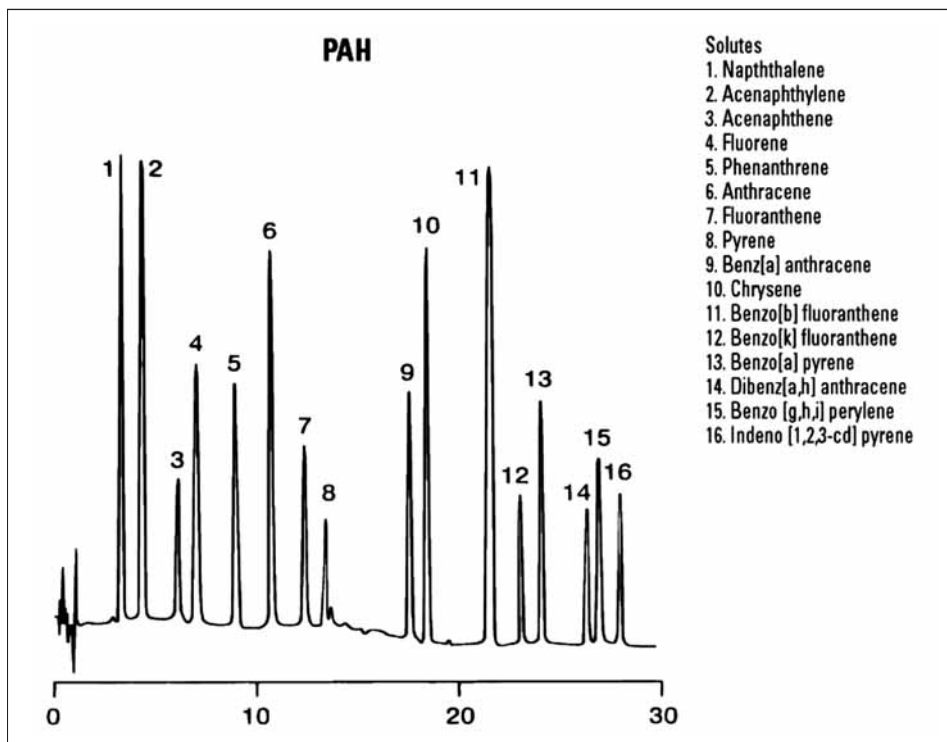
254nm

## 温度

20

## 结果

典型 PAH HPLC 图



- (1) 萘
- (2) 亚萘基
- (3) 芴
- (4) 芘
- (5) 菲
- (6) 蒽
- (7) 荧蒽
- (8) 芘
- (9) 苯
- (a) 蒽
- (10) 屈
- (11) 苯并 (b) 荧蒽
- (12) 苯并 (k) 荧蒽
- (13) 苯并 (a) 芘
- (14) 二苯并 (a,h) 蒽
- (15) 苯并 (ghi) 芘
- (16) 茚并 (1,2,3-cd) 芘

## GC/MS 方法

### 色谱

TraceGOLD TG-5SiIMS 30m × 0.25mm × 0.25μm

TG-17SiIMS 30m × 0.25mm × 0.25μm

### 货号

26096-1420, 26072-1420

### 程序升温

初始温度 90 ，保持 1min，以 25 /min 速率升至 280 ，再以 4 /min 速率升至 320/min，并保持 2min  
(TraceGOLD TG-5SiIMS)

初始温度 90 ，保持 1 min，以 30 /min 速率升至 250 ，再以 4 /min 速率升至 330 ，并保持 5min  
(TraceGOLD TG-17Si1 MS)

### 柱流速

1.2mL/min (恒流模式)

### 进样量

1μL

### 进样口温度

250

### 进样模式

不分流进样；1min 开始分流，流速 30mL/min

### 检测

MS

## 结果

### 1. 浓度为 100ppb 的 18 种多环芳烃的 TIC 图

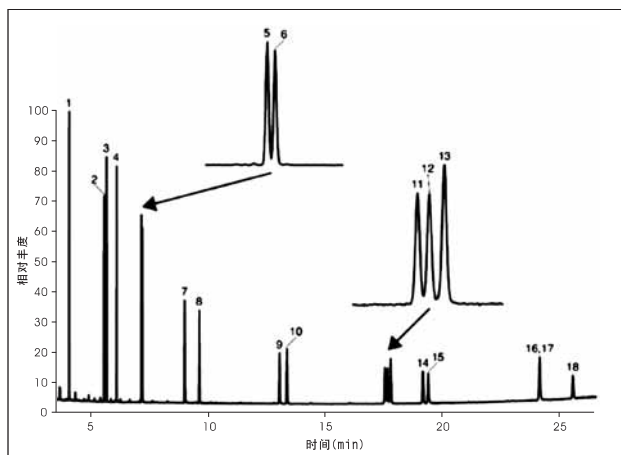


图 1. TG-17SiIMS 30m × 0.25mm × 0.25μm 气相色谱柱上 10μg/mL 18 种成份混合物的总离子流色谱图 (TIC)

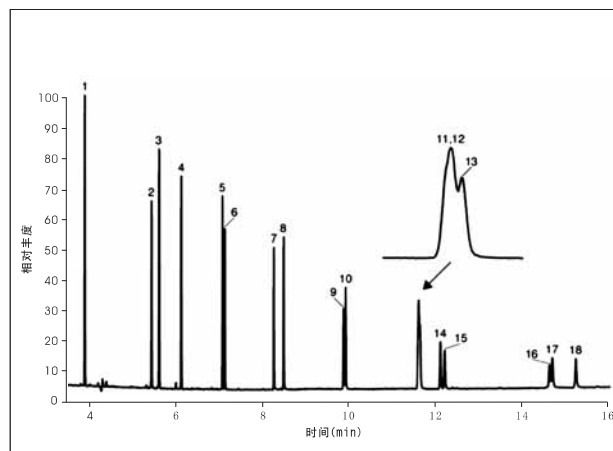


图 2. 同等 5SiIMS 定相 30m × 0.25mm × 0.25μm 气相色谱柱上 10μg/mL 18 种成份 PAH 混合物的总离子流色谱图 (TIC)

化合物：萘，萘烯，萘，芴，菲，蒽，蒽蒽，芘，苯并(a)蒽，屈，苯并(b)蒽，荧蒽，苯并(j)蒽，苯并(k)蒽，苯并(a)芘，苯并(e)芘，茚芘(1,2,3-cd)芘，茚芘(1,2,3-cd)芘，苯并(g,h,i)芘

# 食品中塑化剂的检测 (SPE-GC/MS, LC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-341, 60105-204)

## 样品制备

1. 液体试样 (易乳化或不易乳化样品均可使用此方法)

准确称取混合均匀的液体试样 5.0g (含有二氧化碳气体的先除去二氧化碳 (于 25mL 具塞磨口玻璃试管中, 加 10mL 乙腈, 加入 6g MgSO<sub>4</sub> 和 1.5g 醋酸钠 (Thermo QueChERS, PN:60105-341) ), 涡旋 1min, 4000r/min 离心 2min, 收集上清液, 于 40 °C 氮吹至近干, 用乙腈定容至 5mL。

2. 固体或半固体试样 (含油脂或不含油脂试样均可使用此方法)

准确称取混合均匀固体或半固体试样 5.0g 于 50mL 具塞磨口玻璃试管中, 加入 5mL 水 (含水试样无需加水), 准确加入 15mL 乙腈, 加入 6g MgSO<sub>4</sub> 和 1.5g 醋酸钠 (Thermo QueChERS, PN:60105-341) ), 涡旋 1min, 4000r/min 离心 2min, 收集上清液, 于 40 °C 氮吹至近干。用乙腈定容至 5mL 加入 50mg PSA 粉, 50mg C18 粉, 150mg MgSO<sub>4</sub> (Thermo QueChERS clean-up, PN:60105-204) ), 涡旋 1min, 4000r/min 离心 2min, 取上清液。

## GC/MS 方法

色谱柱

TG-5MS 30m × 0.25mm × 0.25μm

货号

26098-1420

程序升温

初始温度 60 °C, 保持 1min, 以 15 °C/min 速率升至 230 °C, 保持 1min, 再以 5 °C/min 速率升至 280 °C, 并保持 4min

柱流速

1mL/min (恒流模式)

进样量

10μL

进样口温度

250

进样模式

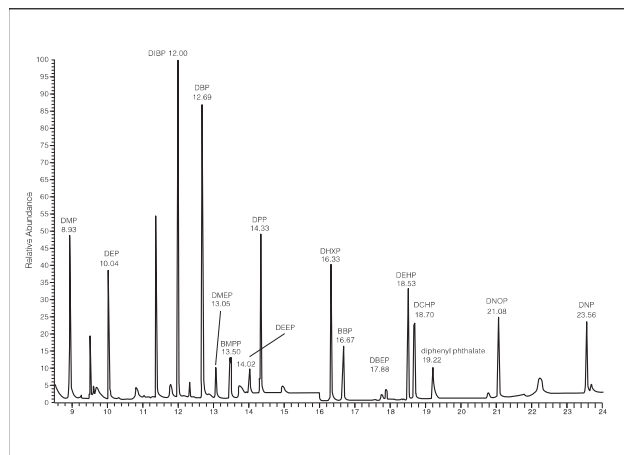
不分流进样; 0.8min 开始分流, 流速 50mL/min

检测

MS

## GC/MS 方法结果

1. 浓度为 25ppb 的 16 种邻苯二甲酸酯的选择离子图



2. 样品结果

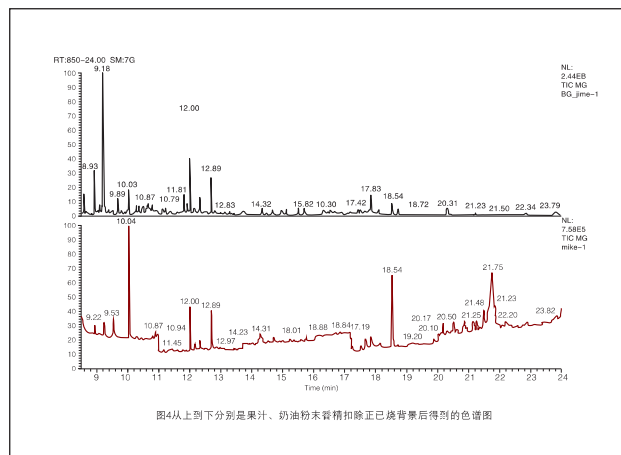


图4从上到下分别是果汁、奶油粉末香精扣除正己烷背景后得到的色谱图



**LC/MS 方法**

**色谱柱**

Thermo AccuCore RP-MS 柱, 2.6m, 100mm × 2.1mm

**货号**

17126-102130

**流动相**

A: 水

B: 甲醇

**梯度**

时间 (min)	A: 纯水	B: 甲醇
0	60%	40%
12	0	100%
15	0	100%

**流速**

0.3mL/min

**进样量**

3μL

**MS 条件**

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

**喷雾电压**

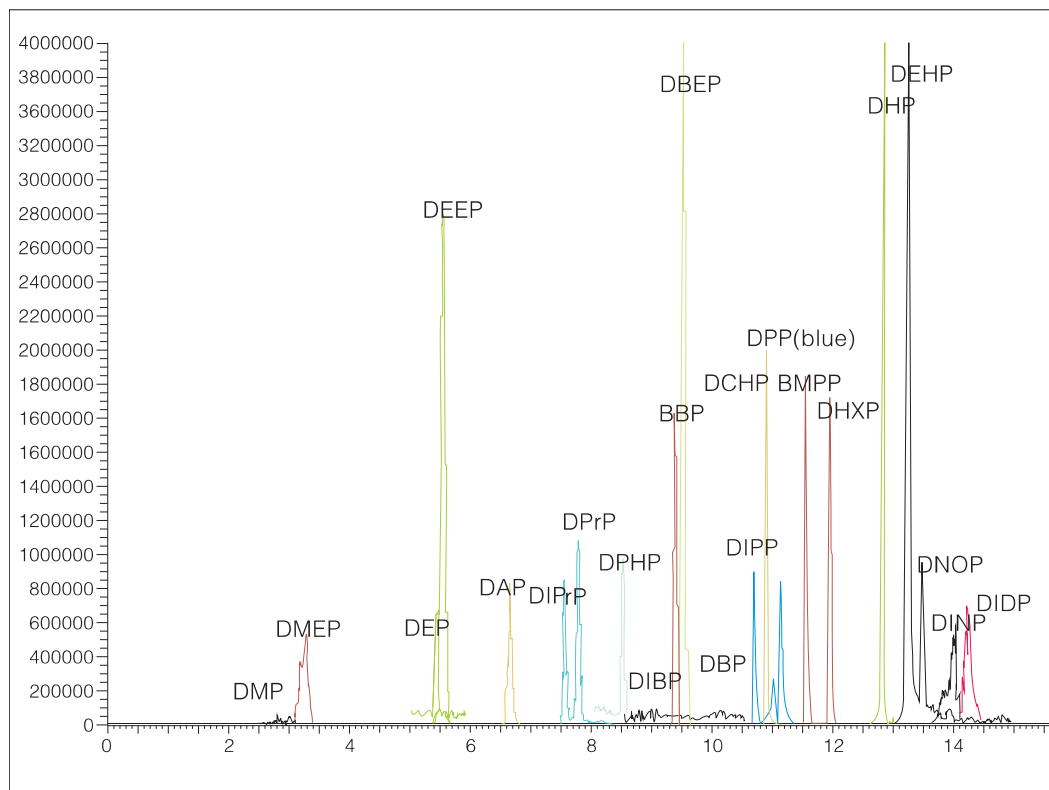
3700V

**毛细管温度**

350

**结果**

1.22 个邻苯二甲酸酯化合物分离图



2. 使用本方法提取啤酒, 饮料, 蜂蜜, 食用油, 饼干等食品, 提取回收率在 80-120%。

# 食品原料中的三聚氰胺

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX (部件号 : 60107-304)

## 样品制备

向 1 至 5g 样品中添加 10 至 25mL 乙腈 / 去离子水 (50:50)

振摇 5 分钟

离心

将 5mL 上清液转移到清洁的螺口玻璃试管中

添加 1mL 100mM 的 HCl

添加 1mL 二氯甲烷

振摇 5 分钟

离心

将上层溶液转移到清洁的玻璃试管中

二氯甲烷中加入 2mL 水

振摇 5 分钟

离心

将上层溶液添加到先前的水溶液中

将样品上样到活化 SPE 柱上

活化 **HyperSep Retain-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

注：在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

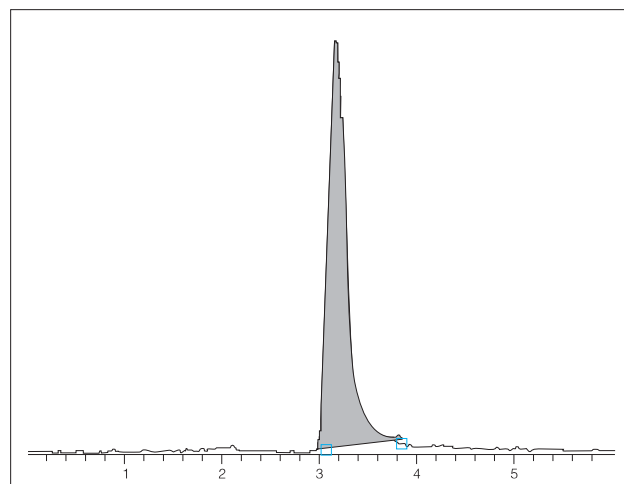
1 × 3mL 100mM 的盐酸

1 × 1mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 > 10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

结果

典型 LC/MS/MS 色谱图



Time (min)

三聚氰胺

## 洗脱三聚氰胺

1 × 2mL 含 5%NH<sub>4</sub>OH 的甲醇

1 × 3mL 含 5%NH<sub>4</sub>OH 的甲醇

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 < 40 温度下吹干洗脱液

分析

色谱柱

Synchronis HILIC, 5μm, 2.1 × 100mm

货号

97505-102130

流动相

A: 乙腈; B: 10mM 醋酸铵 / 醋酸 (pH=3) 85:15

进样量

10μL

流速

250μL/min

**MS 条件**

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (MRM) 扫描模式

喷雾电压

3500V

离子传输管温度

350

# 食品中三聚氰酸和三聚氰胺的 LC/MS/MS 检测

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 萃取柱 (部件号: 60108-722)  
和 200mg 6mL HyperSep Retain-AX 萃取柱 (部件号: 60107-412)

## 制备样品

向 1 至 5g 样品中加入 10 至 25mL CH<sub>3</sub>CN/ 水 (50:50)

振摇 5 分钟

离心

将 5mL 上清液转移到清洁的螺口玻璃试管中

添加 1mL 100mM 的 HCl

添加 1mL CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

振摇 5 分钟

离心

将上层物质转移到清洁的玻璃试管中

添加 2mL 水至 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 中

振摇 5 分钟

离心

将上层溶液添加到先前的水溶液中

将样品上样到活化的 SPE 柱上

活化 **HyperSep Verify — CX** 柱

1 × 3mL CH<sub>3</sub>OH

1 × 3mL 水

注: 在 < 3 英寸汞柱的压力下抽吸, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

收集流出物, 以备上样于 HyperSep Retain-AX 柱

清洗柱

清洗 HyperSep Verify-CX 柱

1 × 1mL 水

收集清洗液, 以备上样于 HyperSep Retain-AX 柱

从装置上拆下收集试管并进入 HyperSep Retain-AX 部分

1 × 3mL 100mM 的 HCl

1 × 1mL CH<sub>3</sub>OH

抽干萃取柱 (在压力 > 10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱三聚氰胺

将新的收集试管安装在装置上

1 × 2mL 含 5% NH<sub>4</sub>OH 的 CH<sub>3</sub>OH

1 × 3mL 含 5% NH<sub>4</sub>OH 的 CH<sub>3</sub>OH

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 < 40 温度下吹干洗脱液

复溶

用 1,000μL 的 CH<sub>3</sub>CN 复溶样品

添加外标 \*

将 5μL 样品进样至 LC/MS

**HyperSep Retain-AX** 萃取程序

将清洗和上样步骤中得到的溶液的 pH 调节至 7\*\*

活化 **HyperSep Retain-AX** 柱

1 × 3mL CH<sub>3</sub>OH

1 × 3mL 水

注: 在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

将 PH 已调节为 7 的样品以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗 **HyperSep Retain -AX** 柱

1 × 3mL 水

1 × 1mL CH<sub>3</sub>OH

抽干萃取柱 (干燥至刚好能够去除残留溶剂)

洗脱三聚氰酸

将新的收集试管安装在装置上

1 × 3mL CH<sub>3</sub>OH, 包含 1% HCl

1 × 2mL CH<sub>3</sub>OH, 包含 1% HCl

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 < 40 温度下吹干洗脱液

复溶

在 100μL 流动相中复溶样品

添加外标 \*

将 5 匹样品进样至 LC/MS

化合物	MRM 参数
三聚氰胺	127.1/85.1
2, 4 二氨基 6- 羟基嘧啶 *	127.1/67.0
三聚氰酸	127.8/84.9

\* 外标: 2, 4 二氨基 6- 羟基嘧啶

\*\* 使用 100 至 200μL 5%(V/V)(aq)NH<sub>4</sub>OH 调节 PH

推荐的 **HPLC** 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD HILIC 3μm, 150 × 2.1mm

26503-152130

## 油炸食品中丙烯酰胺的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-204)  
和 60mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60707-303)

### 样品制备

2g 样品中加入 10mL 水, 超声提取 20min, 4000rpm 下离心 10min。将上清液转入另一离心管中, 加入 5mL 正己烷, 震荡离心 5min, 弃去正己烷, 加入 5mL 正己烷重复一次。用 15mL 乙酸乙酯分 3 次萃取水层, 合并萃取液, 40 °C 氮气下吹干, 加入 3mL 水重溶, 上 SPE。

### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

### 上样

样品, 1-2mL/min 加入 HyperSep Retain PEP 柱

### 清洗

3mL 水

### 洗脱

3mL 1% 甲酸的甲醇

### 再次净化

洗脱液上 HyperSep Retain CX, 收集洗脱液, 在上 1mL 甲醇润洗小柱, 收集润洗液, 合并后吹干, 定容。

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Thermo Scientific Hypercarb 2.1 × 50mm, 5μm

#### 货号

35005-052130

#### 流动相

水

#### 进样量

10μL

#### 流速

400μL/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

#### 喷雾电压

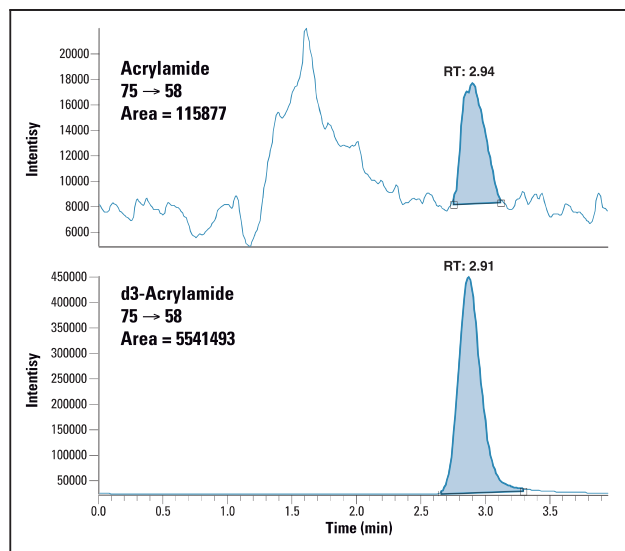
3500V

#### 离子传输管度

375

### 结果

#### 1. 添加 1ng/mL 丙烯酰胺样品 LC/MS 图



2. 回收率: 称取 1g 玉米粉加入 10% 植物油作为本底, 分别加入 200, 500, 800ng 丙烯酸胺标准品, 进行加标回收试验。高、中、低 3 个浓度水平下的加标回收率为 93.2%~ 97.4% 相对标准偏差 (RSD) 小于 10%

#### 3. 实际样品检测

	Cereal 1	Cereal 2	Potato Chip 1	Potato Chip 2
<b>Injection 1</b>	17.17ng/mL	55.93ng/mL	57.11ng/mL	29.18ng/mL
<b>Injection 2</b>	17.00ng/mL	56.18ng/mL	56.52ng/mL	29.14ng/mL
<b>Mean</b>	17.09ng/mL	56.06ng/mL	56.82ng/mL	29.16ng/mL
<b>Extraction Vol.</b>	20.0mL	20.0mL	20.0 mL	20.0mL
<b>Mass Sample</b>	2.003g	2.007g	2.021	1.995
<b>Acrylamide Conc</b>	171ng/g	559ng/g	562ng/g	292ng/g

Table 2: Results of acrylamide assay from food samples

## 蜂蜜中喹诺酮类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-404)

### 样品制备

2g 中加入 20mL 5% 氨水溶液, 剧烈震荡, 使蜂蜜完全溶解, 待净化。

### 活化

6mL 甲醇, 6mL 5M NaOH 水, 6mL 水

### 上样

5mL, 1-2mL/min

### 清洗

3mL 5% 氨水, 3mL 甲醇

### 洗脱

3mL 4% 甲酸的甲醇溶液, 氮气吹干, 0.4mL 流动相溶解

### 结果

回收率: 本方法萘啶酸, 恶喹酸, 氟甲喹, 西诺沙星, 吡哌酸, 诺氟沙星, 依诺沙星, 环丙氟哌酸, 洛美沙星, 达氟沙星, 恩诺沙星, 氧氟沙星, 马波沙星, 氟罗沙星, 沙氟沙星, 双氟沙星药物在蜂蜜中的提取回收率达 60-110%。

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Thermo Scientific Hypersil GOLD 2.1 × 50 mm, 3μm

#### 货号

25003-052130

#### 流动相

A: 水 (0.5% 甲酸) B: 甲醇 / 乙腈 (0.5% 甲酸, 1:1 V/V)

#### 进样量

20μL

#### 流速

300μL/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3000V

离子传输管温度

350

## 蜂蜜中阿维菌素的检测 (SPE-HPLC)

使用 500mg 6mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-305)

### 样品制备

5g 蜂蜜, 加入 25mL 水, 剧烈震荡, 使蜂蜜完全溶于水中。

### 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

### 上样

样品, 1-2mL/min

### 清洗

6mL 水

### 洗脱

6mL 乙腈

### 重溶

氮气吹干, 1mL 流动相溶解, LC/MS/MS 分析

### 衍生化

氮气吹干, 加入 100μL N-甲基咪唑 - 乙腈 (1:1), 涡匀 30s, 然后加入 150μL 三氟乙酸酐 - 乙腈溶液 (1:1), 涡旋混合 30s, 然后加入 750μL 甲醇, 静止 15min, 过滤后上 HPLC 分析。

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Hypersil Gold, 5μm, 2.1 × 150mm

#### 货号

25005-152130

#### 流动相

乙腈 / 0.1% 乙酸水溶液 = 75:25

#### 进样量

10μL

#### 流速

250μL/min

### MS 条件

APCI 负离子模式

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil GDLD™ 150mm × 4.6mm, 5μm

#### 货号

25005-154630

#### 流动相

甲醇 / 水 = 92:8

#### 进样量

20μL

#### 流速

1mL/min

#### 荧光

激发波长: 365nm, 发射波长: 475nm

#### 柱温

25

# 蜂蜜中磺胺类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

取 5g 样品, 加入 15mL 水, 震荡混匀, 加入 20mL 乙酸乙酯萃取, 将乙酸乙酯层液转入 100mL 旋转蒸发瓶中, 样品再用 20mL 乙酸乙酯萃取 1 次, 合并萃取液。在 40 °C 下浓缩萃取液至 0.5mL 左右用 4mL 超纯水溶解用于固相萃取。

## 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

## 上样

## 样品

## 清洗

6mL 水, 抽干柱子 5min

## 洗脱

6mL 甲醇溶液, 6mL 乙酸乙酯, 1-2mL/min

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  150mm

### 货号

25005-152130

### 流动相

A: 甲醇; B: 0.1% 甲酸、2mM 甲酸铵水溶液

### 梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	0	1	7	9	12	12.1	12.3	14.8	15
A	10	10	35	70	70	10	10	10	10
B	90	90	65	30	30	90	90	90	90
流速 ( $\mu$ L/min)	250	250	250	250	250	250	300	300	250

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

250 $\mu$ L/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

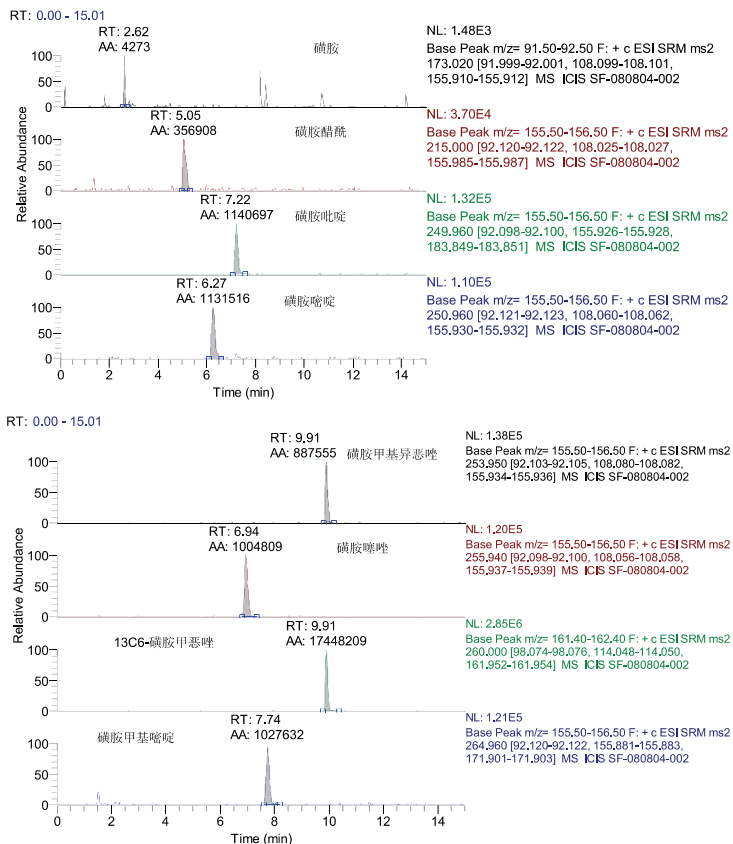
4500V

### 离子传输管温度

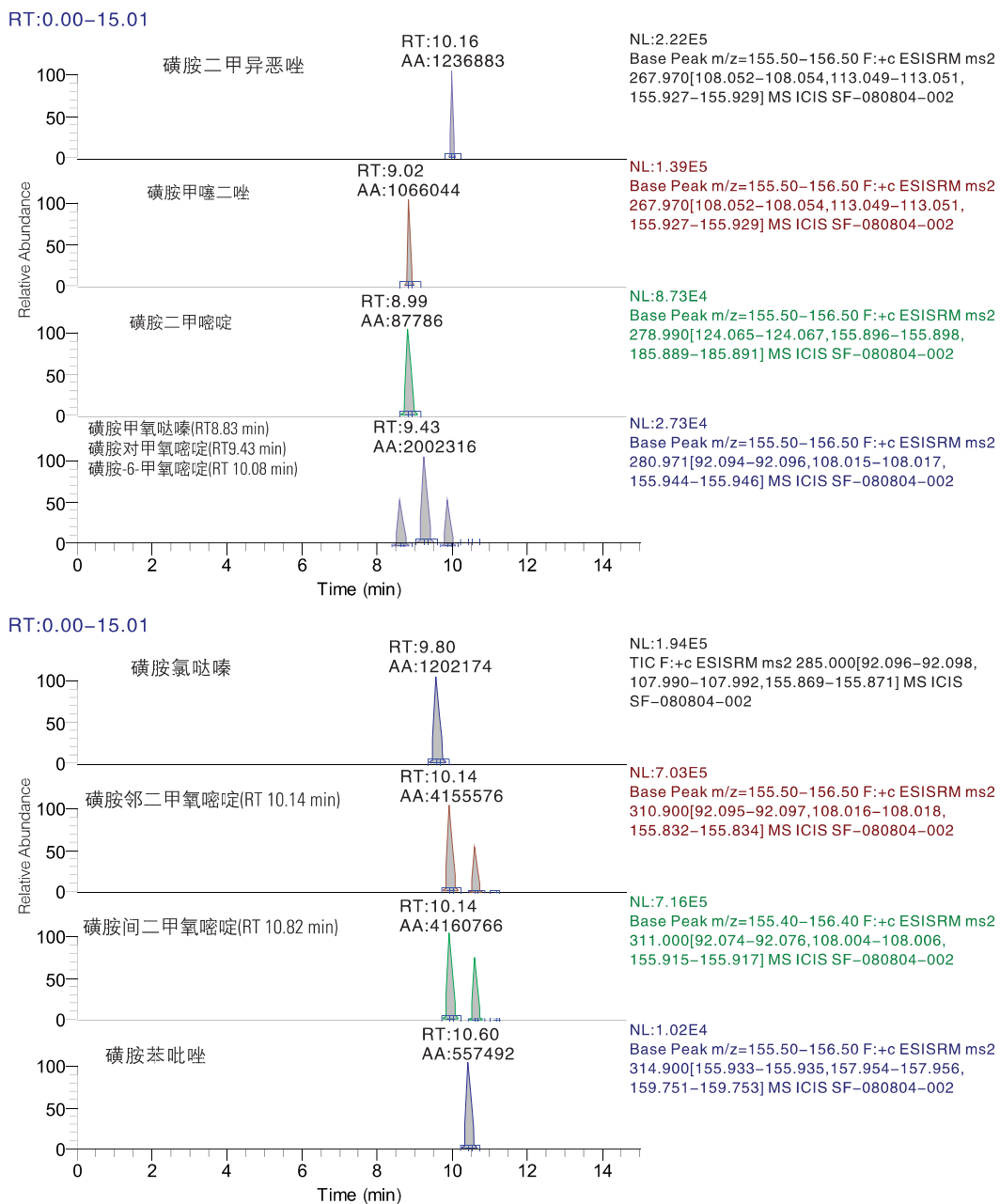
350

## 结果

### 1. 典型 LC/MS/MS 色谱图





图 1.17 种磺胺类化合物和内标的 2 $\mu$ g/kg 添加到基质样品中的 LC/MS/MS 色谱图

2. 本方法测定十七种磺胺类抗生素，在蜂蜜中的定量下限为 2 $\mu$ g/kg。
3. 本方法提取回收率在 60%-120%。

## 蜂蜜中四环素类药物的检测 (SPE-HPLC)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

### 样品制备

5mL 蜂蜜, 与 25mL Mcllvaine 缓冲液混合 (pH 4.1), 将样品在 5 及 8000rpm 下离心 10min。

### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

### 上样

### 样品

### 清洗

3mL 含 5% 甲醇水溶液

### 洗脱

3mL 甲醇

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 4.6  $\times$  150mm

#### 货号

25005-154630

#### 流动相

0.1% 甲酸 (A) : 乙腈 (B)

梯度洗脱 : 10 分钟内 : 10-40%B

#### 流速

1.5mL/min

#### 检测

UV@350nm

#### 柱温

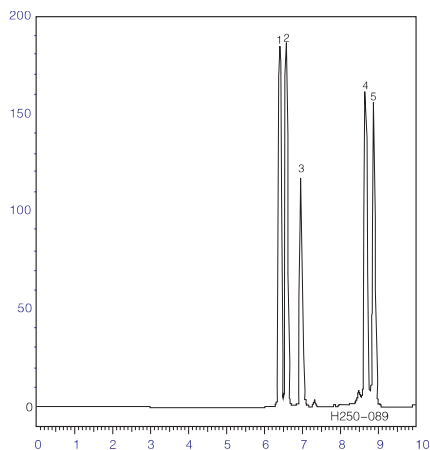
25

#### 进样量

10 $\mu$ L

### 结果

#### 典型 HPLC 色谱图



(1) 土霉素 (2) 差向四环素 (3) 四环素 (4) 甲烯土霉素 (5) 强力霉素

## 蜂蜜中链霉素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep SCX 固相萃取柱 (部件号: 60108-422)  
和 200mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-303)

### 样品制备

10g 样品加入 20mL 0.1 磷酸溶液, 涡匀 5min, 待净化。

### 活化 HyperSep SCX

3mL 甲醇, 3mL 水

上样

样品

清洗

5mL 含 0.1% 磷酸溶液, 5mL 水

洗脱

5mL 0.2mol/L 磷酸氢二钾 (磷酸调节 pH=8), 收集洗脱液, 用磷酸调节 pH=2, 待下一步净化 HyperSep C18

### 活化 HyperSep C18

3mL 甲醇, 3mL 水

上样

上样

清洗

5mL 水

洗脱

5mL 甲醇, 蒸干后用 1mL 流动相定容

### LC/MS 方法

色谱柱

Hypersil Synchronis HILIC, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  50mm

货号

97505-052130

流动相

A:100mM 甲酸胺溶于 100mM 甲酸 (0.2%) 水溶液

B:100mM 甲酸胺溶于乙腈

梯度:

	Time(min)				
	0	4	8	9	14
A(%)	10	60	60	10	10
B(%)	90	40	40	90	90

流速

0.25mL/min

进样量

10 $\mu$ L

流速

200 $\mu$ L/min

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

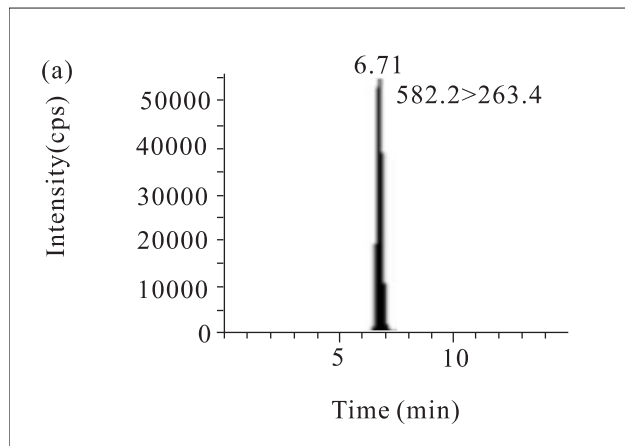
4500V

离子传输管度

450

### 结果

典型链霉素 LC/MS 图



# 蜂蜜中大环内酯类抗生素的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

5g 样品加入 25mL 的 pH8.0 的 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液, 剧烈震荡, 使蜂蜜完全溶解于缓冲液, 待净化。

## 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

## 上样

样品, 2mL/min

## 清洗

6mL 水, 抽干柱子 5min

## 洗脱

6mL 甲醇溶液, 1-2mL/min, 挥干, 1mL 流动相溶解

## HPLC 方法

### 色谱柱

Betasil CN 5 $\mu$ m 150  $\times$  4.6mm

### 货号

70805-154630

### 流动相

A: 乙腈, B: 20mM 磷酸二氢胺 + 20mM 磷酸胺 + 2mM 四丁基胺磷酸二氢盐

### 进样量

20 $\mu$ L

### 流速

1.25mL/min

### UV

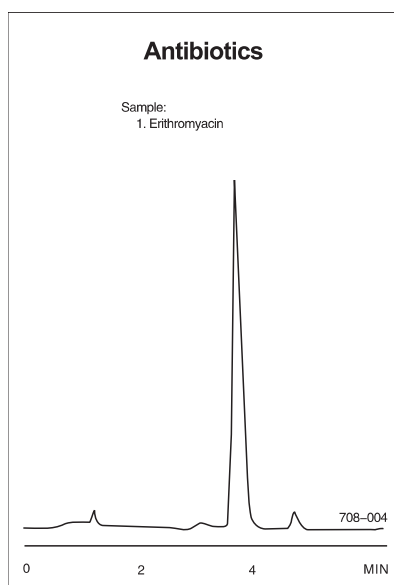
210nm

### 柱温

45

## 结果

典型 HPLC 色谱图



# 蜂蜜和蜂皇浆样品中氯霉素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 60mg, 200mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203,60107-204)

## 样品制备

蜂蜜: 5g 样品, 加入 20mL 水, 剧烈震荡, 使蜂蜜完全溶解。蜂皇浆: 100g 样品, 加入 60mL 甲醇 /1% 偏磷酸 (3:2) 混匀提取, 取上清液, 再用 15mL 甲醇 /1% 偏磷酸 (3:2) 溶液提取一次, 合并两次提取液, 蒸干。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

样品, 1-2mL/min

## 上样

## 清洗

3mL 30% 甲醇水溶液, 吹干小柱

## 洗脱

3mL 甲醇, 氮气吹干

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 50 mm × 2.1mm, 1.9μm

### 货号

25002-052130

### 流动相

A: 甲醇, B: 水

梯度: 时间 (min)

时间 (min)	A%
0.0-0.6	5%
2.3	100%
2.35-3.0	5%

### 进样量

20μL

### 流速

500μL/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

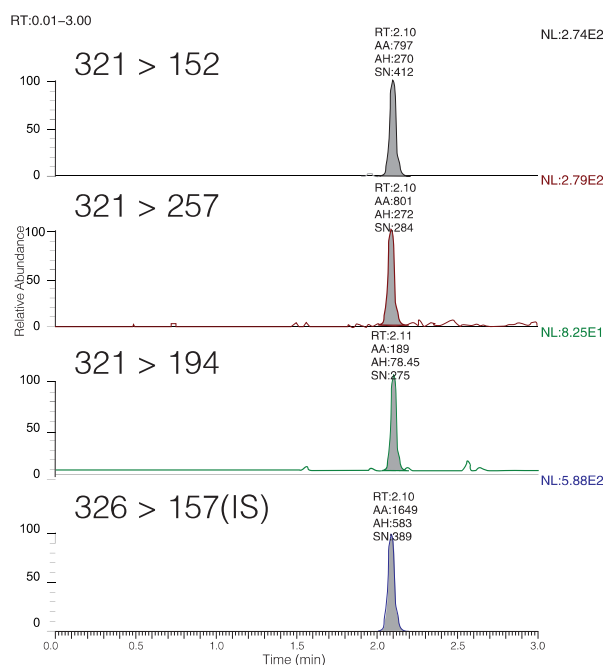
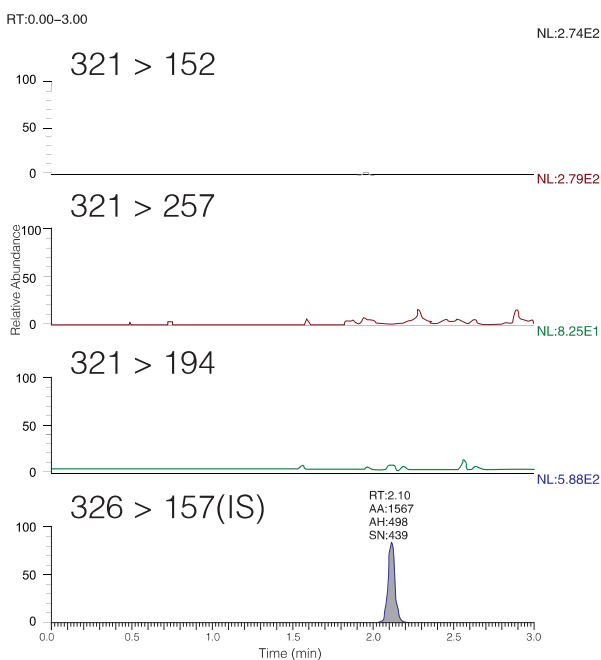
3000V

毛细管温度

300

## 结果

### 1. 空白样品图和添加 0.1μg/kg 氯霉素样品图



空白样品图和添加 0.1μg/kg 氯霉素样品图

2. LOQ: 蜂蜜和蜂皇浆中氯霉素的 LOQ 为 0.1μg/kg。

3. 回收率: 蜂蜜和蜂皇浆中氯霉素回收率在 93%-99% 之间。

## 蜂王浆中硝基咪唑药物及其代谢物的测定

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-303)

### 样品制备

在甲醇中制备 100µg/mL 氘代诺氟沙星 (NOR-D5)

### 标准品

使用甲醇稀释至 1µg/mL 浓度

添加 5g 样品至 50mL 离心管中

添加 50µL 内标物\*: 甲硝哒唑 (MNZ)、迪美唑 (DMZ) 及相关代谢物 (2-羟甲基, 1-甲基-5-硝基咪唑 (HMMNI)、异丙硝唑 (IPZ) 及相关代谢物 (2-(2-羟基异丙基)-1-甲基-5-硝基咪唑 (IPZOH))、以及罗硝唑 (RNZ)

10mL 0.5mol/L 氢氧化钠溶液

混合 15 秒以溶解样品

添加 10mL 乙酸乙酯后混合 30 秒

以 2,500rpm 转速离心 3 分钟

将上清乙酸乙酯层转移到 50mL 玻璃试管中

再次添加 10mL 乙酸乙酯, 重复萃取程序

合并乙酸乙酯后, 在 40 °C 水浴中用旋转蒸发器蒸干

使用含 10% 甲酸的 5mL ACN 稀释残留物

### 活化 HyperSep Retain-CX 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 水

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 × 3mL 水

抽干萃取柱 (在压力 > 10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱硝基咪唑

1 × 3mL 甲醇

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液并吹干

分析

将 25µL 样品进样至 LC/MS

流速: 0.20mL/min

流动相: 甲醇 (A)、5mmol/L 乙酸铵 (B)

### 推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 3µm, 150 × 2.1mm

25003-152130

## 鲫鱼中微囊藻毒素的检测 (SPE-HPLC)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

### 样品制备

准确称取 5.00g 鲫鱼试样均匀样品于 100mL 离心管中, 加入 50µL 标准 MC-RR, YR, LR, LW, LF (1µg), 于液体混匀器 (10000 r/min) 上快速混合 1min, 使标准与试样混合均匀, 再加入 10mL 甲醇溶液, 均质 2min, 超声 15min, 离心 5min (3000r/min), 将上清液转移到试管中, 氮吹至约 0.5 mL, 加水至约 10mL。

### 活化

3mL 甲醇, 3 mL 水

上样

样品

清洗

6mL 水溶液

洗脱

用 3mL 甲醇溶液

### LC/MS 方法

色谱柱

Hypersil Gold, 5µm, 2.1 × 150mm

货号

25005-152130

流动相

0.1% 甲酸 (A): 甲醇 (B)

梯度洗脱程序

0.00min (20% 甲醇, 80% 甲酸水溶液), 4.00min (95% 甲醇, 5% 甲酸水溶液), 8.00 min (95% 甲醇, 5% 甲酸水溶液), 8.10min (20% 甲醇, 80% 甲酸水溶液), 10.00 min (20% 甲醇, 80% 甲酸水溶液)

进样量

10µL

流速

250µL/min

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3500V

离子传输管温度

350

结果

1. 典型 LC/MS/MS 色谱图

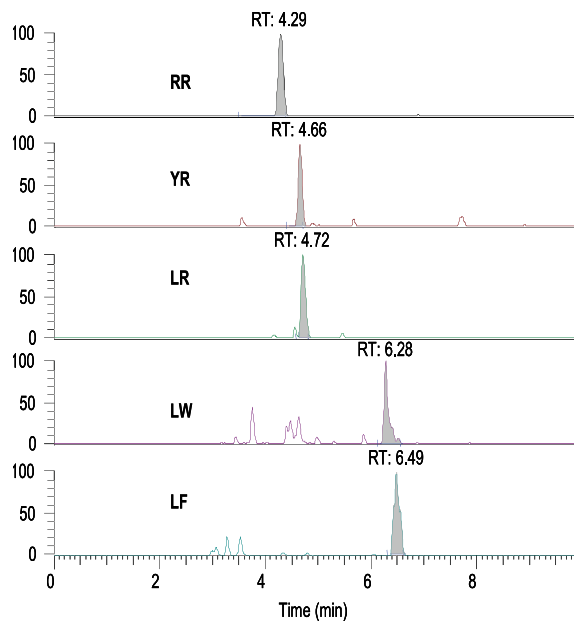
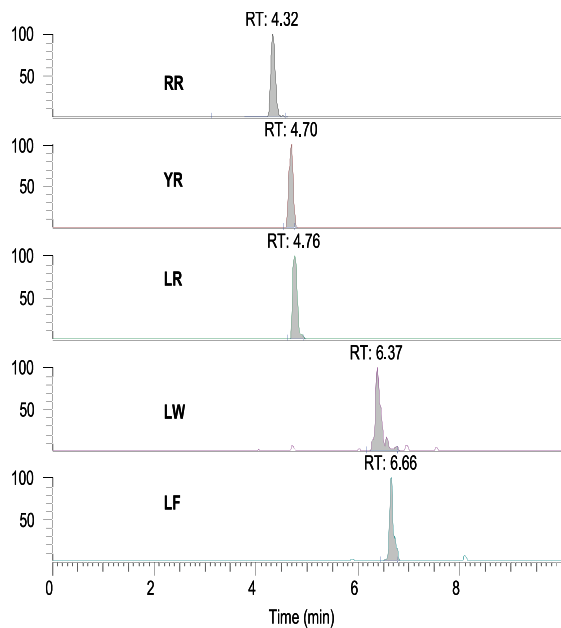


图 1.5 种 MCs 标准品及加标鱼样加标 5 $\mu$ g/kg 的 LC/MS/MS 谱图

2. MC-RR, YR, LR, LW, LF 的检出限分别为 0.7, 1.0, 0.8, 1.2, 1.3 $\mu$ g/kg。

表 2. 回收率及精密度 (n=6)

化合物 Compounds	添加水平 spiked level ( $\mu$ g/kg)	回收率 Recovery(%)	RSD (%)
RR	2.0	97.3	4.0
	5.0	95.4	3.2
	10.0	93.7	2.1
YR	2.0	92.6	4.1
	5.0	101.3	3.4
	10.0	85.3	1.3
LR	2.0	95.5	2.9
	5.0	93.1	2.1
	10.0	92.1	1.1
LW	2.0	91.6	3.9
	5.0	95.2	2.4
	10.0	94.7	2.0
LF	2.0	85.2	4.1
	5.0	97.6	2.8
	10.0	95.1	2.2

3. 提取回收率均 85-102%。

# 水产品中孔雀石绿和无色孔雀石绿的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-314)

## 样品制备

水产品切碎匀浆, 2g 中加入 McIlvaines 缓冲液 (pH2.6) / 甲醇 =50/50 溶液 10mL; 离心 5000rpm, 20 分钟, 提取上清液, 再提取一次, 将两次上清液合并, 上 SPE。

## 活化

6mL 甲醇, 5mL 水, 5mL McIlvaines 缓冲液 (pH 2.6)

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

6mL 0.1 NHCl 水; 6mL 50% 甲醇 / 水, 6mL 正己烷, 真空抽干

## 洗脱

10mL 50% 乙酸乙酯 : 45% 甲醇 : 5% 氨水 (V/V/V)

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Thermo Scientific Hypersil GOLD 2.1 × 50 mm, 5μm

### 货号

25005-052130

### 流动相

A: 水 (0.1% 甲酸) B: 乙腈 (0.1% 甲酸)

梯度程序: 40%A-5%A (0-5min)

### 进样量

20μL

### 流速

300μL/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

3500V

### 离子传输管度

350

## 结果

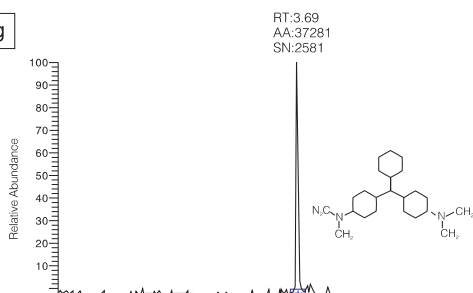
1. 鱼、虾提取物中孔雀石绿、无色孔雀石绿的 LOQ 在 0.05-0.1μg/kg。

表 1. 鱼、虾提取物中孔雀石绿、无色孔雀石绿

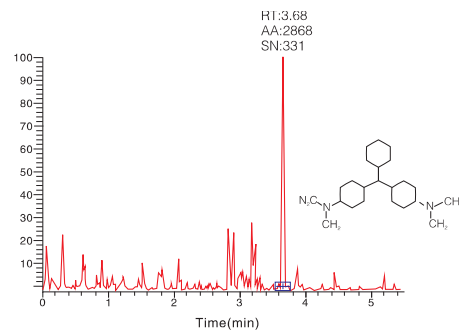
鱼					
	LOD (μg/kg) %	RSD N=3	LOQ (μg/kg)	%RSD N=3	R2
孔雀石绿	0.1	6.8	0.1	8.2	0.9984
无色孔雀石绿	0.1	12.0	0.11	2.0	0.9983
虾					
孔雀石绿	0.05	7.9	0.05	7.9	0.9990
无色孔雀石绿	0.05	13.5	0.11	1.2	0.9988

## 2. 样品检测结果 :

500 ng/kg



500 ng/kg



分别对 500ng/kg (ppt) 和 50ng/kg (ppt) 无色孔雀石绿污染虾的检测结果。



# 小龙虾等水产品中硝基呋喃类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

## 样品制备

2g 样品中加入 4mL 水, 0.5mL 0.5M HCL, 加入 200 $\mu$ L 新鲜配制的 50mM 邻硝基甲苯的 DMSO 衍生液, 涡匀 1 min, 在 37 $^{\circ}$ C 水浴中避光衍生过夜 (14-16 小时)。衍生后加入 5mL 0.1M  $K_2HPO_4$ , 用 0.4 M NaOH 调整 PH 到 7.0-7.5, 混匀后取上清液。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

5mL 水, 2mL 30% 甲醇的水溶液

## 洗脱

5mL 乙酸乙酯

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Thermo Scientific Hypersil GOLD, 5 $\mu$ m, 100  $\times$  2.1mm

### 货号

25005-102130

### 流动相

A: 0.5mM 醋酸铵水溶液

B: 甲醇

### 梯度

时间 (min)	%A	%B
0	80	20
8.5	50	50
9.5	50	50
10	80	20
15	80	20

### 进样量

20 $\mu$ L

### 流速

250 $\mu$ L/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

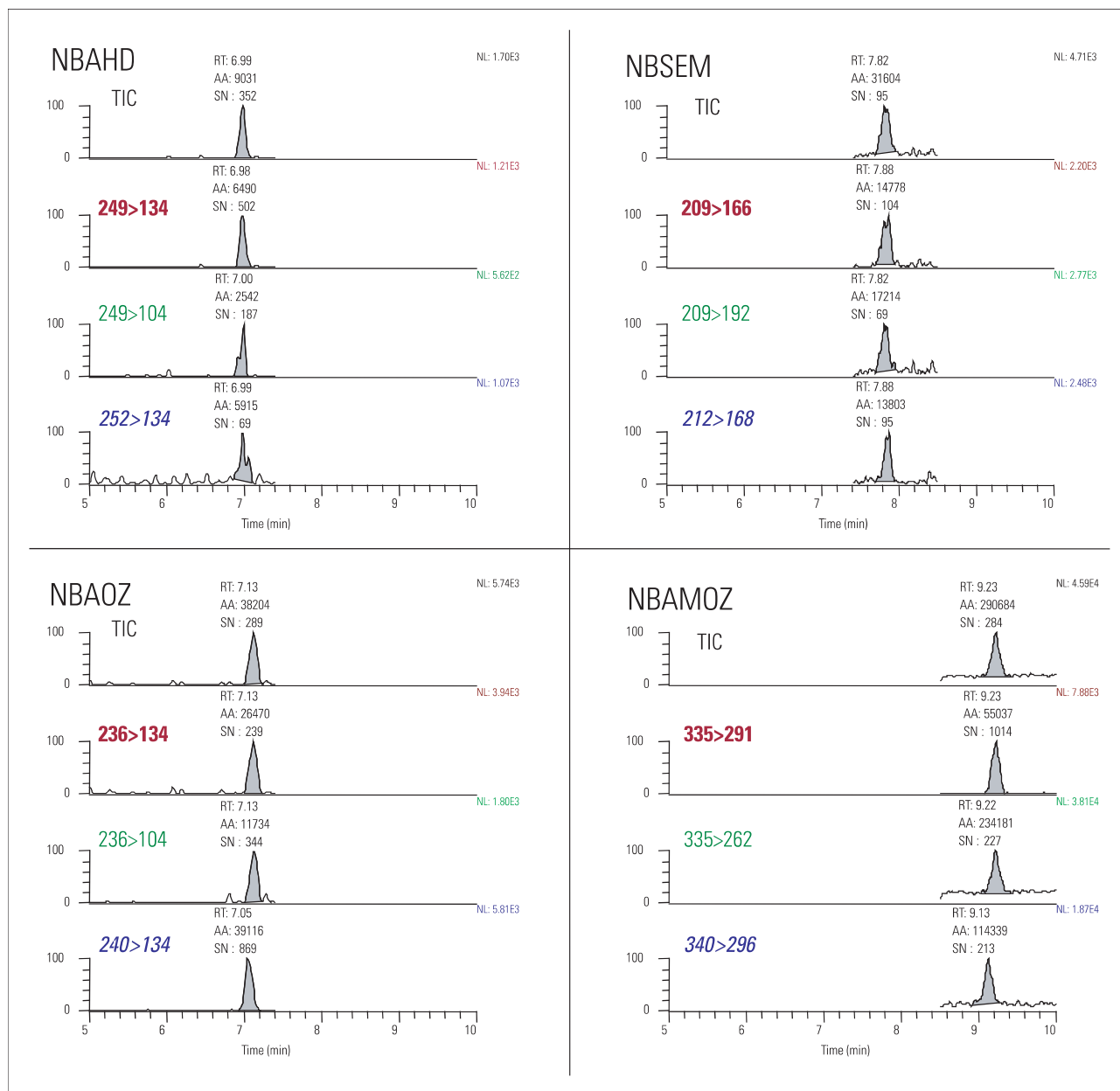
5000V

### 离子传输管度

300

结果

1. 添加 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$  4 种硝基咪唑在小龙虾中的 LC/MS 色谱图。



2. LOQ : AHD , AOZ , SEM , AMOZ 的 LOQ 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

3. 回收率 : 4 种硝基咪唑类药物回收率在 79%-110% , RSD 在 3 到 22% ( n=3 ) 。

Fortification Level ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	AHD	AOZ	SEM	AMOZ
0.05	82 $\pm$ 13%	110 $\pm$ 22%	89 $\pm$ 15%	98 $\pm$ 14%
0.5	88 $\pm$ 4%	110 $\pm$ 11%	100 $\pm$ 11%	95 $\pm$ 6%
2.5	109 $\pm$ 3%	86 $\pm$ 18%	79 $\pm$ 19%	100 $\pm$ 3%

# 水产品中大环内酯类抗生素的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

5g 样品加入 10mL 乙腈, 均质 2min, 10000rpm 下离心 5min, 转移上清液, 再提取一次, 合并乙腈提取液。用 20mL 正己烷分两次萃取乙腈提取液, 弃去正己烷。将乙腈提取液在 35 °C 下蒸发干, 残渣用 10mL 磷酸缓冲液 (pH=8) 溶解, 待净化。

## 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

## 上样

10mL, 2mL/min

## 清洗

6mL 水, 抽干柱子 5min

## 洗脱

6mL 甲醇溶液, 1-2mL/min, 挥干, 1mL 流动相溶解

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Betasil CN 5 $\mu$ m 150  $\times$  4.6mm

### 货号

70805-154630

### 流动相

A: 乙腈, B: 20mM 磷酸二氢铵 +20mM 磷酸铵 +2mM 四丁基胺磷酸二氢盐, A/B (35:65)

### 进样量

20 $\mu$ L

### 流速

1.25mL/min

### UV

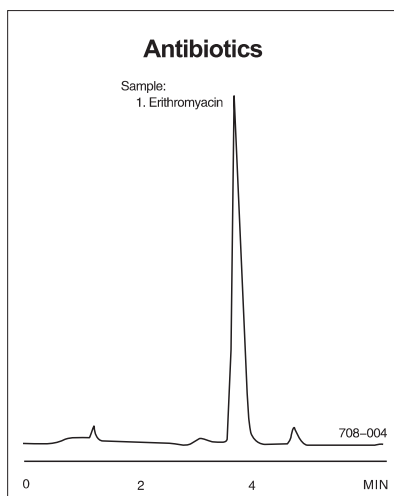
210nm

### 柱温

45

## 结果

典型红霉素 HPLC 色谱图



## 牡蛎和鱼中多环芳烃的检测 (SPE-HPLC,GC/MS)

使用 1g 6mL HyperSep Silica 固相萃取柱 (部件号: 60108-426)

### 样品制备

样品均浆后 6000r/min 离心 10min, 准确称取试样 2.5g, 加入 10mL 乙腈和丙酮的 (6:4) 的混合溶液。震荡 30s 后将离心管放入超声水浴中保存 5min, 4000r/min 离心 5min, 取上清液, 于 40 °C 氮吹 30min-40min。使用混合溶剂重复提取 2 次, 合并萃取液, 40 °C 氮吹浓缩近干, 用 2mL 正己烷复溶。

### 净化

#### 活化

二氯甲烷 6mL, 正己烷 6mL

#### 上样

样品 2mL, 加入 4mL 正己烷分两次洗涤试管上样

#### 洗脱

10mL 二氯甲烷 : 正己烷 2:3

吹干后重溶于流动相中

### HPLC 方法分析 16 种 PAH

#### 色谱柱

Hypersil Green PAH 3 $\mu$ m, 100  $\times$  4.6mm

#### 货号

31103-104630

#### 流动相

A: 99:1 水 : 乙腈 ; B: 99:1 乙腈 : 水

梯度 : 50:50-5min 50:50-25min 0:100

#### 流速

2mL/min

#### 进样量

10 $\mu$ L

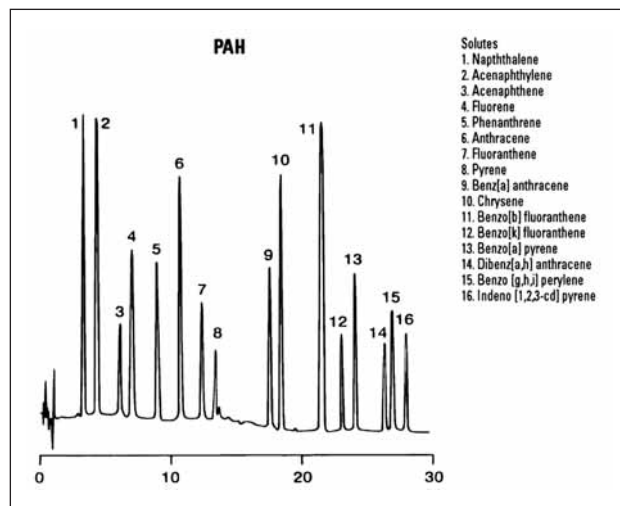
#### UV

254nm

#### 温度

20

结果 : 典型 16 种 PAH HPLC 图



(1) 萘 (2) 亚萘基 (3) 芴 (4) 芘 (5) 菲 (6) 蒽 (7) 荧蒽 (8) 比 (9) 苯 (a) 蒽 (10) 屈 (11) 苯并 (b) 荧蒽 (12) 苯并 (k) 荧蒽 (13) 苯并 (a) 比 (14) 二苯并 (a,h) 蒽 (15) 苯并 (ghi) 花 (16) 茛并 (1,2,3-cd) 比

### HPLC 方法分析 3 种 PAH

色谱柱

Accucore C18 2.6 $\mu$ m, 100  $\times$  2.1mm

货号

17126-102130

流动相

55% 乙腈 :45% 水

流速

0.5 mL/min

进样量

2 $\mu$ L

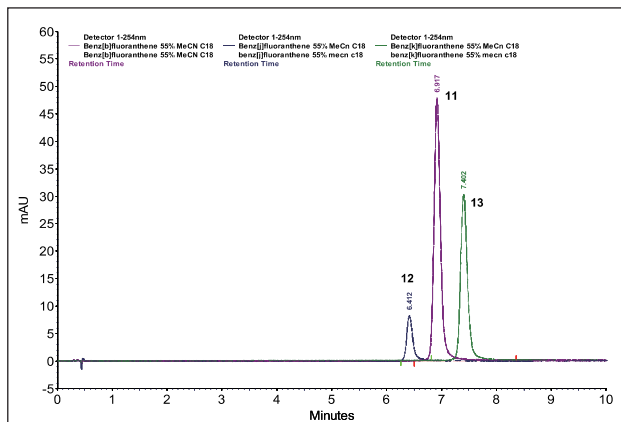
UV

254nm

温度

50

结果：3 种 PAH HPLC 分离图



1. 苯并(j)荧蒹 2. 苯并(b)荧蒹 3. 苯并(k)荧蒹

### GC/MS 方法分析 18 种 PAH

色谱柱

TraceGOLD TG-5SiIMS 30m  $\times$  0.25mm  $\times$  0.25 $\mu$ m

货号

26096-1420

程序升温

初始温度 90 , 保持 1min, 以 35 /min 速率升至 280 , 再以 4 /min 速率升至 320 , 并保持 2min; 运行时间 18.43min

柱流速

He, 1 mL/min (恒流模式)

进样口温度

300

进样量

1 $\mu$ L

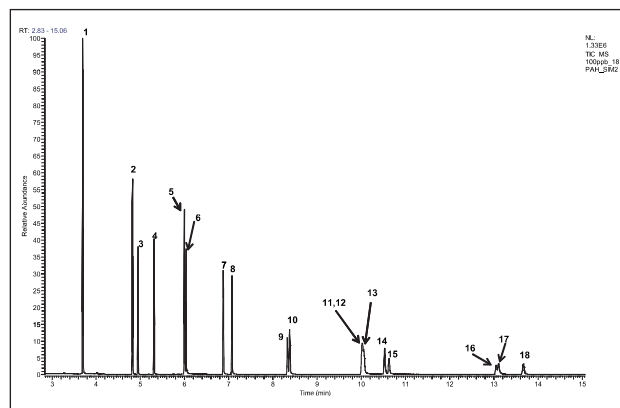
进样模式

不分流进样; 1min 开始分流, 流速 30mL/min

检测

MS

结果：18 种 100ppb PAH 化合物分离图



峰	化合物	保留时间
1	萘	3.94
2	芴烯	4.82
3	芴	4.94
4	芴	5.31
5	菲	6.00
6	蒽	6.03
7	荧蒹	6.88
8	芘	7.07
9	苯并(a)蒽	8.33
10	屈	8.38
11	苯并(b)荧蒹	10.02
12	苯并(j)荧蒹	10.02
13	苯并(k)荧蒹	10.06
14	苯并(a)芘	10.53
15	苯并(e)芘	10.63
16	蒽并(1,2,3-cd)芘	13.05
17	二苯并(a,h)蒽	13.11
18	苯并(g,h,i)芘, (二萘嵌苯)	13.67

# 鸡肉中利巴韦林的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperCarb 固相萃取柱 (部件号: 60106-301)

## 提取

取 2g 鸡肉, 加入 15mL 水, 涡旋混匀, 超声提取 10min, 6000rpm 离心 5min, 取 3mL 上清液进行固相萃取。

## 净化

## 活化

1mL 乙腈, 1mL 甲醇

## 上样

3mL 上清液, 1mL/min 流速

## 洗脱

500 $\mu$ L 20% 乙腈 - 水溶液, 2 次, 合并洗脱液, 直接进样分析

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypercarb 5 $\mu$ m 2.1  $\times$  100mm

### 货号

35005-102130

### 流动相

A: 水 +5mM 乙酸铵

B: 乙腈

### 梯度方法

时间 /min	%A	%B
0	90	10
1	90	10
2	40	60
5	40	60
6	90	10
8	90	10

### 流速

0.2mL/min

### 柱温

25

### 进样量

10 $\mu$ L

### MS 条件

电喷雾电离源 (HESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

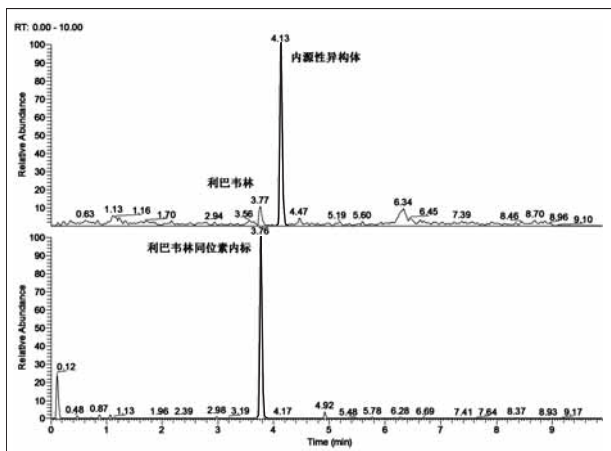
3700V

### 毛细管温度

350

## 结果

### 1. 鸡肉空白添加 1ppb 的利巴韦林和同位素的 LC/MS 图



### 2. 添加 50ppb 的加样回收率为 121.8%, 重现性良好。

离子对参数见下表:

化合物	母离子	子离子	碰撞能量	透镜电压
利巴韦林	245.1	96.2	43	80
	245.1	113.2	14	80
利巴韦林同位素内标	249.9	95.9	43	64
	249.9	112.9	14	64

# 饲料中 受体激动剂的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-304)

## 样品制备

饲料样品 2g (精确到 0.01g) 于 50mL 离心管中, 加入 2% 磷酸水溶液 / 甲醇 (20/80) 20mL, 振荡提取 20min, 4000rpm 下高速离心 5min, 取出上清液, 再用 40mL 提取液重复提取 2 次, 合并上清液, 50 °C 下氮气吹干, 用 1mL 2% 醋酸溶解, 待净化。

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

## 样品

## 清洗

3mL 2% 磷酸水溶液, 3mL 甲醇, 柱子抽干

## 洗脱

3mL 5% 氨水甲醇溶液

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  150mm

### 货号

25005-152130

### 流动相

A: 水 (5mM 乙酸铵) B: 甲醇, 梯度洗脱:

表 1. 流动相梯度洗脱条件

Time(min)	A(%)	B(%)
0	90	10
0.5	90	10
5	10	90
10	10	90
10.1	90	10
12	90	10

## 进样量

10 $\mu$ L

## 流速

250 $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

## 喷雾电压

4500V

## 离子传输管温度

350

## 结果

1. 定量限 (LOQ): 本方法沙丁胺醇、莱克多巴胺、克仑特罗、定量限均可达 0.1 $\mu$ g/kg。
2. 提取回收率均可达 75-110 %。

## 饲料中三聚氰胺的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-303)

### 样品制备

0.5g 饲料, 加入 0.1% 三氯乙酸 10mL, 涡旋 1min, 加入 1mL 2% 醋酸铅水溶液, 超声 20min, 离心取上清, 8000rpm 离心 10min。

### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

### 上样

### 样品

### 清洗

3mL 水, 3mL 甲醇, 抽干柱子 5min

### 洗脱

5mL 5% 氨 / 甲醇溶液, 1-2mL/min

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Synchronis HILIC, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  100mm

#### 货号

97505-102130

#### 流动相

A: 乙腈; B: 10mM 醋酸铵 / 醋酸 (pH=3) 85:15

#### 进样量

10 $\mu$ L

#### 流速

250 $\mu$ L/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (MRM) 扫描模式

#### 喷雾电压

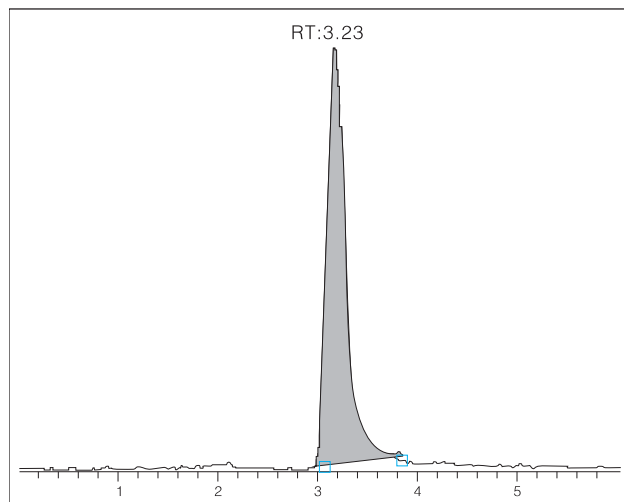
3500V

#### 离子传输管温度

350

### 结果

#### 典型 LC/MS/MS 色谱图



Time (min)

三聚氰胺



# 饲料中氯霉素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

4g 样品, 加入 10mL 乙酸乙酯, 超声提取 15min, 4000rpm 下离心 5min, 然后提取上清液, 再加入 10mL 乙酸乙酯提取一次, 合并提取液, 蒸干。残渣加入 4mL 甲醇 4% 氯化钠溶液 (30:70) 和 4mL 正己烷溶解残渣, 转移上清液, 震荡 1min, 4000rpm 下离心 3min, 弃去正己烷层, 重复一次后, 下层用 10mL 水稀释。

## 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

## 上样

样品, 1-2mL/min

## 清洗

6mL 30% 甲醇水溶液, 吹干小柱

## 洗脱

6mL 甲醇, 氮气吹干

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 50mm × 2.1mm, 1.9μm

### 货号

25002-052130

### 流动相

A: 甲醇, B: 水

梯度: 时间 (min) A%

0.0-0.6 5%

2.3 100%

2.35-3.0 5%

### 进样量

20μL

### 流速

500μL/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

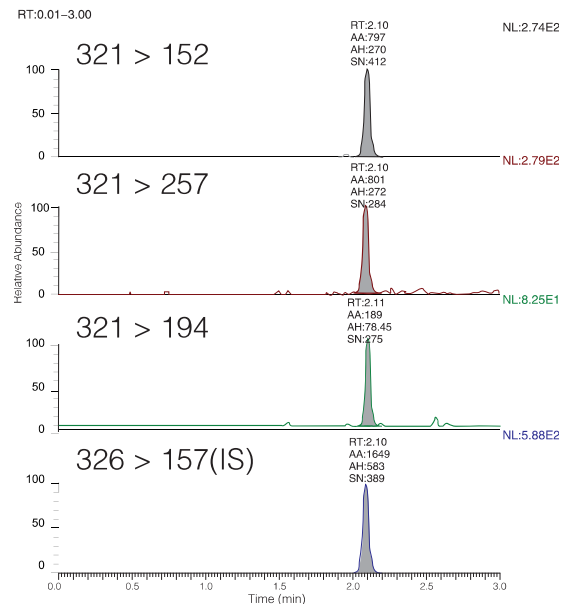
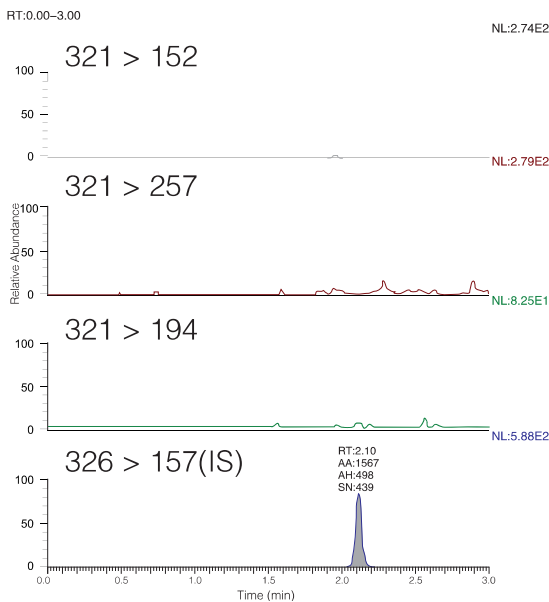
3000V

毛细管温度

300

## 结果

### 1. 空白样品图和添加 0.05μg/kg 氯霉素样品图



2. L00: 饲料中氯霉素的 LOQ 为 0.05μg/kg。

3. 回收率: 饲料中氯霉素回收率在 85%-90% 之间。

## 饲料中阿那曲唑的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-303)

### 样品制备

5g 样品, 加入 10mL 水, 混匀静止 10min, 加入 20mL 乙醚/二氯甲烷 (3:2), 涡匀 2min, 6000rpm 下离心 5min, 移去上层有机相, 用 20mL 乙醚/二氯甲烷 (3:2) 再提取一次, 合并有机相, 蒸干后用 4mL 乙腈/水 (30:7) 溶解残渣, 加入 0.1 磷酸。

### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

### 上样

样品, 1-2mL/min

### 清洗

3mL 0.1mol/L 盐酸溶液, 3mL 甲醇, 吹干小柱

### 洗脱

3mL 5% 氨水的甲醇, 氮气吹干

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 150mm × 4.6mm, 5μm

#### 货号

25005-154630

#### 流动相

乙腈/水/磷酸 = 30:70:0.5 (v/v)

#### 进样量

20μL

#### 流速

1mL/min

### UV

220nm

#### 柱温

室温

## 饲料中氯米芬的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-314)

### 样品制备

5g 样品, 加入 25mL 甲醇, 震荡提取 5min, 在 6000rpm 下离心 5min, 收集上清液, 25mL 甲醇重复提取一次, 合并上清液, 用甲醇定容至 50mL, 取 10mL 提取液, 加入 50mL 水稀释, 待净化。

### 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

### 上样

样品, 1-2mL/min

### 清洗

6mL 5% 乙酸溶液, 5mL 甲醇, 吹干小柱

### 洗脱

6mL 5% 氨水的甲醇, 氮气吹干

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 150 mm × 4.6 mm, 5μm

#### 货号

25005-154630

#### 流动相

甲醇/0.05mol/L 磷酸溶液 = 75/25

#### 进样量

20μL

#### 流速

1mL/min

### UV

230nm

#### 柱温

室温

## 饲料中安定的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-303)

### 样品制备

5g 样品, 加入 30mL 水, 用 10% 碳酸钠调节 pH 为 10, 再加入 4g NaCl, 40mL 正己烷 - 二氯甲烷 (7:3) 混合 2min, 10000rpm 下离心 5min, 然后提取上清液, 再加入 20mL 正己烷 - 二氯甲烷 (7:3) 重复提取一次, 合并提取液, 蒸干后用 5mL 10% 甲醇水溶液溶解, 待净化。

### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

### 上样

样品, 1-2mL/min

### 清洗

3mL 水溶液, 吹干小柱

### 洗脱

2\*2 mL 甲醇, 氮气吹干

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 150 × 4.6mm, 5μm

#### 货号

25005-154630

#### 流动相

A: 0.1% 甲酸, B 甲醇 + 0.1% 甲酸 (35:65)

#### 进样量

20μL

#### 流速

1mL/min

#### UV

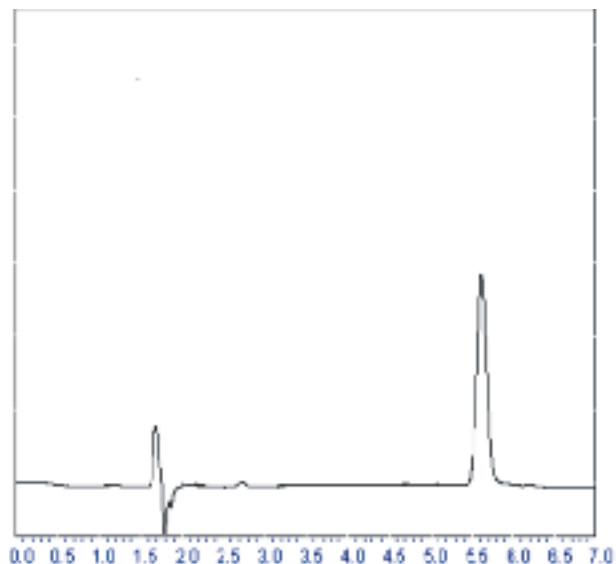
235nm

#### 温度

25

### 结果

#### 1. 典型安定 HPLC 图



#### 2. 回收率: 饲料中安定的回收率在 75%-84% 之间。

# 饲料中磺胺类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

取 5g 样品, 置于 50mL 离心管中, 加入 20mL 乙腈, 匀质 2 分钟, 3000r/min 离心 10 分钟, 取上层清液于另一离心管中, 再提取一次, 合并萃取液。在 40 °C 下浓缩萃取液至 0.5mL 左右, 用 4mL 超纯水溶解用于固相萃取。

## 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

## 上样

## 样品

## 清洗

6mL 水, 抽干柱子 5min

## 洗脱

6mL 甲醇溶液, 6mL 乙酸乙酯, 1-2mL/min

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil Gold, 5 $\mu$ m, 2.1  $\times$  150mm

### 货号

25005-152130

### 流动相

A: 甲醇; B: 0.1% 甲酸、2mM 甲酸铵水溶液

### 梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	0	1	7	9	12	12.1	12.3	14.8	15
A	10	10	35	70	70	10	10	10	10
B	90	90	65	30	30	90	90	90	90
流速 ( $\mu$ L/min)	250	250	250	250	250	250	300	300	250

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

250 $\mu$ L/min

### MS 条件

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

### 喷雾电压

4500V

### 离子传输管度

350

## 结果

1. 本方法测定在饲料中的 5 种磺胺类抗生素, 分别是磺胺嘧啶, 磺胺二甲嘧啶, 磺胺间甲基嘧啶, 磺胺甲恶唑, 磺胺喹恶林, 定量下限为 2 $\mu$ g/kg。
2. 本方法提取回收率在 78%-89%。

# 蔬菜水果中有机磷有机氯农残的检测 (SPE-GC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-210, 60105-204)

## 样品制备

20g 样品预处理后, 加入 20mL 乙腈, 加入 Thermo QueChERS extraction, 震荡 1min, 室温下离心 2min, 取上层 1mL。

## 净化

1mL 上清液加入 Thermo QueChERS clean-up 管中, 震荡 0.5min, 室温下离心 2min。收集滤液, 吹干, 重溶。

## GC/MS 方法

### 色谱柱

TG-5MS, 30M × 0.25mm × 0.25μm

### 货号

26098-1420

### 温度程序

100 (保持 0.5min), 7 /min 到 300 (保持 1 min)

### 载气

He

### 流速

1.2 mL/min

### 进样量

20μL

### 分流比

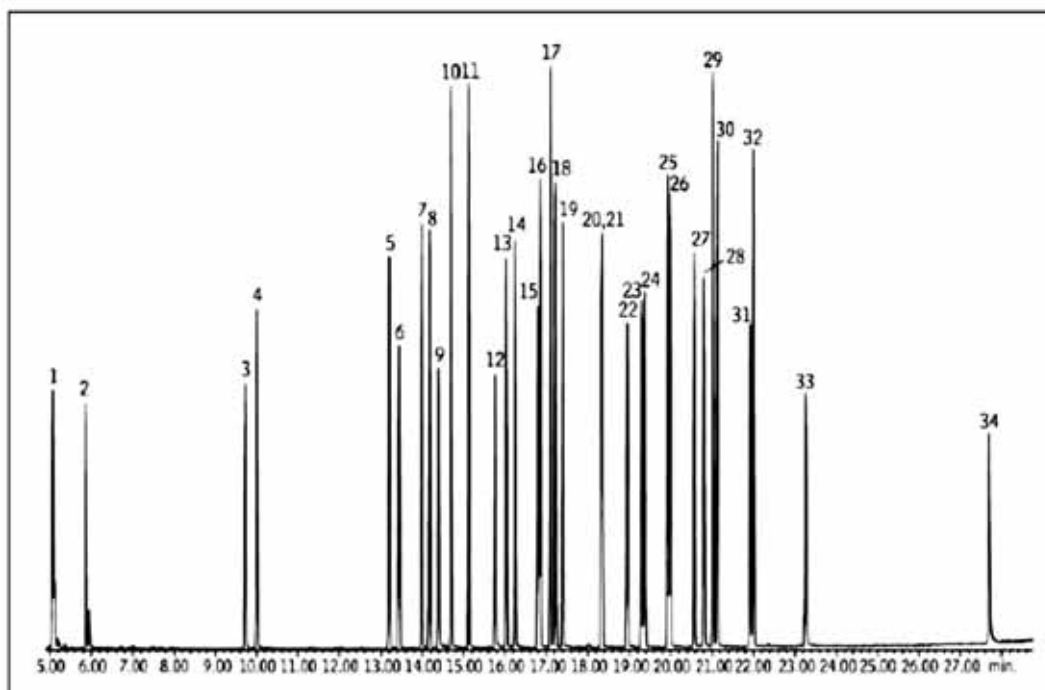
10 : 1,290

### 检测

MS

## 结果

### GC/MS 色谱图



- 1.naphthalene-d8
- 2.dichlorvos
- 3.acenaphthene-d10
- 4.methacrifos
5. -BHC
- 6.hexachlorohexene
7. -BHC(lindane)
8. -BHC
- 9.phenanthrene-d10
- 10.diaxion
- 11.etrimphos
- 12.phosphamindon
- 13.chlorpyrifos-methyl
- 14.heptachlor
- 15.fenitrothion
- 16.pifimphos methyl
- 17.malathion
- 18.aldrin
- 19.chlorpyrifas
- 20.heptachlor epoxide
- 21.oxychlordane
- 22.trans-chlordane
- 23.endosulfan
- 24.cis-chlordane
- 25.2,4'-DDT
- 26.dieldrin
- 27.endrin
- 28.endosulfan
- 29.4,4'DDE
- 30.4,4'DDD
- 31.endosulfan sulfate
- 32.4,4-DDT
- 33.chrysene-d12
- 34.perylene-d12

## 蔬菜水果中有机磷农残的检测 (SPE-LC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-210, 60105-204)

### 样品制备

15g 粉碎的样品, 30mL ACN, 加入 Thermo QueChERS extraction, 震荡 1min, 室温下离心 2min, 取上层 1mL。

### 净化

1mL 上清液加入 Thermo QueChERS clean-up 管中, 震荡 0.5min 室温下离心 2min。收集滤液, 吹干, 重溶。

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

Hypersil Gold 2.1 × 150mm, 5μm

#### 货号

25005-152130

#### 流动相

A: 乙腈; B: 水, 均含 0.1% 甲酸

#### 梯度洗脱程序

30%A-100%A-100%A (0-8-13.5min)

#### 进样量

20μL

#### 流速

300μL/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

#### 喷雾电压

4500V

#### 离子传输管度

550

## 蔬菜水果中氨基甲酸酯类农药的检测 (SPE-LC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-211, 60105-214)

### 样品制备

15g 粉碎的样品, 30mL ACN, 涡旋 30s 加缓冲盐提取, 涡旋 2min, 离心, 取上清。加入 Thermo QueChERS extraction, 震荡 1min, 室温下离心 2min, 取上层 5mL。

### 净化

5mL 上清液加入 Thermo QueChERS clean-up 管中, 震荡 0.5min, 室温下离心 2min。收集滤液, 吹干, 重溶。

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Acclaim Carbamate, 3μm, 3.0 × 150mm

#### 货号

072926

#### 流动相

A: 甲醇; B: 水

#### 梯度洗脱程序

甲醇: -4.0-0.0min, 14%; 2.0min, 20%;

8.0min, 40%; 13.6-16min, 70%

#### 柱温

50

#### 进样量

10μL

#### 流速

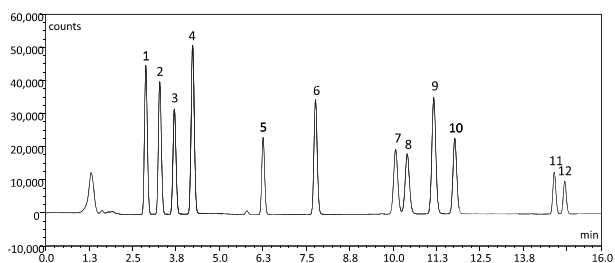
0.9mL/min

#### 荧光

激发 330nm; 发射 465nm

### 结果

#### 典型 HPLC 图谱



#### 样品:

1. Aldicarb sulfoxide
2. Aldicarb sulfone
3. Oxamyl
4. Methomyl
5. 3-Hydroxy carbofuran
6. Aldicarb
7. Propoxur
8. Carbofuran
9. Carbaryl
10. 1-Naphthol
11. Methiocarb
12. BDMC(I.S.)

## 蔬菜水果中毒死蜱的检测 (SPE-GC/MS)

使用 500mg 6mL HyperSep Florisil 固相萃取柱 (部件号: 60108-500)

### 样品制备

将 10g 样品, 5g 无水硫酸钠和 30mL 乙酸乙酯混合, 均质 2min, 6000rpm 下离心 5min, 收集上清液。30mL 乙酸乙酯重复提取一次, 合并上清液, 蒸干, 用 6mL 乙酸乙酯/正己烷 (1:1) 溶解, 待净化。

### 活化

5mL 乙酸乙酯/正己烷 (1:1)

### 上样

样品, 收集流出液

### 洗脱

10mL 乙酸乙酯/正己烷 (1:1)

蒸干后, 1mL 乙酸乙酯定容, GC/MS 分析

### HPLC 方法

#### 色谱柱

色谱柱: TG-5MS 30m × 0.25mm × 0.25μm

#### 货号

货号: 26098-1420

#### 流动相

温度程序: 40 , 保持 1.5min, 25 /min 到 150 , 保持 8min, 7 /min 到 225 , 25 /min 到 290 保持 10min

#### 进样量

载气: 氦气

#### 流速

流速: 1.0mL/min

进样量: 2.0μL, 不分流, 290

### MS 条件

检测: MS 离子源: 250 ; 电子轰击: 70eV

## 蔬菜水果中多菌灵和噻菌灵的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-304)

### 样品制备

5g 样品, 加入 5mL 水, 用 0.1mol/L NaOH 溶液将样品的 pH 值调为 10-11 之间。加入 20mL 乙酸乙酯, 振荡提取 1min, 在 6000rpm 下离心 5min, 收集乙酸乙酯层, 再用 20mL 乙酸乙酯重复提取一次。合并有机相, 蒸干, 用 10mL 0.1 mol/L HCL 溶解残渣, 待净化。

### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

### 上样

样品, 1-2mL/min

### 清洗

3mL 2% 0.1 mol/L HCL 的水, 3mL 甲醇

### 洗脱

3mL 5% 氨水的甲醇, 氮气吹干

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 150mm × 4.6mm, 5μm

#### 货号

25005-154630

#### 流动相

乙腈 /20mmol 磷酸盐缓冲液 (pH=3) =25/75

#### 进样量

20μL

#### 流速

1mL/min

### UV

288nm

#### 柱温

30

## 蔬菜水果中吡虫啉和吡虫清的检测 (SPE-HPLC)

使用 500mg 3mL HyperSep Florisil 固相萃取柱 (部件号: 60108-405)

### 样品制备

10g 样品, 加入 5g 氯化钠, 20mL 乙腈, 震荡提取 5min, 在 10000rpm 下离心 5min, 收集上清液, 蒸干, 用 10mL 丙酮 / 正己烷 (10:90) 溶解残渣, 待净化。

### 活化

3mL 正己烷

### 上样

样品, 1-2mL/min

### 清洗

6mL 丙酮 / 正己烷 (10:90)

### 洗脱

10mL 丙酮 / 正己烷 (20:80), 氮气吹干

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD™ 150mm × 4.6mm, 5μm

#### 货号

25005-154630

#### 流动相

乙腈 / 水 =25/75

#### 进样量

20μL

#### 流速

1mL/min

#### UV

260nm

#### 柱温

40

## 有色水果或蔬菜中杀虫剂的萃取

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-216, 60105-218 和 60105-221)

### 样品制备

添加 15g 均质化并水化的西红柿样品 (水分 > 80) 至离心管

加入 15mL 含内标的 ACN

摇匀 / 混匀 30 秒

以 3450 的相对离心力离心 2 分钟

抽取 1 或 6mL 上清用于净化

### 净化

对于 1mL 上清, 使用产品 60105-221

对于 6mL 上清, 使用产品 60105-218

添加上清至离心管并剧烈振摇 1 分钟

以 3450 的相对离心力离心 2 分钟

### 分析

#### GC/MS:

将步骤 2 中的上清液转移到离心管中

添加 TPP 溶液和 1mL 甲苯

使用氮气在 50 条件下吹干至 0.3 至 0.6mL

加甲苯至最终体积为 1mL

将 8μL 样品进样至 GC/MS

#### LC/MS:

将步骤 2 中的 0.25mL 上清转移至 LC 样品瓶

添加 TPP 溶液和 0.86mL 6.7mM 甲酸

使用 LC/MS 分析



# 葡萄中多种农残的检测 (SPE-GC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-210, 60105-206, 60105-203)

## 样品制备

15g 样品, 加入 15mL 含 1% 醋酸的乙腈溶液, 缓慢加入 Thermo QueChERS extraction, 剧烈震荡 2min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取上层 11mL。

## 初级净化

上层 11mL 溶液加入 Thermo QueChERS initial clean-up 管中, 剧烈震荡 2min, 室温下 3000rpm 离心 5min。取上清液 5mL, 40 °C 下氮气吹干 1 小时。残留重溶在 1mL 正己烷/丙酮 9:1 中。

## 再次净化

取 1mL 溶液, 加入 Thermo QueChERS final clean-up 管, 剧烈震荡 2min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取上层液体进样。

## GC/MS 方法

### 色谱柱

Thermo Scientific TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25mm × 0.25μm

### 货号

26098-1420

### 温度程序

40 (保持 1.5min), 25 °C/min 到 150 °C, 7 °C/min 到 225 °C, 25 °C/min 到 290 °C (保持 10min)

### 载气

He

### 流速

1mL/min

### 进样量

2μL

### 分流比

不分流, 290

### 检测

MS

## 结果

### 1. GC/MS 色谱图

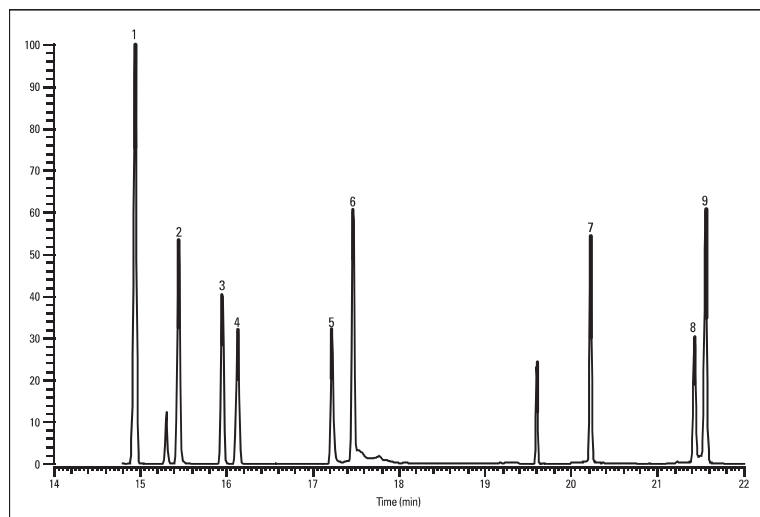


Figure 2: TIC for the GC/MS analysis of grapes spiked with 1ng/μL of each pesticide

2. 回收率: 9 种农残的提取回收率在 76 到 110% 之间, RSD (n=3) < 21。

Pesticide (peak number, name)	Rt (min)	Linearity (R <sup>2</sup> )	Average%recovery(n=3)	Recovery%RSD
1. Chlorpyrifos methyl	14.92	0.9961	76	14.5
2. Metalaxyl	15.40	0.9908	100	7.9
3. Malathion	15.94	0.9989	103	19.0
4. Chlorpyrifos	16.12	0.9919	77	21.5
5. Penconazole	17.23	0.9978	94	7.2
6. Procymidon	17.45	0.9968	106	4.0
7. Dicofof	20.21	0.9964	110	9.9
8. Permethrin Isomer a	21.42	0.9980	102	3.9
9. Permethrin Isomer b	21.55	0.9965		

Table 1: Summary of results

# 洋葱中多种农残的检测 (SPE-GC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号 : 60105-210 , 60105-206 , 60105-203)

## 样品制备

15g 样品, 加入 15mL 含 1% 醋酸的乙腈溶液, 缓慢加入 Thermo QueChERS extraction, 剧烈震荡 5min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取上层 11mL。

## 初级净化

上层 11mL 溶液加入 Thermo QueChERS initial clean-up 管中, 剧烈震荡 2min, 室温下 3000rpm 离心 5min。取上清液 5mL, 40 °C 下氮气吹干 1 小时。残留重溶在 1mL 正己烷/丙酮 9:1 中。

## 再次净化

取 1mL 溶液, 加入 Thermo QueChERS final clean-up 管, 剧烈震荡 5min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取上层液体进样。

## GC/MS 方法

### 色谱柱

Thermo Scientific TraceGOLD TG-35MS, 30m × 0.25mm ID, 0.25µm

### 货号

26094-1420

### 温度程序

40 °C (保持 1.5min), 25 °C/min 到 150 °C, 5 °C/min 到 225 °C (保持 7.5min), 25 °C/min 到 290 °C (保持 12min)

### 载气

He

### 流速

1mL/min

### 进样量

2µL

### 分流比

不分流, 290

### 检测

MS

## 结果

### 1. GC/MS 色谱图

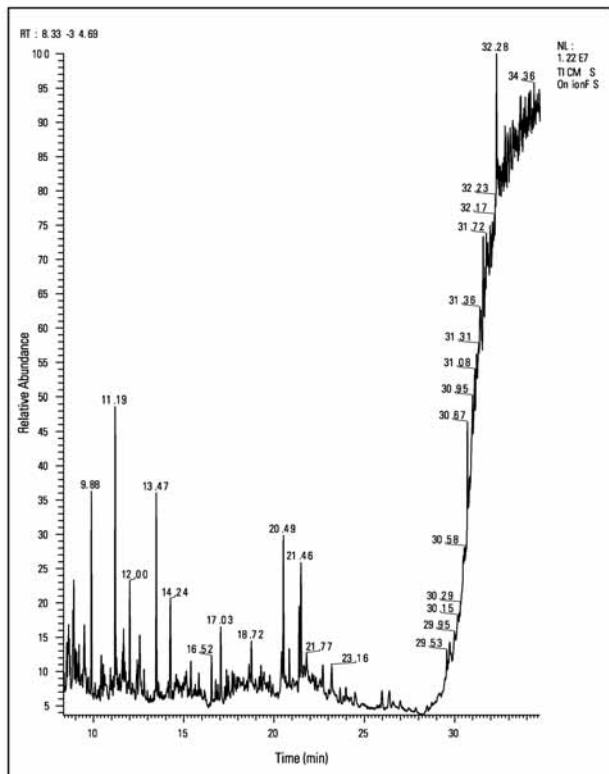


Figure 3 : Total ion chromatogram of full scan data for 50ng/g of pesticides in onion matrix

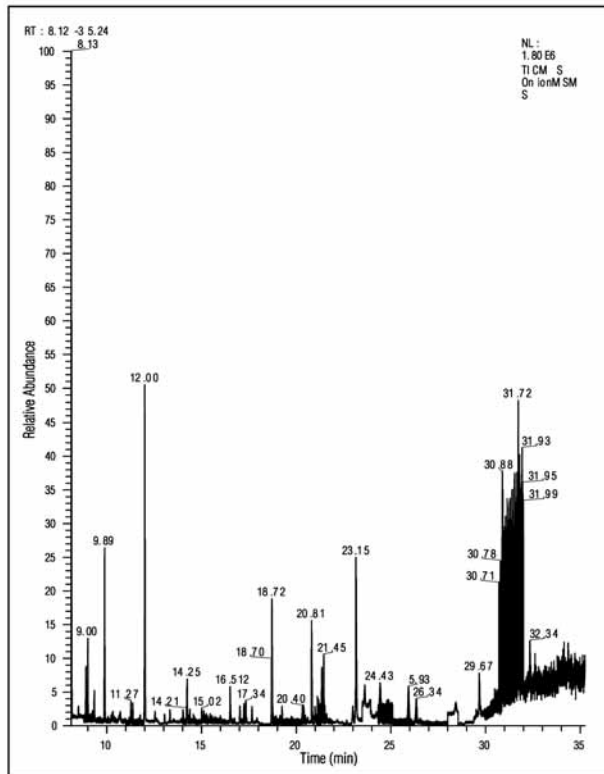


Figure 4 : Total ion chromatogram of the MS/MS analysis of 50ng/g pesticides in onion matrix

2.LOD 和 LOQ : 45 种农残在洋葱中的 LOQ 在 5-78ng/g。

Component	Ave.Conc. (ng/g)	Std.Dev.	% Recovery	%RSD	LOD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Japan <sup>1</sup>	US-EPA <sup>2</sup>	EU <sup>3</sup>	EU <sup>3</sup>	WHO <sup>4</sup>
							MRL (ng/g)	MRL (ng/g)	MRL (ng/g)	LOD <sup>3</sup>	MRL (ng/g)
Dichlorvos	63	3.00	126	5	8	30	100		100		
EPTC	22	1.95	86	9	6	20	40				
Mevinphos	48	3.84	96	8	11	38	100		100		
Etridazole	34	2.46	135	7	7	25	100				
Molinate	6	0.62	123	10	2	6	20				
Trifluralin	31	1.55	126	5	4	16	50				
Cyanophos(Thionazin)	27	3.16	108	12	9	32	50				
Ethoprophos	28	1.90	111	7	5	19	20				
Di-allate	31	2.47	125	8	7	25	50		50	50	
Propazine	66	6.47	132	10	18	65	100				
Atrazine	12	1.56	116	13	5	16	20		100	100	
Diazanone	15	0.88	149	6	3	9	50	750			50
Gamma-BHC (Lindane)	12	1.40	121	12	4	14	2000	1000	10	10	
Disulfoton	15	1.81	152	12	6	18	50		20	20	
Heptachlor	5	1.21	92	26	4	12	30		10	10	
Vinclozolin	13	1.03	130	8	3	10	1000	1000	1000	50	1000
Prometryn	60	7.45	120	12	21	74	50				
Metalaxyl	22	3.04	88	14	9	30	2000	3000	500	50	2000
Metribuzin	30	2.54	120	8	7	25	500				
Triadimefon	28	2.24	111	8	6	22	500		500	100	
Thiobencarb	30	3.00	120	10	8	30	200				
Dursban (Chlorpyrifos)	15	2.07	102	13	7	21	50	300	200	50	200
Sevin (Carbaryl)	23	2.45	92	11	7	25	3000		100		
Malathion	29	4.41	114	15	12	44	8000	8000	3000		1000
Methiocarb	26	2.63	103	10	7	26	50				500
Parathion	31	2.45	124	8	7	24	300		50	50	
Heptachlor-2,3-exo-epoxide	4	1.08	79	27	3	11		30			
Cyprodinil	32	4.17	128	13	12	42	50	600			300
Cyanazine	27	3.40	108	13	10	34	50				
trans-Chlordane	3	0.84	54	31	3	8	20				
Terbufos Sulfone	14	2.20	138	16	7	22	50				
cis-Chlordane	5	0.55	99	11	2	5	20				
Endosulfan A	26	3.24	103	13	9	32	200				
Tetrachlorvinphos (Stirofos)	34	2.26	136	7	6	23	300				
p,p-DDE	29	2.74	116	9	8	27		500			
Thiabendazole	28	3.54	111	13	10	35	2000				
Dieldrin	28	2.58	114	9	7	26		50			
Chlorobenzilate	14	1.20	138	9	4	12	20		20	20	
Endrin	5	0.96	104	18	3	10	10		10	10	
Endosulfan B	31	2.37	125	8	7	24	200		50	50	
p,p-DDT	40	2.09	159	5	6	21	500				
Endosulfan Sulfate	40	7.77	79	20	22	78	200				
Bifenthrin	33	3.15	134	9	9	32	50		50	50	
Methoxychlor	7	2.12	135	31	7	21	10		10	10	
cis-Permethrin	60	5.32	120	9	15	53	3000*	100*	50*	50*	
trans-Permethrin	13	3.091	133	23	10	31					
<b>Average</b>			<b>116</b>	<b>12</b>	<b>8</b>	<b>27</b>					

## 3. 回收率：45 种农残的提取回收率在 87 到 125% 之间。

Component	Avg Conc	Theo Conc	%Recovery	%Difference	%RSD
Dichlorvos	241	200	107	7.12	16.64
EPTC	112	100	112	12.33	24.48
Mevinphos	193	200	96	-3.54	19.36
Etridazole	112	100	112	11.94	17.12
Molinate	120	100	120	20.00	19.34
Trifluralin	80	100	80	-19.51	19.09
Cyanophos(Thionazin)	101	100	101	1.36	21.82
Ethoprophos	114	100	114	13.87	20.90
Di-allate	111	100	111	10.67	21.27
Propazine	229	200	114	14.50	20.42
Atrazine	257	200	128	28.36	24.38
Diazanon	228	200	114	14.10	22.53
Gamma-BHC (Lindane)	223	200	111	11.39	20.86
Disulfoton	247	200	123	23.47	22.14
Heptachlor	124	100	124	24.06	22.85
Vinclozolin	233	200	116	16.31	22.60
Prometryn	193	200	96	-3.74	20.98
Metalaxyl	77	100	77	-23.22	25.68
Metribuzin	99	100	99	-1.21	22.83
Triadimefon	86	100	86	-13.68	23.48
Dursban (Chlorpyrifos)	364	300	121	21.17	22.38
Thiobencard	110	100	110	9.75	21.79
Sevin (Carbaryl)	98	100	98	-2.21	24.95
Malathion	117	100	117	17.00	25.17
Methiocarb	90	100	90	-10.14	23.42
Parathion	87	100	87	-12.96	22.42
Heptachlor-2,3-exo-epoxide	125	100	125	25.23	24.25
Cyprodinil	108	100	108	7.56	26.09
Cyanazine	94	100	94	-5.90	22.36
trans-Chlordane	104	100	104	3.98	17.04
Terbufos Sulfone	209	200	105	4.67	25.76
cis-Chlordane	109	100	109	8.94	23.67
Endosulfan A	106	100	106	5.61	23.16
Tetrachlorvinphos (Stirofos)	107	100	107	7.03	23.07
p,p-DDE	102	100	102	2.00	21.46
Thiabendazole	99	100	99	-0.62	24.37
Dieldrin	102	100	102	2.27	22.48
Chlorobenzilate	160	200	80	-19.79	27.40
Endrin	93	100	93	-7.26	25.35
Endosulfan B	94	100	94	-5.52	23.00
p,p-DDT	97	100	97	-2.74	20.85
Endosulfan Sulfate	203	200	102	1.57	28.03
Bifenthrin	105	100	105	4.57	22.49
Methoxychlor	100	100	100	0.34	24.71
cis-Permethrin	189	200	95	-5.34	20.97
trans-Permethrin	197	200	99	-1.32	19.13
<b>Average</b>			<b>104</b>		<b>22</b>

# 草莓酱等复杂基质中多农残检测 (SPE-GC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-212, 60105-203)

## 样品制备

10g 样品, 加入 10mL 水, 加入 10mL 乙腈溶液, 缓慢加入 Thermo QueChERSextraction, 剧烈震摇 1min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取上层 2mL。

## 净化

取 2mL 溶液, 加入 Thermo QueChERS clean-up 管, 剧烈震摇 1min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取 1mL 上层液体到 GC 样品瓶中, 加入 10μL 5% 甲酸乙腈溶液, 然后取 1μL 进样。最终浓度时 1g/mL。

## GC/MS 方法

### 色谱柱

Thermo ScientificTR-Pesticide, 30m × 0.25mm ID, 0.25μm

### 货号

26RF142F

### 温度程序

60 (保持 1min), 15 /min 到 160 (保持 1min), 2.2 /min 到 230 (保持 1min), 5 /min 到 290 (保持 5min)

### 载气

He

### 流速

1mL/min

### 进样量

2μL

### 分流比

不分流, 280

### 检测

MS

## 结果

回收率: 95 种农残的提取回收率在 80 到 110% 之间。

Pesticide	0.01mg/kg mean CV		0.05mg/kg mean CV		Pesticide	0.01mg/kg mean CV		0.05mg/kg mean CV		Pesticide	0.01mg/kg mean CV		0.05mg/kg mean CV	
aldrin	89	11	94	3	ethofumesate	95	50	107	4	pirimiphos-ethyl	97	2	106	
benalaxyl	101	6	108	3	ethoprophos	102	9	108	4	pirimiphos-methyl	95	7	104	
bromopbos-ethyl	93	10	101	4	etrimfos	94	4	106	4	procymidone	93	9	105	
bromopropylate	93	6	104	5	famoxadone	92	8	100	6	propachlor	92	11	107	
bupirimate	97	9	110	3	fenarimol	95	7	105	3	propargite	98	11	107	
buprofezin	97	9	110	3	fenazaquin	95	13	98	5	propham	95	5	104	
cadusafos	97	6	105	4	fenitrothion	93	8	106	7	prothiofos	80	7	102	
carbofuran	95	7	107	5	fenpropathrin	95	13	107	4	pyrazophos	97	7	106	
chlordane-cis	90	13	104	1	fenvalerate	97	6	103	3	pyridaben	100	6	104	
chlordane-trans	94	5	101	2	fludioxonil	103	7	104	5	pyridaphenthion	97	8	107	
chlorobenzilate	103	7	108	2	flusilazole	93	11	111	6	pyrifenox	97	6	107	
chlorothalonil	63	11	84	5	folpet	93	9	97	8	quinalphos	102	9	102	
chlorpyrifos	91	8	102	1	fonofos	94	8	103	3	quintozene	86	9	94	
chlorpyrifos-methyl	95	4	103	3	formothion	93	7	105	3	simazine	91	7	105	
chlorthal-dimethyl	87	9	102	3	furalaxyl	96	6	108	5	tecnazene	81	5	95	
chlozolinate	98	15	107	5	HCB	72	10	86	4	tefluthrin	90	8	103	
DDD-pp	94	6	103	3	HCH-gamma	94	5	103	3	tetrachlorvinphos	99	3	110	
DDE-pp	85	6	97	3	hexaconazole	99	13	105	8	tetradifon	97	6	107	
DDT-op	92	7	101	3	iprodione	101	6	110	3	tetramethrin	97	8	106	
DDT-pp	94	5	102	2	isocarbofos	97	9	111	7	tolclofos-methyl	95	8	101	
deltametbrin	93	18	104	5	isofenphos	99	5	107	2	tolyfluanid	98	8	100	
diazinon	97	7	107	5	isofenphos-methyl	100	8	105	3	trifluralin	97	8	104	
dichlofluanid	80	9	94	6	methacrifos	93	7	107	3	vinclozolin	92	5	104	
dichlorvos	95	9	105	3	methidathion	100	8	104	3					
dicloran	92	5	105	5	methoxychlor	94	10	103	2					
dicrotophos	89	9	103	3	nitrothal-isopropyl	101	9	103	5					
dieldrin	89	7	100	3	oxychlordane	99	21	99	6					
diffufenican	101	7	109	1	parathion-ethyl	98	6	102	3					
endosulfan-	94	14	101	3	pendimethalin	97	9	103	4					
endosulfan-	94	14	105	6	parathion-methyl	100	8	105	5					
endosulfan-sulfate	102	8	109	3	permethrin	90	7	99	3					
EPN	95	9	105	3	phosalone	103	7	105	3					
ethion	103	9	105	3	phosmet	102	6	105	6					
											0.02mg/kg		0.01mg/kg	
											108	8	96	9
											110	5	105	4
											0.05mg/kg		0.25mg/kg	
											98	7	108	5
											98	7	103	4
											103	6	102	3
											108	10	94	10
											94	6	99	4

# 毒豇豆中水胺硫磷和甲胺磷的检测 (SPE-GC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-212, 60105-227)

## 样品制备

10g 样品加入 30mL ACN 提取, 加入 Thermo QueChERS extraction 震摇 1min, 室温下离心 2min, 取上层 5mL。

## 净化

上层 5mL 溶液加入 Thermo QueChERS clean-up 管中, 震摇 0.5min, 室温下离心 2min。收集滤液, 吹干, 重溶。

## GC/MS 方法

### 色谱柱

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25mm, 0.25μm

### 货号

26098-1420

### 温度程序

50 (1min), 20 /min 至 280 (5min)

### 载气

He

### 流速

1.5mL/min

### 进样量

1μL

### 分流比

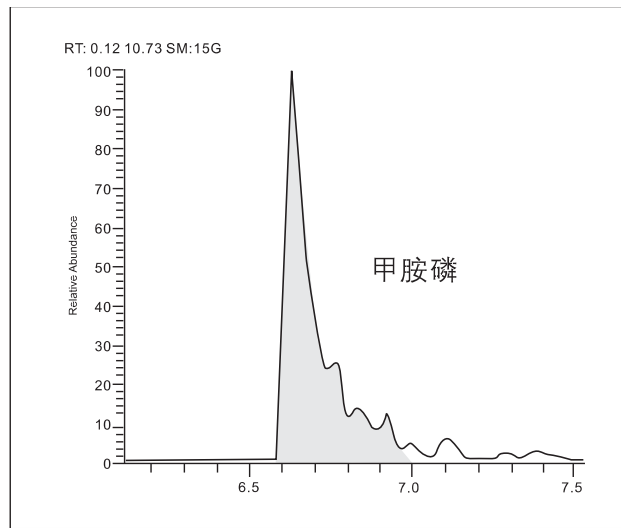
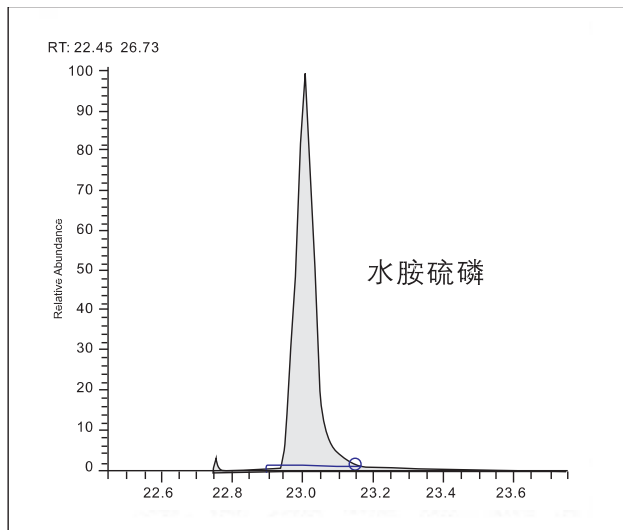
不分流, 280

### 检测

MS

## 结果

### 典型 GC/MS 色谱图



# 辣椒，洋葱和大蒜等复杂基质中甲胺磷的检测 (SPE-GC/MS)

使用 500mg 6mL Carb/PSA 固相萃取柱 (部件号: 60105-209)

## 样品制备

称取试样 25.0g，加入 50.0mL 乙腈，用匀浆机高速匀浆 2min 后用滤纸过滤，滤液收集到装有 5g-7g 氯化钠的 100mL 具塞量筒中，收集滤液 40mL-50mL，剧烈震荡 1min，室温下静置，待乙腈相和水相分层后吸取乙腈 10.00mL，在 80℃ 水浴锅上加热挥发浓缩至 1.0mL。

## 活化

用 5.0mL 乙腈 + 甲苯 (3+1)

## 上样

1mL 样品

## 洗脱

倒入样品浓缩液，用 50mL 烧杯接收洗脱液，用 25mL 乙腈 + 甲苯 (3+1) 分 4-5 次测洗盛浓缩液的容器后淋洗 Carb/PSA 柱。将盛有洗脱液的烧杯在 55℃ 电热板上，挥发浓缩至约 0.5mL。加正己烷 5.0mL，浓缩至约 0.5mL，并重复一次，用正己烷准确定容至 5.0mL，待测。

## GC/MS 方法

### 色谱柱

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25mm, 0.25μm

### 货号

26098-1420

### 温度程序

50 (1min), 20 /min 至 280 (5min)

### 载气

He

### 流速

1.5mL/min

### 进样量

1μL

### 分流比

不分流, 280

### 检测

MS

## 结果

### GC/MS 样品色谱图

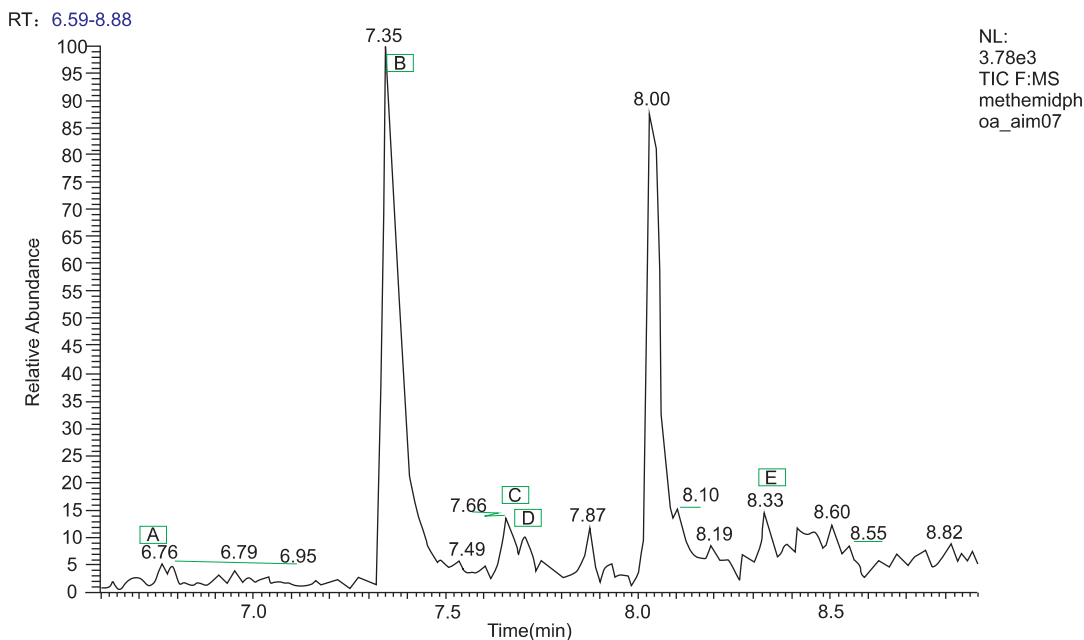
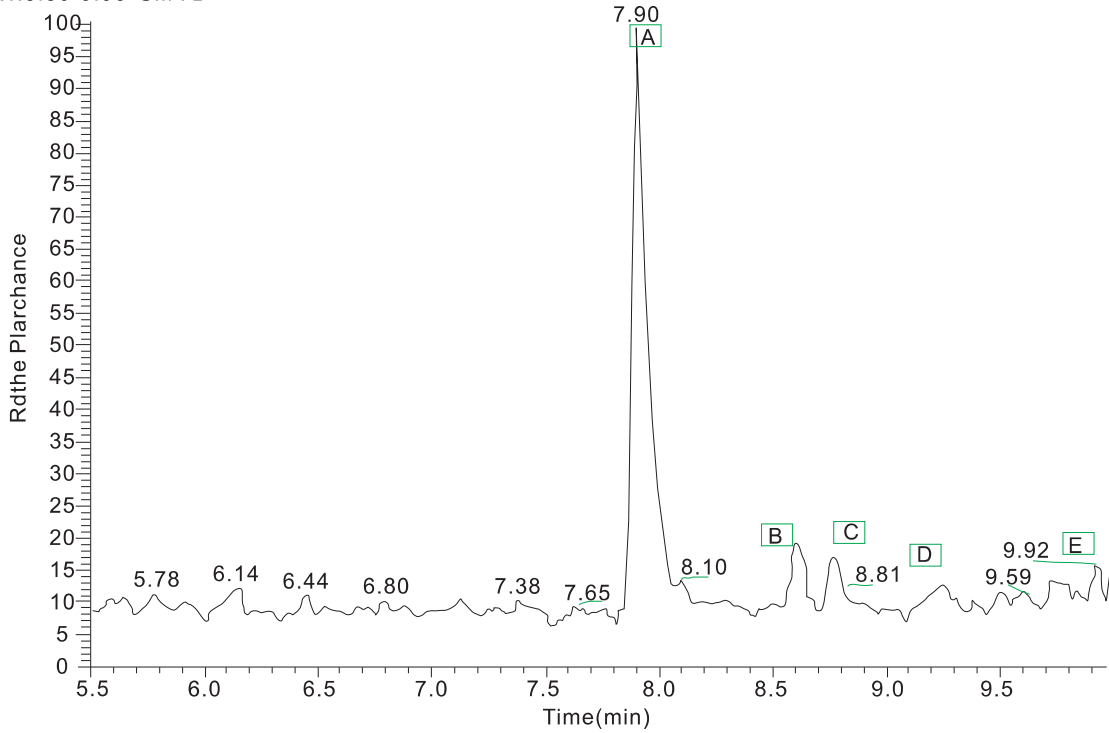


图 1. 辣椒样品中甲胺磷选择离子扫描的色谱图

RT:5.50-9.98 SM 7B



NL:  
1.24E3  
TIC F: MS  
Mcthamidap  
hos\_MSMS\_  
2

图 3. 辣椒样品中甲胺磷二级质谱扫描的色谱图

D:\chemol.../20080827\data/q08011

627/2008 11:12:13 PM

RT:8.03-15.46

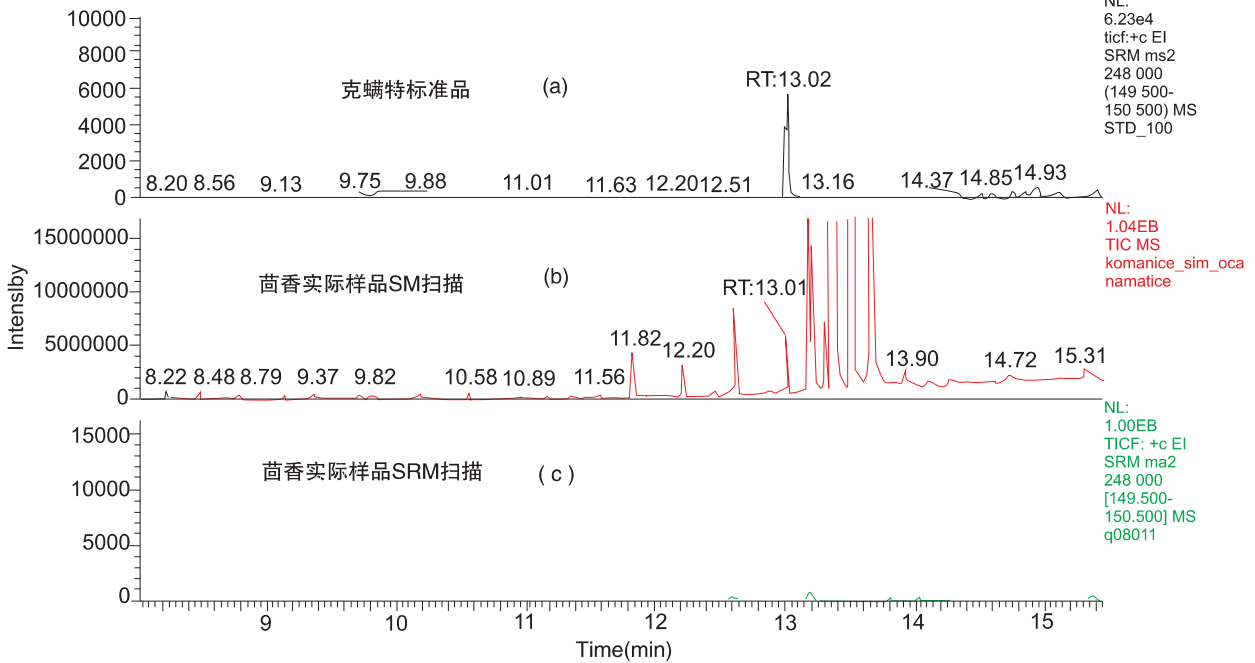


图 5(a) 克螨特标准品色谱图；(b) 茴香样品 SIM 扫描色谱图；(c) 茴香样品 SRM 扫描色谱图



## 鲜榨果汁中展青霉素的监测 (SPE-HPLC)

使用 500mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-304)

### 样品制备

1g 样品 +0.5mL 醋酸缓冲液 (pH4)

### 活化

10mL 甲醇, 3mL 10% 甲醇, 10mL 水

### 上样

上样, 2-3mL/min

### 清洗

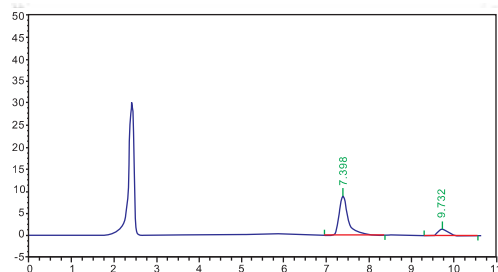
5mL 正己烷, 柱子抽干, 通气 15min

### 洗脱

正己烷: 乙酸乙酯: 丙酮 = 1:5:4, 1:4:5, 1:3:6 每个梯度洗脱体积为 5mL; 洗脱液加入 1 滴冰醋酸, 40 氮气吹干, 立即用 1mL 醋酸缓冲液溶解

### 结果

#### 1. 展青霉素 (Rt=7.4min) HPLC 色谱图



#### 2. 回收率在 94-101% 之间。

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil Gold C18, 5 $\mu$ m, 4.6  $\times$  250mm

#### 货号

25005-254630

#### 流动相

乙腈 (A) : 水 (B) = 1:10 (v/v)

#### 流速

1mL/min

#### 检测

UV@276nm

#### 柱温

40

#### 进样盆

5 $\mu$ L

## 辣椒酱和鲜辣椒中苏丹红染料的监测 (SPE-LC/MS)

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-403)

### 样品制备

均样品, 加 10mL 丙酮均浆, 取 1mL 提取液用 5mL NaOH 水溶液 (pH 11) 稀释。

### 活化

3mL 甲醇, 乙酸乙酯 3mL 0.1M NaOH, 3mL 水

### 上样

### 样品

### 清洗

3mL 70% 甲醇水溶液, 5% 氨水, 3mL 甲醇, 1mL 乙酸乙酯

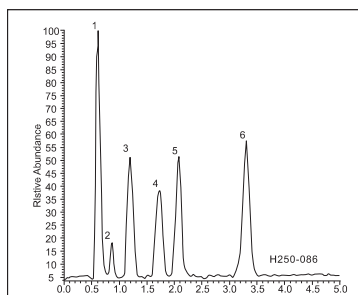
### 洗脱

3mL 89:9:2 乙酸乙酯 / 甲醇 / 甲酸

### 结果

#### 1. 典型苏丹红 I-IV LC/MS 图

2. 本方法四种苏丹红的提取回收率在 73%-90%。



(3) 苏丹红 (4) 苏丹红 (5) 苏丹红 (6) 苏丹红 IV

### GC/MS 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD 1.9 $\mu$ m 20  $\times$  4.6mm

#### 货号

25002-024630

#### 流动相

0.1% 甲酸 / 乙腈 + 0.1% 甲酸, 12/88

#### 流速

0.5mL/min

#### 进样量

5 $\mu$ L

#### 流速

200 $\mu$ L/min

#### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

#### 喷雾电压

2500V

#### 离子传输管度

350

## 谷物多残留分析

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-211 和 60105-220)

### 杀虫剂标准品

使用乙酸乙酯或 ACN 配制单独的杀虫剂储备液 (2,000 至 5,000µg/mL) 并存储于 -18

使用 ACN 制备两种混合杀虫剂储备液 MIX-1 和 MIX-2, 浓度 10µg/mL

添加 0.1% 乙酸避免 ACN 中对碱敏感的分析物降解

### 同位素标记的内标物

使用丙酮制备, 浓度 5µg/mL

阿特拉津 (乙胺 -d5)

虫螨威 (环 -13C6)

乐果 (o,o, - 二甲基 -d6)

2,4-DDT (环 -13C6)

-HCH (13C6)

对硫磷 (二乙基 -d10)

### QC 工作溶液

生物氯菊酯 (苯氧基 -13C6)

(丙酮稀释, 浓度 1 和 5µg/mL)

### 样品制备

使用实验室研磨机彻底均质化谷物产品样品, 形成均匀粉末  
将适量 \* 样品放入 50mL 离心管中 (60105-211)

添加 10mL 去离子水 (大米样品添加 15mL) 和 10mL ACN  
添加 200µL ISTD 标准溶液

使用机械摇床摇匀 / 混匀试管 1 小时, 以分散样品和标准品  
以 > 3,000 的相对离心力离心 10 分钟

### 样品净化

将 1mL 样品转移至 2mL 试管 (60105-220)

摇匀 / 混匀 30 秒

离心 5 分钟

将 300µL 上清液转移至过滤瓶内, 并添加 30µL 1µg/mL 的 QC 溶液

充分混合

改为转移 125µL 萃取液至样品瓶并盖好, 然后在 250 °C 下隔夜储存

按下 Mini-UniPrep 的 0.2µm 聚偏二氟乙烯树脂 (PVDF) 过滤头, 过滤萃取液以便用于 LC/MS/MS 分析

添加 30µL QC 标准溶液

现在样品可以用于分析了

### LC 或 GC/MS 分析

将适当体积的样品进样至 GC/MS 或 GC/MS

\* 玉米: 2.5g、燕麦 3.5g、大米 5.0g、小麦 5.0g

## 小麦和玉米中单端孢霉烯分析 (A 和 B)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-211 和 60105-219)

### 样品制备

使用实验室研磨机彻底均质化谷物产品

#### 样品

称量 5g 样品至 50mL 离心管中

添加 10mL 甲醇: ACN (85:15) 至 50mL 离心管中

振摇以分散溶剂

将 60105-211 小管中的 4g 无水硫酸镁

和 1g 氯化钠添加至离心管

摇匀 / 混匀 1 分钟, 然后以 4,000rpm 的转速离心 10 分钟

### 样品净化

将 1mL 样品转移至 2mL 60105-219 试管 (150mg 无水硫酸镁和 50mg PSA)

振摇 1 分钟

以 4,000rpm 的转速离心 10 分钟

如果上清液不清澈, 使用 0.45µm 过滤器过滤萃取液并注入 LC 进样样品瓶

现在样品可以用于分析了

### 分析

使用正离子模式的大气压化学电离 (API) 质谱仪检测

流速 0.5mL/min

流动相:

时间	%ACN%	0.1% 甲酸
0	60	40
10	10	90
25	10	90

### 用于真菌毒素的质量离子 [Na+M]

离子	m/z
NIV	355
DON	319
DAS	389
HT2	447
T2	489

### 推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

Betasil C18 250mm x 4.6mm x 5µm

70105-254630

## 酒精饮料中氨基甲酸乙酯的检测 (SPE-GC/MS)

使用 1mg 6mL HyperSep Florisil SPE 固相萃取柱 (部件号: 60108-431)

### 样品制备

黄酒直接进行 SPE

活化

15mL 二氯甲烷, 10mL 甲醇, 15mL 水

上样

40mL 样品溶液与固定相吸附 4min

清洗

20mL 蒸馏水

洗脱

20mL 二氯甲烷 × 2 次

挥干后, 1mL 二氯甲烷溶解

### GC/MS 方法

色谱柱

TraceGOLD TG-WaxMS, 30m × 0.25mm, 0.2μm

货号

26088-1420

温度程序

50, 保持 1min, 5 /min 到 160, 25 /min 到 220, 保持 10min

载气

氦气

流速

1.0mL/min

进样量

10μL, 不分流, 250

检测

MS 离子源: 200; 电子轰击: 70eV

## 粮食、花生中黄曲霉素 B1 B2 G1 G2 的检测 (SPE-HPLC)

使用 Vicam Aflatest WB 固相萃取柱

### 样品制备

取 25g 样品, 5g 氯化钠, 和 100mL 甲醇: 水 (80:2) 高速搅拌均匀。过滤得滤液 1, 取 10mL 滤液 1 和 40mL 水混匀, 用玻璃微纤维滤纸过滤得滤液 2, 取 10mL 进行 SPE

活化

10mL 甲醇, 10mL 水

上样

10mL 样品, 2-4mL/min

清洗

10mL 蒸馏水, 10mL 正己烷

洗脱

10mL 甲醇

### HPLC 方法

色谱柱

Hypercarb™, 5μm, 100 × 3.0 mm

货号

35005-103030

流动相

Dioxane/ 三氯甲烷, 1:9

流速

0.8mL/min

检测

荧光检测器, ex=365nm, em=418nm

柱温

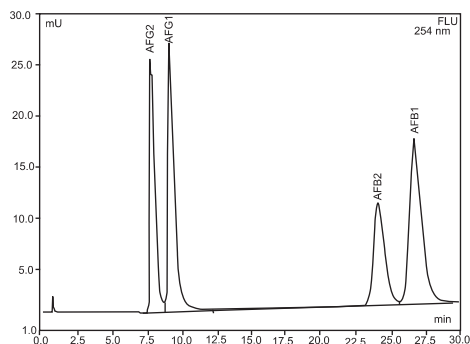
25

进样量

5μL

### 结果

典型 HPLC 色谱图



黄曲霉素色谱图 (从左到右, 黄曲霉素 G2、G1、B2、B1)

# 葡萄酒中杀虫剂的分析

使用 QueChERS 方法 ( 部件号 : 60105-205 和 60105-211 )

## 样品制备

添加 20mL ACN 和内标氟康唑 ( 250µL ) 至 60105-211 , 定量添加 20.0mL 葡萄酒  
 振摇约 2 分钟  
 以 4,500rpm 的转速离心 5 分钟 ( 尽量使用冷冻离心 )  
 转移 9.0mL 顶层液体并添加至 60105-205  
 摇匀 / 混匀试管约 10 秒  
 打开试管, 添加 3.0mL 甲苯后振摇 1 分钟  
 以 4,500rpm 的转速离心 5 分钟  
 定量转移 2.0mL 上清液至玻璃离心管中  
 使用氮气在 < 40 条件下吹干  
 将 500µL ACN, 25µL 苯酞替苯胺 ( 2.0µg/L ) , QC 替代标准物和 500µL 含 1 %ACN 的 20mM 乙酸铵添加至干燥的萃取物  
 摇匀 / 混匀约 5 秒并使用安装在一次性注射器上的 17mm , 0.2µm 尼龙膜注射式滤器 ( F2513-2 ) 过滤至自动进样器样品瓶

## 分析

进样 3µL 至 LC/MS 系统

监测下列参数 :

化合物	MRM 参数
乙酞甲胺磷	184.0/143.0
啶虫脒	223.4/126.1
阿拉酸式苯 S- 甲基	211.1/136.0
涕灭威	208.1/116.0
涕灭威砒	240.0/222.9
涕灭威亚砒	224.2/206.9
阿特拉津	215.9/173.85
除虫菌素 B1b	876.6/553.4
除虫菌素 B1a	890.7/567.5
腈嘧菌酯	404.0/372.1
苯霜灵	326.1/148.1
丙硫克百威	411.2/190.0
苯酞替苯胺	198.1/105.1
联苯肼威	301.3/170.2
双苯三唑醇	338.2/99.1
稻虱净	306.3/201.2
胺甲萘	202.1/145.1
多菌灵	192.0/160.0
虫螨威	222.1/123.1
枯草隆	291.0/72.2
嘧菌环胺	226.1 /93.0
环丙马秦	167.2/85.1
苄氯三唑醇	328.1/70.2
乐果	230.1/199.0
烯酰吗啉	388.0/301.1
醚菌胺	327.1/206
呋虫胺	203.5/14.0
敌草隆	233.0/72.1

## 化合物

## MRM 参数

灭草咪喃	286.9/258.9
恶唑菌酮	373.2/282
咪唑菌酮	312.2/236.2
腈苯唑	337.1/125.0
环酸菌胺	301.9/261.9
丁苯吗啉	304.4/147.1
氟康唑	307.2/220
勿落菌恶	247.0/180.0
呋线威	383.2/195.1
己唑醇	314.0/70.2
抑霉唑	297.1/159.0
吡虫啉	256.1/175.0
种菌唑	334.1/70.2
丙森辛	321.2/119.0
醚菌酯	314.1/116.0
嘧菌胺	224.4/77.3
甲霜林	280.1/220.1
甲胺磷	142.0/94.0
灭多威	163.0/88.0
甲氧虫酰肼	369.5/149.0
速灭磷	225.1/192.8
腈菌唑	289.1/70.2
氧乐果	214.1/183.0
恶霜灵	279.1 /219.1
增效醚	356.2/177.0
咪鲜胺	376.1/308.0
霜霉威	189.1/102.1
克螨特	368.1/231.0
丙环唑	342.0/159.0
残杀威	210.0/111.0
唑菌胺酯	388.0/194.0
哒螨灵	365.3/309.1
啉霉胺	200.1/107.0
啶氧灵	307.8/196.8
鱼藤酮	395.3/213.2
西玛津	202.2/131.4
多杀菌素 A	732.6/142.2
多杀菌素 D	746.6/142.2
螺环菌胺	298.2/144.0
戊唑醇	308.2/70.2
涕必灵	202.0/175.0
三唑酮	294.0/197.1
肟菌酯	409.0/186.0
氟菌唑	346.0/278.1
蚜减多	288.1/146.0
苯酞菌胺	336.0/187.0

## 推荐的 HPLC 色谱柱

## 部件号

Hypersil GOLD 3µm , 150 × 2.1mm 25003-152130

# 可乐中香兰素的检测 (SPE-GC/MS)

使用 10mg 1mL SOLA HRP 固相萃取柱 (部件号: 60109-001)

净化

活化

1mL 甲醇 1mL 水

上样

200 $\mu$ L 可乐

清洗

200 $\mu$ L 水

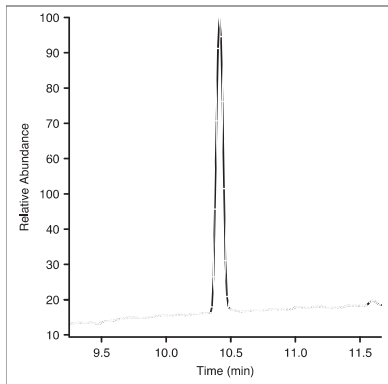
洗脱

200 $\mu$ L 甲醇

加入 200 $\mu$ L 内标 IS (苯(甲)酸苄酯)

结果

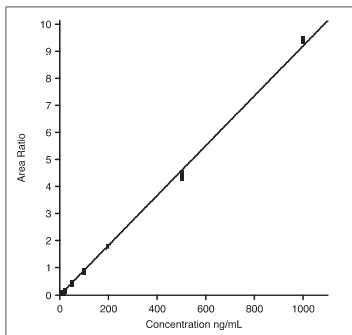
1. 可乐添加 20ng/mL 的香兰素 GC/MS 图



2. 添加 20ng/mL 香兰素的平均回收率 99.3% , RSD = 2.7% (n=6)

Extraction	Calculated Conc ng/mL	Recovery%	%Errorr
1	19.6	97.9	-2.1
2	19.8	99.0	-1.0
3	19.4	96.8	-3.2
4	19.4	96.8	-3.2
5	20.6	103.2	3.2
6	20.3	101.7	1.7
Average	19.9	99.3	-0.7
Std Dev	0.53	2.67	-
%BSD	2.7	2.7	-

3. 香兰素在 1ng/mL-1000ng/mL 浓度范围内线性良好, R<sup>2</sup>=0.9987。



GC/MS 方法

色谱柱

TG-WAXMS A 30m  $\times$  0.25mm  $\times$  0.25 $\mu$ m

货号

26087-1420

程序升温

初始温度 80 , 以 20 /min 速率升至 250 , 保持 6.5min

载气

氦气

柱流速

1.2mL/min (恒流模式)

进样体积

1 $\mu$ L

进样口温度

250

进样模式

不分流进样; 1min 开始分流, 流速 50mL/min

检测

MS

传输温度: 250

源温度: 250

电子能量: 70eV

Compound	Abbrev	SIM(start time/min)	Quan ion (Qual Ion)	Dwell time/s
Vanillin	-	4.0	152 (151)	0.1
Benzyl benzoate (Internal standard)	ISTD	4.0	212 (105,91)	0.1

4. 实际可乐样品的分析, 检出量 25.6ng/mL, RSD=4.6%

Extraction	Calculated Conc ng/mL
1	25.6
2	26.7
3	26.0
4	26.0
5	25.7
6	23.3
Average	25.6
Std Dev	1.18
%BSD	4.6

# 纺织品中偶氮染料的检测 (SPE-GC/MS)

使用 20mg 60mL HyperSep SLE 固相萃取柱 (部件号: 60109-20000-60-7)

## 样品制备

纺织品剪成 5 × 5mm, 准确称取 1.0g 试样于 50mL 玻璃反应器中, 加入 20mL 正己烷 密封超声处理 20 min, 重复两次, 脱脂后试样在敞口容器中放置过夜, 挥干正己烷。

将挥干后的试样加入 16mL 预热至 (70 ± 5) 的柠檬酸盐 (0.06mol/L, pH6.0), 加上塞子使试样湿润。将其置于 (70 ± 2) 的水浴中加热 30min。加热完毕后, 取出快速冷却至室温, 加入 3mL 连二亚硫酸钠溶液 (200mg/mL)。再在 (70 ± 2) 的水浴中加热 10min, 再冷却至室温, 加入 1.5mL 连二亚硫酸钠溶液。再在 (70 ± 2) 的水浴中加热 30min。反应完毕后用冷水尽快冷却至室温。

## 上样

### 反应后溶液

### 吸附

使用真空提取装置, 将样品完全吸附在小柱上, 等待 15min

### 洗脱

加入乙醚 (20mL × 4) 到反应容器中, 充分振荡后也将溶液转移到 SLE 小柱中, 流速在 1mL/min 收集洗脱液, 35 真空旋转中将提取液浓缩至 1mL, 残留的乙醚用氮气吹至近干。用 2mL 乙酸乙酯溶解用于上机分析。

## GC/MS 方法

### 色谱柱

TRACE TG-5MS 30m × 0.25mm, 0.25μm

### 货号

26098-1520

### 温度程序

50, 保持 0.5min, 20 /min, 150, 保持 8min, 20 /min, 230, 保持 13min, 20 /min, 280 保持 1min

### 载气

He

### 流速

1mL/min

### 进样量

1μL

### 分流比

10:1

### 检测

MS

## 结果

### 1. GC/MS 色谱图

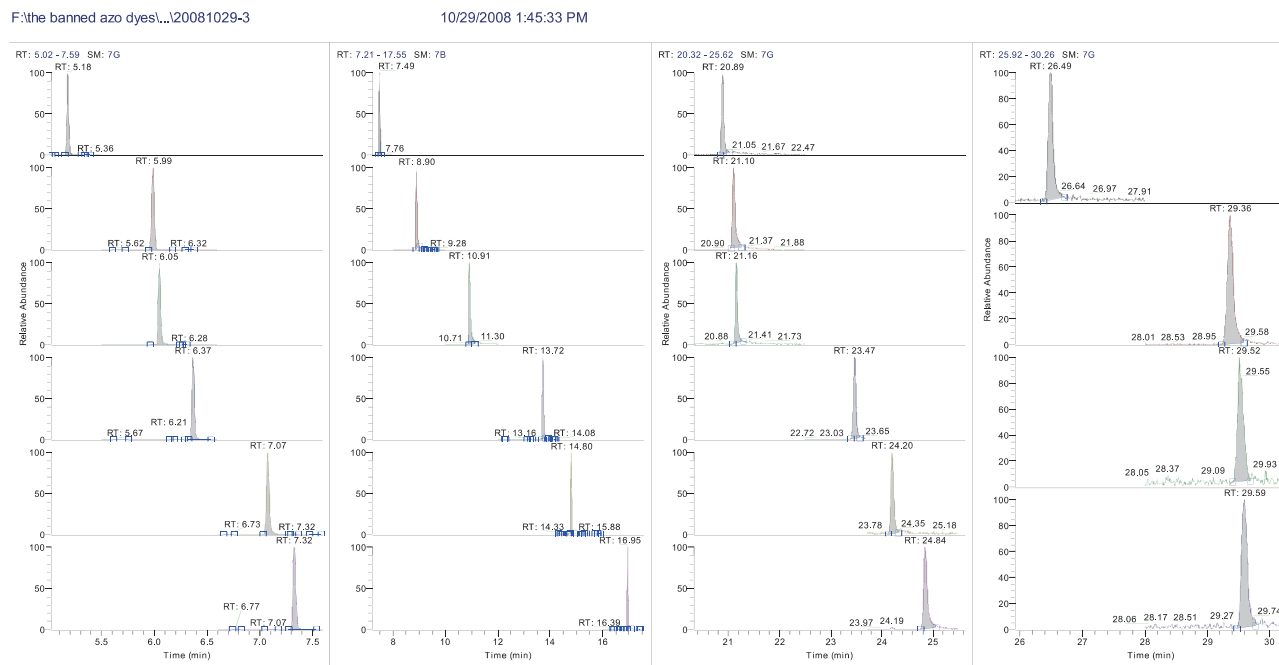


图 1: 23 种芳香胺的色谱分离图 (7.5μg/L)

1) 邻甲苯胺 2) 2,4-二甲基苯胺 3) 2,6-二甲基苯胺 4) 邻甲氧基苯胺 5) 对氯苯胺 6) 3-氨基对甲苯甲醚 7) 2,4,5-三甲基苯胺 8) 4-氯邻甲苯胺 9) 2,4-二氨基苯甲醚 10) 2-萘胺 11) 2-氨基-4-硝基甲苯 12) 4-氨基联苯 13) 4,4'-二氨基二苯醚 14) 联苯胺 15) 4,4'-二氨基二苯醚 16) 联苯胺 17) 4,4'-二氨基二苯甲醚 18) 邻氨基偶氮甲苯 19) 3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲醚 20) 4,4'-二氨基二苯硫醚 21) 3,3'-二氨基联苯胺 22) 4,4'-次甲基-双-(2-氯苯胺) 23) 3,3'-二氨基联苯胺。

2. 回收率:除了 2,4-二氨基苯甲醚的回收率为 58% ,2,4-二甲基苯胺和 2,6-二甲基苯胺为 66% ,邻甲氧基苯胺为 63.8% 以外, 别的芳香胺的回收率都能达到 75% 以上 (78%-113%)。

## 水中草甘膦和 AMPA 的检测 (SPE-LC/MS)

使用 500mg 6mL HyperSep Hypercard 固相萃取柱 (部件号: 60106-402)

### 样品制备

活化

6mL 甲醇, 6mL 水

上样

调节水样品 pH=3

清洗

抽干柱子 5min

洗脱

20mL 甲醇

### 结果

HPLC-MS/MS 分析草甘膦及其代谢物氨基磷酸的方法

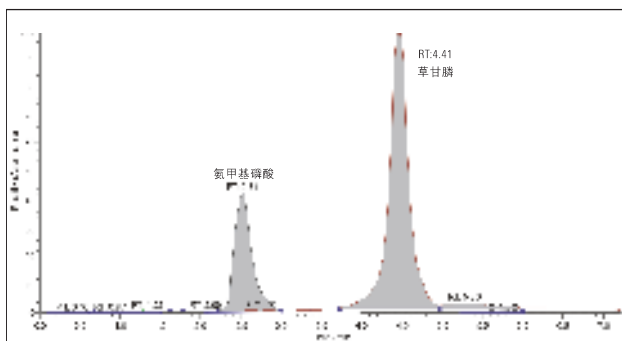


图 1. 氨基磷酸和草甘膦的 HPLC-MS-MS 谱图

### LC/MS 方法

色谱柱

Hypercarb, 5 $\mu$ m, 4.6  $\times$  100mm

货号

35005-104630

流动相

A (0.2% 甲酸 - 水溶液), B (甲醇); A:B=95:5

进样量

5 $\mu$ L

流速

500 $\mu$ L/min

### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3500V

离子传输管度

450

## 水中的草甘膦草铵膦

使用 1g 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-732)

### 样品制备

pH 调整至 6.0 的 1L 样品水溶液

活化 **HyperSep Verify-AX** 固相萃取柱

1  $\times$  5mL 甲醇

1  $\times$  10mL 去离子水

上样

以 1 至 3mL/min 的速率上样

清洗

1  $\times$  10mL 去离子水

抽干萃取柱 (在压力 > 10 英寸汞柱的条件下干燥 10 分钟)

洗脱

1  $\times$  4mL 1mol/L HCl/ 甲醇 (4/1)

以 1mL/min 的速率添加洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 50 $^{\circ}$ C 热水浴中吹干

分析

添加 50 $\mu$ L MTBSTFA\* 和 50 $\mu$ L 二甲基甲酰胺

进行衍生化

超声处理 2 分钟

加热至 80 $^{\circ}$ C 维持 30 分钟

冷却至室温

进样到 GC/MS

\*部件号 TS-48920

推荐的 **GC** 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-17MS 30m  $\times$  0.25m  $\times$  0.25 $\mu$ m 26089-1420

## 水中酚类化合物的测定 (SPE-HPLC)

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

### 样品制备

500mL 水, 添加 1% 甲酸, 待净化

### 活化

6mL 甲醇, 6mL 1% 甲酸

### 上样

500mL 样品

### 清洗

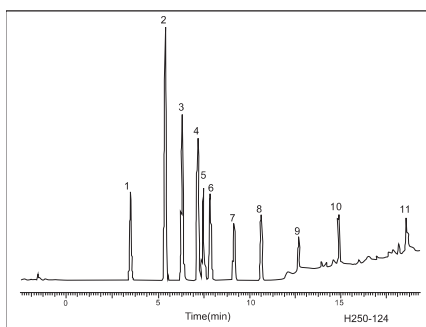
6mL 1% 甲酸

### 洗脱

6mL 甲醇

### 结果

典型酚类 HPLC 条件:



(1) 苯酚 (2) 4-硝基酚 (3) 2,4-二硝基酚 (4) 2-硝基酚 (5) 4-甲基酚 (6) 4-氯酚 (7) 2-氯酚 (8) 2,4-二甲酚 (9) 2,4-二氯酚 (10) 2,4,6-三甲基酚 (11) 五氯苯酚

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil GOLD 5 $\mu$ m, 150  $\times$  2.1mm

#### 货号

25005-152130

#### 流动相

A: 水 +0.1% 乙酸; B: 甲醇 + 0.1% 乙酸

梯度: 5%B 保持 1.5 mins, 19.5 mins 内到 95%B, 保持 1.5 mins

#### 流速

0.6mL/min

#### 进样量

10 $\mu$ L

#### UV

270-320nm

#### 温度

60

## 水中爆炸物的检测 (SPE-HPLC)

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

### 样品制备

500mL 水中加氯化钠 150g, pH 调至 6

### 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

### 上样

500mL 样品, 1-2mL/min

### 清洗

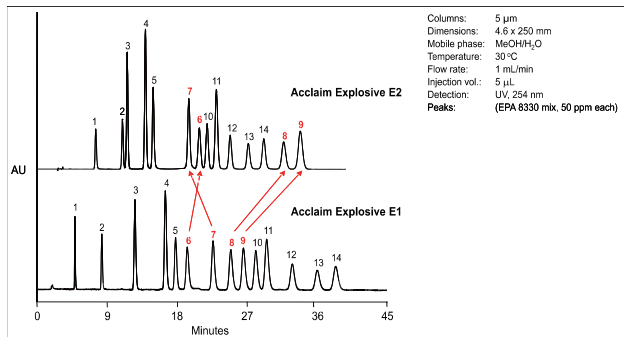
5mL 水

### 洗脱

5mL 甲醇

### 结果

典型 HPLC 色谱图



### HPLC 方法

#### 色谱柱

Acclaim Explosives E1 and E2, 4.6  $\times$  250mm, 5 $\mu$ m

#### 货号

064305, 064309

#### 流动相

甲醇 / 水

#### 进样量

5 $\mu$ L

#### 流速

1mL/min

#### 检测波长

254nm

1. HMX
2. RDX
3. 1,3,5-Trinitrobenzene
4. 1,3-Dinitrobenzene
5. Nitrobenzene
6. Tetryl
7. 2,4,6-Trinitrotoluene
8. 4-Amino-2,6-Dinitrotoluene
9. 2-Amino-4,6-Dinitrotoluene
10. 2,6-Dinitrotoluene
11. 2,4-Dinitrotoluene
12. 2-Nitrotoluene
13. 4-Nitrotoluene
14. 3-Nitrotoluene



## 水中多氯联苯的检测 (SPE-HPLC)

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

### 样品制备

500mL 水

### 活化

正己烷 + 甲醇 (5mL:5mL)

### 上样

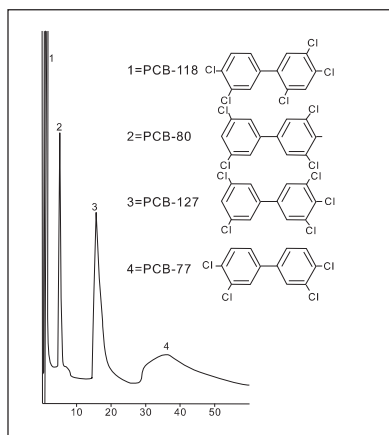
500mL 样品, 1-2mL/min

### 洗脱

10mL1:1 正己烷 - 丙酮, 吹干后定容

### 结果

#### 典型 HPLC 色谱图



- (1) PCB-118
- (2) PCB-80
- (3) PCB127
- (4) PCB-77

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypercarb 7 $\mu$ m, 50  $\times$  4.6mm

#### 货号

35007-054630

#### 流动相

A: 30% 正己烷 /70% 二氯甲烷

#### 进样量

10 $\mu$ L

#### 流速

1mL/min

#### 检测波长

254nm

## 水中多环芳烃类化合物的检测 (SPE-HPLC)

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

### 样品制备

500mL 水, 待净化

### 活化

6mL 甲醇, 6mL 1% 甲酸

### 上样

500mL 样品

### 清洗

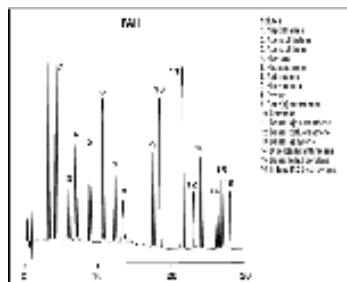
6mL 水

### 洗脱

6mL 乙酸乙酯

### 结果

#### 典型 HPLC 色谱图



- (1) 萘 (2) 亚萘基 (3) 蒽 (4) 芘
- (5) 菲 (6) 葱 (7) 荧蒹 (8) 苊
- (9) 苯 (a) 葱 (10) 屈
- (11) 苯并 (b) 荧蒹
- (12) 苯并 (k) 荧蒹
- (13) 苯并 (a) 苊
- (14) 二苯并 (a,h) 葱
- (15) 苯并 (ghi) 花
- (16) 茚并 (1,2,3-cd) 苊

### HPLC 方法

#### 色谱柱

Hypersil Green PAH 3 $\mu$ m, 100  $\times$  4.6mm

#### 货号

31103-104630

#### 流动相

A: 99:1 水 : 乙腈 ; B:99:1 乙腈 : 水

梯度 : 50:50-5min 50:50-25min 0:100

#### 流速

2mL/min

#### 进样量

10 $\mu$ L

#### UV

254nm

#### 温度

20

## 水中的乙酰甲胺磷

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

样品制备	吹干洗脱液后复溶
使用硫酸铵水溶液 (w/w 20%) 制备 10mL 10ppm 乙酰甲胺磷样品	使用氮气流将洗脱液彻底吹干
活化 Retain PEP 固相萃取柱	用水将样品复溶至 0.5mL
2mL 甲醇	分析
2mL 去离子水	流动相: ACN/水 (40:60, v/v)
上样	流速: 1mL/min
以 1 至 2mL/min 的速率上样 4mL 样品	温度: 300C
清洗	检测器: 紫外 (214nm)
1mL 去离子水	推荐的 HPLC 色谱柱
洗脱乙酰甲胺磷	部件号
5mL 甲醇	Hypersil GOLD 5 $\mu$ m, 250 $\times$ 4.6mm
	25005-254630

## 水中的苯胺和 N,N- 二甲基苯胺

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

样品制备	系统苯胺和 N,N- 二甲基苯胺
用去离子水制备浓度为 200, 20 和 2ppm 的苯胺和 N,N- 二甲基苯胺溶液	3mL 甲醇 / 水 (95:5, v/v)
活化 Retain PEP 固相萃取柱	吹干洗脱液后复溶
3mL 甲醇	使用氮气流在室温下将洗脱液彻底吹干
3mL 去离子水	用甲醇将样品复溶至 1mL
上样	分析
以 1 至 2mL/min 的速率上样 3mL	流动相: 甲醇 / 水 (50:50, v/v)
清洗	推荐的 HPLC 色谱柱
1mL 去离子水	部件号
	Hypersil GOLD aQ 5 $\mu$ m, 250 $\times$ 4.6mm
	25305-254630

### 结果

样品苯胺	浓度 (ppm)	峰面积 (av)	标准峰面积 (av) Retain PEP	回收率 (%)Retain PEP
a	200	360251	213975	60
b	20	28374.536686	20672	56
c	2	3563	28701	81
样品 N,N 一二甲基苯胺	浓度 (ppm)	峰面积 (av)	标准峰面积 (av) Retain PEP	回收率 (%)Retain PEP
a	200	1418380	1398427	98
b	20	174334	159897	92
c	2	19483	18386	94

## 水中的阿特拉津

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

样品制备	吹干洗脱液后复溶	
在包含 10ppm 阿特拉津的 10mL 水溶液中, 添加 20 $\mu$ L 乙酸	使用氮气流将洗脱液彻底吹干	
活化 <b>Retain PEP</b> 固相萃取柱	用水将样品复溶至 0.5mL	
2mL 甲醇	分析	
2mL 去离子水	流动相: ACN/0.2% 乙酸 (10:90, v/v)	
上样	流速: 1mL/min	
以 1 至 2mL/min 的速率上样 4mL 样品	温度: 30	
清洗	检测器: 紫外 (214nm)	
1mL 去离子水	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱	部件号
洗脱阿特拉津	Hypercil GOLD 5 $\mu$ m, 250 x 4.6mm	25005-254630
5mL 甲醇		

## 水中的噻草平

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

样品制备	清洗
使用 0.5 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 调整 500mL 水的 pH 至 < 3	5mL 去离子水
活化 <b>Retain PEP</b> 固相萃取柱	抽干萃取柱 (20 分钟, 压力 > 10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)
3mL 四氢呋喃	洗脱噻草平
5mL 甲醇	使用 0.8mL 甲醇替代 PEP 填料中残留的水
5mL 去离子水	排去 SPE 固相萃取柱中的水
上样	等待 2 分钟, 确保甲醇浸透填料
使用小于 5mL/min 的速率上样 500mL 样品	使用 3mL 四氢呋喃洗脱萃取柱
	收集洗脱液并使用流动相复溶至 3mL

## 水中的氯化苯氧酸类除草剂

使用 10mg 6mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-301)

样品制备	洗脱氯化苯氧酸类除草剂
使用盐酸将 1L 样品水溶液的 pH 调整至 1	10mL 己烷 / 丙酮 (50:50)
活化 <b>C18</b> 固相萃取柱	浓缩 / 吹干
10mL 己烷 / 丙酮 (50:50)	加入 500 $\mu$ L 保留剂 (甲醇、DMF、其他溶剂)
10mL 酸化甲醇 (含 5% HCl 的甲醇)	使用氮气流在室温下吹干至 500 $\mu$ L
10mL 去离子水	进样 / 分析
上样	使用 100 $\mu$ L 下 TCTEF 复溶后进样 1 至 2 $\mu$ L 至 GC 色谱柱
以 8 至 10mL/min 的速率上样 1 升样品	萃取的氯化苯氧酸除草剂
清洗	2,4-D 酸
使用 HCl 将 10mL 去离子水 pH 调整至 1.0	2,4,5 一三氯苯氧基丙酸 (Silvex)
抽干萃取柱	麦草畏
使用最大真空压力抽干 15 至 30 分钟	二氮邻仲丁基苯酚

## 水中的氯酚

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

样品制备	清洗	
收集 500mL 甲醇	1 × 5mL 甲醇	
使用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 调整 pH 至 2	1 × 1mL 甲醇	
活化 <b>HyperSep Retain PEP</b> 固相萃取柱	洗脱	
1 × 5mL 甲醇	1 × 3mL THF	
1 × 5mL 甲醇	在氮气环境中浓缩样品至 3mL	
	分析	
	进样至 HPLC	
注: 避免小柱干涸		
上样	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱	部件号
上样 1 × 500mL 甲醇	Hypersil GOLD PFP 3μm, 150 × 4.6mm	25403-154630
以 5mL/min 的速率洗脱		

## 水中的 2,4- 二氯苯酚

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

样品制备	清洗	
使用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 调整 pH 至 2	1 × 5mL 甲醇	
活化 <b>HyperSep Retain PEP</b> 固相萃取柱	1 × 1mL 甲醇	
1 × 5mL 甲醇	抽干萃取柱 (使用氮气干燥 20 分钟)	
1 × 5mL 甲醇	洗脱	
	1 × 3mL THF	
	在氮气环境中浓缩样品至 3mL	
	分析	
	进样至 HPLC	
注: 避免小柱干涸		
上样	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱	部件号
上样 1 × 500mL 甲醇	Hypersil GOLD PFP 3μm, 150 × 4.6mm	25403-154630
以 5mL/min 的速率洗脱		

## 水中的 2,4- 二氯苯氧基乙酸

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

样品制备	清洗
使用 0.5 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 调整 500mL 水的 pH 至 1.5-2	5mL 去离子水
活化 <b>Retain PEP</b> 固相萃取柱	抽干萃取柱 (20 分钟, 压力 > 10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)
3mL 四氢呋喃	洗脱 <b>2,4-</b> 二氯苯氧基乙酸
5mL 甲醇	使用 0.8mL 甲醇替代 PEP 填料中残留的水
5mL 去离子水	排去 SPE 固相萃取柱中的水
上样	等待 2 分钟, 确保甲醇浸透填料
使用小于 5mL/min 的速率上样 500mL 样品	使用 3mL THF 洗脱萃取柱
	收集洗脱液并使用流动相复溶至 3mL

## 水中的硝基苯

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

样品制备	洗脱硝基苯
确保 497.5mL 样品水溶液 pH 值为中性	使用 0.8mL 丙酮替代 PEP 填料中残留的水弃去流过 SPE 固相萃取柱的水
在此样品中, 添加 2.5mL 甲醇	等待 2 分钟, 确保丙酮浸透填料
活化 <b>Retain PEP</b> 固相萃取柱	将 Retain PEP 固相萃取柱与填充了 5g 无水硫酸钠的萃取柱相连, 此柱预先用 3mL 丙酮、3mL 己烷和 3mL 丙酮清洗
3mL 己烷	使用 10mL 己烷 / 丙酮 (90:10) 洗脱此组合萃取柱
5mL 甲醇	收集洗脱液并在 40 °C 条件下用氮气浓缩至 1mL
5mL 去离子水	分析
上样	进样至 HPLC
使用小于 5mL/min 的速率上样 500mL 样品	
清洗	
5mL 去离子水	
抽干萃取柱 (20 分钟, 压力 > 10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱 <span style="float: right;">部件号</span>
	Hypersil GOLD 3µm, 150 × 4.6mm <span style="float: right;">25003-154630</span>

## 水中的杀虫剂

使用 1g 6mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-301)

样品制备	浓缩 / 吹干
无	添加 500µL 保留剂 (甲醇、DMF、其他溶剂)
活化 <b>C18</b> 固相萃取柱	使用氮气流在室温下吹干至 500µL
10mL 己烷 / 丙酮 (50:50)	萃取的杀虫剂
10mL 甲醇	- 六氯环己烷 <span style="float: right;">4,4'-DDE</span>
10mL 去离子水	林丹 <span style="float: right;">狄氏剂</span>
上样	- 六氯环己烷 <span style="float: right;">异狄氏剂</span>
以 8 至 10mL/min 的速率上样 1 升样品	七氯 <span style="float: right;">4,4'-DDD</span>
清洗	- 六氯环己烷 <span style="float: right;">硫丹</span>
20mL 去离子水	艾氏剂 <span style="float: right;">4,4'-DDT</span>
抽干萃取柱	七氯 <span style="float: right;">异狄氏剂醛</span>
使用最大真空压力抽干 15 至 30 分钟	硫丹 1 <span style="float: right;">异狄氏剂硫酸盐</span>
洗脱氯化苯氧酸除草剂	
10mL 己烷 / 丙酮 (50:50)	

## 水中的洛伐他汀

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

样品制备	洗脱洛伐他汀
样品 1 : 10% 乙腈水溶液中 2ppm 洛伐他汀	4mL 乙腈
样品 2 : 1% 乙腈水溶液中 0.2ppm 洛伐他汀	吹干洗脱液后复溶
活化 <b>Retain PEP</b> 固相萃取柱	使用氮气流将洗脱液彻底吹干
2mL 甲醇	使用甲醇 : 1% 甲酸溶液 (85:15, v/v) 将样品复溶至 1mL
2mL 去离子水	分析
上样	流动相 : 甲醇 : 1% 甲酸溶液 (85:15, v/v)
以 1 至 2mL/min 的速率上样 10mL 样品	流速 : 1 mL/min
清洗	温度 : 30
1mL 去离子水	检测器 : 紫外 (230nm)
	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱 <span style="float: right;">部件号</span>
	Hypersil GOLD aQ 5µm, 150 × 4.6mm <span style="float: right;">25305-154630</span>

## 水中苯酚的测定

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

样品制备	洗脱	
收集水样	1 × 2mL 甲醇	
活化 <b>HyperSep Retain PEP</b> 固相萃取柱	1 × 2mL 甲基叔丁基醚 (10:90, v/v)	
1 × 3mL 甲基叔丁基醚 (10:90, v/v)	使用氮气流将收集的洗脱液	
1 × 3mL 甲醇	浓缩至 1mL	
1 × 3mL 水	分析	
	进样至 HPLC	
<b>注: 避免小柱干涸</b>		
上样		
以 20mL/min 的速率上样 1L 水样品	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱	部件号
干燥萃取柱 10 至 15 分钟	Hypersil GOLD PFP 3 $\mu$ m, 150 × 4.6mm	25403-154630
清洗		
1 × 10mL 去离子水		
抽干萃取柱 (在压力 > 10 英寸汞柱的条件下干燥 20 分钟)		

## 水中的吡啶酮

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

样品制备	洗脱吡啶酮	
在包含 10ppm 阿特拉津的 10mL 水 / 甲醇 (95:5, v/v) 中, 添加 20 $\mu$ L 乙酸	4mL 甲醇	
活化 <b>Retain PEP</b> 固相萃取柱	分析	
2mL 甲醇	流动相: ACN/ 水 (40:60, v/v)	
2mL 去离子水	流速: 1mL/min	
上样	温度: 30	
以 1 至 2mL/min 的速率上样 4mL 样品	检测器: 紫外 (214nm)	
清洗	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱	部件号
1mL 甲醇 / 去离子水 (5/95, v/v)	Hypersil GOLD PFP 5 $\mu$ m, 250 × 4.6mm	25005-254630

## 饮用水中苯酚的 GC/MS 测定

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60108-732)

样品制备	清洗	
收集 1L 水样	1 × 10mL 甲醇	
使用 6N HCl 调整 pH 值至 2	抽干萃取柱 (在压力 > 10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)	
活化 <b>HyperSep Retain PEP</b> 固相萃取柱	洗脱	
1 × 3mL CH <sub>3</sub> Cl	1 × 10mL CH <sub>3</sub> Cl	
1 × 3mL 甲醇	1 × 3mL CH <sub>3</sub> Cl	
1 × 3mL 0.05N HCl	使用平缓的氮气流在水浴中 (40 ) 浓缩萃取物至 0.9mL	
<b>注: 避免小柱干涸</b>		
上样	分析	
以 20mL/min 的速率上样 1L 水样品	使用 CH <sub>3</sub> Cl 调整最终体积至 1.0mL	
干燥萃取柱 10 至 15 分钟	使用 GC/MS 分析萃取物	
	推荐的 <b>GC</b> 色谱柱	部件号
	TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25 $\mu$ m	26098-1420

# 饮用水中除草剂的检测 (SPE-HPLC, LC/MS)

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-206)

## 样品制备

水中加醋酸, 体积含量为 0.2%

## 活化

3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

500mL 样品, 1-2mL/min

## 清洗

5mL 水

## 洗脱

5mL 甲醇

## HPLC 方法

### 色谱柱

Hypersil GOLD C8 5 $\mu$ m 150  $\times$  4.6mm

### 货号

25205-154630

### 流动相

A: 水 B: 乙腈

### 梯度

0minsB=20%, 15minsB=23%, 25minsB=75%

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

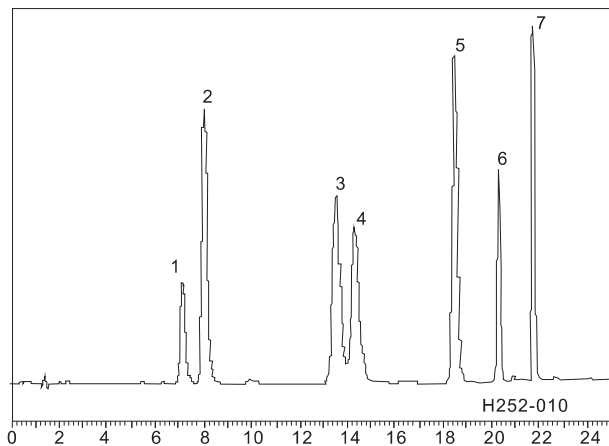
1.5mL/min

### 检测波长

240nm

## 结果

### 1. 典型 HPLC 色谱图



(1) 西玛津 Simazine (2) 灭草隆 Monuron (3) 绿麦隆 Chlorotoluron (4) 阿特拉津 Atrazine (5) 敌草隆 Diuron (6) 丙唑嗪 Propazine (7) 利谷隆 Linuron

2. 回收率: 水中各化合物的回收率为 90-102% 之间。

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil GOLD 50mm  $\times$  2.1mm ID, 3 $\mu$ m

### 货号

25003-052130

### 流动相

水 / 乙腈 含 0.1% 甲酸

### 梯度

0minsB=20%, 15minsB=23%, 25minsB=75%

### 进样量

10 $\mu$ L

### 流速

400  $\mu$ L/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

4000V

离子传输管度

300

# 饮用水中乙酰氯苯胺除草剂降解物的检测 (SPE-LC/MS)

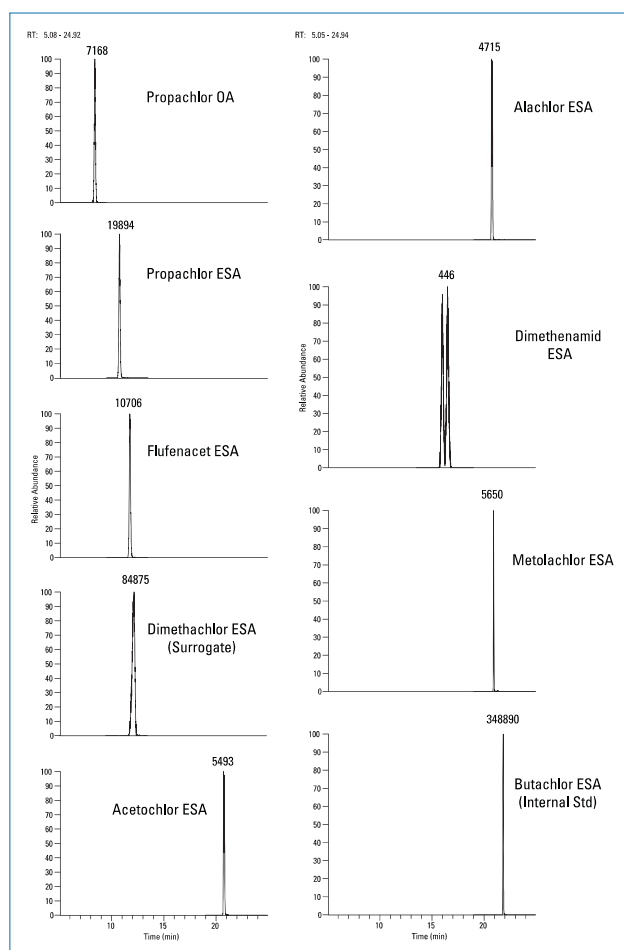
使用 200mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

- 取 500mL 水样
- 活化
- 6mL 甲醇, 6mL 水
- 上样
- 样品, 5mL/min
- 清洗
- 5mL 水
- 洗脱
- 4mL 甲醇抽提 2 次

## 结果

1. 9 种乙酰氯苯胺除草剂降解物的典型 LC/MS/MS 图。
2. 回收率: 水中各化合物的回收率大于 80%。



## LC/MS 方法

- 色谱柱
- Hypersil GOLD 50 × 2.1 mm, 3μm
- 货号
- 25003-052130
- 流动相
- A: 5mM 醋酸铵水溶液
- B: 甲醇

时间 (min)	A%	B%
0.0	90	10
7.0	80	20
10.0	75	25
18.0	75	25
20.0	20	80
25.0	20	80
25.1	90	10
40.0	90	10

## 进样量

20μL

## 流速

250μL/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3500V

离子传输管度

300



## 自来水中的苯酚

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

样品制备	洗脱苯酚
在自来水样品中添加甲酸 1% 和 0.5 至 1ppm	2mL 甲醇
苯酚内标物	吹干洗脱液后复溶
活化 <b>Retain PEP</b> 固相萃取柱	使用氮气流将洗脱液彻底吹干
2mL 甲醇	使用甲醇: 1% 甲酸 (1:1) 将样品复溶到 1mL
2mL 1% 甲酸	分析
上样	流动相: 甲醇 / 1% 甲酸 (1:1, v/v)
以 1 至 2mL/min 的速率上样 10mL 样品	推荐的 <b>HPLC</b> 色谱柱
清洗	部件号
1mL 1% 甲酸	Hypersil GOLD aQ 5 $\mu$ m, 250 x 4.6mm
	25305-254630

### 结果

	标准	空白	标准 (n=3)			均值	标准差	相对标准差
			1	2	3			
苯酚	1.472	0.000	1.367	1.541	1.524	1.477	0.096	100.3
<b>4-nitro phenol</b>	1.469	0.000	1.229	1.308	1.430	1.322	0.101	90.0
<b>m- 甲基苯酚</b>	1.374	0.000	1.294	1.540	1.548	1.461	0.144	106.3
<b>2- 氯酚 0</b>	0.613	0.000	0.527	0.684	0.641	0.617	0.081	100.6
<b>2,4- 二氯苯酚</b>	1.630	0.000	1.305	1.613	1.621	1.513	0.180	90.392.8
<b>2,4,6- 三氯苯酚</b>	1.655	0.000	1.365	1.609	1.511	1.495	0.123	95.690.3
五氯苯酚	1.470	0.000	1.259	1.487	1.472	1.406	0.128	95.6

## 池水中的多氯联苯

使用 2g 15mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-701)

样品制备	洗脱多氯联苯
使用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤样品水溶液	20mL 己烷
在 200mL 滤过的样品水溶液中加入 2mL 甲醇	浓缩 / 吹干
混合并脱气处理 2 分钟	使用氮气流在室温下吹干
活化 <b>C18</b> 固相萃取柱	进样 / 分析
15 至 20mL 己烷	使用 100 $\mu$ L 甲醇复溶样品并进样 1 至 2 $\mu$ L 样品
15 至 20mL 甲醇	至 GC 色谱柱
10mL 去离子水	萃取的杀虫剂
上样	氯化二苯 1026
以 8 至 10mL/min 的速率上样 200mL 样品	氯化二苯 1221
清洗	氯化二苯 1232
20mL 去离子水	氯化二苯 1242
抽干萃取柱	氯化二苯 1248
使用最大真空压力抽干 20 至 30 分钟	氯化二苯 1254
	氯化二苯 1260

## 池水中的多核芳烃

使用 500mg 3mL HyperSep NH<sub>2</sub> 固相萃取柱 (部件号 : 60108-518)

<p><b>样品制备</b></p> <p>使用 0.45μm 滤膜过滤水样品</p> <p>在 200mL 滤过的样品水溶液中加入 2mL 甲醇</p> <p>混合后脱气处理 2 分钟</p> <p>活化 <b>NH<sub>2</sub></b> 固相萃取柱</p> <p>巧至 20mL 二氯甲烷 / 三氯三氟乙烯 (TCTFE)</p> <p>15 至 20mLTCTFE</p> <p>干燥 5 分钟</p> <p>15 至 20mL 甲醇</p> <p>20mL 去离子水</p> <p>上样</p> <p>以 8 至 10mL/min 的速率上样 200mL 样品</p> <p>清洗</p> <p>20mL 去离子水</p> <p>抽干萃取柱</p> <p>使用最大真空压力抽干巧至 30 分钟</p>	<p><b>洗脱多核芳烃</b></p> <p>20mLTCTFE</p> <p>浓缩 / 吹干</p> <p>使用氮气流在室温下吹干</p> <p>进样 / 分析</p> <p>使用 100uL 下 CTFE 复溶样品并进样 1 至 2 匹样品至 GC</p> <p>萃取的多核芳烃</p> <table border="0"> <tr> <td>萘</td> <td>苣</td> </tr> <tr> <td>芴</td> <td>苯并 (e) 苣</td> </tr> <tr> <td>芘</td> <td>苯并 (b) 苣</td> </tr> <tr> <td>菲</td> <td>苯并 (k) 苣</td> </tr> <tr> <td>蒽</td> <td>苯并 (a) 苣</td> </tr> <tr> <td>苊</td> <td>二苯并 (a,h) 苣</td> </tr> <tr> <td>芘</td> <td>苯并 (g,hi) 苣</td> </tr> <tr> <td>苯并 (a) 苣</td> <td>苊并 (1,2,3-cd) 苣</td> </tr> </table>	萘	苣	芴	苯并 (e) 苣	芘	苯并 (b) 苣	菲	苯并 (k) 苣	蒽	苯并 (a) 苣	苊	二苯并 (a,h) 苣	芘	苯并 (g,hi) 苣	苯并 (a) 苣	苊并 (1,2,3-cd) 苣
萘	苣																
芴	苯并 (e) 苣																
芘	苯并 (b) 苣																
菲	苯并 (k) 苣																
蒽	苯并 (a) 苣																
苊	二苯并 (a,h) 苣																
芘	苯并 (g,hi) 苣																
苯并 (a) 苣	苊并 (1,2,3-cd) 苣																

## 地表水中多种抗生素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain Ax 固相萃取柱 (部件号 : 60107-412)

<p><b>样品制备</b></p> <p>取 200mL 地表水</p> <p>活化</p> <p>6mL 甲醇, 6ml 水</p> <p>上样</p> <p>样品, 5mL/min</p> <p>清洗</p> <p>5mL 2% 氨水</p> <p>洗脱</p> <p>5mL 5% 甲酸甲醇</p> <p><b>结果</b></p> <p>LOQ : 磺胺甲基异恶唑, 磺胺甲基嘧啶, 磺胺甲二唑, 磺胺二甲嘧啶, 林可霉素, 四环素, 强力霉素, 金霉素, 脱氢红霉素, 红霉素, 罗红霉素, 泰乐菌素 13 种抗生素的定量限 (LOQs) 在 0.5-5pg/ml 范围内。</p>	<p><b>LC/MS 方法</b></p> <p>色谱柱</p> <p>Thermo Scientific HypersilGOLD 4.6 × 100 mm, 3pm</p> <p>货号</p> <p>25003-104630</p> <p>流动相</p> <p>A: 0.5% 醋酸 +0.04% 三氟乙酸</p> <p>B: 乙腈 + 0.5% 醋酸 +0.04% 三氟乙酸</p> <p>进样量</p> <p>20μL</p> <p>流速</p> <p>200μL/min</p> <p><b>MS 条件</b></p> <p>电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式</p> <p>选择反应监控 (SRM) 扫描模式</p> <p>喷雾电压</p> <p>4000V</p> <p>离子传输管度</p> <p>375</p>
---	---

# 废水中磺胺类抗生素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

## 样品制备

每 50mL 样品添加去离子水稀释至 200mL, 酸化至 pH 值为 4

## 活化

6mL 甲醇, 6mL 水

## 上样

样品, 5mL/min

## 清洗

5mL 水

## 洗脱

4mL 甲醇抽提 2 次

## 结果

### 1.5 种磺胺类化合物的典型 LC/MS/MS 图

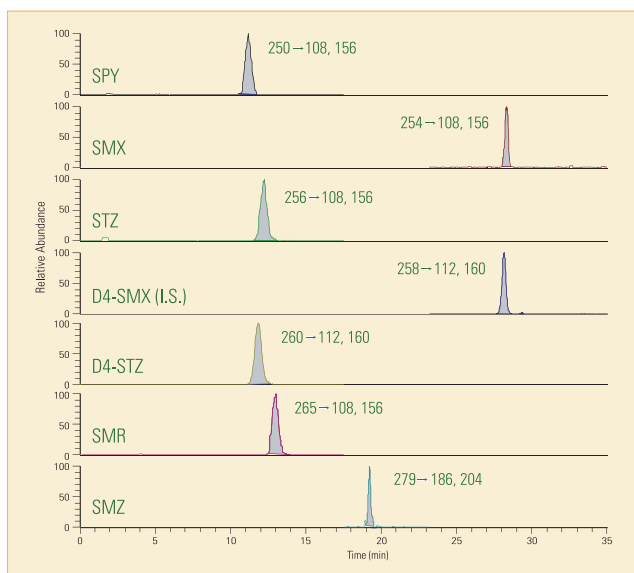


图 2 2 ng/L 标准品添加去离子水的 LC-ESI(+)-MS/MS SRM 色谱图

2. LOQ: 5 种磺胺类化合物的 LOQ 为 11-55ng/L。

3. 回收率: 水中各化合物的回收率大于 72%, 日间的相对标准偏差在 3.1% 到 19.0% 之间。

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Hypersil GOLD 150 × 2.1 mm, 3µm

### 货号

25003-152130

### 流动相

水 / 乙腈含 0.1 % FA

### 梯度

OminsB=20%, 15mins 日 =23%, 25minsB=75%

### 进样量

20µL

### 流速

200µL/min

## MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

### 喷雾电压

4000V

### 离子传输管度

350

# 废水中医药品，个人护理品和农药的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-303)

## 样品制备

污染废水，下水道的排水水样为了长期保存，需先经硫酸酸化，然后 4 度黑暗储存。样品分析前，分别经 0.7μm 玻璃纤维和 0.45μm 纤维素膜过滤。样品在采集 24 小时内进行预处理。

## 活化

3mLMTBE, 3mL 甲醇, 3mL 水

## 上样

1L 样品, 5mL/min

## 清洗

3mL 水, 吹干小柱

## 洗脱

10/90 MeOH/MT 日 E3ML

甲醇 3mL

## 结果

1. LOQ: 中医药品, 个人护理品, 激素农药定量限 (LOQs) 在 0.03-2ng/L 范围内。

2. 回收率: 对于所有的待测物, 基质添加回收率实验结果表明, 本实验回收率为 72%~94%, 回收率较好。相对偏差 (%RSD) 范围为 3%~11%, 结果是非常不错的。从以上结果可知, 该分析方法符合检测要求。

## LC/MS 方法

### 色谱柱

Thermo Scientific HypersilGOLD

50 × 2.1mm, 3 μm

### 货号

25003 - 052130

### 流动相

A 水 (0.1% 甲酸)

B 甲醇

### 梯度:

T=0, A=90%, B=10%

T=1, A=90%, B=10%

T=15, A=1%, B=99%

T=16.5, A=1%, B=99%

T=17, A=90%, B=10%

T=22, A=90%, B=10%

### 进样量

20 μL

### 流速

500 μL/min

### MS 条件

APCI+

气化室温度

500

毛细管温度

250

CID 源

-10v

表 3 自来水中各种待测物的保留时间、检测限、相对偏差 (RSD) 和回收率

待测物	保留时间 (min)	LOD*(ng/L)	R2**	回收率 *** (%)	RSD (%)
三甲氧节二氨口密睫	5.46	0.5	0.9998	91	7
咖啡因	5.79	0.07	0.9995	87	9
雌激素三醇	10.14	0.30	0.9981	84	9
立痛定	10.76	0.09	0.9999	86	5
阿特拉津	11.41	0.03	0.9995	86	3
蔡普生	12.62	2.00	0.9996	85	9
17- a 炔雌醇	12.85	0.50	0.9931	73	10
雌二醇	12.88	0.10	0.9979	72	6
雌激素酮	12.94	0.60	0.9989	79	9
孕酮	14.44	0.08	0.9994	94	4
丁 CC	15.10	0.20	0.9970	81	10
二甲苯氧庚酸	15.17	2.00	0.9991	84	6
水杨酸	8.82	0.90	0.9993	77	6
降固醇酸	12.00	0.60	0.9989	83	11

注: \*LOQ (检测限) Mille lles River 地表水样的检测限

R2\*\* 为河水样品中待测物浓度范围 10-100ng/L 标准曲线的相关系数

回收率 \*\*\* 代表地表水中添加基质浓度为 50ng/L, n=6 时该方法总回收率

## 废水中抗感染药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep C18, HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-303, 60107-304)

### 样品制备

采集的废水样品先后用 1.2µm 玻璃纤维过滤器和 45 µm 混合纤维素膜进行过滤。然后, 每 250mL 废水样品中加入一定量的甲酸 (终浓度为 50mM) 和 1 mL 5% 的 Na<sub>2</sub>EDTA(w/v 质量体积比)。用 1.0 M 氢氧化钠调节 pH 值为 3。

### 活化

3mL 甲西享, 3mL 水

### 上样

1L 样品, 5mL/min 上至 HyperSepC18

### 清洗

3mL 水, 吹干小柱

### 洗脱

2 × 2.5mL 乙腈: 甲醇 (1:1), 洗脱液上 HyperSep Retain-CX, 用 2 × 2.5mL 含有 5% 氨水的乙腈: 甲醇 (1:1) 洗脱

### 结果

- LOQ: 磺胺甲基异恶唑, 甲氧苄啶, 环丙沙星, 左氧氟沙星, 克拉霉素, 阿奇霉素的定量限在 0.3-22 ng/L 之间。
- 回收率: 各化合物回收率在 54%-105% 之间。

### LC/MS 方法

#### 色谱柱

ThermoScientific Hypersil GOLD

#### 货号

25003-052130

#### 流动相

A 水 (0.1% 甲酸)

#### 日甲西享

#### 梯度

时间 (min)	A%	B%
0	90	10
2	80	20
15	75	25
17	50	50
20	5	95
25	5	95
30	90	10

50 × 2.1mm, 3 µm

#### 进样量

20pL

#### 流速

200pL/min

#### MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

#### 喷雾电压

3500V

#### 毛细管温度

350

## 土壤中的硫脲类除草剂

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取 (部件号: 60107-203)

### 样品制备

在磷酸盐缓冲溶液 (pH 2.5) 中均质化包含硫脲类除草剂的土壤样品

### 活化 Retain PEP 固相萃取柱

5mL 甲醇

5mL 磷酸盐缓冲溶液 (pH 2.5)

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样 10mL 样品

### 清洗

3mL 磷酸盐缓冲溶液 (pH 2.5)

### 洗脱硫脲类除草剂

5mL ACN/ 磷酸盐缓冲液 (pH7.8)(9:1,v/v)

### 吹干洗脱液后复溶

使用氮气流将洗脱液彻底吹干

用甲醇将样品复溶至 1mL

### 分析

流动相: ACN- 甲醇 - 水 (0.2% 乙酸)

流速: 1 mL/min

温度: 30

检测: 质谱

### 结果

化合物	回收率 (%) Retain PEP
烟嘧磺隆	91
噻吩磺隆 - 甲基	89
甲磺隆 - 甲基	89
甲嘧磺隆 - 甲基	86
氯磺隆	99
胺苯黄隆 - 甲基	81
苯磺隆	15
苄嘧磺隆 - 甲基	82
吡嘧磺隆 - 乙基	93
氯嘧磺隆 - 乙基	107

### 推荐的 HPLC 色谱柱

Hypersil GOLD 5µm, 250 × 4.6mm

### 部件号

25005-254630

## 苯氧基乙酸除草剂的 LC/MS/MS 分析

使用 10g 75mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-703)

### 样品制备

收集 10 至 100 克土壤样品

添加去离子水制成泥浆

混合 15 分钟

使用 50% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 水溶液调整 pH 至 Z

使用预先酸化的过滤基质过滤样品

活化 **HyperSep C18** 固相萃取柱

1 × 5mL 甲西享

1 × 5mL 去离子水

注: 避免小柱干涸

### 上样

以 10mL/min 的速率上样

洗脱苯氧基乙酸除草剂

2 × 5mL 甲醇

以 1 至 2mL/min 的速率收集

使用氮气在 <40 条件下吹干

### 分析

在 100μL 流动相中复溶样品

将 10 至 100μL 样品进样到 LC/MS

流动相: 0.1 M 醋酸铁 (A): 甲醇 (B)

### %B

25

60

### 时间

0

15

### 化合物

### +ve 离子 m z-ve

### 离子 m z

茅草枯 141

麦草畏 238 184

2,4-D 238 184

磺草酮 218 199

二氯丙烯 252 235

MCPD 232 213

2,4,5-T 272 218

2,4,5-TP Silvex 286 269

地乐酚 228 240

2,4-DB 266 247

2,4-D, 丁氧基乙醇酯 321 185

2,4-T, 丁氧基乙醇酯 372 195

2,4,5-T, 丁氧基乙醇酯 328 195

2,4-D, 乙基己酯 350 161

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

ODS-Hypersil C18 5μm, 100 × 2mm 30105-102130

MDS2-Hypersil C18 3μm, 100 × 2mm 30303-102130

## EPA 方法 535 二水中氯乙酰胺苯胺和乙酰胺除草剂降解物分析

使用 500mg 6mL HyperSep Hypercarb 固相萃取柱 (部件号: 60106-402)

### 样品制备

收集的 250mL 水

活化 **HyperSep Hypercarb** 固相萃取柱

1 × 20mL 醋酸铵 / 甲醇

1 × 30mL 水

1 × 3mL 水至小柱顶

### 上样

以 10 至 15mL/min 的速率上样

### 清洗

1 × 5mL 甲西享

抽干萃取柱

### 洗脱

将新的收集试管安装在装置上

1 × 15mL 醋酸铵 / 甲醇

以 5mL/min 的速率收集洗脱液

### 吹干

使用平缓的氮气流在 60 至 70 热水浴中吹干洗脱液

### 分析

在样品中添加 1mL5mM 醋酸铵 / 甲醇进样至 LC/MS/MS

### 化合物

### MRM 参数

扑草胺 OA 206/134

氟噻草胺 OA 224/152

扑草胺 ESA 256/80

氟噻草胺 ESA 274/80

二甲吩草胺 OA 270/198

二甲吩草胺 ESA 320/80

甲草胺 OA 264/160

乙草胺 OA 264/146

甲草胺 ESA 314/80

甲氧草胺 OA 278/206

乙草胺 ESA 314/80

甲氧草胺 ESA 328/80

二甲草胺 ESA (sur) 300/80

去草胺 ESA (IS) 356/80

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

Hypersil GOLD 3μm, 150 × 2.1mm 25003-152130

# EPA 方法 8330B- 爆炸物及其残留分析 - 硝基芳香化合物、 硝胺、硝酸酯

使用 500mg 6mL HyperSep Retain PEP 萃取柱 ( 部件号 : 60107-206)

样品制备	活化 <b>HyperSep Hypercarb</b> 萃取柱
土壤	使用玻璃真空提取装置
添加 2.0g 土壤至 25mL 玻璃瓶中	爆炸物
添加 2g 硫酸钠并混匀	1 × 20mL ACN
向所有样品添加 0.1mL 爆炸物土壤替代品, ( 空白 / 添加)	1 × 20mL ACN
向 LCS, LCSD、基质加标和基质加标平行样品中添加	1 × 50mL 水
0.5mL 爆炸物加标物	1 × 50mL 水
添加 10mLACN	硝胺, 硝酸酯
摇匀 / 混匀 1 分钟	1 × 15mL ACN
超声 18 小时 (<100C)	1 × 30mL 水
离心 15 至 20 分钟	上样
取出溶剂层	以 10mL/min 的速率上样
将溶剂层添加 CaCl <sub>2</sub> (5.0g/L) 至 5mL	在真空下持续 10 分钟抽吸小柱
摇匀并静置 10 分钟	洗脱
使用 1gm 聚四氟乙烯滤膜过滤	爆炸物
丢弃最初的 3mL 溶液, 保留剩余部分	1 × 4mL ACN
丢弃最初的 3mL 溶液, 将其余部分保留在 12mL 样品瓶中	以低流速收集洗脱液
置于冰箱储存	在冰箱中储存
水相基质	硝胺硝酸酯
切勿将爆炸物残渣浓缩变干, 否则可能会引起爆炸	1 × 5mL ACN
1mL 水样	以低流速收集洗脱液
向所有样品和空白中添加 5.0mL 甲醇和替代物标准品	在冰箱中储存
向平行样品添加基质加标标准品	吹干
玻璃仪器清洗	使用平缓的氮气流在 < 40 °C 温度下将洗脱液吹干至
爆炸物	0.7mL
1 × 5mL ACN	分析
1 × 15mL IPA	向 0.7mL 样品中添加内标
1 × 15mL CH <sub>3</sub> OH	将 100μL 样品进样到 LC/MS
硝胺, 硝酸酯	流速 : 0.50mL/min
1 × 5mL ACN	流动相 : 50:50 甲醇 : 水
1 × 15mL ACN	
在低真空下抽吸小柱中溶剂	

推荐的 GC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD 5μm, 250 × 4.6mm	25005-254630
Hypersil GOLD C8 3μm, 150 × 4mm	25203-154030
Hypersil GOLD CN 5μm, 250 × 4.5mm	25805-254630
Betasil Phenyl Hexyl 5μm, 250 × 3mm	73005-253030

## EPA 方法 508 一氯化杀虫剂、除草剂和有机卤化物分析

使用 10g 75mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号: 60108-703)

### 样品制备

收集的 1L 水

添加  $MgCl_2$  (最终浓度 10mg/L)

活化 **HyperSep C18** 固相萃取柱

1 × 1 mL 1:1 EtAc/ $CH_3Cl_2$

1 × 10mL 甲醇

1 × 10mL 甲醇

### 上样

添加 1 × 5mL 甲醇至样品混合

取 50 $\mu$ L 样品并混合

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 洗脱

将新的收集试管安装在装置上

1 × 10mL EtAc

1 × 10mL  $CH_3Cl_2$

1 × 3mL EtAc/ $CH_3Cl_2$

### 吹干

使用平缓的氮气流在 40 °C 热水浴中将洗脱物吹干至 0.8mL

添加内标物

调整体积至 1mL

### 分析

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

TraceGOLD TG-OCP I 30m × 0.25m × 0.25 $\mu$ m 26078-1420

## SPE 萃取金属

使用 HyperSep Aminopropyl, HyperSep Retain-AX, HyperSep SAX 和 HyperSep Verify-AX 固相萃取柱

### 样品制备

按适当的方法制备样品

活化适合的 **HyperSep** 固相萃取柱

注：根据样品体积、待萃取的金属浓度选择萃取柱

对于 1mL 萃取柱

1 × 3mL 甲西享

1 × 3mL 水

注：避免小柱干涸

### 上样

以 1 至 3mL/min 的速率上样 10 至 50mL 样品水溶液

### 清洗

1 × 10mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱

#### 酸

制备 100mM 硝酸溶液

1 × 3mL 硝酸 (100mM) 溶液加入萃取柱

流速 1 至 3mL/min

使用水稀释洗脱液用于分析

#### 碱

1 × 3mL 三乙胺至萃取柱

流速 1 至 3mL/min

使用水稀释洗脱液用于分析

### 分析

使用适当的金属对照品制备用于原子吸收或电感耦合等离子体发射光谱的校准曲线



## 血清中的 4' 4 - 二氨基二苯甲烷

使用 100mg 1mL HyperSep C18 固相萃取柱 ( 部件号 : 60108-302)

样品制备	分析	
无	进样 10 $\mu$ L 至 HPLC 系统	
活化 <b>Verify-CX</b> 固相萃取柱	萃取的 100 $\mu$ g/mL 样品	
3mL 甲醇	保留时间 :3.162 秒	
3mL 去离子水	流动相 : 甲醇 / 水 (50:50)	
上样	流速 :1.2mL/min	
以 1 mL/min 的速率上样	进样体积 :10 $\mu$ L	
清洗	波长 : 紫外 (254nm)	
1mL 去离子水		
洗脱 4' 4 一二氨基二苯甲烷	推荐的 <b>GC</b> 色谱柱	部件号
含 1M 氢氧化铵的 0.25mL 甲醇	Hypersil GOLD 5 $\mu$ m, 250 $\times$ 4.6mm	25005-254630

## 小牛血清中的安非他明

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 萃取柱 ( 部件号 : 60107-203)

样品制备	上样
用 100mL 水稀释 10mg 安非他明, 得到 100ppm 浓度的溶液	上 2mL 样品溶液
将 25mL 安非他明溶液 (100ppm) 置于 50mL 烧瓶中用水稀释至刻度并混匀 ( 标准溶液 50ppm)	清洗柱
将 25mL 安非他明溶液 (100ppm) 置于 50mL 烧瓶中用血清和 1% $H_3PO_4$ ; 稀释至刻度 ( 使用 50% 血清和 1 % $H_3PO_4$ )	2mL 甲醇 / 水 (5/95, v/v)
活化 <b>Retain PEP</b> 萃取柱	抽干萃取柱 (5 至 10 分钟, 压力 >10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)
2mL 甲醇	洗脱安非他明
2mL 水	2mL 甲醇
	吹干洗脱液后复溶
	使用氮气在 <50 条件下吹干
	使用 1mL 流动相复溶样品

## 小牛血清中的安非他明

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX 萃取柱 ( 部件号 : 60107-303)

样品制备	上样
用 100mL 水稀释 10mg 安非他明, 得到 100ppm 浓度的溶液	上 2mL 样品溶液
将 25mL 安非他明溶液 (100ppm) 置于 50mL 烧瓶中用水稀释至刻度并混匀 ( 标准溶液 50ppm)	清洗柱
将 25mL 安非他明溶液 (100ppm) 置于 50mL 烧瓶中用血清和 1% $H_3PO_4$ ; 稀释至刻度 ( 使用 50% 血清和 1 % $H_3PO_4$ )	2mL 甲醇 / 水 (5/95, v/v)
活化 <b>Retain PEP</b> 萃取柱	抽干萃取柱 (5 至 10 分钟, 压力 >10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)
2mL 甲醇	洗脱安非他明
2mL 水	2mL 甲醇
	吹干洗脱液后复溶
	使用氮气在 <50 条件下吹干
	使用 1mL 流动相复溶样品

## 从 Hyclone 胎牛血清中萃取和净化对乙酰氨基酚

使用 60mg 6mL Retain PEP 和 CX 萃取柱 (部件号: 60107-203 和 60107-308)

### 制备样品

在 100mL 水中溶解 10 毫克乙氨基 - 苯酚 (100ppm)

用水将 25mL 乙氨基 - 苯酚稀释至 50mL

25mL 乙氨基 - 苯酚用血清稀释至 50mL

### 活化柱

1 × 2mL CH<sub>3</sub>OH

1 × 2mL H<sub>2</sub>O 水 2mL

### 上样

上样 2mL 样品

### 清洗柱

1 × 2mL 5% CH<sub>3</sub>OH

### 洗脱样品

1 × 2mL CH<sub>3</sub>OH

### 结果

SPE 柱	回收率 (1%)	
	样品 1	样品 2
HyperSep Retain PEP+50% 血清	58.5	40.3
HyperSep Retain-CX+50% 血清	94.6	94.6

## 血清或血浆中苯二氮杂卓类药物的 HPLC 分析

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-722)

### 样品制备

在 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中添加内标物\*

加入 1mL 血清或血浆

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

必要时进行离心

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1mL/min 的速率上样

### 清洗

1 × 2mL 去离子水

1 × 2mL 20% 乙醇 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 10 分钟)

1 × 2mL 己烷

洗脱苯二氮杂卓类药物

1 × 5mL 含 2% 氢氧化铵的乙酸乙酯

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

复溶

流动相复溶

定量

进样至 HPLC

\* 推荐内标物: 阿普唑化 -D5、Alpha- 羟基 - 阿普唑仑 -D5、安定、劳拉西洋 -D4、奥沙西洋 -D5、羟基安定 -D5

### 推荐的 GC 色谱柱

BETASIL Phenyl/Hexyl 5µm, 150 × 4.6mm

### 部件号

73005-154630

# 尿液中的苯二氮卓类药物的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 制备样品 - 葡萄糖普酸酶水解

在 2mL 尿液中添加内标物和 1mL 的 - 葡萄糖普酸酶溶液

- 葡萄糖普酸酶溶液包含: 100mM 乙酸盐缓冲液

(pH=5.0) 中 5.000 F 单位 /mL Patella Vulgata

摇匀 / 混匀

在 65 条件下水解 3 小时

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲西享

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1mL/min 的速率上样

清洗

1 × 2mL 去离子水

1 × 2mL 20% 乙腈 100mM 磷酸盐缓冲液

(pH = 6.0)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下 5 分钟)

1 × 2mL 己烷

## 洗脱苯二氮卓类药物

1 × 5mL 含 4% 氢氧化铁的乙酸乙酯

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

添加 50NL 乙酸乙酯和 50µL 日 STFA\*\*

(含 1%TMCS)\*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

定量

GC/MS 上样 1-2µL

对于质谱分析, 监测下列离子:

通用名	商品名	初级离子 ***	次级	三级
去甲安定 -D5-TBDMS		332	334	333
去甲安定 -TBDMS		327	328	329
奥沙西洋 -D5-TBDMS		462	519	462
奥沙西洋 -TBDMS Serax	Serax	457	513	459
羟基安定 -D5-TBDMS		362	390	288
羟基安定 -TBDMS	Restoril®	357	359	385
劳拉西洋 -TBDMS	Ativan®	491	513	493
氯硝西伴	Klonopin®	372	374	326
7- 氨基氯硝西洋 -TBM		456	458	513
安定	Valium®	256	283	221
脱羟基氟胺安定 -TBDMS		345	347	402
普拉西洋 *		269	241	324
- 羟基咪达哩仑 -TBDMS	Versed®	398	400	440
去甲氟硝西洋 -TBDMS		357	310	356
7- 氨基氟硝西洋 -TBDMS		397	324	398
阿普唑仑	Xanax®	308	279	204
- 羟基阿普唑仑 -D5-TBDMS		386	388	387
- 羟基阿普唑仑 -TBDMS		383	384	381
三唑仑	Halcion®	313	314	342
- 基三唑仑 -TMS		415	417	190

\* 推荐 GC/MS 内标物: 普拉西洋或奥沙西洋 -D5

\*\* 部件号 TS-38831

\*\*\* 定量离子

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25µm 26098-1420

# 苯二氮杂卓类药物筛选：血液、血清、尿液和组织的 GC-GC/MS 分析

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号：60108-722)

## 样品制备

在 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6) 中加入内标物\*

添加 1mL 血液 / 尿液或 1g}1:4) 组织匀浆

摇匀 / 混匀

添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6)

样品 pH 应为 6.0±0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

摇匀 / 混匀后进行适当离心

### 尿液处理流程

在 1mL 包含 5000 F 单位 /m L b- 葡萄糖昔酸酶的乙酸盐缓冲液 (pH=5.0) 中

添加内标物\*

在此溶液中添加 1mL 尿液

摇匀 / 混匀

在 65 条件下水解 3 小时

冷却

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟，弃沉淀

添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 并混合

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 100m M 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

注：在 <3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

1 × 3mL 5% p/v) 乙睛 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH6)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

1 × 3mL 己烷

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱苯二氮杂卓类药物

1 × 3mL 乙酸乙醋；氮 (98:2 v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 <40 ° 温度下吹干洗脱液

衍生化

添加 500L 乙睛和 50μL 日 STFA( 含 1 % TMCS\*\*)

在 70 条件下加热 30 分钟

远离热源进行冷却

将 1 匹样品进样到 GC/MS

通用名	初级离子	次级	三级
阿普唑仑	308	279	204
阿普唑仑 -D*	513	284	
Alpha- 羟基 - 阿普唑仑	318	396	383
Alpha- 羟基 - 阿普唑仑 -D5*	386	401	
安定	256	283	284
安定 -D5*	287	289	
劳拉西洋	429	430	347
劳拉西洋 -D4*	433	435	
去甲安定	34	342	343
去甲安定 -D5*	345	347	
奥沙西洋	429	313	430
奥沙西洋 -D5*	435	433	
羟基安定	343	257	283
羟基安定 -D5*	348	262	

\* 推荐内标物：阿普唑仑 -D、Alpha- 羟基 - 阿普唑仑 -D5、劳拉西洋 -D4、去甲安定 -D5、奥沙西洋 -D5、羟基安定 -D5

\*\* 部件号 TS-38831

## 推荐的 GC 色谱柱

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25μm	26098-1420

# 苯二氮卓类药物筛选：血液、血清、尿液和组织的 LC/MS/MS 分析

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号：60108-722)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6) 中

加入内标物\*

添加 1mL 血液 / 尿液或 1g(1:4) 组织匀浆摇匀 / 混匀

添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6)

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH 摇匀 / 混匀

必要时进行离心

## 尿液处理流程

在 1mL 包含 5000 F 单位 /mL b- 葡萄糖昔酸酶的乙酸盐缓冲液 (pH=5.0) 中

添加内标物苦

在此溶液中添加 1mL 尿液

摇匀 / 混匀

在 65°C 条件下水解 3 小时

冷却

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟，弃沉淀

添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 并混合

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6)

注：在 <3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

1 × 3mL 5% w/v 乙腈 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH6)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

1 × 3mL 己烷

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱苯二氮卓类药物

1 × 3mL 乙酸乙酯；氮 (98:2 v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 <40 ° 温度下吹干洗脱液

复溶

用 50µL 0.02% 甲酸 (水溶液) 复溶样品

仪器条件：**LC/MS/MS**

流动相 30:70 (乙腈 : 0.02% 甲酸水溶液)

流速 : 0.35mL/min

柱温 : 室温

进样体积 : 进样 5µL 至三重四极杆 MS

通用名	MRM 参数
阿普唑仑	309.1/281.2
阿普唑仑 -D*	314.1/286.2
Alpha- 羟基 - 阿普唑仑	325.1/242.9
Alpha- 羟基 - 阿普唑仑 -D5*	330.1/302.2
氯氮卓	300.1/227.0
安定	285.5/192.5
安定*	292.2/198.2
劳拉西洋	321.1/275.1
劳拉西洋 -D4*	325.1/279.0
去甲安定	271.1/140.1
去甲安定 -D5*	275.6/40.1
奥沙西洋	287.1/241.1
奥沙西洋 -D5*	290.2/198.2
羟基安定	301.1/255.1
羟基安定 -D5*	306.1/260.1

\* 推荐内标物：阿普唑仑 -D、Alpha- 羟基 - 阿普唑仑 -D5、劳拉西洋 -D4、去甲安定 -D5、奥沙西洋 -D5、羟基安定 -D5

推荐的 GC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD PFP 3µm, 150 × 2.1mm	25403-152130

## 尿液中 Beta 受体激动剂的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 1 mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5) 中加入 1mL 尿液  
添加 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.7)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

2 × 1mL 丙酮 / 甲醇 (1:1) 抽干

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱 **Beta** 受体激动剂

1 × 1mL 二氯甲烷 / 异丙醇和氨水 (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率 (或重力) 收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

### 衍生化

衍生化溶液: 在无水乙酸乙酯 (使用分子筛) 中制备  
5mg/mL 甲硼酸

使用前将此溶液存储于 -20 (冰箱条件) 备用

反应混合物

添加 100μL 甲硼酸溶液 (见上)

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 15 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干此溶液

### 分析

将 1 至 2μL 样品 (衍生化溶液) 进样到 GC/MS

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25μm 26098-1420

## 尿液中氯硝西伴和 7-氨基氯硝西伴的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 制备样品 :B- 葡萄糖苷酶水解

在 2mL 尿液中添加内标物和 1mL 的 D-葡萄糖苷酶溶液

- 葡萄糖苷酶溶液为 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH5.0)

中包含 5.000 F 单位加 L Patella Vulgata

摇匀 / 混匀

在 65 条件下水解 3 小时

冷却后再进行下一步

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲西享

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

1 × 2mL 去离子水

1 × 2mL 20% 乙醇 100mM 磷酸盐缓冲液  
(pH=6.0)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

1 × 2mL 己烷

洗脱氯硝西伴 /7- 氨基氯硝西伴

1 × 3mL 含 2% NH<sub>4</sub>OH 的乙酸乙酯

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 当天新鲜制备

### 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

### 衍生化

添加 50μL 乙酸乙酯和 50μL MTBSTFA (含 1%  
TBDMS)

摇匀 / 混匀

在 90 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 MTBSTFA 溶液

### 分析

将 1 至 2μL 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

通用名	初级离子 ***	次级	三级
氯硝西伴 -TBDMS	372	374	326
7-氨基氯硝西伴 -TBDMS	342	344	399
氯硝西伴 -D4-TBDMS	376	378	377
7-氨基氯硝西伴 -D4-TBDMS	346	348	403

\* 推荐 GC/MS 内标物: 氯硝西伴 -D4、7-氨基氯硝西伴 -D4

\*\* 部件号 TS-48927

\*\*\* 定量离子

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25μm 26098-1420

## 血液、尿液中 Beta 受体阻滞剂的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60108-742)

### 样品制备

在 1mL 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5) 中加入 1mL 血液  
或尿液

添加 2mL 乙酸盐缓冲液 (pH=4.5)

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 3mL 100m M 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/ 而门的速率上样

### 清洗

2 × 1mL 丙酮 / 甲醇 (1 : 1) 抽干

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱 Beta 受体阻滞剂

1 × 1mL 二氯甲烷 / 异丙醇 / 氨水 (78:20:2)

收集通过重力作用得到的洗脱液

注 : 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂 ; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

### 衍生化

衍生化溶液 : 在无水产品 (使用分子筛) 中制备

5mg/mL 甲硼酸

将此溶液存储于 200C (冰箱条件) 备用

### 反应混合物

添加 100μL 甲硼酸溶液 (见上)

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 15 分钟

远离热源进行冷却

注 : 请勿吹干此溶液

### 分析

将 1 至 2 匹样品进样到 GC/MS

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25μm 26098-1420

## 血液、血浆 / 血清和尿液中咖啡因、茶碱和可可碱的提取

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60108-742)

### 样品制备

在 1 mL 100mM 乙酸中加入内标物 \*

添加 1mL 血液、血清 / 血浆、或尿液

添加 2mL 100mM 乙酸

摇匀 / 混匀后进行适当的离心

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 乙酸

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

1 × 3mL 去离子水

1 × 3mL 10 mM 乙酸

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱咖啡因 / 茶碱 / 可可碱

1 × 3mL 乙酸乙酯 : 甲醇 (90:10)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

### 吹干

合并洗脱液

使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液

### 复溶

用 1000μL 0.1% 甲酸 (水溶液) 复溶样品

将 20μL 样品进样至 LC

\* 推荐内标物 : 8- 氯茶碱

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

Hypercarb 3μm, 50 × 2.1 mm 35003-052130



# 尿液中 DHEA, 睾酮和表睾酮的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

吸取 5mL 尿液注入硼硅玻璃试管

添加内标物芳, 使用浓缩的单碱或二碱磷酸钠调整

样品 pH 至 5.5-6.5 之间

混合样品

以 3,000rpm 转速离心 5 分钟

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

上样

将上清液倒入萃取柱

使其在重力作用下流动

清洗

1 × 3mL 去离子水

抽干萃取柱 (在压力 >10mm 汞柱的条件下干燥相分钟)

洗脱类固醇

1 × 3mL 甲醇

以 1 至 2mL/min 的速率收集

酶水解

使用氮气流吹干洗脱液; 添加 2mL 200mM 磷酸盐

缓冲液 (pH 7.0) 和 250 单位的 p-葡萄糖苷酶

摇匀 / 混匀后 50°C 培养 1 小时

冷却样品, 密封后用按 1:1 混合的 NaHCO<sub>3</sub>/Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

调节 pH 至 10-11。

额外的净化

每个样品中加入 5mL n- 丁基氯。盖上试管并强烈振荡 10 分钟, 然后以 3000rpm 的转速离心 5 分钟。将有机层转移至清洁试管后氮气吹干。将干燥后的样品放入干燥器, 真空中继续干燥 30 分钟。

衍生化

添加 50µLMSTFA/NH<sub>4</sub>I/ 二硫赤鲜醇 (1,000:2:5, V/W/W)

后 70 °C 培养 20 分钟

以 3000rpm 的转速离心样品 1 分钟后直接转移至 GC

进样瓶

定量

将 1 至 2µL 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级
睾酮	432	417
表睾酮	432	417
DHEA	432	417
16a 羟基睾酮 *	520	259

\* 推荐 GC/MS 内标物, 浓度 20ng/mL 16a 羟基睾酮

\*\* 定量离子

推荐的 **GC 色谱柱**

部件号

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25µm 26098-1420

# 全血中苯二氮杂卓类药物的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 100mg 1 mL HyperSep Diol 固相萃取柱 (部件号: 60108-572)

## 样品制备

在 1mL pH 6 缓冲液中添加内标物关, 加入 2mL 全血并

摇匀 / 混匀

添加 5mL pH 6 缓冲液

在探针式超声波中超声约 10 秒钟然后以约 2700rpm 的转

速离心 15 分钟

活化 **HyperSep Diol** 固相萃取柱

1 × 3mL 乙酸乙酯

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 3mL 0.1mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

上样

通过重力作用上样

清洗样品

1 × 3mL 去离子水

1 × 3mL 5% 乙腈 0.1 mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6.0)

在压力 >10 英寸汞柱或高真空条件下干燥萃取柱

5 分钟

1 × 3mL 己烷

洗脱苯二氮杂卓类药物

2 × 3mL 乙酸乙酯

吹干洗脱液

在约 55 °C 氮气环境中吹干

添加外标物关

衍生化

添加 100µL 乙腈和 100µL 含 1 % t-BDMCS 的 MTBSTFA

在 70 °C 条件下加热 30 分钟

远离热源进行冷却

GC/MS-NCI 进样 1µL

注: 请勿吹干 MTBSTFA 溶液

\* 推荐内标物, 安定 -D5 和劳拉西洋 -D4。

推荐的 **GC 色谱柱**

部件号

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25µm 26098-1420



## 大鼠血清中的多虑平

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-203)

### 样品制备

在 100mL 容器中混合 10mL 多虑平水溶液 (20mg/L) 和 30mL 大鼠血清

使用 0.5% 氨溶液稀释至 100mL, 使溶液浓度达到 2ppm

### 活化 Retain PEP 固相萃取柱

2mL 甲醇

2mL 去离子水

上样

上样 2mL 样品

清洗

2mL 含 5% 甲醇的 0.5% 氨溶液

洗脱多虑平

2mL 1% 乙酸甲醇溶液

### 吹干洗脱液后复溶

使用氮气流在室温下将洗脱液彻底吹干

使用 ACN:20mmol 乙酸钠 (pH 4) (40:60, v/v) 将样品复溶至 1mL

### 分析

流动相: ACN:20mmol 乙酸钠 (pH 4) (40:60, v/v)

流速: 1.0mL/min

进样体积: 10 $\mu$ L

温度: 30

检测器: 290nm

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 5pm, 250 x 4.6mm

25005-254630

## 血清药物分析

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60707-203)

### 活化 HyperSep Retain -PEP 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 水

上样

将加标血清样品上样至 SPE 小柱

清洗

1 x 3mL 水

1 x 3mL 5% 甲醇

洗脱

1 x 3mL 甲醇

### 结果

分析物	回收率 (%)
地塞米松	97.9
乙炔雌二醇	96.3
氢化可的松	74.0
曲安西龙	71.9
左炔诺孕酮	93.9
更昔洛韦	54.1
醋酸泼尼松	98.6
头孢氨苄	58.6
头孢拉定	45.6

## 血清或血浆中甲基丙二酸的 GC/MS 分析

使用 500mg 6mL HyperSep SAX 固相萃取柱 (部件号: 60108-434)

### 样品制备

在 1mL 血浆或血清中添加 100 $\mu$ L 内标物 D3-MMA 和 1mL 乙腈

摇匀 / 混匀 20 秒

以 2000rpm 离心 5 分钟

### 活化萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

上样

将上清液转移至 SPE 固相萃取柱

清洗

1 x 10mL 去离子水

在真空下干燥 3 分钟

1 x 5mL 甲醇

在真空下干燥 3 分钟

1 x 2mL MTBE\*

在真空下干燥 3 分钟

### 洗脱甲基丙二酸

1 x 5mL 3% 甲酸 MTBE 溶液, 以 1 至 2 mL/min 的速度收集

### 吹干洗脱液

在 <35 条件下使用氮气流干燥

### 衍生化

使用 25 $\mu$ L MSTFA+1%TMCS 和 256L 乙酸

乙酉旨复溶

在 60 条件下加热 20 分钟

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5MS 30m x 0.25m x 0.25 $\mu$ m

26098-1420

## 血液、血浆 / 血清中加巴喷丁的 GC 或 GC/MS 分析

使用 100mg 1mL HyperSep C18 固相萃取柱 ( 部件号 : 60108-302)

### 样品制备

在 500 $\mu$ L 20% 乙酸中加入内标物 \*  
 摇匀 / 混匀  
 添加 500 $\mu$ L 血液、血浆 / 血清  
 摇匀 / 混匀  
 必要时进行离心  
 活化 **HyperSep C18** 固相萃取柱  
 1  $\times$  3mL 甲醇  
 1  $\times$  3mL 去离子水  
 1  $\times$  1 mL 100mM 的 HCl

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干 , 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/ 而门的速率上样

### 清洗

1  $\times$  3mL 去离子水  
 1  $\times$  3mL 乙酸乙酯  
 1  $\times$  3mL 己烷

抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟 ) 或  
 等待萃取柱干燥

### 洗脱

1  $\times$  1mL 2% 氨甲醇溶液  
 吹干洗脱液  
 在 <40 条件下吹干  
 衍生化  
 添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L BSTFA( 含 1 % TMCS )  
 \*\*500L 乙酸乙酯  
 密封并在 70 条件下加热 30 分钟  
 远离热源进行冷却  
 定量  
 将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS

化合物	初级	次级	三级
加巴喷丁 -TMS	210	225	182
加巴喷丁 -D10-TMS*	220	235	192

\* 内标物 : 1- 氨基 -1- 环庚基乙酸 (FID): 加巴喷丁 -D10(GC/MS)  
 \*\* 部件号 TS-38831

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TraceGOLD TG-5MS 30m $\times$ 0.25m $\times$ 0.25 $\mu$ m	26098-1420

## 血液、血浆 / 血清中加巴喷丁的 LC/MS 分析

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 : 60108-722)

### 样品制备

在 0.2 至 0.5mL 样品中添加 1mL 丙酮 ( 逐滴添加 )  
 并混匀  
 添加内标物 \*  
 摇匀 / 混匀后进行适当的离心  
 将有机相转移到干净的试管中  
 吹干  
 添加 3mL 100mM 的 HCl  
 摇匀 / 混匀后进行适当的离心  
 活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱  
 1  $\times$  3mL 甲醇  
 1  $\times$  3mL 去离子水  
 1  $\times$  1 mL 100mM 的 HCl

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干 , 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

1  $\times$  3mL 去离子水  
 1  $\times$  3mL 乙酸乙酯  
 1  $\times$  3mL 己烷  
 抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 10 分钟 )  
 洗脱加巴喷丁  
 1  $\times$  3mL 含 2% 氨的甲醇  
 以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
 吹干  
 使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液  
 使用 100 匹甲醇溶解残留物  
 将 5 匹样品进样到 GC/MS

\* 推荐内标物 : 加巴喷丁 -D10、氨基环己烷 - 丙酸

推荐的 GC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD 3pm, 150 $\times$ 2.1 mm	25003-152130

# 尿液或血清中尼古丁和可替宁的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH =6.0) 中

加入内标物\*

添加 2mL 尿液或血清

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲西享

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1mL/min 的速率上样

## 清洗

1 × 3mL 去离子水

1 × 2mL 200mM HCl

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

1 × 2mL 己烷

## 清洗

取下收集试管架, 重新清洗萃取柱

1 × 3mL 甲西享

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱尼古丁和可替宁

更换收集试管架

1 × 3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 浓缩

在 <40 条件下吹干

注意不要过热或过度干燥

使用 100µL 乙酸乙酯复溶

## 定量

将 1 至 2µL 样品进样到 GC/MS

监测下列离子:

通用名	初级离子***	次级	三级
尼古丁	84	133	162
尼古丁 -D4*	88	137	166
可替宁	98	119	176
可替宁 -D3*	101	122	179

\* 推荐内标物: 尼古丁 -D4、可替宁 -D3

\*\* 定量离子

## 推荐的 GC 色谱柱

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25µm

## 部件号

26098-1420

# 全血中的奥氮平

使用 200mg 3mL HyperSep Cyano 固相萃取柱 (部件号: 60108-747)

## 样品制备

在 1mL 去离子水中加入内标物关

添加 1mL 血液

添加 8mL 去离子水

摇匀 / 混匀后进行适当的离心

活化 **HyperSep Cyano** 固相萃取柱

1 × 3mL 甲西享

1 × 3mL 去离子水

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

1 × 3mL 1% 乙酸 (水溶液)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱奥氮平

2 × 3mL 1% 乙酸甲醇溶液

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

## 吹干

使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液

## 复溶

用 100µL 0.1% 三氟乙酸 (水溶液) 复溶样品

将 50µL 样品进样至 LC-UV/260nm)

\* 推荐内标物: 普拉西洋

## 推荐的 GC 色谱柱

Hypersil GOLD 3pm, 150 × 4.6mm

## 部件号

25003-154630

## 血液血浆中的油酸及其代谢物

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号 : 60107-401)

**样品制备**  
 在样品中加入 3% 磷酸, 定容至 500 $\mu$ L  
 活化 HyperSep Retain-AX 固相萃取柱  
 1  $\times$  1mL 甲醇  
 1  $\times$  1mL 甲醇  
 上样  
 上样 0.5mL 样品  
 清洗  
 1  $\times$  1 mL 1% CH403S  
 1mL 甲醇  
 洗脱化合物  
 1  $\times$  1mL ACN(1% 甲酸)

**定量**  
 将样品进样至 LC/MS/MS  
 流动相 : ACN:3mmol/L 醋酸铵 85:15)

化合物	MRM 参数
油酸	281.2/281.2
油酸代谢物	315.2/315.2
内标 C17	269.2/269.2(内标 C17)

推荐的 GC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD 5 $\mu$ m, 150 $\times$ 4.6mm	25005-154630

## 人尿液 - 中阿片类药物丙烷衍生物的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60108-742)

**制备葡糖醛酸替酸水解样品**  
 在 2mL 尿液中添加内标物关和 400 $\mu$ L 的浓盐酸  
 在去离子水中添加 200 $\mu$ L 10% 轻氨溶液  
 摇匀 / 混匀  
 在加热器中以 90 加热 40 分钟, 或使用高压蒸气灭菌器进行巧分钟液体循环  
 冷却后再进行进一步处理  
 以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀  
 加入 500  $\mu$ L 50% 轻胺溶液  
 摇匀 / 混匀  
 逐滴滴加 50% 氢氧化铵, 调整样品 pH 至 5-6  
**制备葡糖醛酸替酶水解样品**  
 在 2mL 尿液中添加内标物和 1mL 的 - 葡萄糖普酸酶溶液  
 - 葡萄糖普酸酶溶液在 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0) 中含 5.000 F 单位 / mL Patella Vulgata  
 在 60 条件下水解 3 小时  
 以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀  
 使用 1.0 N NaOH 调整样品 pH 至 5-6  
**活化清洁的萃取柱**  
 1  $\times$  3mL 甲醇  
 1  $\times$  3mL 去离子水  
 1  $\times$  1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

**上样**  
 以 1 至 2mL/min 的速率上样  
**清洗**  
 1  $\times$  3mL 去离子水然后抽干  
 1  $\times$  3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5) 然后抽干  
 1  $\times$  3mL 甲醇然后抽干  
 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

**洗脱阿片类药物**  
 1  $\times$  3mL 乙酸乙酯 / 异丙醇 / 氢氧化铵 (84:12:4)  
 吹干洗脱液  
 在 <40 条件下吹干  
**衍生化**  
 添加 200 $\mu$ L 1:1 的丙配嗯啉溶液  
 使用当天新鲜制备的此溶液  
 摇匀 / 混匀  
 在加热器中以 60 条件反应 60 分钟  
 远离热源进行冷却  
 在 <40 条件下吹干  
 使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯 / 甲醇 (70:30) 复溶残留物  
**定量**  
 将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS  
 对于质谱分析, 监测下列离子 :

通用名	初级离子 ***	次级	三级
氢可酮	299	242	214
可待因	355	282	229
可待因 -D3*	358	285	232
氧可酮	371	314	298
氢吗啡酮	285	341	228
6- 乙酸吗啡	327	268	383
氧吗啡酮	357	300	413
吗啡	341	268	397
吗啡 -D3*	344	271	400

\* 推荐 GC/MS 内标物 : 可待因 -D3 和吗啡 -D3  
 \*\* 定量离子

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TraceGOLD TG-5MS 30m $\times$ 0.25m $\times$ 0.25 $\mu$ m	26098-1420

# 尿液中阿片 - 四甲基硅烷衍生化法的 GC 或 GC/MS 方法确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 制备葡糖醛酸普鲁酸水解样品

在 2mL 尿液中添加内标物关和 400μL 的浓盐酸

在去离子水中添加 200μL 10% 轻氨溶液

摇匀 / 混匀

在加热器中以 90 加热 40 分钟, 或使用

高压蒸气灭菌器进行 15 分钟液体循环

冷却后再进行进一步处理

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

添加 500pL50% 氢氧化铁

摇匀 / 混匀

逐滴加入 50% 氢氧化铵, 调整样品 pH 至 5-6

## 制备葡糖醛酸普鲁酶水解样品

在 2mL 尿液中加入内标物釜和酶的缓冲盐溶液

摇匀 / 混匀

在加热器中加热至 60 并保持足够长的时间 (取决干分析物和酶)

添加 200μL10% 轻氨溶液

在加热器中加热至 60 维持 30 分钟

调整 pH 值至 5-6

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

## 活化萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱阿片类药物

1 x 3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (76:20:4)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

## 衍生化

添加 100μL 乙酸乙酯和 100μL BSTFA (含 1%TMCS)\*\*

充氮后密封

摇匀 / 混匀

在加热器中以 70 条件反应 45 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 MTBSTFA 溶液

## 定量

将 1 至 2μL 样品进样到 GC/MS

质谱分析时监测下列离子:

通用名	初级离子 ***	次级	三级
杜冷丁 -D4	251	222	250
杜冷丁	247	218	246
去甲杜冷丁 -D4 TMS*	308	280	309
去甲杜冷丁 TMS*	305	276	304
曲马朵 TMS	335	245	290
O- 去甲基曲马朵 TMS	393	378	303
N- 去甲基曲马朵 TMS	393	378	116
戊哇辛 TMS	357	342	289
可待因 -D3 TMS*	374	359	346
可待因 -D6 TMS*	377	349	316
可待因 TMS	371	356	343
去甲可待因 TMS	429	414	356
双氢可待因 TMS	373	315	358
吗啡 -D3 TMS*	432	417	404
吗啡 -D6 TMS*	435	420	404
吗啡 TMS	429	414	401
去甲吗啡 TMS	487	472	414
二乙酰吗啡	369	327	268
氢可酮月亏 -D3 TMS	389	300	374
氢可酮月亏 -D6 TMS	392	303	377
氢可酮月亏 TMS	386	297	371
氢吗啡酮月亏 - D3 TMS	447	432	358
氢吗啡酮月亏 TMS	444	429	355
氧可酮月亏 -D3 TMS	477	462	420
氧可酮月亏 -D6 TMS	480	465	420
氧可酮月亏 TMS	474	459	417
氧吗啡酮月亏 -D3 TMS	535	520	290
氧吗啡酮月亏 TMS	532	517	287

\* 推荐 GC/MS 内标物: D4- 杜冷丁、D4- 去甲杜冷丁、D3- 可待因、D3- 吗啡 D6- 氢可酮 D6- 氧可酮。建议使用 D6- 可待因和 D6- 吗啡作为最低 LOD/LOQ。

\*\* 部件号 TS-38831

## 尿液中阿片类药物的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-314)

### 样品制备 (酶水解)

在 1mL 尿液中添加内标物和 1.0mL 的 - 葡萄糖苷酸酶溶液 ( - 葡萄糖苷酸酶溶液在 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0) 中包含 5.000 F 单位 /mL Patella Vulgata)。在 60°C 条件 T 水解 3 小时。  
冷却, 然后高速离心 10 分钟, 弃沉淀  
使用 1.0N NaOH 调整 pH 值至 6.0 ± 0.5

注: 对于非结合 (游离) 阿片类药物; 在 1mL 尿液中加入内标物和 1mL 100m M 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 继续下一步骤。

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

1 × 1mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

1 × 1mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 3 分钟)

### 洗脱阿片类药物

2 × 0.5mL 二氯甲烷 / IPA/NH<sub>4</sub>OH (78/20/2), 以 1 至

2mL/min 的速率收集洗脱液

在 <40 条件下吹干洗脱液

### 衍生化

添加 50μL 乙酸乙酯和 50μL BSTFA (含 1 % TMCS\*\*), 然后密封, 摇匀 / 混匀  
在 70 条件反应 20 分钟, 冷却

注: 请勿吹干 MTBSTFA 溶液

### 分析

将 1 至 2μL 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

通用名	目标 (定量) 离子	定量离子
可待因 -TMS	371	234, 343
可待因 -D6-TMS*	377	237, 349
吗啡 -TMS	429	401, 414
吗啡 -D6-TMS*	435	404, 420
6- 乙酸吗啡 -TMS	399	400, 340
6- 乙酸吗啡 -D6-TMS	405	406, 343

\* 推荐内标物: 可待因 -D6-TMS、吗啡 -D6-TMS

\*\* 部件号: TS-38831

### 推荐的 GC 色谱柱

TraceGOLD TG-5MS 30m × 0.25m × 0.25μm 26098-1420

### 部件号

## 尿液、血液和血浆 / 血清中帕罗西丁的 LC/MS/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100m M 磷酸盐缓冲液 (pH=6) 中加入内标物 \*

添加 1mL 全血、血清 / 血浆或尿液

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6)

摇匀 / 混匀后进行适当的离心

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

1 × 3mL 去离子水

1 × 3mL 100mM 乙酸

1 × 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱帕罗西丁

1 × 3mL 乙酸乙酯 : 乙腈 : 氢氧化铵 (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液

使用 100μL 甲醇溶解残留物

进样体积: 进样 5 匹至三重四极杆 LC/ MS

### 化合物

化合物	MRM 参数
帕罗西丁	330.0/90.1
帕罗西丁 -D6*	336.0/76.1

\* 推荐内标物: 帕罗西丁 -D6

### 推荐的 GC 色谱柱

Hypersil GOLD 3μm, 50 × 4.6mm 25203-054630

### 部件号



## 大鼠血清中的普蔡洛尔

使用 60mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 ( 部件号 : 60107-203 )

### 样品制备

在 100mL 容器中混合 10mL 普蔡洛尔水溶液 (100mg/L)

和 30mL 大鼠血清

使用 0.5% 氨溶液稀释至 100mL , 使溶液浓度

达到 10ppm

活化 **Retain PEP** 固相萃取柱

2mL 甲醇

2mL 去离子水

上样

上样 2mL 样品

清洗

2mL 含 5% 甲醇的 0.5% 氨溶液

普蔡洛尔

2mL 1% 乙酸甲醇溶液

吹干洗脱液后复溶

使用氮气流在室温下将洗脱液彻底吹干

使用 ACN:20mmol 乙酸钠 (pH 4) (30:70, v/v)

将样品复溶至 1mL

分析

流动相 :ACN:20mmol 乙酸钠 (pH 4)

(40:60,v/v)

流速 :1.0mL/min

进样体积 :1 $\mu$ L

温度 :30

检测器 : 紫外 (290nm)

推荐的 **GC** 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 5 $\mu$ m, 250 x 4.6mm

25005-254630

## 血液、血浆 / 血清中舍曲林和去甲舍曲林的 HPLC 分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 : 60108-742 )

### 样品制备

在 4mL 去离子水中添加 2mL 100m M 磷酸盐缓冲液

(PH=6.0) , 然后加入内标物苦

添加 1mL 血液、血浆 / 血清或尿液

摇匀 / 混匀

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟 , 弃沉淀

样品 pH 应为 6.0  $\pm$  0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

活化 **HyperSep Verify-CX** 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100m M 磷酸盐缓冲液 (pH=6.0)

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干 , 以防吸附剂干涸

上样

以 1 mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 乙酸

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟 )

洗脱

1 x 3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 mL/min 的速率收集洗脱液

注 : 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂 ; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物 , 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

定量

使用 200 $\mu$ L 乙睛 : 去离子水 (1:3) 复溶

居 U 烈摇匀 / 混匀 30 秒

进样 100 $\mu$ L 至 LC , 检测波长 235nm

流动相 : 包含 30% 乙睛的 0.25 M 磷酸钾 (pH 2.7)

流速 :2mL/min

\* 推荐内标物 : 去甲舍曲林

## 全血中的他克莫司、环孢菌素和雷帕霉素

使用 200mg 6mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

### 样品制备

在离心管中添加 50mL 全血和 50mL 0.1 M ZnSO<sub>4</sub>

摇匀 / 混匀

加入 500mL 甲醇和内标物\*

摇匀 / 混匀

离心

将上清液转移至清洁试管添加 500mL 去离子水

摇匀 / 混匀

活化 **HyperSep Retain PEP** 固相萃取柱

1 × 2mL 甲醇

1 × 2mL 去离子水

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

将样品转移至萃取柱

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 × 2mL 去离子水

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 20 分钟)

洗脱分析物

添加 750mL 乙酸乙酯

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

分析

进样至 LC 系统

\* 推荐内标物: 环孢菌素环孢菌素-D, 他克莫司子囊霉素、和雷帕霉素去甲基雷帕霉素

推荐的 **GC** 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 3μm, 150 × 4.6mm

25003-154630

## 血浆 / 血清中三环类抗抑郁药的 HPLC 分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6.0) 中加入内标物\*

添加 1mL 血浆 / 血清

摇匀 / 混匀

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

活化萃取柱

1 × 3mL 甲醇

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 mL/min 的速率上样

### 清洗

1 × 3mL 去离子水

1 × 1 mL 100mM 乙酸

1 × 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱

1 × 3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1mL/min 的速率或依靠重力收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

定量

使用 200μL 乙酸乙酯: 去离子水 (1:3) 复溶

剧烈摇匀 / 混匀 30 秒

进样 100μL 至 HPLC

\* 推荐内标物: 三甲丙咪嗪、普罗替林



# 尿样中甾体类激素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 10mg 2mL SOLA HRP 96- 孔固相萃取 (部件号 : 60309-001)

净化 :

活化

1mL 甲醇, 1 mL 水

上样

1mL 尿样

清洗

200 $\mu$ L 水 / 甲醇 (80; 20)

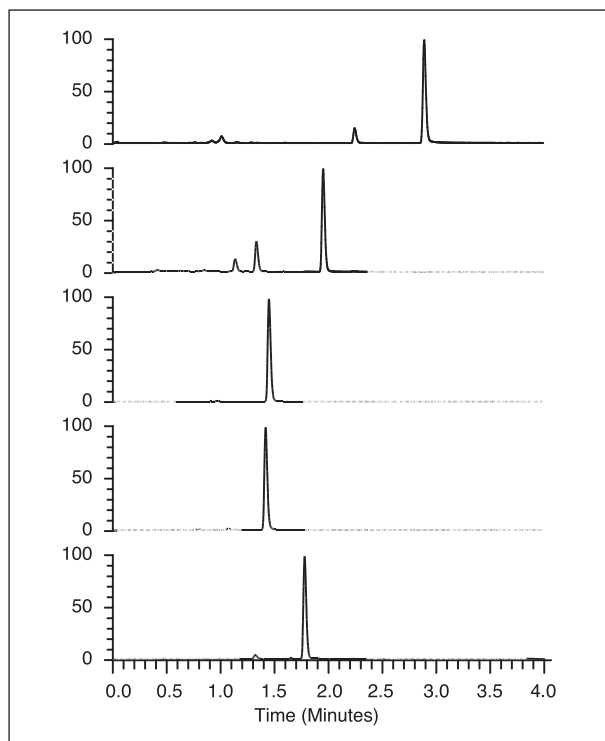
洗脱

200 $\mu$ L 甲醇, 2 次

40 氮气吹干后用水定容到 200 $\mu$ L

结果 :

1. 尿样添加 25ng/mL 的甾体类激素 LC/MS 图



11- 经基孕酮 (1), 肾上腺酮 (2), 可的松 (3)

轻基可的松 (4), 倍他米松 IS(5)

2.4 种甾体类激素的血浆样品的回收率在 85-130%, RSD<12 % (n=6)

Compound	n	Average Endogenous Level (ng/mL)	Precision
Hydrocortisone	6	17.3	11.1 %
Cortisone	6	55.6	7.4 %

Compound	n	QC Level	Accuracy	Precision
Corticosterone	6	High	-2.52 %	1.3 %
	6	Low	-1.81 %	2.5 %
11- $\alpha$ hydroxyprogesterone	6	High	-3.83 %	2.0 %
	6	Low	1.50 %	3.4 %

3. 甾体类激素在 1ng/mL-1000ng/mL 浓度范围内线性良好, R<sup>2</sup>>0.99.

LC/MS 方法

色谱柱 :

Accucore RP-MS 2.6 $\mu$ m 2.1  $\times$  100mm

货号 :

17626-102130

流动相 :

A: 水 ++0.1% 乙酸

B: 乙腈 +0.1% 乙酸

梯度方法 :

时间 /min	% A	% B
0.00	75	25
0.02	75	25
4.00	25	75
4.50	25	75
4.51	75	25
6.00	75	25

流速 :

0.6 mL/min

柱温 :

25

进样量 :

2.5 $\mu$ L

MS 条件 :

电喷雾电离源 (HESI) 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3000V

毛细管温度

300

Compound	Hydrocortisone	Cortisone	Corticosterone	11- $\alpha$ hydroxyprogesterone	Beta-methasone (IS)
Precursor (m/z)	363.23	361.30	347.29	331.29	393.28
Product (m/z)	121.03	163.12	329.27	295.24	373.26
Collision energy (eV)	21	20	10	11	5
S-lens (RF voltage)	87	102	82	84	63

## 尿样中 - 受体拮抗剂的检测 (SPE-LC/MS)

使用 10mg 1 mL SOLA SCX 固相萃取 (部件号 : 60109-002)

**净化 :**

活化

500 $\mu$ L 甲醇 500 $\mu$ L 水

上样

200 $\mu$ L 尿样

清洗

250 $\mu$ L 水 +0.1% 甲酸 , 250 $\mu$ L 甲醇 + 0.1% 甲酸

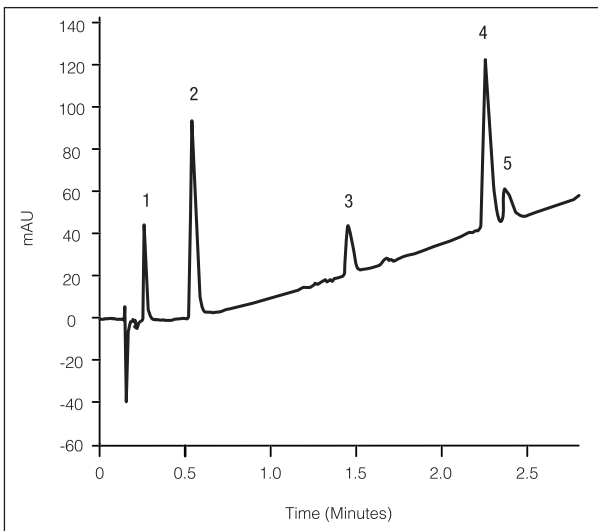
洗脱

250 $\mu$ L DCM/IPA+S% 氨水 (80; 20)

40 氮气吹干后用水 : 乙腈 (80; 20) 定容到 200 $\mu$ L

**结果 :**

1.0.5mg/mL 的 5 种 - 受体拮抗剂的典型 HPLC 图



(1) 阿替洛尔 (2) 心得乐 (3) 美托洛尔

(4) 心得安 (5) 心得舒

2 添加 0.05mg/mL 5 种 - 受体拮抗剂尿样的回收率大于 80% , RSD<5 % (n=6)

	Atenolol	Pindolol (IS)	Metoprolol	Propranolol	Alprenolol
%RSD	4.2	3.2	3.6	3.8	4.4
%RECOVERY	87.7	79.4	93.7	88.3	88.5

**LC/MS 方法**

色谱柱 :

Accucore C18 2.6 $\mu$ m 2.1  $\times$  50mm

货号 :

17126-052130

流动相 :

A: 水 +0.1% 甲酸

B: 甲醇 +0.1% 甲酸

梯度方法 :

时间 /Min	%A	%B
0.00	90	10
2.50	60	40

流速 :

0.7 mL/min

柱温 :

45

进样量 :

1 $\mu$ L

UV:

220nm

# 小体积血浆和尿样品中多种中性和碱性化合物的检测 (SPE- HPLC)

使用 10mg 1 mL SOLA SCX 固相萃取柱 (部件号: 60109-002)

净化

活化

1 mL 甲醇 1 mL 水

上样

350 $\mu$ L 血浆或尿样

清洗

350 $\mu$ L 水 +2% 甲酸

洗脱 1

350 $\mu$ L 甲醇

洗脱 2

350 $\mu$ L 甲醇 +5% 氨水

在洗脱 1 和 2 溶液中加入 50 $\mu$ L 内标和 350 $\mu$ L 水

HPLC 方法

色谱柱:

Accucore R 阵列 MS 2.6 $\mu$ m50  $\times$  3 mm

货号:

17626-053030

流动相:

A: 20mM 醋酸铵

日: 乙睛

梯度方法:

时间 /min	% A	%B
0.0	95.00	5.00
0.5	95.00	5.00
5	5.00	95.00
5.5	5.00	95.00
5.6	95.00	5.00
7.5	95.00	5.00

流速:

0.8 mL/min

柱温:

25

进样量:

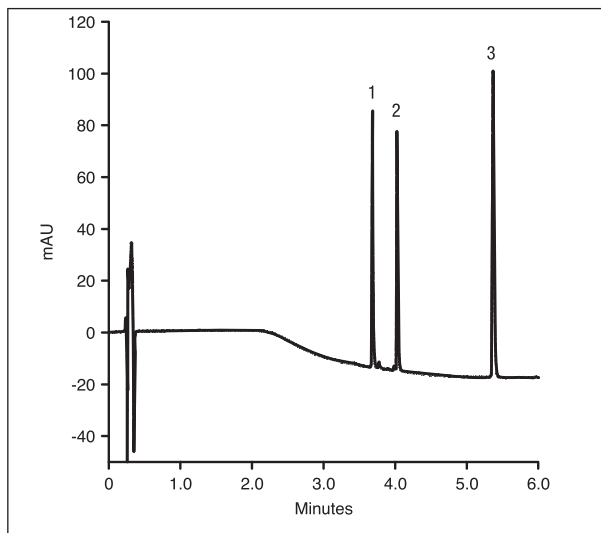
10 $\mu$ L

UV:

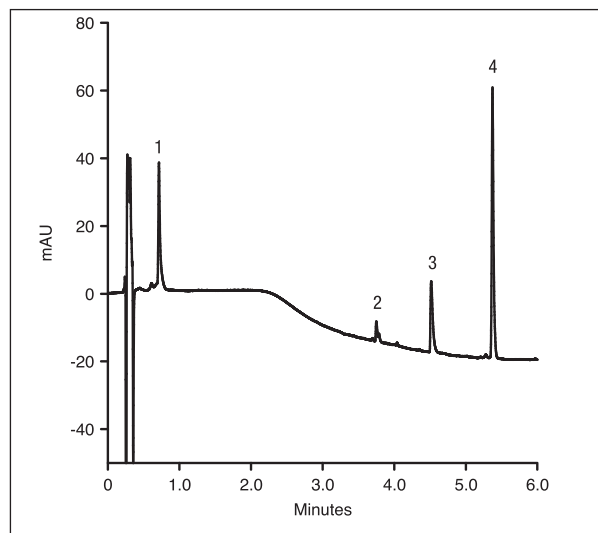
254nm

结果:

1. 血浆中添加 10 $\mu$ g/mL 的化合物净化后 HPLC 图

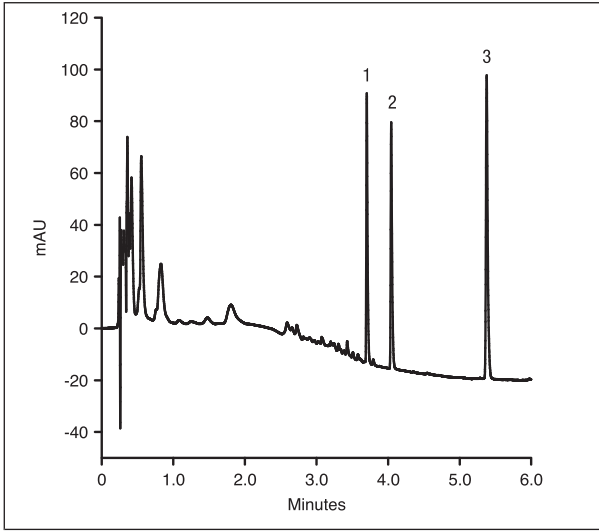


1. 氢化可的松 2. 可的松 3. IS 黄体酮

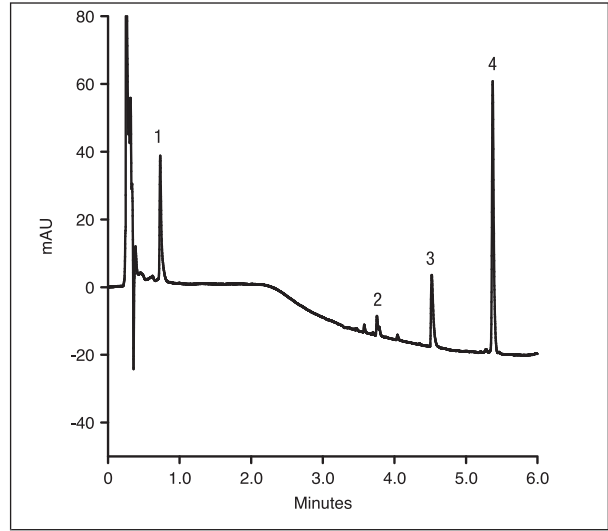


1. 普鲁卡因胺 2. 阿米替林 3. IS 黄体酮 4. 普鲁卡因胺

2. 尿中添加 10 $\mu$ g/mL 的化合物净化后 HPLC 图



1. 氢化可的松 2. 可的松 3. IS 黄体酮



1. 普鲁卡因胺 2. 阿米替林 3. IS 黄体酮

3. 血尿样品的方法回收率在 87-102% 之间, RSD<11.8%(n=3)

	Hydro-cortisone	Corticosterone	Procainamide	Propranolol	Amitriptyline
% Recovery extracted standards using SOLA CX cartridges	96.7	95.9	91.6	102.3	95.4
% Recovery from plasma using SOLA CX cartridges	91.4	95.8	98.3	97.6	95.3
% Recovery from urine using SOLA CX cartridges	98.5	98.9	87.3	94.2	96.9
% RSD extracted standards using SOLA CX cartridges	2.72	2.86	2.29	3.39	2.78
% RSD from plasma using SOLA CX cartridges	4.58	6.44	11.8	3.71	5.18
% RSD from urine using SOLA CX cartridges	1.31	1.08	1.73	2.91	1.83

## 血浆中普鲁卡因胺的检测 (SPE- HPLC)

使用 10mg 1 mL SOLA SCX 固相萃取柱 (部件号: 60109-002)

净化

活化

1 mL 甲醇 1 mL 水

上样

250 $\mu$ L 血浆 ++1S 磺胺

清洗

250 $\mu$ L 水 +2% 甲酸, 250 $\mu$ L 甲醇 +2% 甲酸

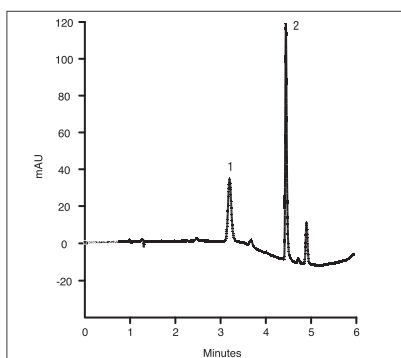
洗脱

250 $\mu$ L 甲醇 +5% 氨水

40 氮气吹干后用水定容到 200 $\mu$ L

结果:

1. 血浆中添加  
10 $\mu$ g/mL 的普鲁  
卡因月安和 IS 磺  
月安净化后日尸  
LC 图



1) 磺胺 2) 普鲁卡因胺

2. 血浆样品的平均回收率 119%, RSD = 4.03%(n=6)

HPLC 方法

色谱柱:

Synchronis C18 50m 100  $\times$  4.6 mm

货号:

97105-104630

流动相:

A: 20mM 醋酸铵

B: 甲醇

梯度方法:

时间 /min	% A	% B
0.0	95	5
1.0	95	5
5.0	5	95
5.5	5	95
5.6	95	5
8.0	95	5

流速:

1 mL/min

柱温:

30

进样量:

10 $\mu$ L

UV:

277nm

## 血浆中轻吗啡酮及 6 - 羟吗啡酮的检测 (SLE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep SLE 固相萃取柱 (部件号: 60109-200-3-7)

上样:

400 $\mu$ L 血浆 +IS( 羟吗啡酮 -D3)

吸附:

使用真空提取装置, 将样品完全吸附在小柱上, 等待 5min

洗脱:

加入 1.4mL 含 0.5-1% 醋酸的乙酸乙酯, 流速在 1 ml/min  
收集洗脱液, 40 氮气吹干. 用 200 $\mu$ L 水溶解用于上机分析。

结果:

1. 羟吗啡酮和 6 - 羟吗啡酮的回收率高于 80%, RSD <12%

LC/MS 方法

色谱柱:

Hypersil Gold 5 $\mu$ m 4.6  $\times$  150mm

货号:

25005-154630

流动相:

A: 水 +0.05% 氨水

B: 甲醇 +0.05% 氨水

梯度方法:

时间 /min	%A	%B
0.00	75.00	25.00
20.00	0.00	100.00

流速:

1mL/min

柱温:

40

进样量:

10 $\mu$ L

MS 检测:

Instrument: Triple Ouadrupde e.g. TSQ Vantage

Ions:

Oxymorphone: 302.2— 227.2(m/z)

b  $\beta$  -hydroxyoxymorphone: 304.3— 268.2(m/z)

# 血浆中 25-OH Vit D2 和 25-OH Vit D3 的检测 (SPE- LC/MS)

使用 10mg 2mL SOLA HRP 96 孔固相萃取板 (部件号: 60309-001)

净化  
活化  
500 甲醇, 500 $\mu$ L 含 2% 甲酸的水  
上样  
200 $\mu$ L 血浆  
清洗  
200 $\mu$ L 含水 / 甲醇 (60:40)  
洗脱  
200 $\mu$ L 甲醇 2 次  
40 氮气吹干后用水: 乙腈 (30; 70) 定容到 100 $\mu$ L

**LC/MS 方法**  
色谱柱:  
Synchronis C18 1.7 $\mu$ m 50  $\times$  2.1 mm  
货号:  
97102-052130  
流动相:  
A: 水 +0.1% 甲酸  
B: 乙腈 +0.1% 甲酸  
梯度方法:  
2min 内, 70-100%B  
流速:  
0.8mL/min  
柱温:  
40  
进样量:  
50 $\mu$ L  
**MS 检测:**

结果:

1. 血浆样品添加 25-OH Vit D2 和 25-OH Vit D3 的回收率 >94%, RSD<4.0%。LOD 为 5ng/mL

Standard	Concentration (ng/mL)	Average Calculated Concentration (n=6)	Precision (%CV)
QCL	15	25105	<b>3.7</b>
QCM	250	402130	<b>2.6</b>
QCH	600	1131285	<b>3.4</b>

25-Hydroxy Vitamin D<sub>2</sub>

Standard	Concentration (ng/mL)	Average Calculated Concentration (n=6)	Precision (%CV)
QCL	15	77549	<b>3.4</b>
QCM	250	387542	<b>2.7</b>
QCH	600	938040	<b>4.2</b>

25-Hydroxy Vitamin D<sub>3</sub>

Standard	Response	% Recovery at each level	% Recovery
Average QCL area response	25105	93.8	<b>94.4</b>
Average overspike area response	26774		
Average QCM area response	402130	91.5	
Average overspike area response	439544		
Average QCH area response	1131285	97.8	
Average overspike area response	1156632		

25-Hydroxy Vitamin D<sub>2</sub>

Standard	Response	% Recovery at each level	% Recovery
Average QCL area response	77549	90.8	<b>96.3</b>
Average overspike area response	85371		
Average QCM area response	387542	96.7	
Average overspike area response	400888		
Average QCH area response	938040	101.3	
Average overspike area response	925778		

25-Hydroxy Vitamin D<sub>3</sub>

2. 血浆中 25-羟基 Vit D2 和 25-羟基 Vit D3 在 5 -1000ng/mL 浓度范围成线性,  $r^2=0.9994$  和  $0.9958$ 。

# 血浆中氨氯地平的检测 (SPE- LC/MS)

使用 10mg 2mL SOLA SCX 96 孔固相萃取板 (部件号: 60309-002)

净化

活化

500 $\mu$ L 甲醇, 500 $\mu$ L 含 2% 甲酸的水

上样

2000L 血浆 +IS( 硝苯地平)

清洗

200 $\mu$ L 含 2% 甲酸的水, 200 $\mu$ L 含 2% 甲酸的水 / 甲醇 (70.30)

洗脱

200 $\mu$ L 含 5% 氨水的甲醇

40 氮气吹干后用甲醇定容到 200 $\mu$ L

LC/MS 方法

色谱柱:

Accucore RP-MS 2.6 $\mu$ m 50  $\times$  2.1 mm

货号:

17626-052130

流动相:

A: 水 +0.1% 甲酸

B: 甲醇 +0.1% 甲酸

梯度方法:

时间 /min	% A	% B
0.00	95.00	5.00
2.00	5.00	95.00
2.10	95.00	5.00
3.50	95.00	5.00

流速:

0.35 mL/min

柱温:

40

进样量:

5 $\mu$ L

MS 条件:

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

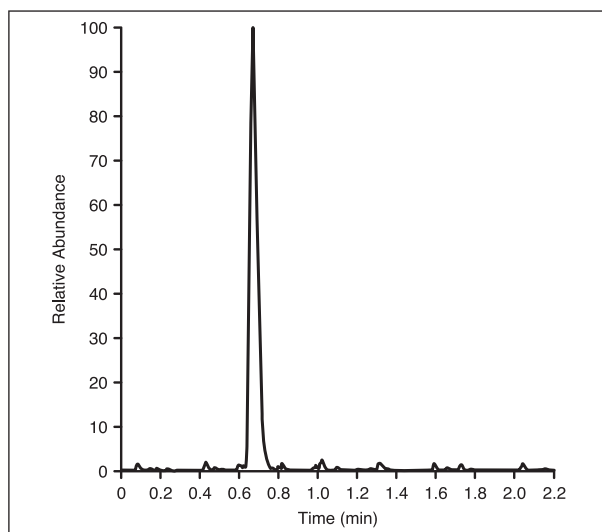
3000V

毛细管温度

300

结果:

1. 添加 30ng/mL 的氨氯地平 LC/MS 图

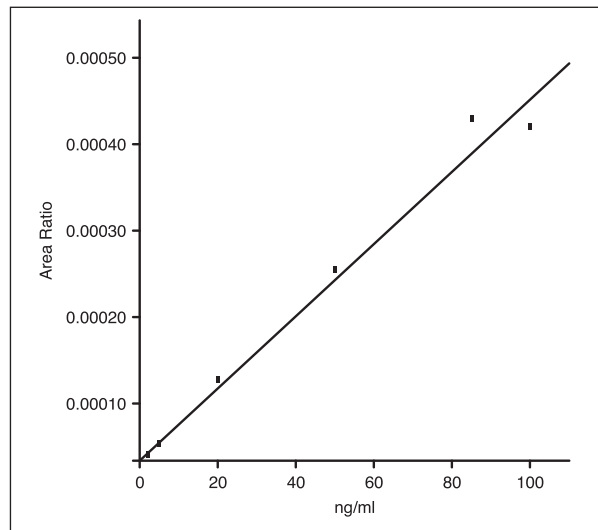


化合物	氨氯地平	硝苯地平
母离子 (m/z)	409.30	347.10
子离子 (m/z)	238.09	254.14
碰撞能量(eV)	5	16
S-lens	72	68

2. 血浆样品氨氯地平回收率 106% ,RSD=6.81%

单浓度标准品	添加值 /ng.ml <sup>-1</sup>	实际测量值 /ng.ml <sup>-1</sup>	准确度
1	30	29.1	97.0%
2	30	32.2	107.2%
3	30	30.1	100.3%
4	30	33.6	111.9%
5	30	34.1	113.7%
平均		31.8	106.0%
RSD		6.8%	

3. 氨氯地平在 2 -100ng/mL 浓度范围成线性,  $r^2=0.991$ 。



## 血浆中卡培他滨的检测 (SPE- LC/MS)

使用 10mg 1 mL SOLA HRP 固相萃取柱 (部件号: 60109-001)

净化

活化

0.5mL 甲醇, 0.5 mL 水

上样

100 $\mu$ L 血浆

清洗

200 $\mu$ L 水 / 甲醇 (80; 20)

洗脱

250 $\mu$ L 甲醇

40 氮气吹干后用水定容到 100 $\mu$ L

**LC/MS 方法**

色谱柱:

Accucore PFP 2.6 $\mu$ m 30  $\times$  2.1 mm

货号:

17426-032130

保护柱:

Accucore PFP 2.6 $\mu$ m 10  $\times$  2.1 mm

货号:

17426-012105

流动相:

A: 水

B: 乙腈

梯度方法:

时间 /min	% A	%B
0.0	100	0
5.0	0	100
5.1	100	0
6.5	100	0

流速:

1mL/min

柱温:

40

进样量:

10 $\mu$ L

**MS 条件:**

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

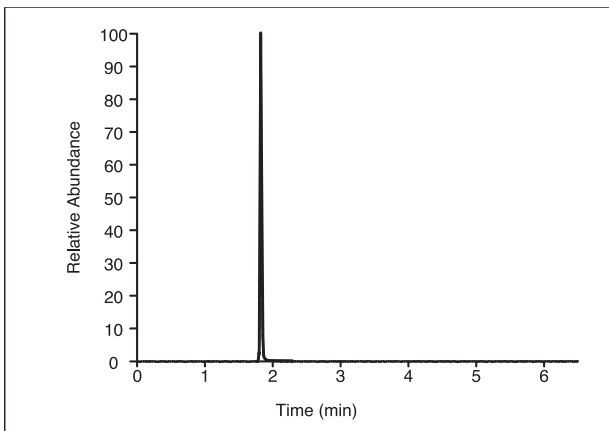
2500V

毛细管温度

300

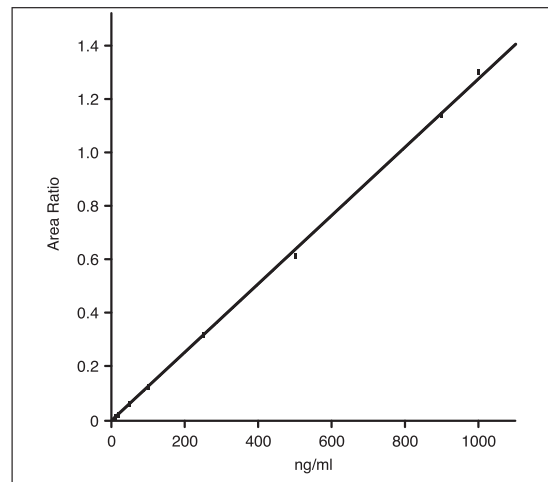
结果:

1. 500ng/mL 的卡培他滨典型 LC/MS 图



2. 血浆样品的平均回收率 73.2%, RSD=2.3%/n=3)

3. 血浆添加卡培他滨在 10 $\mu$ g/mL-1000ng/mL 浓度范围内线性良好, R=0.99。





# 血浆中罗伐他汀的检测 (SPE- LC/MS)

使用 10mg 2mL SOLA HRP 96 孔固相萃取板 (部件号: 60309-001)

净化

活化

1 mL 甲醇 1 mL 水

上样

100 $\mu$ L 血浆

清洗

500 $\mu$ L 水 +0.1% 甲酸, 500 $\mu$ L 甲醇

洗脱

200 $\mu$ L 90% 甲醇, 2 次

40 氮气吹干后用水: 甲醇 (80; 20) 定容到 200 $\mu$ L

**LC/MS 方法**

色谱柱:

Accucore RP-MS 2.6 $\mu$ m 50  $\times$  2.1 mm

货号:

17626-052130

保护柱:

Accucore RP-MS 2.6 $\mu$ m10  $\times$  2.1 mm

货号:

17626-012105

流动相:

A: 水 +0.1% 甲酸

B: 乙腈 +0.1% 甲酸

梯度方法:

时间	%B
0min	5
0.1min	5
1.0min	95
1.6min	95
1.62min	5
3.6min	5

流速:

0.75mL/min

柱温:

60

进样 t:

15 $\mu$ L

**MS 条件:**

电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3000V

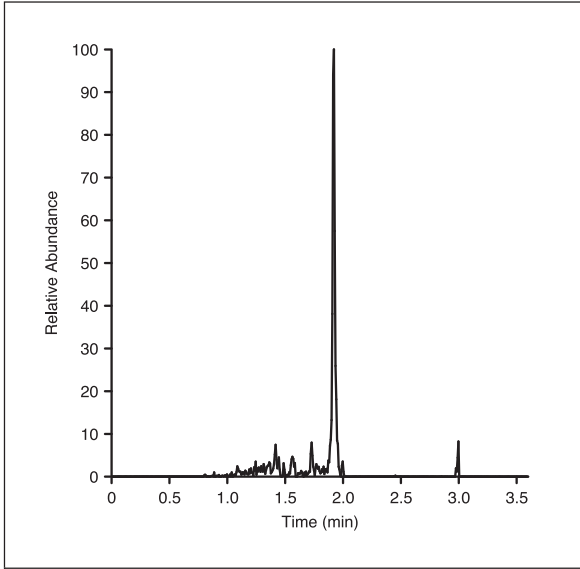
毛细管温度

300

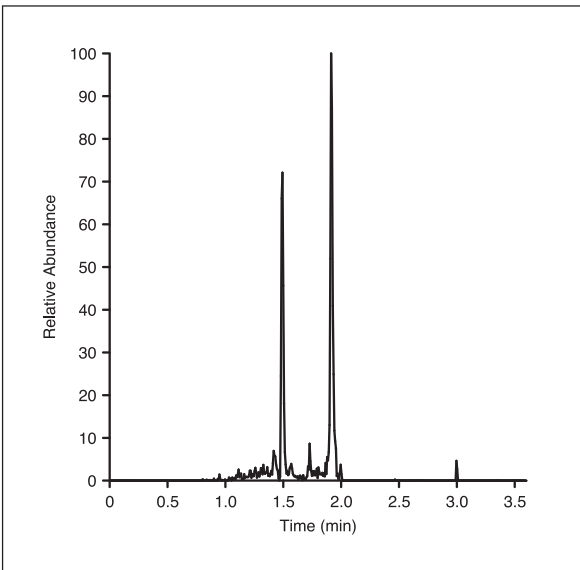
Compound	[M+1] m/z	Product m/z	Collision energy	S-Lens
Rosuvastatin	482.30	258.15	30	124
d <sub>6</sub> -rosuvastatin	488.22	264.17	31	124

结果：

1. 空白血浆和添加 1ng/mL 的罗伐他汀 LC/MS 图



空白血浆提取图



添加 1ng/mL 罗伐他汀血浆提取图

2. 血浆样品罗伐他汀回收率 99.3% , RSD=4.88(n=3)

QC Ref.	Nominal [Rosuvastatin] ng/mL	Mean calculated [Rosuvastatin] ng/mL		Mean Recovery %	Std. Dev.	% RSD
		Pre-extracted fortified plasma samples	Post-extracted fortified plasma samples			
QCMED	400	416.481	419.560	99.3	4.84	4.88

3. 方法的基质干扰小，MF 在 97.8-105.3% , RSD<3.72(n=6)

QC Ref.	Nominal [Rosuvastatin] ng/mL	Mean calculated [Rosuvastatin] ng/mL		Matrix effect (mean) %	Std. Dev.	% RSD
		Post-extracted fortified plasma samples	Reference standard (unextracted)			
LLOQ	1	1.024	1.047	97.8	3.13	3.20
QCMED	400	419.560	399.733	105.0	3.91	3.72
QCHIGH	750	764.577	726.117	105.3	2.00	1.90

4. 罗伐他汀在 1ng/mL-1000ng/mL 浓度范围内线性良好， $R^2=0.9984$

# 血浆中氢氯噻嗪和氯沙坦的检测 (SPE- LC/MS)

使用 10mg 1 mL SOLA SCX 固相萃取柱 (部件号: 60109-002)

净化

活化

1 mL 甲醇, 1 mL 水

上样

100 $\mu$ L 血浆 +1S1 利尿磺胺)

清洗

200 $\mu$ L 水 +0.1% 甲酸

洗脱

250 $\mu$ L 乙腈 +3% 氨水

40 氮气吹干后用水: 乙腈 (80; 20) 定容到 100 $\mu$ L

LC/MS 方法

色谱柱:

Accucore aQ 2.6 $\mu$ m 50  $\times$  2.1 mm

货号:

17326-052130

流动相:

A: 水 +0.1% 甲酸

B: 乙腈 +0.1% 甲酸

梯度方法:

2min 内 20%-70%B

流速:

0.4mL/min

柱温:

40

进样量:

2.58L

MS 条件:

电喷雾电离源 (ESI), 正 (负) 离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

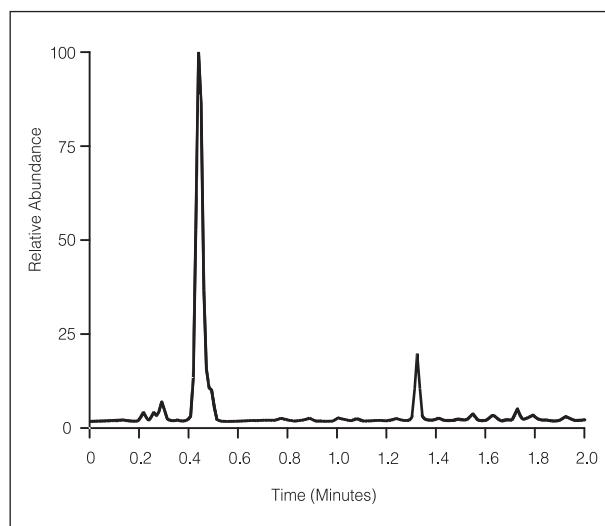
3000V

毛细管温度

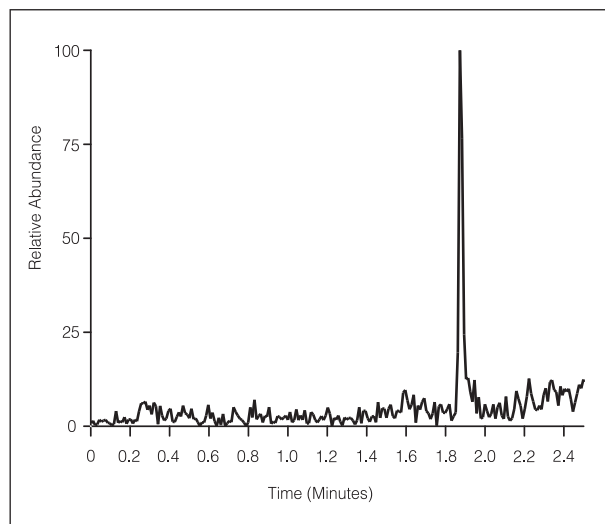
300

结果:

1. 血浆添加 0.5ng/mL 的氢氯噻嗪 LC/MS 图



血浆添加 0.5ng/mL 的氯沙坦 LC/MS 图



Compound	HCTZ		Losartan		Furozemide	
Parent (m/z)	295.937		423.2		329.122	
Products (m/z)	205.018	269.025	180.092	207.072	205.022	385.031
Collision energy	24	20	35	20	22	16
S-lens	98	98	91	91	104	104

2. 血浆样品氢氯噻嗪平均回收率 86.4% 和氯沙坦平均回收率 65.8%, RSD<6.11n=3)

	HCTZ	Losartan
% RSD @ Low QC	3.3	6.1
% RSD @ High QC	1.6	4.3
Accuracy (% Difference) Low QC	11.3	7.6
Accuracy (% Difference) High QC	11.7	-2.0
% Recovery	86.4	65.8

3. 氢氯噻嗪和氯沙坦在 0.5ng/mL - 500ng/mL 浓度范围内线性良好,  $R^2=0.9974$  和  $0.9956$

# 血浆中双氯芬酸的检测 (SPE-LC/MS)

使用 10mg 1 mL SOLA HRP 固相萃取柱 (部件号: 60109-001)

净化

活化

0.5mL 甲醇, 0.5mL 水

上样

200μL 血浆

清洗

200μL 水 / 甲醇 (90; 10)

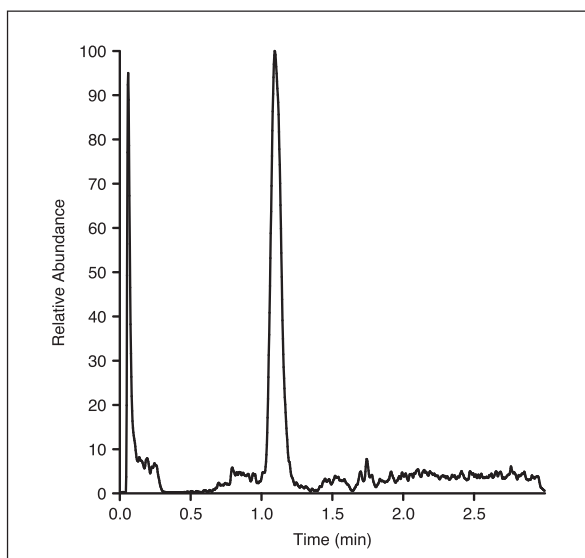
洗脱

200μL 乙腈, 2 次

40 氮气吹干后用水: 乙腈 (50; 50) 定容到 100μL

结果:

1. 空白和血浆添加 1ng/mL 的双氯芬酸 LC/MS 图



LC/MS 方法

色谱柱:

Accucore RP-MS 2.6μm 2.1 × 50mm

货号:

17626-052130

流动相:

A: 水 +0.1% 乙酸

B: 乙腈 +0.1% 乙酸

梯度方法:

时间 /min	% A	% B
0.00	50.00	50.00
1.00	0.00	100.00

流速:

0.6mL/min

柱温:

40

进样 t:

20μL

MS 条件:

电喷雾电离源 (HESI) 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3000V

毛细管温度

210

Compound	Diclofenac		Diclofenac-d <sub>4</sub>
Parent (m/z)	250.1		254.1
Products (m/z)	178.0	214.0	217.0
Collision energy (V)	25	19	21
S-lens (V)	113	113	120

2 血浆样品的平均回收率 86% , RSD<5 % (n=3)

Standard	Concentration (ng/mL)	Average Calculated Concentration (n=6)	Average %Diff	Precision (%CV)
QCL	15	14.7	-2	4.4

Standard	Response (n=3)	% Recovery
Average QCL area response	10629.1	86
Average overspike area response	12382.4	

3. 血浆添加双氯芬酸在 1ng/mL-1000ng/mL 浓度范围内线性良好, R<sup>2</sup>=0.999

# 血浆中乙基羟基二降孕二烯炔酮的检测 (SLE-LC/MS)

使用 500mg 3mL HyperSep SLE 固相萃取柱 (部件号: 60109-500-3-7)

## 上样:

300gL 血浆 +300μL 0.1% 甲酸 +20μL IS(d6- 乙基羟基二降孕二烯炔酮)

## 吸附:

使用真空提取装置, 将样品完全吸附在小柱上, 等待 5min

## 洗脱:

加入 2×100 匹甲基叔丁基醚, 重力洗脱收集洗脱液, 400C 氮气吹干。用 200μL 甲醇: 水 (80:20) 溶解用于上机分析。

## LC/MS 方法

### 色谱柱:

Accucore C18 2.6μm 2.1 × 50mm

### 货号:

17126-052130

### 流动相:

A: 水 +0.1% 甲酸

B: 甲醇 +0.1% 甲酸

### 梯度方法:

时间 /min	% A	% B
0.0	95	5
0.2	95	5
1.0	30	60
3.0	30	60
3.2	5	95
3.8	5	95
4.0	95	5
5.0	95	5

### 流速:

0.4mL/min

### 柱温:

40

### 进样量:

100L

### MS 条件:

电喷雾电离源 (HESI-II), 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

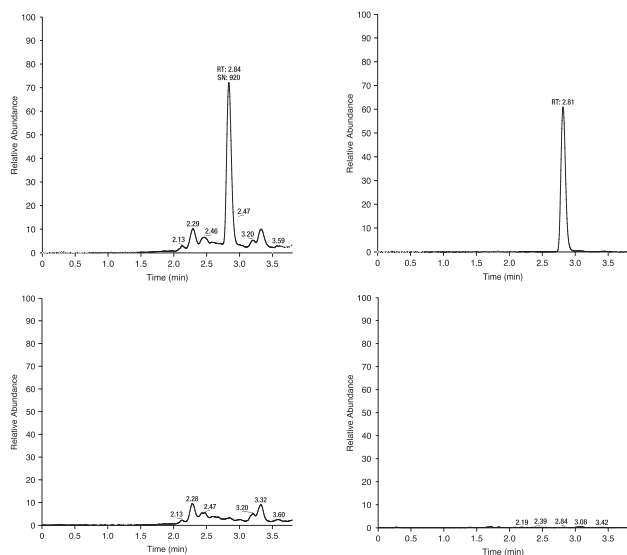
3500V

毛细管温度

375

## 结果:

1. 空白和血浆添加 2.5ng/mL 的乙基羟基二降孕二烯炔酮 LC/MS 图



Compound	Precursor m/z	Product m/z	Collision energy	S-Lens
Gestodene	311.2	109.1	25	79
D6-gestodene	317.2	114.1	27	79

2. 血浆样品的平均回收率 83.2%, RSD=1.86%(n=6)

Nominal Concentration (ng/mL)	No. of samples (N)	%CV	% difference
2.5	6	1.86	-4.51 to -0.29

3. 血浆添加乙基羟基二降孕二烯炔酮在 0.05ng/mL-5ng/mL 浓度范围内线性良好,  $R^2=0.999$

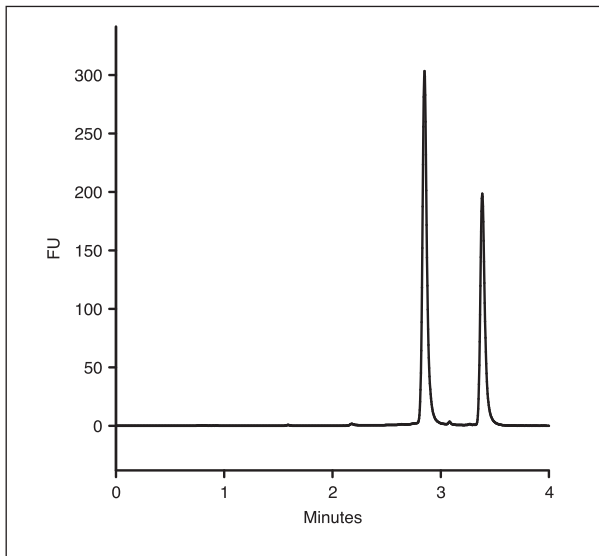
# 血浆中阿霉素的检测 (SPE- HPLC)

使用 10mg 1 mL SOLA HRP 固相萃取柱 (部件号 : 60109-001)

- 净化  
活化  
0.5mL 甲醇, 0.5mL 水  
上样  
200μL 血浆 +IS( 道诺霉素 )  
清洗  
200μL 水 / 甲醇 (90:10)  
洗脱  
200μL 甲醇 +0.1% 甲酸

- HPLC 方法**  
色谱柱 :  
Hypersil GOLD 3μm 100 × 4.6 mm  
货号 :  
25003-104630  
流动相 :  
A: 25mM 醋酸铁  
B: 乙腈  
梯度方法 :  
时间 /min    % A    %B  
0.0            80     20  
1.8            70     30  
2.3            60     40  
2.5            80     20  
4.0            80     20  
流速 :  
1.5mL/min  
柱温 :  
20  
进样量 :  
25μL  
荧光检测条件 :  
激发波长 :480nm  
发射波长 :560nm

结果 :  
1. 血浆添加 20ng/mL 的阿霉素和内标 ( 道诺霉素 ) 的 HPLC 图

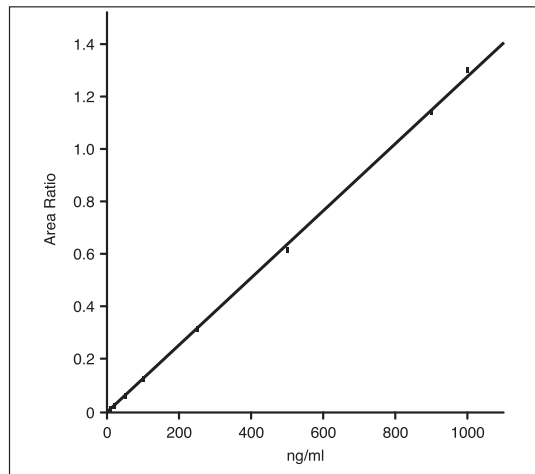


1. 阿霉素                      2. IS( 道诺霉素 )

2. 血浆添加 20ng/mL 的阿霉素和内标 ( 道诺霉素 ) 的平均回收率 101.2%, RSD=6.9%(n=6)

Single level standards	Actual amount /ng.mL <sup>-1</sup>	Calculated amount /ng.mL <sup>-1</sup>	Accuracy
1	20	19.4	96.7%
2	20	19.4	96.0%
3	20	18.8	93.7%
4	20	20.1	100.2%
5	20	21.8	108.8%
6	20	22.1	110.6%
Mean	-	20.2	101.2%
RSD	-	6.9%	6.9%

3. 血浆添加阿霉素在 1 ng/mL-100ng/mL 浓度范围内线性良好。R<sup>2</sup>=0.9991



# 血清中多西紫杉醇的检测 (SPE-LC/MS)

使用 10mg 2mL SO 匕 A 日 R 尸固相萃取板 (部件号 : 60309-001)

净化

活化

0.5mL 甲醇, 0.5 mL 水

上样

200μL 血浆

清洗

200μL 水 / 乙腈 (70; 30)

洗脱

250μL 乙腈 +1% 氨水, 2 次

40 氮气吹干后用水 : 乙腈 (50; 50) +0.5%

20μm 醋酸钠定容到 200μL

LC/MS 方法

色谱柱 :

Accucore RP-MS 2.6μm 2.1 × 50mm

货号 :

17626-052130

流动相 :

A: 水 +0.1% 乙酸

B: 甲酉享 +0.1% 乙酸

梯度方法 :

时间 /min	% A	% B
0.00	40.00	60.00
2.00	30.00	70.00

流速 :

0.6mL/min

柱温 :

30

进样量 :

2.5μL

MS 条件 :

电喷雾电离源 (HESI) 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

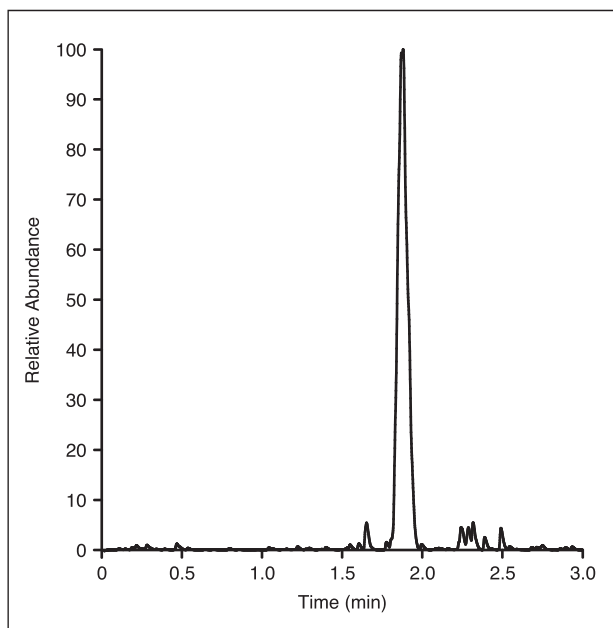
4000V

毛细管温度

365

结果 :

1. 空白和血浆添加 0.25ng/mL 的多西紫杉醇 LC/MS 图



Compound	Paclitaxel (IS)	Docetaxel
Parent (m/z)	876.25	830.26
Products (m/z)	308.25	549.24
Collision energy (V)	25	23
S-lens (V)	141	121

2. 血浆样品的平均回收率 109% , RSD<9 % (n=6)

	Response	% Recovery
Average area response (n=6)	260035	109
Overspiked area response	238397	

Quality Control	Concentration (ng/mL)	Average Calculated Concentration (n=6)	Precision (%CV)
QCL	0.300	0.313	4.5
QCM	1.50	1.53	8.8
QCH	6.00	6.02	5.9

3. 血浆添加多西紫杉醇在 0.25ng/mL-10ng/mL 浓度范围内线性良好,  $R^2=0.9974$

## 尿液中的 6-乙酰吗啡

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

1 x 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

添加内标物 \*

摇匀 / 混匀

添加 4mL 样品

以 2000rpm 离心 10 分钟

弃沉淀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH 至 6

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH=6.0)

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 10 分钟)

## 洗脱

1 x 3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

在 &lt;40 条件下吹干

衍生化

添加 50μL 乙酸乙酯

摇匀 / 混匀

添加 50μL BSTFA (含 1% TMCS) \*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 45 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

分析

将 1 至 2μL 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 ***	次级	三级
D6-6-AM-TMS*	405	406	343
6-AM-TMS	399	400	340

\* 推荐 GC/MS 内标物:

\*\* 部件号 TS-38831

定量离子

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5SiIMS 30m x 0.25m x 0.25μm 26096-1420

## 血清或血浆中的苯二氮卓类药物

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 甲醇中添加 1.0mL 100mM 磷酸盐

缓冲液 (pH 6.0)

添加内标物 \*

添加 1mL 血清或血浆

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为 6.0

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

离心

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1mL/min 的速率上样

## 清洗

1 x 2mL 去离子水

1 x 2mL 20% ACN 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 10 分钟)

1 x 2mL 己烷

洗脱

1 x 5mL 含 2% 氢氧化铵的乙酸乙酯

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液。

在 &lt;40 条件下吹干

复溶

流动相复溶

分析

进样至 HPLC

\* 推荐内标物: 阿普唑仑 -D5、Alpha-羟基 -阿普唑仑 -D5、安定、劳拉西洋 -D4、奥沙西洋 -D5、羟基安定 -D5

推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

BETASIL Phenyl/Hexyl 5μm, 150 x 4.6mm 73005-154630



## 尿液中的安非他明，高碘酸盐氧化后进行 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 2mL 尿液中添加内标物\*，1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 和 1mL 0.35 M 高碘酸钠

摇匀 / 混匀

室温培养 20 分钟

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

活化 Verify - CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注：在 <3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

1mL 100mM 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱安非他明

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注：使用当天新鲜制备的洗脱溶剂；添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH

混合物，然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 浓缩洗脱液

添加 30 $\mu$ L 硅烷化级的 DMF\*\*\* 进行洗脱

在 <40 条件下吹干至 30 $\mu$ L

使用 PFPA (PFAA) 氟酰化

添加 50 $\mu$ L PFPA (PFAA)\*\*\*\*

充氮气后密封

通过添加 50 $\mu$ L PFPOH 增强衍生化

在 70 条件下反应 20 分钟

在 <40 条件下吹干

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析，监测下列离子：

化合物 (TMS)	初级离子 ***	次级	三级
D <sub>5</sub> -安非他明 *	194	92	123
安非他明	190	91	118
D <sub>5</sub> -安非他明 *	208	92	163
安非他明	204	91	160

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-20672 (50mL 样品瓶)

\*\*\*\* 部件号 TS-65193 (10 x 1mL 安瓿)

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 全血中的苯二氮杂卓类药物

使用 500mg 6mL HyperSep Diol 固相萃取柱 (部件号: 60108-575)

### 样品制备

在 1mL pH 6 缓冲液中加入内标物\*

添加 2mL 全血

摇匀 / 混匀

添加 5mL pH 6 缓冲液

超声处理 10 秒

以约 2700rpm 转速离心 15 分钟

活化 HyperSep Diol 固相萃取柱

1 x 3mL 乙酸乙酯

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 0.1mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

上样

通过重力作用上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 5% ACN 0.1mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

在压力 >10 英寸汞柱或高真空条件下干燥萃取柱 5 分钟

1 x 3mL 己烷

### 洗脱

2 x 3mL 乙酸乙酯

在约 55 氮气环境中吹干

添加外标物\*

衍生化

添加 100 $\mu$ L ACN 和 100 $\mu$ L 含 1% t-BDMCS 的 MTBSTFA

在 70 条件下加热 30 分钟

远离热源进行冷却

将 1 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS-NCI

注：请勿吹干 MTBSTFA 溶液

分析

进样到 GC/MS

\* 推荐标准物：安定 -D5 和劳拉西洋 -D4。

### 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5SiIMS 30m x 0.25m x 0.25 $\mu$ m	26096-1420
--	------------

# 尿液中合成类固醇的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

制备样品 - 葡萄糖苷酸酶水解  
 在 5mL 尿液中添加合适的内标物和 2mL 葡萄糖苷酸酶  
 - 葡萄糖苷酸酶:100mM 乙酸盐缓冲液 (pH=5.0) 中  
 5,000 F 单位 /mL Patella Vulgata  
 摇匀 / 混匀  
 在 65 条件下水解 3 小时  
 冷却后再进行进一步处理  
 以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀  
 使用约 700 $\mu$ L 1.0N NaOH 调整 pH 值至 6.0 $\pm$ 0.5  
 活化 Verify-CX 固相萃取柱  
 3mL 甲醇然后抽干  
 3mL 去离子水然后抽干  
 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干  
 注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸  
 上样  
 以 1 至 2mL/min 的速率上样  
 清洗  
 3mL 10% (v/v) 甲醇去离子水  
 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)  
 1mL 己烷或己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)

洗脱合成类固醇固醇  
 方法 a: 3mL 二氯甲烷 /IPA/NH OH (78:20:2); 以 1 至 4  
 2mL/min 的速率收集洗脱液  
 注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH OH 4  
 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)  
 方法 b: 3mL 二氯甲烷 /IPA (80:20)  
 方法 c: 3mL 乙酸乙酯  
 方法 d: 3mL 甲醇  
 吹干洗脱液  
 在 <40 条件下吹干  
 衍生化  
 添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L MSTFA(含 3% 三甲  
 基碘硅烷)  
 充氮气后密封  
 摇匀 / 混匀  
 在 70 条件下反应 20 分钟  
 远离热源进行冷却  
 注: 请勿吹干 MSTFA 溶液  
 定量  
 将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱  
 监测下表中的离子 (GC/MS):

化合物 (TMS)	初级离子 *	次级	三级	其他
睾酮 -TMS	432	301	209	
19- 去甲睾酮 -TMS	405	315	225	
氧化安眠酮	640	52	462	370,143
脱氢表雄酮 -2TMS	432	327	297	
10- 去甲睾酮 -2TMS	418	287	194	
氧化安眠酮代谢物 #1	640	52	462	143
氧化安眠酮代谢物 #2	625	462	370	143
11- 羟基雄酮	522	417	158	
去氢甲睾酮	409	313	281	
19- 去甲雄酮 -2TMS	405	315	225	
Alpha- 羟基苯胆烷醇酮	504	417		
17- 表睾酮 -TMS	432	341	327	209
司坦唑	472	381	342	149

\* 定量离子

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 血液和尿液中的抗抑郁药 / 止疼药

使用 60mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60107-303)

### 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6) 中加入内标物 \*

添加 1mL 血液或尿液

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 HyperSep Retain-CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6)

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干 , 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 1% 乙酸

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱

1 x 3mL 乙酸乙酯 ; ACN : 氨 (78:20:2 v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干 洗脱液

### 分析

在 100 $\mu$ L 甲醇中复溶样品

进样 5 $\mu$ L 到 GC/MS

化合物	MRM 参数
睾酮 -TMS	432
19- 去甲睾酮 -TMS	405
氧化安眠酮	640
脱氢表雄酮 -2TMS	432
10- 去甲睾酮 -2TMS	418
氧化安眠酮代谢物 #1	640
氧化安眠酮代谢物 #2	625
11- - 羟基雄酮	522
去氢甲睾酮	409
19- 去甲睾酮 -2TMS	405
Alpha- 羟基苯胆烷醇酮	504
17- - 表睾酮 -TMS	432
司坦唑	472

\* 推荐内标物

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD 3 $\mu$ m, 150 x 2.1mm	25003-152130

## 尿中吗啡和其代谢产物的检测 (SPE-HPLC)

使用 30mg 1mL HyperSep Retain- CX 固相萃取柱 (部件号 : 60107-301)

### 活化 :

1mL 甲醇 , 1mL 水

### 上样 :

1mL 尿液 , 用 20 $\mu$ L 5N HCl 酸化

### 清洗 :

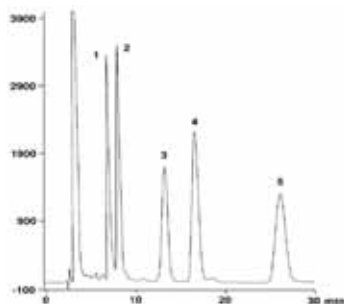
2mL 0.1N HCl , 2mL 甲醇

### 洗脱 :

2mL 2% 氨水的乙腈 : 异丙醇 (40:60) 溶液

### 结果 :

典型吗啡和其代谢产物 HPLC 图



- (1) 去甲吗啡
- (2) 吗啡 -3- 葡糖苷酸
- (3) 吗啡 -6- 葡糖苷酸
- (4) 吗啡 (5) 可待因

### HPLC 方法

#### 色谱柱 :

Hypercarb 5 $\mu$ m , 100x4.6mm

#### 货号 :

35005-104630

#### 流动相 :

A: 醋酸铵 (pH9.0): 甲醇 (4:6)

#### 流速 :

1mL/min

#### 进样量 :

10 $\mu$ L

#### UV :

220nm

#### 温度 :

30

# 血液和尿液中的抗抑郁药 / 止疼药的 LC/MS/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物\*

添加 1mL 尿液或血液

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 Verify - CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

3mL 1% 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱抗抑郁药 / 止疼药

3mL 乙酸乙酯: 乙腈: 氨 (78:20:2, v/v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

吹干

使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液

## 复溶

在 100 $\mu$ L 甲醇中复溶样品

进样 5 $\mu$ L 至 LC 系统

定量

流动相: 乙腈: 0.1% 甲酸 (33:67, v/v)

流速: 0.35mL/min

## 推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 3 $\mu$ m, 150  $\times$  2.1mm 25003-152130

## 化合物

## 检测离子

阿米替林	278.8/91.1
阿米替林 -D3*	281.2/91.2
苯海拉明	256.2/167.1
苯海拉明 -D3*	259.2/167.1
多虑平	280.2/107.1
EDDP	278.2/234.2
EDDP-D3*	281.4/234.2
美沙酮	310.2/105.1
美沙酮 -D9*	319.2/268.3
去甲阿米替林	264.2/91.1
去甲丙氧芬	326.2/44.1
去甲丙氧芬 -D5*	331.1/267.1
丙氧芬	340.2/58.1
丙氧芬 -D11*	351.3/64.0
舍曲林	308.1/161.0
曲马朵	264.2/58.1
曲马朵 -D3*	268.2/58.0
文拉法辛	278.2/58.2
唑吡坦	308.2/235

\* 推荐内标物

# 尿液中巴比妥酸的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 5.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $5.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整

样品 pH

活化 Verify - CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 5.0) 然后抽干

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

1mL 100mM 乙酸

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

2mL 己烷

洗脱巴比妥酸

3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50); 以 1 至 2mL/min 的速率

收集洗脱物

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

使用 100 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

可选衍生化

添加 25 至 50 $\mu$ L 0.2M TPAH\*\*\*

反应发生于进样口

## 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子 (GC/MS):

未衍生的

药物	初级离子 ***	次级	三级
异戊巴比妥	156	141	157
布他比妥	156	141	157
布他比妥	168	167	181
海索比妥 *	221	157	236
戊巴比妥	156	141	197
苯巴比妥	204	232	117
司可巴比妥	168	167	195
戊硫代巴比妥	172	157	173

未衍生的

药物	初级离子 ***	次级	三级
D <sub>5</sub> - 布他比妥	201	214	
布他比妥	196	195	209
异戊巴比妥	169	184	185
戊巴比妥	169	184	112
13C <sub>4</sub> - 司可巴比妥	200		185
司可巴比妥	196	195	181
D <sub>5</sub> - 苯巴比妥	237	151	
苯巴比妥	232	146	175

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子 (目标离子粗体显示)

\*\*\* 部件号 TS-49301 (MethElut 试剂 12x1mL 瓶)

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 尿液中的苯二氮卓类药物

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 2mL 尿液中添加内标物和 1mL 的 - 葡萄糖苷酸酶溶液

- 葡萄糖苷酸酶溶液包含: 100mM 乙酸盐缓冲液

(pH=5.0) 中 5,000 F 单位 /mL Patella Vulgata

摇匀 / 混匀

在 65 条件下水解 3 小时

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1mL/min 的速率上样

清洗

1 x 2mL 去离子水

1 x 2mL 20% ACN 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

1 x 2mL 己烷

## 洗脱

1 x 5mL 含 4% 氢氧化铵的乙酸乙酯

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

添加 50μL 乙酸乙酯和 50μL BSTFA\*\*

(含 1% TMCS)\*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

分析

将 1 至 2μL 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

通用名	商品名	初级离子 ***	次级	三级
阿普唑仑	Xanax®	308	279	204
- 羟基阿普唑仑 -TMS		381	396	382
氯氮卓	Librium®	282	283	284
氯硝西洋	Klonopin®	387	352	306
安定	Valium®	256	283	221
脱羟基氟胺安定 -TMS		359	341	245
羟基乙基氟胺安定 -TMS		288	360	389
劳拉西洋 -TMS	Ativan®	429	430	347
去甲安定 -TMS		341	342	343
奥沙西洋 -TMS	Serax	429	430	313
普拉西洋 *		269	241	324
羟基安定 -TMS	Restoril®	343	283	257
三唑仑	Halcion®	313	314	342
- 羟基三唑仑 -TMS		415	417	190

\* 推荐 GC/MS 内标物: 普拉西洋或奥沙西洋 -D5

\*\* 部件号 TS-38831

定量离子

注: 氟胺安定在此条件下无法萃取; 但是其代谢物, 如脱羟基氟胺安定和羟基乙基氟胺安定, 萃取回收率高。

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-5SiIMS 30m x 0.25m x 0.25μm 26096-1420

## 尿液中的苯二氮卓类药物 替代衍生化方法

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 衍生化

在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1mL 的 - 葡萄糖苷酸酶溶液

- 葡萄糖苷酸酶 :100mM 乙酸盐缓冲液 (pH=5.0) 中

5,000 F 单位 /mL Patella Vulgata

摇匀 / 混匀

在 65 条件下水解 3 小时

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

### 分析

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

通用名	商品名	初级离子 ***	次级	三级
去甲安定 -D5-TBDMS		332	334	333
去甲安定 -TBDMS		327	328	329
奥沙西洋 -D5-TBDMS		462	519	462
奥沙西洋 -TBDMS	Serax	457	513	459
羟基安定 -D5-TBDMS		362	390	288
羟基安定 -TBDMS	Restoril®	357	359	385
劳拉西洋 -TBDMS	Ativan®	491	513	493
氯硝西洋	Klonopin®	372	374	326
7- 氨基氯硝西洋 -TBMS		456	458	513
安定	Valium®	256	238	221
脱羟基氟胺安定 -TBDMS		345	347	402
普拉西洋 *		269	241	324
- 羟基咪达唑仑 -TBDMS	Versed®	398	400	440
去甲氟硝西洋 -TBDMS		357	310	356
7- 氨基氟硝西洋 -TBDMS		397	324	398
阿普唑仑	Xanax®	308	279	204
- 羟基阿普唑仑 -D5-TBDMS		386	388	387
- 羟基阿普唑仑 -TBDMS		383	384	381
三唑仑	Halcion®	313	314	342
- 羟基三唑仑 -TBDMS		415	417	190

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m $\times$ 0.20mm $\times$ 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 血液、血清、尿液和组织中苯二氮杂卓类药物的筛选

使用 200mg 3mL HyperSep Diol 固相萃取柱 (部件号: 60108-573)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6) 中加入内标物 \*

添加 1mL 血液 / 尿液或 1g (1:4) 组织匀浆

摇匀 / 混匀

添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6)

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

摇匀 / 混匀

离心

## 尿液处理流程

在 1mL 包含 5000 F 单位 /mL - 葡萄糖苷酸酶的

乙酸盐缓冲液 (pH 5.0) 中

添加内标物 \*

在此溶液中添加 1mL 尿液

摇匀 / 混匀

在 65 °C 条件下水解 3 小时

冷却

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 并混合

活化 HyperSep Diol 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 5% (v/v) ACN 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH6)

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

1 x 3mL 己烷

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱

1 x 3mL 乙酸乙酯; 氮 (98:2 v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

使用平缓的氮气流在 &lt;40 °C 温度下吹干洗脱液

衍生化

添加 50µL ACN 和 50µL BSTFA (含 1% TMCS\*\*)

在 70 °C 条件下加热 30 分钟

远离热源进行冷却

分析

将 1µL 样品进样到 GC/MS

化合物	初级离子	次级	三级
阿普唑仑	308	279	204
阿普唑仑 -D*	513	284	
Alpha- 羟基 - 阿普唑仑	318	396	383
Alpha- 羟基 - 阿普唑仑 -D5*	386	401	
安定	256	283	284
安定 -D5*	287	289	
劳拉西洋	429	430	347
劳拉西洋 -D4*	433	435	
去甲安定	34	342	343
去甲安定 -D5*	345	347	
奥沙西洋	429	313	430
奥沙西洋 -D5*	435	433	
羟基安定	343	257	283
羟基安定 -D5*	348	262	

\* 推荐内标物: 阿普唑仑 -D、Alpha- 羟基 - 阿普唑仑 -D5、安定 -D5、劳拉西洋 -D4、去甲安定 -D5、奥沙西洋 -D5、羟基安定 -D5

## 推荐的 GC 色谱柱

## 部件号

TraceGOLD TG-5SiIMS 30m x 0.25mm x 0.25µm 26096-1420



## 尿液中的 Beta 受体激动剂

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5) 中

添加 1mL 尿液

添加 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.7)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

2 x 1mL 丙酮 / 甲醇 (1:1) 抽干

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱

1 x 1mL 二氯甲烷 / 异丙醇和氢氧化铵 (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率 (或重力) 收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

在 <40 条件下吹干

衍生化

衍生化溶液: 在无水乙酸乙酯中制备 5mg/mL

甲硼酸 (使用分子筛)

将此溶液存储于 -20 (冰箱条件) 备用

反应混合物

添加 100μL 甲硼酸溶液 (见上)

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 15 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干此溶液

分析

进样 1 至 2μL 样品 (衍生化溶液)

## 血液和尿液中 Beta 受体阻滞剂的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5) 中

添加 1mL 尿液

添加 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.7)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

2 x 1mL 丙酮 / 甲醇 (1:1) 抽干

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱 Beta 受体阻滞剂

1mL 二氯甲烷 / IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

衍生化溶液: 在无水乙酸乙酯中制备 5mg/mL

甲硼酸 (使用分子筛)

将此溶液存储于 -20 (冰箱条件) 备用

反应混合物: 添加 100μL 甲硼酸溶液

(见上)

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 15 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干此溶液

分析

进样 1 至 2μL 样品

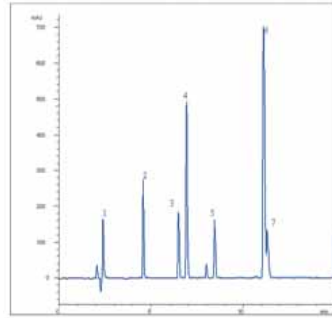
## 血清中 - 阻断剂的检测 (SPE-HPLC)

使用 30mg 1mL HyperSep Retain- PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-201)

活化：  
1mL 甲醇，1mL 水  
上样：  
1mL 尿，加入 0.5% 氨水  
清洗：  
1mL 0.5% 氨水 5% 甲醇  
洗脱：  
1mL 1% 醋酸的甲醇

结果：  
典型 - 阻断剂 HPLC 图

- (1) 噻吗咯尔 (2) 阿替洛尔  
(3) 萘羟心安 (4) 呋咪洛尔  
(5) 美托洛尔 (6) 心得安  
(7) 烯丙洛尔



**HPLC 方法**  
色谱柱：  
Hypersil GOLD 5µm, 150x4.6mm  
货号：  
25005-154630  
流动相：  
A: 水 + 0.1% 甲酸; B: 乙腈 + 0.1% 甲酸;  
梯度：  
15 min 内 5-55%B  
流速：  
1mL/min  
进样量：  
10µL  
UV：  
220nm  
温度：  
25

## 血液中萃取 GHB

使用 200mg 3mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-404)

**样品制备**  
在 1mL 血液样品中添加内标物 \* 和 0.5mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀  
振摇 10 分钟  
以 2700rpm 离心 10 分钟  
活化 **HyperSep Retain-AX** 固相萃取柱  
1 x 3mL 甲醇  
1 x 3mL 去离子水  
1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注：在 <3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

上样  
将离心管置于真空装置内进行收集  
收集上样样品  
将样品转移至萃取柱  
在约 1 英寸汞柱的压力下抽干  
样品流出柱子后，使用全真空处理 15 秒以去除所有残留血液  
洗脱

卸下离心管，置于一旁  
将清洁离心管置于真空装置内进行收集  
1 x 2mL 甲醇 /NH OH (99:1) 4  
在约 1 英寸汞柱的压力下抽干  
浓缩

将试管从真空装置中取下  
浓缩前摇匀 / 混匀样品  
使用氮气流在 60 条件下吹干

**样品净化**  
添加 200µL 二甲基甲酰胺  
添加 1mL 二甲基甲酰胺饱和的己烷  
振摇 5 分钟  
以 2700rpm 离心 5 分钟  
将底层二甲基甲酰胺转移到清洁的试管中  
使用空气或氮气流在 50 条件下吹干

**衍生化**  
添加 50µL 乙酸乙酯和 25µL BSTFA  
(含 1% TMCS\*\*)

摇匀 / 混匀  
加热至 70 维持 30 分钟

**分析**  
将 1 至 2µL 样品进样到 GC/MS

化合物	初级离子 *	次级	三级
GHB-D6-di-TMS*	239	240	241
GHB-di-TMS	233	234	235

\* 推荐 GC/MS 内标物: D6-GHB

\*\* 部件号 TS-38831

推荐的 **GC** 色谱柱 部件号  
TraceGOLD TG-5SiIMS 30m x 0.25m x 0.25µm 26096-1420

# 小体积血浆中多虑平的检测 (SPE- HPLC)

使用 10mg 1mL SOLA HRP 固相萃取柱 (部件号 60109-001)

净化  
活化

1 mL 甲醇, 1 mL 水

上样

200  $\mu$ L 血浆 +IS 普罗替林

清洗

1mL 水 / 甲醇 (95 : 5) + 0.5% 氨水

洗脱

0.2mL 甲醇 + 0.1% 甲酸

40 氮气吹干后用水 / 甲醇 (80 : 20) 定容到 200 $\mu$ L

HPLC 方法

色谱柱 :

Accucore C18 2.6  $\mu$ m 50x2.1 mm

货号 :

17126-052130

流动相 :

A: 水 + 0.1% 甲酸

B: 乙腈 + 0.1% 甲酸

梯度方法 :

时间 /min	% A	%B
0.01	75.00	25.00
2.00	5.00	95.00
2.50	5.00	95.00
2.60	75.00	25.00
10.00	75.00	25.00

流速 :

0.4 mL/min

柱温 :

40

进样量 :

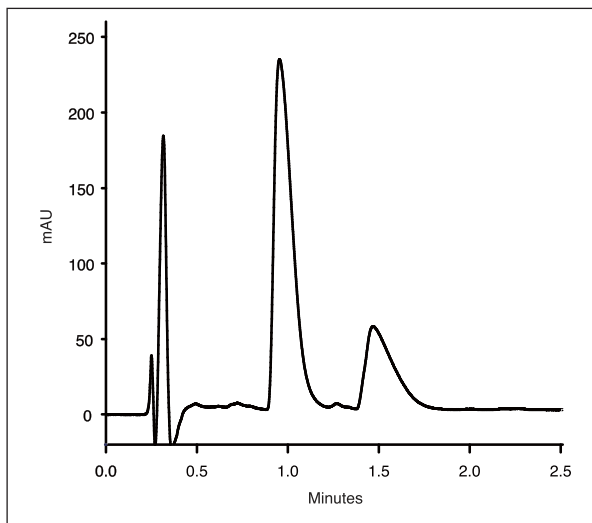
10 $\mu$ L

UV:

245nm

结果 :

1. 血浆中添加 10 $\mu$ g/ml 的多虑平和 IS 普罗替林净化后 HPLC 图



2. 血浆样品的方法回收率在 108 - 113 % 之间, RSD = 5.6%(n=5)

Extracted sample #	Doxepin Peak Area	Protryptiline (IS) Peak Area	Response ratio	Calculated Amount/ug.mL-1	Recovery
1	1596549	584194	2.7329089	9.01	1.18
2	1461480	491260	2.9749623	9.81	1.08
3	1650009	520862	3.1678429	10.44	1.22
4	1464907	469808	3.1180972	10.28	1.08
5	1526226	507463	3.0075611	9.92	1.12
Mean			3.1542078	9.89	1.13
RSD				56%	
Calibration Standard (5.2 ug/mL)	678918	215242	3.1542078		

## 血浆中氧吗啡酮及其代谢物的检测 (SPE- HPLC)

使用 200mg 3mL HyperSep SLE 固相萃取柱 (部件号 60109-200-3-7)

**提取**  
**上样:**  
 400 $\mu$ L 血浆  
**吸附:**  
 使用真空提取装置, 将血浆样品完全吸附在小柱上,  
 等待 5min  
**洗脱:**  
 加入 1.4mL 含 0.5-1% 醋酸的乙酸乙酯, 流速在 1mL/min  
 收集洗脱液, 40 $^{\circ}$ C 吹干后重溶于 200 $\mu$ L 的水中

**LC/MS 方法**  
**色谱柱:**  
 Hypersil Gold 5 $\mu$ m, 150x4.6mm, Uniguard Hypersil gold & holder  
**货号:**  
 25005-154630, 25005-014001, 850-00  
**流动相:**  
 A: 0.05% 氨水; B: 甲醇 + 0.05% 氨水  
**梯度:** 25-100%B, 20min  
**流速:**  
 1 mL/min  
**进样量:**  
 10 $\mu$ L  
**温度:**  
 40  
**检测:**  
 MS

## 血液和尿液中的丁丙诺啡和去甲丁丙诺啡

使用 500mg 6mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱 (部件号: 60108-519)

**样品制备**  
 1mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH= 5)  
**添加内标物\***  
**摇匀 / 混匀**  
**添加 1mL 血液、血浆 / 血清**  
**添加 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH= 5)**  
**摇匀 / 混匀**  
**样品 pH 应为 6.0  $\pm$  0.5**  
**使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH**  
**离心**  
**葡糖醛酸苷酶水解**  
 1mL 100mM 乙酸盐缓冲液  
**添加内标物\***  
**添加 1 至 5mL 血液或尿液**  
**摇匀 / 混匀**  
**添加 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH= 5)**  
**使用 helix pomatia 水解 (5,000 单位 /mL)**  
**在 60 $^{\circ}$ C 条件下加热 3 小时**  
**冷却后再进行进一步处理**  
**活化 HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱**  
 1 x 3mL 甲醇  
 1 x 3mL 去离子水  
 1 x 1mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH= 5.0)  
**注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸**  
**上样**  
 以 1 至 2mL/min 的速率上样  
**清洗**  
 1 x 2mL 去离子水  
 1 x 3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH= 5.0)  
 1 x 3mL 甲醇  
**抽干萃取柱 (5 至 10 分钟, 压力 >10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)**

**洗脱**  
 液需制备新鲜的)  
 以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
**注: 在进行下一步之前, 确保收集试管底部没有水滴存在。否则可能会增加干燥时间并降低 BSTFA 衍生化效率。**  
 在 <40 $^{\circ}$ C 条件下吹干  
**衍生化**  
 添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L BSTFA( 含 1% TMCS)\*\*  
 在 70 $^{\circ}$ C 条件下反应 20 分钟  
 远离热源进行冷却  
**注: 请勿吹干 BSTFA**  
**分析**  
 将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS  
 对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子	次级	三级
丁丙诺啡 -D4-TMS*	454	486	510
丁丙诺啡 -TMS	450	482	506
去甲丁丙诺啡 -TMS	468	500	524
去甲丁丙诺啡 -D3-TMS*	471	503	527

\* 内标物: 丁丙诺啡 -D4-TMS 和去甲丁丙诺啡 -D3-TMS

\*\* 部件号 TS-38831

**推荐的 GC 色谱柱** **部件号**  
 TraceGOLD TG-5SiIMS 30m x 0.25m x 0.25 $\mu$ m 26096-1420

# 血液和尿液中丁丙诺啡和去甲丁丙诺啡的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0) 中加入内标物\*

摇匀 / 混匀并添加 1mL 尿液或血液

添加 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

必要时进行离心

葡糖醛酸苷酶水解

在 1mL 100mM 乙酸盐缓冲液中加入内标物\*

添加 1 至 5mL 尿液或血液

摇匀 / 混匀, 然后添加 2mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0)

使用 helix pomatia 水解 (5,000 单位 /mL), 在 60

条件下加热 3 小时

冷却后再进行进一步处理

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0) 然后抽干

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

2mL 去离子水

3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0)

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (5 至 10 分钟, 压力 >10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)

## 洗脱丁丙诺啡 / 去甲丁丙诺啡

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

注: 在进行下一步之前, 确保收集试管底部没有水滴存在。否则可能会增加干燥时间并降低 BSTFA 衍生化效率。

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L BSTFA

(含 1% TMCS)\*\*\*

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子	次级	三级
丁丙诺啡 -D4-TMS*	454	486	510
丁丙诺啡 -TMS	450	482	506
去甲丁丙诺啡 -TMS	468	500	524
去甲丁丙诺啡 -D3-TMS*	471	503	527

\* 推荐内标物

\*\* 建议的定量离子

\*\* 部件号 TS-38831 (10 x 1mL 安瓿)

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m 26AF130P

TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m 26AC497P

## 尿液、血液和血浆/血清中丁丙诺啡和去甲丁丙诺啡的HPLC确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 5.0) 中加入内标物 \*  
 添加 1mL 尿液、全血、血浆 / 血清  
 添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
 摇匀 / 混匀后进行适当离心  
 总和 (游离和结合的丁丙诺啡 / 去甲丁丙诺啡之和)  
 在 1mL 包含 5000 F 单位 /mL b- 葡萄糖苷酸酶的乙酸盐缓冲液 (pH 5.0) 中, 添加内标物 \*  
 在此溶液中添加 1mL 尿液或血液  
 摇匀 / 混匀  
 在 65 条件下水解 3 小时  
 冷却后添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 并混合  
 以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀  
 活化 Verify-CX 固相萃取柱  
 3mL 甲醇然后抽干  
 3mL 去离子水然后抽干  
 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干  
 注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸  
 上样  
 以 1 至 2mL/min 的速率上样  
 清洗  
 2mL 去离子水  
 3mL 100mM 乙酸  
 3mL 甲醇  
 抽干萃取柱 (5 至 10 分钟, 压力 >10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)

### 洗脱丁丙诺啡 / 去甲丁丙诺啡

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH OH (78:20:2, v/v/v) 4  
 或者  
 3mL 乙酸乙酯 / 乙腈 / 氨 (78:20:2, v/v/v)  
 以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
 吹干  
 在 <40 条件下吹干  
 复溶  
 添加 50μL 甲醇  
 定量  
 将 5μL 样品进样到 GC/MS 系统  
 对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	三级
丁丙诺啡	468.4/55.1
丁丙诺啡 -D4*	472.4/59.1
去甲丁丙诺啡	414.3/83.1
去甲丁丙诺啡 -D3*	417.4/55.1

\* 推荐内标物

流动相: 乙腈: 0.1% 甲酸 (50:50, v/v)

流速: 0.35mL/min

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD Phenyl 3μm, 50 × 2.1mm	25903-054630

## 尿中麻黄碱类和安非他命类药物的检测 (SPE-HPLC)

使用 30mg 1mL HyperSep Retain- CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-301)

### 活化:

1mL 甲醇, 1mL 水

### 上样:

1mL 尿液, 用 20μL 5N HCl 酸化

### 清洗:

2mL 0.1N HCl, 2 mL 100% 甲醇

### 洗脱:

2mL 5% 氨水的甲醇溶液

### 结果:

尿中麻黄碱, 伪麻黄碱, 安非他命, 甲基安非他命, MDA,MDMA 的回收率为 95%-101% 之间。

### HPLC 方法

#### 色谱柱:

Hypersil GOLD aQ 5μm, 150x4.6mm

#### 货号:

25305-154630

#### 流动相:

5/95 甲醇 /20mM K PO, pH7 2 4

#### 流速:

1mL/min

#### 进样量:

10μL

#### UV:

214nm

#### 温度:

30

# 尿液、血液和血浆/血清中咖啡因、茶碱和可可碱的LC/PDA确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 乙酸中加入内标物  
添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清  
添加 2mL 100mM 乙酸  
混匀后进行适当的离心  
活化 Verify-CX 固相萃取柱  
3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
3mL 100mM 乙酸

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水  
3mL 100mM 乙酸

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱 Beta 咖啡因 / 茶碱 / 可可碱

3mL 乙酸乙酯 / 甲醇 (90:10, v/v)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

## 吹干

在 <40 条件下吹干

## 复溶

1,000µL 0.1% 甲酸 (水溶液)

## 分析

将 20µL 样品进样到 LC/PDA 系统

流动相: 乙腈: 0.1% 甲酸 (10:90, v/v)

流速: 0.1mL/min

检测器: 二极管阵列 (200 至 350nm)

柱温: 室温

## 推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 3µm, 150 × 2.1mm

25003-152130

# 尿液中的羧基-delta 9-THC

使用 500mg 6mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱 (部件号: 60108-519)

## 样品制备

在 2mL 尿液中加入内标物 \*  
添加 100µL 10 M NaOH  
摇匀 / 混匀  
在 60 条件下水解 20 分钟  
冷却后再进行进一步处理  
使用约 1.0mL 的冰醋酸调整样品 pH 至 3.0  
活化 HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 乙酸盐缓冲液 (pH= 3.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

1 x 2mL 去离子水

1 x 2mL 100mM HCl/ACN (95:5)

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥  
5 至 10 分钟)

1 x 200µL 己烷然后抽干

## 洗脱

1 x 3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 在进行下一步之前, 确保收集试管底部没有水滴存在。  
否则可能会增加干燥时间并降低 BSTFA 衍生化效率。

在 <40 条件下吹干

## 衍生化

添加 50µL 乙酸乙酯

添加 50µL BSTFA (含 1% TMCS) \*\*

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA

## 分析

将 1 至 2µL 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物 (TMS)	初级离子 ***	次级	三级
羧基 -delta 9-THC-D3*	374	476	491
羧基 -delta 9-THC-D9*	380	476	497
羧基 -delta 9-THC	371	473	488

\* 推荐 GC/MS 内标物: - 羧基 -delta 9-THC-D9 和 9-THC-D3

\*\* 部件号 TS-38831

定量离子

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-35MS 30m × 0.25m × 0.25µm

26094-1420



尿液中羧基- $\delta_9$ -THC (pKa 4.5) 的GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

制备样品 - 葡萄糖醛酸苷碱水解产物

在 2mL 尿液中加入内标物 \* 和 100 $\mu$ L 10 M NaOH

摇匀 / 混匀

在 60 条件下水解 20 分钟

冷却后再进行进一步处理

使用约 1.0mL 的冰醋酸调整样品 pH 至 3.0( 检查 pH

确保 pH 值约为 3.0)

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇

3mL 去离子水

1mL 乙酸盐缓冲液 (pH 3.0)

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

2mL 去离子水

2mL 100mM HCl/ 乙腈 (95:5)

抽干萃取柱 (5 至 10 分钟, 压力 &gt;10 英寸汞柱 / 正压真空提取装置全流量)

200 $\mu$ L 己烷然后抽干 ( 去除所有残留水分的额外步骤)

洗脱羧基 THC

3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 在进行下一步之前, 确保收集试管底部没有水滴存在。否则可能会增加干燥时间并降低 BSTFA 衍生化效率。

吹干洗脱液

使用氮气流在 &lt;40 条件下将洗脱液彻底吹干衍生 \*\*

添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L BSTFA( 含 1% TMCS)\*\*\*

摇匀 / 混匀然后在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于 GC/MS 监测下列离子:

化合物 (TMS)	初级离子 ***	次级	三级
D <sub>3</sub> - 羧基 - $\delta_9$ -THC	374	476	491
D <sub>3</sub> - 羧基 - $\delta_9$ -THC*	380	479	497
羧基 - $\delta_9$ -THC	371	473	488

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\* 部件号 TS-38831 ( 10 x 1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m 26AF130PTRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m 26AC497P

## 血清、血浆和全血中的可卡因和苯甲酰芽子碱

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

样品制备

4mL 去离子水

添加内标物

1mL 样品 ( 血清、血浆或全血)

添加内标物

摇匀 / 混匀后静置 5 分钟

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH =6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为 6.0

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

活化 HyperSep Verify - CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 2mL 100mM 的 HCl

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 ( 在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱

1 x 3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

在 &lt;40 条件下吹干

分析

流动相复溶后进样至 HPLC 系统

推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 3 $\mu$ m, 150 x 4.6mm

25003-154630



# 全血中羧基-delta 9-THC、Delta-9-THC(原化合物)、Delta-9-羟基THC 的GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-730)

## 样品制备

在 1 至 2mL 全血中添加内标物\*

摇匀 / 混匀

混匀并逐滴添加总量 1mL 冰冷的乙腈

离心并将乙腈转移至清洁试管

使用约 2.0mL 100mM 的乙酸钠缓冲液

调整样品 pH 至 3.0 ± 0.5 (检查缓冲液的 pH 确保

pH 值约为 3.0)

活化 Verify - AX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 乙酸盐缓冲液 (pH 3.0) 然后抽干

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

2mL 100mM HCl/ 乙腈 (95:5)

抽干萃取柱 (5 至 10 分钟, 压力 >10 英寸汞柱 / 正压真

空提取装置全流量)

200µL 己烷然后抽干 (去除所有残留水分的额外步骤。可

以使用 200µL 甲醇替代己烷。)

可选: 抽干萃取柱 (5 分钟, 压力 >10 英寸汞柱 / 正压真

空提取装置全流量)

注: delta-9-THC (原化合物) 会被己烷所洗脱, 所以需要

特别注意不要在清洗 / 干燥步骤中使用超过 200µL 的己烷

(如果萃取柱允许长时间在真空或正压力气流下干燥, 则可以省去使用 200µL 己烷进行清洗的步骤)

洗脱 THC (代谢物)

2mL 己烷 (可选, 包含 delta-9-THC)

3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 在进行下一步之前, 确保收集试管底部没有

水滴存在。(否则可能会增加干燥时间并降低

BSTFA 衍生没有化效率。)

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

添加 50µL 乙酸乙酯和 50µL BSTFA (含 1% TMCS)\*\*\*

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA

定量

将 1 至 2µL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物 (TMS)	初级离子 ***	次级	三级
D <sub>3</sub> - 羧基 -delta-9-THC*	374	476	491
D <sub>9</sub> - 羧基 -delta-9-THC*	380	479	497
羧基 -delta-9-THC	371	473	488
D <sub>3</sub> - 羟基 -delta-9-THC*	374	462	477
羟基 -delta-9-THC	371	459	474
D <sub>9</sub> -delta-9-THC*	374	389	
Delta-9-THC (303,315,330,343)**	371	386	

\* 推荐内标物

\*\* 氘化 delta-9-THC 和非氘化化合物的共有离子

\*\* 部件号 TS-38831 (10 x 1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25µm 26AF130P

TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33µm 26AC497P

## 尿液中的羧基THC

使用 30mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-302)

样品制备  
2mL 尿液  
添加内标物\*  
添加 100 $\mu$ L 10N NaOH  
摇匀 / 混匀  
在 60 条件下水解 20 分钟  
冷却后再进行进一步处理  
使用 1.0mL 的冰醋酸调整样品 pH 至 3.5  $\pm$  0.5  
上样  
以 1 至 2mL/min 的速率上样  
活化 HyperSep Retain-CX 固相萃取柱  
1 x 1mL 去离子水  
1 x 1mL 0.1M HCl/ACN (70:30)  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 3 分钟)  
1 x 200 $\mu$ L 己烷  
2 x 0.5mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
在 <40 条件下吹干 洗脱液

衍生化  
添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯  
摇匀 / 混匀  
添加 50 $\mu$ L BSTFA (含 1% TMCS)\*\*  
盖子  
摇匀 / 混匀  
在 70 条件下加热 20 分钟  
冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

分析  
将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物 (TMS)	目标 (定量) 离子	定量离子
羧基-THC-TMS	371	473, 488
羧基-THC-D3-TMS*	374	476, 491

\* 推荐内标物: 羧基-THC-D3-TMS

\*\* 部件号 TS-38831

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TraceGOLD TG-35MS 30m $\times$ 0.25m $\times$ 0.25 $\mu$ m	26096-1420

## 尿液、血液和血浆/血清和组织中肌安宁和安宁片的GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

样品制备  
在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 3.0) 中加入内标物\*  
添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清或 1g (1:4) 组织匀浆  
添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 3.0)  
摇匀 / 混匀  
必要时进行离心  
活化 Verify-CX 固相萃取柱  
3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 3.0) 然后抽干  
注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸  
上样  
以 1 至 2mL/min 的速率上样  
清洗  
4mL 去离子水  
2mL 100mM HCl  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)  
3mL 己烷

洗脱肌安宁 / 安宁片  
3mL 二氯甲烷 / IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液  
在 <40 条件下吹干

定量  
使用 100 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶  
将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子**	次级	三级
肌安宁	158	104	245
安宁片	83	114	144
海索比妥*	221	157	81
安宁片-D7*	90	121	151

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m $\times$ 0.20mm $\times$ 0.33 $\mu$ m	26AC497P

# 尿液中氯硝西洋和7-氨基氯硝西洋的GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

制备样品 - 葡萄糖苷酸酶水解  
在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1mL 的 - 葡萄糖苷酸酶溶液  
- 葡萄糖苷酸酶 :100mM 乙酸盐缓冲液 (pH=5.0) 中 5,000 F 单位 /mL Patella Vulgata  
摇匀 / 混匀  
在 65 条件下水解 3 小时  
冷却后再进行进一步处理  
活化 Verify-CX 固相萃取柱  
3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干  
注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸  
上样  
以 1 至 2mL/min 的速率上样  
清洗  
2mL 去离子水  
2mL 20% 乙腈 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)  
2mL 己烷  
洗脱氯硝西洋和 7 - 氨基氯硝西洋  
3mL 含 2% NH<sub>4</sub>OH 的乙酸乙酯  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶液

吹干洗脱液  
在 <40 条件下吹干  
衍生化  
添加 50μL 乙酸乙酯和 50μL MTBSTFA( 含 1% TBDMCS)\*\*\*  
摇匀 / 混匀  
在 90 条件下反应 20 分钟  
远离热源进行冷却  
注: 请勿吹干 MTBSTFA 溶液  
定量  
将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子 (GC/MS) :

化合物	初级离子 **	次级	三级
氯硝西洋 -TBDMS	372	374	326
7- 氨基氯硝西洋 -TBDMS	342	344	399
氯硝西洋 -D4-TBDMS	376	378	377
7- 氨基氯硝西洋 -D4-TBDMS	346	348	403

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-48927(10 x 1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

# 尿液、血液、血浆/血清和组织中碱性药物的HPLC 分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

样品制备  
在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物  
摇匀 / 混匀  
添加 1 至 5mL 尿液、1mL 血液, 血浆或血清, 或 1g (1:4) 组织匀浆  
摇匀 / 混匀  
添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
样品 pH 应为 6.0 ± 0.5; 使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整样品 pH  
必要时进行离心  
活化 Verify-CX 固相萃取柱  
3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干  
注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸  
上样  
以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗  
3mL 去离子水  
1mL 100mM 乙酸  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)  
洗脱碱性物质  
2mL CH<sub>3</sub>OH/NH<sub>4</sub>OH (98:2)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂  
萃取  
在洗脱液中添加 2.0mL 去离子水和 500μL 二氯甲烷  
摇匀 / 混匀  
以 2,000rpm 转速离心 10 分钟  
将有机相底层转移到清洁的试管中  
吹干  
在 <40 条件下吹干  
定量  
在流动相中复溶并进样至 HPLC 系统

## 血清、血浆全血、尿液和组织中的可卡因和苯甲酰芽子碱和可卡乙碱

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)  
 添加内标物 \*  
 添加 1mL 全血、血清 / 血浆或尿液, 或 1g 组织匀浆 (1:4)  
 添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)  
 摇匀 / 混匀  
 离心  
 活化 HyperSep Verify -CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇  
 1 x 3mL 去离子水  
 1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

1 x 3mL 去离子水  
 1 x 3mL 100mM 的 HCl  
 1 x 3mL 甲醇抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱

1 x 3mL 乙酸乙酯; ACN: 氨 (78:20:2 v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

使用平缓的氮气流将洗脱液吹干

## 分析

用 50 $\mu$ L 的甲醇复溶样品将 5 $\mu$ L 样品进样至 LC/MS

化合物	MRM 参数
可卡因	304.2/182.3
可卡因 -D3*	307.2/185.2
苯甲酰芽子碱	290.1/168.0
苯甲酰芽子碱 -D8*	298.2/171.3
可卡乙碱	318.2/196.2
可卡乙碱 -D8*	326.2/204.2

\* 内标物: 可卡因 -D3、苯甲酰芽子碱 -D8、可卡乙碱 -D8

## 推荐的 HPLC 色谱柱

## 部件号

Hypersil GOLD 3 $\mu$ m, 150 x 2.1mm	25003-152130
--------------------------------------	--------------

## 尿液、血液和血浆/血清和组织中芬太尼及其类似物的GC或GC/MS确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
 添加 1 至 5mL 尿液、血液、血浆 / 血清, 或 1g (1:4) 组织匀浆  
 摇匀 / 混匀  
 添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
 样品 pH 应为 6.0  $\pm$  0.5  
 使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH  
 必要时进行离心

## 活化 Verify -CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
 3mL 去离子水然后抽干  
 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水  
 1mL 100mM 乙酸  
 3mL 甲醇  
 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱芬太尼

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH OH (78:20:2) 4

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH OH 4 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 浓缩

在 &lt;40 条件下吹干

使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

## 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
芬太尼	245	146	189
D <sub>5</sub> - 芬太尼 *	250	151	194
- 甲基芬太尼	259	203	146
仲氟代芬太尼	263	164	207
3- 甲基芬太尼	259	160	203
噻吩芬太尼	245	146	189
舒芬太尼	289	140	
卡芬太尼	303	187	
洛芬太尼	317	201	289
阿芬太尼	289	268	194

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

## 推荐的 GC 色谱柱

## 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

# 尿液、血液和血浆/血清和组织中可卡因和苯甲酰芽子碱的 GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 2mL 尿液、血液、血浆 / 血清或 1g (1:4) 组织匀浆  
摇匀 / 混匀  
添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀  
样品 pH 应为 6.0 ± 0.5  
使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH  
必要时进行离心  
活化 Verify-CX 固相萃取柱  
3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水

2mL 100mM HCl

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱可卡因和苯甲酰芽子碱

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

## 衍生化

添加 50μL 乙酸乙酯和 50μL BSTFA\*\*

(含 1% TMCS)\*\*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

## 定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子 (GC/MS):

化合物	初级离子 **	次级	三级
D <sub>3</sub> -可卡因 *	185	201	306
可卡因	182	198	303
D <sub>3</sub> -苯甲酰芽子碱 -TMS*	243	259	364
苯甲酰芽子碱 -TMS	240	256	361

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\* 部件号 TS-38831 (10 x 1mL 安瓿)

## 推荐的 GC 色谱柱

## 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m × 0.25mm × 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m × 0.20mm × 0.33μm	26AC497P

# 胎粪中可卡因及其代谢物的 GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

使用 2mL 甲醇混匀 0.5 至 1g 胎粪  
离心并将上清液转移至清洁试管  
在每个试管中添加 3mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0),  
内标物并混合  
为了实现更好的萃取, 基质中的水分必须高于有机物  
活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

干燥

清洗

3mL 去离子水

2mL 100mM HCl

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱可卡因和苯甲酰芽子碱

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH  
混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干

在不加热的条件下将洗脱溶剂吹干

衍生化

添加 50μL 乙酸乙酯和 50μL BSTFA\*\*(含 1% TMCS\*\*\*)

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子 (GC/MS):

化合物	初级离子 **	次级	三级
D <sub>3</sub> - 可卡因 *	185	201	306
可卡因	182	198	303
D <sub>3</sub> - 苯甲酰芽子碱 -TMS*	243	259	364
苯甲酰芽子碱 -TMS	240	256	361

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\* 部件号 TS-38831 (10 x 1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

# 全血中的Delta 9-THC、Delta 9-羟基THC、羧基-Delta-9-THC

使用 200mg 6mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60108-730)

## 样品制备

1 至 2mL 全血

添加酒精配置的内标物 \*

逐滴添加总量 2mL 冰冷的 ACN

充分混合后离心

将 ACN 转移至清洁试管

使用空气或氮气流将 ACN 吹干至 200µL

添加 2mL 蒸馏水 (pH~6.0-7.0)

注：要用冷的 ACN，并缓慢添加以避免沉淀

上样

无需任何活化步骤，直接将样品上样至萃取柱

清洗

使用 1mL (84/15/1) 水 /ACN/NH<sub>4</sub>OH 清洗

在真空条件下彻底干燥萃取柱

注：正确地干燥萃取柱对于获得最高的化合物

回收率是非常重要的

## 洗脱

1 x 3mL 己烷 / 乙酸乙酯 / 冰醋酸 (49:49:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集

使用干燥的空气或氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液  
衍生化

添加 50µL 乙酸乙酯

摇匀 / 混匀

添加 50µL BSTFA (含 1% TMCS) \*\*\*

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注：请勿吹干 BSTFA

分析

进样 2µL 到 GC/MS

对于质谱分析，监测下列离子：

## 衍生程序：

衍生试剂	THC(T-005)** (D3 THC){T-003}**	THC-OH(H-041)** (D3 THC-OH){H-027}**	THC-COOH(T-006)** (D9 THC-COOH){T007}**
BSTFA	371, 343, 386 (374,346,389)	371, 459, 474 (374,462,477)	371, 473, 488 (380,479,497)

\* 推荐 GC/MS 内标物：D9-羧基-delta 9-THC、D3-羟基-delta 9-THC、D3-delta 9-THC

\*\* 氘化 delta-9 THC 和非氘化化合物的共有离子

\*\*\* 部件号 TS-38831

## 推荐的 GC 色谱柱

## 部件号

TraceGOLD TG-35MS 30m x 0.25m x 0.25µm 26096-1420



## 尿液中DHEA、睾酮和表睾酮的 GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

吸取 5mL 尿液注入硼硅玻璃试管  
添加内标物\*，并使用浓缩的单碱或二碱磷酸钠调整  
样品 pH 至 5.5-6.5 之间  
混合样品  
以 3,000rpm 转速离心 5 分钟  
活化 Verify - CX 固相萃取柱  
3mL 甲醇  
3mL 去离子水  
1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
上样  
将上清液倒入萃取柱  
使其在重力作用下可以流动  
清洗  
3mL 去离子水  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥  
10 分钟)  
洗脱类固醇  
3mL 甲醇  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
酶水解  
使用氮气流吹干洗脱液；添加 2mL 0.2M 磷酸盐缓冲液 (pH  
7.0) 和 250 单位的  $\alpha$ -葡萄糖苷酸酶摇匀 / 混匀后在 50  
条件下培养 1 小时冷却样品，密封并使用 1:1 NaHCO<sub>3</sub>/  
Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 混合物调整 pH 至 10-11。

### 再进行一次净化

每个样品中添加 5mL n- 丁基氯。盖上试管并强烈振摇 10  
分钟，然后以 3000rpm 的转速离心 5 分钟。将有机层转  
移至清洁试管并在氮气流中吹干。将吹干后的样品放入干  
燥器，并在真空中进一步干燥 30 分钟。

### 衍生化

添加 50 $\mu$ L MSTFA<sup>\*\*\*</sup>/NH<sub>4</sub>I / 二硫赤藓醇 (1000:2:5, 4 v/w/w)  
并在 70 条件下培养 20 分钟以 3000rpm 的转速离心样品  
1 分钟并直接转移至 GC 进样瓶

### 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析，监测下列离子：

化合物	初级离子 **	次级
睾酮	432	417
表睾酮	432	417
DHEA	432	417
16 羟基睾酮*	520	259

\* 推荐 GC/MS 内标物，浓度 20ng/mL

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-48910(10 x 1mL 安瓿)

### 推荐的 GC 色谱柱

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 血液和尿液中的度洛西汀

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6)  
添加内标物\*  
添加 1mL 血液或尿液  
添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6)  
摇匀 / 混匀  
样品 pH 应为 6.0  $\pm$  0.5  
使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH  
摇匀 / 混匀  
离心  
活化 HyperSep Verify - CX 固相萃取柱  
1 x 3mL 甲醇  
1 x 3mL 去离子水  
1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6)  
注：在 <3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸  
上样  
以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

1 x 3mL 去离子水  
1 x 3mL 100mM 乙酸  
1 x 3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)  
洗脱  
1 x 3mL 二氯甲烷 / 异丙醇 / 氨 (78:20:2 v/v)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
使用平缓的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液  
分析  
用 200 $\mu$ L 0.1% 甲酸复溶样品  
将 5 $\mu$ L 样品进样至 LC/MS

化合物	次级
乙基吗啡*	314.2/152.2
度洛西汀	298.1/44.1

\* 内标物：乙基吗啡



## 血清、血浆或全血中加巴喷丁的GC或GC/MS确认分析

使用 100mg 1mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号 :60108-302)

## 样品制备

在 500 $\mu$ L 血液、血浆或血清中, 添加内标物 \*混匀试管并添加 500 $\mu$ L 20% 乙酸

再次混匀试管

必要时进行离心

活化 C18 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1 mL 100mM 的 HCl

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

3mL 乙酸乙酯

3mL 己烷

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟

或等待萃取柱干燥)

洗脱加巴喷丁

1mL 2% 氨甲丙酮溶液

吹干洗脱液

在 &lt;40 条件下吹干

## 衍生化

添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L BSTFA(含 1% 丁 MCS)\*\* 或添加 50 $\mu$ L MTBSTFA(含 1% TMCS)\*\* 和 50 $\mu$ L

乙酸乙酯

密封并在 70 条件下加热 30 分钟

远离热源进行冷却

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
加巴喷丁	210	225	182
加巴喷丁 -D10*	220	235	192

\* 推荐内标物

\*\* 部件号 TS-38831(10 x 1mL 安瓿)

\*\*\* 部件号 TS-48927(10 x 1mL 安瓿)

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m 26AF130PTRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m 26AC497P

## 参考文献

Wolf, C.E. II, Sady J., and Pokalis, A. (1996). Determination of gabapentin in serum using solid phase extraction and gas chromatography. Journal of Analytical Toxicology, 20, 498-501

## 尿液中氟硝西泮及其代谢物的GC或GC/MS确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

## 制备样品 - 葡萄糖普酸酶水解

在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1mL 的 - 葡萄糖苷

酸酶溶液

- 葡萄糖苷酸酶 :100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 5.0)

中 5,000 F 单位 /mL Patella Vulgata

摇匀 / 混匀

在 65 条件下水解 3 小时

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

2mL 20% 乙腈 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

2mL 己烷

洗脱氟硝西泮、7- 氨基氟硝西泮和去甲氟硝西泮

3mL 含 2% NH<sub>4</sub>OH 的乙酸乙酯

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂

## 吹干洗脱液

在 &lt;40 条件下吹干

衍生化

添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L MTBSTFA(含 1% TBDMCS)\*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 M 下 BS 下 FA 溶液

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
氟硝西泮	312	286	266
7 - 氨基氟硝西泮	283	255	254
去甲氟硝西泮	356	357	310
D <sub>5</sub> - 奥沙西泮 *	462	464	463

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-48927(10 x 1mL 安瓿)

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m 26AF130PTRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m 26AC497P

## 血液、尿液和组织中的Gamma-羟基丁酸(GHB)

使用 200mg 6mL Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-412)

### 样品制备

GHB 标准物; 200µg/mL 水溶液

GHB - D6 内标物; 100µg/mL

标准物	全血	浓度
10µL	200µL	10µg/mL
25µL	200µL	25µg/mL
50µL	200µL	50µg/mL
100µL	200µL	100µg/mL

制备校正标准物并吸取 200µL QC 样品和未知血样加入相应标记的 1.5mL 塑料离心管

添加 25µL 内标物 \*

添加 1mL 丙酮

摇匀 / 混匀 15 秒

离心

将丙酮液层转移至培养管

在 70 ° 条件下用 N<sub>2</sub> 吹干萃取物

使用 200µL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 复溶萃取物

摇匀 / 混匀 15 秒

活化 HyperSep Retain AX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

上样

使用 Eppendorf 移液管添加样品

### 洗脱

将清洁的试管放入真空提取装置内

添加 1mL 甲醇 /NH<sub>4</sub>OH (99:1) 至原样品试管

摇匀 / 混匀

转移至萃取柱并收集萃取物

在约 1 英寸汞柱的压力下抽干

浓缩

将试管从真空装置中取下

使用 N 在 70 ° 条件下吹干 2

衍生化

添加 100µL 乙酸乙酯和 100 µL BSTFA (含 1% TMCS\*\*)

摇匀 / 混匀

加热至 70 ° 维持 30 分钟

分析

将 1 至 2µL 样品进样到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 *	次级	三级
GHB-D6-di-TMS*	239	240	241
GHB-di-TMS	233	234	235

\* 推荐 GC/MS 内标物: D6-GHB

\*\* 部件号 TS-38831

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TraceGOLD TG-35MS 30m x 0.25mm x 0.25µm 26094-1420

## 全血和尿液中的美沙芬和苯环利定

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-314)

### 样品制备

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

添加内标物 \*

添加 1mL 血液、尿液

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

摇匀 / 混匀

离心

活化 HyperSep Retain-CX 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 100mM 乙酸

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 10 分钟)

### 洗脱

1 x 3mL 乙酸乙酯: ACN: 氢氧化铵 (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

使用平缓的氮气流在 <40 ° 温度下吹干洗脱液

分析

用 50µL 甲醇溶解残留物, 并进样 5µL 样品至 LC/MS

化合物	MRM 参数
PCP	244.3/159.2
PCP-D5	249.3/264.1
美沙芬	272.1/128.1
美沙芬 -D3*	275.1/131.0

\* 推荐内标物: 美沙芬 -D3

推荐的 HPLC 色谱柱

部件号

Hypersil GOLD 3µm, 150 x 4.6mm 25003-154630

## 尿液中未转换为Gamma-丁内酯(GBL)的Gamma羟基丁酸(GHB)

使用 200mg 6mL Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-412)

### 样品制备

200 $\mu$ L 尿液  
添加内标物\* 和 100 $\mu$ L 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀  
活化 HyperSep Retain AX 固相萃取柱  
1 x 3mL 甲醇  
1 x 3mL 去离子水  
1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)  
上样  
将试管置于真空装置内进行收集  
收集上样样品和洗液  
将样品转移至萃取柱。在约 1 英寸汞柱的压力下抽干  
洗脱  
添加 1mL 甲醇 /NH<sub>4</sub>OH (99:1) 至原样品试管  
摇匀 / 混匀  
将洗液转移至萃取柱  
洗脱液使用空气或 N<sub>2</sub> 流在 60 条件下吹干

### 样品净化

添加 200 $\mu$ L 二甲基甲酰胺  
添加 1mL 二甲基甲酰胺饱和的己烷  
倒置混合 5 分钟  
以 3,000rpm 转速离心 5 分钟  
将底层二甲基甲酰胺转移到清洁的试管中  
使用空气或 N 流在 <50 条件下吹干 2  
衍生化  
添加 100 $\mu$ L 乙酸乙酯和 100 $\mu$ L BSTFA(含 1% TMCS)\*\*  
摇匀 / 混匀  
分析  
将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子*	次级	三级
GHB-D6-di-TMS*	239	240	241
GHB-di-TMS	233	234	235

\* 推荐 GC/MS 内标物: D6-GHB

\*\* 部件号 TS-38831

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TraceGOLD TG-35MS 30m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26094-1420

## 尿液、血液和血浆/血清和中克他命的GC或GC/MS确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物\*  
添加 1 至 2mL 尿液、血液或血浆 / 血清  
摇匀 / 混匀  
添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
样品 pH 应为 6.0  $\pm$  0.5  
使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH  
必要时进行离心  
活化 Verify-CX 固相萃取柱  
3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水  
3mL 100mM 乙酸  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟  
或等待萃取柱干燥)

### 洗脱克他命

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)  
在最小真空条件下以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干  
使用 100 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

### 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子*	次级	三级
D <sub>4</sub> -克他命*	184	213	156
克他命	180	209	152

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 尿液、血液和血浆/血清中芬太尼/去甲芬太尼的LC/MS/MS确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*

添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 &lt; 3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

1mL 100mM 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱芬太尼 / 去甲芬太尼

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干

在 &lt;40 条件下吹干

在 100μL 甲醇中复溶样品

定量

进样 5μL 至 LC/MS/MS 系统

监测下列离子:

化合物	MRM 参数
芬太尼	333.2/188.3
芬太尼 - D 5 *	342.3/188.2
去甲芬太尼	233.2/84.1
去甲芬太尼 - D 5 *	238.3/84.1

\* 推荐内标物

流动相: 乙腈: 0.1% 甲酸 (50:50, v/v)

流速: 0.35mL/min

柱温: 室温

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD PFP 3μm, 150 × 2.1mm	25403-152130

## 血清或血浆中三环类抗抑郁剂的HPLC 分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 血清或血浆中添加内标物 \* 和 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 &lt; 3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

1mL 100mM 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱三环类抗抑郁剂

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液

在 &lt;40 条件下吹干

复溶

使用 200μL 乙酸乙酯: 去离子水 (1:3) 复溶

剧烈摇匀 / 混匀 30 秒

分析

柱温: 30

流动相: A: 0.1% 甲酸

B: ACN + 0.1% 浓度甲酸

梯度: 15 分钟内 B 从 30% 升至 50%

流速: 1mL/min

检测器: 紫外 (254nm)

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD 5μm, 150 × 4.6mm	25005-154630

# 血清、血浆或全血中麦角酸酰二乙胺(LSD)的GC或GC/MS确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 血液、血浆或血清中，添加 4mL 去离子水和内标物\*

摇匀 / 混匀后静置 5 分钟

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟，弃沉淀

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注：在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

3mL 100mM 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱 LSD

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

在最小真空条件下以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注：使用当天新鲜制备的洗脱溶剂；添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物，然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

添加 20 $\mu$ L 乙酸乙酯和 20 $\mu$ L BSTFA\*\*(含 1% TMCS)\*\*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 30 分钟

远离热源进行冷却

注：请勿吹干 BSTFA 溶液

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析，监测下列离子：

化合物	初级离子 *	次级	三级
D <sub>3</sub> -LSD-TMS*	298	296	271
LSD-TMS	395	293	268

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\* 部件号 TS-38831(10 x 1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m 26AF130P

TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m 26AC497P

## 尿液中麦角酸酰二乙胺(LSD)的GC或GC/MS确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 5mL 尿液中添加内标物和 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

必要时进行离心

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

3mL 100mM 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱 LSD

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

在最小真空条件下以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH

混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

添加 20 $\mu$ L 乙酸乙酯和 20 $\mu$ L BSTFA\*\*

(含 1% TMCS)\*\*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 20 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 *	次级	三级
D <sub>3</sub> -LSD-TMS*	298	296	271
LSD-TMS	395	293	268

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\* 部件号 TS-38831 (10 x 1mL 安瓿)

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 血清中睾酮类检测 (SPE - HPLC)

使用 30mg 1mL HyperSep Retain- PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-201)

## 活化:

1mL 甲醇, 1mL 水

## 上样:

1mL 血清, 用 20 $\mu$ L 磷酸酸化

## 清洗:

1mL 5% 甲醇的水溶液

## 洗脱:

1mL 二氯甲烷: 甲醇 (50:50)

## 结果:

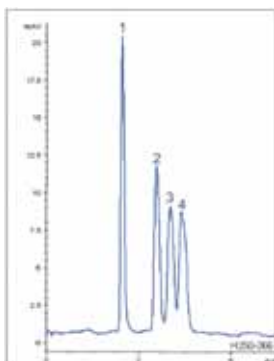
典型睾酮类 HPLC 图

(1) 11-Ketotestosterone

(2) 去甲睾酮

(3) 睾酮

(4) 表睾酮



## HPLC 方法

## 色谱柱:

Hypersil GOLD 5 $\mu$ m, 150 x 4.6 mm

## 货号:

25005 - 154630

## 流动相:

水 / 乙腈, 43/57

## 流速:

1 mL / min

## 进样量:

10 $\mu$ L

## UV:

254 nm

## 温度:

25



## 血液、血浆、血清和尿液中的LSD 及其代谢物

使用 200mg 3mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱 (部件号 : 60108-425)

## 样品制备

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

添加内标物 \*

添加 1mL 全血、血浆 / 血清、尿液

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

摇匀 / 混匀

离心

活化 HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 100mM 乙酸

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱

1 x 3mL 乙酸乙酯 ; ACN : 氨 (78:20:2 v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

使用平缓的氮气流将洗脱液吹干

## 分析

用 50µL 的甲醇复溶样品

将 5µL 样品进样至 GC/MS

流动相 :

时间%	ACN%	0.1%甲酸
0	30	70
3.0	90	10
3.1	30	70
5.0	30	70

流速 : 0.5mL/min

柱温 : 室温

检测器 : Thermo Scientific TSQ 三重四极杆质谱仪

化合物	MRM 参数
LSD	324.2/223.1
Iso-LSD	324.2/281(223.1)
Nor-LSD	310.2/209.1
OH-LSD	356.2/338.1
LSD-D3*	327.2/226.1

\* 推荐内标物 : LSD-D3

回收率 : &gt;90% (N=10)

检测限 : 0.1ng/mL

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD PFP 3µm , 100 x 2.1mm	25403-102130

## 血液、血浆、血清和尿液中的度冷丁和去甲度冷丁

使用 200mg 3mL HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱 (部件号 : 60108-425)

## 样品制备

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

添加内标物 \*

添加 1mL 全血、血浆 / 血清、尿液

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

摇匀 / 混匀

离心

活化 HyperSep Aminopropyl 固相萃取柱

1 x 3mL 甲醇

1 x 3mL 去离子水

1 x 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

注 : 在 &lt; 3 英寸汞柱的压力下抽干 , 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

1 x 3mL 去离子水

1 x 3mL 100mM 乙酸

1 x 3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 &gt;10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱

1 x 3mL 乙酸乙酯 ; ACN : 氨 (78:20:2 v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

使用平缓的氮气流将洗脱液吹干

## 分析

用 50µL 的甲醇复溶样品

将 5µL 样品进样至 GC/MS

流动相 :

时间%	ACN%	0.1%甲酸
0	90	10
5	30	70
6	90	10
10	90	10

流速 : 0.35mL/min

柱温 : 室温

检测器 : Thermo Scientific TSQ 三重四极杆质谱仪

化合物	MRM 参数
度冷丁	248.2/220.0
度冷丁 - D4 *	252.2/224.1
去甲度冷丁	234.1/160.0
去甲度冷丁 - D4 *	238.1/164.0

\* 推荐内标物 : 度冷丁 -D4 和去甲度冷丁 -D4

回收率 : &gt;90% (n=10)

检测限 : 10ng/mL

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD 3µm , 150 x 2.1mm	25003-152130

# 血液、血浆/血清和组织中游离(未结合)阿片类药物的 GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 : 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*

添加 1mL 血液、血浆 / 血清或 1g (1:4) 组织匀浆

摇匀 / 混匀并静置 5 分钟

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

3mL 100mM 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

3mL 甲醇

抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱阿片类药物

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

衍生化

添加 50 $\mu$ L 乙酸乙酯和 50 $\mu$ L BSTFA

( 含 1% TMCS)\*\*\*

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 30 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
可待因 - D3 - TMS *	374	237	346
可待因 - TMS	371	234	343
吗啡 - D3 - TMS *	432	290	327
吗啡 - TMS	429	287	324

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-38831(10 x 1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P



# 尿液、血液和血浆/血清和组织中美沙酮/EDDP 的 GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 1mL 尿液、全血、血浆 / 血清或 1g (1:4) 组织匀浆  
添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

摇匀 / 混匀

必要时进行离心

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注：在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

1mL 100mM 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱美沙酮 /EDDP

3mL 乙酸乙酯 / 乙腈 / 氨 (78:20:2, v/v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注：使用当天新鲜制备的洗脱溶剂

吹干

在 <40 条件下吹干

复溶

在 100 $\mu$ L 甲醇中复溶样品

分析

将 5 $\mu$ L 样品进样到 GC/MS 系统

监测下列离子：

化合物	MRM 参数
美沙酮	310.2/105.1
美沙酮 -D9*	319.2/268.3
EDDP	278.2/234.2
EDDP-D3*	281.4/234.3

\* 推荐内标物

流动相：

时间 (分)%	乙腈 %	0.1% 甲酸
0	25	75
5	25	75
14	90	10
15	25	75
20	25	75

流速：0.35mL/min

柱温：室温

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD aQ 3 $\mu$ m, 150 $\times$ 2.1mm	25303-152130

## 尿液中的美沙酮的GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

1mL 100mM 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱美沙酮

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

浓缩

在 <40 条件下吹干

使用 100μL 乙腈复溶

定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
D 9 - 美沙酮 *	78	226	303
美沙酮	72	223	294

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m × 0.25mm × 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m × 0.20mm × 0.33μm	26AC497P

## 尿液、血液和血浆/血清中安眠酮的GC 或GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 样品制备

在 2mL 尿液、血液、血浆 / 血清中, 添加内标物 \* 和 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为  $6.0 \pm 0.5$

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

必要时进行离心

活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 < 3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

清洗

3mL 去离子水

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

2mL 己烷

## 洗脱安眠酮

3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50); 收集洗脱液

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

使用 100μL 乙酸乙酯复溶

定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
安眠酮	235	250	233
海索比妥 *	221	157	156
安眠酮 - D7 *	240	257	240

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

## 推荐的 GC 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m × 0.25mm × 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m × 0.20mm × 0.33μm	26AC497P

## 尿液、血液和血浆 / 血清中安眠酮的 LC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 : 60108-742)

### 样品制备

在 1mL100mm 磷酸盐缓冲液 (PH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 1mL 尿液、全血、血浆 / 血清  
添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (PH 6.0)  
混匀后进行适当的离心

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1mL100mm 磷酸盐缓冲液 (PH 6.0)

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水  
抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟 )  
2mL 己烷

### 洗脱安眠酮

3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

### 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

### 复溶

使用 100μL 甲醇复溶

### 分析

将 5μL 样品进样到 GC/MS 系统  
监测下列离子 :

化合物	MRM 参数
安眠酮	251.2/132.1
安眠酮 -D7*	258.2/138.2

### \* 推荐内标物

流动相 : 乙腈 : 0.1 % 甲酸 (30:70,v/v)  
流速 :0.35mL/min

## 尿液或血清中尼古丁和可替宁的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 : 60108-742)

### 样品制备

在 2mL 尿液或血清中添加内标物 \* 和 2mL100mm  
磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
样品 pH 应为 6.0 ± 0.5  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH  
摇匀 / 混匀后适当的进行离心

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水  
2mL200mm HCl  
抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟 )  
2mL 己烷

### 清洗

取下收集试管架, 重新清洗萃取柱  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟 )

### 洗脱尼古丁和可替宁

#### 更换收集试管架

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注 : 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂 ; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH  
混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 浓缩

在 <40 条件下吹干  
注意不要过热或过度干燥  
使用 100μL 乙酸乙酯复溶

### 定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱  
监测下列离子 (GC/MS) :

化合物	初级离子 **	次级	三级
尼古丁	84	133	162
尼古丁 -D4*	88	137	166
可替宁	98	119	176
可替宁 -D3*	101	122	179

\* D<sub>4</sub>- 可替宁和 D<sub>4</sub>- 尼古丁月用作含重氢的内标物

\*\* 定量离子

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

# 尿液中的阿片类药物—四甲基硅肪的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 制备样品—葡糖醛酸普酸水解

在 2mL 尿液中添加内标物<sup>†</sup>和 400 $\mu$ L 的浓缩 HCl  
添加 200 $\mu$ L 10% 轻氨溶液  
摇匀 / 混匀  
在加热器中使用 90 加热 40 分钟, 或使用高压蒸气  
灭菌器进行 15 分钟液体循环  
冷却后再进行进一步处理

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

添加 500 $\mu$ L 50% 氢氧化钠

摇匀 / 混匀

使用 50% 氢氧化钠以逐滴添加的方式调整样品 pH 至 5-6

## 制备样品—葡糖醛酸普酶水解

在 2mL 尿液中添加内标物关和缓冲液中制备的酶  
摇匀 / 混匀  
在加热器中加热至 60 并保持足够长的时间 (时间取  
决于分析物和酶)

添加 200 $\mu$ L 10% 轻氨溶液

在加热器中加热至 60 维持 30 分钟

调整 pH 值至 5-6

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水

3mL 100mm 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱阿片类药物

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/N H<sub>4</sub>OH  
混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

## 衍生化

添加 100 $\mu$ L 乙酸乙酯和 100 $\mu$ L BSTFA  
(含 1%TMCS)<sup>\*\*\*</sup>

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在加热器中以 70 条件反应 45 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

## 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

对干质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
D <sub>4</sub> - 度冷丁 *	251	222	250
度冷丁	247	218	246
D <sub>4</sub> - 去甲度冷丁 TMS*	308	280	309
去甲度冷丁 TMS*	305	276	304
曲马朵 TMS	335	245	290
O- 去甲基曲马朵 TMS	393	378	303
N- 去甲基曲马朵 TMS	393	378	116
戊哇辛 TMS	357	342	289
D <sub>3</sub> - 可待因 TMS*	374	359	346
D <sub>6</sub> - 可待因 TMS*	377	349	316
可待因 TMS	371	356	343
去甲可待因 TMS	429	414	356
双氢可待因 TMS	373	315	358
D <sub>3</sub> - 吗啡 TMS*	432	417	404
D <sub>6</sub> - 吗啡 TMS*	435	420	404
吗啡 TMS	429	414	401
去甲吗啡 TMS	487	472	414
二乙酰吗啡	369	327	268
D <sub>3</sub> - 氢可酮肟 TMS	389	300	374
D <sub>6</sub> - 氢可酮肟 TMS*	392	303	377
氢可酮肟 TMS	386	297	371
D <sub>3</sub> - 氢吗啡酮肟 TMS	447	432	358
氢吗啡酮肟 TMS	444	429	355
D <sub>3</sub> - 氧可酮肟 TMS	477	462	420
D <sub>6</sub> - 氧可酮肟 TMS*	480	465	420
氧可酮月肟 TMS	474	459	417
D <sub>3</sub> - 氧吗啡酮肟 TMS	535	520	290
氧吗啡酮肟 TMS	532	517	287

\* 推荐 GC/MS 内标物; 建议可尝试使用 D<sub>6</sub>- 可待因  
和 D<sub>6</sub>- 吗啡作为最低 LOD/LOQ

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS38831(10x 1mL 安瓿)

## 推荐的 GC 色谱柱

## 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m 26AF130P

TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m 26AC497P

# 尿液中阿片类药物 - 丙基衍生物的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

## 制备样品 - 葡糖醛酸普酸水解

在 2mL 尿液中添加内标物苦和 400 $\mu$ L 的浓缩 HCl  
添加 200 $\mu$ L 10% 轻氨溶液  
摇匀 / 混匀  
在加热器中使用 90 加热 40 分钟, 或使用高压蒸气  
灭菌器进行 15 分钟液体循环  
冷却后再进行进一步处理  
以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀  
添加 500 $\mu$ L 50% 氢氧化铁  
摇匀 / 混匀  
使用 50% 氢氧化铁以逐滴添加的方式调整样品 pH 至 5-6

## 制备样品 - 葡糖醛酸普酶水解

在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1mL 的 - 葡萄糖苷酸酶  
溶液 ( - 葡萄糖苷酸酶溶液包含 5000F 单位 /mL)  
在 60 条件下水解 3 小时  
以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀  
使用 1.0 M NaOH 调整样品 pH 至 5-6。

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水  
3mL 100mm 乙酸盐缓冲液 (pH 4.5)  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱阿片类药物

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (84:12:4)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>O H  
混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

## 衍生化

添加 200 $\mu$ L 1:1 的丙酐: 噻啉溶液  
注: 使用当天新鲜制备的此溶液

摇匀 / 混匀  
在加热器中以 60 条件反应 60 分钟  
远离热源进行冷却  
在 <40 条件下吹干  
使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯 / 甲醇 (70:30, v/v)

## 复溶残留物

## 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
氢可酮	299	242	214
可待因	355	282	229
可待因 -D3*	358	285	232
氧可酮	371	314	298
氢吗啡酮	285	341	228
6- 乙酰吗啡	327	268	383
氧吗啡酮	357	300	413
吗啡	341	268	397
吗啡 -D3*	344	271	400

## \* 推荐内标物

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

# 尿液、血液和血浆 / 血清中帕罗西丁的 LC/MS/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 :60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入  
内标物 \*

添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清  
添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
混匀后适当的进行离心

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
添加 3mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水  
3mL 100mm 乙酸  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱帕罗西丁

3mL 乙酸乙酯 / 乙腈 / 氢氧化铵 (78:20:2,v/v/v)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

## 吹干

在 <40 条件下吹干

## 复溶

100µL 甲醇

## 分析

将 5µL 样品进样到 GC/MS/MS 系统  
监测下列离子:

化合物	MRM 参数
帕罗西丁	330.0/190.1
帕罗西丁 -D6*	336.0/76.1

\* 推荐内标物

流动相:

时间 (分)	% 乙腈 %	0.1% 甲酸
0	10	90
15	50	50
16	10	90
20	10	90

流速: 0.35mL/min

柱温: 室温

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD Phenyl 3µm, 150 x 2.1 mm	25903-152130

# 尿液中的苯环利定

使用 30mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 ( 部件号 :60707-302)

## 样品制备

1mL 尿液  
添加内标物关和 1mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀

## 活化 HyperSep Retain-CX 固相萃取柱

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

1x1mL 去离子水  
1 x 1 mL 100mm 乙酸  
1x1mL 甲醇  
抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 3 分钟)

## 洗脱

2 x 0.5mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH(78/20/2)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
在吹干之前, 添加 1 滴 1% 盐酸甲醇溶液  
在 <40 条件下吹干  
使用 100µL 乙酸乙酯旨复溶

## 分析

将 1 至 2µL 样品进样到 GC/MS  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	目标 ( 定量 ) 离子	定量离子
苯环利定	200	91, 242
苯环利定 -D5*	205	96, 247

\* 推荐内标物: 苯环利定 -D5

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TraceGOLD TG-5SilMS 30m x 0.25mm x 0.25µm	26096-1420



## 尿液、血液和血浆 / 血清和组织中苯环利定的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清或 1g (1:4) 组织匀浆  
摇匀 / 混匀  
样品 pH 应为 6.0 ± 0.5  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH  
必要时进行离心

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水  
3mL 100mm 乙酸  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱苯环利定

3mL 二氯甲烷 / IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干  
完成后立即取下  
使用 100μL 乙酸乙酯复溶

### 定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
D5- 苯环利定 * 205 96 247	205	96	247
苯环利定 200 91 242	200	91	242

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

## 尿液、血液和血浆 / 血清中苯环利定的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清  
添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀  
样品 pH 应为 6.0 ± 0.5  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH  
摇匀 / 混匀后适当的进行离心

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水  
3mL 100mm 乙酸  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱苯环利定

3mL 乙酸乙酯 / 乙腈 / 氨 (78:20:2, v/v/v)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂

### 吹干

使用氮气流在 <40 条件下吹干

### 复溶

用 100μL 的甲醇复溶样品

### 分析

将 5μL 样品进样到 GC/MS/MS 系统  
监测下列离子:

化合物	MRM 参数
帕罗西丁	330.0/190.1
帕罗西丁 -D6*	336.0/76.1

\* 推荐内标物

流动相: 乙腈 / 0.1% 甲酸 (33:67, v/v)

流速: 0.35mL/min

柱温: 室温

### 推荐的 HPLC 色谱柱

### 部件号

Hypersil GOLD 3μm, 150 x 2.1 mm	25003-152130
---------------------------------	--------------

## 尿液、血液和血浆 / 血清和组织中丙氧芬的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 1mL 血液、血浆 / 血清, 2mL 尿液或 1g (1 :4) 组织匀浆

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

必要时进行离心

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水

3mL 100mm 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱丙氧芬

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 )PA/N H40 H 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12/

### 浓缩

在 <40 条件下吹干

使用 100μL 乙酸乙酯复溶

### 定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级	其它
D5- 丙氧芬 *	63	120	213	255, 270
丙氧芬	58	115	208	250, 265

### \* 推荐内标物

### \*\* 定量离子

注: 为了改善去甲丙氧芬 (右旋丙氧芬初级代谢物) 的分析, 在尿液样品中添加 1 滴 35% 氢氧化钠溶液, 混合后, 将 pH 调整至 6 以进行 SP 萃取 (此步骤能够将去甲丙氧芬转换为更稳定的去甲丙氧芬氨基化合物)

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

## 尿液、血液和血浆 / 血清和组织中喹硫平的 LC/PDA 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

### 样品制备

在 1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清或 1g(1:4) 组织匀浆  
添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

必要时进行离心

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 磷酸盐缓冲液

3mL 100mm 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

3mL 己烷

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱喹硫平

3mL 乙酸乙酯 / 乙腈 / 氨 (78:20:2, v/v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂

### 吹干

使用平稳的氮气流在 <40 温度下吹干洗脱液

### 复溶

用 100μL 0.1% 三氟乙酸 (水溶液) 复溶样品

### 分析

将 50μL 样品进样到 LC/MS/MS 系统

监测下列离子:

### 化合物

喹硫平

喹尼丁 \*

\* 推荐内标物

流速: 1 mL/min

柱温: 室温

流动相: 乙腈: 0.1% 三氟乙酸 (25:75)

检测器: 二极管阵列 (250nm)

### 推荐的 HPLC 色谱柱

### 部件号

Hypersil GOLD 3μm, 150 x 4.6 mm	25003-154630
---------------------------------	--------------



# 尿液、血液和血浆 / 血清和组织中丙氧芬和去甲丙氧芬的 LC/MS/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物苦  
添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清或 1g)1:4) 组织匀浆  
添加 2mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
混匀后适当的进行离心

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注：在 <3 英寸汞柱的压力下抽干，以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水  
3mL 100mm 乙酸  
3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >>1 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱丙氧芬 / 去甲丙氧芬

3mL 乙酸乙酯 / 乙腈 / 氨 (78:20:2,v/v/v) 或  
3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH(78:20:2,v/v/v)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注：使用当天新鲜制备的洗脱溶剂；添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物，然后添加二氯甲烷 (pH11-12)

## 吹干

使用氮气流在 <400C 温度下吹干至一半体积  
添加 100μL 0.1% 盐酸甲醇溶液

摇匀 / 混匀

在 <40 条件下继续吹干

## 复溶

用 100μL 的甲醇复溶样品

## 分析

将 5μL 样品进样到 LC/MS/MS 系统

监测下列离子：

化合物	MRM 参数
丙氧芬	340.0/58.0
丙氧芬 -D11*	351.2/64.0
去甲丙氧芬	326.0/252.0
去甲丙氧芬 -D5*	331.0/257.0

流速：0.35mL/min

柱温：室温

流动相：

时间 (分)	% 乙腈 %	0.1% 甲酸
0	30	70
10	30	70

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD Phenyl 3μm, 50 x 2.1 mm	25903-052130

## 尿中沙丁胺醇的检测 (SPE-LC/MS)

使用 30mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号 :60707-302)

## 活化：

1mL 甲醇，1mL 水，1 mL 30mm 的盐酸

## 上样：

1mL 尿，加入 0.5% 氨水

## 清洗：

1mL 甲醇，1mL 水

## 洗脱：

1mL5% 氨水的甲醇

## LC/MS 方法

### 色谱柱：

Hypersil GOLD 3μm, 50 x 2.1 mm

### 货号：

25003-052130

### 流动相：

100mm 醋酸铵：乙腈 =70:30

### 流速：

200μL/min

### MS 条件：

电喷雾电离源 (ESI)，正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压 4500V

离子传输管度 350

## 结果：

回收率：尿中沙丁胺醇的回收率在 97-99%。

# 尿液中二甲 -4- 羟色胺的 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60108-742)

## 样品制备

在 5mL 尿液中添加内标物 \*( 二甲 -4- 羟色胺 -D10-TMS) 和 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

添加 12,500 至 25,000 单位的 b- 葡萄糖普酸酶, 然后

摇匀 / 混匀

将样品在 45 °C 水浴中放置 90 分钟

从水浴中取出并冷却

以 3,000rpm 转速离心 10 分钟

使用澄清的滤液 ( 丢弃滤塞 ) 用于 SPE

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水

2mL 20% 乙腈水溶液

1 mL 100mm 乙酸

抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 3 分钟 )

2mL 己烷

3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)

3mL 甲醇

抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 3 分钟 )

## 洗脱二甲 -4- 羟色胺

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注 : 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂 ; 添加 )PA/N 日 QOH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 吹干洗脱液

在 <35 °C 条件下吹干

## 衍生化

添加 5µL 乙酸乙酉旨

摇匀 / 混匀

添加 5µL MSTFA\*\*\*

在 70 °C 条件下反应 30 分钟

远离热源

注 : 请勿吹干 MSTFA 溶液

## 定量

将 1 至 2µL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子 :

化合物	初级离子 **	次级	三级
二甲 -4- 羟色胺 -TMS	290	348	73(291)
二甲 -4- 羟色胺 -D10-TMS*	300	258	83(301)

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

部件号 TS-48910 ( 10x1mL 安瓿 )

## 推荐的 GC 色谱柱

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25µm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33µm	26AC497P

## 来源

Greishaber A. Moore, K. Levine, B. and Smith M. (1999, November). The detection of psilocin in human urine. Presented at the TRI Services Meeting

## 全血筛选分析 (手工免疫检测方法)

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

- 在 1mL 血液中添加 4mL 去离子水 (pH 5 至 7)
- 摇匀 / 混匀
- 让样品静置 5 分钟使红细胞溶解
- 以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀
- 添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)
- 摇匀 / 混匀
- 样品 pH 应为 6.0 ± 0.5
- 使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

- 3mL 甲醇然后抽干
- 3mL 去离子水然后抽干
- 1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <c3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

- 以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

- 3mL 去离子水
- 3mL 乙酸
- 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)
- 2mL 己烷

### 洗脱酸性和中性药物

- 3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)
- 以 <5mL/min 的速率收集洗脱液
- 取下收集管

### 清洗

- 3mL 甲醇
- 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱碱性药物

- 更换用干收集酸性和中性药物洗脱液的收集管
- 3mL 二氯甲烷 / IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)
- 在最低真空条件下以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 将酸性和中性药物洗脱至试管。使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

吹干洗脱液—混合酸性与中性药物的洗脱液和碱性药物洗脱液

在 <40 条件下吹干至 100μL 体积

### 复溶

- 添加 90μL 生理盐水 (现在的样品体积是原来的 1.0mL)

### 进行适当的分析

按照免疫检测生产商提供的尿液药物筛选方案进行分析

## 血清、血浆或全血中去甲舍曲林和去甲去甲舍曲林的 HPLC 分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

- 在 4mL 去离子水中添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)
- 添加内标物
- 添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清
- 摇匀 / 混匀
- 以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀
- 样品 pH 应为 6.0 ± 0.5
- 使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

- 3mL 甲醇然后抽干
- 3mL 去离子水然后抽干
- 1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

- 以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

- 3mL 去离子水
- 1 mL 100mm 乙酸
- 3mL 甲醇
- 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱舍曲林和去甲舍曲林

- 3mL 二氯甲烷 / IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)
- 以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/N H<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

### 复溶

- 使用 200μL 乙酸乙酯: 去离子水 (1:3) 复溶
- 剧烈摇匀 / 混匀 30 秒

### 分析

- 进样 10μL 至等度 LC, 检测波长 235nm
- 流动相: 包含 30% 乙腈的 0.25 M 磷酸钾 (pH 2.7)
- 流速: 2mL/min

### 推荐的 HPLC 色谱柱

Hypersil GOLD C8 3μm, 150 x 4.6 mm

### 部件号

25203-154630

## 尿液中游离和结合的二甲-4-羟色胺

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 样品制备

- 1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6)
- 添加内标物芳
- 添加 1mL 尿液样品
- 添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6)
- 摇匀 / 混匀
- 离心

### 尿液水解

- 1mL 尿液
- 添加内标物和 1mL 的  $\alpha$ -葡萄糖苷酶溶液  
( $\alpha$ -葡萄糖苷酶溶液包含: 100mm 乙酸盐缓冲液  
(pH=5.0) 中 5.000 F 单位 /mL *Patella Vulgata*)
- 摇匀 / 混匀
- 在 65 条件下水解 3 小时
- 以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

### 活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

- 1x3mL 甲醇
- 1x3mL 去离子水
- 1 x 1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6)
- 注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

- 以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

- 1x3mL 去离子水
- 1 x 3mL 100mm 乙酸
- 1x3mL 甲醇
- 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱

- 1x3mL 乙酸乙酯 ;ACN; 氨 (78:20:2 v/v)
- 以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液
- 使用平缓的氮气流将洗脱液吹干

### 分析

- 用 5 $\mu$ L 的甲醇复溶样品
- 将 5 $\mu$ L 样品进样至 GC/MS
- 流动相:

时间	%ACN	0.1% 甲酸
0	20	80
5	20	80

流速: 0.20mL/min

柱温: 室温

检测器: Thermo Scientific TSQ 三重四极杆质谱仪

化合物	MRM 参数
二甲-4-羟色胺	205.2/58.2
二甲-4-羟色胺-D10*	215.2/68.2

\* 推荐内标物: 二甲-4-羟色胺-D10

回收率 >90% (n=10)

检测限: 10ng/mL

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD PFP 3 $\mu$ m, 100 x 2.1 mm	25403-102130

## 尿中利尿剂的检测 (SPE-HPLC)

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-742)

### 活化:

- 1mL 甲醇, 1mL 2% 氨水

### 上样:

- 1mL 尿加入 2% 氨水

### 清洗:

- 1mL 2% 氨水, 1mL 甲醇

### 洗脱:

- 1mL 5% 甲酸的甲醇

### 结果:

- 回收率: 尿中氯噻嗪, 氢氯噻嗪, 氢氟噻嗪, 氯噻酮, 三氯噻酮, 甲氯噻嗪, 呋塞米和依他尼酸的回收率在 72%-98% 之间。

### HPLC 方法

#### 色谱柱:

Hypersil GOLD 5 $\mu$ L, 150 x 4.6mm

#### 货号:

25005-54630

#### 流动相:

A: 0.05M 磷酸盐 pH3; B: 乙睛 (85:15)

#### 流速:

1 mL/min

#### 进样 t:

10 $\mu$ L

#### UV;

210nm

#### 温度:

20

# 尿液、血液和血浆 / 血清和组织中拟交感胺的 GC 或 GC/MS 确认分析 酰化 PFAA (PFAA) 衍生物替代干燥方法 -

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

## 样品制备

在 1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 中加入内标物 \*  
添加 1mL 尿液、血液、血浆 / 血清或 1g(1:4) 组织匀浆  
摇匀 / 混匀  
样品 pH 应为 6.0 ± 0.5  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH  
必要时进行离心

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干  
注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水  
1 mL 100mm 乙酸  
3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱 SMA

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH  
混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 浓缩洗脱液

添加 30μL 甲硅烷基化等级的 DMF\*\*\* 进行洗脱  
在 <40 条件下吹干至 30μL

## 酰化 PFAA (PFAA) 衍生物替代干燥方法 -

添加 50μL PFAA(PFAA)\*\*\*\*  
充氮气后密封  
通过添加 50μL PFPOHt 增强衍生化  
在 70 条件下反应 20 分钟  
在 <40 条件下吹干  
使用 100μL 乙酸乙酯复溶

## 定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
D <sub>5</sub> - 安非他明 *	194	92	123
安非他明	190	91	118
D <sub>5</sub> - 安非他明 *	208	92	163
安非他明	204	91	160
伪麻黄碱	204	160	119
麻黄碱	204	160	119
苯肾上腺素	190	119	267
亚甲基二氧安非他明	135	162	325
亚甲基二氧甲基安非他明	204	162	339

\* 推荐 GC/MS 内标物; D<sub>5</sub>- 安非他明 D<sub>5</sub>- 甲基安非他明

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-20672(50mL 样品瓶)

\*\*\* 部件号 TS-65193(10x1mL 样品瓶)

\*\*\* 部件号 TS-65195(10x1mL 样品瓶)

## 推荐的 GC 色谱柱

## 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

# 尿液、血液和血浆 / 血清和组织中拟交感胺的 GC 或 GC/MS 确认分析 形成 TMS 衍生物的替代干燥方法 -

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

## 样品制备

在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水

1 mL 100mm 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱 SMA

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/N H<sub>4</sub>OH

混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 浓缩洗脱液

添加 3μL 甲硅烷基化等级的 DMF 进行洗脱

在 <40 条件下吹干至 30μL

## 形成 TMS 衍生物的替代干燥方法 -

添加 50μL BSTFA(含 1 % TMCS) 和 5μL 乙酸乙酯

在 70 条件下反应 45 分钟

## 定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
D <sub>5</sub> - 安非他明 *	120	197	92
D <sub>6</sub> - 安非他明 *	120	198	93
D <sub>10</sub> - 安非他明 *	120	202	97
D <sub>11</sub> - 安非他明 *	120	203	98
安非他明	116	192	91
D <sub>5</sub> - 安非他明 *	134	211	92
D <sub>8</sub> - 安非他明 *	137	214	92
D <sub>9</sub> - 安非他明 *	137	215	93
安非他明	130	206	91
伪麻黄碱	130	147	294
麻黄碱	130	147	294
亚甲基二氧安非他明	116	236	135
亚甲基二氧甲基安非他明	130	250	131
对 - 甲氧苯丙胺	116	222	121

\* 推荐 GC/MS 内标物

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-20672(50mL 样品瓶)

\*\*\* 部件号 TS-38831(10x1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

## 尿液、血液和血浆 / 血清和组织中拟交感胺的 GC 或 GC/MS 确认分析 替代干燥方法 - 形成 4-CB(4- 乙酸基六氟丁基氯化物) 衍生物

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 :60108-742)

### 样品制备

在 2mL 尿液中添加内标物 \* 和 1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀  
样品 pH 应为 6.0 ± 0.5  
使用 100mM 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注: 在 <c3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水  
1 mL 100mm 乙酸

3mL 甲醇

抽干萃取柱 ( 在压力 >>10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱 SMA

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (PH11-12)

### 浓缩洗脱液

添加 30μL 甲硅烷基化等级的 DMF\*\*\* 进行洗脱  
在 <40 条件下吹干至 30μL  
形成 4-CB(4- 乙酸基六氟丁基氯化物) 衍生物的  
替代干燥方法 -

添加 20μL 4-CB 和 00μL 乙酸乙酯  
在 70 条件下反应 45 分钟

### 定量

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子:

分析物 (4-CB)	初级离子 **	次级	三级
D <sub>5</sub> - 安非他明 *	298	270	399
安非他明	294	266	248
D <sub>5</sub> - 安非他明 *	312	284	266
安非他明	308	280	262
D <sub>5</sub> - 亚甲基二氧安非他明 *	136	434	270
亚甲基二氧安非他明	162	429	266
D <sub>5</sub> - 亚甲基二氧甲基安非他明 *	312	284	266
亚甲基二氧甲基安非他明	308	280	262
D <sub>5</sub> - 亚甲基二氧乙基安非他明 *	328	165	300
亚甲基二氧乙基安非他明	322	162	294

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-20672(50mL 样品瓶)

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm	26AC497P

## 催泪瓦斯, 布料中提取的氯苯乙酮 (cs), 邻氯代苯亚甲基丙二腈 (CN) 和辣椒碱 ((OC) 的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 ( 部件号 :60108-742)

### 样品制备

如果怀疑布料中有催泪瓦斯, 剪下一块被喷过的区域  
以及阴性对照样品。分别将样品用己烷提取。对疑似  
催泪瓦斯罐, 喷于 Kimwipe® 或同类产品上并用己烷提  
取喷过的区域以及阴性对照样品。

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇  
3mL 去离子水  
1 mL 100mM 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

注: 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

### 上样

以 1 mL/min 的速率上样

### 清洗

3mL 去离子水  
3mL 己烷  
抽干萃取柱 ( 在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱分析物

1mL 甲醇

### 吹干洗脱液

使用氮气流在 <40 条件下将洗脱液彻底吹干  
复溶

添加 200μL 甲醇

摇匀 / 混匀然后转移至 GC/MS 样品瓶并密封

### 定量

将 1 至 2 匹样品进样到气相色谱



# 尿液、血液和血浆 / 血清中治疗药物和滥用药物的酸性 / 中性和碱性药物 GC 或 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

## 样品制备

### 尿液 :

在 2mL 尿液中添加内标物和 1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

必要时进行离心

### 血清、血浆或全血 :

在 1mL 样品中添加内标物 \* , 1mL 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 以及 4mL 去离子水

摇匀 / 混匀后静置 5 分钟

以 2,000rpm 速度离心 10 分钟, 弃沉淀

添加 2mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

摇匀 / 混匀

样品 pH 应为 6.0 ± 0.5

使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的

调整 pH

## 活化 **Verify-CX** 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干

3mL 去离子水然后抽干

1 mL 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0) 然后抽干

注 : 在 <3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 清洗

3mL 去离子水

1mL 100mm 乙酸

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

2mL 己烷

## 洗脱酸性和中性药物 (第 1 部分)

3mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50) :

以 <2mL/min 的速率收集洗脱液

## 吹干洗脱液

在 <40 条件下吹干

使用 100μL 乙酸乙酯复溶

## 定量酸性和中性药物

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

## 清洗

3mL 甲醇然后抽干

抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱碱性药物 (第 2 部分)

3mL 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (78:20:2)

以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液

注 : 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂 ; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (PH 11-12)

## 吹干洗脱液

使用合适的蒸发器在 <40 条件下吹干注意不要过热或过度干燥。某些化合物容易受热分解, 如安非他明和苯环利定。

使用 100μL 乙酸乙酯复溶

## 定量碱性药物

将 1 至 2μL 样品进样到气相色谱

## 推荐的 **GC** 色谱柱

## 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25μm 26AF130P

TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33μm 26AC497P

## 注 :

(1) 第 1 部分 (酸性和中性) 和第 2 部分 (碱性) 可以合并到一起

(2) 保留剂 (如 DMF) 能够避免安非他明和苯环利定的挥发 ; 吹干前, 在样品中添加 30 至 50μm 高纯度 DMF (第 2 部分)

(3) 1% 盐酸甲醇溶液能够使药物形成盐酸盐, 从而避免挥发。将第 2 部分吹干至约 100μm, 然后添加 1 滴该溶液。继续吹干



## 口腔液中的安非他明、阿片类药物和苯环利定

使用 60mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-308)

### 样品制备

在清洁试管中添加 100 至 50 $\mu$ L 口腔液样品  
添加内标物并室温静置 10 分钟  
添加 800 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH= 6.0)  
摇匀 / 混匀 10 秒  
样品 PH 应为 6.0  $\pm$  0.5  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

### 活化 HyperSep Retain-CX 固相萃取柱

1 x 200 $\mu$ L 甲醇  
1x200 $\mu$ L 去离子水  
1 x 200 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH=6.0)

### 上样

请勿超过 1 mL/min

### 清洗

1 x 500 $\mu$ L 去离子水  
1 x 500 $\mu$ L 100mm 乙酸  
1 x 500 $\mu$ L 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱

1 x 800 $\mu$ L 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (70:26:4)  
请勿超过 1 mL/min

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

对于安非他明和 PCP :

5 分钟后添加 100 $\mu$ L 5% 三氟乙酸甲醇溶液  
干燥 5 分钟  
使用氮气流在 <40 条件下将洗脱液彻底吹干

### 衍生化

对于安非他明\*:  
添加 50 $\mu$ L PFPA(PFAA)  
摇匀 / 混匀  
充氮气后密封  
在 70 条件下反应 20 分钟

在 <40 条件下吹干  
使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

对于阿片类药物子:

添加 200 $\mu$ L 1:1 的丙酮 / 嘧啶溶液  
当天新鲜制备

摇匀 / 混匀  
在 40 条件下反应 60 分钟  
在 <40 条件下吹干

使用 50 匹乙酸乙酯复溶

### 分析

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱

\* 苯环利定不会衍生

可能需要使用其它衍生化方法

## 口腔液中的安非他明、阿片类药物和苯环利定的 GC/MS 确认分析

使用 50mg 1mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号: 60108-741)

### 样品制备

在清洁试管中添加 100 至 50 $\mu$ L 净样  
添加内标物并室温静置 10 分钟  
添加 800 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀相秒  
样品 pH 应为 6.0  $\pm$  0.5  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

### 活化 Verify-CX 固相萃取柱

200 $\mu$ L 甲醇  
200 $\mu$ L 去离子水  
添加 200 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)

### 上样

以 1mL/min 的速率上样 (请勿超过此流速)

### 清洗

500 $\mu$ L 去离子水  
500 $\mu$ L 100mm 乙酸  
500 $\mu$ L 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

### 洗脱化合物

800 $\mu$ L 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (70:26:4)  
以 1mL/min 的速率收集 (请勿超过此流速)

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/N H<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

### 吹干洗脱液

对于安非他明和 PCP, 在干燥 5 分钟后添加 10 $\mu$ L 5% 三氟乙酸甲醇溶液 (5 分钟的干燥过程能够去除氨, 添加酸能够挥发分析物离子化, 避免分析物损失)  
使用氮气流在 <40 条件下将洗脱液彻底吹干

### 衍生化

对于安非他明\*:  
添加 50 $\mu$ L PFPA(PFAA)\*\* 然后混匀。充氮气后密封。在 70 条件下反应 20 分钟。在 <40 条件下吹干。使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶。

对于阿片类药物\*:

添加 200 $\mu$ L 1:1 的 PFPA(PFAA)\*\* 溶液 (10x1mL 安瓿, 目录号 TS-65193)  
混匀然后在 40 条件下反应 60 分钟  
使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

### 定量

将 1 至  $\mu$ L 样品进样到气相色谱

\* 可能需要使用替代衍生化方法

\*\* 部件号 TS-65193(10X1ML 安瓿)

注: 苯环利定无法衍生化

### 推荐的 GC 色谱柱

### 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

# 口腔液中的可卡因和苯甲酰芽子碱

使用 60mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号: 60107-308)

## 样品制备

在清洁试管中添加 100 至 500 $\mu$ L 纯口腔液样品  
添加内标物 \* 并室温静置 10 分钟  
添加 800 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH=6.0)  
摇匀 / 混匀 10 秒  
样品 pH 应为 6.0  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠调整 pH

## 活化 HyperSep Retain-CX 固相萃取柱

1 x 200 $\mu$ L 甲醇  
1 x 200 $\mu$ L 去离子水  
1 x 200 $\mu$ L 100mm HCl

## 上样

请勿超过 1mL/min

## 清洗

1 x 500 $\mu$ L 去离子水  
1 x 500 $\mu$ L 100mm 盐酸  
1 x 500 $\mu$ L 甲醇 / 去离子水 (50:50)  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱

1 x 800 $\mu$ L 二氯甲烷 / IPA/NH<sub>4</sub>OH (70:26:4)  
请勿超过 1mL/min

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)  
使用氮气流在 <40 条件下将洗脱液吹干

## 衍生化

### 氟烷基化:

添加 100 $\mu$ L PFPA (PFAA) 或 HFIP  
充氮气后密封

在 70 条件下反应 20 分钟

在 <40 条件下吹干

使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

TMS:

添加 25 $\mu$ L BSTFA (含 1 % TMCS)\*\*

添加 25 $\mu$ L 乙酸乙酯

充氮气后密封

摇匀 / 混匀

在 70 条件下反应 30 分钟

远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

## 分析

进样 2 $\mu$ L 到 GC/MS

对于质谱分析, 监测下列离子:

化合物	MRM 参数	定量离子
可卡因	182	198,303
可卡因 -D3*	185	201,306
苯甲酰芽子碱 -TMS	240	256,361
苯甲酰芽子碱 -D8-TMS*	243	259,369

\*内标物: 可卡因 -D3, 苯甲酰芽子碱 -D8-TMS

\*\* 部件号 TS-3B831

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD TG-5MS 30m x 0.25m x 0.25 $\mu$ m	26098-1420

## 口腔棉签中的芬太尼 / 去甲芬太尼

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

## 样品制备

分别在试管中添加 0、1、5、10ng 芬太尼 / 去甲芬太尼甲醇溶液  
吹干溶剂  
添加 100 $\mu$ L 不含药物的口腔液  
摇匀 / 混匀  
静置 30 分钟  
去洁净干燥的棉签蘸取口腔液  
静置 15 分钟  
取下口腔棉签

## 样品制备

200 $\mu$ L 甲醇 (pH 6)  
添加内标物\*  
将口腔棉签插入甲醇并混合 1 分钟,  
添加 100 $\mu$ L 甲醇  
静置 10 分钟  
取出口腔棉签并添加 3 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6)  
摇匀 / 混匀  
离心

## 活化 HyperSep Verify-CX 固相萃取柱

1x3mL 甲醇  
1x3mL 水  
1 x 1 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6)

注: 在 &lt;3 英寸汞柱的压力下抽干, 以防吸附剂干涸

## 上样

以 1 至 2mL/min 的速率上样

## 洗脱

1x3mL 去离子水  
1x3mL 1% 乙酸  
1x3mL 甲醇  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 清洗

1x3mL 乙酸乙酯 ACN; 氨 (78:20:2 v v v)  
以 1 至 2mL/min 的速率收集洗脱液  
使用平缓的氮气流在 <<400C 温度下吹干洗脱液  
分析  
在 2 即 L 甲醇中复溶样品  
将 5 匹样品进样至 LC/MS

化合物	MRM 参数
芬太尼	333.2/188.3
芬太尼 -D5*	342.2/188.2
去甲芬太尼	233.2/84.1
去甲芬太尼 -D5*	238.3/84.1

\* 内标物: 芬太尼 -D5 和去甲芬太尼 -D5\*

推荐的 HPLC 色谱柱	部件号
Hypersil GOLD aQ 5 $\mu$ m, 50 x 3mm	25305-053030

## 口腔液中四氢大麻酚 (THC) 的 GC/MS 确认分析

使用 200mg 10mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-742)

## 样品制备

在 1mL 口腔液中添加 50ng/mL 内标物 (THCA D9-TMS)  
并室温静置 10 分钟  
混匀 10 秒  
添加 0.5mL 冰醋酸后混匀 10 秒

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

3mL 甲醇然后抽干  
3mL 去离子水然后抽干  
1mL 0.1N HCl 然后抽干

## 上样

以 1 mL/min 的速率上样 (请勿超过此流速)

## 清洗

2mL 去离子水  
2mL 0.1N HCl/ 乙腈 (70:30)  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)  
200 $\mu$ L 己烷

## 洗脱 THC

2mL 己烷 / 乙酸乙酯 (50:50)  
以 1 mL/min 的速率收集 (请勿超过此流速)

## 吹干洗脱液

使用氮气流在 &lt;40 条件下将洗脱液彻底吹干

## 衍生化

添加 50 $\mu$ L MSTFA\*\*\*  
混匀 10 秒然后在 60 条件下加热 20 分钟  
在加热条件下混匀 10 秒  
使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

## 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱  
监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
THCA-TMS	371	386	387
THCA D9-TMS*	380	479	

## \* 推荐内标物

## \*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-48910 (10x1mL 安瓿)

推荐的 GC 色谱柱	部件号
TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 来源

Janet Putnam, Assistant Laboratory Director/FP Advanced Toxicology Network, Memphis, TN

# 口腔液中的可卡因和苯甲酰芽子碱的 GC/MS 确认分析

使用 50mg 1 mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 : 60108-741)

## 样品制备

在清洁试管中添加 100 至 500 $\mu$ L 纯口腔液样品  
添加内标物后室温静置相分钟  
添加 800 $\mu$ L 100mm 磷酸盐缓冲液 (pH 6.0)  
摇匀 / 混匀 10 秒 (样品 pH 应为 6.0  $\pm$  0.5)  
使用 100mm 单碱或二碱磷酸钠相应的调整 pH

## 活化 Verify-CX 固相萃取柱

200 $\mu$ L 甲醇  
200 $\mu$ L 去离子水  
200 $\mu$ L 0.1N HCl

## 上样

以 1 mL/min 的速率上样 (请勿超过此流速)

## 清洗

500 $\mu$ L 去离子水  
500 $\mu$ L 100mm HCl  
500 $\mu$ L 甲醇 / 去离子水 (50:50)  
抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱化合物

800 $\mu$ L 二氯甲烷 /IPA/NH<sub>4</sub>OH (70:26:4)  
以 1mL/min 的速率收集 (请勿超过此流速)

注: 使用当天新鲜制备的洗脱溶剂; 添加 IPA/NH<sub>4</sub>OH 混合物, 然后添加二氯甲烷 (pH 11-12)

## 浓缩洗脱液

使用氮气流在 <40 条件下将洗脱液彻底吹干

## 衍生化

### 氟烷基化:

添加 100 $\mu$ L PFPA (PFAA) 或 HFIP  
充氮气后密封  
在 70 条件下反应 20 分钟  
在 <40 条件下吹干  
使用 50 $\mu$ L 乙酸乙酯复溶

### TMS:

添加 25 $\mu$ L BSTFA(含 1 % TMCS)\*\* 和 25 $\mu$ L 乙酸乙酯  
充氮气后密封  
摇匀 / 混匀在 70 条件下反应 30 分钟  
远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

### 定量

将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱  
对于质谱分析, 监测下列离子:

分析物	目标 (定量) 离子	定量离子
可卡因	182	198, 303
可卡因 -D3*	185	201, 306
苯甲酰芽子碱	240	256, 361
苯甲酰芽子碱 -D8-TMS*	243	259, 369

\* 可能需要使用替代衍生化方法

\*\* 部件号 TS-65193 (10x1mL 样品瓶)

\*\*\* 部件号 TS-38831 (10x1mL 样品瓶)

## 推荐的 GC 色谱柱

## 部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 口腔液中四氢大麻酚 (THC) 的 GC/MS 确认分析

使用 50mg 1mL HyperSep Verify-CX 固相萃取柱 (部件号 :60108-741)

## 样品制备

- 在清洁试管中添加 100 至 500 $\mu$ L 净样
- 添加内标物 \*
- 混匀后室温静置 10 分钟
- 添加 0.5mL 冰醋酸后摇匀 / 混匀 10 秒

活化 **Verify-CX** 固相萃取柱

- 200 $\mu$ L 甲醇
- 200 $\mu$ L 去离子水
- 200 $\mu$ L 100mm HCl

## 上样

- 以 1mL/min 的速率上样 (请勿超过此流速)

## 清洗

- 500 $\mu$ L 去离子水
- 500 $\mu$ L 0.2N HCl
- 500 $\mu$ L 100mm HCl/ 乙腈 (70:30)
- 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

洗脱 **THC**

- 800 $\mu$ L 己烷 / 乙酸乙酯 (75:25)
- 以 1mL/min 的速率收集 (请勿超过此流速)

## 烘干洗脱液

- 使用氮气流在 <40 条件下将洗脱液彻底吹干

## 衍生化

- 添加 25 $\mu$ L BSTFA(含 1 % TMCS)\*\* 和 25 $\mu$ L 乙酸乙酯
- 充氮气后密封
- 混匀然后在 70 条件下反应 30 分钟
- 远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BS 下 FA 溶液

## 定量

- 将 1 至 2 $\mu$ L 样品进样到气相色谱
- 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
THCA-TMS	371	386	303
THCA D9-TMS*	374	489	318

样品来源包括毛细管收集的净样, 或含口腔液 THC 缓冲液的棉签收集装置中棉垫上的洗脱物。

\* 推荐内标物

\*\* 定量离子

\*\*\* 部件号 TS-38831(10x 1mL 安瓿)

推荐的 **GC** 色谱柱

部件号

TRACE TR-DoA5 色谱柱, 15m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26AF130P
TRACE TR-DoA35 色谱柱, 15m x 0.20mm x 0.33 $\mu$ m	26AC497P

## 口腔液中的 THC

使用 60mg 6mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱 (部件号 :60107-308)

## 样品制备

- 在清洁试管中添加 100 至 500 $\mu$ L 净样
- 添加内标物 \*
- 混匀后室温静置 10 分钟
- 添加 500 $\mu$ L 冰醋酸
- 摇匀 / 混匀 10 秒

活化 **Verify-CX** 固相萃取柱

- 1x200 $\mu$ L 甲醇
- 1x200 $\mu$ L 去离子水
- 1x200 $\mu$ L 100mm HCl

## 上样

- 请勿超过 1mL/min

## 清洗

- 1x500 $\mu$ L 去离子水
- 1x500 $\mu$ L 0.2N HCl
- 1x500 $\mu$ L 100mm HCl/ACN(70:30)
- 抽干萃取柱 (在压力 >10 英寸汞柱的条件下干燥 5 分钟)

## 洗脱

- 1x800 $\mu$ L 乙酸乙酯: 己烷 (25:75)
- 请勿超过 1mL/min
- 使用氮气流在 <40 条件下将洗脱液彻底吹干

## 衍生化

- 添加 25 $\mu$ L BSTFA(含 1 % TMCS)\*\* 和 25 $\mu$ L 乙酸乙酯
- 充氮气后密封
- 摇匀 / 混匀
- 在 70 条件下反应 30 分钟
- 远离热源进行冷却

注: 请勿吹干 BSTFA 溶液

## 分析

- 进样 2 $\mu$ L 到 GC/MS
- 监测下列离子:

化合物	初级离子 **	次级	三级
THCA-TMS	371	386	303
THCA D3-TMS*	374	489	318

\* 推荐内标物: THC-D3-TMS

\*\* 部件号 TS-38831

推荐的 **GC** 色谱柱

部件号

Trace GOLD TG-35MS 30m x 0.25mm x 0.25 $\mu$ m	26094-1420
--	------------

## 订购信息

SOLA SPE 小柱和多孔板具有 10mg/1 mL 小柱和 10mg/2mL 96 孔板形式可供选择。

### SOLA SPE 小柱

描述	柱床重量	体积 (mL)	部件号	数量
SOLA HRP	10mg	1mL	60109-001	100/ 包
SOLA SCX	10mg	1mL	60109-002	100/ 包
SOLA SAX	10mg	1mL	60109-003	100/ 包

### SOLA 96 孔板

描述	柱床重量	体积 (mL)	部件号	数量
SOLA HRP	10mg	2mL	60309-001	1/ 包
SOLA SCX	10mg	2mL	60309-002	1/ 包
SOLA SAX	10mg	2mL	60309-003	1/ 包

## 技术信息

下面的内容着重强调了 SOLA 产品相比传统 SPE 产品的多种优势。

### 更高的，现性和回收率

图 1 的数据显示，即使采用竞争厂家建议的通用方法，SOLA 产品性能也远胜传统 SPE 同类产品。

误差线表明对于每种样品，SOLA 产品的结果一致性都明显优于传统的 SPE 产品，能够确保您每次都获得正确的结果。

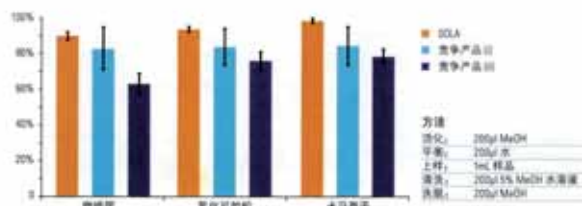


图 1: SOLA 的再现性和回收率水平明显高于其他产品

### 提高的再现性

图 2 显示 SOLA 产品对于所有 30 个测试样品均具有一致的回收率。传统的竞争性 SPE 产品 (i) 显示，平均每四个样品中有一个显著较低的回收率。

这导致结果不一致。相比之下，SOLA 产品具有明显更高的再现性。这对于高通量研究至关重要。

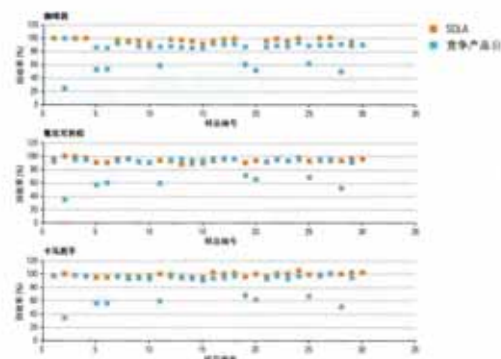


图 2: 显示数据产品与 SOLA 产品相比，结果不一致

### 更高的灵敏度和更少的溶剂消耗

图 3 显示 SOLA 产品即使在使用少量的萃取溶剂时，也能够达到出色的回收率水平，从而得到更高浓度的分析物并提高灵敏度。此外，样品吹干时间变短以及更少的溶剂用量能够进一步节省成本和时间。

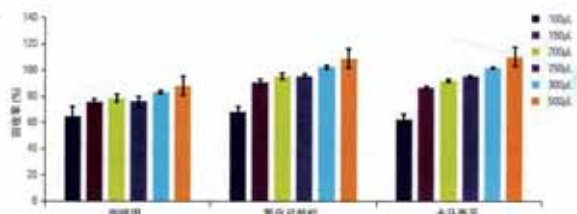


图 3: 洗脱液体积较小时，SOLA 产品能够得到高回收率，使得样品浓度及灵敏度得到提高。



## 订购信息

### HyperSep SPE 产品类型

Thermo Scientific 提供全面的 SPE 产品线，使用这些产品可实现快速、高效和经济的样品制备。HyperSepSPE 产品具有多种类型，包括固相萃取柱、96-孔板和微型产品。

#### HyperSep SPE 固相萃取柱

- 低通量大体积样品的理想选择
- 萃取柱体积从 1mL 至 75mL
- 柱床重量从 25mg 至 10g
- 兼容各种装置系统

#### HyperSep-96 孔板

为高通量小体积样品而设计

- 单个基板上有 96 个独立小管
- 可选购预制产品或单独订制

#### HyperSep MEPS 产品

从样品制备到萃取物进样一步完成，一节省数小时时间

- 能在注射筒中进行微型 SPE
- 能够处理低至 3.6 $\mu$ L 的样品
- 适合手动或自动应用

#### HyperSep 在线 SPE 产品

- 用于样品在线制备和预浓缩
- 兼容传统的 HPLC 系统
- 有多种类型的产品可选
- 直接进样至 HPLC 色谱柱

### HyperSep Hypercarb

#### HyperSep Hypercarb SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
25mg	1mL	60106-304	50 个 / 包
50mg	1mL	60106-303	50 个 / 包
100mg	1mL	60106-302	30 个 / 包
200mg	3mL	60106-301	30 个 / 包
500mg	6mL	60106-402	20 个 / 包
1g	6mL	60106-403	10 个 / 包
2g	15mL	60106-404	10 个 / 包

#### HyperSep Hypercarb SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
50mg	1mL	60302-601	100 个 / 包
100mg	1mL	60302-602	100 个 / 包
200mg	1mL	60302-603	100 个 / 包
提取板			
500mg	1mL	60302-606	每包 1 个
1g	1mL	60302-607	每包 1 个
2g	1mL	60302-608	每包 1 个

### HyperSep Retain PEP

#### HyperSep Retain PEP SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
30mg	1mL	60107-201	100 个 / 包
30mg	3mL	60107-202	50 个 / 包
60mg	3mL	60107-203	50 个 / 包
60mg	6mL	60107-208	30 个 / 包
100mg	6mL	60107-207	30 个 / 包
150mg	6mL	60107-211	30 个 / 包
200mg	3mL	60107-204	50 个 / 包
200mg	6mL	60107-212	30 个 / 包
500mg	3mL	60107-205	50 个 / 包
500mg	6mL	60107-206	30 个 / 包
1g	25mL	60107-215	20 个 / 包
2g	25mL	60107-214	20 个 / 包

#### HyperSep-96Retain PEP 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
5mg	1mL	60303-201	100 个 / 包
10mg	1mL	60303-202	
30mg	1mL	60303-203	100 个 / 包
60mg	1mL	60303-204	100 个 / 包
提取板			
5mg	1mL	60303-205	每包 1 个
10mg	1mL	60303-206	每包 1 个
30mg	1mL	60303-207	每包 1 个
60mg	1mL	60303-208	每包 1 个

## HyperSep Retain-CX

## HyperSep Retain-CX SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
30mg	1mL	60107-301	100 个 / 包
30mg	3mL	60107-302	50 个 / 包
60mg	3mL	60107-303	50 个 / 包
60mg	6mL	60107-308	30 个 / 包
100mg	6mL	60107-307	30 个 / 包
150mg	6mL	60107-311	30 个 / 包
200mg	3mL	60107-304	50 个 / 包
200mg	6mL	60107-314	30 个 / 包
500mg	3mL	60107-305	50 个 / 包
500mg	6mL	60107-306	30 个 / 包
1g	25mL	60107-315	20 个 / 包
2g	25mL	60107-312	20 个 / 包

## HyperSep-96Retain PEP 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
5mg	1mL	60303-301	100 个 / 包
10mg	1mL	60303-302	100 个 / 包
30mg	1mL	60303-303	100 个 / 包
60mg	1mL	60303-304	100 个 / 包
提取板			
5mg	1mL	60303-305	每包 1 个
10mg	1mL	60303-306	每包 1 个
30mg	1mL	60303-307	每包 1 个
60mg	1mL	60303-308	每包 1 个

## HyperSep Retain-AX

## HyperSep Retain-AX SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
30mg	1mL	60107-401	100 个 / 包
30mg	3mL	60107-402	50 个 / 包
60mg	3mL	60107-403	50 个 / 包
60mg	6mL	60107-408	30 个 / 包
100mg	6mL	60107-407	30 个 / 包
150mg	6mL	60107-411	30 个 / 包
200mg	3mL	60107-404	50 个 / 包
200mg	6mL	60107-414	30 个 / 包
500mg	3mL	60107-405	50 个 / 包
500mg	6mL	60107-406	30 个 / 包
1g	25mL	60107-415	20 个 / 包
2g	25mL	60107-412	20 个 / 包

## HyperSep-96Retain-AX 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
5mg	1mL	60303-401	100 个 / 包
10mg	1mL	60303-402	100 个 / 包
30mg	1mL	60303-403	100 个 / 包
60mg	1mL	60303-404	100 个 / 包
提取板			
5mg	1mL	60303-405	每包 1 个
10mg	1mL	60303-406	每包 1 个
30mg	1mL	60303-407	每包 1 个
60mg	1mL	60303-408	每包 1 个

## HyperSep C18

## HyperSep Silica C18 SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-390	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-302	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-303	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-304	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-305	30 个 / 包
1g	6mL	60108-301	30 个 / 包
2g	15mL	60108-701	20 个 / 包
5g	25mL	60108-702	20 个 / 包
10g	75mL	60108-703	10 个 / 包

## HyperSep-96 C18 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-421	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-422	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-423	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-424	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-425	每包 1 个
25mg	1mL	60300-426	每包 1 个
50mg	1mL	60300-427	每包 1 个
100mg	1mL	60300-428	每包 1 个



## HyperSep C8

## HyperSep C8 SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-391	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-392	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-393	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-394	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-395	30 个 / 包
1g	6mL	60108-427	30 个 / 包
2g	15mL	60108-704	20 个 / 包
5g	25mL	60108-705	20 个 / 包
10g	75mL	60108-706	10 个 / 包

## HyperSep-96 C18 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-441	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-442	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-443	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-444	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-445	每包 1 个
25mg	1mL	60300-446	每包 1 个
50mg	1mL	60300-447	每包 1 个
100mg	1mL	60300-448	每包 1 个

## HyperSep Phenyl

## HyperSep Phenyl SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-516	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-386	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-387	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-388	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-389	30 个 / 包
1g	6mL	60108-517	30 个 / 包
2g	15mL	60108-707	20 个 / 包
5g	25mL	60108-708	20 个 / 包
10g	75mL	60108-709	10 个 / 包

## HyperSep-96 Phenyl 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-681	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-682	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-683	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-684	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-685	每包 1 个
25mg	1mL	60300-686	每包 1 个
50mg	1mL	60300-687	每包 1 个
100mg	1mL	60300-688	每包 1 个

## HyperSep Silica

## HyperSep Silica SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-409	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-317	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-410	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-315	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-411	30 个 / 包
1g	6mL	60108-426	30 个 / 包
2g	15mL	60108-710	20 个 / 包
5g	25mL	60108-711	20 个 / 包
10g	75mL	60108-712	10 个 / 包

## HyperSep-96 Silica 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-481	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-482	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-483	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-484	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-485	每包 1 个
25mg	1mL	60300-486	每包 1 个
50mg	1mL	60300-487	每包 1 个
100mg	1mL	60300-488	每包 1 个

## HyperSep SAX 强阴离子交换柱

## HyperSep SAX SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-418	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-360	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-417	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-419	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-434	30 个 / 包
1g	6mL	60108-521	30 个 / 包
2g	15mL	60108-713	20 个 / 包
5g	25mL	60108-714	20 个 / 包
10g	75mL	60108-715	10 个 / 包

## HyperSep-96 SAX 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-561	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-562	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-563	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-564	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-565	每包 1 个
25mg	1mL	60300-566	每包 1 个
50mg	1mL	60300-567	每包 1 个
100mg	1mL	60300-568	每包 1 个

## HyperSep SCX 强阳离子交换柱

## HyperSep SCX SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-420	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-421	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-422	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-423	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-520	30 个 / 包
1g	6mL	60108-433	30 个 / 包
2g	15mL	60108-716	20 个 / 包
5g	25mL	60108-717	20 个 / 包
10g	75mL	60108-718	10 个 / 包

## HyperSep-96 SCX 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-581	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-582	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-583	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-584	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-585	每包 1 个
25mg	1mL	60300-586	每包 1 个
50mg	1mL	60300-587	每包 1 个
100mg	1mL	60300-588	每包 1 个

## HyperSep Verify AX

## HyperSep Verify-AX SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-420	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-421	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-422	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-423	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-520	30 个 / 包
1g	6mL	60108-433	30 个 / 包
2g	15mL	60108-716	20 个 / 包
5g	25mL	60108-717	20 个 / 包
10g	75mL	60108-718	10 个 / 包

## HyperSep-96 Verify-AX 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-809	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-810	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-811	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-812	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-813	每包 1 个
25mg	1mL	60300-814	每包 1 个
50mg	1mL	60300-815	每包 1 个
100mg	1mL	60300-816	每包 1 个

## HyperSep Verify-CX

## HyperSep Verify-CX SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
130mg	1mL	60108-719	100 个 / 包
200mg	6mL	60108-722	50 个 / 包
300mg	3mL	60108-720	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-721	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-722	30 个 / 包
1g	10mL	60108-723	50 个 / 包
2g	6mL	60108-724	30 个 / 包

## HyperSep-96 Verify-CX 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-801	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-802	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-803	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-804	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-805	每包 1 个
25mg	1mL	60300-806	每包 1 个
50mg	1mL	60300-807	每包 1 个
100mg	1mL	60300-808	每包 1 个

## HyperSep Florisil

## HyperSep Florisil SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-402	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-403	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-404	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-405	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-500	30 个 / 包
1g	6mL	60108-431	30 个 / 包
2g	15mL	60108-735	20 个 / 包
5g	25mL	60108-736	20 个 / 包
10g	75mL	60108-737	10 个 / 包

## HyperSep-96 Florisil 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-721	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-722	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-723	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-724	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-725	每包 1 个
25mg	1mL	60300-726	每包 1 个
50mg	1mL	60300-727	每包 1 个
100mg	1mL	60300-728	每包 1 个

## HyperSep Aminopropyl

## HyperSep Aminopropyl SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-424	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-364	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-425	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-518	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-519	30 个 / 包
1g	6mL	60108-432	30 个 / 包
2g	15mL	60108-738	20 个 / 包
5g	25mL	60108-739	20 个 / 包
10g	75mL	60108-740	10 个 / 包

## HyperSep-96 Aminopropyl 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-510	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-502	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-503	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-504	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-505	每包 1 个
25mg	1mL	60300-506	每包 1 个
50mg	1mL	60300-507	每包 1 个
100mg	1mL	60300-508	每包 1 个

## HyperSep Cyano

## HyperSep Cyano SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-746	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-745	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-747	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-748	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-749	30 个 / 包
1g	6mL	60108-750	30 个 / 包
2g	15mL	60108-751	20 个 / 包
5g	25mL	60108-752	20 个 / 包
10g	75mL	60108-753	10 个 / 包

## HyperSep-96 Cyano 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-817	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-818	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-819	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-820	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-821	每包 1 个
25mg	1mL	60300-822	每包 1 个
50mg	1mL	60300-823	每包 1 个
100mg	1mL	60300-824	每包 1 个

## HyperSep Diol

## HyperSep Diol SPE 固相萃取柱

柱床重量	体积	部件号	数量
50mg	1mL	60108-571	100 个 / 包
100mg	1mL	60108-572	100 个 / 包
200mg	3mL	60108-573	50 个 / 包
500mg	3mL	60108-574	50 个 / 包
500mg	6mL	60108-575	30 个 / 包
1g	6mL	60108-576	30 个 / 包
2g	15mL	60108-755	20 个 / 包
5g	25mL	60108-756	20 个 / 包
10g	75mL	60108-757	10 个 / 包

## HyperSep-96 Diol 提取板和独立小管

柱床重量	体积	部件号	数量
独立小管			
10mg	1mL	60300-635	100 个 / 包
25mg	1mL	60300-636	100 个 / 包
50mg	1mL	60300-637	100 个 / 包
100mg	1mL	60300-638	100 个 / 包
提取板			
10mg	1mL	60300-630	每包 1 个
25mg	1mL	60300-631	每包 1 个
50mg	1mL	60300-632	每包 1 个
100mg	1mL	60300-633	每包 1 个

## HyperSep 在线 SPE

## HyperSep Javelin 直连式在线 SPE 固相萃取柱

内径	长度	Retain PEP	Retain-CX	Retain-AX	Hypercarb	数量
2.1mm	10mm	60310-201	60310-301	60310-401	60310-501	4 个 / 包
3.0mm	10mm	60310-202	60310-302	60310-402	60310-502	4 个 / 包

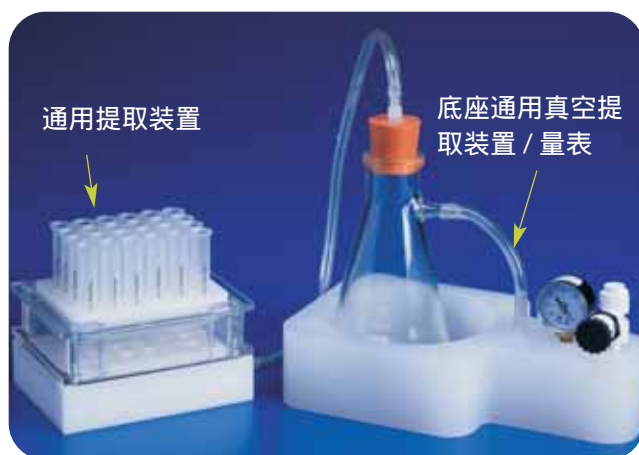
## HyperSep UNIGUARD 直连式在线 SPE 小柱

内径	长度	Retain PEP	Retain-CX	Retain-AX	Hypercarb	数量
2.1mm	10mm	60311-201	60311-301	60311-401	60311-501	4 个 / 包
3.0mm	10mm	60311-202	60311-302	60311-402	60311-502	4 个 / 包

## 适用于在线 SPE 的 HyperSep HPLC 色谱柱

内径	长度	Retain PEP	Retain-CX	Retain-AX	Hypercarb	数量
2.1mm	20mm	60312-201	60312-301	60312-401	60312-501	4 个 / 包
3.0mm	20mm	60312-202	60312-302	60312-402	60312-502	4 个 / 包

## HyperSep 真空提取装置



## HyperSep 通用真空提取装置

适用于 SPE 固相萃取柱和 96- 孔板；系统配备提取装置、底座 / 量表、烧瓶和瓶塞、试管和塞子

说明	部件号	数量
通用真空装置	60104-230	每包 1 个
真空泵，欧式插头	60104-241	每包 1 个
真空泵，北美插头	60104-243	每包 1 个
24- 位萃取板堵头	60104-234	24 个 / 包
48- 位萃取板堵头	60104-235	48 个 / 包

## HyperSep-96 孔板提取装置

适用 96- 孔板；系统包含底座、盖子和废液收集托盘

说明	部件号	数量
HyperSep-96 真空提取装置	60103-351	每包 1 个
真空泵，欧式插头	60104-241	每包 1 个
真空泵，北美插头	60104-243	每包 1 个
附件		
HyperSep-96 孔板底座	60300-301	每包 1 个
HyperSep-96 孔板底座	60300-303	5 个 / 包
样品收集板，1mL	60300-402	50 个 / 包
样品收集板，2mL	60300-403	50 个 / 包
适用于 1mL、3mL 和 6mL SPE 固相萃取柱的转换接头	60104-259	15 个 / 包
1mL 空管	60300-311	100 个 / 包



## HyperSep 玻璃室真空提取装置

**16 孔真空提取装置**

- 玻璃缸, Corian<sup>®</sup> 提取装置盖, 密封垫, 真空表和阀门组件, 16 个 Teflon<sup>®</sup> 管, 可调节真空架, 密封 Luer 接头, 16 个堵头和提取装置安全托盘

**24 孔真空提取装置**

- 玻璃缸, Corian<sup>®</sup> 提取装置盖, 密封垫, 真空表和阀门组件, 24 个 Teflon<sup>®</sup> 管, 可调节真空架, 密封 Luer 接头, 24 个堵头和提取装置安全托盘



说明	部件号	数量
16 孔真空提取装置	60104-232	每包 1 个
24 孔真空提取装置	60104-233	每包 1 个
真空泵, 北美插头	60104-243	每包 1 个
真空泵, 欧式插头	60104-241	每包 1 个
<b>替换部件</b>		
真空表	60104-240	每包 1 个
用于 16 孔真空提取装置的旋塞阀门	60104-242	16 个 / 包
用于 24 孔真空提取装置的旋塞阀门	60104-244	24 个 / 包
聚四氟乙烯管	60104-245	12 个 / 包
真空表和阀门组件	60104-261	每包 1 个
用于 16 孔玻璃室提取装置的盖子	60104-262	每包 1 个
用于 24 孔玻璃室提取装置的盖子	60104-248	
用于 16 孔提取装置的垫圈	60104-249	每包 1 个
用于 24 孔提取装置的垫圈	60104-250	每包 1 个
用于 16 孔真空提取装置的真空架	60104-251	每包 1 个
用于 24 孔真空提取装置的真空架	60104-252	每包 1 个
用于 16 孔真空提取装置的玻璃缸	60104-253	每包 1 个
用于 24 孔真空提取装置的玻璃缸	60104-254	每包 1 个
提取装置安全托盘	60104-260	每包 1 个
用于真空架的固定夹	60104-255	12 个
密封 Luer 接头	60104-256	12 个 / 包
提取装置盖支架	60104-257	4 个 / 包
Luer Lock 堵头	60104-258	12 个 / 包

# HyperSep SLE 小柱和 96 孔板

## 固相支持液 / 液萃取柱 (SLE)

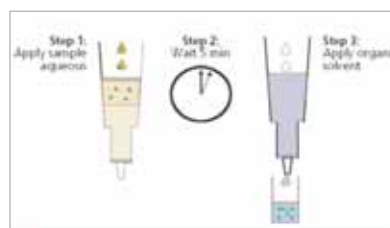
SLE 采用特殊工艺处理的硅藻土，具有最大的比表面积和最低的表面活性，能够提供一个理想的液液分配的支撑表面，可以代替大部分传统的液液萃取方法。该方法可以应用于制药，食品，纺织品，环境等多个领域。与传统液液萃取相比，具有更高的萃取效率和回收率，生物体液的萃取体积可低至 200mL，避免乳化现象，萃取时间缩短一半以上。

**SLE 具有以下优点：**

- 与 LLE 方法相比具有更好的重复性和更高的回收率
- 样品和斥水溶剂不直接接触，有效防止了 LLE 常见的乳化问题
- 对溶剂的要求比 LLE 低
- 本方法可实现完全自动化，而 LLE 则不能
- 样品萃取洁净度比蛋白质沉淀技术有所改善
- 灵敏度比蛋白质沉淀技术提高

**操作步骤：**

- (1)、将水相样品加入到 SLE 产品中等待 5-10 分钟，样品在硅藻土表面会形成一层厚液膜
- (2)、加入适量的与水不混溶的洗脱溶剂洗脱，洗脱溶剂与样品层液膜间进行微观的液液萃取
- (3)、收集洗脱溶剂，浓缩或直接上样分析



## HyperSep SLE 小柱和 96 孔板

### HyperSep SLE 小柱

经过特殊处理的硅藻土 SLE(pH=7)

柱床重量	体积	部件号	数量
200mg	3	60109-200-3-7	50
500mg	3	60109-500-3-7	50
500mg	6	60109-500-6-7	30
1g	6	60109-1000-6-7	30
2g	12	60109-2000-12-7	20
4g	25	60109-4000-25-7	15
20g	60	60109-20000-60-7	10

### HyperSep SLE 96 孔板

经过特殊处理的硅藻土 SLE(pH=7)

柱床重量	体积	部件号	数量
200mg	2	60109-200-2-7W	1/包
300mg	2	60109-300-2-7W	1/包
400mg	2	60109-400-2-7W	1/包
500mg	2	60109-500-2-7W	1/包

### HyperSep SLE 小柱

经过特殊处理的硅藻土 SLE(pH=9)

柱床重量	体积	部件号	数量
200mg	3	60109-200-3-9	50
500mg	3	60109-500-3-9	50
500mg	6	60109-500-6-9	30
1g	6	60109-1000-6-9	30
2g	12	60109-2000-12-9	20
4g	25	60109-4000-25-9	15
20g	60	60109-20000-60-9	10

### HyperSep SLE 小柱

经过特殊处理的硅藻土 SLE(pH=9)

柱床重量	体积	部件号	数量
200mg	2	60109-200-2-9W	1/包
300mg	2	60109-300-2-9W	1/包
400mg	2	60109-400-2-9W	1/包
500mg	2	60109-500-2-9W	1/包



## HyperSep 分散型 SPE 产品 -QuEChERS

Thermo Scientific QuEChERS(快速、简便、低价、高效、耐用和安全)分散型 SPE 产品提供了便捷高效的方法,能够测定水果、蔬菜和其它食品中的杀虫剂残留。

QuEChERS 方法提供了高回收率、高准确性的结果和高样品通量等优势,同时成本低廉,降低了溶剂和人工要求。此外,此方法还非常可靠。

- 快速简便的测定水果和蔬菜中杀虫剂残留的方法
- 步骤简单,无需自动化
- 能够测定多种杀虫剂类型
- 高回收率和准确的结果
- 高样品通量



### HyperSep 分散型 SPE 产品 -QuEChERS

#### QuEChERS 萃取产品

说明	容量	部件号	数量
6g MgSO <sub>4</sub> , 1.5g 乙酸钠	50mL	60105-210	250 个 / 包
4g MgSO <sub>4</sub> , 1g 氯化钠	50mL	60105-211	250 个 / 包
1.5g 氯化钠, 1.5g 二水柠檬酸三钠, 750mg 柠檬酸二钠	50mL	60105-212	250 个 / 包
4g 无水硫酸镁, 1g 氯化钠, 1g 二水柠檬酸三钠, 500 mg 柠檬酸二钠	50mL	60105-216	250 个 / 包

#### QuEChERS 净化产品

说明	容量	部件号	数量
6g 无水硫酸镁, 1.5g 无水乙酸钠 50mL 60105-310 25	50mL	60105-310	25 个 / 包
4g 无水硫酸镁, 1g NaCl 50mL 60105-311 25	50mL	60105-311	25 个 / 包
6g 无水硫酸镁, 1.5g 氯化钠, 1.5g 二水柠檬酸三钠, 750mg 柠檬酸二钠 50mL 60105-312 25	50mL	60105-312	25 个 / 包
4g 无水硫酸镁, 1g 氯化钠, 1g 二水柠檬酸三钠, 500mg 柠檬酸二钠 50mL 60105-316 25	50mL	60105-316	25 个 / 包
含 900mg MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA 和 150mg 石墨化碳的离心管 15mL	15mL	60105-205	50 个 / 包
900mg MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA 和 150mg C18 15mL	15mL	60105-206	50 个 / 包
750mg MgSO <sub>4</sub> 、250mg PSA, 250mg 封端的 C18 和 250 石墨化碳 15mL	15mL	60105-213	50 个 / 包
900mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA 15mL	15mL	60105-214	50 个 / 包
900mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA 15mL	15mL	60105-215	50 个 / 包
900mg MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA 和 45mg 石墨化碳 15mL	15mL	60105-217	50 个 / 包
900mg MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA 和 15mg 石墨化碳 15mL	15mL	60105-218	50 个 / 包
1200mg MgSO <sub>4</sub> 、400mg PSA 15mL	15mL	60105-224	50 个 / 包
1200mg MgSO <sub>4</sub> 、400mg PSA 和 400mg C18 15mL	15mL	60105-225	50 个 / 包
1200mg MgSO <sub>4</sub> 、400mg PSA, 400mg C18 和 400mg 石墨化碳	15mL	60105-226	50 个 / 包
900mg MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA 和 150mg C18	15mL	60105-227	50 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA 和 50mg 石墨化碳	15mL	60105-230	50 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA 和 150mg Chlorofiltr	15mL	60105-231	50 个 / 包
900mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA 和 150mg 石墨化碳	15mL	60105-305	10 个 / 包
900mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA 和 150mg C18	15mL	60105-306	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA, 50mg 石墨化碳	15mL	60105-313	10 个 / 包
900mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA	15mL	60105-314	10 个 / 包
900mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA	15mL	60105-315	10 个 / 包
900mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA 和 45mg 石墨化碳	15mL	60105-317	10 个 / 包
900mg MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA 和 15mg 石墨化碳	15mL	60105-318	10 个 / 包
1200mg MgSO <sub>4</sub> 、400mg P SA	15mL	60105-324	10 个 / 包
1200mg MgSO <sub>4</sub> 、400mg PSA 和 400mg C18	15mL	60105-325	10 个 / 包
1200mg MgSO <sub>4</sub> 、400mg PSA, 400mg C18 和 400mg 石墨化碳	15mL	60105-326	10 个 / 包



## QuEChERS 净化产品 续

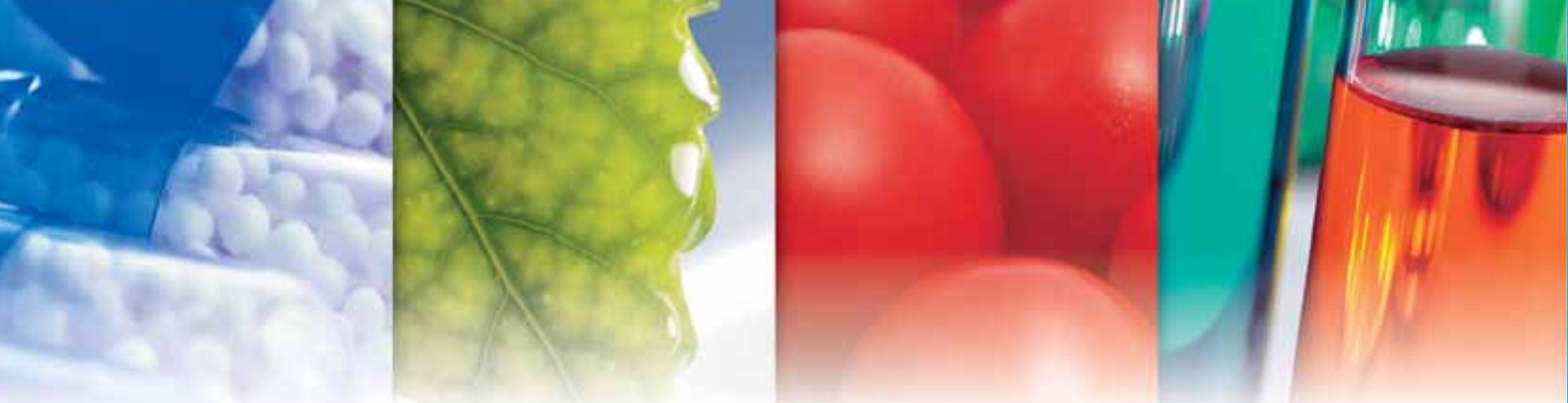
说明	容量	部件号	数量
900mg MgSO <sub>4</sub> 、150mg PSA 和 150mg C18	15mL	60105-327	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、10mg PSA 和 50mg 石墨化碳	15mL	60105-330	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、300mg PSA 和 150mg Chlorofiltr	15mL	60105-331	10 个 / 包
上层 400mg PSA、下层 200mg 石墨化碳	6mL	60105-207	30 个 / 包
上层 500mg PSA、下层 250mg 石墨化碳	6mL	60105-208	30 个 / 包
上层 500mg PSA、下层 500mg 石墨化碳的萃取柱	6mL	60105-209	30 个 / 包
上层 400mg PSA、下层 200mg 石墨化碳、带特氟龙筛板	6mL	60105-307	10 个 / 包
上层 500mg PSA、下层 250mg 石墨化碳、带特氟龙筛板	6mL	60105-308	10 个 / 包
上层 500mg PSA、下层 500mg 石墨化碳、带特氟龙筛板	6mL	60105-309	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA 和 50mg 石墨化碳	2mL	60105-202	100 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA	2mL	60105-203	100 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA 和 50mg C18	2mL	60105-204	100 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA	2mL	60105-219	100 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA 和 25mg C18	2mL	60105-220	100 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA 和 2.5mg 石墨化碳	2mL	60105-221	100 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA 和 7.5mg 石墨化碳	2mL	60105-222	100 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA 50mg C18 和 50mg 石墨化碳	2mL	60105-223	100 个 / 包
150mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA 和 50mg 石墨化碳	2mL	60105-302	10 个 / 包
150mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA	2mL	60105-303	10 个 / 包
150mg 无水 MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA 和 50mg C18	2mL	60105-304	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA	2mL	60105-319	10 个 / 包
50mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA 和 25mg C18	2mL	60105-320	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA 和 2.5mg 石墨化碳的 2mL 离合管	2mL	60105-321	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、25mg PSA 和 7.5mg 石墨化碳	2mL	60105-322	10 个 / 包
150mg MgSO <sub>4</sub> 、50mg PSA、50mg C18 和 50mg 石墨化碳	2mL	60105-323	10 个 / 包

## HyperSep 分散型 SPE Mylar 包装 (试剂单独包装, 不带离心管)

描述	部件号	数量
Mylar 包: 4000mg 硫酸镁, 1000mg 氯化钠	60105-340	50 支 / 包
Mylar 包: 6000mg 硫酸镁, 1500mg 醋酸钠 (无水)	60105-341	50 支 / 包
Mylar 包: 6000mg 硫酸镁, 1500mg 氯化钠	60105-342	50 支 / 包
Mylar 包: 6000mg 硫酸镁, 1500mg 氯化钠, 1500mg 二水柠檬酸钠, 750mg 柠檬酸二钠盐	60105-343	50 支 / 包
Mylar 包: 4000mg 硫酸镁, 1000mg 氯化钠, 500 柠檬酸二钠盐, 1000mg 柠檬酸三钠	60105-344	50 支 / 包
Mylar 包: 1.2g 氯化钠	60105-345	50 支 / 包
Mylar 包: 4g 硫酸钠和 0.5g 硫酸镁	60105-346	50 支 / 包

## HyperSep 分散型 SPE (分散包装, 另带 50 个离心管)

描述	部件号	数量
4000mg 硫酸镁, 100mg 氯化钠	60105-332	50 支 / 包
4000mg 硫酸镁, 100mg 氯化钠, 500mg 柠檬酸钠, 1000mg 柠檬酸三钠	60105-333	50 支 / 包
4000mg 硫酸镁, 1g 氯化钠	60105-334	50 支 / 包
6000mg 硫酸镁, 1500mg 氯化钠	60105-335	50 支 / 包
6000mg 硫酸镁, 1500mg 氯化钠	60105-336	50 支 / 包
6000mg 硫酸镁, 1500mg 氯化钠, 1500mg 二水柠檬酸钠, 1750mg 柠檬酸二钠	60105-337	50 支 / 包
8000mg 硫酸镁, 200mg 氯化钠	60105-338	50 支 / 包
8000mg 硫酸镁, 3500mg 氯化钠	60105-339	50 支 / 包



# 色谱工作者 资源

## Thermo Scientific 色谱柱 和耗材目录

产品目录内容全面，涵盖了所有的色谱消耗品，同时提供了产品的选择指南。目录多达660页，可在线获取，具有强大的检索功能，并可在iPad上使用。请访问

[www.thermoscientific.com/catalog](http://www.thermoscientific.com/catalog)



## 色谱资源中心

我们通过网络资源中心提供技术支持、应用、技术指导以及文献，改善您的色谱分离。请访问

[www.thermoscientific.com/chromexpert](http://www.thermoscientific.com/chromexpert)



赛默飞世尔科技(中国)有限公司

**免费服务热线： 800 810 5118**  
**400 650 5118 (支持手机用户)**

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC