

## 豆制品中乌洛托品的检测解决方案

乌洛托品即六亚甲基四胺，是一种化工产品，在酸性溶液中能分解放出甲醛和氨而具有杀菌作用，常用于医学上消毒防腐药物。近些年来有些不法豆制品生产厂家为了延长其产品的保质期和保持产品的色泽违规使用乌洛托品作为防腐保鲜剂，对豆制品质量和消费者身体健康带来安全隐患。因此，对豆制品中乌洛托品含量检测与控制显得尤为必要。

乌洛托品的分析方法实际应用中以气相色谱法和液相色谱法居多，但这两种方法都存在灵敏度不高的弊端。液相色谱与串联质谱的联用，可使检测结果的灵敏度显著提高。

### 方法优势

迪马科技建立固相萃取-超高效液相色谱串联质谱法检测豆制品中乌洛托品，以乙腈或 50%乙腈水作为提取液，采用 ProElut PXC 固相萃取柱净化样品，通过 UPLC-MS/MS 检测。

1. 本方案前处理步骤简单、净化效果好、基质效应小、检测时间短；
2. 保证实验结果的准确性、重现性；
3. 液相色谱与串联质谱的联用，可使检测结果的灵敏度显著提高；
4. 本方案定量限为 0.5 µg/kg，检出限 0.2 µg/kg。

以下为详细解决方案，敬请参考！

### 1、适用范围

适用于豆皮、豆干和辣条等豆制品中乌洛托品的检测，本方法定量限为 0.5 µg/kg，检出限 0.2µg/kg。

### 2、提取

#### 2.1 豆皮、豆干类样品

取 1.0 g 已粉碎的样品与 10 mL 50%乙腈水溶液，振荡 10 min，6000 rpm 下离心 2 min，收集上清液，待净化。

## 2.2 辣条样品

- (1) 取 1.0 g 已粉碎的样品与 10 mL 乙腈, 振荡 10 min, 6000 rpm 下离心 2 min, 收集上清液;
- (2) 向样品残渣中继续加 10 mL 乙腈, 按提取步骤 (1) 重复提取一次, 合并 2 次提取液, 混匀, 待净化。

## 3、净化

### ProElut PXC 60 mg/3 mL (Cat.#68203)

- a 活 化: 3 mL 乙腈活化;
- b 上 样: 加入待净化液, 弃去流出液;
- C 淋 洗: 加入 3 mL 乙腈, 弃去流出液;
- d 洗 脱: 加入 3 mL 10%氨水乙腈, 收集流出液;
- d 重新溶解: 将流出液用洗脱液定容至 3 mL, 过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜, 供 LC-MS 分析。

## 4、色谱条件

### 4.1 UPLC 条件

色谱柱: Inspire HILIC, 100  $\times$  2.1 mm, 3  $\mu\text{m}$  (Cat#: 81412)

流 速: 0.5 mL/min

进样量: 10  $\mu\text{L}$

柱 温: 35  $^{\circ}\text{C}$

流动相: 0.1%乙酸水溶液: 乙腈=40: 60

### 4.2 质谱条件

电离模式: ESI

扫描方式: 正离子扫描

检测方式: 多反应监测

电喷雾电压: 5500 V

雾化气压力: 50 psi

辅助气压力: 50 psi

气帘气压力: 20 psi

离子源温度: 500  $^{\circ}\text{C}$

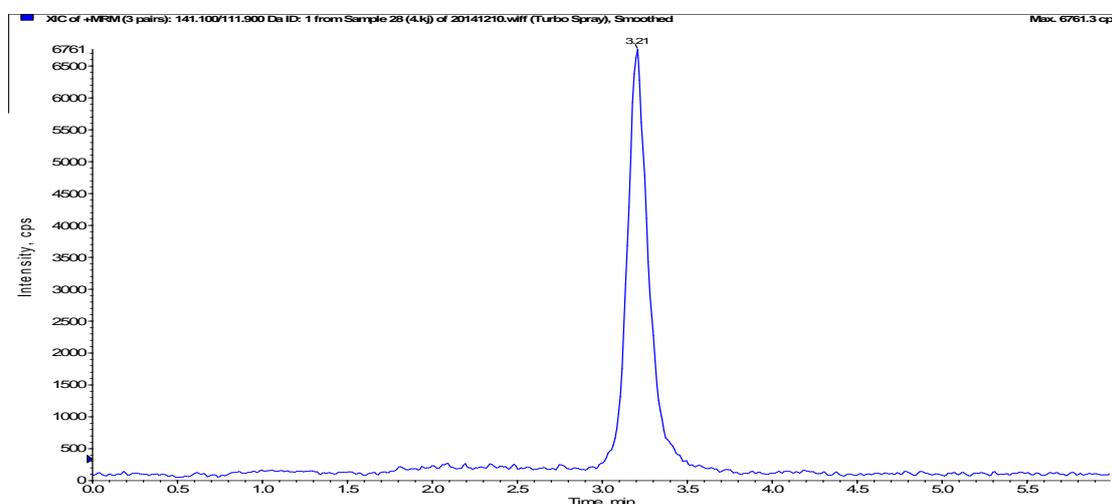
离子对、定量离子对、碰撞气能量及去簇电压见下表

药物名称	定性离子对 (m/z) (母离子/子离子)	定量离子对 (m/z) (母离子/子离子)	碰撞气能量/V	去簇电压/V
乌洛托品	141.1/111.9	141.1/111.9	18	62
	141.1/85.1		24	

## 5、添加回收结果

豆制品中乌洛托品的 LC-MS 检测添加回收结果

分析物	基质	添加水平(µg/kg)	回收率(%)
乌洛托品	辣条	5.0	83.9
		1.0	63.6
乌洛托品	豆皮	10.0	82.3
		5.0	77.1
		1.0	73.2
乌洛托品	豆干	5.0	73.8
		1.0	82.3



乌洛托品多反应监测色谱图

## 相关产品信息

货号	名称	规格
<b>样品前处理</b>		
68203	混合型阳离子交换反相固相萃取柱 ProElut PXC	60 mg/3 mL, 50/pk

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657

244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1,3,6mL 柱管通用连接器	15/pk
4806	考克(控制流量)	15/pk
99011	真空/正压两用泵, 无油	1/pk
99013	抽滤瓶套装 (包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pk
30039	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 μm 100/pk
30040	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.45 μm 100/pk
<b>色谱柱及保护柱</b>		
81412	Inspire HILIC	100 × 2.1 mm, 3 μm
<b>标准品</b>		
12-N-12173-5G	乌洛托品[100-97-0]	5 g
<b>HPLC溶剂•缓冲盐•离子对试剂</b>		
50101	乙腈 HPLC 级	4 L
50132	乙酸 HPLC 级	50 mL
<b>通用色谱产品</b>		
52401B	瓶架/蓝色	50 孔
52401A	瓶架/白色	50 孔
1034	样品瓶 (棕色/螺纹)	2 mL, 100/pk
1035	样品瓶盖/含垫 (已经组装)	100/pk
H80465	HPLC 进样针	25 μL

红色产品货号#30039、#30040、#1034、#1035 火热促销中