

## 目录

动物源性食品中碘醚柳胺残留量的分析方法.....	3
(DB21/2394-2014)动物源性食品中金刚烷胺的检测 SPE-LC-MS/MS 法 .....	8
(农业部 1025 号公告-2-2008)畜禽肉中甲硝唑、地美硝唑残留量检测 LC-MS/MS 法...	12
(GB 29688-2013)动物源食品中氯霉素类药物的 LC-MS/MS 定性定量测定方法.....	16
(GB/T20746-2006)畜禽肉中卡巴氧残留量检测 LC-MS/MS 法.....	20
畜禽肉中替米考星残留量检测(LC-MS/MS 法).....	24
(GB/T21314-2007)畜禽肉中头孢噻吩残留量检测 LC-MS/MS 法.....	28
(GB23200.11-2016)猪肉中阿维菌素残留量检测 LC-MS/MS 法.....	32
(GB/T20741-2006)猪肉中地塞米松残留量检测 LC-MS/MS 法.....	36
(GB/T20759-2006)猪肉中磺胺类药物残留量检测 LC-MS/MS 法.....	40
(DB 51T 658-2007)猪肉中己烯雌酚残留量检测 LC-MS/MS 法.....	46
(GB/T20762-2006)猪肉中林可霉素残留量检测 LC-MS/MS 法.....	50
(GB/T 20366-2006)猪肉中氟喹诺酮类药物残留量检测 LC-MS/MS 法.....	54
(GB 29699-2013)猪肉中氯羟吡啶残留量检测 LC-MS/MS 法 .....	59
(GB/T 21317-2007)猪肉、鸡肉中四环素类药物残留量检测 LC-MS/MS 法.....	63
(农业部 1025 号公告-18-2008)动物源食品中 9 种 $\beta$ -受体激动剂残留量的测定 LC-MS/MS 法 .....	68
(SN/T0670-2012)猪肉中泰乐菌素残留量检测 LC-MS/MS 法 .....	76
(GB/T 20752-2006)猪肉中四种硝基呋喃类代谢物残留量的测定 LC-MS/MS 法 .....	80
(GB/T 20752-2006)猪肉中四种硝基呋喃类代谢物残留量的测定 LC-MS/MS 法 .....	86
水产品、进口肉中土霉素、四环素、金霉素含量检测方法.....	92
动物源食品中玉米赤霉醇类药物残留检测(LC-MS/MS 法).....	94
动物尿液中 3 种 $\beta$ -受体激动剂残留量的测定(LC-MS/MS 法).....	97
水产品中氯霉素残留量的测定(GC 法).....	101
猪肉中喹乙醇残留量检测(LC-MS/MS 法).....	103
(农业部 1031 号公告-2-2008)动物源性食品中糖皮质激素类药物的液质实验方法.....	106
(GB/T 23412-2009)蜂蜜中 19 种喹诺酮类药物残留量的测定方法(LC-MS/MS 法) .....	108
氘代同位素内标测定鱼贝类肌肉中 $\beta$ -雌二醇残留(GC-MS)法 .....	111
奶粉中雌酮、雌二醇、醋酸甲地孕酮、醋酸氯地孕酮的检测.....	113
鸡蛋中氟虫腈的分析方法.....	116
鸡肉中全氟辛酸磺酸和全氟辛酸的分析方法.....	122
(GBT23409-2009)蜂王浆中土霉素, 金霉素, 四环素, 强力霉素残留量测定 .....	127
(GB/T 23408-2009)蜂蜜中大环内酯类药物残留量测定.....	130
(农业部 1025 号公告-11-2008 和农业部 1063 号公告-3-2008)——猪尿中 14 种 $\beta$ -受体激动剂残留的测定.....	132

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



---

(GB 29703-2013)呋喃苯烯酸钠的测定 .....	136
(GB/T 22338-2008)鱼肉中氯霉素、氟苯尼考、甲矾霉素的测定 .....	140
(GB/T 19857-2005)鱼肉中孔雀石绿和结晶紫的测定 .....	144
(GB/T 19857-2005)《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定》标准 .....	148
鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物的分析方法 .....	151
牛奶中甲矾霉素的分析方法 .....	155
(SN/T 2624-2010)猪肉中齐帕特罗残留量的测定 .....	159
动物性食品中噻苯达唑、氟苯达唑及其标示残留物残留量的测定 .....	162
PCX/Silica 用于羊肾中三氯苯唑及代谢物残留量的检测 .....	168

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 动物源性食品中碘醚柳胺残留量的分析方法

**案例来源：**博纳艾杰尔；应用编号：AF10102

### 应用简介

本实验采用固相萃取结合高效液相色谱建立了一种动物源性食品中碘醚柳胺残留量的检测方法。牛、羊组织样品经乙腈提取，Cleanert® PAX 固相萃取柱净化后采用 Venusil® Durashell C18 色谱柱（4.6×150 mm，5 μm，100 Å）分离，乙腈：水（用磷酸调 pH 至 2.5）= 85：15 为流动相洗脱，282 nm 波长下检测，外标法定量，取得了较好的实验结果。结果表明：该方法简单快速，准确度高，当碘醚柳胺的加标量在 15 μg/kg ~ 500 μg/kg 范围内时，回收率在 64% ~ 101% 之间，满足检测要求。

### 前言

碘醚柳胺（rafoxanide，CAS 号：22662-39-1）又名重碘柳胺，为灰白色至棕色粉末。在丙酮中溶解，在氯仿或乙酸乙酯中略溶，在甲醇中微溶，在水中不溶。相对分子质量为 626.01，结构式如图 1 所示。碘醚柳胺属卤化水杨酰苯胺类吸虫药，它主要是通过阻断肝片吸虫的氧化磷酸化过程，而使虫体麻痹、死亡，达到杀虫的目的，在世界范围内被广泛用于牛羊的肝片吸虫病的治疗，疗效显著。有研究表明该物质可致小鼠畸变，欧盟也对动物源性食品中碘醚柳胺的临时性最大残留量做了规定。因此通过有效的实验技术手段，对动物源性食品中碘醚柳胺进行监控，具有重要意义。本实验采用固相萃取结合高效液相色谱法建立了一种快速、有效的牛、羊组织中碘醚柳胺的检测方法。

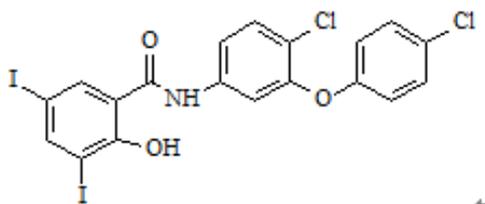


图 1. 碘醚柳胺的结构式

### 仪器、试剂与材料

#### 主要仪器设备

Agilent 1260 高效液相色谱仪；  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

#### 试剂材料

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室  
邮编：300457  
电话：(0086) 22-6537-8550  
QQ: 2850791073  
邮箱：sales@altascientific.com  
网址：www.altascientific.com.cn



碘醚柳胺标准品（纯度 99%），乙腈溶解；

乙腈、甲酸为色谱纯；实验用水为超纯水；

1%甲酸酸化乙腈：量取甲酸 1 mL，加乙腈溶解并稀释至 100 mL，摇匀；

一次性无菌注射器；Nylon 针式过滤器(0.45  $\mu\text{m}$ ，直径 13 mm)；

Cleanert<sup>®</sup> PAX 固相萃取柱：150 mg/6 mL。

## 样品制备

### 样品提取

准确称取绞碎的样品 10 g 于 50 mL 离心管中，加乙腈 20 mL，10000 r/min 涡旋均质 1 min，4000 r/min 离心 5 min，移取上清液。残渣再用 10 mL 乙腈重复提取一次，合并上清液。

### 样品净化

Cleanert<sup>®</sup> PAX 固相萃取小柱先用 5 mL 乙腈活化，之后将上述提取液以 1 mL/min 的流速全部上样过柱。用 5 mL 乙腈淋洗小柱，真空抽干，用 10 mL 1%甲酸酸化乙腈洗脱并收集。洗脱液于 40°C 下氮气吹干，残留物用乙腈溶解并定容至 0.5 mL，过 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜，待测。

注：上述操作步骤可在 Qdaura<sup>®</sup>卓睿全自动固相萃取仪上完成。

### 色谱条件

色谱柱：Durashell C18，5  $\mu\text{m}$ ，100  $\text{\AA}$ ，4.6  $\times$  150 mm；

流动相：磷酸水溶液（PH 2.5）：乙腈 = 15 : 85；

柱温：30°C；

波长：282 nm；

进样量：20  $\mu\text{L}$ ；

## 结果与讨论

### 线性关系

分别配制浓度为 0.05  $\mu\text{g/mL}$ 、0.1  $\mu\text{g/mL}$ 、0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、1  $\mu\text{g/mL}$ 、10  $\mu\text{g/mL}$  的碘醚柳胺标准工作液，按上述液相色谱条件检测，测定结果经线性回归，线性范围是 0.05 - 10  $\mu\text{g/mL}$ ，回归方程、相关系数详见表 1。

### 检测方法稳定性

使用 15  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液，连续进样 6 针，记录每针碘醚柳胺的保留时间和峰面积，计算其相对标准偏差，结果见表 2。

### 实验结果

从表 3 可知，采用 Cleanert<sup>®</sup> PAX 固相萃取小柱结合高效液相色谱法检测牛肉、牛肾、羊肉、羊肾和羊油基质中的碘醚柳胺，当牛肉基质中加标浓度在 15  $\mu\text{g/kg}$  ~ 60  $\mu\text{g/kg}$  时，回收率在 91% ~ 101% 之间；牛肾基质中加标浓度在 20  $\mu\text{g/kg}$  ~ 80  $\mu\text{g/kg}$  时，回收率在 76% ~ 81% 之间；羊肉基质中加标浓度在 100  $\mu\text{g/kg}$  ~ 400  $\mu\text{g/kg}$  时，回收率在 74% ~ 95% 之间；羊肾基质中加标浓度在 75  $\mu\text{g/kg}$  ~ 300  $\mu\text{g/kg}$  时，回收率在 78% ~ 92% 之间；羊油基质中加标浓度在 100  $\mu\text{g/kg}$  ~ 500  $\mu\text{g/kg}$  时，回收率在 64% ~ 77% 之间；且各基质的最低定量限均小于欧盟规定的最大残留限量（MRL），满足检测要求。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

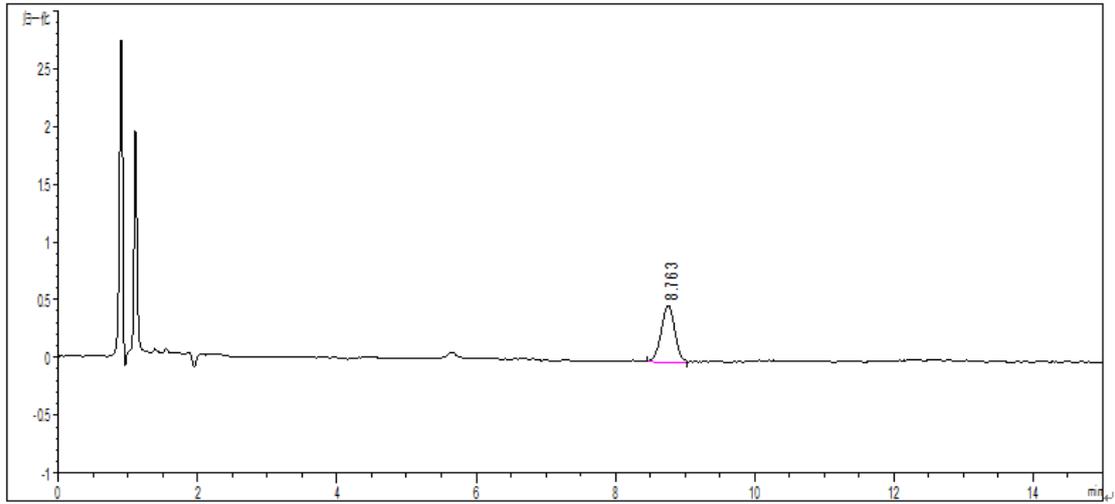


图 2. 碘醚柳胺标准溶液图谱

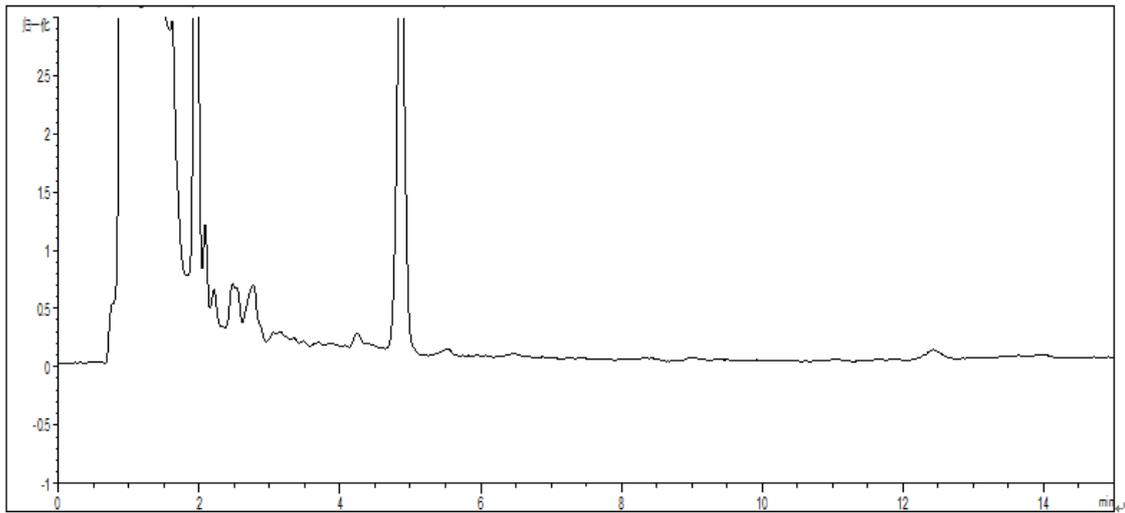


图 3. 牛肉空白图谱

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

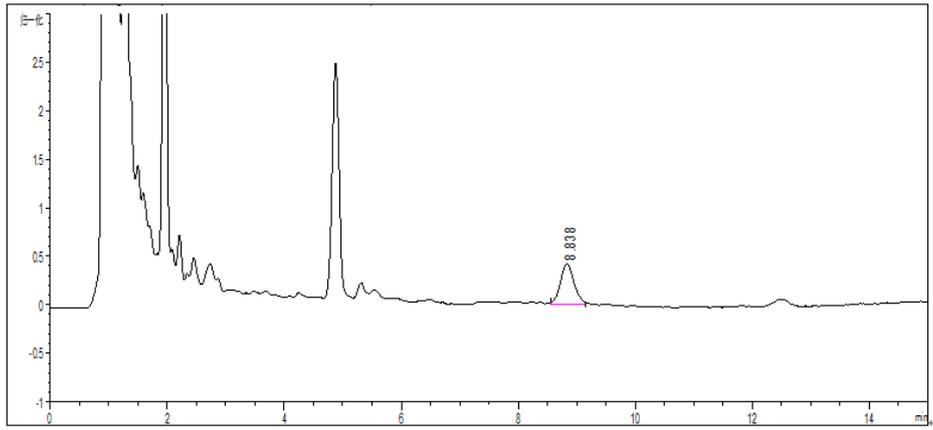


图 4. 牛肉添加图谱

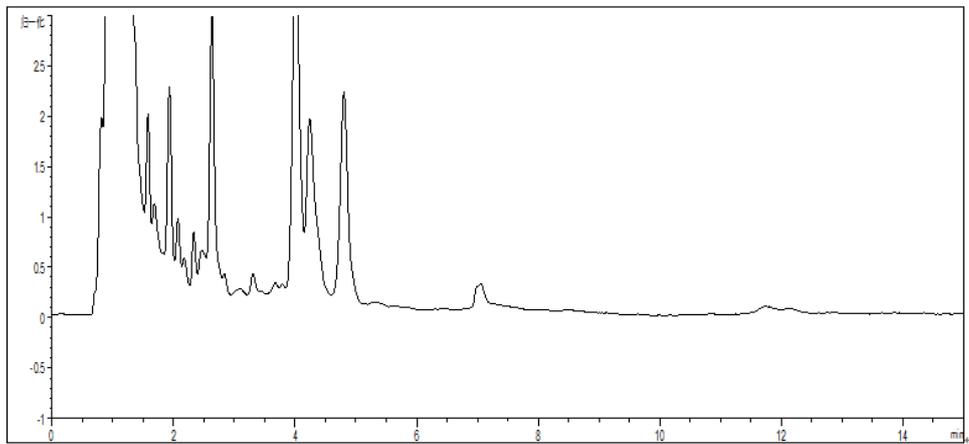


图 5. 羊脂肪空白图谱

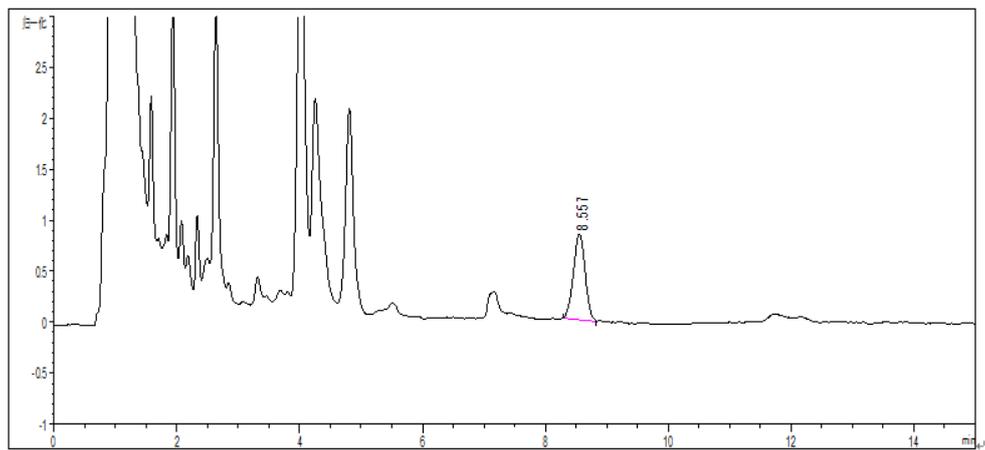


图 6. 羊脂肪添加图谱

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 结论

本实验采用 Cleanert® PAX 固相萃取小柱结合高效液相色谱建立了动物源性食品中碘醚柳胺的检测方法，并采用外标法定量，当碘醚柳胺的加标量在 15 µg/kg ~ 500 µg/kg 时，回收率在 64% ~ 101% 之间，且该方法对样品基质中的碘醚柳胺的定量限小于欧盟的 MRL 要求，满足检测要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5566	碘醚柳胺(雷复尼特)	Rafoxanide	22662-39-1

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

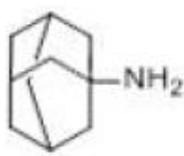
# (DB21/2394-2014)动物源性食品中金刚烷胺的检测 SPE-LC-MS/MS 法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10025

金刚烷胺是由金刚烷与溴进行卤化, 再与乙腈在硫酸中反应, 生成酰胺, 再用碱水解而得。它可用于亚洲甲-II型流感的预防和早期治疗, 与抗菌素合用可治败血症和病毒性肺炎, 并有退烧作用。也有抗震颤麻痹的作用, 可适用于帕金森病的治疗。根据其药理作用, 国内现在主要将金刚烷胺用于鸡、猪流感的预防和早期治疗, 及猪传染性胃肠炎的防治。

鉴于金刚烷胺会在动物组织中有残留, 所以政府有关部门开始禁止使用金刚烷胺等防治高致病性禽流感等一类病原微生物引起的病毒性疫病。我国对于动物源性食品中金刚烷胺残留含量的相关研究报道属于空白, 也未曾制定或立项过国家标准、行业标准, 国际上也无特定限量要求及相应检测方法。

本文采用甲醇-1% 三氯乙酸萃取、Cleanert PCX 固相萃取净化、液相色谱- 质谱/质谱 (LC-MS/MS) 技术建立动物源性食品中的金刚烷胺残留量的分析方法。

化合物名称	英文名	结构式	CAS编号
金刚烷胺	1-Aminoadamantane		768-94-5

## 1.样品提取

准确称取 2 g(精确至 0.01 g)试样至 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 甲醇-1%三氯乙酸 (50+50, v/v)溶液, 旋涡 30 s, 超声 30 min, 8000 r/min 离心 10 min, 上清液用一次性专用过滤器 注射器转移至 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪上样管中, Cleanert PCX 固相萃取柱也置入萃取仪中待净化。

## 2.净化方法

设置 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪程序如下: 3 mL 甲醇, 3 mL 水活化; 加样 5 mL; 淋洗: 3 mL 2% 盐酸, 3 mL 甲醇淋洗; 空气吹干小柱, 洗脱: 5 mL 氨水-甲醇- 异丙醇溶液 (5+80+15, v/v/v)洗脱并收集。以上步骤控制流速均为 1 mL/min。取出收集管, 在 50°C水浴中氮气吹干, 加 1.0 mL 甲醇-水-甲酸溶液(10+90+0.1, v/v /v)溶解, 用 0.22 μm 滤器过滤后供 LC-MS/MS 测定。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

### 3.检测方法

#### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18 2.1×150 mm, 3 μm, 150 Å;

流速: 200 μL/min;

柱温: 30°C;

进样量: 5 μL;

表 1 液相色谱分析流动相条件

Total Time(min)	Flow Rate (μL/min)	0.1%甲酸水	乙腈 (%)
0	200	70	30
10	200	70	30

#### 3.2 质谱条件

电离模式: 电喷雾电离正模式;

检测方式: 多反应监测(MRM);

离子源温度(TEM): 550°C, Curtian Gas: 10,

化合物名称 Ion Source Gas 1: 70, Ion Source Gas 2:75

表 2 质谱参数

化合物	保留时间/min	Q1	Q3	Decluster Potential	Collision Energy
金刚烷胺	6.88	152.2	<u>134.9</u>	77	24
			92.9	87	36
			78.9	78	40

注: 带“    ”的监测离子为定量离子。

### 4.实验结果

表 2 线性和检出限:

物质名称	保留时间(min)	平均回收率	RSD(%)
金刚烷胺	6.8	79.80%	8.37

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

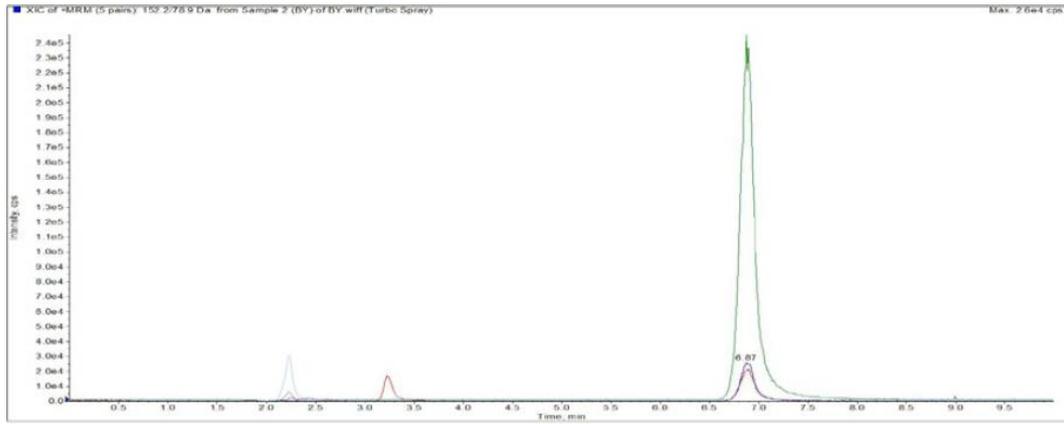


图 1 金刚烷胺标准品质谱图

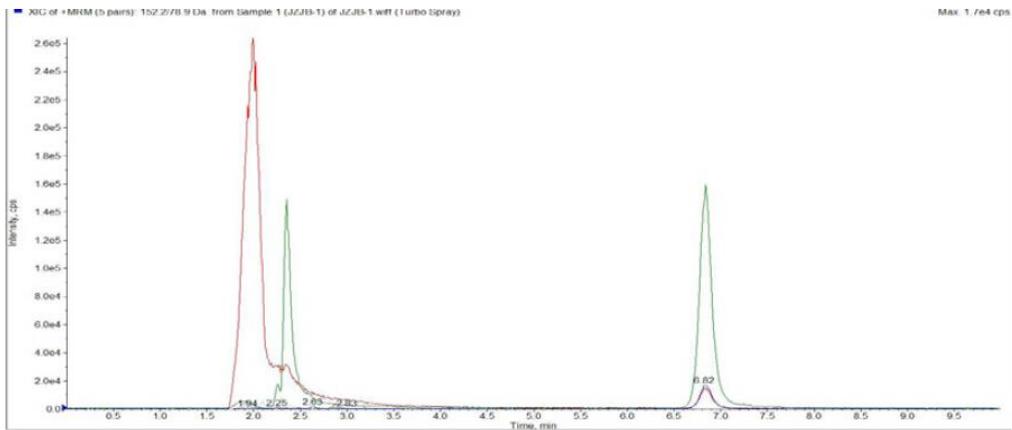


图 2 鸡肉样品添加质谱图 (添加浓度为 50µg/kg)

## 5. 关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST10021	金刚烷胺	Amantadine	768-94-5

## 6. 货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
CX0603	Cleanert® PCX	60 mg/3 mL, 50 支/pk
VS931502-0	Venusil® ASB C18	2.1×150 mm, 3 µm, 150 Å

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



AS082501-G	针式过滤器(PTFE, Prefilter 双膜)	1 $\mu$ m,直径 25 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	0.22 $\mu$ m,直径 13 mm, 200/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL,100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫,45 ShoreA 1.0 mm, 100/pk
AH232-4	异丙醇	4×4 L/瓶
S230-4	甲醇	4×4 L/瓶

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (农业部 1025 号公告-2-2008) 畜禽肉中甲硝唑、地美硝唑残 留量检测 LC-MS/MS 法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10027

硝基咪唑类 (Nitroimidazoles) 药物是带有硝基的咪唑化合物, 其性状为白色或淡黄色结晶, 弱碱性, 能和酸结合成盐, 遇光易分解, 易溶于甲醇, 微溶于水, 主要用于预防和治疗家禽的滴虫病、猪的出血性下痢及厌氧菌感染, 并具有促生长作用, 但是该类药物对哺乳动物具有致

癌、致畸、致突变作用和遗传毒性。因此欧盟、北美和我国等都禁止了硝基咪唑在食品动物中的使用。农业部 1025 号公告-2-2008 规定了在畜禽肉中硝基咪唑类药物残留方法检出限为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 1. 样品提取

称取 2.00 g(精确到 0.01 g)均质好的样品, 置于 50.0 mL 离心管中, 加入 15.0 mL 乙酸乙酯, 涡旋振荡 2 min, 4000 rpm 离心 5 min, 上清液转移至 80 mL 顶空瓶中, 残渣用 15.0 mL 乙酸乙酯重复提取一次, 合并两次提取液, 加入 4 g 氯化钠和 20.0 mL 正己烷, 振荡器上振荡 10 min, 4200 rpm 离心 10 min, 小心吸取下层乙酸乙酯层于另一离心管中, 氮气吹至近干, 用 6 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解残渣备用。

## 2. 净化方法

先将 Cleanert PCX (60 mg/3 mL)小柱分别用 2.0 mL 甲醇、2.0 mL 0.1 mol/L 盐酸水溶液活化平衡, 然后样品残液过柱(流速控制在 2~3 mL/min), 弃去滤液; 再用 1.0 mL 0.1 mol/L 盐酸水溶液、1.0 mL 甲醇和 1.0 mL 甲醇-水(1:9, v/v)淋洗 SPE 柱, 弃去淋洗液, 最后用 3.0 mL 甲醇-5%氨水(3:2, v/v)洗脱于锥形试管中, 40  $^{\circ}\text{C}$ 氮气吹干。用 1 mL 甲醇-水溶液(1:9, v/v)溶解残留物, 过 0.22  $\mu\text{m}$  尼龙针式过滤器后待测。

## 3. 检测条件

### 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18, 2.1 $\times$ 100 mm, 5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ ;

流动相: A 相-水, B 相-乙腈

柱温: 35  $^{\circ}\text{C}$ ;

进样量: 5  $\mu\text{L}$ ;

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 1 液相色谱梯度洗脱条件:

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.35	100	0
1.5	0.35	100	0
3.5	0.35	60	40
4	0.35	60	40
4.01	0.35	5	95
5	0.35	5	95
5.01	0.35	100	0
7	0.35	100	0

### 3.2 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源

扫描方式: 正离子扫描

电喷雾电压: 5500 V

雾化气压力: 55 psi

气帘气压力: 13 psi

辅助气压力: 60 psi

离子源温度: 600 °C

采集方式: 多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

表 2 硝基咪唑类药物的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
甲硝唑 (Metronidazole)	172.5	82.2	38
		128.1	35
地美硝唑 (Dimetridazole)	142.4	81.1	35
		96.4	35

## 4. 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测甲硝唑和地美硝唑, 加标量为 1.0 µg/kg 加标回收率为 90%~100%, 能够满足检测要求。由图 1 可看出经 Cleanert PCX

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

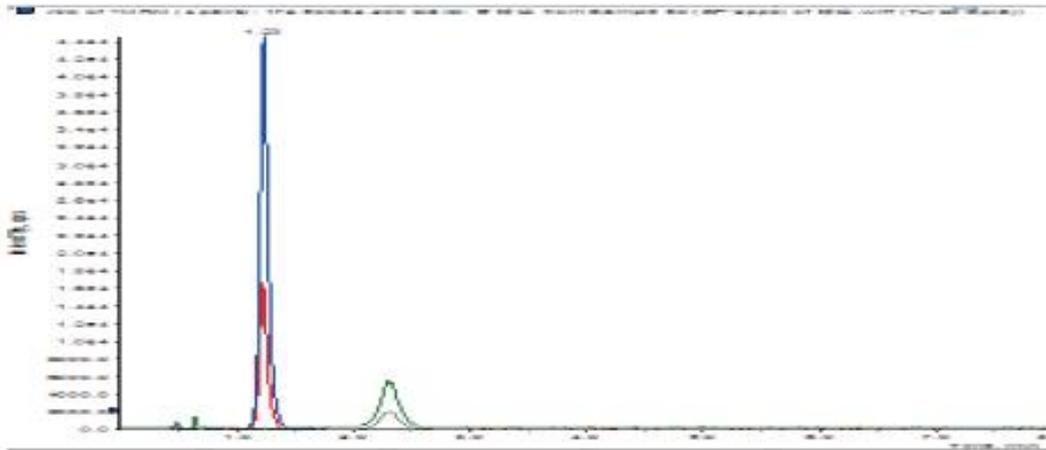
网址: www.altascientific.com.cn

固相萃取柱净化，采用 Venusil ASB C18 色谱柱检测能够使甲硝唑和地美硝唑得到良好的分离，且两种物质峰形良好，保留时间稳定。

表 3 硝基咪唑类药物加标回收实验结果(n=3):

物质名称	加标量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率%	RSD/%	RT/min
甲硝唑 (Chloramphenicol)	1.0	93.00	3.63	1.23
地美硝唑 (Dimetridazole)	1.0	95.12	2.50	2.24

图 1 硝基咪唑类样品加标 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图



## 结论:

本实验建立了硝基咪唑类残留量检测的 LC-MS/MS 检测方法，并结合固相萃取技术对禽畜类肉中硝基咪唑类药物的残留量进行了测定。对于加标量为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测，回收率在 90%~100%，符合国标要求，固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好，说明本方法能够用于检测动物源性食品中的硝基咪唑残留量。

## 5.标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5525	二甲硝咪唑;地美硝唑	Dimetridazole	551-92-8
1ST5554	甲硝唑	Metronidazole	443-48-1

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 6. 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VS951002-0	Venusil ASB C18	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 100 mm
CX0603	Cleanert® PCX	60 mg/3 mL, 50/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VS950102-0S	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45 Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB 29688-2013)动物源食品中氯霉素类药物的 LC-MS/MS

### 定性定量测定方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10026

氯霉素(chloramphenicol, chloromycetin)是由委内瑞拉链霉菌产生的抗生素。属广谱抑菌抗生素,是治疗伤寒,副伤寒的首选药,治疗厌氧菌感染的特效药物之一,其次用于敏感微生物所致的各种感染性疾病的治疗。用于治疗由伤寒杆菌、痢疾杆菌、大肠杆菌、流感杆菌、布氏杆菌、肺炎球菌等引起的感染。由于氯霉素可引起严重的毒副作用,故临床仅用于敏感伤寒菌株引起的伤寒感染、流感杆菌感染、重症脆弱拟杆菌感染、脑脓肿、肺炎链球菌或脑膜炎球菌性脑膜炎,同时对青霉素过敏的患者,由于不良反应严重现用得越来越少。中国行业标准 SN/T 1864-2007 中规定其检测底限为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

#### (1) 样品提取

称取 5.0 g(精确到 0.1 g)粉碎好的样品,置于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 乙酸乙酯,在均质器中以 14000 rpm 均质 30 s,以 3000 rpm 离心 5 min,定量滤纸漏斗加约 25 g 无水硫酸钠于浓缩瓶口,将离心过的上层乙酸乙酯提取液由滤纸漏斗过滤至浓缩瓶中,重复两次。合并滤液于 50  $^{\circ}\text{C}$  以下减压浓缩至近干,用 4 mL 正己烷和 4 mL 水依次将残渣转移至 10 mL 玻璃离心管中,2000 rpm 涡旋混合 1 min,2000 rpm 离心 3 min,弃去上层正己烷溶液,再加入 4 mL 正己烷,重复上述操作,下层水层做待净化液。

#### (2) 净化方法

先将 Cleanert C18 (500 mg/3 mL)小柱分别用 5 mL 甲醇和 5 mL 水平衡,然后将待净化液过柱(流速控制在 2~3 mL/min),10 mL 水两次洗涤离心瓶,弃去滤液;再用 5 mL 甲醇:水(2:8, v/v)溶液淋洗,弃去淋洗液,将小柱负压抽干;最后用 6 mL 甲醇洗脱。收集洗脱液于 40  $^{\circ}\text{C}$  氮气吹近干,5 mL 水复溶,过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜后待测。

#### (3) 检测方法

##### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18, 2.1 $\times$ 50 mm, 2.5  $\mu\text{m}$ , 100  $\text{\AA}$ ;

流动相: A 相-水, B 相-乙腈

柱温: 35  $^{\circ}\text{C}$ ;

进样量: 5  $\mu\text{L}$ ;

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 1 液相色谱梯度洗脱条件:

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.25	85	15
1.5	0.25	85	15
5	0.25	30	70
5.01	0.25	10	90
6	0.25	10	90
6.01	0.25	85	15
8	0.25	85	15

### 3.2 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源  
电喷雾电压: -5500 V  
气帘气压力: 12 psi  
离子源温度: 600°C  
质谱参数(见表 2)

扫描方式: 负离子扫描  
雾化气压力: 60 psi  
辅助气压力: 50 psi  
采集方式: 多反应监测(MRM)Q1、Q3 均为单位分辨率

化合物	Q1	Q3	CE/V
氯霉素	321.0	152.0	-23
		257.0	-23

## (4) 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测氯霉素, 加标量为 1.0 µg/kg、10 µg/kg 加标回收率在 70%~120%之间, RSD 值小于 10%, 能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert® C18 固相萃取柱净化, 采用 Venusil® MP C18 色谱柱检测得到的氯霉素峰形良好, 且保留时间稳定。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室  
邮编: 300457  
电话: (0086) 22-6537-8550  
QQ: 2850791073  
邮箱: sales@altascientific.com  
网址: www.altascientific.com.cn

表 3 氯霉素加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
氯霉素 (Chloramphenicol)	1.0	99.19	7.45	3.60
	10	89.66	5.75	

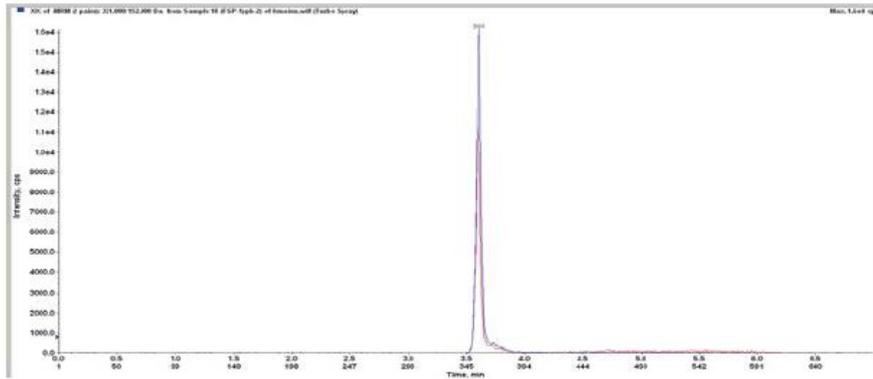


图 1 氯霉素样品加标 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱 / 串联质谱质量色谱图

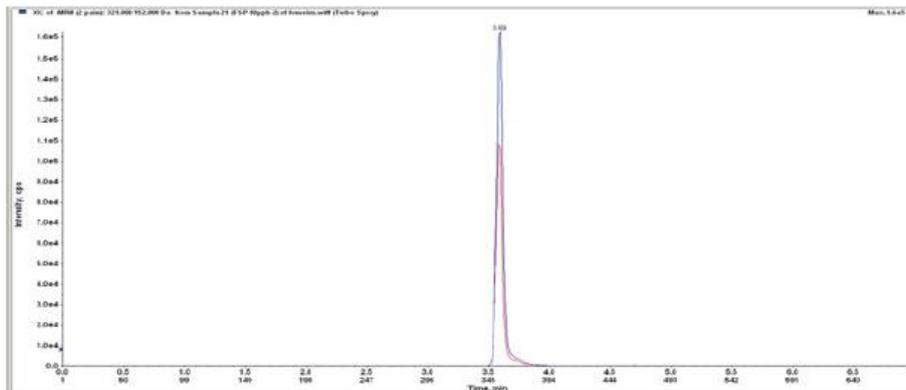


图 2 氯霉素样品加标 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱 / 串联质谱质量色谱图

### 结论:

本实验建立了动物源性食品中氯霉素残留的 LC-MS/MS 检测方法, 并结合固相萃取技术对氯霉素的残留量进行了测定。对于加标量为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测, 回收率在 70%~120%, 符合国标要求, 固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好, 说明本方法能够用于检测动物源性食品中的氯霉素残留。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7001	氯霉素 (左霉素 (CAP))	Chloramphenicol	56-75-7

## (6) 订货信息:

订货号	产品名称	规格包装
VA920502-0	Venusil MP C18	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 50 mm
S185003	Cleanert S C18	500 mg/3 mL, 50/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VA920102-0S	直联式保护柱芯	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	单膜, 13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T20746-2006)畜禽肉中卡巴氧残留量检测 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；用编号：AF10028

## 前言

卡巴氧又名卡巴多、卡巴得、痢立清、喹肟脂，是喹恶啉类生长促进剂中代性品种。卡巴氧具有广谱抗菌能力，对革兰氏阴性菌（例如大肠杆菌、沙门氏杆菌、志贺氏菌及变形杆菌）特别敏感；对革兰氏阳性菌（例如葡萄球菌、链球菌）的最小抑菌浓度也优于金霉素，因而卡巴得能有效控制猪赤痢脏乱细菌性下痢。卡巴得具有蛋白同化作用，对促进猪的生长及改善饲料转化率具有显著的效果。GB/T20746-2006 规定了在畜禽肉中卡巴氧方法检出限为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## (1) 样品制备

称取 5.00 g(精确到 0.01 g)均质好的样品，置于 50.0 mL 离心管中，加入 5 g 中性氧化铝加入 25.0 mL 乙腈-乙酸乙酯(1:1, v/v)，用均质器均质 5 min，5000 rpm 离心 5 min。取上清液移至另一干净的 50 mL 离心管中，加入 5 g 无水硫酸钠和 10.0 mL 正己烷，振荡器上振荡 2 min，5000 rpm 离心 5 min，将下层清液转移至鸡心瓶中，重复上述步骤合并两次清液。40  $^{\circ}\text{C}$ 减压旋转蒸发至近干，准确加入 1.0 mL 0.1%甲酸水溶液定容，过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜，滤液供高效液相色谱-串联质谱仪测定。

## (2) 检测方法

### 2.1 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18, 2.1 $\times$ 50 mm, 2.5  $\mu\text{m}$ , 100  $\text{\AA}$ ;

流动相：A 相-0.1%甲酸水，B 相-乙腈

柱温：35  $^{\circ}\text{C}$ ;

进样量：5  $\mu\text{L}$ ;

梯度洗脱：见表 1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.35	95	5
1.5	0.35	95	5
4	0.35	60	40

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



5	0.35	10	90
5.01	0.35	95	5
7	0.35	95	5

## 2.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：55 psi

气帘气压力：13 psi

辅助气压力：40 psi

离子源温度：400 °C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

表 2 卡巴氧的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
卡巴氧 (Carbadox)	263.2	90.1	17
		231.1	17

## (3) 实验结果

由表 3 可知，采用液相色谱-串联质谱法检测卡巴氧，加标量为 1.0 µg/kg，回收率大于 85%，RSD 值为 6.84%，能够满足检测要求。由图 1 可看出 Venusil MPC18 色谱柱对卡巴氧有良好的保留作用，且卡巴氧峰形良好，保留时间稳定。

表 3 卡巴氧加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/(µg/kg)	处理加标回收率%	RSD/%	RT/min
卡巴氧 (Carbadox)	1.0	87.80	6.84	1.55

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

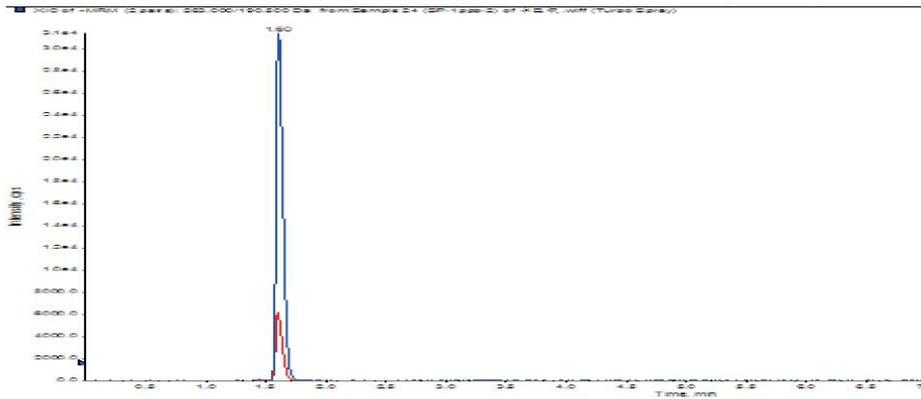


图 1 卡巴氧样品加标 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱 / 串联质谱质量色谱图

#### (4) 结论

本实验建立了卡巴氧残留量检测的 LC-MS/MS 检测方法，并结合固相萃取技术对禽畜类肉中卡巴氧的残留量进行了测定。对于加标量为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测，回收率大于 85%，符合国标要求，固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好，说明本方法能够用于检测动物源性食品中的卡巴氧残留量。

#### (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7127	卡巴氧（卡巴多）	Carbadox; CBX	6804-07-5

#### (6) 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VA920502-0	Venusil® MP C18	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{Å}$ , 2.1 $\times$ 50 mm
AL0500-N	中性氧化铝	100~200 目
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VA920102-0S	直联式保护柱芯	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{Å}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



*First Standard*  
Analytical Reference Standards  
分析检测标准品

AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm,0.22 $\mu$ m,200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头,100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶,色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶,色谱纯

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 畜禽肉中替米考星残留量检测(LC-MS/MS 法)

**案例来源:** 博纳艾杰尔: 应用编号: AF10029

替米考星(Tilmicosin)是一种较新的以泰乐菌素为前体半合成的畜禽专用大环内酯类抗生素, 20 世纪 80 年代由英国 Elanco 动物保健品公司首先开发成功, 主要用于牛、奶牛、山羊、绵羊、猪、鸡等动物由敏感菌引起的感染性疾病, 特别是畜禽呼吸道疾病如猪放线杆菌性胸膜肺炎、牛溶血性及多杀性巴氏杆菌病和鸡支原体病, 同时对奶牛乳房炎主要菌系具有良好的抗菌作用。GB/T20762-2006 规定了在畜禽肉中替米考星方法检出限为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### (1) 样品提取

称取 5.00 g(精确到 0.01 g)均质好的样品, 置于 50.0 mL 离心管中, 加入 15.0 mL 乙腈, 用均质器均质 1 min, 在振荡器上振荡 10 min, 4200 rpm 离心 5 min, 取上清液加入 2 g 氯化钠和 10.0 mL 正己烷, 振荡器上振荡 10 min, 4200 rpm 离心 10 min, 小心吸取中间乙腈层 12.0 mL 于另一离心管中, 氮气吹至近干。

### (2) 净化方法

先将 Cleanert PEP-2 (500 mg/6 mL)小柱分别用 10.0 mL 甲醇、10.0 mL 水、5.0 mL 2% 氯化钠溶液和 5.0 mL 磷酸二氢铵缓冲溶液活化平衡, 然后用 7.0 mL 磷酸二氢铵缓冲溶液分两次溶解残液过柱(流速控制在 2~3 mL/min), 弃去滤液; 再用 10.0 mL 水和 5.0 mL 甲醇-水(2:3, v/v)淋洗 SPE 柱, 弃去淋洗液, 将小柱负压抽干; 最后用 10.0 mL 甲醇洗脱于锥形试管中, 45  $^{\circ}\text{C}$  氮气吹干。用 1 mL 0.1% 乙酸铵水溶液溶解残留物, 过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜后待测。

### (3) 检测方法

#### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18, 2.1 $\times$ 100 mm, 5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ ;

流动相: A 相-10 mM 乙酸铵溶液, B 相-乙腈

柱温: 35  $^{\circ}\text{C}$ ;

进样量: 5  $\mu\text{L}$ ;

梯度洗脱: 见下表

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.35	95	5
1.5	0.35	95	5
2	0.35	60	40

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



4	0.35	60	40
4.01	0.35	10	90
5	0.35	10	90
5.01	0.35	95	5
7	0.35	95	5

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：60 psi

气帘气压力：13 psi

辅助气压力：65 psi

离子源温度：600°C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

表 2 替米考星的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
替米考星 (Tilmicosin)	869.8	696.7	58
		174.5	60

## (4) 实验结果

由表 3 可知,采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测替米考星,加标量为 1.0 µg/kg、20.0 µg/kg 加标回收率在 90%~100%之间, RSD 值小于 10%, 能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert PEP-2 固相萃取柱净化, 采用 Venusil ASB C18 色谱柱检测得到的替米考星峰形良好, 且保留时间稳定。

表 3 替米考星加标回收实验结果(n=3):

物质名称	加标量/(µg/kg)	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
替米考星 (Tilmicosin)	1.0	92.52	3.88	2.50
	20.0	91.91	4.21	

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



图 1 替米考星样品加标 1.0 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图:

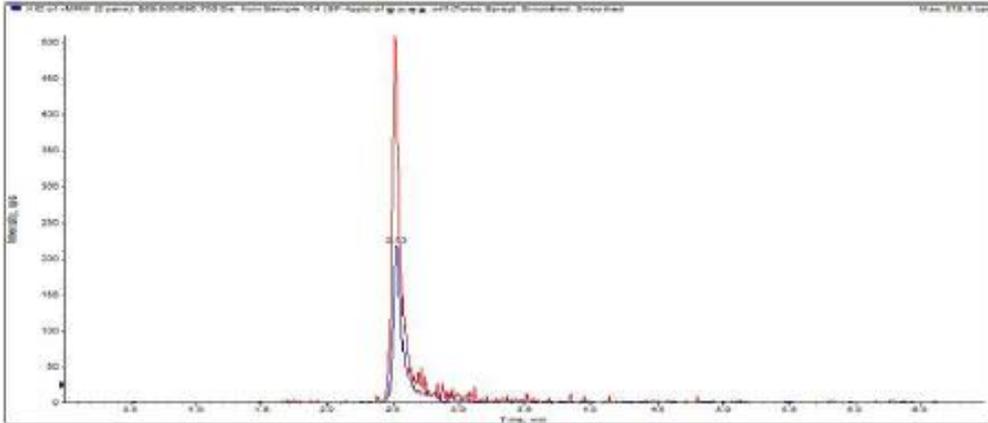
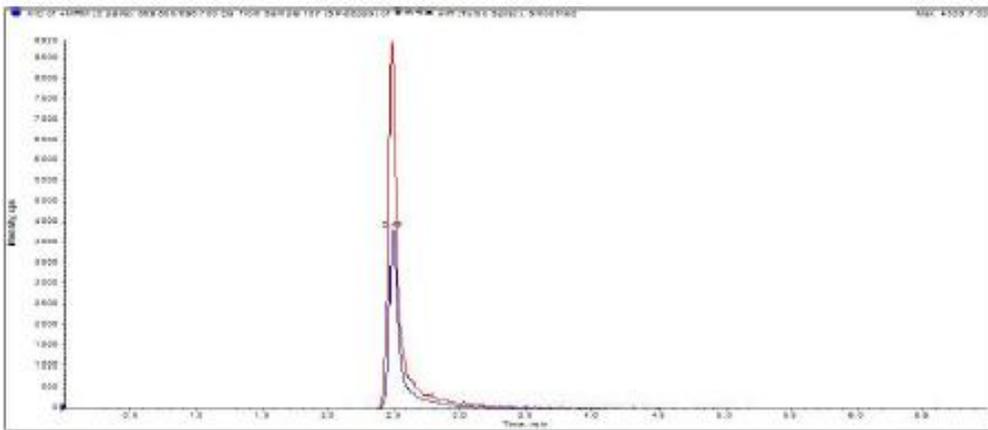


图 2 替米考星样品加标 20.0 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图:



## 结论:

本实验建立了替米考星残留量检测的 LC-MS/MS 检测方法,并结合固相萃取技术对禽畜类肉中替米考星的残留量进行了测定。对于加标量为 1.0 µg/kg、20.0 µg/kg 的样品进行了检测,回收率在 90%~100%,符合国标要求,固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好,说明本方法能够用于检测动物源性食品中的替米考星残留量。

## (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7805	替米考星	Tilmicosin	108050-54-0

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (6) 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VS951002-0	Venusil ASB C18	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 100 mm
PE5006-2	Cleanert PEP-2	500 mg/6mL, 30/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VS950102-0S	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45 Shore A 1.0 mm, 100/pk
A S021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T21314-2007) 畜禽肉中头孢噻呋残留量检测 LC-MS/MS 法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10030

头孢噻呋(ceftiofur)又名赛得福,是第一个畜禽专用的第三代头孢类广谱抗生素,具有优良的抗菌活性和药动学特点,用于治疗牛、马和猪的呼吸系统疾病。随着头孢噻呋在畜牧业中的广泛使用,不可避免地引起其在动物组织或其产品中的残留。GB/T21314-2007 规定了在畜禽肉中头孢噻呋方法检出限为 50 µg/kg。

## (1) 样品提取

称取 5.00 g(精确到 0.01 g)均质好的样品,置于 50.0 mL 离心管中,加入 15.0 mL 乙腈-水(15:2, v/v),用均质器均质 30 s,洗涤均质器刀头,洗涤液倒回离心管中,在振荡器上振荡 1 min, 4000 rpm 离心 5 min,合并上清液于 50mL 离心管中,再重复用 10 mL 乙腈-水(15:2, v/v)洗涤刀头提取一次合并上清液,用乙腈-水(15:2, v/v)定容至 40 mL,准确移取 20mL 于 100 mL 鸡心瓶中, 35°C 旋蒸去除乙腈。

## (2) 净化方法

先将 Cleanert C18 (500 mg/3 mL)小柱分别用 3.0 mL 甲醇、3.0 mL 水活化平衡;向除去乙腈层的瓶中加入 25 mL, 0.05 mol/L 磷酸盐缓冲溶液,涡旋混匀 1 min,用 0.1 mol/L NaOH 溶液调节 pH 值为 8.5,再以 1 mL/min 流速过柱;然后用 2 mL 磷酸盐缓冲液淋洗 2 次,再用 2 mL 超纯水淋洗,最后 3 mL 乙腈洗脱(流速 1 mL/min),洗脱液于 45 °C 氮气吹干。用 1 mL 0.01 mol/L 乙酸铵溶液(pH 为 4.5)溶解残留物,过 0.22 µm 滤膜后待测。

## (3) 检测方法

### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18, 2.1×100 mm, 5 µm, 150 Å;

流动相: A 相-10 mM 乙酸铵溶液(Ph 为 4.5), B 相-乙腈

柱温: 35 °C;

进样量: 5 µL;

梯度洗脱: 见表 1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.35	98	2
1.5	0.35	98	2

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



3	0.35	60	40
3.01	0.35	10	90
5	0.35	10	90
5.01	0.35	98	2
7	0.35	98	2

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：50 psi

气帘气压力：13 psi

辅助气压力：55 psi

离子源温度：550 °C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

表 2 头孢噻呋的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
头孢噻呋 (Ceftiofur)	524.4	241.2	25
		210.2	25

### (4) 实验结果

由表 3 可知,采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测头孢噻呋,加标量为 50.0 µg/kg 加标回收率大于 75%, 能够满足检测要求。由图 1 可看出经 Cleanert C18 固相萃取柱净化,采用 Venusil ASB C18 色谱柱检测得到的头孢噻呋峰形良好, 且保留时间稳定。

表 3 头孢噻呋加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/(µg/kg)	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
头孢噻呋 (Ceftiofur)	50.0	77.32	2.80	1.86

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

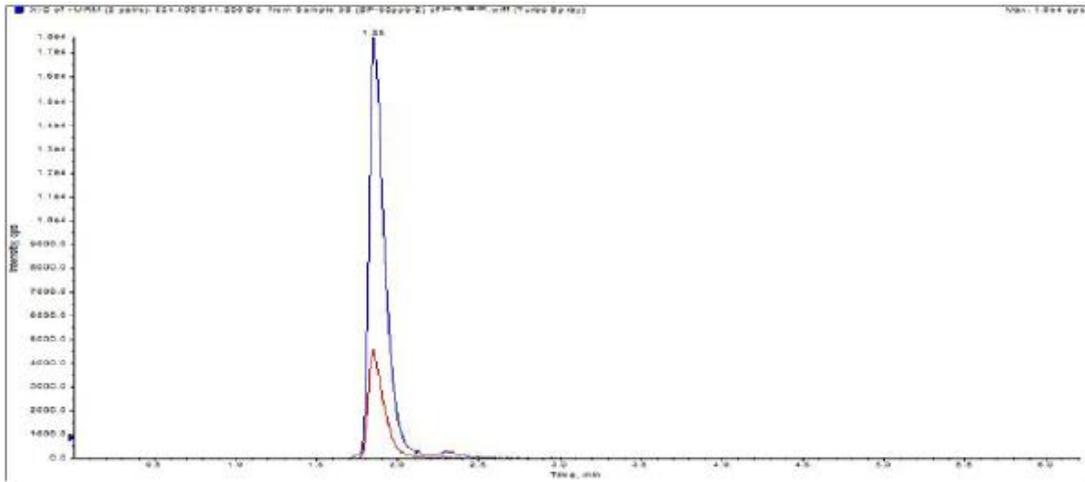
QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



图 1 头孢噻呋样品加标 50.0 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图



### (5) 结论:

本实验建立了头孢噻呋残留量检测的 LC-MS/MS 检测方法, 并结合固相萃取技术对禽畜肉类中头孢噻呋的残留量进行了测定。对于加标量为 50.0 µg/kg 的样品进行了检测, 回收率大于 75%, 符合国标要求, 固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好, 说明本方法能够用于检测动物源性食品中的头孢噻呋残留量。

### (6) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7003	头孢噻呋	Ceftiofur	80370-57-6

### (7) 相关产品

订货号	产品名称	规格包装
VS951002-0	Venusil ASB C18	5 µm, 150 Å, 2.1×100 mm
S185003	Cleanert S C18	500 mg/3 mL, 50/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6×10 mm 和 2.1×10 mm
VS950102-0S	直联式保护柱芯	5 µm, 150 Å, 2.1×10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫,45。Shore A 1.0 mm,100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm,0.22 $\mu$ m,200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头,100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶,色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶,色谱纯

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB23200.11-2016)猪肉中阿维菌素残留量检测 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10031

## 前言

阿维菌素（Abamectin）是由日本北里大学大村智等和美国 Merck 公司首先开发的一类具有杀虫、杀螨、杀线虫活性的十六元大环内酯化合物，由链霉菌中灰色链霉菌 *Streptomyces avermitilis* 发酵产生，具有强烈杀虫、杀螨、杀线虫活性的十六元大环内酯，农畜两用抗生素。广谱、高效、安全。具有胃毒和触杀作用，不能杀卵。其作用机制是干扰神经生理活性，影响细胞膜氯化物传导。SN/T1973-2007 规定了在进出口食品中阿维菌素方法检出限为 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 实验部分

### 仪器、试剂与材料

#### 主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+液相质谱联用仪

#### 试剂材料

乙腈、乙酸均为色谱纯；实验用水为超纯水；无水硫酸钠为分析纯；阿维菌素标准品（纯度 99%）；一次性无菌注射器；针式过滤器(0.22  $\mu\text{m}$ ，直径 13 mm)；Cleanert Alumina N 固相萃取柱：1 g/3 mL

### 样品制备

#### 样品提取

称取 5.00 g(精确到 0.01 g)均质好的样品，置于 50.0 mL 离心管中，加入 5 g 无水硫酸钠和 15.0 mL 乙腈，用均质器 10000 rpm 均质 2 min, 3000 rpm 离心 5 min，取上清液经无水硫酸钠过滤并转入浓缩瓶中，用 10 mL 乙腈再提取一次，合并提取液。40°C 水浴中旋蒸浓缩至 2~3 mL。

#### 样品净化

先将 Cleanert Alumina N(1 g/3 mL)小柱用 3 mL 乙腈预淋洗，将样品转入 SPE 柱(流速控制在 2~3 mL/min)，用 5 mL 乙腈分两次洗涤浓缩并将洗涤液转入 SPE 柱，再用 2 mL 乙腈淋洗小柱，收集全部流出液。50°C 氮气吹干，用 1 mL 乙腈复溶，过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜后待测。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱：Venusil MP C18，2.5  $\mu\text{m}$ ，100  $\text{\AA}$ ，2.1  $\times$  50 mm

流动相：A 相-0.1% 乙酸水溶液，B 相-乙腈

梯度洗脱：0-6.0 min，A:B=25:75 (v/v)

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

流速：350  $\mu\text{L}/\text{min}$

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

进样量：5  $\mu\text{L}$

#### 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：负离子扫描

电喷雾电压：-5500 V

雾化气压力：55 psi

气帘气压力：12 psi

辅助气压力：55 psi

离子源温度：550 $^{\circ}\text{C}$

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 1)

表 1. 阿维菌素质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
阿维菌素 (Abamectin)	871.6	228.9	-46
		565.8	-37

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 2 可知，采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测阿维菌素加标回收率在 75%~90%之间，RSD 值在 5.46%~8.50%之间，能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert Alumina N 固相萃取柱净化，采用 Venusil MP C18 色谱柱检测得到的阿维菌素峰形良好，且保留时间稳定。

表 2. 阿维菌素加标回收实验结果(n=3)

物质名称	加标量/ $\mu\text{g}/\text{kg}$	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
阿维菌素 (Abamectin)	5	78.05	8.50	2.54
	50	84.25	5.46	

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

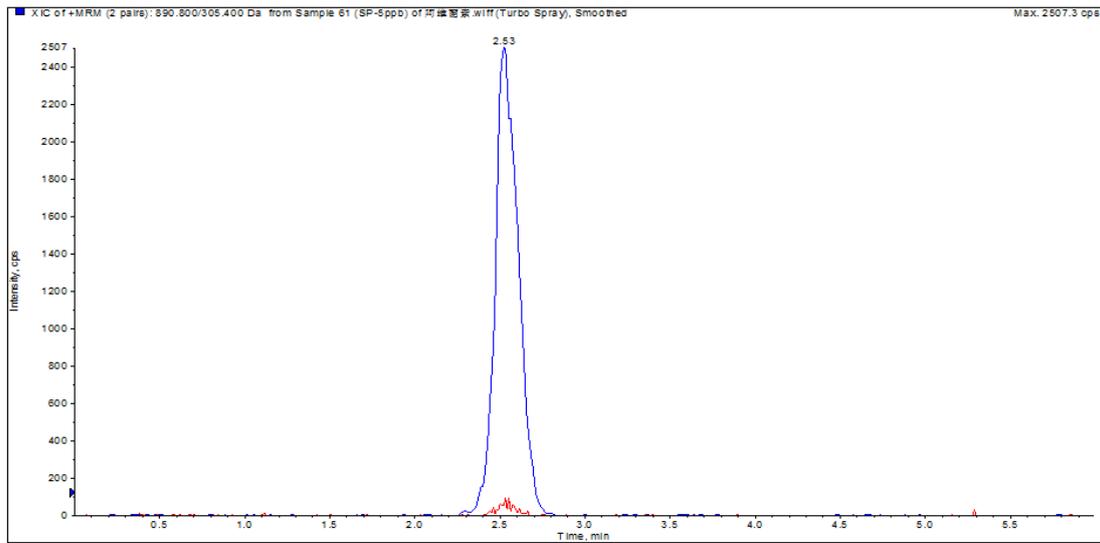


图 1. 阿维菌素样品加标 5 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图

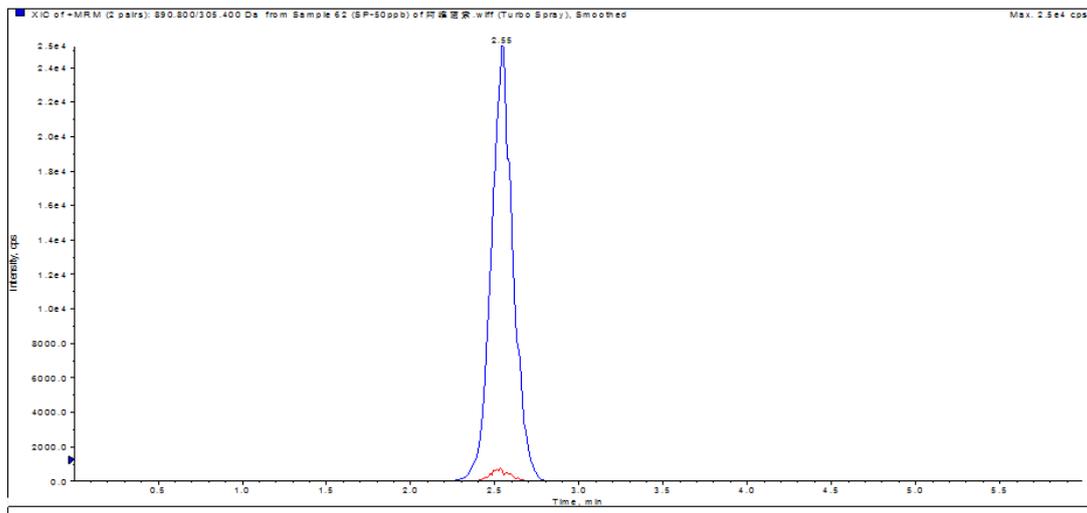


图 2. 阿维菌素样品加标 50 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图

## 结论

本实验建立了阿维菌素残留量检测的 LC-MS/MS 检测方法，并结合固相萃取技术对猪肉中阿维菌素的残留量进行了测定。对于加标量为 5 µg/kg、50 µg/kg 的样品进行了检测，回收率在 75%~90%，符合国标要求，固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好，说明本方法能够用于检测动物源性食品中的阿维菌素残留量。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST25000	阿维菌素	Abamectin	71751-41-2

## 订货信息

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VA920502-0	Venusil MP C18	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 50mm	1 支
AL0003-N	Cleanert <sup>®</sup> Alumina N	1 g/3 mL	30 支/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VA920102-0S	直联式保护柱芯	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ ; 2.1 $\times$ 10mm	4/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45 $^{\circ}$ Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS021320	针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
AH015-4	乙腈	4 L/瓶, 色谱纯	4 $\times$ 4 L/箱
SPE-40	Qdaura <sup>®</sup> 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位	1 台
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



# (GB/T20741-2006)猪肉中地塞米松残留量检测 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10032

## 前言

地塞米松(Dexamethasone)又名氟美松、氟甲强地松龙、德沙美松，是糖皮质类激素，其衍生物有氢化可地松、泼尼松等，地塞米松是较为常见的易残留兽药。兽药在动物性食品中的残留，不仅对人体健康造成直接危害，而且对畜牧业发展和生态环境也造成极大危害。长期食用兽药残留的食品，会造成兽药在体内蓄积，当其浓度达到一定量时，就会使人体产生多种急性或慢性中毒。地塞米松是激素类药物，能扰乱体内激素分泌，降低机体免疫力，造成肌肉萎缩无力，骨质疏松和生长迟缓等直接危害，而且还会出现发热，软弱无力，精神沉郁，食欲不振，血糖和血压下降等症状。中国和欧盟规定了在动物组织中喹诺酮类兽药的最高残留量为 0.1 µg/kg。

## (1) 样品提取

称取 5.0 g(精确到 0.1 g)均质好的样品，置于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙酸乙酯，用均质器均质 1 min，在振荡器上振荡 20 min，3000 rpm 离心 5 min；取上清液过盛有 25 g 无水硫酸钠的滤纸漏斗至鸡心瓶中；重复一次，合并提取液并旋蒸至近干，1 mL 乙酸乙酯和 5 mL 正己烷复溶。

## (2) 净化方法

先将 Cleanert® Silica (500 mg/3 mL)小柱分别用 2 mL 丙酮:正己烷(2:8, v/v)活化平衡，然后将待净化液过柱(流速控制在 2~3 mL/min)，弃去滤液；再用 2 mL 丙酮:正己烷(4:6, v/v)淋洗洗瓶和 SPE 柱，弃去淋洗液，将小柱负压抽干；最后用 6 mL 丙酮:正己烷(4:6, v/v)洗脱。收集洗脱液于 40°C 氮气吹干，用 1 mL 0.1% 甲酸水溶液:乙腈(1:1, v/v)溶解残留物，过 0.22 µm 尼龙针式过滤器后待测。

## (3) 检测方法

### 3.1 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18, 2.1×50 mm, 2.5 µm, 100 Å;

流动相：A 相-0.1% 甲酸水溶液，B 相-0.1% 甲酸乙腈

柱温：35 °C;

进样量：5 µL;

梯度洗脱：见表 1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
---------	-------------	-----	-----

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



0	0.45	85	15
1.5	0.45	85	15
5	0.45	45	55
5.01	0.45	10	90
6	0.45	10	90
6.01	0.45	85	15
8	0.45	85	15

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：45 psi

气帘气压力：13 psi

辅助气压力：50 psi

离子源温度：500°C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

表 2 地塞米松的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
地塞米松 (Dexamethasone)	393.3	355.1	13.5
		373.3	13.5

## (4) 实验结果

由表 3 可知，采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测地塞米松加标回收率在 95%~105%之间，RSD 值在 3.50%~8.00%之间，能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert Silica 固相萃取柱净化，采用 Venusil MP C18 色谱柱检测得到的地塞米松峰形良好，且保留时间稳定。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

表 3 地塞米松加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
地塞米松	0.2	102.77	7.01	4.03
(Dexamethasone)	2.0	95.44	3.57	

图 1 地塞米松样品加标 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图:

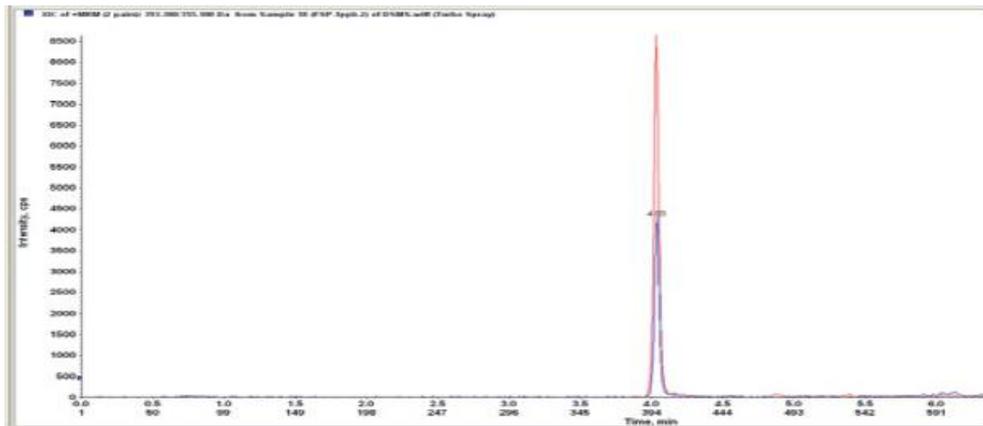
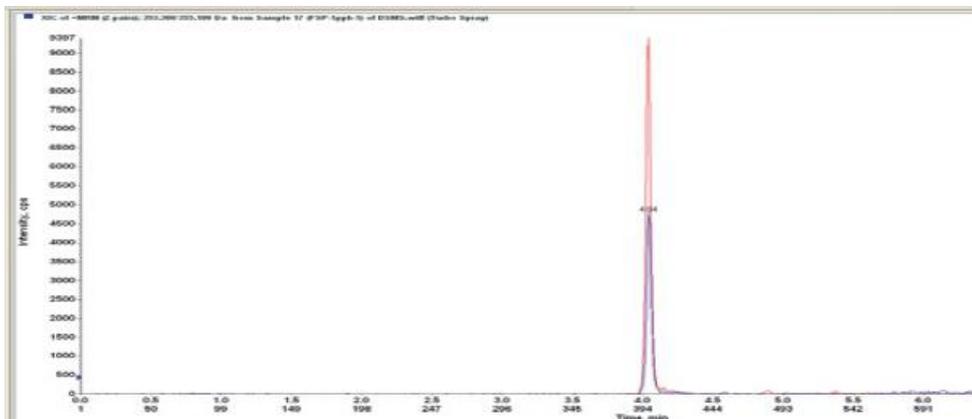


图 2 地塞米松样品加标 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图:



## 结论:

本实验建立了地塞米松残留量的 LC-MS/MS 检测方法, 并结合固相萃取技术对猪肉中地塞米松的残留量进行了测定。对于加标量为 0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测, 回收率在 95%~105%, 符合国标要求, 固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好, 说明本方法能

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

够用于检测动物源性食品中的地塞米松残留量。

### (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2218	地塞米松	Dexamethasone	50-02-2

### (6) 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VA920502-0	Venusil MP C18	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 50 mm
SI5003	Cleanert Silica	500 mg/3 mL, 50/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VA920102-0S	直联式保护柱芯	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T20759-2006)猪肉中磺胺类药物残留量检测 LC-MS/MS 法

案例来源:博纳艾杰尔; 应用编号: AF10033

磺胺类药物(SAs)是对具有氨基苯磺酰胺结构的一类药物的总称,它具有芳氨基和磺酰胺基,是常用的广谱抗菌素,在水产养殖中应用十分广泛。然而过量使用这些抗菌剂会导致水产品中有药物残留,影响人类的健康。SAs 能够产生排尿和造血紊乱等副作用,其残留能破坏人的造血系统,造成溶血性贫血症,磺胺二甲嘧啶等甚至有引起潜在致癌性的可能。

## (1) 样品提取

称取(5±0.05)g 试样,置于 50 mL 离心管中,加入 15 mL 乙酸乙酯涡旋振荡 2 min, 5000 rpm 离心 10 min, 分离上清液于 100 mL 鸡心瓶中,残渣用同样的方法重复提取 1 次,合并乙酸乙酯层。

在上述提取液中加入 0.1 mol/L 的盐酸 5mL, 45 °C 旋蒸出乙酸乙酯,将残留的盐酸层转移至 10 mL 离心管中,分两次用 2 mL 0.1 mol/L 盐酸洗涤鸡心瓶,洗涤液转移至同一离心管中,再用 5 mL 正己烷洗涤鸡心瓶,然后将正己烷转入含有盐酸的离心管中,用手振摇使其混合均匀,3500 rpm 离心 5 min, 弃去正己烷,再用 3 mL 正己烷重复洗涤 1 次,取下层液作为待净化液。

## (2) 净化方法

先将 Cleanert PCX (150 mg/6 mL)小柱分别用 3 mL 甲醇和 3 mL 0.1 mol/L 盐酸预洗,将待净化液转移至柱中;然后分别用 2 mL 0.1 mol/L 盐酸和 2 mL V(水): V(甲醇): V(乙腈)=55:25:20 洗涤小柱;最后用 2 mL V(水): V(甲醇): V(乙腈): V(氨水)=75:10:10:5 洗脱,收集洗脱液于 45 °C 氮气吹干,用水定容至 1 mL,过 0.22 μm 有机滤膜,待测。

## (3) 检测方法

### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18, 2.1×150 mm, 3 μm, 150 Å;

流动相: A 相-水, B 相-乙腈

柱温: 35 °C;

进样量: 5 μL;

梯度洗脱: 见表 1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
---------	-------------	-----	-----

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



0	0.2	99	1
5	0.2	90	10
25	0.2	50	50
26	0.2	40	60
26.01	0.2	99	1
30	0.2	99	1

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：65 psi

气帘气压力：12 psi

辅助气压力：60 psi

离子源温度：550 °C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

化合物	Q1	Q3	CE/V
磺胺乙酰 Sulfanilacetamide	215.4	156.1	22
		108.2	30
磺胺氯吡嗪 Sulfachlorpyridazine	285	156.1	30
		108.2	44
磺胺二甲异恶唑 Sulfisoxazole	254.2	156.1	30
		147.2	40
磺胺甲基恶唑 Sulfamethoxazole	268	156.1	22
		113.2	22
磺胺甲噻二唑 Sulfamethizole	271.6	156.1	24
		108.1	37
磺胺苯吡唑 Benzenesulfonamide	315.1	156.1	22
		108.2	35

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



磺胺吡啶 Sulfapyridine	249.9	156.1	30
		184.4	37
磺胺噻唑 Sulfathiazole	255.8	156.1	25
		108.2	26
磺胺-6-甲氧嘧啶 Sulfamonomethoxine	281.2	156.1	25
		215.4	23
磺胺嘧啶 Sulfadiazine	251.1	156.1	24
		108.2	20
磺胺甲基嘧啶 Sulfamerazine	265.1	156.1	26
		172.2	20
磺胺二甲基嘧啶 Sulfamethazine	279.2	156.1	21
		186.1	35
磺胺邻二甲氧嘧啶 Sulfadoxine	311.2	156.1	22
		108.2	33
磺胺甲氧吡嗪 Sulfamethoxypyridazine	281.2	156.1	25
		215.4	35
磺胺-5-甲氧嘧啶 Sulfameter	281.4	156.1	25
		215.1	25
磺胺间甲氧嘧啶 Sulfamonomethoxine	311.2	156.1	28
		108.2	28

#### (4) 实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测 16 种磺胺类药物, 加标量为 10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标回收率为 70%~110%, 能够满足检测要求。由图 1 可看出经 Cleanert PCX 固相萃取柱净化, 采用 Venusil ASB C18 色谱柱检测能够使将 16 种磺胺类药物较好的分离开, 且各物质峰形良好, 保留时间稳定。

表 3 磺胺类药物加标回收实验结果(n=3):

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

物质名称	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
磺胺乙酰 Sulfanilacetamide	10	92.54%	3.87%	13.57
磺胺氯吡嗪 Sulfachlorpyridazine	10	73.08%	5.55%	21.46
磺胺二甲异恶唑 Sulfisoxazole	10	81.48%	10.20%	23.52
磺胺甲基恶唑 Sulfamethoxazole	10	75.16%	14.18%	22.48
磺胺甲噻二唑 Sulfamethizole	10	92.56%	3.86%	19.15
磺胺苯吡唑 Benzenesulfonamide	10	79.01%	11.72%	26.11
磺胺吡啶 Sulfapyridine	10	87.80%	6.49%	16.45
磺胺噻唑 Sulfathiazole	10	92.24%	4.04%	16.26
磺胺-6-甲氧嘧啶 Sulfamonomethoxine	10	103.10%	1.53%	18.33
磺胺嘧啶 Sulfadiazine	10	96.21%	1.93%	15.22
磺胺甲基嘧啶 Sulfamerazine	10	95.33%	2.39%	17.35
磺胺二甲基嘧啶 Sulfamethazine	10	106.93%	3.35%	18.94
磺胺邻二甲氧嘧啶 Sulfadoxine	10	70.48%	7.31%	25.6
磺胺甲氧吡嗪 Sulfamethoxypyridazine	10	98.15%	0.93%	19.37
磺胺-5-甲氧嘧啶 Sulfameter	10	99.94%	0.03%	19.37
磺胺间甲氧嘧啶 Sulfamonomethoxine	10	88.43%	6.14%	20.84

图 1 磺胺类样品加标 10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

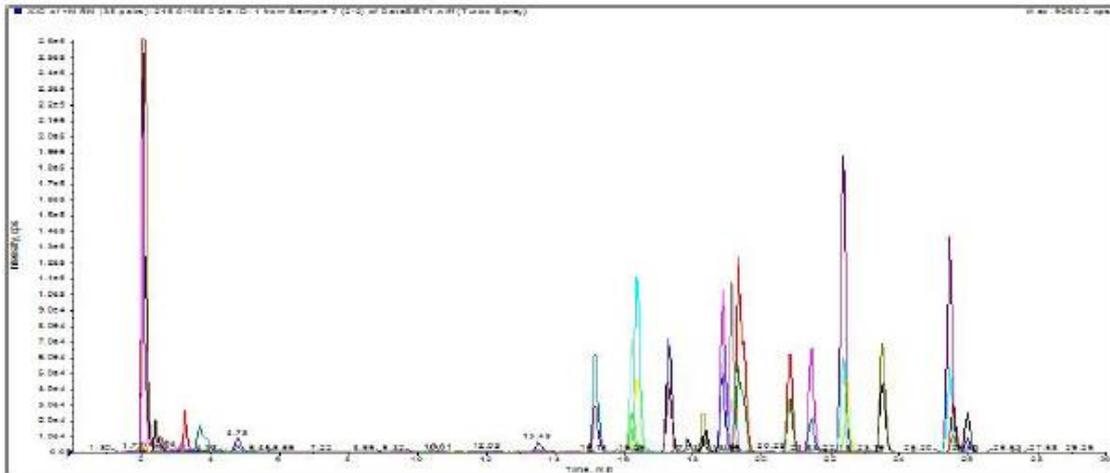
邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 结论:

本实验建立了磺胺类药物残留量检测的 LC-MS/MS 检测方法,并结合固相萃取技术对猪肉中磺胺类药物的残留量进行了测定。对于加标量为 10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测,回收率在 70%~110%,符合国标要求,固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好,说明本方法能够用于检测动物源性食品中的磺胺类药物残留量。

## (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST4001	磺胺乙酰	Sulfanilacetamide	144-80-9
1ST4034	磺胺氯吡嗪	Sulfachlorpyridazine	80-32-0
1ST4010	磺胺二甲异恶唑	Sulfisoxazole	127-69-5
1ST4005	磺胺甲基恶唑	Sulfamethoxazole	723-46-6
1ST4008	磺胺甲噻二唑	Sulfamethizole	144-82-1
1ST4013	磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	526-08-9
1ST4003	磺胺吡啶	Sulfapyridine	144-83-2
1ST4007	磺胺噻唑	Sulfathiazole	72-14-0
1ST4040	磺胺-6-甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3
1ST4017	磺胺嘧啶	Sulfadiazine	68-35-9
1ST4002	磺胺甲基嘧啶	Sulfamerazine	127-79-7
1ST4014	磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	57-68-1
1ST4006	磺胺邻二甲氧嘧啶	Sulfadoxine	2447-57-6
1ST4004	磺胺甲氧吡嗪	Sulfamethoxypyridazine	80-35-3
1ST4036	磺胺-5-甲氧嘧啶	Sulfamer	651-06-9
1ST4040	磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	1220-83-3

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

**(6) 订货信息:**

订货号	产品名称	规格包装
VS931502-0	Venusil ASB C18	3 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 150 mm
CX1506	Cleanert PCX	150 mg/6 mL, 30/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VS930102-0S	直联式保护柱芯	3 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (DB 51T 658-2007)猪肉中己烯雌酚残留量检测 LC-MS/MS 法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10034

己烯雌酚(Stilbestrol)是人工合成的非甾体雌激素物质,能产生与天然雌二醇相同的所有药理与治疗作用。主要用于雌激素低下症及激素平衡失调引起的功能性出血、闭经,还可用于死胎引产前,以提高子宫肌层对催产素的敏感性。孕妇服用此药,其女性后代在青春期后宫颈和阴道的腺病及腺癌发生率升高,男性后代生殖道异常和精子异常发生率也增加。己烯雌酚可导致恶心,呕吐,食欲不振,头痛等症状,长期使用可使子宫内膜增生过度而致子宫出血和肥大。

国标中规定了在牛猪肝肾和肌肉组织中己烯雌酚方法检出限为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## (1) 样品提取

称取 5.00 g(精确到 0.01 g)均质好的样品,置于 50.0mL 离心管中,加入 15.00 mL 叔丁基甲基醚,涡旋 1 min,振荡 10 min,在  $-4^{\circ}\text{C}$  下以 6000 rpm 离心 5 min,取上清液转入浓缩瓶中;用 15.00 mL 叔丁基甲基醚再提取一次,合并提取液,  $45^{\circ}\text{C}$  水浴中减压旋蒸浓缩至干。加 80%乙腈溶液 2 mL 于浓缩瓶中,涡旋溶解残留物,然后将其转移至 10 mL 离心管中;再加入正己烷 5 mL 于浓缩瓶中洗涤,一并转移至离心管中,震荡混合 1 min,在  $15^{\circ}\text{C}$  以 6000 rpm 离心 10 min,弃去上清液。再加正己烷 5 mL 于离心管中同法操作,留下层备用。

## (2) 净化方法

先将 Cleanert PEP-2 (500 mg/6 mL)小柱用 3 mL 叔丁基甲基醚、3 mL 甲醇和 3 mL 水活化平衡,取上述下层溶液,以每 3~4 秒 1 滴的流速通过预处理后的固相萃取柱;先用甲醇:水(3:7, v/v)溶液 3 mL 冲洗,然后加水 3 mL 平衡,再用甲醇:2%氨水(1:9, v/v)溶液 3 mL 冲洗,弃去洗液,抽干。用 0.1%甲酸/甲醇:叔丁基甲基醚(1:9, v/v)溶液 7 mL 洗脱,收集洗脱液,氮气吹干,用 80%乙腈水 1 mL 溶解残余物,充分涡旋,过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜,滤液供高效液相色谱-串联质谱仪测定。

## (3) 检测方法

### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18, 2.1 $\times$ 50 mm, 2.5  $\mu\text{m}$ , 100  $\text{\AA}$ ;

流动相: A 相-水, B 相-乙腈

柱温:  $35^{\circ}\text{C}$ ;

进样量: 5  $\mu\text{L}$ ;

**梯度洗脱: 见表 1**

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.35	85	15
1.5	0.35	85	15
4	0.35	10	90
5	0.35	10	90
5.01	0.35	85	15
7	0.35	85	15

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

电喷雾电压：-5500 V

气帘气压力：12 psi

离子源温度：550°C

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

扫描方式：负离子扫描

雾化气压力：55 psi

辅助气压力：50 psi

采集方式：多反应监测(MRM)

表 2 己烯雌酚的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
己烯雌酚 (Diethylstilbestrol)	267.1	251.2	-36.5
		221.9	-47.0

## (4) 实验结果

由表 3 可知,采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测己烯雌酚,加标量为 2.5 µg/kg、25.0 µg/kg,回收率在 80%~96%之间, RSD 值在 2.26%~8.95%之间,能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert PEP-2 固相萃取柱净化,采用 Venusil MP C18 色谱柱检测得到的己烯雌酚峰形良好,且保留时间稳定。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

表 3 己烯雌酚加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率%	RSD/%	RT/min
己烯雌酚 (Diethylstilbestrol)	2.5	95.58	2.26	3.30
	25	83.56	8.95	

图 1 己烯雌酚样品加标 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图

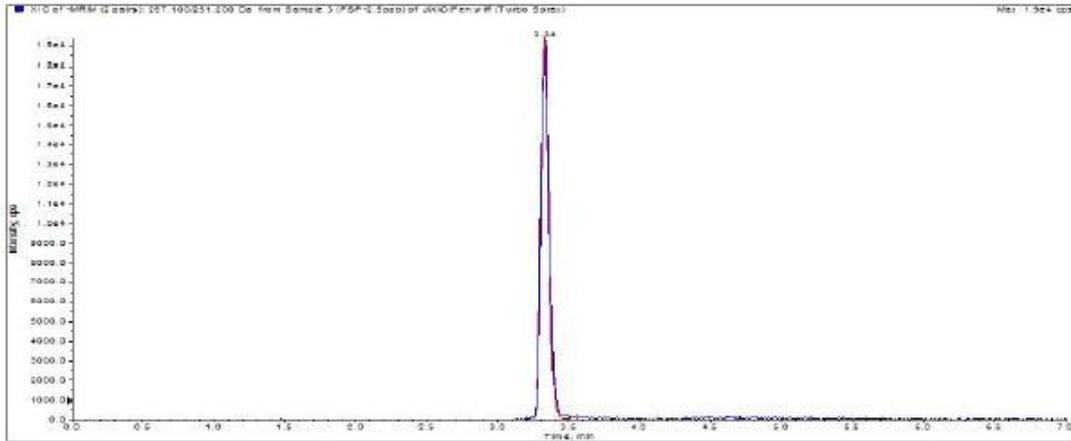
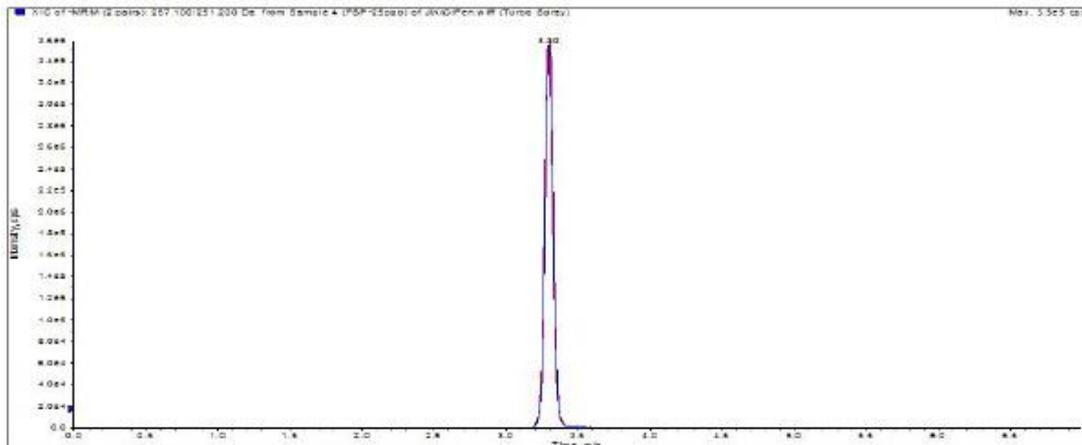


图 2 己烯雌酚样品加标 25  $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图:



## 结论:

本实验建立了己烯雌酚残留量的 LC-MS/MS 检测方法, 并结合固相萃取技术对猪肉中己烯雌酚的残留量进行了测定。对于加标量为 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、25.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测, 回

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

收率在 80%~96%，符合国标要求，固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好，说明本方法能够用于检测动物源性食品中的己烯雌酚残留量。

### (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2215	己烯雌酚	Stilbestrol; Diethylstilbestrol	56-53-1

### (6) 订货信息:

订货号	产品名称	规格包装
VA920502-0	Venusil® MP C18	2.5 μm, 100 Å, 2.1×50 mm
PE5006-2	Cleanert® PEP-2	500 mg/6 mL, 30/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6×10 mm 和 2.1×10 mm
VA920102-0S	直联式保护柱芯	2.5 μm, 100 Å, 2.1×10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/ pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 μm, 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯
GBW(E)060984	己烯雌酚	标准品, 100 mg

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T20762-2006)猪肉中林可霉素残留量检测 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10037

## 前言

林可霉素(Lincomycin, 又称洁霉素)主要用链霉菌发酵得到。常作用于细菌核糖体的 50 s 亚单位, 通过抑制肽链的延长而抑制细菌蛋白质的合成, 从而清除细菌表面 A 蛋白质和绒毛状外衣, 使其易被吞噬和杀灭。林可霉素对机体免疫系统有增强免疫调节, 使得多核型白细胞的吞噬和杀菌功能增强, 改变细菌表面活性, 抑制细菌毒素的产生。可用于治疗革兰氏阳性菌和支原体感染, 对葡萄球菌、链球菌作用较强, 对厌氧菌有抑制作用, 在许多感染症的治疗中疗效显著。用作饲料添加剂时, 可促进肉鸡和育肥猪的生长。林可霉素造成的动物源性食品安全问题备受人们关注, 因此, 欧盟和我国对动物源性食品中林可霉素限量做了严格规定, 其最大残留量为 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## (1) 样品提取

称取 5.0 g(精确到 0.01 g)均质好的样品, 置于 50 mL 离心管中, 加入 15 mL 乙腈, 用均质器均质 1 min, 在振荡器上振荡 10 min, 4200 rpm 离心 5 min, 取上清液于另一 50 mL 离心管中; 再加入 10 mL 乙腈于样品残渣, 重复提取一次, 合并上清液于 50 mL 离心管中, 加入 2.0 g 氯化钠和 10 mL 正己烷, 于振荡器剧烈振荡 10 min, 以 4200 rpm 离心 10 min, 小心吸取中间乙腈层 10 mL 于另一离心管中, 55  $^{\circ}\text{C}$  水浴氮气浓缩至近干。用 7 mL 磷酸盐缓冲液分两次溶解残留物, 作为待净化液。

## (2) 净化方法

先将 Cleanert PEP-2 (500 mg/6 mL)小柱分别用 10 mL 甲醇, 10 mL 水, 5 mL 0.2%氯化钠, 5 mL 磷酸盐缓冲液活化平衡; 然后将待净化液过柱(流速控制在 1 mL/min); 用 10 mL 水和 5 mL 甲醇-水(2:3, v/v)洗柱, 弃去全部流出液, 小柱用真空泵抽干 15 min; 最后用 10 mL 甲醇洗脱。收集洗脱液于 45  $^{\circ}\text{C}$  氮气吹干, 用 1 mL 10 mmol 乙酸铵溶液(含 0.15% 甲酸)溶解残留物, 过 0.2  $\mu\text{m}$  滤膜后待测。

## (3) 检测方法

### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil ASB C18, 2.1 $\times$ 100 mm, 5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ ;

流动相: A 相-0.3% 甲酸水溶液, B 相-0.3% 甲酸乙腈

柱温: 35  $^{\circ}\text{C}$ ;

进样量: 10  $\mu\text{L}$ ;

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



梯度洗脱：见表 1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.25	95	5
2	0.25	95	5
5	0.25	5	95
6	0.25	5	95
6.01	0.25	95	5
10	0.25	95	5

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

电喷雾电压：5500 V

气帘气压力：15 psi

离子源温度：550 °C

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

扫描方式：正离子扫描

雾化气压力：45 psi

辅助气压力：50 psi

采集方式：多反应监测(MRM)

表 2 林可霉素的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
林可霉素 (Lincomycin)	407.8	126.0	45
		359.2	45

## (4) 实验结果

由表 3 可知，采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测林可霉素加标回收率在 84%~105%之间，RSD 值小于 10%，能够满足检测要求。由图 1 可看出经 Cleanert PEP-2 固相萃取柱净化，采用 Venusil ASB C18 色谱柱检测得到的林可霉素峰形良好，且保留时间稳定。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

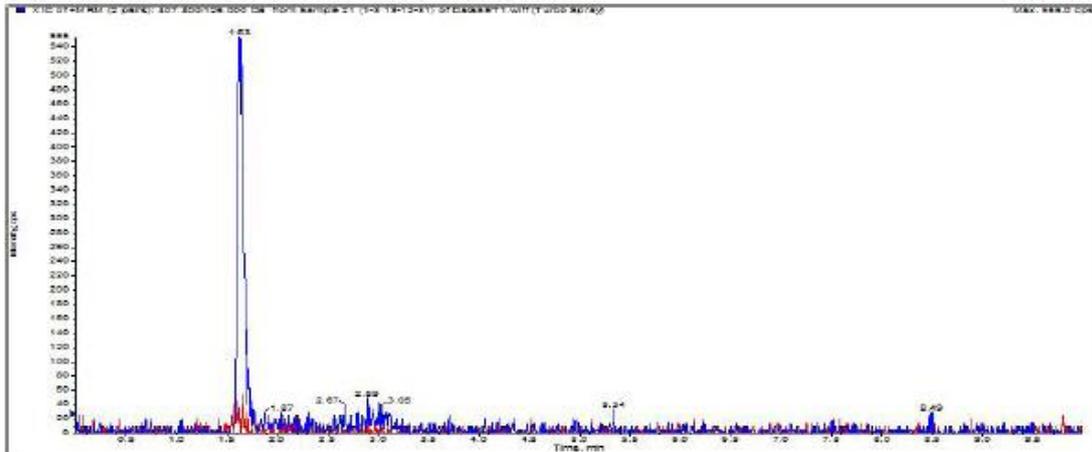
邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

表 3 林可霉素加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
林可霉素 (Lincomycin)	1.0	90.92	5.34	1.63

图 1 林可霉素样品加标 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/ 串联质谱质量色谱图:



## 结论:

本实验建立了林可霉素残留量的 LC-MS/MS 检测方法, 并结合固相萃取技术对猪肉中林可霉素的含量进行了测定。对于加标量为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测, 回收率在 84%~105%, 符合国标要求, 固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好, 说明本方法能够用于检测动物源性食品中林可霉素的残留量。

## (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7802	林可霉素	Lincomycin	154-21-2

## (6) 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VS951002-0	Venusil ASB C18	5 $\mu\text{m}$ , 150 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 100 mm
PE5006-2	Cleanert PEP-2	500 mg/6 mL, 30/pk

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



*First Standard*  
Analytical Reference Standards  
分析检测标准品

SH-100	保护柱套	适用于 4.6×10 mm 和 2.1×10 mm
VS950102-0S	直联式保护柱芯	5 μm, 150 Å, 2.1×10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45 Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器	13 mm, 0.22 μm, 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T 20366-2006)猪肉中氟喹诺酮类药物残留量检测 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10036

## 前言

氟喹诺酮类(fluoroquinolones, FQs)，又称吡啶酮酸类，是近年来人工合成的一系列新型杀菌性抗菌药物，因其抗菌谱广，抗菌活性强，与其他抗菌药物无交叉，耐药性和毒副作用小等特点而广泛应用于动物和人类的多种感染性疾病的防治当中。氟喹诺酮类药物的残留除其本身的毒副作用对人体造成直接危害外，更为严重的是长期食用含较低浓度 FQs 药物的动物源性食品，容易诱导人类致病菌产生耐药性，具有潜在致畸致癌的威胁。中国和欧盟规定了在动物组织中其系列喹诺酮类兽药的最高残留量为 10~90  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## (1) 样品提取

称取 5.0 g(精确到 0.1 g)均质好的样品，置于 50mL 离心管中，加入 20 mL 配置好的 0.1 mol/L 的缓冲溶液，1000 rpm 涡旋混合 1 min，再超声提取 10 min，于 8000 rpm 离心 10 min，重复提取三次，合并上清液做待净化液。

## (2) 净化方法

先将 Cleanert® PEP-2 小柱分别用 6 mL 甲醇和 6 mL 水活化，然后将待净化液过柱(流速控制在 2~3 mL/min)，弃去滤液；再用 3 mL 5% 甲醇水淋洗，弃去淋洗液，将小柱抽干；最后用 6 mL 甲醇洗脱。收集洗脱液于 40 °C 氮气吹干，用 1 mL 0.2% 甲酸水溶液溶解残留物，过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜后待测。

## (3) 检测方法

### 3.1 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18，2.1×50 mm，5  $\mu\text{m}$ ，100 Å；

流动相：A 相-0.1% 甲酸水溶液，B 相-乙腈

柱温：30 °C；

进样量：10  $\mu\text{L}$ ；

梯度洗脱：见表 1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
---------	-------------	-----	-----

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



0	0.3	85	15
6	0.3	80	20
7	0.3	10	90
7.1	0.3	85	15
12	0.3	85	15

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：45 psi

气帘气压力：15 psi

辅助气压力：40 psi

离子源温度：500 °C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

定性离子对、定量离子对、去簇电压和碰撞电压(见表 2)

化合物	Q1	Q3	CE/V
诺氟沙星(Norfloxacin)	320.3	302.3	25
		276.3	25
环丙沙星(Ciprofloxacin)	332.2	314.3	23
		288.3	23
培氟沙星(Pefloxacin)	334.3	290.3	29
		233.2	29
洛美沙星(Lomefloxacin)	352.3	265.2	27
		308.3	27
恩诺沙星(Enrofloxacin)	360.3	316.4	27
		342.3	27
氧氟沙星(Ofloxacin)	362.2	318.3	27
		261.2	27

## (4) 实验结果

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测六种氟喹诺酮类药物, 加标量为 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 回收率为 70%~120%, 能够满足检测要求。由图 1-3 可看出经 Cleanert PEP-2 固相萃取柱净化, 采用 VenusilMP C18 色谱柱检测能够使六种喹诺酮类药物得到良好的分离, 且各种物质峰形良好, 保留时间稳定。

物质名称	加标量/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
诺氟沙星	2	78.77	0.15	3.26
(Norfloxacin)	20	84.95	0.12	
	100	100.34	0.03	
环丙沙星	2	87.98	0.08	3.79
(Ciprofloxacin)	20	71.63	0.11	
	100	79.66	0.01	
培氟沙星	2	86.21	0.08	3.57
(Pefloxacin)	20	83.65	0.15	
	100	92.67	0.18	
洛美沙星	2	101.39	0.07	4.34
(Lomefloxacin)	20	92.97	0.12	
	100	108.73	0.04	
恩诺沙星	2	94.27	0.03	5.02
(Enrofloxacin)	20	88.12	0.16	
	100	93.05	0.05	
氧氟沙星	2	102.73	0.08	3.23
(Ofloxacin)	20	103.91	0.15	
	100	114.35	0.12	

图 1 氟喹诺酮类样品加标 2.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

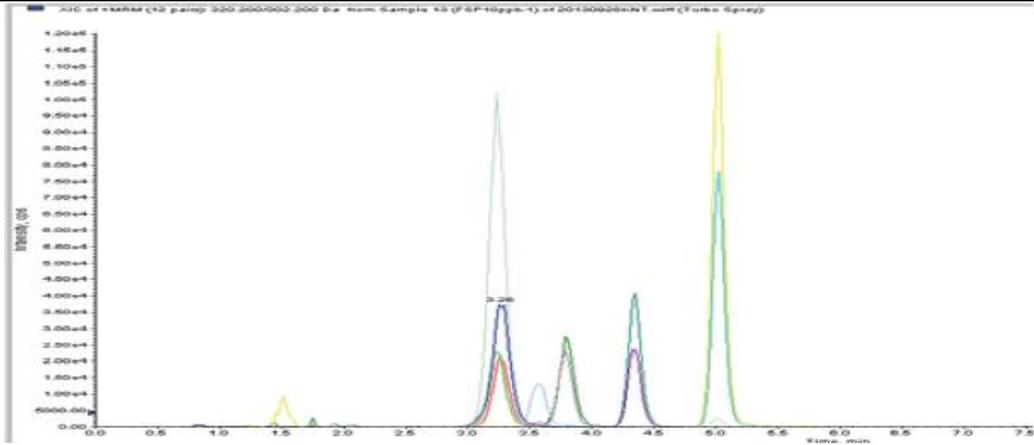


图 2 氟喹诺酮类样品加标 20 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图

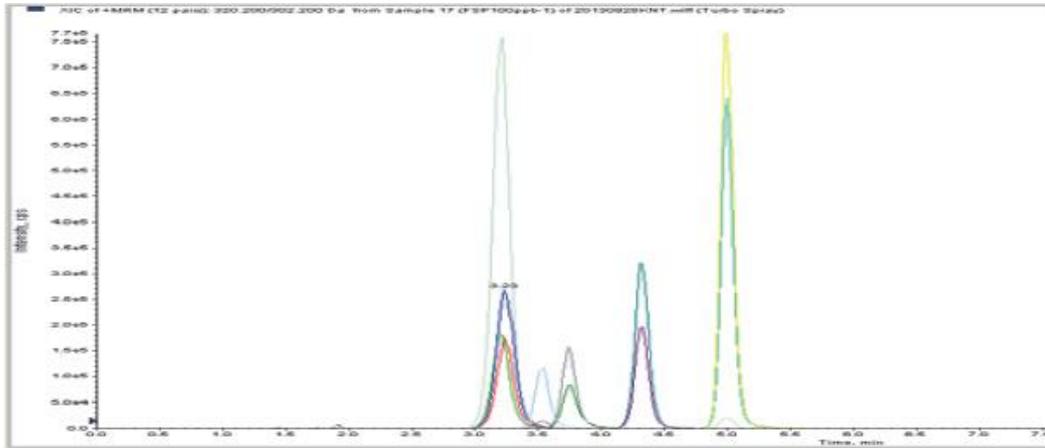
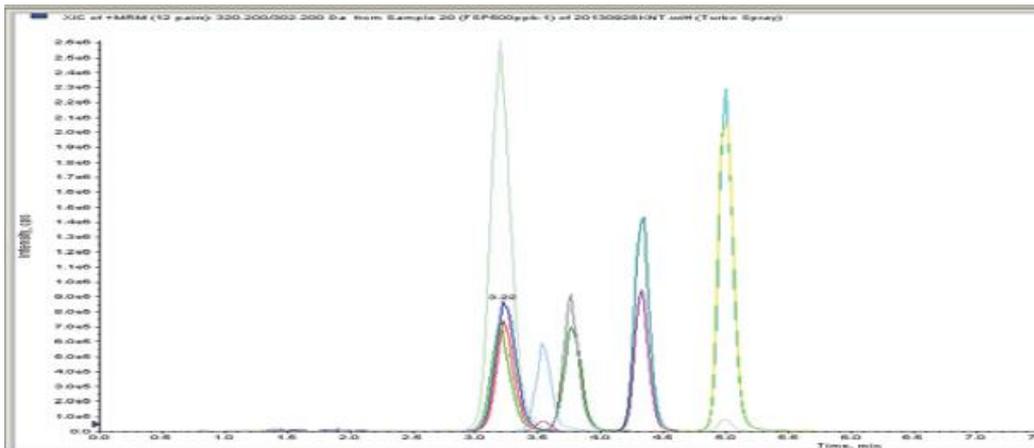


图 3 氟喹诺酮类样品加标 100 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图



天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 结论:

本实验建立了六种氟喹诺酮类药物的 LC-MS/MS 检测方法,并结合固相萃取技术对猪肉中氟喹诺酮类药物的残留量进行了测定。对于加标量为 2 µg/kg、20 µg/kg、100 µg/kg 的样品进行了检测,回收率在 70%~120%,符合国标要求,固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好,说明本方法能够用于检测动物源性食品中的氟喹诺酮类药物残留。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5738	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7
1ST5703	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1
1ST5756	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3
1ST5759	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7
1ST4107	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6
1ST5740	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1

## 相关产品

订货号	产品名称	规格包装
VA950502-0	Venusil® MP C18	5 µm,100 Å,2.1×50 mm
PE2006-2	Cleanert® PEP-2	200 mg/6 mL,30 支/包
SPE-40	Qdaura 卓睿自动固相萃取仪	24 通道
SH-100	保护柱套	适用于 4.6×10 mm 和 2.1×10 mm
VA950102-0S	直联式保护柱芯	5 µm,100 Å,2.1×10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm,100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖,红色橡胶/米色 PTFE 隔垫,45. Shore A 1.0 mm,100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm,0.22 µm,200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式无针头,100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶,色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶,色谱纯

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB 29699-2013)猪肉中氯羟吡啶残留量检测 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10038

### 前言

球虫病是畜牧业生产中最重要，也是最常见的一种原虫病，以对鸡、兔、牛、猪的危害性最大。氯羟吡啶(Clopidol)属吡啶类化合物，其商品名为克球粉，具有广泛的抗球虫作用。但是，长期或过量的用药会造成氯羟吡啶在动物体内和组织中的残留和在食物链中的蓄积，对环境及公众健康构成严重的潜在危害。欧盟、美国、加拿大、日本等国都规定了各种动物组织中氯羟吡啶残留最高限量标准。我国规定各种动物组织中氯羟吡啶残留最高限量标准，其中氯羟吡啶在鸡肉中的残留限量 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。有关动物组织中氯羟吡啶残留检测方法的文献不多，其中以 GC/MS 法为主。

### (1) 样品提取

准确称取试样( $5\pm 0.05$  g)于 50 mL 聚丙烯离心管中，加入 15 mL 乙腈，均质 1 min，再振荡提取 10 min，于 6000 r/min 离心 10 min，取上清液于另一 50 mL 离心管中；用 10 mL 乙腈洗涤刀头，洗涤液倒入残渣中重复提取一次。合并两次上清液，加正己烷 15 mL，无水硫酸钠 2 g，振荡提取 5 min，6000 r/min 离心 5 min，取乙腈层于 50  $^{\circ}\text{C}$  旋转蒸发至近干；用 5 mL 乙腈溶解残留物，作为待净化液，备用。

### (2) 净化方法

先将 Cleanert Alumina-N (500 mg/6 mL)小柱用 10 mL 乙腈活化，取备用液过柱，控制流速为 1 mL/min，收集上样流出液；用 10 mL 乙腈分两次冲洗放置备用液的离心管，再以相同流速洗脱小柱，并收集洗脱液；将所有流出液与洗脱液于 50  $^{\circ}\text{C}$  氮气吹至近干；最后用 1 mL 10% 甲醇水溶液溶解残留物，然后涡旋振荡 2 min，再超声 2 min，过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜，待测。

### (3) 检测方法

#### 3.1 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18，2.1 $\times$ 50 mm，2.5  $\mu\text{m}$ ，100  $\text{\AA}$ ；

流动相：A 相-0.1% 甲酸水，B 相-0.1% 甲酸乙腈

柱温：30  $^{\circ}\text{C}$ ；

进样量：10  $\mu\text{L}$ ；

梯度洗脱：见下表

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.2	95	5
2	0.2	95	5
2.01	0.2	10	90
3	0.2	10	90
3.01	0.2	95	5
10	0.2	95	5

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

电喷雾电压：5500 V

气帘气压力：15 psi

离子源温度：450 °C

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

扫描方式：正离子扫描

雾化气压力：50 psi

辅助气压力：50 psi

采集方式：多反应监测(MRM)

表 2 氯羟吡啶的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
氯羟吡啶 (Clopidol)	192.3	100.9	47
		87.1	47

## (4) 实验结果

由表 3 可知,采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测氯羟吡啶,加标量为 1.0 µg/kg、5.0 µg/kg 加标回收率在 78%~90%之间, RSD 值小于 10%, 能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert Alumina-N 固相萃取柱净化, 采用 Venusil MP C18 色谱柱检测得到的氯羟吡啶峰形良好, 且保留时间稳定。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

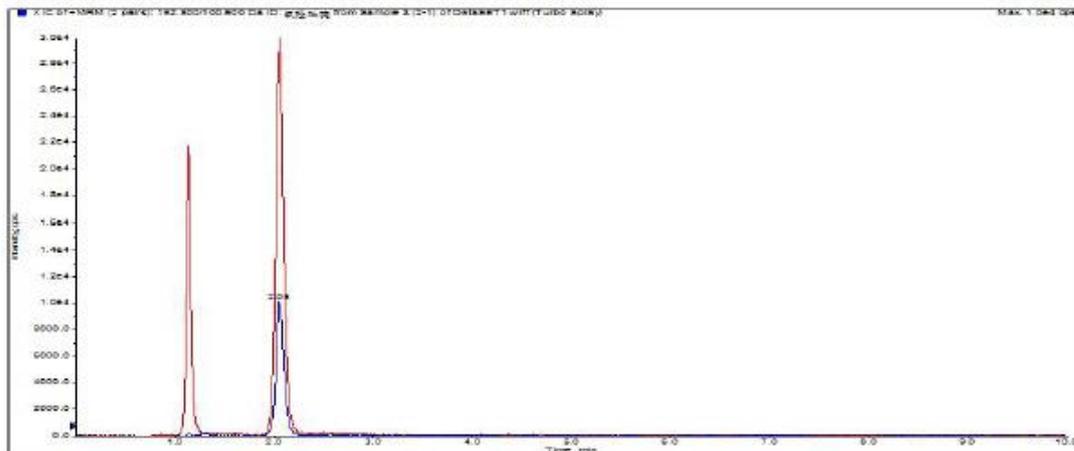
表 3 氯羟吡啶加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
氯羟吡啶 (Clopidol)	1.0	82.22	0.97	2.07
	5.0	80.24	2.78	

图 1 氯羟吡啶样品加标 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图



图 2 氯羟吡啶样品加标 5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图



## 结论:

本实验建立了氯羟吡啶残留量的 LC-MS/MS 检测方法, 并结合固相萃取技术对猪肉中氯羟吡啶的含量进行了测定。对于加标量为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、5.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品进行了检测, 回收率

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

为 78%~90%，符合检测要求。固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好，说明本方法能够用于检测动物源性食品中氯羟吡啶的残留量。

### (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7104	氯羟吡啶; 二氯二甲吡啶酚	Clopidol	2971-90-6

### (6) 订货信息:

订货号	产品名称	规格包装
VA920502-0	Venusil MP C18	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 50 mm
AL5006-N	Cleanert Alumina-N	500 mg/6 mL, 30/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VA920102-0S	直联式保护柱芯	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



# (GB/T 21317-2007)猪肉、鸡肉中四环素类药物残留量检测

## LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10039

### 前言

四环素类(Tetracyclines,TCs)是由链霉菌产生的一类广谱抗生素，主要包括四环素(Tetracycline,TC)、土霉素(Oxytetracycline,OTC)、金霉素(Chlortetracycline,CTC)等，其结构均含并四苯基本骨架，已被广泛应用于可食性动物疾病的治疗和药物添加剂中，常用于预防和治疗动物疾病。四环素类抗生素在酸性和碱性条件下均不稳定，其含有许多羟基、烯醇羟基及羰基，在中性条件下能与多种金属离子形成不溶性螯合物，与钙或镁离子形成不溶性的钙盐或镁盐，与铁离子形成红色络合物，与铝离子形成黄色络合物。为了有效地预防四环素类药物的滥用，欧盟、日本和美国等都制定了动物组织及牛奶中的最大残留限量，其中规定在动物组织中的最大残留限量为 0.1 mg/L。GB/T 21317-2007 中规定最低检出限为 50.0 µg/kg。

### 1.样品提取

称取 5.0 g(精确到 0.01 g)均质好的试样，置于 50 mL 离心管中，分别加入 20 mL、20 mL、10 mL 配置好的 0.1 mol/L 的 EDTA-McIlvaine 缓冲溶液，1000 rpm 涡旋混合 1 min，再超声提取 10 min，于 3000 rpm 离心 5 min，合并上清液(控制上清液体积不超过 50 mL)并定容至 50 mL，混匀，5000 rpm 离心 10 min，用快速滤纸过滤，待净化。

### 2.净化方法

先将 Cleanert PEP-2 小柱分别用 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化，再准确吸取 10 mL 提取液以 1 滴/s 的速度过 SPE 小柱，待样液完全流出后，依次用 5 mL 水和 5 mL 5% 甲醇水溶液淋洗，弃去全部流出液。减压抽干小柱 5 min，最后用 10 mL 甲醇+乙酸乙酯(1:9, v/v)洗脱。将洗脱液低于 40 °C 氮气吹干，用 1 mL 甲醇水(3:7, v/v)溶液溶解残渣，过 0.45 µm 滤膜，待测。

### 3.检测方法

#### 3.1 色谱条件

色谱柱：Durashell C18，2.1×50 mm，3 µm，100 Å；  
流动相：A 相-0.3% 甲酸水溶液，B 相-0.3% 甲酸乙腈  
柱温：30 °C；  
进样量：5 µL；  
梯度洗脱：见下表

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
---------	-------------	-----	-----

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



0	0.2	90	10
1	0.2	10	90
8	0.2	60	40
8.1	0.2	10	90
9	0.2	90	10
15	0.2	90	10

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：70 psi

气帘气压力：15 psi

辅助气压力：65 psi

离子源温度：550°C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

定性离子对、定量离子对、去簇电压和碰撞电压(见表 2)

化合物	Q1	Q3	CE/V
盐酸四环素	445	410	37
(Tetracycline hydrochloride)		428	37
盐酸土霉素	461	426	27
(Oxytetracycline)		443	27
盐酸金霉素	479	444	29
(Chlorotetracycline hydrochloride)		462	29

## (4) 实验结果

由表 3 可知，采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测三种四环素类药物，加标量为 10.0 µg/kg、50.0 µg/kg、200 µg/kg，回收率为 90%~105%，能够满足检测要求。

由图 1-3 可看出经 Cleanert PEP-2 固相萃取柱净化，采用 Durashell C18 色谱柱检测能够使三种四环素类药物得到良好的分离，且各种物质峰形良好，保留时间稳定。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

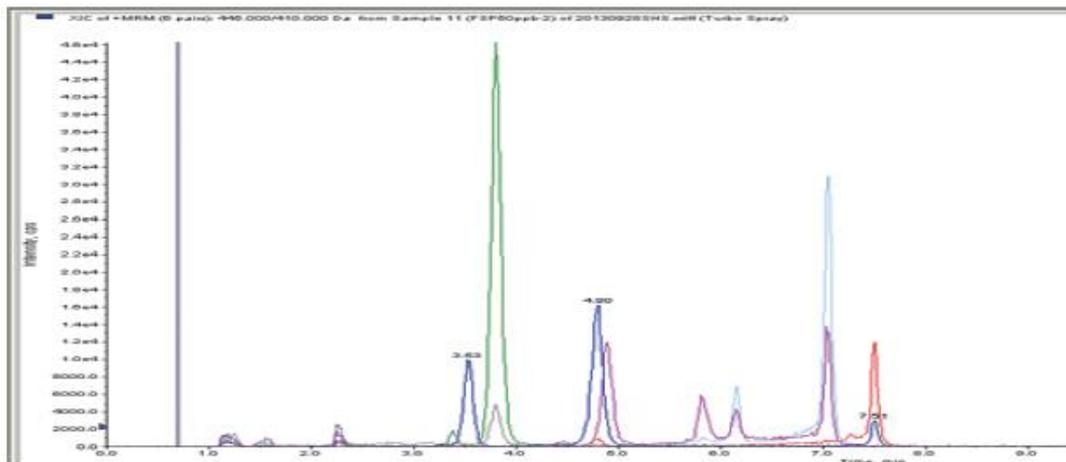
邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



物质名称	加标量/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
盐酸四环素	10	97.05	3.63	4.91
(Tetracycline	50	100.46	2.08	
hydrochloride)	200	96.71	0.12	
盐酸土霉素	10	96.66	2.22	3.84
(Oxytetracycline)	50	99.82	0.87	
	200	97.49	3.77	
盐酸金霉素	10	91.87	7.62	7.06
(Chlorotetracycline	50	92.52	0.21	
hydrochloride)	200	94.94	1.94	

图 1 四环素类样品加标 10.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  液相色谱/串联质谱质量色谱图



天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

图 2 四环素类样品加标 50 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图

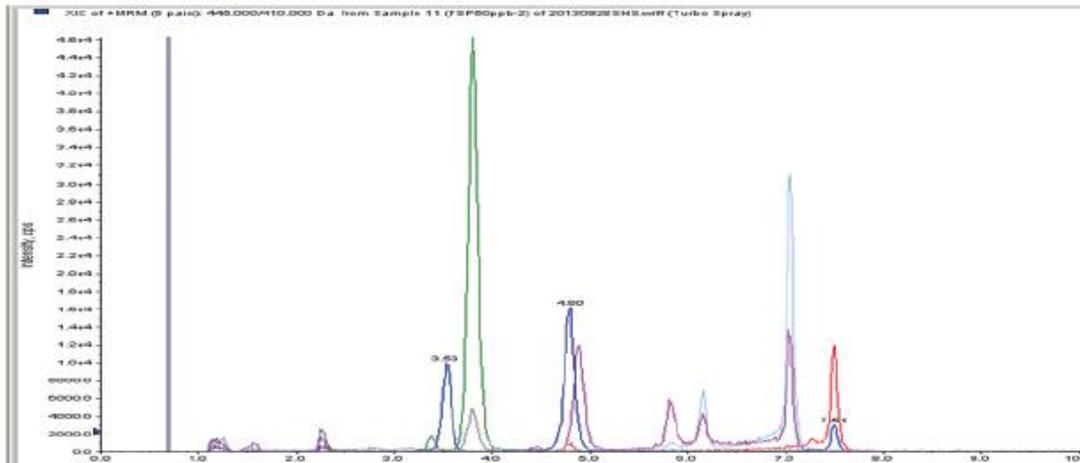
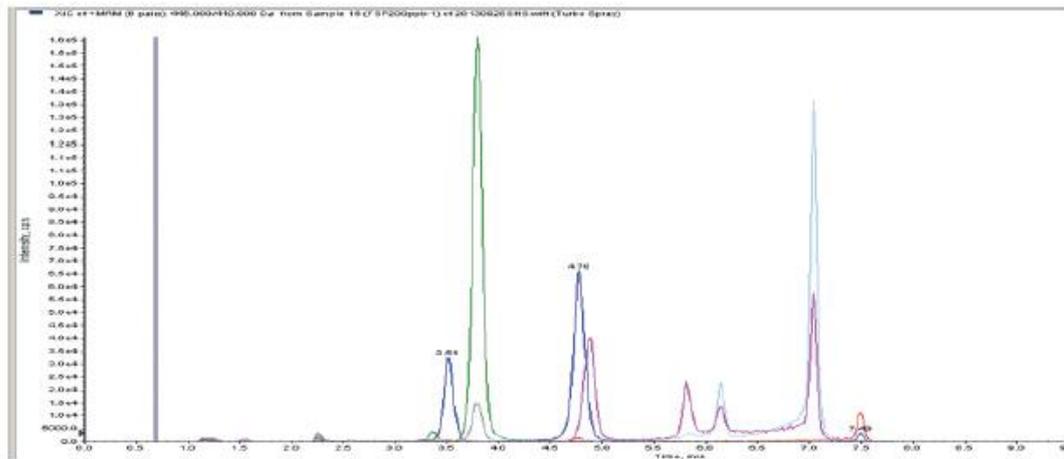


图 3 四环素类样品加标 200 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图



## 结论:

本实验建立了三种四环素类药物的 LC-MS/MS 检测方法。实验对加标量为 10 µg/kg、50 µg/kg、200 µg/kg 的样品进行了检测，结果表明前处理方法回收率在 90%-105% 之间，均在国标要求范围内，固相萃取方法稳定而且色谱柱重现性较好。说明本方法能够用于检测动物源性食品中的四环素类药物残留。

## 5. 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST4102A	盐酸四环素	Tetracycline hydrochloride	64-75-5
1ST4111A	盐酸土霉素	Oxytetracycline	2058-46-0
1ST4110A	盐酸金霉素	Chlortetracycline hydrochloride	64-72-2

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 6. 订货信息:

订货号	产品名称	规格包装
DC930502-0	Durashell C18	3 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 50 mm
PE0603-2	Cleanert PEP-2	60 mg/ 3mL, 50 支/包
SPE-40	Qdaura 卓睿自动固相萃取仪	24 通道
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
DC930102-0S	直联式保护柱芯	3 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021345	微孔滤膜(Nylon)	13 mm, 0.45 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (农业部 1025 号公告-18-2008)动物源食品中 9 种 $\beta$ -受体激动剂残留量的测定 LC-MS/MS 法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10042

本文使用天津博纳艾杰尔科技有限公司的 Cleanert® PCX 固相萃取柱, 按照中华人民共和国国家标准 农业部 1025 号公告-18-2008 公告《动物源食品中 9 种  $\beta$ -受体激动剂残留检测方法—超高效液相色谱-串联质谱法》提供的方法, 检测猪肉、猪肝、牛肉、羊肉等四种组织中的 9 种  $\beta$ -受体激动剂残留。

### 1. 样品信息

特布他林、西马特罗、沙丁胺醇、非诺特罗、氯丙那林、莱克多巴胺、克仑特罗、妥布特罗和喷布特罗等 9 种  $\beta$ -受体激动剂信息如表所示。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

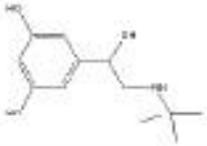
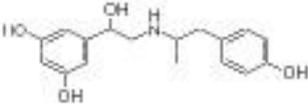
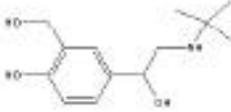
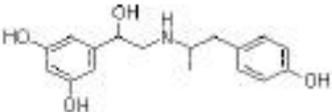
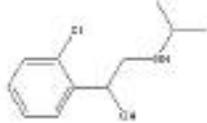
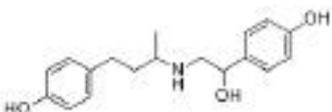
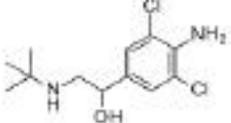
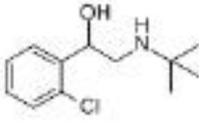
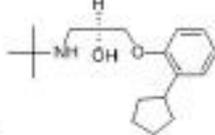
电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



$\beta$ -受体激动剂	英文名	结构式
特布他林	Terbutalin	
西马特罗	Cimaterol	
沙丁胺醇	Salbutamol	
非诺特罗	Fenoterol	
氯丙那林	Clorprenaline	
莱克多巴胺	Ractopamine	
克仑特罗	Clenbuterol	
妥布特罗	Tulobuterol	
喷布特罗	Penbutolol	

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 2. 样品提取及衍生

### 2.1 样品酶解

分别称取猪肉、猪肝、牛肉和羊肉样品各 2 g(精确到 0.01 g)，置于 50 mL 棕色离心管中，加入 0.2 mol/L 乙酸铵缓冲液(pH 为 5.2)8.0 mL；再加入  $\beta$ -盐酸葡萄糖醛苷酶/芳基硫酸酯酶 40  $\mu$ L，涡旋混匀，于 37  $^{\circ}$ C 下避光水浴振荡约 16 h。

### 2.2 提取

酶解后放置至室温，涡旋混匀，10000 rpm 离心 10 min；转移上清液于另一 50 mL 离心管内，加入 0.1 mol/L 高氯酸溶液 5 mL，涡旋混匀，用高氯酸调 pH 至 1.0 $\pm$ 0.2，10000 rpm 离心 10 min；将上清液转移至另一 50 mL 离心管内；用 10 mol/L NaOH 溶液调 pH 至 9.5 $\pm$ 0.2；加入乙酸乙酯 15 mL，涡旋混匀，并振荡 10 min，5000 rpm 离心 5 min，取出上层有机相至另一 50 mL 离心管内；再在下层水相中加入叔丁基甲醚 10 mL，涡旋混匀，并振荡 10 min，5000 rpm 离心 5 min；合并有机相，50  $^{\circ}$ C 下氮气吹干，用 2% 甲酸水溶液 5 mL 溶解，备用。

### 2.3 净化处理

PCX 小柱依次用甲醇、水、2% 甲酸溶液各 3 mL 活化；取全部备用液过柱再依次用 2% 甲酸水溶液、甲醇各 3 mL 淋洗，减压抽干；用 3% 氨水甲醇溶液 2.5 mL 洗脱；洗脱液在 50  $^{\circ}$ C 下用氮气吹干，残余物用甲醇-0.1% 甲酸溶液(10+90, V/V)0.2 mL 溶解，涡旋混匀，15000 rpm 离心 10 min，取上清液适量，供超高效液相色谱-串联质谱仪测定。

## 3. 检测方法

按照中华人民共和国国家标准 农业部 1025 号公告-18-2008 公告《动物源食品中 9 种  $\beta$ -受体激动剂残留检测方法—超高效液相色谱-串联质谱法》提供的方法进行检测。

## 4. 实验结果

结果如下列附图所示。

### 结论

本实验选用 Cleanert PCX 固相萃取柱(60 mg/3 mL)，按照农业部 1025 号公告-18-2008 公告《动物源食品中 9 种  $\beta$ -受体激动剂残留检测方法—超高效液相色谱-串联质谱法》提供的方法，验证测定猪肉、猪肝、牛肉、羊肉等四种组织中的 9 种  $\beta$ -受体激动剂残留回收率。

通过不同基质的样品添加回收率实验，结果显示天津博纳艾杰尔科技有限公司的 Cleanert PCX 固相萃取柱性能良好，完全能够符合兽药残留检测的要求并应用在动物产品的残留监控工作中。

## 5. 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1304	特布他林	Terbutaline	23031-25-6
1ST1309	西马特罗	Cimaterol	54239-37-1
1ST1302	沙丁胺醇	Salbutamol; Albuterol	18559-94-9
1ST1327	非诺特罗	Fenoterol	13392-18-2

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

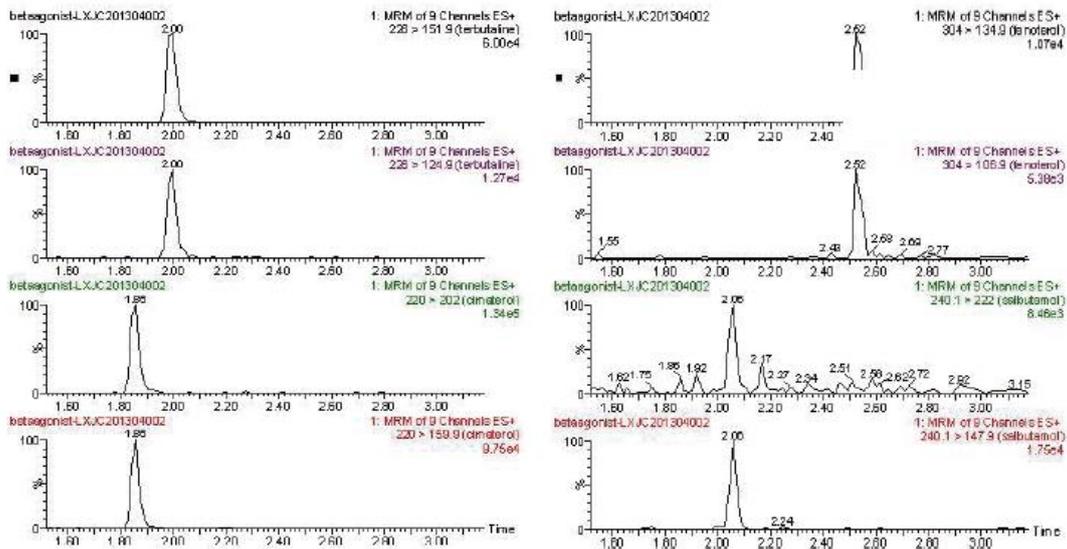


1ST1313	氯丙那林	Clorprenaline	3811-25-4
1ST1307	莱克多巴胺	Ractopamine	97825-25-7
1ST1301	克仑特罗	Clenbuterol	37148-27-9
1ST1372	妥布特罗	Tulobuterol	41570-61-0
1ST1324	喷布特罗	Penbutolol	36507-48-9

## 6. 订货信息:

订货号	产品名称	规格包装
	Cleanert PCX 固相萃取柱	60 mg/3 mL, 50 支/包
AS021320	针式过滤器(Nylon)	0.22 μm, 直径 13 mm, 200 个/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0520	1.5 mL 样品瓶	棕色, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	100/pk
AH230-4	甲醇	4×4 L/箱

## 附图:



## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

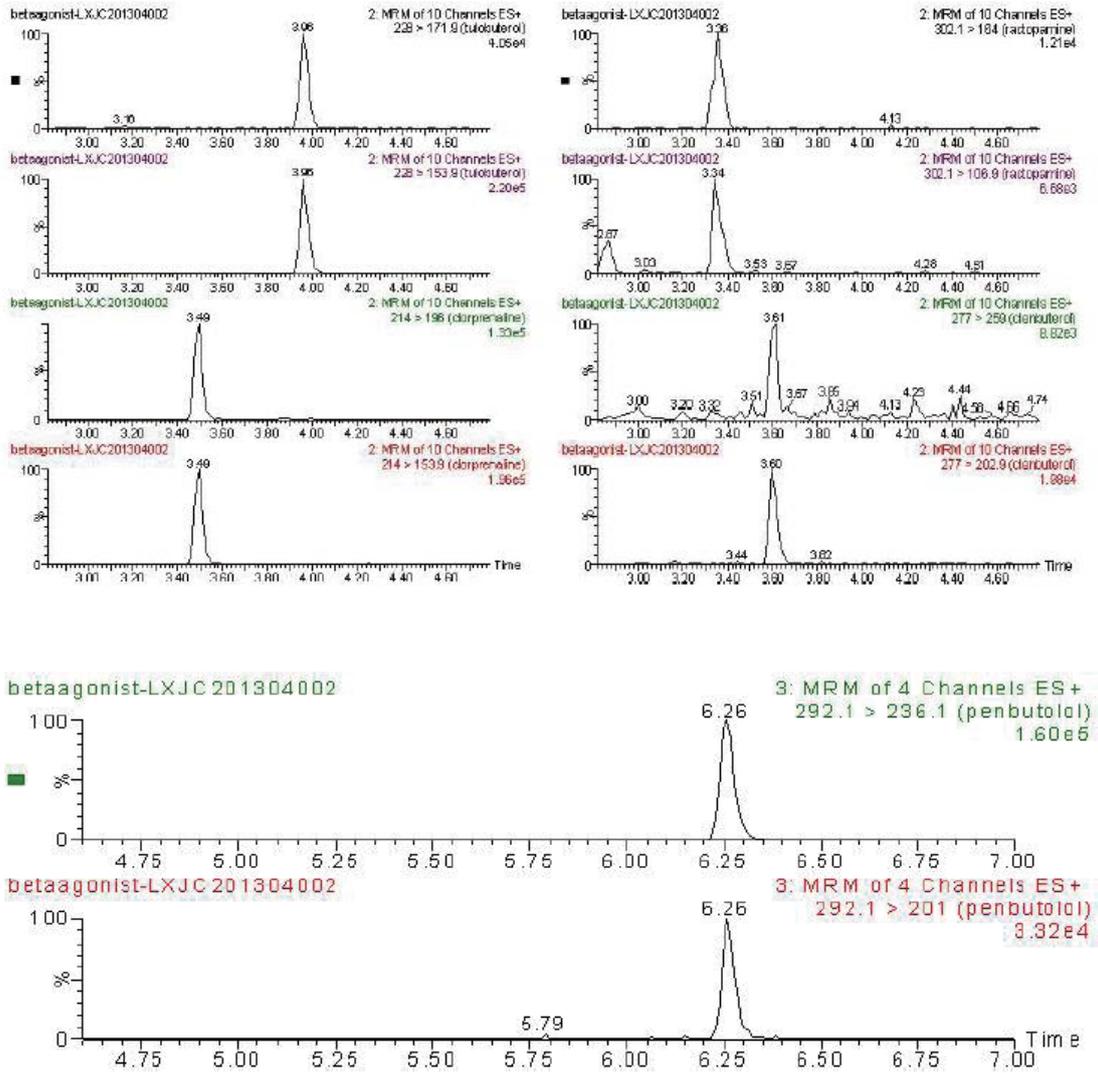


图5 空白猪肉添加试液中9种β-受体激动剂(0.5 ng/g)特征离子质量色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

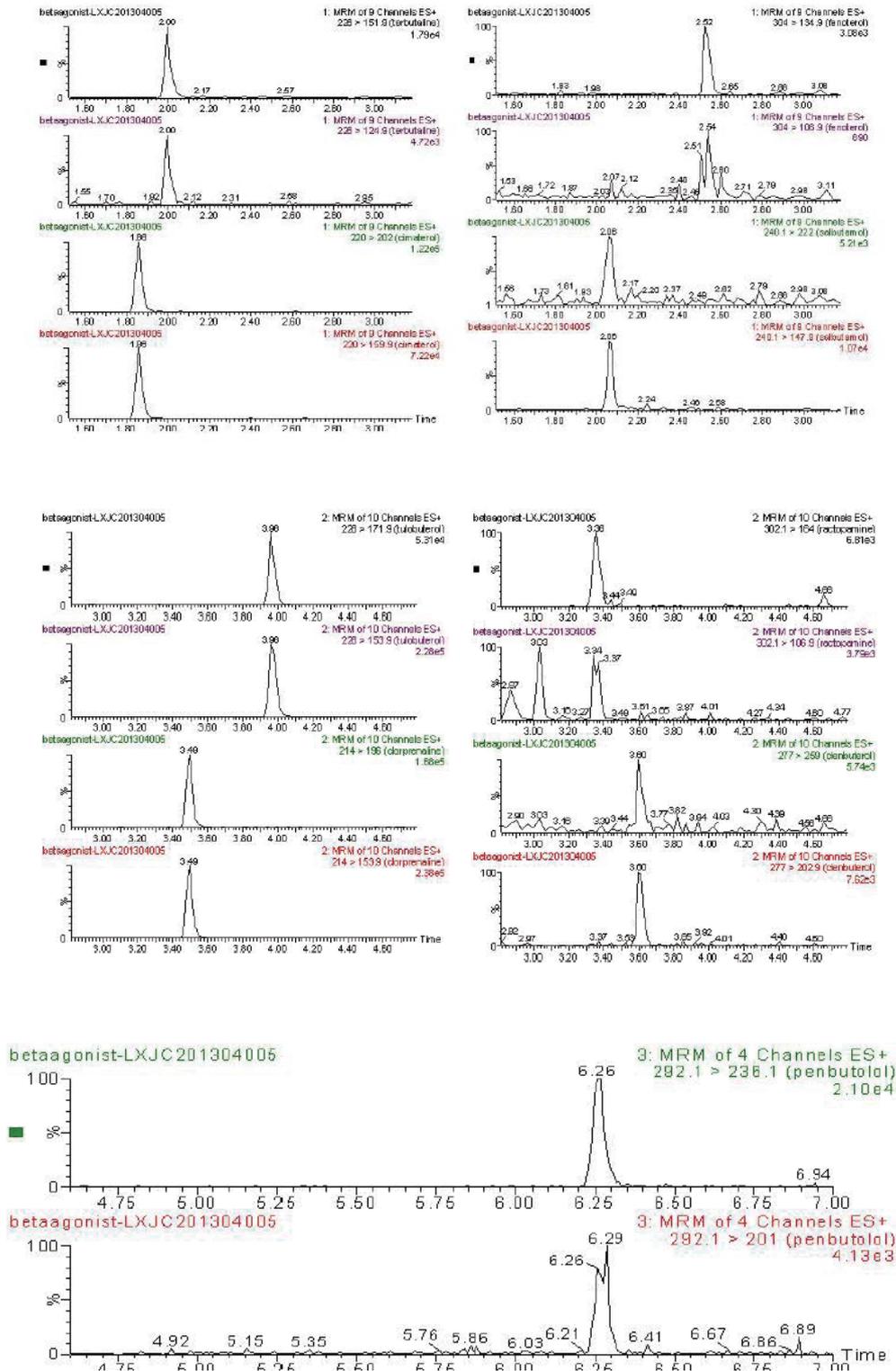


图 6 空白猪肝添加试液中 9 种  $\beta$ -受体激动剂(0.5 ng/g) 特征离子质量色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

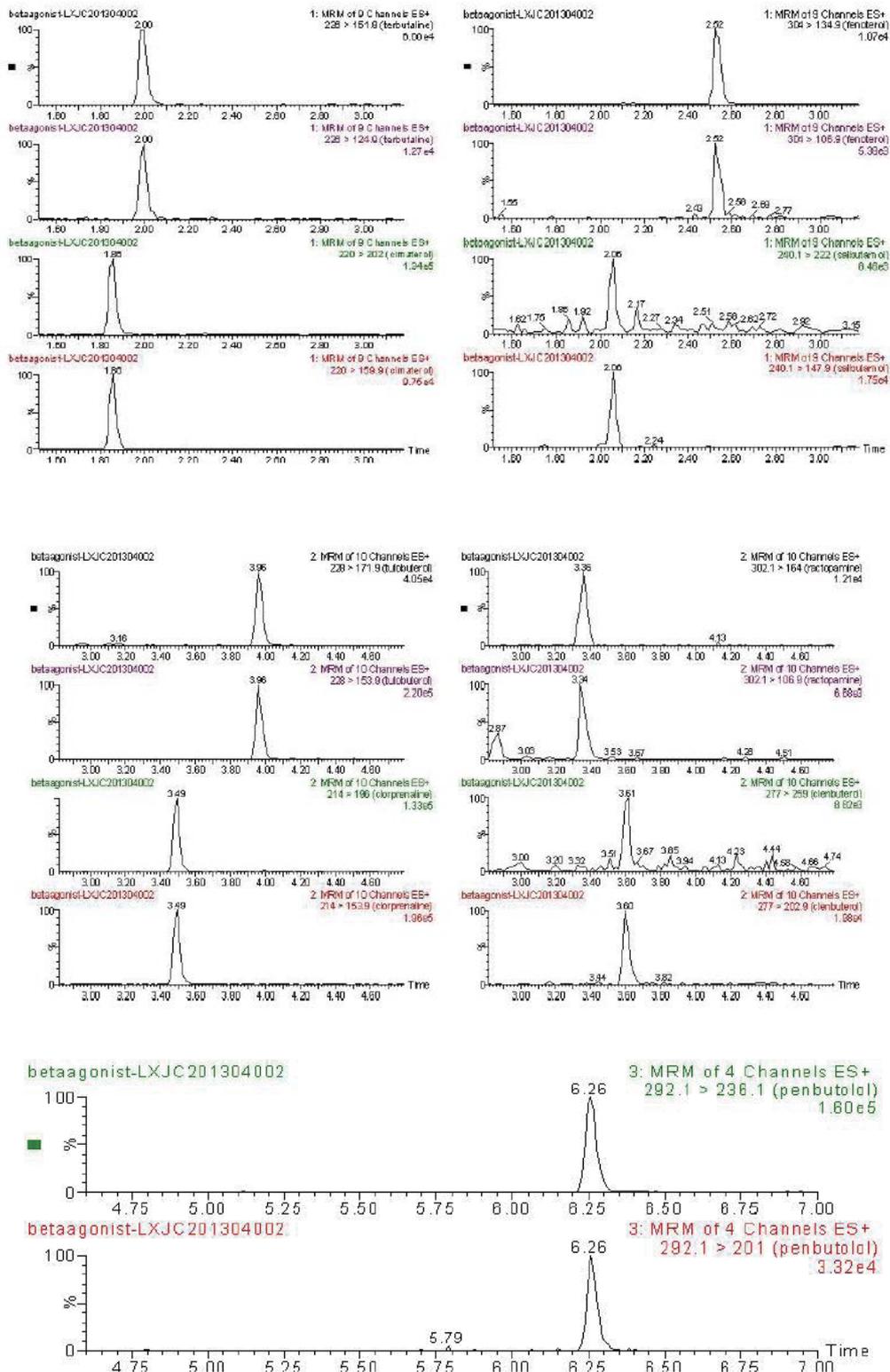


图 7 空白牛肉添加试液中 9 种  $\beta$ -受体激动剂(0.5 ng/g)特征离子质量色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

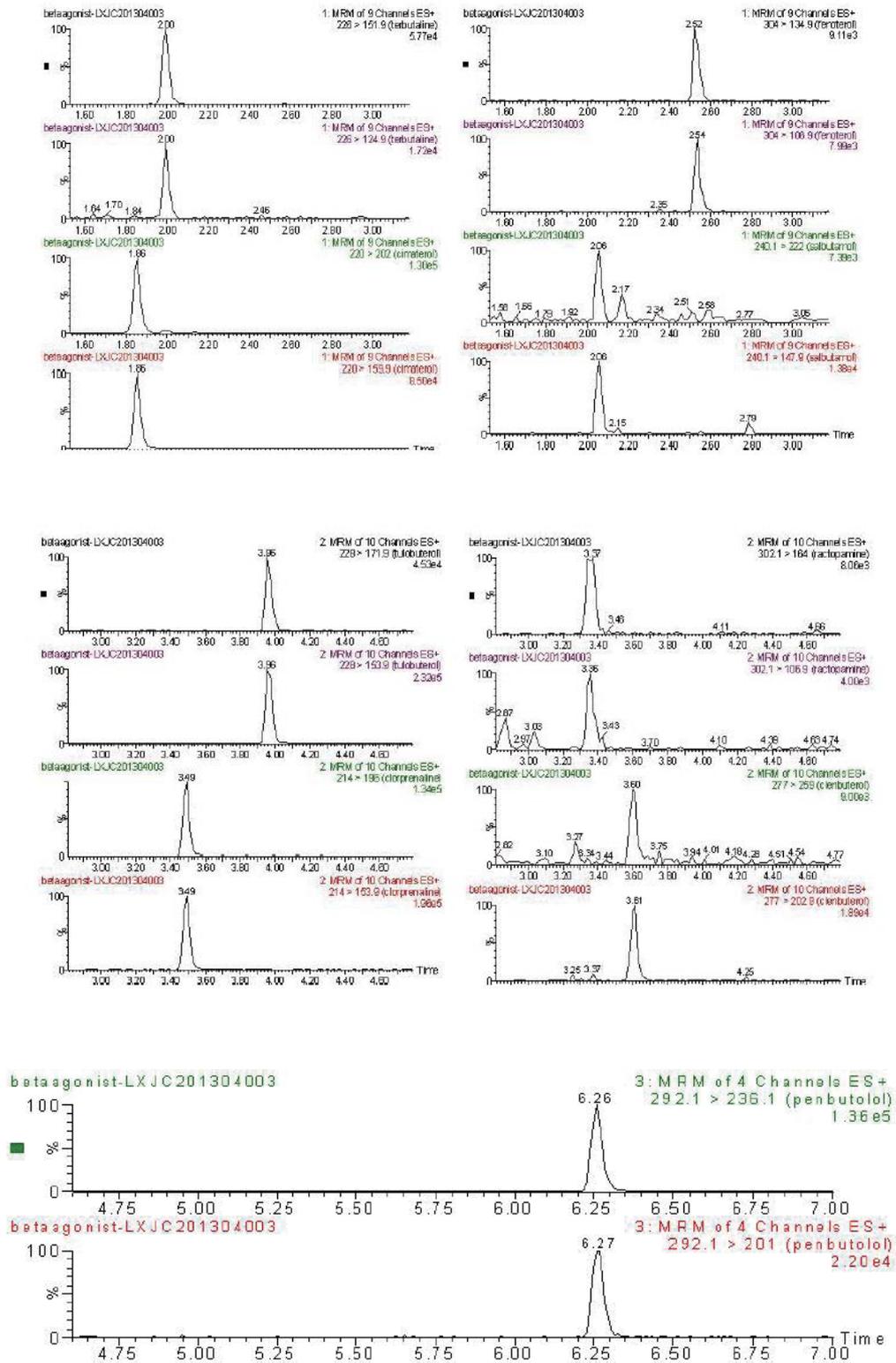


图 8 空白羊肉添加试液中 9 种  $\beta$ -受体激动剂(0.5 ng/g)特征离子质量色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (SN/T0670-2012)猪肉中泰乐菌素残留量检测 LC-MS/MS 法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10040

泰乐菌素(Tylosin), 亦称泰农、泰乐霉素, 是美国于 1959 年从弗氏链霉菌(*Streptomyces fradiae*)的培养液中获得的一种大环内酯类抗生素, 对支原体有特效, 对多种 G<sup>+</sup>菌具有很强的抗菌作用, 还对部分 G<sup>-</sup>菌、弯杆菌、螺旋体及球虫具有抑制作用。其产品形式有酒石酸盐、磷酸盐、盐酸盐、硫酸盐及乳酸盐, 易溶于水, 被广泛的应用于畜牧业的畜禽疾病防治及促生长的饲料添加剂。2006 年欧盟成员国全面禁止使用抗生素作为促生长剂。欧盟对肉制品中泰乐菌素的最高残留量规定为 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。我国农业部在 2002 年公告的《关于动物性食品中兽药最高残留的通知》中, 规定泰乐菌素在鸡、猪、牛的肌肉、脂肪、肝、肾组织中的最高残留量为 200  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 1. 样品提取

称取 5.0 g(精确到 0.01 g)均质好的样品, 置于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 用均质器均质 1 min, 在振荡器上振荡 10 min, 4200 rpm 离心 5 min, 取上清液于另一 50 mL 离心管中; 再加入 20 mL 乙腈于样品残渣, 重复提取一次, 合并上清液于 50 mL 离心管中, 用乙腈定容至 50 mL。移取 10 mL 提取液, 加入 30 mL 正己烷, 涡旋振荡 2 min, 以 4200 rpm 离心 5 min, 弃去正己烷, 下层提取液于 50 °C 水浴氮气浓缩至近干。用 10 mL 磷酸盐缓冲液分两次溶解残留物, 作为待净化液。

### 2. 净化方法

先将 Cleanert® PEP-2 (500 mg/6 mL)小柱分别用 5 mL 甲醇, 5 mL 水, 5 mL 磷酸盐缓冲液活化平衡; 然后将待净化液过柱(流速控制在 1 mL/min); 用 5 mL 水和 5 mL 甲醇-水(2+8)洗柱, 弃去全部流出液, 小柱用真空泵抽干 30 min; 最后用 10 mL 甲醇洗脱。收集洗脱液于 45 °C 氮气吹干, 用 1 mL 10% 甲醇-水溶液溶解残留物, 过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜后待测。

### 3. 检测方法

#### 3.1 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18, 2.1×50 mm, 5  $\mu\text{m}$ , 100 Å;

流动相: A 相-0.1% 甲酸水, B 相-0.1% 甲酸乙腈

柱温: 30 °C;

进样量: 10  $\mu\text{L}$ ;

梯度洗脱: 见表 1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
---------	-------------	-----	-----

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



0	0.3	80	20
1	0.3	80	20
2.5	0.3	5	95
4	0.3	5	95
6	0.3	80	20
15	0.3	80	20

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源                      扫描方式：正离子扫描  
电喷雾电压：5500 V                        雾化气压力：50 psi  
气帘气压力：15 psi                         辅助气压力：45 psi  
离子源温度：550°C                        采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

表 2 泰乐菌素的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
泰乐菌素 (Tylosin)	916.5	174.2	61
		145.1	61

## 4.实验结果

由表 3 可知,采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测泰乐菌素,加标量为 4.0 µg/kg、20.0 µg/kg 加标回收率在 80%~100%之间, RSD 值小于 10%, 能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert® PEP-2 固相萃取柱净化, 采用 Venusil MP C18 色谱柱检测得到的泰乐菌素峰形良好, 且保留时间稳定。

表 3 泰乐菌素加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/(µg/kg)	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
泰乐菌素 (Tylosin)	4.0	91.56	4.35	9.59
	20.0	88.74	1.31	

图 1 泰乐菌素样品加标 4.0 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

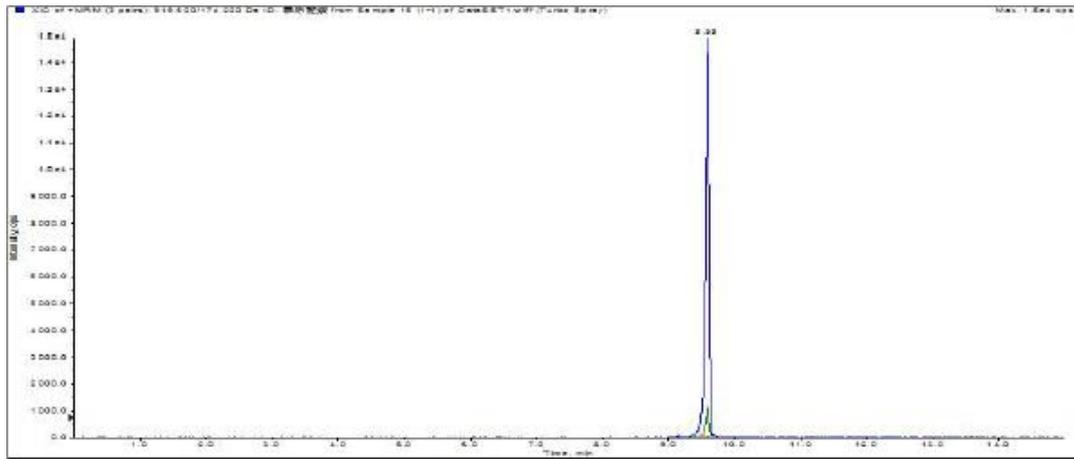
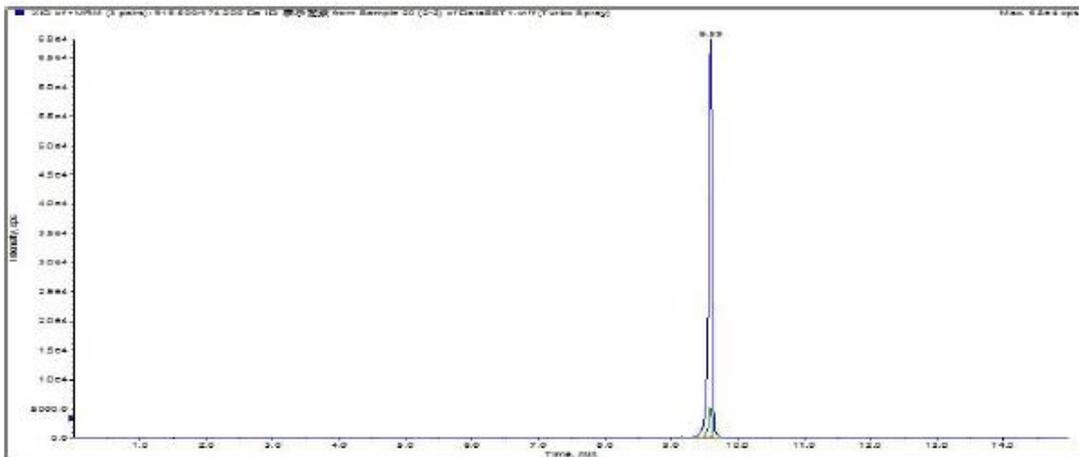


图 2 泰乐菌素样品加标 20.0 µg/kg 液相色谱/串联质谱质量色谱图



## 结论:

本实验建立了泰乐菌素残留量的 LC-MS/MS 检测方法，并结合固相萃取技术对猪肉中泰乐菌素的含量进行了测定。对于加标量为 4.0µg/kg、20.0µg/kg 的样品进行了检测，回收率在 80%~100%，符合国标要求。固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好，说明本方法能够用于检测动物源性食品中泰乐菌素的残留量。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7806	泰乐菌素	Tylosin	1401-69-0

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VA950502-0	Venusil MP C18	5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 50 mm
PE5006-2	Cleanert PEP-2	500 mg/6 mL, 30/pk
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VA950102-0S	直联式保护柱芯	5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯
S230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



# (GB/T 20752-2006)猪肉中四种硝基呋喃类代谢物残留量的测定 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10041

本文使用 Cleanert PEP-2 固相萃取柱、Venusil MPC18 色谱柱和 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪，遵照中华人民共和国国家标准《猪肉、牛肉、鸡肉、猪肝和水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定（GB/T 20752-2006）》提供的方法，检测猪肉中的 4 种硝基呋喃类代谢物残留。

## 1. 样品信息：

呋喃代谢物	英文名	结构式
呋喃唑酮代谢物	3-amino--2-oxazolidinone(AOZ)	
呋喃它酮代谢物	3-amino-5-morpholinomethyl-2-oxazolidinone(AMOZ)	
呋喃妥因代谢物	1-aminohydantoin (AHD)	
呋喃西林代谢物	semicarbazide (SEM)	

## 2. 样品提取及衍生

### 2.1 提取

称取猪肉样品 2 g(精确到 0.01 g)，置于 50 mL 棕色离心管中，加入 15 mL 甲醇-水混合溶液(v: v=2: 1)，均质 1 min，再用 5 mL 甲醇-水混合溶液洗涤刀头，二者合并 8000 r/min 离心 5 min，吸取上清液倒掉。

注：为更好的消除基质效应对检测结果造成的影响，可加入同位素内标，采用内标法定量检测。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

## 2.2 水解和衍生(注意避光)

向棕色离心管中加入 20 mL 0.2 mol/L 的盐酸溶液，涡旋 1min 使之混合均匀，之后加入 0.3 mL 浓度为 0.05 mol/L 的 2-硝基苯甲醛，混匀，于 37 °C 温水中避光衍生 16 小时。

## 2.3 净化处理

将衍生后的样品冷却至室温，加入 5 mL 0.1 mol/L 的磷酸氢二钾，并用 1 mol/L 的氢氧化钠溶液调 pH 约为 7.4，混合均匀。之后用 8000 r/min 离心 10 min, 以小于 2 mL/min 的流速过 Cleanert® PEP-2 小柱(规格为 60 mg/3mL, 用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化)，并用 10 mL 的水洗涤固相萃取小柱，然后负压抽干柱子 15 min。用 5 mL 乙酸乙酯洗脱于 20 mL 棕色瓶中(此过程可在 Qdaura®卓睿全自动固相萃取仪上完成，仪器方法见图 1)。洗脱液于 40 °C 下氮气吹干。

用样品定容溶液(10 mL 乙腈，0.3 mL 的乙酸用水稀释至 100 mL)定容至 1 mL，充分溶解，并用 0.22 μm 滤器过滤。

图 1 卓睿全自动固相萃取仪自动净化方法



## 3.检测方法

色谱柱: Venusil MP C18 2.1×150 mm, 5 μm, 100 Å

质谱仪: API 4000+

流动相: A:0.1% 甲酸的水溶液 B:0.1% 甲酸的乙腈溶液

流速: 0.2 mL/min

进样量: 5 μL

离子源: 电喷雾(ESI), 正离子模式

扫描方式: 多反应监测(MRM)

表 1 梯度洗脱条件

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



时间(min)	A(%)	B(%)
0	80	20
1	80	20
3	50	50
7	25	75
7.1	5	95
10	5	95
10.1	80	20
16	80	20

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas		
Collision Gas(CAD)		6
Curtain Gas(CUR)		15
Ion Source Gas 1(GS 1)		50
Ion Source Gas 2(GS 2)		50
Ion Spray Voltage(IS)		5500
Temperature(TEM)		600
Interface Heater(ihe)		On

表 3 4 种硝基咪唑待测物母离子和子离子参数表

物质名称	保留时间(min)	监测离子对	DP	EP	CE	CXP
SEM	8.1	209.1/166.1	51	10	17	10
		209.1/192.1	51	10	17	10
AHD	8.3	249.2/134.1	61	10	20	10
		249.2/104.1	66	10	31	10
AOZ	8.89	236.2/134.1	61	10	20	10

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



		236.2/104.1	56	10	31	10
AMOZ	3.12	335.3/291.2	46	10	19	10
		335.5/128.1	46	10	19	10

#### 4.实验结果:

图 2 4 种硝基呋喃代谢物总离子图

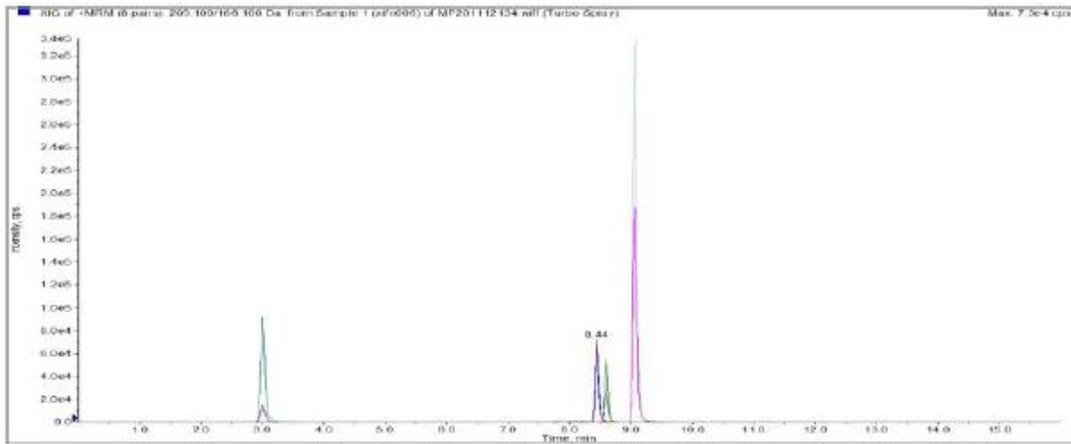


图 3 SEM(209/166) 质谱图

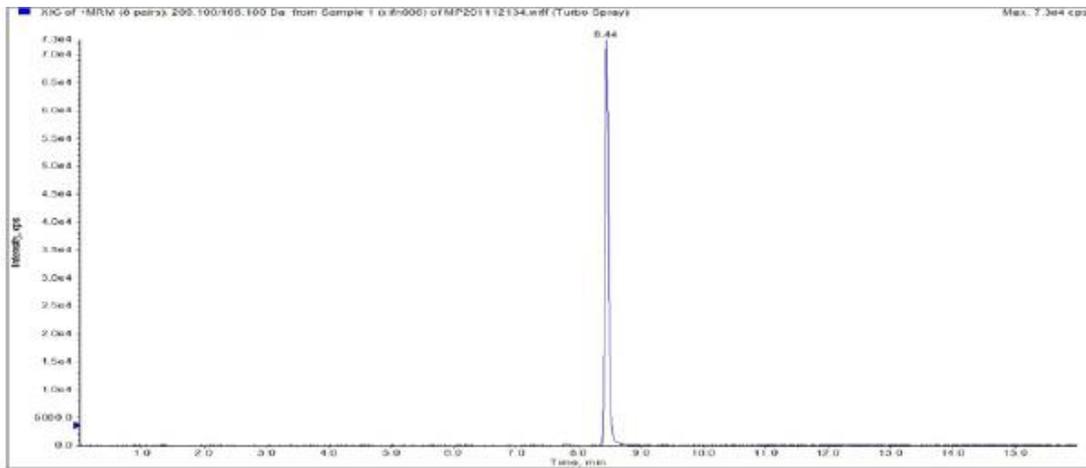


图 4 AOZ(236/134) 质谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

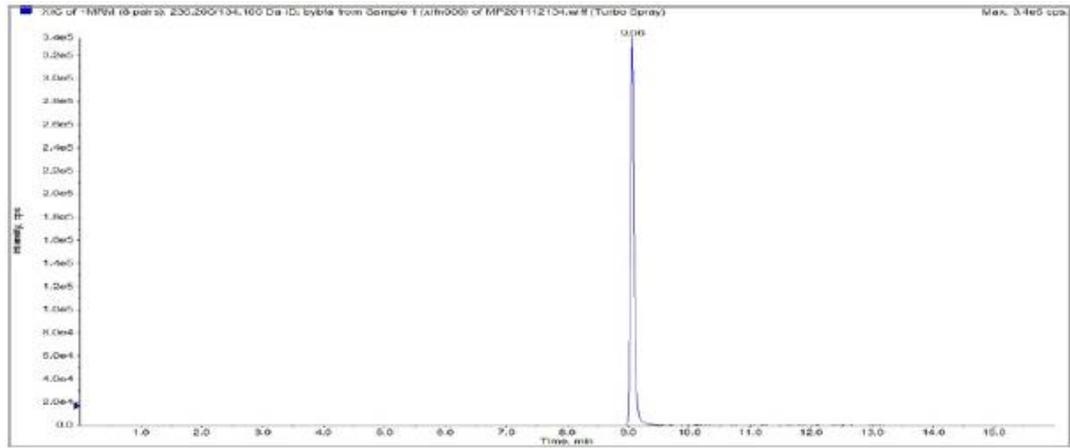


图 5 AHD(249/134) 质谱图:

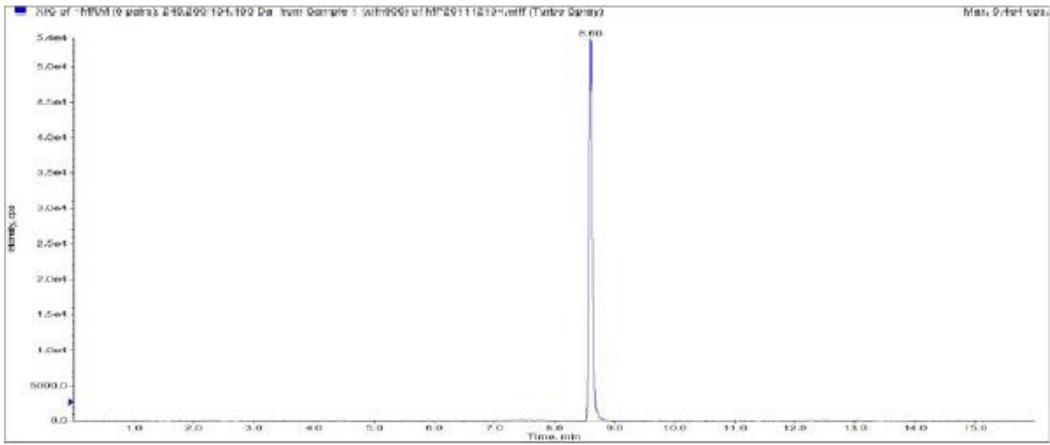
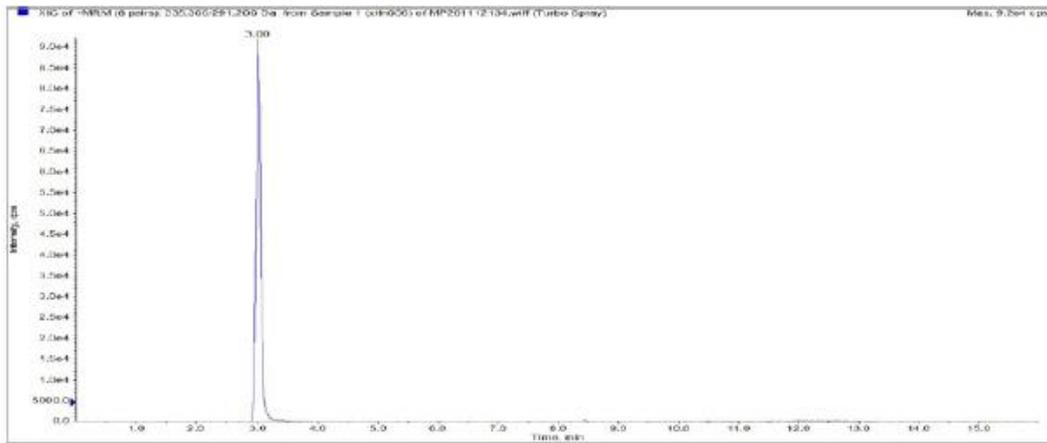


图 6 AMOZ(335/291) 质谱图



天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 4 猪肉中 0.5ppb 加标回收实验结果

名称	1(%)	2(%)	3(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
AMOZ	109.43	97.84	109.75	105.67	6.42
SEM	91.81	88.91	88.22	89.65	2.12
AHD	80.68	82.11	77.25	80.01	3.12
AOZ	83.94	80.7	80.85	81.83	0.02

实验结论: Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪整机采用密封避光设计, 用其进行硝基咪唑代谢物的前处理操作, 全净化过程可在避光条件下进行, 保证检测结果的准确性和重现性。Cleanert PEP-2 固相萃取柱和 Venusil MP C18 色谱柱完全可以满足国标对于硝基咪唑代谢物的检测要求, 结果准确可靠, 重现性好。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST4205	氨基脒; 咪唑西林代谢物	SEM; semicarbazide	57-56-7
1ST4204A	咪唑妥因代谢物	1-Aminohydantoin hydrochloride	2827-56-7
1ST4201	3-氨基-2-噁唑烷酮; 咪唑唑酮代谢物	AOZ; 3-Amino-2-oxazolidinone	80-65-9
1ST4203	咪唑它酮代谢物	AMOZ; 3-Amino-5- morpholinomethyl-2-oxazolidinone	43056-63-9

## 订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位	SPE-40
Cleanert PEP-2 固相萃取柱	60 mg/3 mL, 50 支/包	PE0603-2
Venusil MP C18 液相色谱柱	2.1×150 mm, 5 μm, 100 Å	VA951502-0
针式过滤器(Nylon)	0.22 μm, 直径 13 mm, 200 个/pk	AS021320
一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk	ZSQ-5ML
1.5 mL 样品瓶	棕色, 100/pk	1109-0520
1.5 mL 样品瓶盖	100/pk	0915-1819
甲醇	4×4 L/箱	AH230-4

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



# (GB/T 20752-2006)猪肉中四种硝基呋喃类代谢物残留量的测定 LC-MS/MS 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10041

本文使用 Cleanert PEP-2 固相萃取柱、Venusil MPC18 色谱柱和 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪，遵照中华人民共和国国家标准《猪肉、牛肉、鸡肉、猪肝和水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定（GB/T 20752-2006）》提供的方法，检测猪肉中的 4 种硝基呋喃类代谢物残留。

## 1. 样品信息：

呋喃代谢物	英文名	结构式
呋喃唑酮代谢物	3-amino--2-oxazolidinone(AOZ)	
呋喃它酮代谢物	3-amino-5-morpholinomethyl-2-oxazolidinone(AMOZ)	
呋喃妥因代谢物	1-aminohydantoin (AHD)	
呋喃西林代谢物	semicarbazide (SEM)	

## 2. 样品提取及衍生

### 2.1 提取

称取猪肉样品 2 g(精确到 0.01 g)，置于 50 mL 棕色离心管中，加入 15 mL 甲醇-水混合溶液(v: v=2: 1)，均质 1 min，再用 5 mL 甲醇-水混合溶液洗涤刀头，二者合并 8000 r/min 离心 5 min，吸取上清液倒掉。

注：为更好的消除基质效应对检测结果造成的影响，可加入同位素内标，采用内标法定量检测。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

## 2.2 水解和衍生(注意避光)

向棕色离心管中加入 20 mL 0.2 mol/L 的盐酸溶液，涡旋 1min 使之混合均匀，之后加入 0.3 mL 浓度为 0.05 mol/L 的 2-硝基苯甲醛，混匀，于 37 °C 温水中避光衍生 16 小时。

## 2.3 净化处理

将衍生后的样品冷却至室温，加入 5 mL 0.1 mol/L 的磷酸氢二钾，并用 1 mol/L 的氢氧化钠溶液调 pH 约为 7.4，混合均匀。之后用 8000 r/min 离心 10 min, 以小于 2 mL/min 的流速过 Cleanert® PEP-2 小柱(规格为 60 mg/3mL, 用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化)，并用 10 mL 的水洗涤固相萃取小柱，然后负压抽干柱子 15 min。用 5 mL 乙酸乙酯洗脱于 20 mL 棕色瓶中(此过程可在 Qdaura®卓睿全自动固相萃取仪上完成，仪器方法见图 1)。洗脱液于 40 °C 下氮气吹干。

用样品定容溶液(10 mL 乙腈，0.3 mL 的乙酸用水稀释至 100 mL)定容至 1 mL，充分溶解，并用 0.22 μm 滤器过滤。

图 1 卓睿全自动固相萃取仪自动净化方法



## 3.检测方法

色谱柱: Venusil MP C18 2.1×150 mm, 5 μm, 100 Å

质谱仪: API 4000+

流动相: A:0.1% 甲酸的水溶液 B:0.1% 甲酸的乙腈溶液

流速: 0.2 mL/min

进样量: 5 μL

离子源: 电喷雾(ESI), 正离子模式

扫描方式: 多反应监测(MRM)

表 1 梯度洗脱条件

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



时间(min)	A(%)	B(%)
0	80	20
1	80	20
3	50	50
7	25	75
7.1	5	95
10	5	95
10.1	80	20
16	80	20

表 2 质谱仪离子源参数

Source/Gas		
Collision Gas(CAD)		6
Curtain Gas(CUR)		15
Ion Source Gas 1(GS 1)		50
Ion Source Gas 2(GS 2)		50
Ion Spray Voltage(IS)		5500
Temperature(TEM)		600
Interface Heater(ihe)		On

表 3 4 种硝基咪唑待测物母离子和子离子参数表

物质名称	保留时间(min)	监测离子对	DP	EP	CE	CXP
SEM	8.1	209.1/166.1	51	10	17	10
		209.1/192.1	51	10	17	10
AHD	8.3	249.2/134.1	61	10	20	10
		249.2/104.1	66	10	31	10
AOZ	8.89	236.2/134.1	61	10	20	10

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



		236.2/104.1	56	10	31	10
AMOZ	3.12	335.3/291.2	46	10	19	10
		335.5/128.1	46	10	19	10

#### 4.实验结果:

图 2 4 种硝基咪喃代谢物总离子图

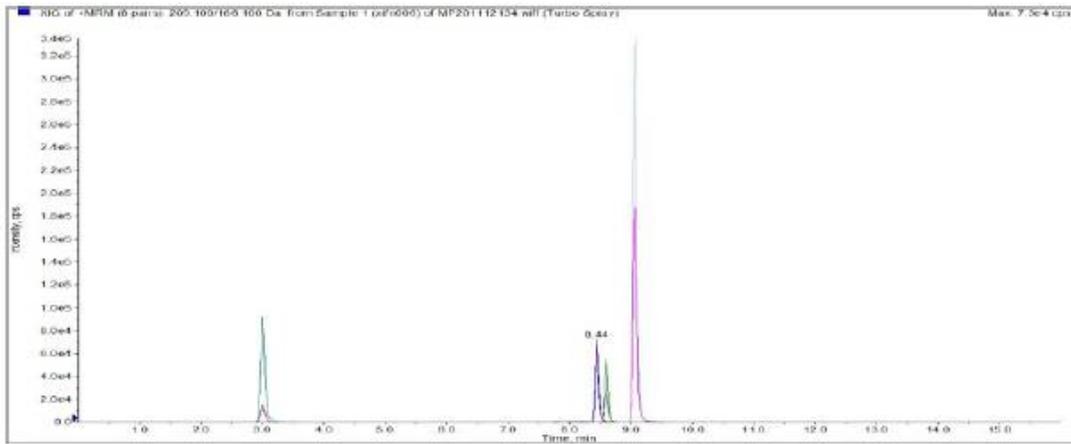


图 3 SEM(209/166)质谱图

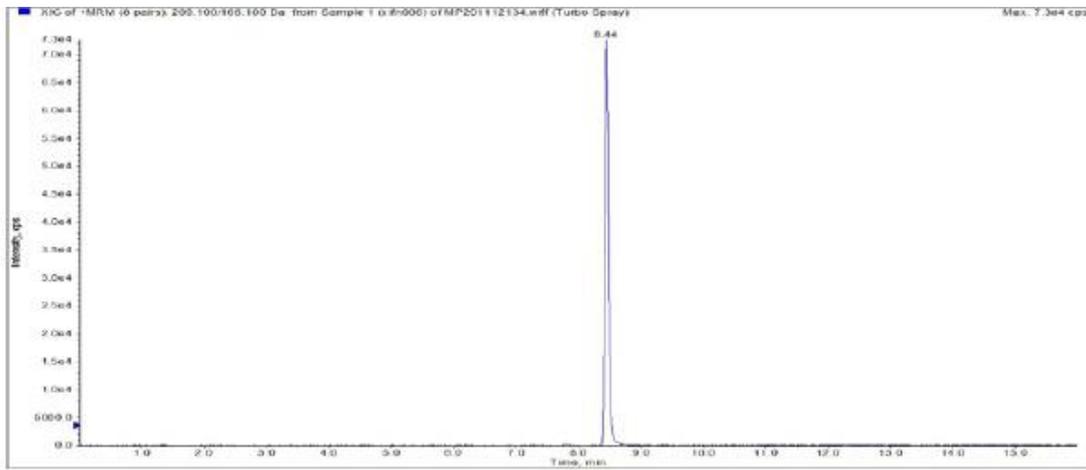


图 4 AOZ(236/134)质谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

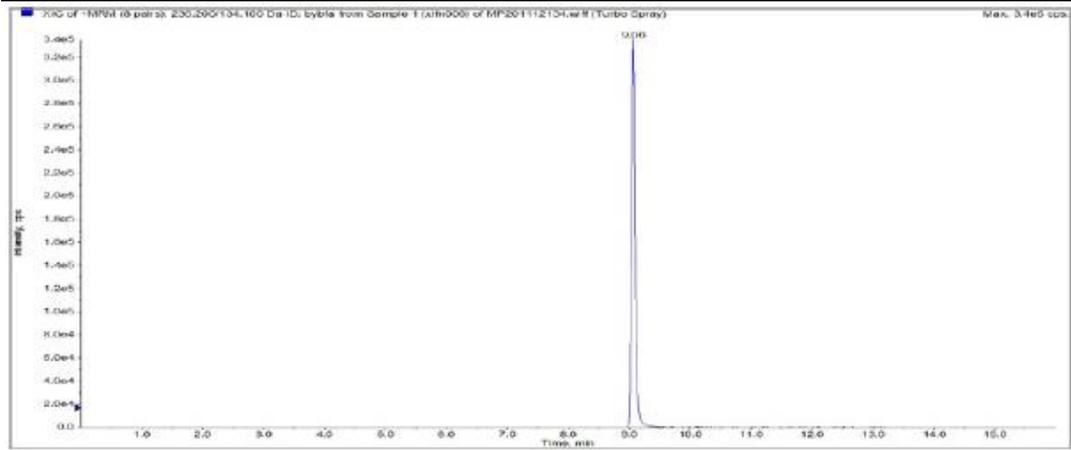


图 5 AHD(249/134)质谱图

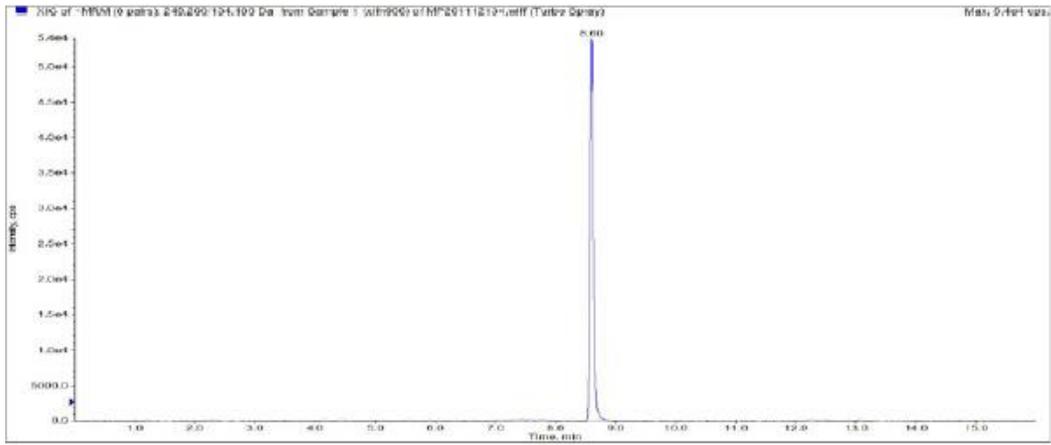


图 6 AMOZ(335/291)质谱图

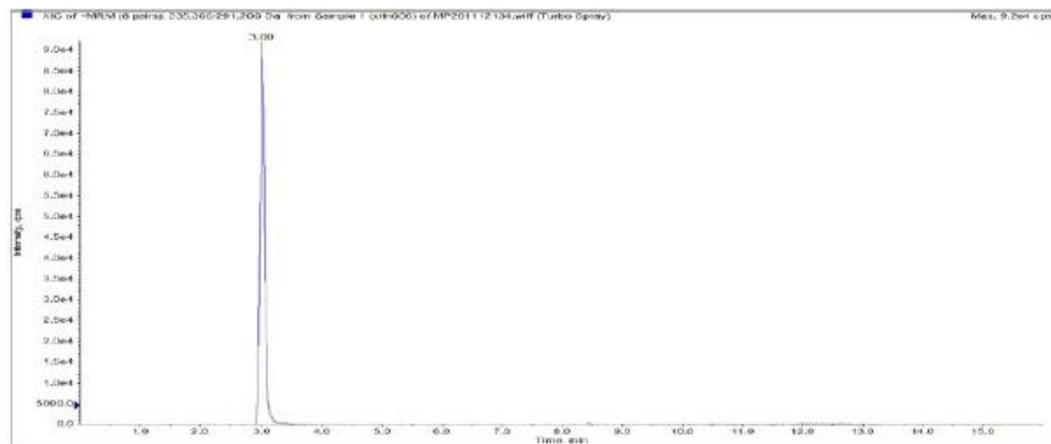


表 4 猪肉中 0.5 ppb 加标回收实验结果

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



名称	1(%)	2(%)	3(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
AMOZ	109.43	97.84	109.75	105.67	6.42
SEM	91.81	88.91	88.22	89.65	2.12
AHD	80.68	82.11	77.25	80.01	3.12
AOZ	83.94	80.7	80.85	81.83	0.02

实验结论：Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪整机采用密封避光设计，用其进行硝基咪喃代谢物的前处理操作，全净化过程可在避光条件下进行，保证检测结果的准确性和重现性。Cleanert PEP-2 固相萃取柱和 Venusil MP C18 色谱柱完全可以满足国标对于硝基咪喃代谢物的检测要求，结果准确可靠，重现性好。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST4205	氨基脒； 咪喃西林代谢物	SEM； semicarbazide	57-56-7
1ST4204A	咪喃妥因代谢物	1-Aminohydantoin hydrochloride	2827-56-7
1ST4201	3-氨基-2-噁唑烷酮； 咪喃唑酮代谢物	AOZ； 3-Amino-2-oxazolidinone	80-65-9
1ST4203	咪喃它酮代谢物	AMOZ； 3-Amino-5- morpholinomethyl-2-oxazolidinone	43056-63-9

## 订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位	SPE-40
Cleanert PEP-2 固相萃取柱	60 mg/3 mL, 50 支/包	PE0603-2
Venusil MP C18 液相色谱柱	2.1×150 mm, 5 μm, 100 Å	VA951502-0
针式过滤器(Nylon)	0.22 μm, 直径 13 mm, 200 个/pk	AS021320
一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk	ZSQ-5ML
1.5 mL 样品瓶	棕色, 100/pk	1109-0520
1.5 mL 样品瓶盖	100/pk	0915-1819
甲醇	4×4 L/箱	AH230-4

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

## 水产品、进口肉中土霉素、四环素、金霉素含量检测方法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：MF10007

### (1) 样品提取

称取 5 g 经匀浆处理的样品于 100 mL 离心管内，分别加入含有 EDTA2Na 的柠檬酸缓冲液 30 mL、20 mL，混合震荡提取，合并上清液。加入 20 mL 正己烷和上清液于分液漏斗中，充分混合震荡 5 min，合并下层待净化。含有 EDTA2Na 柠檬酸缓冲液的配制：取 0.1 mol/L 柠檬酸缓冲溶液 307 mL 和 0.5 mol/L 磷酸氢二钠缓冲溶液 193 mL 混合均匀，向其中加入 1.86 g EDTA2Na，溶解后作为样品提取液。

### (2) 净化方法

把 Cleanert PS 固相萃取柱置于 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪，上述提取液转移至上样管。

设置萃取程序如下：10 mL 甲醇，10 mL 水，5 mL EDTA2Na 活化 PS 柱，上样管中溶液全部上样，10 mL 水淋洗小柱，空气抽干，最后 10 mL 甲醇洗脱目标物，收集。以上操作步骤流速均为 1 mL/min。

浓缩：在旋转蒸发仪上减压浓缩，温度小于 40°C。

定容：加入 1.0 mL 的 1.36% 的磷酸二氢钾溶液，将定容液进行 HPLC 分析。

### (3) 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18，5 μm，4.6×250 mm

流动相：A：B=77：23

A：咪唑缓冲液—称取 68.08 咪，10.72 乙酸、镁，0.37 EDTA2Na 溶于 800 mL 水中，用冰乙酸调 pH 到 7.2，加水定容到 1000 mL。

B：乙腈

### (4) 实验结果：

名称	回收率-1	回收率-2
土霉素	128%	137%
四环素	91.80%	97.40%
金霉素	88.50%	87.10%
强力霉素	97.30%	95.30%

### (5) 相关标准品

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST4111	土霉素	Oxytetracycline	79-57-2
1ST4102	四环素	Tetracycline	60-54-8
1ST4110	金霉素	Chlortetracycline	57-62-5
1ST4122	强力霉素	Doxycycline	564-25-0

## (6) 订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位	SPE-40
LC-10F 高效液相色谱仪	10 mL/min, 梯度系统, 200-800 nm 双波长检测器	FL-LC010GS
CC-100 分析型色谱柱温箱	温控范围: 5-70 °C; 可安装 1-2 支 300 mm 色谱柱	CC-100
Cleanert PS 固相萃取柱	200 mg/6 mL, 30 支/pk	PS2006
Venusil MP C18 液相色谱柱	4.6×250 mm, 5 μm, 100 Å	VA952505-0
针式过滤器(PTFE 亲水)	0.22 μm, 直径 13 mm, 200 个/pk	AS081320
一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk	ZSQ-5ML
1.5mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6mm, 100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk	0915-1819
甲醇	4×4 L/箱	AH230-4
乙腈	4×4 L/箱	AH015-4

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 动物源食品中玉米赤霉醇类药物残留检测(LC-MS/MS 法)

案例来源: 博纳艾杰尔; 应用编号:MF10008

### 1.样品提取

#### 1.1 肌肉组织样品

提取: 称取 5 g( $\pm 0.05$  g)于 50 mL 离心管中, 加甲醇 15 mL, 涡旋 1 min, 4000 r/min 离心 10 min, 取上清液于另一离心管中。重复提取一次, 合并两次提取液。加正己烷 20 mL, 手摇 20 次, 3000 r/min 离心 5 min, 弃上层正己烷。再加正己烷 20 mL 重复脱脂一次。下层转至 100 mL 鸡心瓶中, 50 °C 旋蒸至近干, 加乙酸乙酯 5 mL, 涡动 1 min, 静置 10 s, 上清液转移至同一个离心管。再用正己烷 10 mL 洗涤鸡心瓶一次, 合并三次残余物溶解液, 备用。

净化: 氨基柱上加无水硫酸钠 2 g, 用玻璃棒敲匀。依次用乙酸乙酯和正己烷各 5 mL 活化, 取备用液全部过柱, 再依次用正己烷、正己烷-乙酸乙酯(60+40, v/v)各 5 mL 淋洗。依次用正己烷-乙酸乙酯(20+80, V/V)和乙酸乙酯各 4 mL 洗脱, 合并两次洗脱液, 50 °C 氮气吹干。

浓缩: 残余物中加乙腈 0.5 mL, 涡动 1 min, 加水 0.5 mL, 混匀, 过 0.2  $\mu$ m 有机滤膜, 供液相色谱-串联质谱仪测定。

#### 1.2 肝脏组织样品

称取 5 g( $\pm 0.05$  g)于 50 mL 离心管中, 加甲醇 10 mL, 涡旋 1 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液于另一离心管中。重复提取一次, 合并两次提取液。加正己烷 10 mL, 手摇 20 次, 3000 r/min 离心 5 min, 弃上层正己烷。下层于 50 °C 氮气吹干, 加乙酸乙酯 5 mL, 涡动 1 min, 再加正己烷 20 mL 涡动 30 s, 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液备用。

净化: 氨基柱上加无水硫酸钠 2 g, 用玻璃棒敲匀。依次用乙酸乙酯和正己烷各 5 mL 活化, 取备用液全部过柱, 再依次用正己烷、正己烷-乙酸乙酯(45+55, v/v)各 5 mL 淋洗。依次用正己烷-乙酸乙酯(20+80, V/V)和 2% 甲醇乙酸乙酯各 5 mL 洗脱, 合并两次洗脱液, 50 °C 氮气吹干。

浓缩: 残余物中加乙腈 0.5 mL, 涡动 1 min, 加水 0.5 mL, 混匀, 加正己烷 2 mL, 涡动 30 s, 9000 r/min 离心 5 min, 取下层清液, 过 0.22  $\mu$ m 滤器, 供液相色谱-串联质谱仪测定。

#### 1.3 牛奶样品

提取: 量取 5.0 mL 试料于 50 mL 离心管中, 加 18% 的硫酸溶液 0.1 mL, 涡匀, 静置 10 min, 加正己烷 10 mL 和乙腈 20 mL, 300 r/min 振荡 10 min, 4000 r/min 离心 10 min, 弃正己烷层。取提取液 12.5 mL 于离心管中, 50 °C 氮吹至小于 0.1 mL。加水 10 mL, 用 5 mol/L NaOH 调节 Ph 值至 11, 9000 r/min 离心 5 min, 备用。

净化: Cleanert PAX 固相萃取柱依次用甲醇、水各 2 mL 活化和平衡, 将备用液过柱, 依次用甲醇-氨水-水(5+5+90, V/V/V)1 mL 和甲醇 0.5 mL 洗涤, 用 2% 乙酸乙腈 4 mL 洗脱,

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

收集洗脱液，50°C下氮气吹干。

浓缩：残余物中加乙腈 0.5 mL，涡动 1 min，加水 0.5 mL，混匀，过 0.2 μm 有机滤膜，供液相色谱-串联质谱仪测定。

#### 1.4 鸡蛋样品

提取：称取 5 g(±0.05 g)于 50 mL 离心管中，加乙腈 10 mL，涡动 1 min，9000 /min 离心 5 min，取上清液于另一立新观众。重复提取一次，合并两次提取液。取 12.5 mL 于离心管中，50°C氮吹至小于 0.1 mL。加水 10 mL，用 5 mol/LNaOH 调节 pH 值至 11，9000 r/min 离心 5 min，备用。

净化：Cleanert PAX 固相萃取柱依次用甲醇、水各 2 mL 活化和平衡，将备用液过柱，依次用甲醇-氨水-水(5+5+90, V/V/V)1 mL 和甲醇 0.5 mL 洗涤，用 2%乙酸乙腈 4 mL 洗脱，收集洗脱液，50°C下氮气吹干。

浓缩：残余物中加乙腈 0.5 mL，涡动 1 min，加水 0.5 mL，混匀，过 0.2 μm 有机滤膜，供液相色谱-串联质谱仪测定。

注：以上净化操作过程均可在 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪完成。

## 2. 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7201A	α-玉米赤霉醇	α-Zearalanol	26538-44-3
1ST7201A-D4	α-玉米赤霉醇-D4	α-Zearalanol-d4	NA
1ST7201B	β-玉米赤霉醇	β-Zearalanol	42422-68-4
1ST7202	α-玉米赤霉烯醇	α-Zearalenol	36455-72-8
1ST7202B	β-玉米赤霉烯醇	β-Zearalenol	71030-11-0
1ST7202D4	α-玉米赤霉烯醇-d4	α-Zearalenol-d4	NA

## 3. 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
NH5006	Cleanert NH2 固相萃取柱	500 mg/6 mL, 30 支/pk
AX1506	Cleanert PAX 固相萃取柱	150 mg/6 mL, 30 支/pk
VH951502-0	Venusil HILIC 液相色谱柱	2.1×150 mm, 5 μm, 100Å
AS041320	针式过滤器(PTFE)	0.22 μm,直径 13 mm,200 个/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL,100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



*First Standard*  
Analytical Reference Standards  
分析检测标准品

0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45 • Shore A 1.0 mm, 100/pk
AH230-4	甲醇	4×4 L/箱
AH015-4	乙腈	4×4 L/箱
AH216-4	正己烷	4×4 L/箱

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# 动物尿液中 3 种 $\beta$ -受体激动剂残留量的测定(LC-MS/MS 法)

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10043

本文使用天津博纳艾杰尔科技有限公司的 Cleanert® PCX 固相萃取柱, 照中华人民共和国国家标准 农业部 1025 号公告-11-2008 公告《猪尿中  $\beta$ -受体激动剂多残留检测—液相色谱-串联质谱法》提供的方法, 检测猪尿、牛尿和羊尿中的克仑特罗、莱克多巴胺和沙丁胺醇 3 种  $\beta$ -受体激动剂残留。

## 1. 样品信息

克仑特罗、莱克多巴胺和沙丁胺醇等 3 种  $\beta$ -受体激动剂信息如表所示。

**天津阿尔塔科技有限公司**

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



$\beta$ -受体激动剂	英文名	结构式
克仑特罗	Clenbuterol	
莱克多巴胺	Ractopamine	
沙丁胺醇	Salbutamol	
克伦特罗-D9	Clenbuterol-D9	
沙丁胺醇D3	Ractopamine-D3	
莱克多巴胺D3	Salbutamol-D3	

## 2. 样品提取及衍生

### 2.1 样品酶解

取 5 mL 尿样于 50 mL 离心管内，加入 2 mol/L 乙酸铵缓冲液(pH=5.2)0.5 mL；再加入  $\beta$ -盐酸葡萄糖醛苷酶/芳基硫酸酯酶 40  $\mu$ L，涡旋混匀，于 37°C 下避光水浴振荡约 16 h(过夜)。

### 2.2 提取

酶解后添加 100 ng/mL 内标混合工作液(克伦特罗-D9、莱克多巴胺 D3、沙丁胺醇 D3)100

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

$\mu\text{L}$  于待测样品中，涡旋混匀，10000 rpm 离心 10 min；转移上清液于另一 50 mL 离心管内，用 5 mol/L NaOH 溶液调 pH 至  $9.8 \pm 0.2$ ；加入异丙醇-乙酸乙酯混合溶液(6+4, V/V) 10 mL，再加入固体氯化钠粉末 1.5~2 g 饱和水相，涡旋后振摇 10 min；5000 rpm 离心 10 min，取上清液于 50 mL 鸡心瓶内，再用异丙醇-乙酸乙酯溶液(6+4) 10 mL 重复提取一次；合并上清液，50°C 下旋转蒸干，用 2 mol/L 乙酸铵缓冲溶液(pH=5.2) 5 mL 溶解，备用。

### 2.3 净化处理

固相萃取 PCX 小柱(60 mg/3 mL)MCX 柱子依次用甲醇 3 mL，水 3 mL 预洗活化；取全部备用液过柱，再依次用水 3 mL、2% 甲酸水溶液 3 mL、甲醇 3 mL 淋洗，减压抽干；用 5% 氨水甲醇溶液 5 mL 进行洗脱；洗脱液在 50 °C 下用氮气吹干，残余物用甲醇-0.1% 甲酸水溶液(5+95, V/V) 0.5 mL 溶解，过滤膜后供高效液相色谱-串联质谱仪测定。

## 3.检测方法

按照中华人民共和国国家标准 农业部 1025 号公告-11-2008 公告《猪尿中  $\beta$ -受体激动剂多残留检测—液相色谱-串联质谱法》提供的方法进行检测。

## 4.结论

本实验选用 Cleanert PCX 固相萃取柱(60mg/3mL)，按照农业部 1025 号公告-11-2008 公告《猪尿中  $\beta$ -受体激动剂多残留检测—液相色谱-串联质谱法》提供的方法，验证测定猪尿、牛尿和羊尿中的 3 种  $\beta$ -受体激动剂残留回收率。通过不同基质的样品添加回收率实验，结果显示天津博纳艾杰尔科技有限公司的 Cleanert® PCX 固相萃取柱性能良好，完全能够符合兽药残留检测的要求并应用在动物产品的残留监控工作中。

## 5.相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1301	克仑特罗	Clenbuterol	37148-27-9
1ST1307	莱克多巴胺	Ractopamine	97825-25-7
1ST1302	沙丁胺醇	Salbutamol; Albuterol	18559-94-9
1ST1351	克伦特罗-D9	Clenbuterol-d9	129138-58-5
1ST1353	沙丁胺醇 D3	Salbutamol-d3	1219798-60-3
1ST1354	莱克多巴胺 D3	Ractopamine-d5	NA

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 6. 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
CX0603	Cleanert PCX 固相萃取柱	60 mg/3 mL, 50 支/包
AS021320	针式过滤器(Nylon)	0.22 $\mu$ m, 直径 13 mm, 200 个/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0520	1.5 mL 样品瓶	棕色, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	100/pk
AH230-4	甲醇	4 $\times$ 4 L/箱

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 水产品中氯霉素残留量的测定(GC 法)

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: MF10009

### (1) 样品预处理

鱼去鳞、去皮沿背脊取肌肉; 虾去头、去壳、去附肢, 取可食肌肉部分; 蟹、中华鳖等取可食肌肉部分; 样品切为不大于 0.5 cm×0.5 cm×0.5 cm 的小块后混匀, 放置冰箱中冷冻贮存备用。

### (2) 样品提取

将样品解冻, 称取样品 5g(精确到 0.001g), 置于 50 mL 玻璃离心管中, 加入乙酸乙酯 20 mL, 均质机均质 1 min, 分散均匀, 提取氯霉素, 4000 r/min 离心 3 min, 将乙酸乙酯层转移到 100 mL 细口鸡心瓶中。再向离心管中加乙酸乙酯 10 mL, 用原均质机均质混合 1 min, 4000 r/min 离心 3min, 合并乙酸乙酯提取液于 100 mL 细口鸡心瓶中, 于 40 °C 水浴中减压旋转蒸发至干。

### (3) 脱脂

向鸡心瓶中加入 1 mL 甲醇旋涡混合溶解残留物, 再加入 15 mL 正己烷和 25 mL 4% 氯化钠溶液, 盖塞振荡混合 1 min, 充分混合提取脂肪, 转移到另一 50 mL 离心管中, 4000 r/min 的速度离心 2 min, 除去上层正己烷相并弃去。再向水相中加 10 mL 正己烷, 重复提取一遍, 弃去正己烷相。

水相中加入 15 mL 乙酸乙酯, 旋涡混合器混合 2 min, 3000 r/min 离心 3 min, 吸取乙酸乙酯层, 经过无水硫酸钠柱脱水过滤于 50 mL 鸡心瓶中。再向水相中加入 5 mL 乙酸乙酯, 重复上述操作。用少量乙酸乙酯淋洗无水硫酸钠柱, 合并提取液于 50 mL 鸡心瓶中, 在 40 °C 水浴中减压旋转蒸发至干。对于大部分样品, 到此步骤净化效果已可达到要求, 对于净化不完全的样品可经 C18 固相萃取柱进一步净化。

加入 2 mL 乙酸乙酯溶解提取物并转移于 5 mL 具塞离心管中, 用 1 mL 乙酸乙酯洗涤鸡心瓶, 合并乙酸乙酯, 于 50~55°C 的砂浴中吹氮蒸发至近干, 再用 1 mL 乙酸乙酯洗涤离心管壁并吹干。以 5 mL 5%(V/V) 的乙腈水溶液溶解。待净化。

### (4) Cleanert C18 柱净化(1 g/6 mL)

柱活化: 依次用 5 mL 甲醇、5 mL 氯仿、5 mL 甲醇和 5 mL 水淋洗活化(注意: 不要干)

上样: 把处理好的样品溶液过柱(流速控制在 1 ml/min 以内)

淋洗: 6 mL 水淋洗 C18 柱, 让洗涤液完全流出 C18 柱后抽干

洗脱: 5 mL 乙腈洗脱并收集洗脱液

浓缩: 在温度 50~55°C 的砂浴中, 用氮气吹除乙腈至近干, 再用 1 mL 乙腈洗涤离心管壁并用氮气吹干。此过程可在 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪上完成。

### (5) 衍生化

向干的残留物中加 100 μL 衍生化试剂(N,O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺(BSTFA)/三甲基氯硅烷(TMCS)体积比 99: 1), 盖塞并旋涡混合 10 s, 在 70 °C 烘箱中反应 30 min。再在 50~55 °C 砂浴中, 用氮气流吹除多余的试剂, 至样品管刚好吹干为止(注意: 此步过长的吹

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

干时间可导致丢失分析物)。加入 0.5 mL 正己烷，旋涡混合 10 s，供气相色谱分析用。

### 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7001	氯霉素; 左霉素 (CAP)	Chloramphenicol	56-75-7

### 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
S180006	Cleanert C18 固相萃取柱	1 g/6 mL, 30 支/pk
0153-3015	DA-5 气相色谱柱 Venusil HILIC	30 m×0.53 mm×1.5 μm
VH951502-0	液相色谱柱	2.1×150 mm, 5 μm, 100 Å
AS041320	针式过滤器(PTFE)	0.22 μm, 直径 13 mm, 100 个/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AH230-4	甲醇	4×4 L/箱
AH015-4	乙腈	4×4 L/箱

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 猪肉中喹乙醇残留量检测(LC-MS/MS 法)

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10035

### 前言

喹乙醇(Olaquinox)又称喹酰胺醇，是一种化学合成抗菌促生长剂。因其具有广谱抗菌效果和促生长作用，作为饲料添加剂被广泛用于畜禽及水产品的养殖。大量生物毒性试验研究表明，喹乙醇可在动物体内形成残留，具有明显的蓄积毒性和DNA显性损伤等毒副作用。基于可能对人体健康造成危害，欧盟委员会2788/98决议规定禁止喹乙醇的使用。国内也对喹乙醇的使用量做了限制，并且为了加强对喹乙醇的监控，先后制定了出口肉、动物饲料中喹乙醇的检测方法。目前，对于饲料、肉类以及水产品等食品中喹乙醇的检测方法主要是液相色谱法，检出限都比较高，无法满足国际贸易的要求。随着液质联用技术发展日趋成熟，该方法被越来越多地应用于动物源性食品中禁用药物的检测。本文针对肉类中的喹乙醇残留，建立了高效液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)的检测方法。检测结果表明本方法操作简单，回收率高，检测限低，定性可靠，定量准确，能满足对喹乙醇的检测要求。

### (1) 样品制备

称取5.0 g(精确到0.1 g)粉碎好的样品，置于50 mL离心管中，加入10 mL水，涡旋混匀，放入60 °C恒温水浴中振荡提取15 min，取出冷却至室温，4000 rpm离心10 min，移取提取液至另一个离心管中。按上述方法重复一次，合并提取液混匀精确取2 mL提取液，加入1 mL乙腈混匀后，8000 rpm离心10 min，取清液加入3 mL正己烷，混匀后，下层清液过0.22 μm滤膜，滤液供高效液相色谱-串联质谱仪测定。

### (2) 检测方法

#### 2.1 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18，2.1×50 mm，2.5 μm，100 Å；

流动相：A相-0.1%甲酸水，B相-0.1%甲酸乙腈

柱温：35 °C；

进样量：5 μL；

梯度洗脱：见表1

时间(min)	流速 (mL/min)	A/%	B/%
0	0.5	98	2
1.5	0.5	98	2
3.5	0.5	60	40

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

4	0.5	10	90
5	0.5	10	90
5.01	0.5	98	2
7	0.5	98	2

### 3.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源

扫描方式：正离子扫描

电喷雾电压：5500 V

雾化气压力：55 psi

气帘气压力：13 psi

辅助气压力：55 psi

离子源温度：600 °C

采集方式：多反应监测(MRM)

Q1、Q3 均为单位分辨率

质谱参数(见表 2)

表 2 喹乙醇的质谱参数

化合物	Q1	Q3	CE/V
喹乙醇 (Olaquinox)	264.3	212.0	31
		221.1	18

### (4) 实验结果

由表 3 可知，采用液相色谱-串联质谱法检测喹乙醇，加标量为 100 µg/kg，回收率大于 85%，RSD 值小于 5%，能够满足检测要求。由图 1 可看出 Venusil MPC18 色谱柱对喹乙醇有良好的保留作用，且峰形良好。

表 3 喹乙醇加标回收实验结果 (n=3)

物质名称	加标量/(µg/kg)	处理加标回收率/%	RSD/%	RT/min
喹乙醇 (Olaquinox)	100	89.84	3.41	2.91

图 1 喹乙醇样品加标 100µg/kg 液相色谱/ 串联质谱质量色谱图：

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

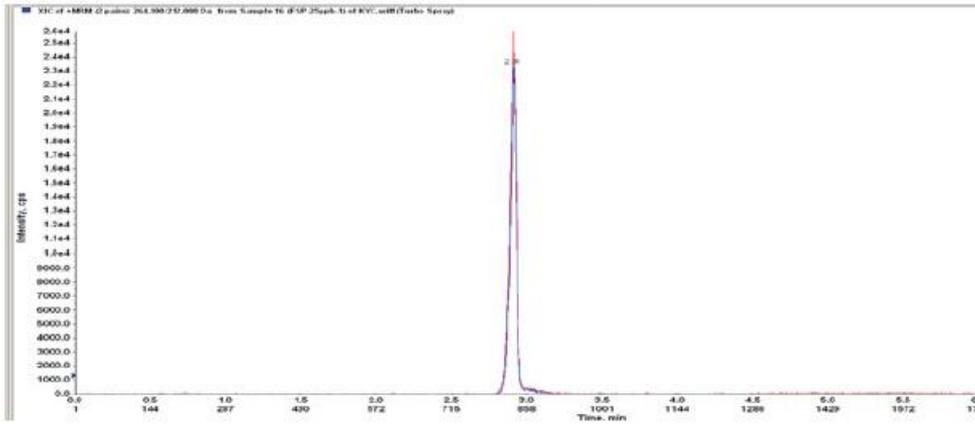
邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



### (5) 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7137	喹乙醇; 奥拉多司	Olaquinox	23696-28-8

### (6) 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VA920502-0	Venusil MP C18	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 50 mm
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm
VA920102-0S	直联式保护柱芯	2.5 $\mu\text{m}$ , 100 $\text{\AA}$ , 2.1 $\times$ 10 mm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AS021320	针式过滤器(Nylon)	13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$ , 200/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 两件式 无针头, 100/pk
015-4	乙腈 UV 级	4 L/瓶, 色谱纯
AH216-4	正己烷 HPLC	4 L/瓶, 色谱纯

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (农业部 1031 号公告-2-2008)动物源性食品中糖皮质激素类 药物的液质实验方法

案例来源：博纳艾杰尔我；应用编号：AF10044

## (1) 样品提取

### 1.1 肌肉组织样品

称取组织试料 5 g( $\pm 0.05$  g)于 50 mL 离心管中，加 30 mL 乙酸乙酯，10 g 无水硫酸钠，均质 1 min，2000 r/min 摇床振动 20min，4200 r/min 离心 10 min，移取乙酸乙酯层。残渣中加乙酸乙酯 25 mL，均质 1 min，2000 r/min 摇床振动 20 min，4200 r/min 离心 10 min，移取乙酸乙酯层。合并两次提取液，40 °C 旋转至近干，加乙酸乙酯 1 mL 和正己烷 5 mL，溶解残渣，待净化。

### 1.2 牛奶、鸡蛋样品

称取牛奶或鸡蛋试料 5 g( $\pm 0.05$  g)于 50mL 离心管中，加 30 mL 乙酸乙酯，均质 1 min，2000 r/min 摇床振动 20 min，4200 r/min 离心 10 min，移取乙酸乙酯层。残渣中加乙酸乙酯 25 mL，均质 1 min，2000 r/min 摇床振动 20 min，4200 r/min 离心 10 min，移取乙酸乙酯层。合并两次提取液，40 °C 旋转至近干，加乙酸乙酯 1 mL 和正己烷 5 mL，溶解残渣，待净化。

## (2) 净化方法

把 Cleanert Silica 柱置于 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪中，把上述提取液全部转移至上样管中，设定萃取程序如下：正己烷 6 mL 活化，加样，正己烷 6 mL 淋洗萃取柱，抽干，用正己烷-丙酮(6/4, V/V)6 mL 洗脱并收集。洗脱液 50 °C 氮气吹干，加 20% 乙腈水溶液 0.5 mL，溶解残渣，转入 1.5 mL 离心管中，4200 r/min 离心 20 min，取上清液，过 0.22  $\mu$ m 滤器，供高效液相色谱-串联质谱法测定。

## 相关标准品

订货号	物质名称	英文名称	CAS#
1ST2227	泼尼松	Prednisone	53-03-2
1ST2225	泼尼松龙	Prednisolone	50-24-8
1ST2226	氢化可的松	Hydrocortisone	50-23-7
1ST2289	甲基泼尼松	Methylprednisolone	1247-42-3
1ST2218	地塞米松	Dexamethasone	50-02-2
1ST2230	倍他米松	Betamethasone	378-44-9
1ST2232	倍氯米松	Beclomethasone	4419-39-0
1ST2256	氟氢可的松乙酸盐	Fludrocortisone acetate	514-36-3

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

## 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
SI5006	Cleanert Silica 固相萃取柱	500 mg/6 mL, 30 支/pk
VS931502-0	Venusil ASB C18 液相色谱柱	2.1×150 mm, 3 μm, 150 Å
AS041320	针式过滤器(PTFE)	0.22 μm, 直径 13 mm, 200 个/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AH216-4	正己烷	4×4 L/箱
AH100-4	乙酸乙酯	4×4 L/箱

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T 23412-2009)蜂蜜中 19 种喹诺酮类药物残留量的测定 方法(LC-MS/MS 法)

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：MF10010

## 1. 样品信息

### 1.1 19 种喹诺酮类

恩诺沙星(Enrofloxacin, 简称 ENR), 环丙沙星(Ciprofloxacin, 简称 CIP), 诺氟沙星(Norfloxacin, 简称 NOR), 氧氟沙星(Ofloxacin, 简称 OFL), 氟甲喹(Flumequine, 简称 FLU), 噁喹酸(Oxolinic acid, 简称 OXO), 双氟沙星盐酸盐(Difloxacin HCl, 简称 DIF), 沙拉沙星盐酸盐(Sarafloxacin HCl, 简称 SAR), 司帕沙星(Sparfloxacin, 简称 SPA), 丹诺沙星(Danofloxacin, 简称 DAN), 氟罗沙星(Fleroxacin, 简称 FLE), 马波沙星(Marbofloxacin, 简称 MAR), 伊诺沙星(Enoxacin, 简称 ENO), 奥比沙星(Orbifloxacin 简称 ORB), 吡哌酸(Pipemidic acid, 简称 PIP), 培氟沙星(Pefloxacin, 简称 PEF), 洛美沙星(Lomefloxacin, 简称 LOM), 西诺沙星(Cinoxacin, 简称 CIN), 萘啶酸(Nalidixic acid, 简称 NAL), 以上标准品纯度均 $\geq 99\%$ 。

### 1.2 氟代诺氟沙星(NOR-D5)内标储备溶液

称取适量的 NOR-D5 内标物, 用甲醇配成  $100 \mu\text{g/mL}$  储备液, 取适量内标储备液用甲醇稀释成  $1 \mu\text{g/mL}$  工作溶液, 内标工作溶液在  $4^\circ\text{C}$  保存。

## 2. 样品提取

准确称取  $5 \text{ g}$  (精确到  $0.01 \text{ g}$ ) 试样, 置于  $50 \text{ mL}$  具塞离心管中, 准确加入  $1 \mu\text{g/mL}$  内标溶液  $50 \mu\text{L}$ , 加入  $5 \text{ mL}$   $0.1 \text{ mol/L}$  氢氧化钠溶液, 于涡旋混匀器上快速混合至蜂蜜完全溶解。Cleanert PAX 固相萃取小柱分别置于 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪中, 提取液转移至上样管中, 待净化。程序设定为:  $3 \text{ mL}$  甲醇和  $3 \text{ mL}$  水活化萃取小柱, 加样, 依次用  $5 \text{ mL}$  水,  $5 \text{ mL}$  甲醇淋洗, 抽干小柱。用  $5\%$  的甲酸甲醇溶液  $3 \text{ mL}$  洗脱并接收。以上操作流速为  $1 \text{ mL/min}$ , 收集液于  $40^\circ\text{C}$  水浴旋转蒸发至干, 用  $20\%$  甲醇/水定容  $1.0 \text{ mL}$ , 过  $0.45 \mu\text{m}$  的滤器到进样瓶中, 供液相色谱-质谱仪测定。

## 3. 检测条件

### 3.1 液相色谱条件

色谱柱: Venusil® MP C18,  $3 \mu\text{m}$ ,  $150 \text{ mm} \times 2.0 \text{ mm i.d}$  或相当者;

流动相: 甲醇+  $0.1\%$  甲酸水溶液;

流速:  $0.20 \text{ mL/min}$ ;

梯度洗脱程: 见表 1 ;

柱温: 室温;

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

进样量：25  $\mu$ L；

表 1 流动相梯度洗脱：

时间(min)	甲醇(%)	0.1%甲酸水溶液(%)
0	10	90
2	10	90
4	90	10
8	90	10
9	10	90
12	10	90

### 3.2 质谱方法

离子源：电喷雾离子化电离源(ESI)，正离子监测；

扫描方式：选择离子检测(SIM)；

雾化气、鞘气为高纯氮气，碰撞气为高纯氩气；

喷雾电压：4100 V；

加热毛细管温度：350  $^{\circ}$ C

### 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST4107	恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6
1ST5703	环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1
1ST5738	诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7
1ST5740	氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1
1ST5761	氟甲喹	Flumequine	42835-25-6
1ST5745	噁喹酸	Oxolinic acid	14698-29-4
1ST5758A	双氟沙星盐酸盐	Difloxacin hydrochloride	91296-86-5
1ST5757A	沙拉沙星盐酸盐	Sarafloxacin hydrochloride	91296-87-6 (anhydrous)
1ST5753	司帕沙星	Sparfloxacin	110871-86-8
1ST4100	丹诺沙星	Danofloxacin	112398-08-0
1ST5719	氟罗沙星	Fleroxacin	79660-72-3
1ST5729	马波沙星	Marbofloxacin	115550-35-1
1ST5714	伊诺沙星	Enoxacin	74011-58-8
1ST5743	奥比沙星	Orbifloxacin	113617-63-3
1ST5762	吡哌酸	Pipemidic acid	51940-44-4

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



1ST5756	培氟沙星	Pefloxacin	70458-92-3
1ST5759	洛美沙星	Lomefloxacin	98079-51-7
1ST5702	西诺沙星	Cinoxacin	28657-80-9
1ST5735	萘啶酸	Nalidixic acid	389-08-2

### 附：订货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
AX0603	Cleanert PAX 固相萃取柱	60 mg/3 mL, 50 支/pk
VH931502-0	Venusil MP 液相色谱柱	2.1×150 mm, 3 μm, 100Å
AS041345	针式过滤器(PTFE)	0.45 μm,直径 13 mm,200 个/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL,100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫,45. Shore A 1.0 mm,100/pk
AH230-4	甲醇	4×4 L/箱

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# 氘代同位素内标测定鱼贝类肌肉中 $\beta$ -雌二醇残留(GC-MS) 法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：MF10011

## (1) 样品处理

### 1.1 匀质和提取

取鱼贝类肌肉组织,用家用搅拌器制样后于-18 °C冷冻保存备用。准确称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中,加入 100  $\mu$ L 内标标准工作溶液及 5 mL 乙酸钠缓冲溶液,用匀质器以 18000 r/min 匀质 2 次,每次 30 s 后,加入 10 mL 乙腈,充分旋涡混合 1 min,室温下超声提取 15 min。取出离心管,以 10000 r/min 于 4 °C 离心 10 min,上清液倒入另一离心管中。残渣中加入 10 mL 乙腈,按上述方法再提取一次,合并上清液。

### 1.2 净化

加入 10 mL 正己烷,加塞剧烈振荡 1~2 min,以 10000 r/min 于 4 °C 离心 5 min,吸弃正己烷层,下层溶液用正己烷重复洗涤一次,合并离心后的溶液于鸡心瓶。加入 0.5 mL 正丙醇,于 45 °C 水浴条件下旋转蒸发至干。残渣中加入 1 mL 乙腈,超声波清洗瓶壁 1 min 后,吸至 5 mL 注射器中。再用 1 mL 乙腈提取一次,合并溶液并经有机系针头过滤器过滤,再用水稀释至 10 mL。Cleanert® C18 SPE 小柱置于 Qdaura®卓睿全自动固相萃取仪中,样品提取液转移至上样管中并设定操作程序如下: 6 mL 甲醇、3 mL 0.1% 乙酸溶液和 3 mL 水活化,加样,3 mL 水淋洗,抽干小柱,最后用 9 mL 乙腈洗脱并接收(以上操作流速为 1 mL/min)接收液氮气吹干。

### 1.3 衍生化

在 1.2 残渣中准确加入 100  $\mu$ L MSTFA2DTE2TM IS 衍生化试剂,盖紧塞子并旋涡混合 1 min,在 60 °C 烘箱中反应 30 min,冷却至室温,于 48 h 内进行气相色谱 2 质谱分析。进行标准溶液的衍生化时,先吸取雌二醇和内标标准工作溶液于去活样品反应瓶中,旋涡混合并氮气吹干,然后同上进行衍生化。

## (2) 色谱条件

气相色谱柱: DA-5MS 毛细管柱(25 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.52  $\mu$ m);

程序升温: 柱初始温度 120 °C (2 min)---- 250 °C(15 °C/min)---300 °C(5 min, 5 °C/min) ;

载气: He ( $\geq$ 99.999%);

进样口温度: 250 °C; 不分流进样 1  $\mu$ L;

流速: 1.0 mL/min; 离子源: EI 离子源

四极杆温度分别为 230 °C 和 150 °C; 接口温度 280 °C;

电离电压 70 eV; 溶剂延迟 3 min;

电子倍增器电压为 1106 V; 扫描质量范围为 40~500 amu

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2212	雌二醇; 17 $\beta$ -雌二醇	Estradiol; 17 $\beta$ -Estradiol	50-28-2

## 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
S185003	Cleanert S C18 固相萃取柱	500 mg/3 mL, 50 支/pk
1532-2505	DA-5MS 气相色谱柱	25 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.52 $\mu$ m
AS021320	针式过滤器(Nylon)	0.22 $\mu$ m, 直径 13 mm, 200 个/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32 $\times$ 11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0mm, 100/pk
AH230-4	甲醇	4 $\times$ 4 L/箱

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



# 奶粉中雌酮、雌二醇、醋酸甲地孕酮、醋酸氯地孕酮的检测

**案例来源:** 博纳艾杰尔内部方法; 应用编号: AF10022

## 实验部分:

Cleanert PEP 吡咯烷酮化聚苯乙烯/二乙烯基苯固相萃取柱(100 mg/6 mL, P/N: PE1006, 博纳艾杰尔科技);

Cleanert Silica CM 改性硅胶固相萃取柱 (1000 mg/6 mL, P/N: CM0006, 博纳艾杰尔科技);  
液相色谱柱 (Bonsell C18, 2.1×100 mm, 2.7 μm, P/N: SC921002-0, 博纳艾杰尔科技);

标准品: 雌酮 (CAS.No. 53-16-7)、雌二醇 (CAS.No. 50-28-2)、醋酸甲地孕酮 (CAS.No. 595-33-5)、醋酸氯地孕酮 (CAS.No. 302-22-7), 购自中国药品生物制品检定所。

## 实验步骤

### Cleanert PEP 样品提取净化法

提取: 取 2 g 奶粉, 加标, 然后加 12 mL 80% 乙腈, 涡旋混匀两分钟后, 离心 (9000 r/min, 6 min) 取 3 mL 上清液, 加入 9 mL 超纯水稀释, 涡旋混匀后, 待过 Cleanert PEP 柱净化。

#### 净化步骤:

- 1) 活化: 以 5 mL 乙腈, 5 mL 水活化 Cleanrt PEP;
- 2) 上样: 把上述稀释后的样品溶液过柱, 流速控制以 1 mL/min 为宜;
- 3) 淋洗: 待样品溶液完全通过小柱后, 用 5 mL 5% 乙腈淋洗小柱, 然后真空抽干 3 min;
- 4) 洗脱: 以 3-5 mL 乙腈洗脱目标, 收集流出液;
- 5) 浓缩: 收集液以氮气吹干 (40°C 水浴), 后以 50% 甲醇水定容至 1 mL, 混匀后过 0.22 μm 尼龙针式过滤器过滤, 进 LC-MS/MS 分析。

(以上萃取操作通过 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪完成)

### Cleanert Silica 样品提取净化法

提取: 取 2 g 奶粉, 加标, 然后加 12 mL 乙腈, 涡旋混匀两分钟后, 离心 (9000 r/min, 6 min) 取 3 mL 上清液, 待过 Cleanert® Silica 柱净化。

#### 净化步骤:

活化: 以 5 mL 乙腈活化 Cleanrt® Silica 小柱;

上样: 把上述提取液过柱, 收集流出液;

淋洗: 以 5 mL 乙腈洗涤小柱, 收集流出液;

浓缩: 合并以上流出液, 以氮气吹干 (40°C 水浴), 后以 50% 甲醇水定容至 1 mL 混匀后 0.22 μm 尼龙针式过滤器过滤, 进 LC-MS/MS 分析。

(以上萃取操作通过 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪完成)

## 色谱条件

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



### 孕激素(醋酸甲地孕酮、醋酸氯地孕酮)测定

液相色谱条件: Bonshell C18, 2.1×100 mm, 2.7 μm;

流动相: A:0.1%甲酸水, B:甲醇;

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 10 μL;

参考质谱条件: 电离源: 电喷雾正离子模式。

### 雌激素(雌二醇、雌酮)测定

色谱条件: Bonshell C18, 2.1×100 mm, 2.7 μm;

流动相: A:水, B: 乙腈;

流速: 0.3 mL/min;

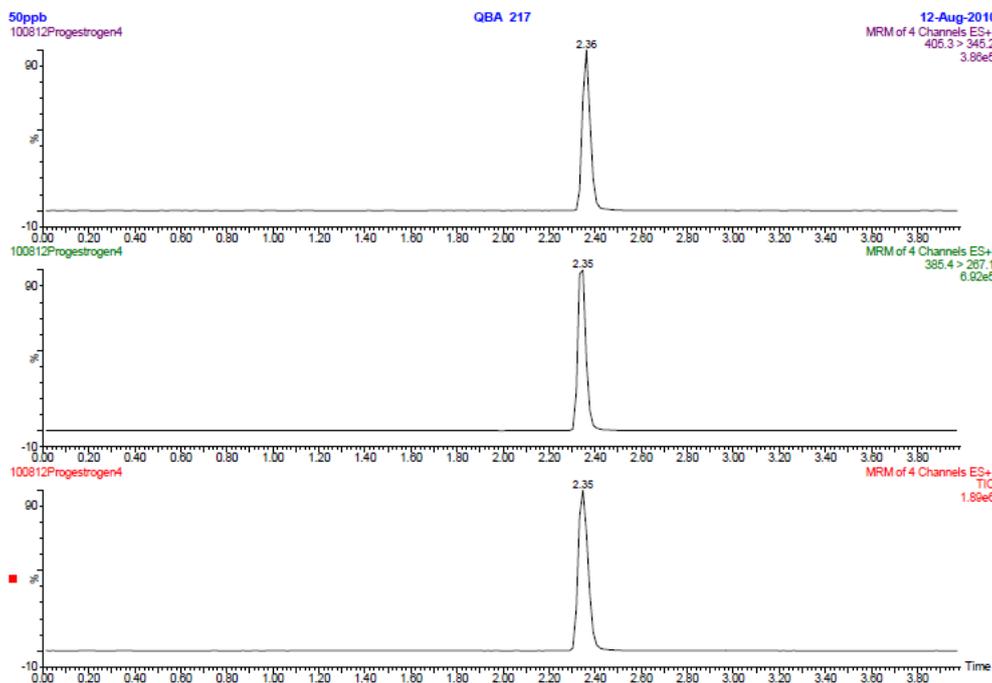
柱温: 40°C;

进样量: 10 μL;

参考质谱条件: 电离源: 电喷雾负离子模式。

## 实验结果及谱图

结果见图 1、图 2。用 Cleanert® PEP(反相)或 Cleanert®Silica(正相) 两种净化手段均可到达满意的回收率和净化效果,添加浓度在 25 ppb 时回收率可达到 80%。用 Bonshell 色谱柱可以实现样品的快速分离,大大提高工作效率。雌二醇和雌酮两种激素,质谱响应偏低,质谱条件需要进一步优化。本实验结果采用单点定量判定,结果可能有失偏颇,详细数据需做基质添加标准曲线确证,方法的精密度,稳定性等亦需要进一步确证。



### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



图 1 两种孕激素总离子流图 and 选择离子流图 (标品)

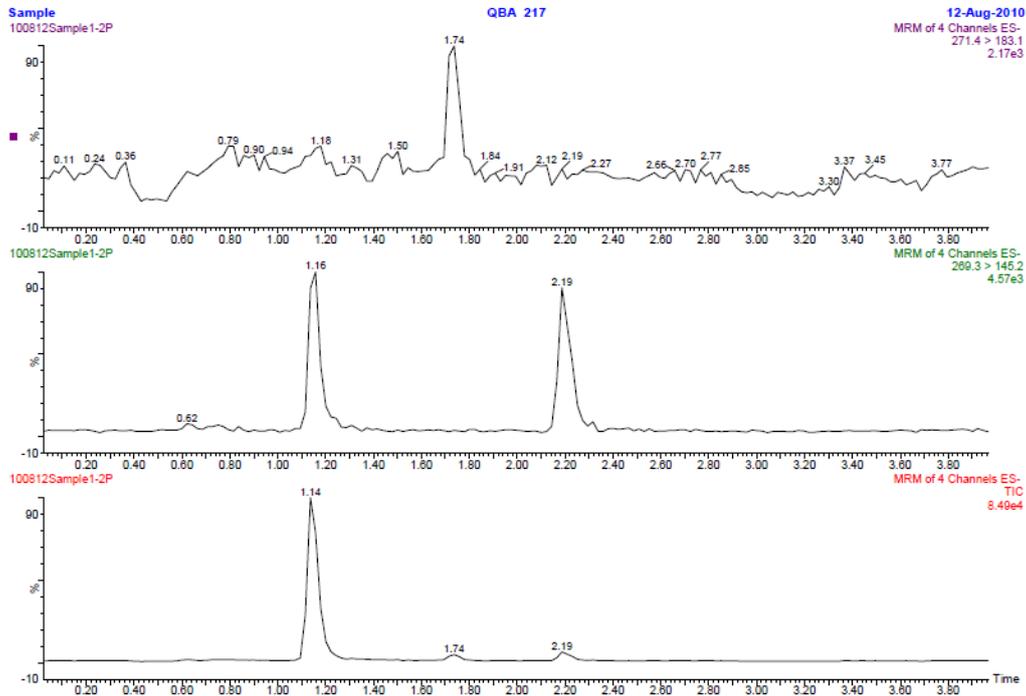


图 2 两种雌激素总离子流图 and 选择离子流图 (奶粉样品)

### 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2214	雌酮	Estrone	53-16-7
1ST2212	雌二醇	Estradiol; 17β-Estradiol	50-28-2
1ST2207	醋酸甲地孕酮	Megestrol acetate	595-33-5
1ST2208	醋酸氯地孕酮	Chlormadinone acetate	302-22-7

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 鸡蛋中氟虫腈的分析方法

案例来源：博纳艾杰尔；

### 应用简介

氟虫腈是一种广谱杀虫剂，它被世界卫生组织列为“对人类有中度毒性”的化学品。欧盟法律规定，氟虫腈不得用于人类食品产业链的畜禽养殖过程，食品中的氟虫腈残留不能超过 0.005mg/kg。我国食品安全国家标准《食品中农药残留限量》(GB 2763-2016) 中规定了谷物、果蔬等食品中氟虫腈的最大残留限量。

### 仪器、试剂与材料

#### 主要仪器设备

SCEIX API 4000+液相色谱串联质谱仪。

#### 试剂材料

乙腈，乙酸为色谱纯；

Cleanert® LipoNo 净化管：P/N：MS-LN0202

Cleanert® PEP Plus (60 mg/3 mL)：P/N：PE0603X

### 前处理方法

#### 样品提取

称取 5 g 打散混匀的鸡蛋样品，加入 5 mL 水振摇混匀，再加入 10 mL 1% 乙酸乙腈(v/v)，超声提取 10 min，加入 3 g 氯化钠，手动振摇混匀，8000 r/min 离心 5 min，上清液待净化。

#### 样品净化

##### SPE 方法

取 2 mL 待净化液，加入到 PEP Plus 萃取柱中（无需活化和淋洗操作），前 0.5 mL 流出液弃去，收集后面的上样流出液。取 0.5 mL 收集液加 0.5 mL 水混匀后，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器待仪器检测。

##### QuEChERS 方法

取 1.5 mL 待净化液加入到 LipoNo 净化管中，涡旋振荡 1 min，静置 30 s 后，取 0.5 mL 收集液加 0.5 mL 水混匀后，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器待仪器检测。基质混合标准工作溶液配制取高浓度氟虫腈标准溶液，用空白样品基质溶液稀释，制成基质混合标准工作溶液。

### 色谱条件

色谱柱：Venusil® MP C18, 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm; (P/N: VA930503-0)

流动相 A: 水;

流动相 B: 乙腈

柱温: 30°C;

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



进样量：5  $\mu$ L；

流速：0.4 mL/min；

表 1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/mL/min	A%	B%
0.5	0.4	45	55
1.0	0.4	20	80
4.0	0.4	20	80
4.5	0.4	45	55
7.0	0.4	45	55

## 质谱条件

离子源：ESI-；电喷雾电压：-4500 V；雾化气压力：45 psi；气帘气压力：15 psi；辅助气压力：50 psi；离子源温度：450°C；采集方式：多反应监测(MRM)。

表 2. 氟虫腈质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
氟虫腈	435.0	330	-60	-22
		399	-60	-15

## 结果与讨论

表 3. 鸡蛋基质加标回收实验结果（添加水平 4  $\mu$ g/kg）

物质名称	保留时间/min	SPE 法		QuEChERS 法	
		平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
氟虫腈	3.62	92.2	3.0	78.8	2.4

表 4 2 种净化方式基质效应对比表

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



净化方式	未净化	Cleanert PEP Plus	Cleanert LipoNo
基质效应	46.8%	100.7%	102.0%

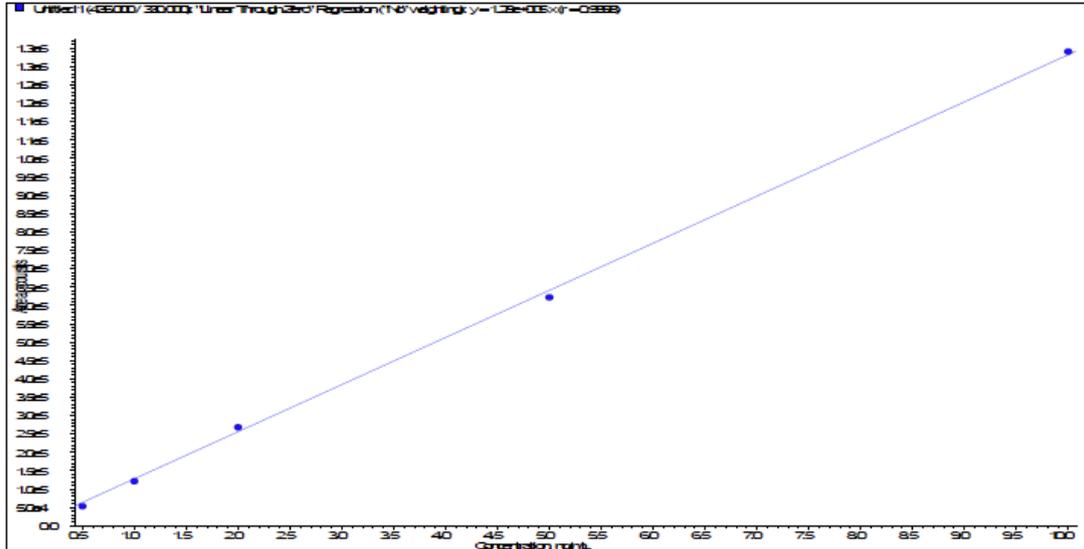


图 1 氟虫腈标准曲线

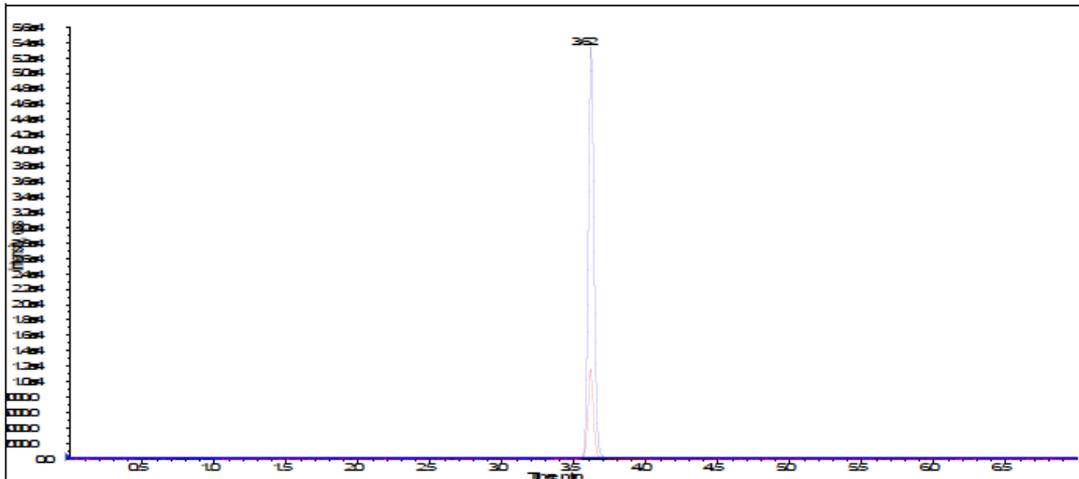


图 2. 0.001 µg/mL 氟虫腈标准溶液色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

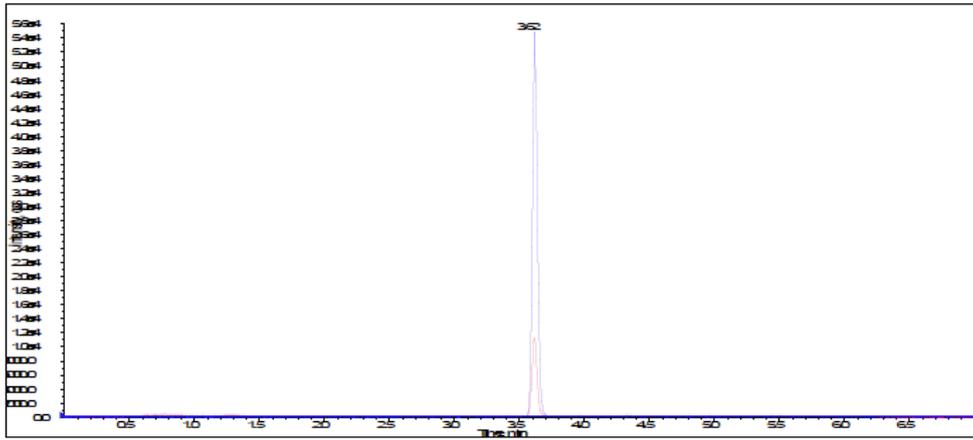


图 3 Cleanert PEP Plus 净化加标样品质谱图

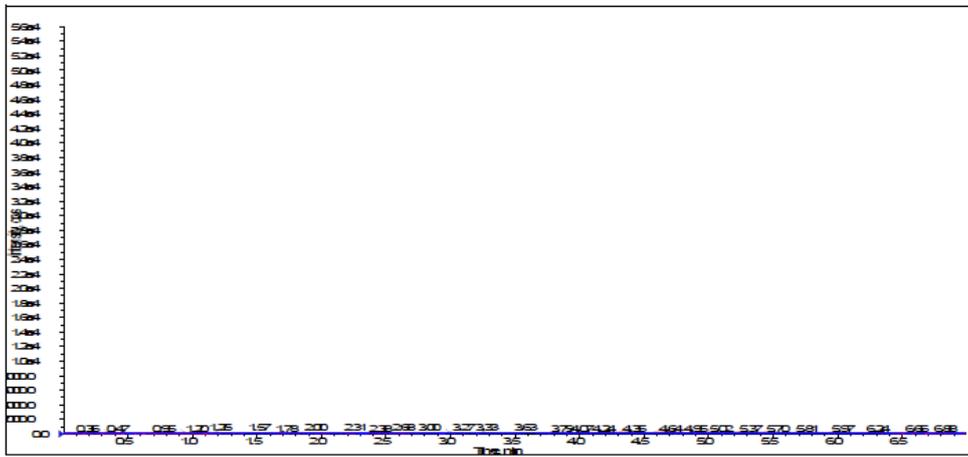


图 4.SPE 方法鸡蛋基质空白溶液色谱图

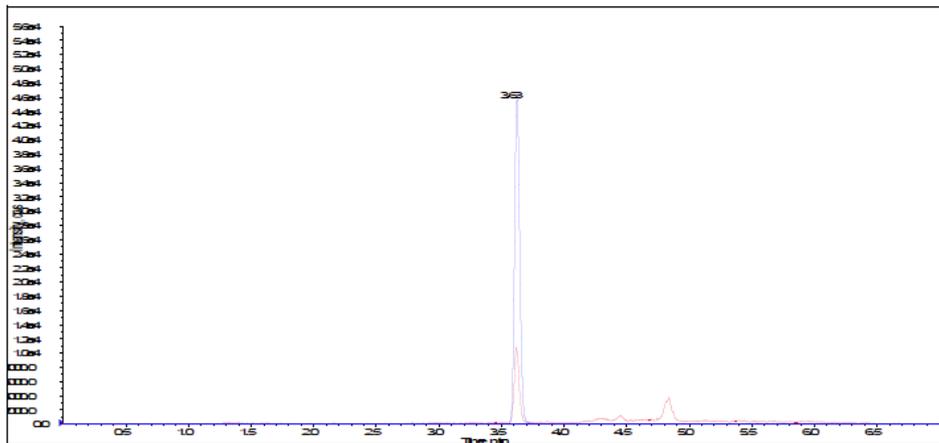


图 5.SPE 方法 4  $\mu\text{g}/\text{kg}$  鸡蛋基质加标色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

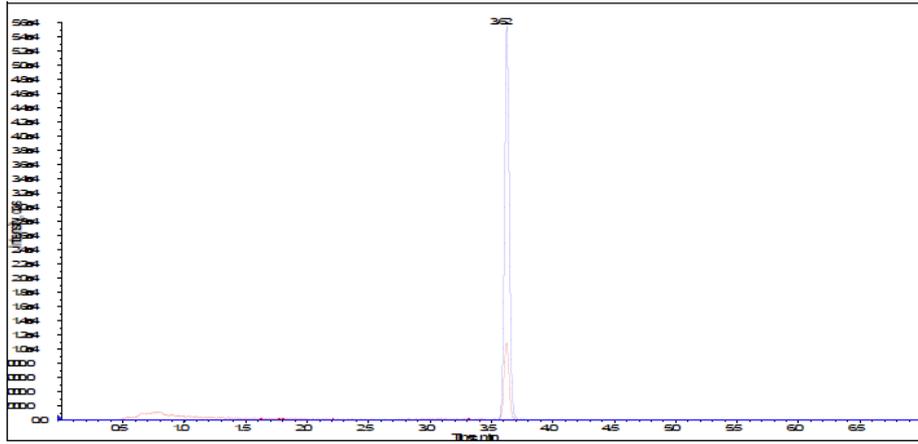


图 6. QuEChERS 方法 0.001  $\mu\text{g/mL}$  鸡蛋基质混合标准工作溶液色谱图

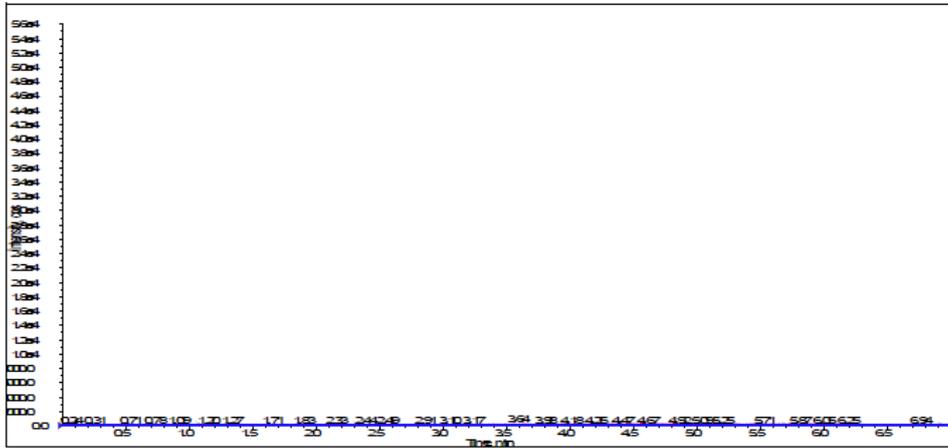


图 7. QuEChERS 方法鸡蛋基质空白溶液色谱图

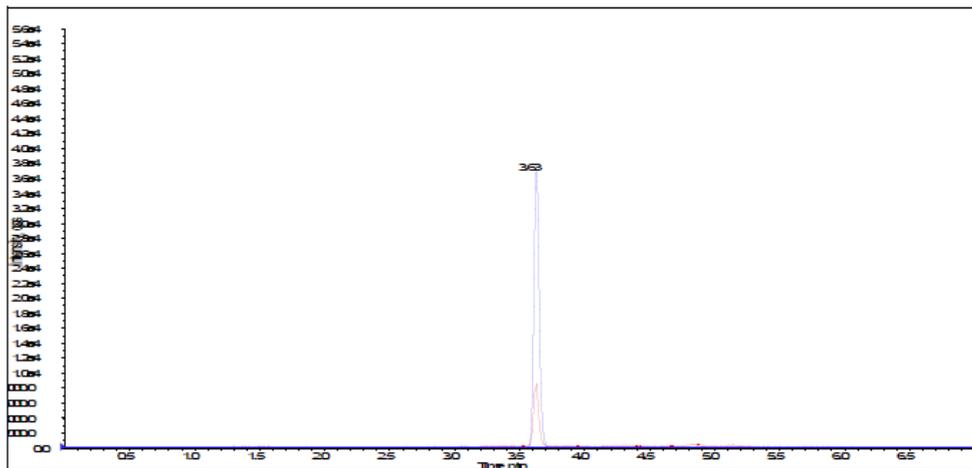


图 8. QuEChERS 方法 4  $\mu\text{g/kg}$  鸡蛋基质加标色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 结论

本实验建立了氟虫腈的 LC-MS/MS 检测方法，并分别结合固相萃取和 QuEChERS 方法对鸡蛋中的氟虫腈进行了测定。对于 4  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的加标样品，SPE 方法氟虫腈回收率为 92.2%，QuEChERS 方法氟虫腈回收率为 78.8%，RSD 值均小于 10%，能够满足实验要求。说明 Cleanert PEP Plus 和 Cleanert LipoNo 小柱可以用于氟虫腈的净化，且稳定性良好。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST20305	氟虫腈	Fipronil	120068-37-3

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10149

### 应用简介

本实验重现了 GB 5009.253-2016 的前处理方法, 采用 QuEChERS 方法结合液相色谱串联质谱 (LC-MS/MS) 对鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸进行了测定。样品经乙腈提取, QuEChERS 填料净化, Venusil MP C18 色谱柱 (5  $\mu\text{m}$ , 100  $\text{\AA}$ ; 2.1  $\times$  150 mm) 分离, 采用 5 mmol/L 乙酸铵水溶液和乙腈为流动相进行洗脱, LC-MS/MS 进行检测, 外标法定量。结果表明, 当加标量为 0.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时, 回收率在 85% ~ 110% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)是众多全氟化合物的代表性化合物,被广泛应用于灭火剂、杀虫剂、表面活性剂等诸多民用和工业产品生产领域。研究表明,全氟类化合物具有持久性和生物累积性,在生物体内的蓄积水平高于已知的有机氯农药和二噁英等持久性有机污染物的数百倍至数千倍。全氟类化合物还具有生殖毒性、诱变毒性、发育毒性、神经毒性、免疫毒性等多种毒性,是一类具有全身多脏器毒性的环境污染物。

本文通过对国标的重现,建立了鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸同时测定的分析方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCEIX API 4000+液相色谱串联质谱仪。

##### 试剂材料

乙腈、甲醇为色谱纯; 实验用水为超纯水;

混合标准工作溶液: 全氟辛烷磺酸、全氟辛酸, 甲醇溶解;

QuEChERS 净化管: MS-9PP0262。

### 样品制备

#### 样品提取

称取均质好的样品 5 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 5 mL 水, 涡旋 1 min, 加入 10 mL 乙腈和 30  $\mu\text{L}$  盐酸, 振荡 10 min。加入 2 g 氯化钠, 再次振摇 10 min, 8000 r/min 离心 10 min, 移取上层乙腈溶液于另一试管中, 在 45 $^{\circ}\text{C}$  下氮气吹至约 4 mL, 待净化。

#### 样品净化

将上述待净化液转移至 QuEChERS 净化管中, 振摇 10 min, 5000 r/min 离心 10 min, 移取上层清液于另一试管中, 于 45 $^{\circ}\text{C}$  下吹干, 用甲醇定容至 1 mL, 5000 r/min 离心 5 min, 取上清液待检测。

注: 样品瓶要使用 PP 塑料材质

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 基质混合标准工作溶液配制

取高浓度全氟化合物混合标准溶液，用空白样品基质溶液稀释成 0.002 µg/mL 的基质混合标准工作溶液。

## 实验条件

### 色谱条件

**色谱柱:** Venusil MP C18, 5 µm, 100 Å, 2.1 × 150 mm (用于检测分析)

Venusil XBP C18, 5 µm, 100 Å, 4.6 × 50 mm (为降低高效液相色谱管道中引入的 PFOA 和 PFOS 的污染, 连接在混合器与进样器之间)

**流动相:** A 相-5 mmol/L 乙酸铵水溶液, B 相-乙腈

**柱温:** 30°C

**进样量:** 10 µL

梯度洗脱条件(见表 1)

表 1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/mL/min	A%	B%
0.5	0.3	55	45
3.25	0.3	0	100
5.5	0.3	0	100
6.0	0.3	55	45
12.0	0.3	55	45

### 质谱条件

离子源: ESI-; 电喷雾电压: -4500 V; 雾化气压力: 55 psi; 气帘气压力: 25 psi; 辅助气压力: 50 psi; 离子源温度: 500°C; 采集方式: 多反应监测(MRM)。

表 2. 全氟辛烷磺酸和全氟辛酸质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
全氟辛酸	413.0	168.9	-37	-24.9
		218.7	-37	-25.7
全氟辛烷磺酸	499.1	79.8	-108	-89.9
		98.8	-108	-64.0
		129.6	-108	-64.0

注: “下划线”为定量离子。

## 结果与讨论

由表 3 可知, 采用 QuEChERS 方法结合液相色谱串联质谱的方法检测鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸, 加标回收率在 85% ~ 110% 之间, 能够满足检测要求。由图可知, 用 Venusil MP C18 色谱柱检测全氟化合物, 峰形良好, 且保留时间稳定。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 3. 鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸加标回收实验结果(添加水平 0.4 µg/kg)

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	CV/%
全氟辛酸	2.02	107.0	5.6
全氟辛烷磺酸	5.88	85.5	1.9

### 实验谱图

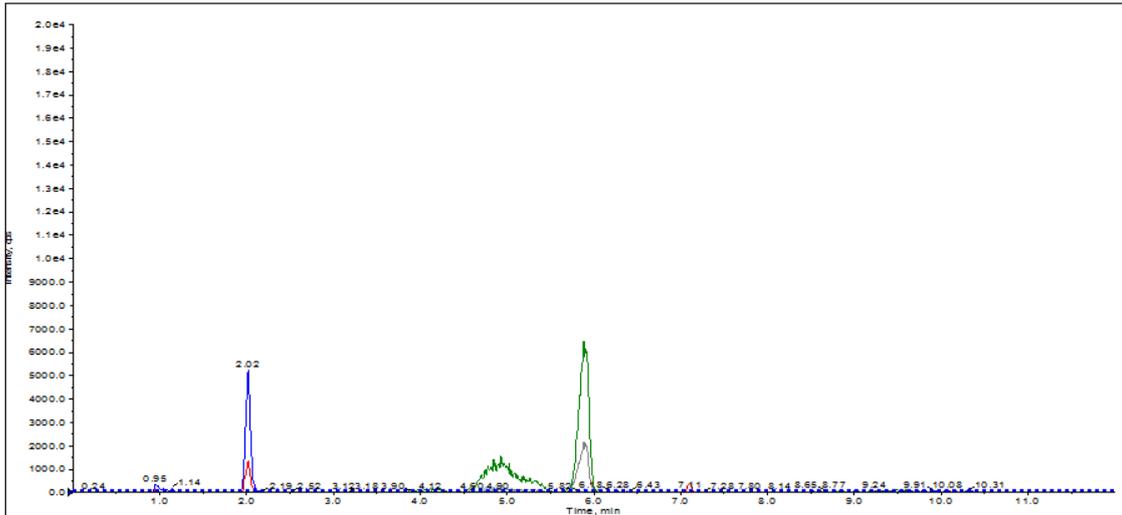


图 1. 0.002 µg/mL 标准溶液 LC-MS/MS 色谱图

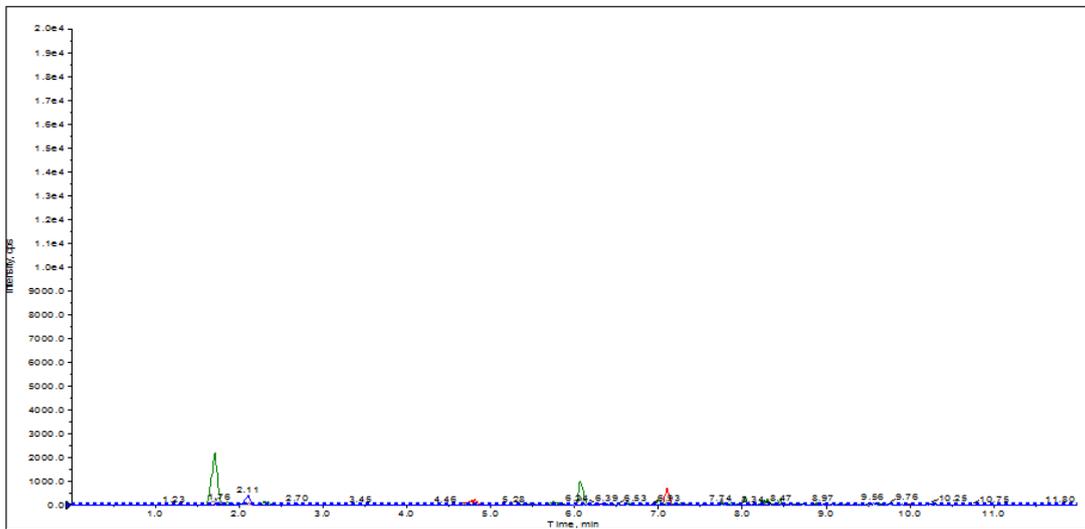


图 2. 鸡肉样品空白 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

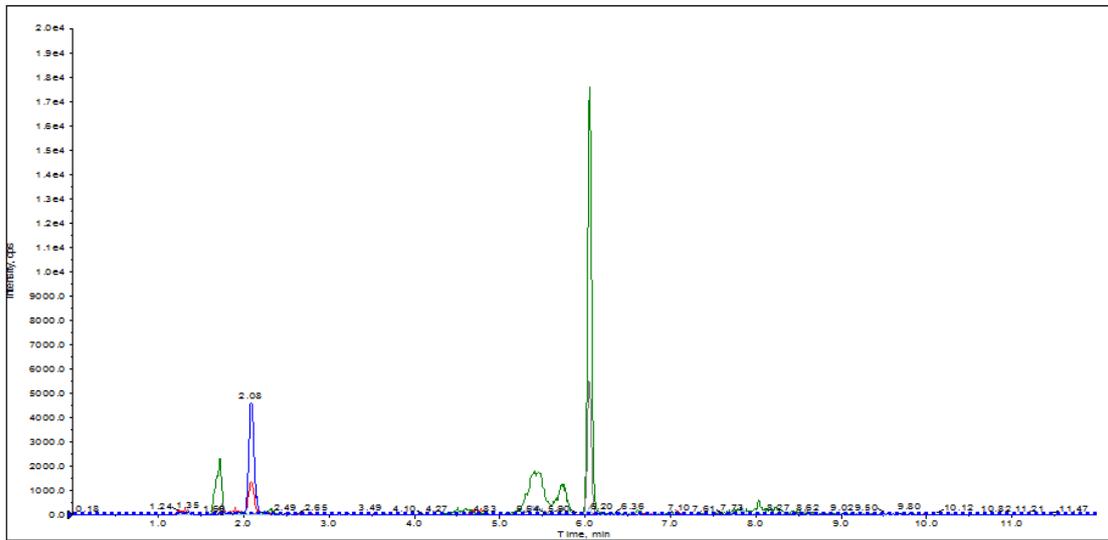


图 3 0.002 µg/mL 鸡肉基质混合标准溶液 LC-MS/MS 色谱图

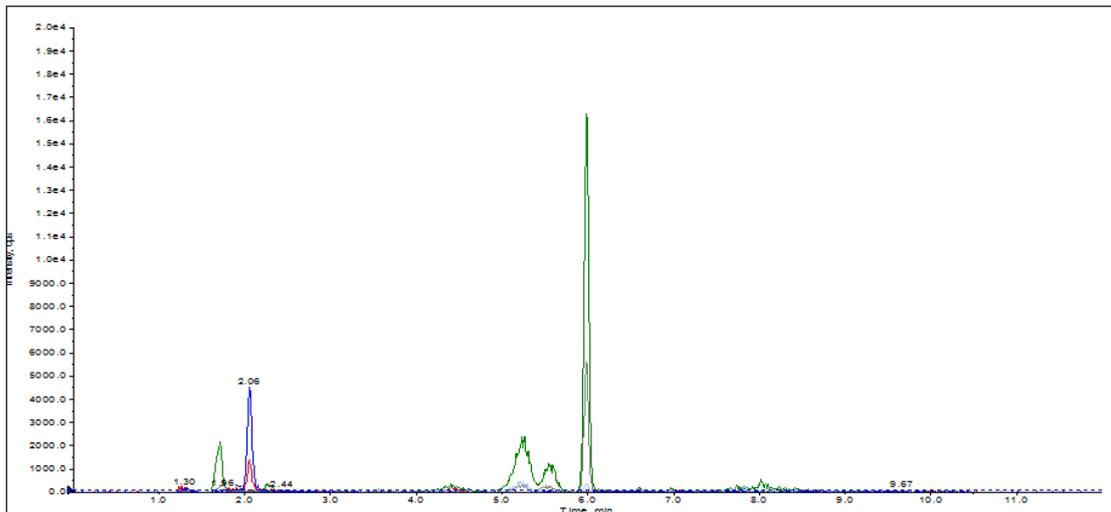


图 4 0.4 µg/kg 鸡肉基质加标 LC-MS/MS 色谱图

## 结论

本实验建立了鸡肉中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸的前处理方法，并结合 LC-MS/MS 对样品进行了检测。结果表明，对于加标量为 0.4 µg/kg 的鸡肉样品，加标回收率在 85% ~ 110% 之间，满足检测要求。说明该方法适用于鸡肉中全氟化合物的同时检测。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST9513	全氟辛烷磺酸	Heptadecafluorooctanesulfonic Acid	1763-23-1
1ST9503	全氟辛酸	Perfluorooctanoic acid	335-67-1

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
MS-9PP0262	QuEChERS 净化管	15 mL	50 支/包
VA951502-0	Venusil MP C18	5 $\mu$ m, 100 Å, 2.1×150 mm	1 支
VX950505-0	Venusil XBP C18	5 $\mu$ m, 100 Å, 4.6×50 mm	1 支
AV0003-A	0.3 mL PP snap 卡口微量样品瓶	32×12 mm	100/pk
NV15-G	15 位氮吹仪	15 位	1 台
AV4201-0	样品瓶盖	PE 红色中心孔卡口盖, 红色硅胶/白色 PTFE 隔垫 1.0 mm	100/pk
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GBT23409-2009)蜂王浆中土霉素，金霉素，四环素，强力霉素残留量测定

案例来源：博纳艾杰尔；

### 样品前处理方法

称取 2.0 g(精确到 0.001 g)样品，置于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 1%的三氯乙酸溶液，1000 rpm 涡旋混合 1 min，于 6500 rpm 离心 5 min，取上清液 10 mL，用 1mol/LNa<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 调节 pH 值为 6-7，将溶液通过 SPE 小柱，待样液完全流出后，依次用 5 mL 水和 5 mL 5% 甲醇水溶液淋洗，弃去全部流出液。减压抽干小柱 5 min，最后用 5 mL 甲醇洗脱。40°C 氮气吹干，用 1 mL 甲醇水(3:7,v/v)溶液溶解残渣，过 0.45 $\mu$ m 滤膜，待测。

### 色谱条件

流动相：A: 水(0.1% 甲酸)，B: 乙腈(0.1% 甲酸)

色谱柱：Venusil® MP C18，2.1 $\times$ 50 mm，3  $\mu$ m(P/N: VA931502-0)

柱温：40 °C

梯度洗脱

梯度时间表

时间 (min)	流速 ( $\mu$ L/min)	A (%)	B (%)
0	200	90	10
5	200	60	40
8	200	60	40
8.5	200	90	90
11	200	90	10
11.5	200	90	10
20	200	90	10

### 质谱条件

离子源：具备电喷雾接口的 Turbo V™离子源

极性：正离子模式，离子源相关参数如下：

CUR: 20.0

TEM: 450.0

GS1: 60.0

GS2: 60.0

IS: 5500.0

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

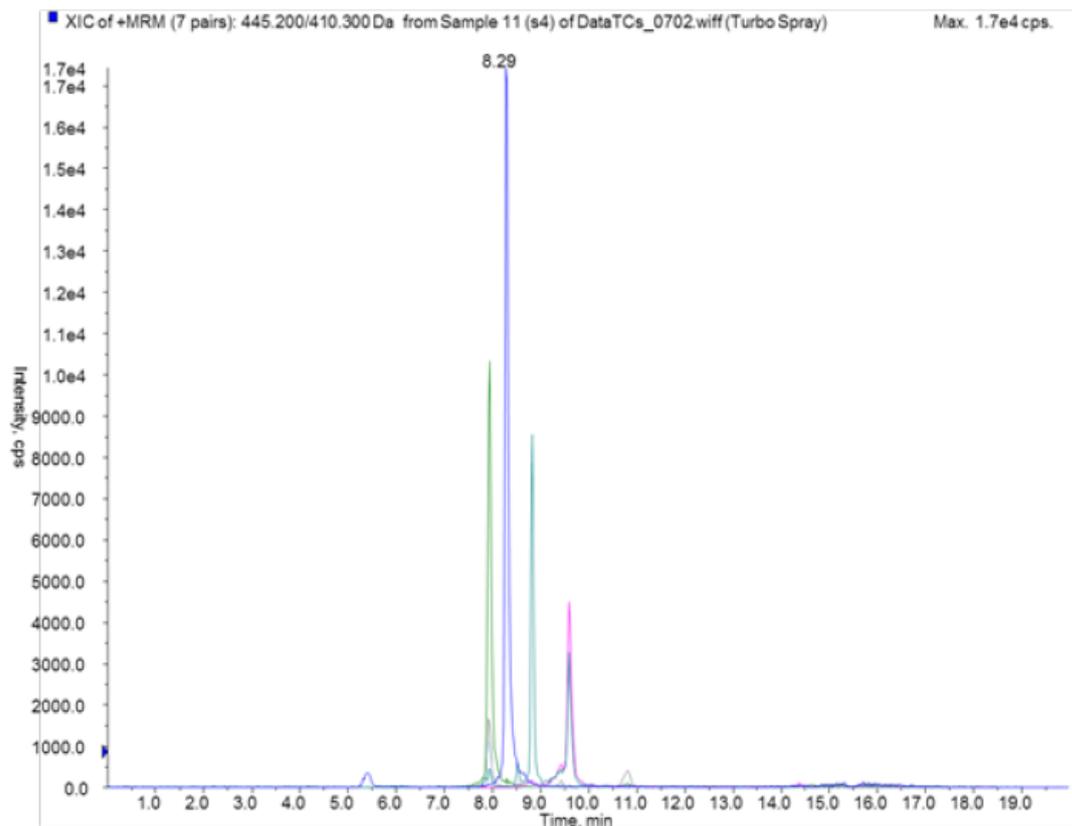
网址：www.altascientific.com.cn



化合物离子对信息如下表所示：

名称	Polarity	Q1 (amu)	Q3 (amu)	CE(eV)
盐酸四环素	positive	445	410	37
			428	37
盐酸强力霉素	positive	445	428	37
			410	37
盐酸土霉素	positive	461	426	27
			443	27
盐酸金霉素	positive	479	444	29
			462	29

同时检测蜂王浆中 4 中四环素类抗生素总离子流色谱图：



## 总结

该方法基于(GB/T 23409-2009) ，使用 LC-MS/MS 法进行蜂王浆中四环素类抗生素的测定，并且通过验证可用于各种 蜂产品基质中四环素的定量、定性分析。数据库经验证适用于 SCIEX Triple Quad 3500、3200、4000 系列、4500 系列、API5000 、5500 系列以及天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



6500 系列的 LC/MS/MS 系统。灵敏度高，重现性好，适用于各相关实验室进行该类物质的日常分析。

## 相关标准品

订货号	名称	英文名称	CAS#
1ST4102A	盐酸四环素	Tetracycline hydrochloride	64-75-5
1ST4122X	盐酸强力霉素	Doxycycline hyclate	24390-14-5
1ST4111A	盐酸土霉素	Oxytetracycline hydrochloride	2058-46-0
1ST4110A	盐酸金霉素	Chlortetracycline hydrochloride	64-72-2

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB/T 23408-2009)蜂蜜中大环内酯类药物残留量测定

案例来源: 博纳艾杰尔

### 样品前处理方法

准确称取蜂蜜试样 (5.00±0.01g), 置于 50 mL 具塞离心管中, 加入 15 mL 0.1 mol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/NaHCO<sub>3</sub> (pH 9.3) 缓冲溶液, 于液体混匀器上快速混合 1 min, 使试样完全溶解。将混合液倒入下接 Cleanert® PEP-2 (60 mg/3 mL, P/N: PE0603-2)的贮液器中, 溶液以≤2 mL/min 的流速通过 Cleanert® PEP-2 (60 mg/3 mL, P/N: PE0603-2).待溶液完全流出后, 用 5 mL 水洗离心管和贮液管并过柱, 再用 5 mL 甲醇+水 (甲醇:水=4:6) 洗柱, 弃去全部淋出液, 抽干, 用 5 mL 甲醇洗脱。收集洗脱液于 50 °C下用氮气吹干, 甲醇+水 (甲醇:水=3:7) 定容至 1.0 mL, 过 0.45 μm 的滤膜到进样瓶中, 供液相色谱/质谱仪测定。

### 色谱条件

流动相: A: 水(0.1% 甲酸), B: 甲醇

色谱柱: Venusil® MP C18, 2.1×50 mm, 3 μm (P/N: VA931502-0)

柱温: 40 °C

梯度洗脱

梯度时间表

时间 (min)	流速 (μL/min)	A (%)	B (%)
0	250	80	20
3	250	40	60
4	250	40	60
8	250	10	90
11	250	10	90
11.1	250	80	20
13	250	80	20

### 质谱条件

离子源: 具备电喷雾接口的 Turbo V™

离子源极性: 正离子模式

离子源相关参数如下:

CUR: 20.0

TEM: 450.0

GS1: 60.0

GS2: 60.0

IS: 5500.0

蜂蜜中大环内酯类物质的离子对信息

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



名称	Q1 (amu)	Q3 (amu)
红霉素	734.2	158
		576
罗红霉素	837.5	158
		679.1
替米卡星	869.5	174
		696.3
泰乐菌素	916.5	174
		772.1
交沙霉素	828.4	174
		645.2
竹桃霉素	688.3	158
		544
螺旋霉素 I	843.5	174
		540.1
北里霉素	772.2	174
		108

## 总结

该方法基于(GB/T 23409-2008) , 使用 LC-MS/MS 法进行蜂蜜中大环内酯类抗生素的测定, 该法简单、灵敏, 特异性 强, 适用于蜂蜜中大环内酯类药物残留的分析确证。并且通 过验证可用于各种蜂产品基质中大环内酯类的定量、定性分 析。数据库经验证适用于 SCIEX Triple Quad 4000 系列、4500 系 列、API 5000 、5500 系列以及 6500 系列的 LC/MS/MS 系统

## 相关标准品

订货号	名称	英文名称	CAS#
1ST7801	红霉素	Erythromycin; Erythromycin A	114-07-8
1ST001567	罗红霉素	Ionomycin (free acid)	56092-81-0
1ST7705	替米卡星	Amikacin	37517-28-5
1ST7806	泰乐菌素	Tylosin	1401-69-0
1ST7809	交沙霉素	Josamycin	16846-24-5
1ST7804	竹桃霉素	Oleandomycin	3922-90-5
1ST7807	螺旋霉素 I	Spiramycin	8025-81-8
1ST7009	北里霉素	Sineptina	1392-21-8

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (农业部 1025 号公告-11-2008 和农业部 1063 号公告-3-2008)

### —猪尿中 14 种 $\beta$ -受体激动剂残留的测定

案例来源：博纳艾杰尔

#### 样品前处理方法

准确量取 5 mL 尿样与 50 mL 离心管内，加入 0.5 mL 2 mol/L 的乙酸铵缓冲液(pH=5.2)，加入 40  $\mu$ L 葡萄糖醛苷酶和芳基硫酸酯酶，漩涡混匀，37°C 避光水浴震荡 16 h。10000 rpm 离心 10 min，取上清液与另一 50 mL 离心管内，用 5 mol/L NaOH 调节 pH 值 9.8，加入 10 mL 异丙醇-乙酸乙酯，加入约 2 g 固体氯化钠，漩涡震荡 10 min，5000 rpm 离心 10 min。以 10 mL 异丙醇-乙酸乙酯再次提取，合并两次上清液，50°C 旋转蒸干，以 5 mL 2 mol/L 乙酸铵溶液溶解，备用。取备用液过 PCX (60 mg/3 mL, P/N: CX0603) 柱以 5 mL 5% 氨水甲醇溶液洗脱。洗脱液在 50°C 下氮气吹干。用 1 mL 0.2% 甲酸水溶液溶解，待测，过 0.22  $\mu$ m 滤膜过滤，待测。

#### 色谱条件

流动相：A：含 5 mM 甲酸铵和 0.1% 甲酸水溶液 B：乙腈

色谱柱：

Venusil® MP C18, 3.0×50 mm, 2.6  $\mu$ m (P/N: VA930503-0)

柱温：40°C

梯度时间表

时间 (min)	流速 ( $\mu$ L/min)	A (%)	B (%)
0	600	95	5
1	600	95	5
4.5	600	50	50
5	600	5	95
6.5	600	5	95
6.6	600	95	5
6.8	600	95	5

#### 质谱条件

离子源：具备电喷雾接口的 Turbo V™ 离子源

极性：正离子模式，离子源相关参数如下：

CUR: 35.00

TEM: 700.00

GS1: 60.00

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

GS2: 55.00

IS: 5500.00

化合物离子对信息

名称	Q1 (amu)	Q3 (amu)	CE (eV)
莱克多巴胺	302.1	164.2	22
		107.1	49
克伦特罗	277	132.1	38
		203.1	24
沙丁胺醇	240.1	148.1	23
		166.2	17
马布特罗	311	237	23
		217	34
氯丙那林	214.1	154.1	23
		118.1	34
西布特罗	234	160.1	20
		143.2	35
班布特罗	368.2	294.1	27
		72.1	64
溴布特罗	367	292.9	25
		348.9	17
克伦普罗	263.1	132.1	17
		245.1	38
马喷特罗	325.2	237	25
		217	37
羟甲基克伦特罗	293.1	203	25
		275	17
福马特洛	345.1	149.3	28
		121.2	38
克伦潘特	291.1	188.1	30
		217.1	25
苯乙醇胺	345.1	327.2	19
		150.1	30

## 结论

本方法基于国家标准《猪尿中  $\beta$ -受体激动剂多残留检测液相色谱-串联质谱法（农业部 1025 号公告-11-2008）》和农业行业标准《动物尿液中 11 中  $\beta$ -受体激动剂的检测（农业部 1063 号公告-3-2008）》，使用 LC-MS/MS 法测定动物源食品中多种  $\beta$ -受体激动剂残留的测

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

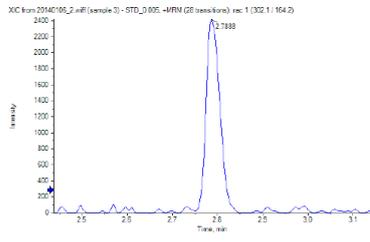
QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

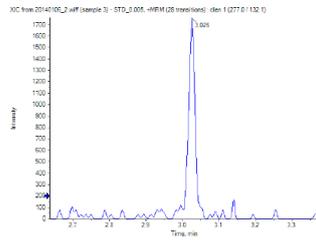
网址: www.altascientific.com.cn



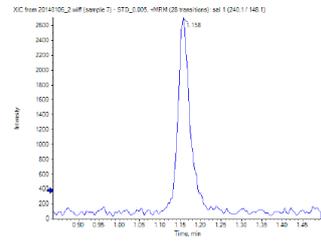
定。经验证，适用于 SCIEX Triple Quad 3500, 3200,4000 系列、4500 系列、API 5000 、5500 系列以及 6500 系列的 LC/MS/MS 系统。方法灵敏度高，重现性好，适用于日常分析。



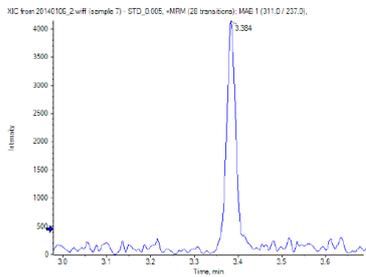
莱克多巴胺



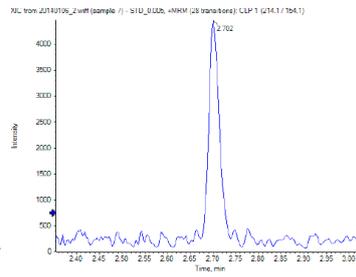
克伦特罗



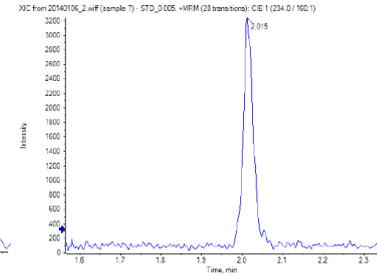
沙丁胺醇



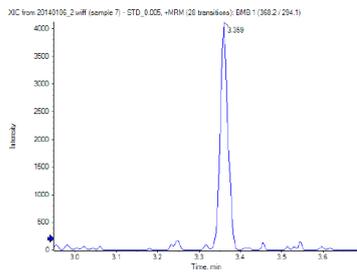
马布特罗



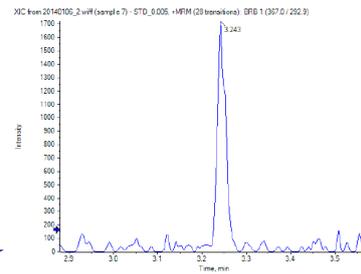
氯丙那林



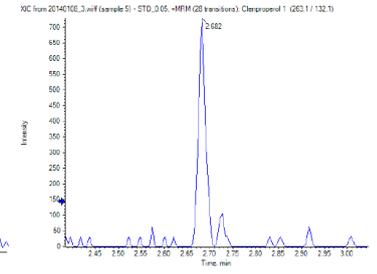
西布特罗



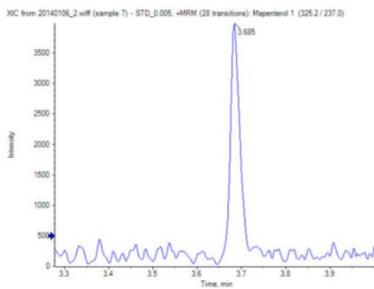
班布特罗



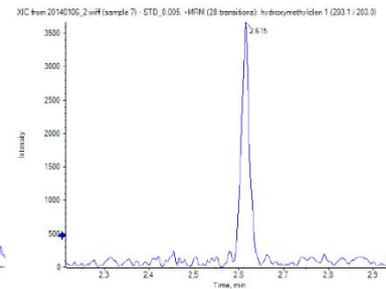
溴布特罗



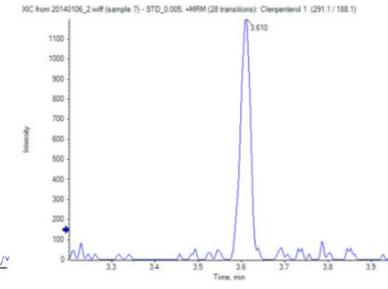
克伦普罗



马喷特罗



羟甲基克伦特罗



克伦潘特

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

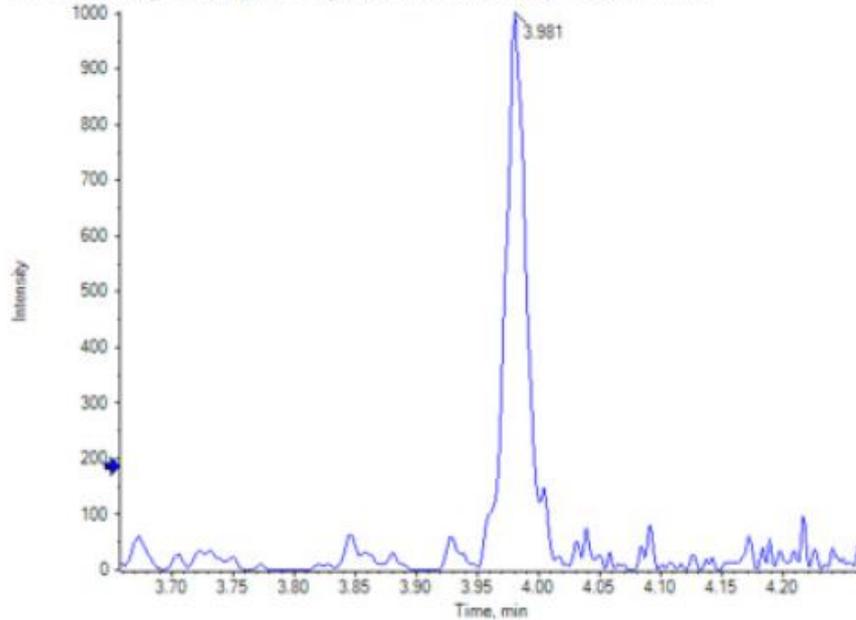
QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



XIC from 20140106\_2.wiff (sample 7) - STD\_0.005, +MRM (28 transitions): PL 2 (345.1 / 150.1)



苯乙醇胺

## 相关标准品

订货号	名称	英文名称	CAS#
1ST1307	莱克多巴胺	Ractopamine	97825-25-7
1ST1301	克伦特罗	Clenbuterol	37148-27-9
1ST1302	沙丁胺醇	Salbutamol; Albuterol	18559-94-9
1ST1321	马布特罗	Mabuterol	56341-08-3
1ST1313	氯丙那林	Clorprenaline	3811-25-4
1ST1311	西布特罗	Cimbuterol	54239-39-3
1ST1319	班布特罗	Bambuterol	81732-65-2
1ST1317	溴布特罗	Bromobuterol; Brombuterol	41937-02-4
1ST1318	克伦普罗	Clenproperol	38339-11-6
1ST1365A	马喷特罗	Mapenterol hydrochloride	54238-51-6
1ST1361	羟甲基克伦特罗	Clenbuterol-hydroxymethyl	38339-18-3
1ST1367	克伦潘特 盐酸盐	Clenpenterol hydrochloride	37158-47-7

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB 29703-2013)呋喃苯烯酸钠的测定

**案例来源:** 博纳艾捷尔; 应用编号: AF10145

### 应用简介

本实验参考 GB 29703-2013 方法, 采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱的方法, 建立了呋喃苯烯酸钠的检测方法。样品经 Cleanert PEP 固相萃取柱净化, Venusil MP C18 (2) 色谱柱 (3  $\mu\text{m}$ , 110  $\text{\AA}$ ; 3.0  $\times$  100 mm) 分离, 采用 0.1% 甲酸水和乙腈为流动相进行洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 样品最终检测浓度为 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  时, 回收率为 84.7%, 能够满足检测要求。

### 前言

呋喃苯烯酸钠属于硝基呋喃类药物, 是人工合成的一种广谱抗菌药物, 主要用于动物和鱼类的细菌预防和治疗中, 有良好的效果。但是, 世界卫生组织和联合国粮农组织联合报道硝基呋喃类药物具有潜在的致突变和致癌性。为保护消费者的健康, 世界各国纷纷禁止硝基呋喃类药物在食品动物上的使用。然而, 这些药物的违法使用现象仍然存在。本文建立了 LC-MS/MS 法检测动物源性食品中呋喃苯烯酸钠残留, 可用于大量进出口样品的监控和检测。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+液相质谱联用仪

##### 试剂材料

甲醇、乙腈为色谱纯; 实验用水为超纯水; 氨水为分析纯; 10% 氨化甲醇: 量取 90 mL 甲醇, 加入 10 mL 氨水, 混匀; 呋喃苯烯酸钠标准工作液: 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 流动相溶解; Cleanert PEP: 60 mg/3 mL。

##### 样品制备

量取 6 mL 40% 乙腈水 (V/V, 甲酸调至 pH 为 2.0), 置于 12 mL 样品瓶中, 加入 0.1 mL 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准品, 涡旋震荡溶解, 作为待净化液。

##### 样品净化

取 Cleanert PEP 萃取柱 (60 mg/3 mL), 依次用 3 mL 甲醇, 3 mL 水活化小柱; 将上述待净化液上样到小柱上, 然后用 6 mL 水润洗样品瓶, 将润洗液也上样到柱上, 弃去淋洗液, 抽干 10 min; 最后用 5 mL 10% 氨化甲醇洗脱, 收集; 40 $^{\circ}\text{C}$  氮气吹至近干, 用 1 mL 乙腈溶解定容, 过 0.22  $\mu\text{m}$  PTFE 针式过滤器后进 LC-MS/MS 检测。以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

### 色谱条件

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



### 液相条件

色谱柱: Venusil MP C18(2), 3  $\mu\text{m}$ , 110  $\text{\AA}$ , 3.0  $\times$  100 mm

流动相: A: 0.1% 甲酸水; B: 乙腈

柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$

进样量: 5  $\mu\text{L}$

流速: 0.5 mL/min

### 质谱条件

离子源: ESI-; 电喷雾电压: -4500 V; 雾化气压力: 8 psi; 气帘气压力: 20 psi;

辅助气压力: 45 psi; 离子源温度: 350 $^{\circ}\text{C}$ ; 采集方式: 多反应监测(MRM)。

梯度洗脱: 见表 1

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/mL/min	A/%	B/%
0.00	0.5	50	50
2.00	0.5	20	80
4.00	0.5	20	80
5.00	0.5	50	50

质谱参数: 见表 2

表 2 呋喃苯烯酸钠质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
呋喃苯烯酸钠	258.2	213.7	-60	-17
		183.4		
		113.9		

注: 下划线为定量离子

## 实验结果与讨论

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱串联质谱的方法检测呋喃苯烯酸钠样品, 加标回收率为 84.7%, 能够满足检测要求。由图 1 ~ 图 3 可知, 用 Venusil MP C18 (2) 色谱柱检测呋喃苯烯酸钠, 峰形良好, 且保留时间稳定。

表 3 呋喃苯烯酸钠回收实验结果

物质名称	平均回收率/%	变异系数/%	保留时间/min
呋喃苯烯酸钠	84.7	1.8	2.92

### 实验谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

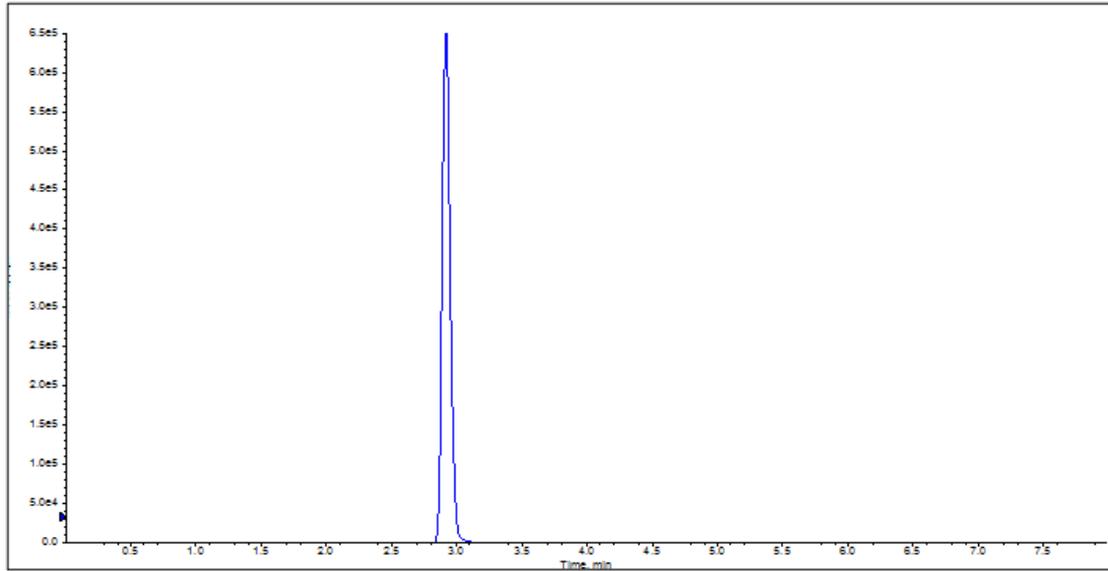


图 1 1.0 µg/mL 标准溶液 LC-MS/MS 色谱图

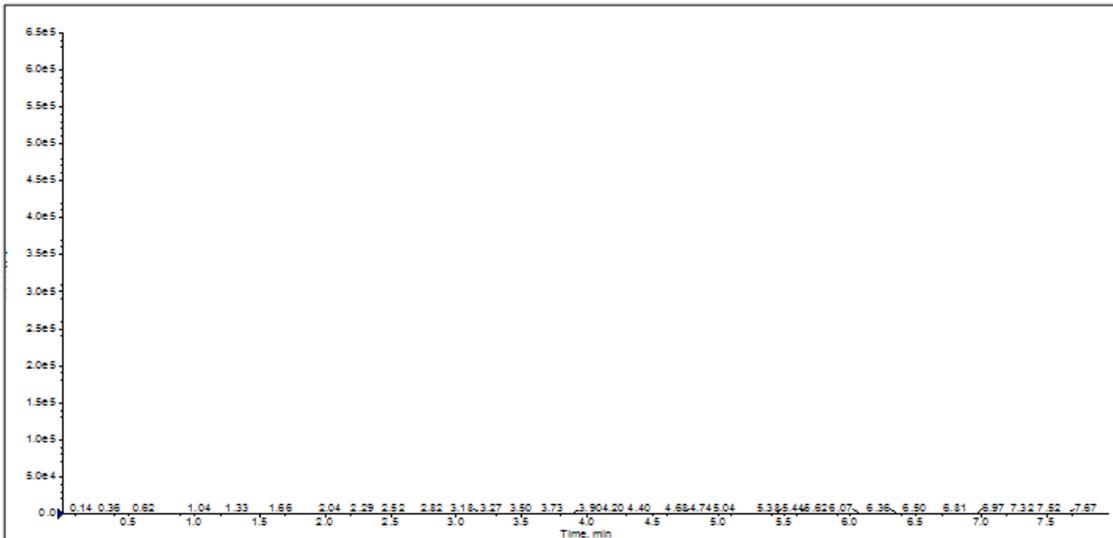


图 2 萃取柱空白 LC-MS/MS 色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

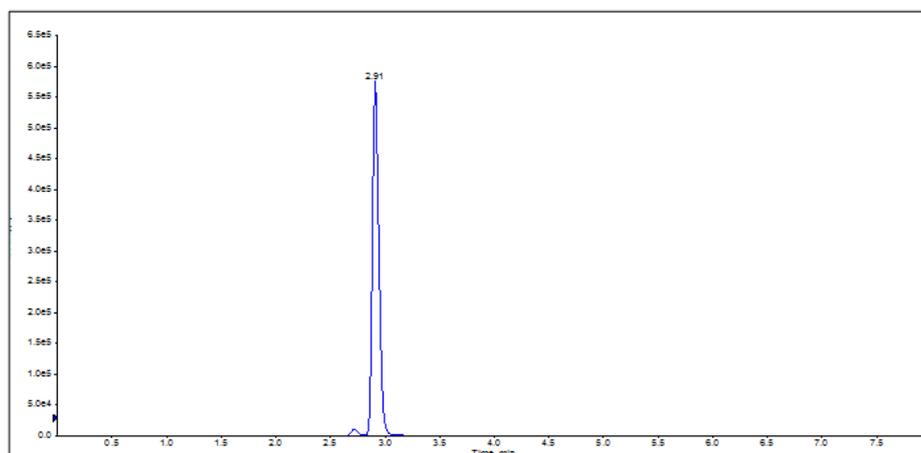


图3 标样过柱 LC-MS/MS 色谱图

## 结论

本实验建立了呋喃苯烯酸钠的 LC-MS/MS 检测方法，并结合固相萃取技术对呋喃苯烯酸钠的标样过柱进行了测定。对于标样过柱的样品，呋喃苯烯酸钠回收率为 84.7%，变异系数小于 10%，能够满足实验要求。说明 Cleanert PEP 小柱可以用于呋喃苯烯酸钠的检测，且稳定性良好。

## 相关标准品

产品号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST4227	呋喃苯烯酸钠	Sodium nifurstylenate	54992-23-3

## 附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
Venusil MP C18 (2)	3 $\mu\text{m}$ , 110 $\text{\AA}$ , 3.0 $\times$ 100 mm	1 支	VA931003-2
Cleanert PEP	60 mg/3 mL	50 支/pk	PE0603
保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支	SH-100
直联式保护柱芯	3 $\mu\text{m}$ , 110 $\text{\AA}$ ; 2.1 $\times$ 10 mm	4 支/包	VA930102-2S
1.5 mL 样品瓶	短螺纹棕色带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk	1109-0520
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖，红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819
针式过滤器 PTFE	单膜，13 mm, 0.22 $\mu\text{m}$	100 个/包	AS041320-T
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML
Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台	SPE-40
15 位氮吹仪	15 位	1 台	NV15-G

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# (GB/T 22338-2008)鱼肉中氯霉素、氟苯尼考、甲砒霉素的测定

案例来源：博纳艾捷尔；应用编号：AF10144

## 应用简介

本实验重现了 GB/T 22338-2008 的前处理方法，采用 Cleanert® Silica 小柱结合液相色谱串连质谱 (LC-MS/MS) 对鱼肉中的氯霉素、氟苯尼考、甲砒霉素进行了测定。样品经乙腈提取，Cleanert® Silica 小柱净化，Venusil MP C18 色谱柱 (3 μm, 100 Å; 3.0 × 50 mm) 分离，采用 0.1% 甲酸水和 0.1% 甲酸乙腈为流动相进行洗脱，LC-MS/MS 进行检测，内标法定量。结果表明，当加标量为 4.0 μg/kg 时，回收率在 70% ~ 115% 之间，能够满足检测要求。

## 前言

氯霉素类属酰胺醇类广谱抗生素。包括氯霉素及其衍生物，主要有氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考。氯霉素有很强的毒副作用，能够导致再生障碍性贫血症，不可逆，且与使用剂量和频率无关，美国、欧盟、日本等很多国家都禁止在动物源性食品中检出。中国在 2002 年也把它列为违禁药物，禁止在动物食品中检出。甲砒霉素对血液系统的毒性比氯霉素小，但可以抑制人体免疫系统、红细胞和血小板的生成，除中国和日本外，欧共体和美国均禁用于食品动物。氟苯尼考虽不会引起再生障碍性贫血症，但对动物胚胎有影响。

本文通过对国标的重现，建立了鱼肉中氯霉素、氟苯尼考和甲砒霉素同时测定的分析方法。

## 实验部分

### 仪器、试剂与材料

#### 主要仪器设备

AB SCEIX API 4000+液相色谱串联质谱仪。

#### 试剂材料

乙腈、正己烷、丙酮为色谱纯；实验用水为超纯水；正丙醇为分析纯；混合标准工作溶液：氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考，甲醇溶解；Cleanert® Silica 固相萃取小柱：200 mg/3 mL。

#### 样品制备

#### 样品提取

称取均质好的鱼肉样品 5 g 置于 50 mL 离心管中，加入 30 mL 乙腈，涡旋 1 min，超声提取 5 min，8000 r/min 离心 5 min，取全部上清液置于分液漏斗中，并向分液漏斗中加入 15 mL 乙腈饱和的正己烷溶液，震荡 5 min，静置分层，转移乙腈层至鸡心瓶中，残渣再加入 30 mL 乙腈按照上述步骤液液萃取一次，合并两次提取液，向鸡心瓶中加入 5 mL 正丙醇，摇匀，40°C 旋蒸至近干，再用氮气吹干，加入 5 mL 丙酮-正己烷 (1+9) 溶解，摇匀，待净

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

化。

### 样品净化

将 Cleanert® Silica 小柱用 5 mL 丙酮/正己烷 (V/V, 1+9) 活化平衡, 将上述待净化液全部上样于小柱上, 弃去流出液, 再用 5 mL 丙酮-正己烷 (V/V, 6+4) 洗脱小柱, 收集流出液, 于 40°C 下旋蒸至近干, 用水定容至 1 mL, 待检测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

### 实验条件

#### 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18, 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm

流动相: A 相-0.1% 甲酸水溶液, B 相-0.1% 甲酸乙腈

柱温: 30°C

进样量: 5 μL

梯度洗脱条件(见表 1)

表 1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/mL/min	A%	B%
0.0	0.4	95	5
1.0	0.4	95	5
1.1	0.4	85	15
9.5	0.4	25	75
9.6	0.4	5	95
11.5	0.4	5	95
11.6	0.4	95	5
16.0	0.4	95	5

#### 质谱条件

离子源: ESI-; 电喷雾电压: -4500 V; 雾化气压力: 50 psi; 气帘气压力: 10 psi; 辅助气压力: 60 psi; 离子源温度: 550°C; 采集方式: 多反应监测(MRM)。

表 2.3 种氯霉素类药物质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
氯霉素	321.0	152.1	-75	-24
		256.9	-75	-17
甲砜霉素	353.9	289.9	-75	-18
		184.9	-75	-28
氟苯尼考	356.0	119.0	-80	-23
		184.9	-80	-12

注: “下划线”为定量离子。

## 结果与讨论

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

由表 3 可知, 采用固相萃取结合液相色谱串联质谱的方法检测鱼肉中氯霉素、氟苯尼考和甲砒霉素, 加标回收率在 70% ~ 115% 之间, 能够满足检测要求。由图 1 可知, 用 Venusil MP C18 色谱柱检测氯霉素类药物, 峰形良好, 且保留时间稳定。

表 3. 鱼肉中 3 种氯霉素类药物加标回收实验结果(添加水平 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	CV/%
氯霉素	6.78	114.3	0.4
甲砒霉素	5.18	78.2	8.9
氟苯尼考	6.51	98.4	5.0

## 实验谱图

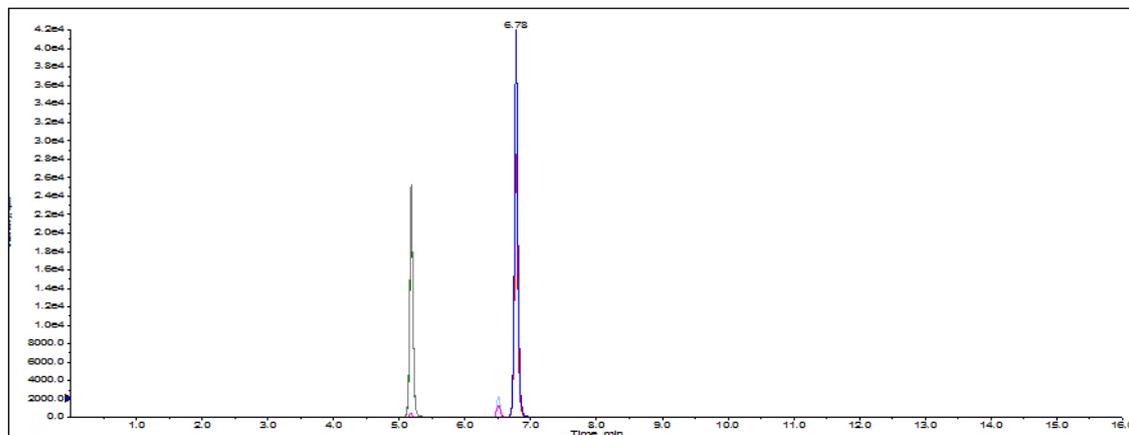


图 1 0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$  3 种氯霉素类药物混合标准溶液色谱图

## 结论

本实验建立了鱼肉中 3 种氯霉素类药物的前处理方法, 并结合 LC-MS/MS 对样品进行了检测。结果表明, 对于加标量为 4.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的鱼肉样品, 加标回收率在 70% ~ 115% 之间, 满足检测要求。说明该方法适用于鱼肉中氯霉素类药物的同时检测。

## 相关标准品

订货号	物质名称	英文名称	CAS#
1ST7001	氯霉素	Chloramphenicol	56-75-7
1ST7002	甲砒霉素	Thiamphenicol	15318-45-3
1ST7005	氟苯尼考	Florfenicol	73231-34-2

## 附：相关产品

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



First Standard  
Analytical Reference Standards  
分析检测标准品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
SI2003	Cleanert® Silica	200 mg/3 mL	50 支/包
VA930503-0	Venusil MP C18	3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32× 11.6 mm	100/pk
NV15-G	15 位氮吹仪	15 位	1 台
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS021320	尼龙针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
SPE-40	Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (GB/T 19857-2005)鱼肉中孔雀石绿和结晶紫的测定

**案例来源:** 博纳艾捷尔; 用编号: AF10146

### 应用简介

本实验重现了 GB/T 19857-2005 中的前处理方法, 采用 Cleanert® Alumina-N 小柱结合液相色谱串联质谱(LC-MS/MS)对鱼肉中孔雀石绿和结晶紫进行了测定。样品经乙腈提取, Cleanert® Alumina-N 小柱净化, LC-MS/MS 进行检测, 以 0.1% 甲酸水和乙腈为流动相进行梯度洗脱, 内标法定量。结果表明, 当加标量为 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时, 回收率在 90% ~ 115% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

孔雀石绿是人工合成的有机化合物。其生产是由 1 摩尔分子的苯甲醛 (Benzaldehyde) 和 2 摩尔分子的二甲苯胺在浓盐酸混合下, 加热缩合成隐色素碱 (Leuco base), 在酸性条件下加过氧化铅使其氧化, 并在碱性液中沉淀出色素碱。它属于三苯甲烷型的绿色染料。孔雀石绿是有毒的三苯甲烷类化学物, 既是染料, 也是杀真菌、杀细菌、杀寄生虫的药物, 长期超量使用可致癌, 无公害水产养殖领域国家明令禁止添加。

本文通过对国标方法的重现, 建立了鱼肉中孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫和隐色结晶紫同时测定的分析方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCEIX API 4000+液相色谱串联质谱仪。

##### 试剂材料

乙腈为色谱纯; 实验用水为超纯水; 乙酸铵为分析纯; 孔雀石绿、结晶紫混合标准工作溶液: 孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫, 乙腈溶解; 内标标准溶液: 氘代孔雀石绿、氘代隐色孔雀石绿, 2  $\text{ng}/\text{mL}$ , 乙腈: 5  $\text{mmol}/\text{L}$  乙酸铵溶液=1: 1 (V/V) 溶解; Cleanert® Alumina N 固相萃取小柱: 1000  $\text{mg}/3 \text{ mL}$ 。

##### 样品制备

##### 样品提取

称取均质好的鱼肉样品 5 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 200  $\mu\text{L}$  2  $\text{ng}/\text{mL}$  的内标标准溶液, 再加入 11 mL 乙腈, 超声提取 2 min, 8000  $\text{r}/\text{min}$  匀浆 30 s, 4000  $\text{r}/\text{min}$  离心 5 min, 取全部上清液置于 25 mL 比色管中, 取另一离心管加入 11 mL 乙腈洗涤匀浆刀头 10 s, 合并于装有样品残渣的离心管中, 残渣用玻璃棒捣碎, 涡旋 30 s, 超声振荡 5 min, 4000  $\text{r}/\text{min}$  离心 5 min, 合并两次上清液, 用乙腈定容至 25 mL, 摇匀, 待净化。

##### 样品净化

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

将 Cleanert® Alumina-N 小柱用 5 mL 乙腈活化, 从上述待净化液中取出 5 mL 上样于小柱上, 收集流出液于 KD 浓缩瓶中, 再用 4 mL 乙腈洗涤小柱, 收集流出液于同一 KD 浓缩瓶中, 将流出液于 45°C 旋蒸至小于 1 mL, 用乙腈定容至 1 mL, 超声振荡 5 min, 加入 1 mL 5 mmol/L 乙酸铵溶液, 超声振荡 1 min, 经 0.22 μm 尼龙针式过滤器过滤, 待检测。

以上操作可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

## 实验条件

### 色谱条件

色谱柱: Venusil MP C18, 3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm

流动相: A 相-0.1% 甲酸水溶液 (V/V), B 相-乙腈

柱温: 30°C

进样量: 5 μL

梯度洗脱条件(见表 1)

表 1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间(min)	流速(mL/min)	A%	B%
0.0	0.3	60	40
1.0	0.3	60	40
2.0	0.3	10	90
6.0	0.3	10	90
6.1	0.3	60	40
10.0	0.3	60	40

### 质谱条件

离子源: ESI+; 电喷雾电压: 5500 V; 雾化气压力: 50 psi; 气帘气压力: 25 psi; 辅助气压力: 50 psi; 离子源温度: 500°C; 采集方式: 多反应监测(MRM)。

表 2. 孔雀石绿质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
孔雀石绿	329.1	313.2	95.1	49.7
		208.2	95.1	46.9
隐色孔雀石绿	331.1	239.3	105.1	42.0
		316.3	105.1	30.5
结晶紫	372.4	251.4	112.1	53.4
		358.4	112.1	47.3
隐色结晶紫	374.2	239.2	114.8	40.2
		318.2	114.8	49.1
D5-孔雀石绿	334.0	318.2	97.0	53.1

## 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

		213.3	97.0	48.9
D6-隐色孔雀石绿	337.4	240.2	107.4	40.8
		322.4	107.4	31.5

注：“下划线”为定量离子。

## 结果与讨论

由表 3 可知, 使用 Cleanert® Alumina-N 固相萃取小柱处理鱼肉基质, 并结合 LC-MS/MS 检测鱼肉中的孔雀石绿与结晶紫, 加标回收率在 90% ~ 115% 之间, 且变异系数小于 10%, 能够满足检测要求。由图 1 可知, 用 Venusil MPC18 色谱柱分离孔雀石绿与结晶紫, 分离效果良好。

表 3. 鱼肉中孔雀石绿与结晶紫加标回收实验结果(添加水平 2.5 µg/kg)

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	CV/%
孔雀石绿	1.65	90.3	4.4
隐色孔雀石绿	4.17	98.1	1.8
结晶紫	3.87	113.7	2.7
隐色结晶紫	1.46	97.0	1.5

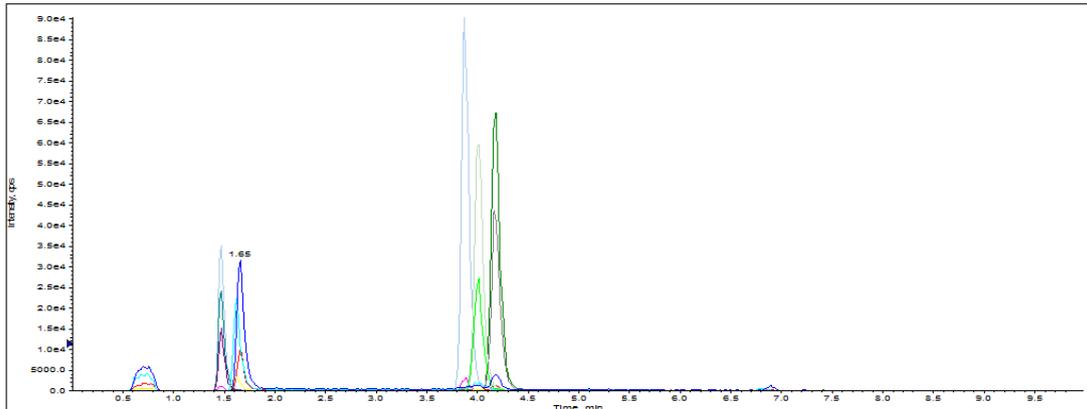


图 1. 0.01 µg/mL 孔雀石绿结晶紫混合标准溶液色谱图

## 结论

本实验建立了鱼肉中孔雀石绿与结晶紫的前处理方法, 并结合 LC-MS/MS 对样品进行了检测。结果表明, 对于加标量为 2.5 µg/kg 的鱼肉样品, 加标回收率在 90% ~ 115% 之间, 且变异系数小于 10%, 满足检测要求。说明该方法适用于鱼肉中孔雀石绿与结晶紫的检测。

## 相关标准品

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7301	孔雀石绿	Malachite green	2437-29-8
1ST7303	隐色孔雀石绿	Leucomalachite green	129-73-7
1ST7307	结晶紫	Crystal Violet	548-62-9
1ST7308	隐色结晶紫	Leucocrystal Violet	603-48-5

### 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
AL0003-N	Cleanert® Alumina-N	1000 mg/3 mL	30 支/包
SPE-40	卓睿全自动固相萃取仪	4 通道, 24 位	1 台
VA930503-0	Venusil MP C18	3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
NV15-G	氮吹仪	15 位	1 台
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS021320	尼龙针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## (GB/T 19857-2005) 《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定》标准

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：MF10013

### 样品前处理方法

参照 GB/T 19857-2005，试样中的残留物用乙腈—乙酸铵缓冲溶液进行提取，乙腈再次提取后，液液分配到二氯甲烷层，经 Cleanert® Alumina-N(P/N: AL0006-N) 和 Cleanert® PCX(P/N: CX0603) SPE 柱净化后，用液相色谱串联质谱进行测定，内标法定量。

### 色谱条件

色谱柱：Venusil® MP C18, 2.1×100 mm, 3 μm(P/N: VA931002-0)

柱温：40 °C

进样量：10 μL

流速：0.3 mL/min

流动相：A：5 mM 乙酸铵水溶液；B：乙腈溶液梯度洗脱

### 质谱条件

离子源：具备电喷雾接口的 Turbo V™离子源

极性：正离子模式，离子源相关参数如下：

CUR: 40.00; TEM: 600.00

GS1: 60.00; GS2: 60.00

IS: 5500.00

检测物及其同位素内标离子对信息如下：

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



化合物	Q1	Q3
孔雀石绿	329.3	313.2
	329.3	208
	329.3	285.2
隐色孔雀石绿	331.3	239.1
	331.3	315.3
	331.3	209.2
结晶紫	371.9	356.1
	371.9	251.3
	371.9	328.4
隐性结晶紫	374.3	358.3
	374.3	253.3
	374.3	239.3
氘代孔雀石绿	334.3	318.2
氘代隐色孔雀石绿	337.3	321.3
氘代结晶紫	378	362.3
氘代隐性结晶紫	380.3	364.3

## 方法优势

化合物母离子和子离子信息、碰撞能量等关键质谱参数、液相条件——快速建立方法，极大地减少客户摸索条件的难度；方法可随检测项目增加或减少检测化合物——贴合客户的检测项目；多种可选报告模板——方便用户提供多种格式的报告。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

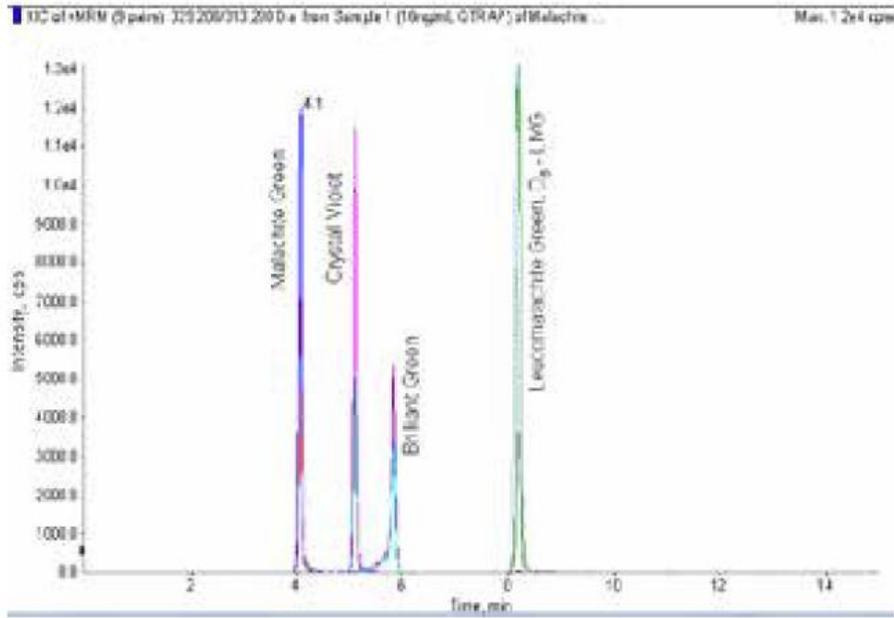
邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



## 总结

上述方法可完全适用于 GB/T 19857-2005《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定》，该法适合 Sciex 公司 Triple Quad3200 系列、3500 系列、4000 系列、4500 系列、API 5000、5500 系列以及 6500 系列的 LC/MS/MS 系统。灵敏度高，重现性好，适用于各相关实验室进行该类物质的日常分析。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7301	孔雀石绿	Malachite green	2437-29-8
1ST7303	隐色孔雀石绿	Leucomalachite green	129-73-7
1ST7307	结晶紫	Crystal Violet	548-62-9
1ST7308	隐色结晶紫	Leucocrystal Violet	603-48-5
1ST7303D5	氘代隐色孔雀石绿	Leucomalachite green D5	947601-82-3
1ST7307D6	氘代结晶紫	Crystal VioletD6	

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物的分析方法

**案例来源:** 博纳艾捷尔; 应用编号: AF10147

### 应用简介

本实验建立了鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物残留的前处理方法, 采用 Cleanert® C18 小柱结合液相色谱串联质谱 (LC-MS/MS) 对鱼肉中的 5 种硝基咪唑类药物进行了测定。样品经甲醇: 丙酮=3:1 (V/V) 溶液提取, 再经饱和氯化钠和乙酸乙酯液液萃取, Cleanert® C18 小柱净化, 以 5 mmol/L 乙酸铵和甲醇为流动相进行梯度洗脱, LC-MS/MS 进行检测, 外标法定量。结果表明, 当加标量为 1.0 µg/kg 时, 回收率在 90% ~ 110% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

硝基咪唑类(nitroimidazoles)药物具有抗原虫和抗厌氧菌活性, 临床上主要用于治疗畜禽的厌氧菌感染和防治各种原虫病。体内外毒理试验证实, 硝基咪唑类药物具有致畸、致突变和致癌作用。因此我国农业部规定禁止甲硝唑、地美硝唑作为饲料添加剂用于食品动物, 禁止洛硝达唑用于所有食品动物的任何用途。

本文通过对前处理方法的优化, 建立了鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物同时测定的分析方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCEIX API 4000+液相色谱串联质谱仪。

##### 试剂材料

甲醇、丙酮、正己烷、乙酸乙酯、乙酸铵均为色谱纯; 氯化钠为分析纯; 实验用水为超纯水; 5 种硝基咪唑类药物混合标准工作溶液: 羟甲基咪唑、2-甲硝咪唑、甲硝唑、洛硝达唑、羟基二甲硝咪唑; 甲醇溶解; Cleanert® C18 固相萃取小柱: 1000 mg/6 mL。

#### 样品制备

##### 样品提取

称取均质好的鱼肉样品 20 g 置于 250 mL 具塞锥形瓶中, 加入 10 g 硅藻土与样品充分混匀, 再依次加入 5 mL 饱和氯化钠溶液水溶液和 70 mL 甲醇: 丙酮=3:1 (V/V), 高速均质 3 min。将提取液转移至离心管中, 于 10000 r/min 条件下离心 5 min, 将上清液转移至 250 mL 浓缩瓶中, 剩余残渣用甲醇: 丙酮=3:1 (V/V) 重复提取两次, 合并提取液。将提取液用 40°C 旋蒸至只剩余水相, 转移至分液漏斗中, 加入 50 mL 饱和氯化钠和 25 mL 乙酸乙酯, 振摇 3 min, 静置分层, 收集乙酸乙酯相, 水相再用 20 mL 乙酸乙酯重复提取 2 次, 合并乙酸乙酯相。再经约 3 g 的无水硫酸钠脱水, 收集于浓缩瓶中, 40°C 旋蒸至近干, 加入 5 mL

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

甲醇溶解残渣，并用 0.45  $\mu\text{m}$  Nylon 针式过滤器过滤，待净化。

### 样品净化

将 Cleanert® C18 小柱用 5 mL 甲醇活化平衡，将上述待净化液全部上样于小柱上，收集流出液，再用 10 mL 甲醇洗脱小柱，收集流出液，合并两次流出液，于 45°C 下旋转蒸发至干，用流动相定容至 1 mL，待检测。基质混合标准工作溶液取高浓度硝基咪唑混合标准溶液，用空白样品基质溶液稀释成 0.02  $\mu\text{g/mL}$  的基质混合标准工作溶液。

### 实验条件

#### 色谱条件

色谱柱：Venusil MP C18, 3  $\mu\text{m}$ , 100  $\text{\AA}$ , 3.0  $\times$  50 mm

流动相：A 相-5 mmol 乙酸铵溶液，B 相-甲醇

柱温：30°C

进样量：5  $\mu\text{L}$

梯度洗脱条件(见表 1)

表 1. 液相色谱梯度洗脱条件

时间(min)	流速(mL/min)	A%	B%
0.0	0.3	95	5
1.0	0.3	95	5
3.5	0.3	10	90
6.0	0.3	10	90
6.1	0.3	95	5
10.0	0.3	95	5

#### 质谱条件

离子源：ESI+；电喷雾电压：5500 V；雾化气压力：50 psi；气帘气压力：25 psi；辅助气压力：50 psi；离子源温度：500°C；采集方式：多反应监测(MRM)。

表 2. 5 种硝基咪唑类药物质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
羟甲基咪唑	187.7	126.2	64.0	25.0
		123.3	64.0	18.0
2-甲硝咪唑	128.2	82.2	88.8	24.7
		111.2	88.8	23.6
甲硝唑	172.0	128.2	63.0	21.2
		82.2	63.0	36.7
洛硝达唑	201.4	140.2	80.0	17.0
		145.0	80.0	35.0

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

羟基二甲硝咪唑	157.8	140.2	50.0	17.0
		55.1	50.0	27.0

注：“下划线”为定量离子。

## 结果与讨论

由表 3 可知，采用 SPE 结合 LC-MS/MS 的方法检测鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物，加标回收率在 90% ~ 110% 之间，且变异系数小于 10%，能够满足检测要求。从图 1 来看，用 Venusil MP C18 色谱柱分离 5 种硝基咪唑类药物，分离效果良好。

表 4. 鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物加标回收实验结果(添加水平 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	RSD/%
羟甲基咪唑	3.19	108.0	4.0
2-甲硝咪唑	5.14	102.3	6.6
甲硝唑	5.14	104.4	5.0
洛硝达唑	4.99	100.3	5.5
羟基二甲硝咪唑	4.48	92.0	2.7

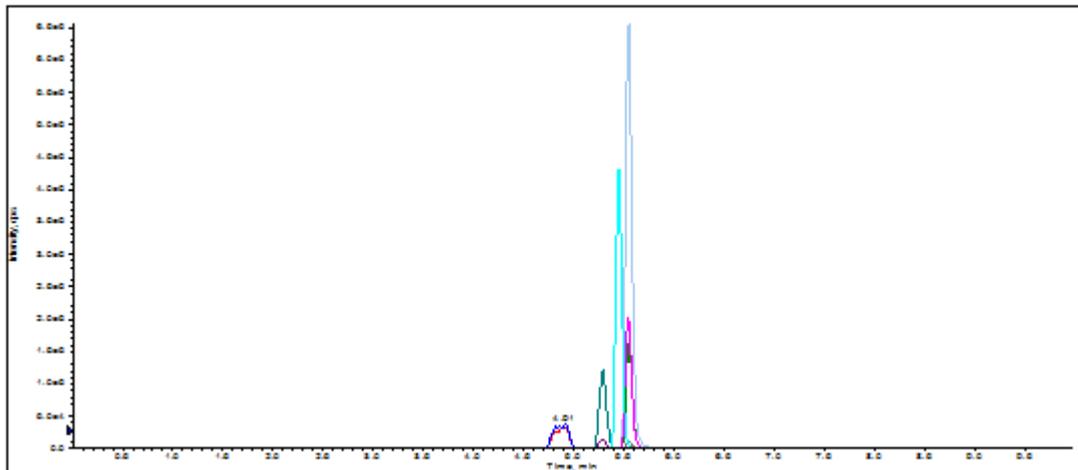


图 1. 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  5 种硝基咪唑类药物混合标准溶液色谱图

## 结论

本实验建立了鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物的前处理方法，并结合 LC-MS/MS 对样品进行了检测。结果表明，对于加标量为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的鱼肉样品，加标回收率在 90% ~ 110% 之间，满足检测要求，且变异系数小于 10%，稳定性良好。说明该方法适用于鱼肉中 5 种硝基咪唑类药物的同时检测。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST21360	羟甲基咪唑	2-hydroxymethyl-imidazole	3724-26-3
1ST5525	二甲硝咪唑;地美硝唑	Dimetridazole	551-92-8
1ST5554	甲硝唑	Metronidazole	443-48-1
1ST5568	洛硝达唑(罗硝唑)	Ronidazole	7681-76-7
1ST5539	羟基二甲硝咪唑	HMMNI	936-05-0

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
S180006	Cleanert® S C18	1000 mg/6 mL	30 支/包
SPE-40	卓睿全自动固相萃取仪	4 通道, 24 位	1 台
VA930503-0	Venusil MP C18	3 μm, 100 Å, 3.0 × 50 mm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
NV15-G	氮吹仪	15 位	1 台
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS021320	尼龙针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## 牛奶中甲砒霉素的分析方法

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用简介: AF10121

本实验重现了 GB 29689-2013, 样品经乙酸乙酯提取, Cleanert AQ C18 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18 (L) 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 水和乙腈为流动相进行洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 甲砒霉素添加量为 2.0 mg/kg 时, 回收率在 90% ~ 100% 之间, 能够满足检测要求。

### 前言

服用甲砒霉素可发生腹痛、腹泻、恶心、呕吐等消化道反应, 其发生率在 10% 以下; 偶见皮疹等过敏反应; 早产儿及新生儿中尚未发现有灰婴综合征者。仅有个例报道有出现短暂性皮肤和面色苍白; 本品亦可引起造血系统的毒性反应, 主要表现为可逆性的红细胞生成抑制; 白细胞和血小板减少; 发生再生障碍性贫血者罕见。

因此通过有效的实验技术手段, 对牛奶中的有关甲砒霉素残留进行监控, 以确保消费者对牛奶消费的安全具有重要意义。

本实验通过优化前处理方法建立了甲砒霉素在牛奶中的高效液相色谱的检测方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪 (紫外检测器);  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

##### 试剂材料

乙酸乙酯、乙腈、正己烷为色谱纯; 实验用水为超纯水; 甲砒霉素标准品 (纯度 99%); 一次性无菌注射器; PTFE-Q 针式过滤器 (0.45 μm, 直径 13 mm); Cleanert AQ C18 固相萃取柱: 500 mg/3 mL; Cleanert PEP 固相萃取柱: 200 mg/6 mL。

#### 样品制备

##### 样品提取

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

##### 样品净化

先将小柱分别用 5 mL 乙腈, 5 mL 水溶液活化平衡, 然后将待净化液过柱, 弃去全部流出液并挤干, 最后用 5 mL 乙腈洗脱。收集洗脱液于 45°C 氮气吹干, 用 1 mL 水溶解残留物, 过 0.45 μm PTFE-Q 针式过滤器后待测。以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 实验条件

### 液相条件

色谱柱: Venusil XBP C18 (L), 5  $\mu\text{m}$ , 150  $\text{\AA}$ , 4.6  $\times$  250 mm

流动相: 乙腈 : 水 = 20 : 80

柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$

进样量: 20  $\mu\text{L}$

检测波长: 225 nm

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 1 可知, 采用固相萃取结合液相色谱法检测甲砒霉素, 两款小柱加标回收率均在 90% 以上, 能够满足标准要求, 并且 Cleanert PEP 效果更佳。

表 1 牛奶中甲砒霉素加标回收实验结果

净化柱名称	添加水平/(mg/kg)	平均回收率/%	CV/%
Cleanert AQ C18	2.0	95.7	2.6
Cleanert PEP	2.0	97.8	1.3

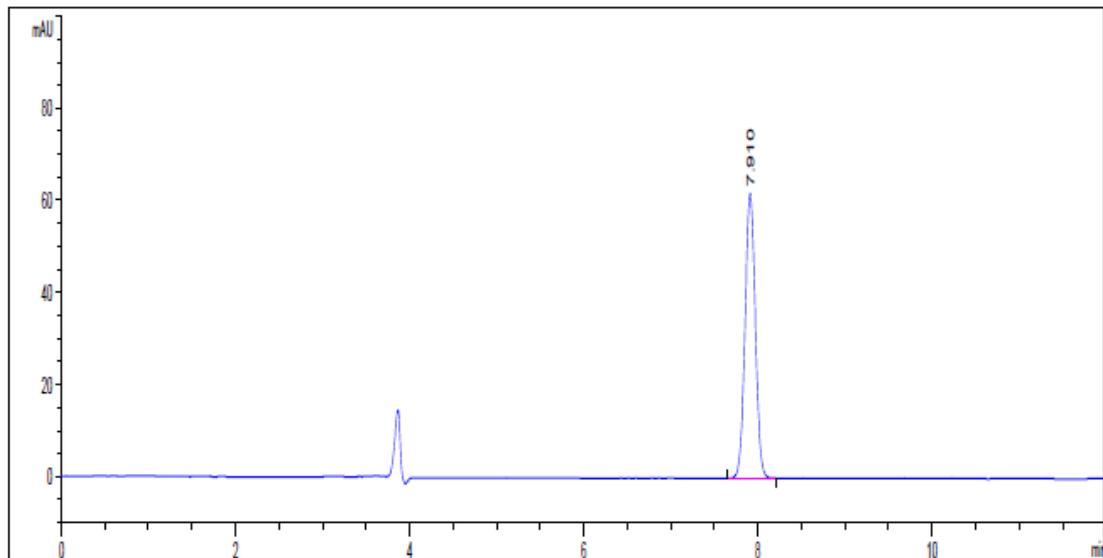


图1. 0.01 mg/mL甲砒霉素标准溶液液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

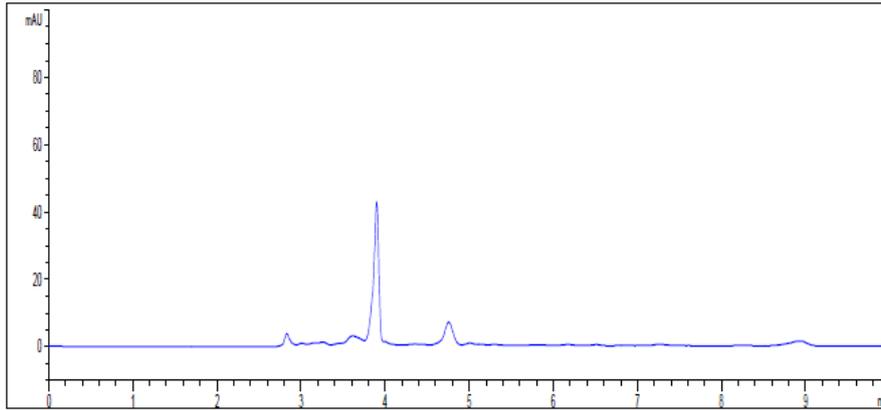


图2. Cleanert AQ C18牛奶基质空白液相色谱图

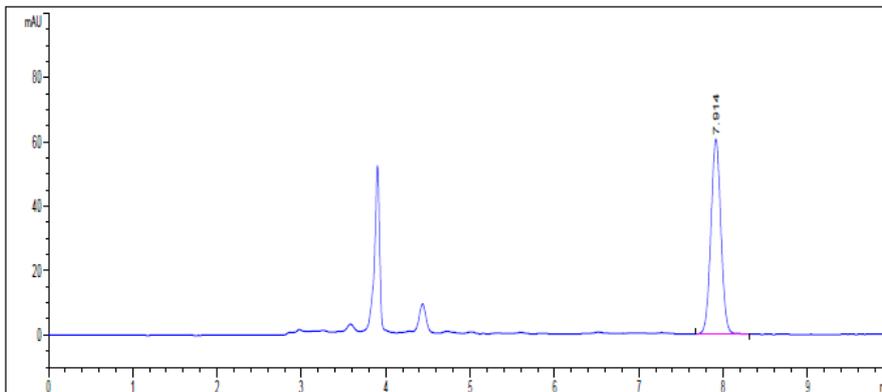


图3. Cleanert AQ C18 2.0mg/kg牛奶基质加标液相色谱图

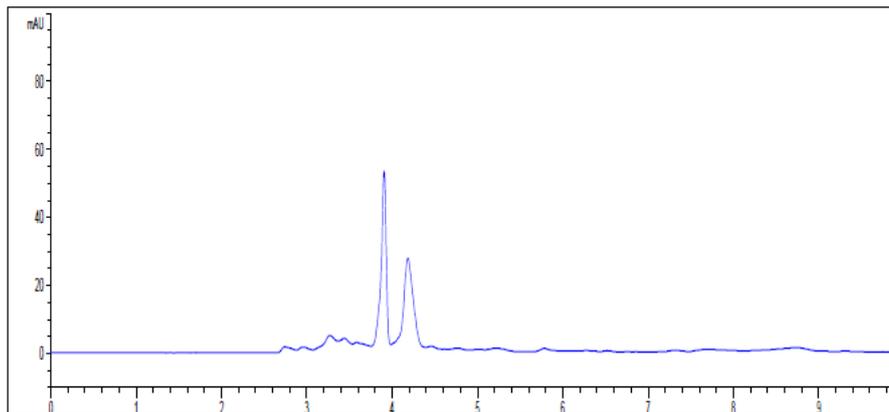


图4. Cleanert PEP牛奶基质空白液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

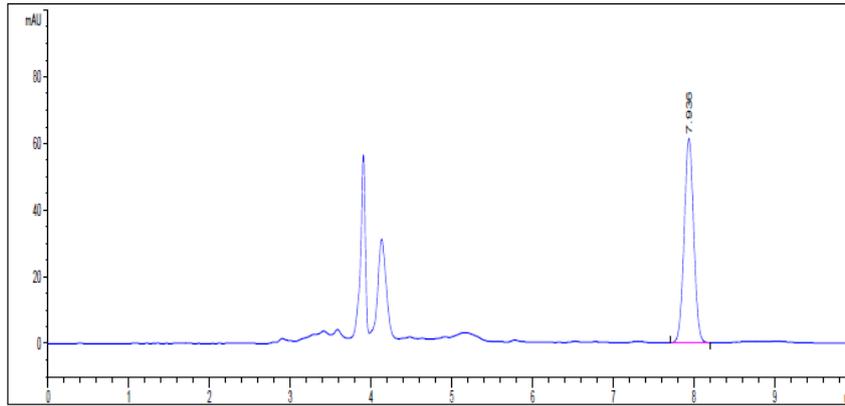


图5. Cleanert PEP 2.0mg/kg牛奶基质加标液相色谱图

## 结论

本实验依据 GB 29689-2013 建立了牛奶中甲砒霉素残留量的检测方法，并结合高效液相色谱对牛奶中甲砒霉素残留物的含量进行了测定。对于加标量为 2.0 mg/kg 的牛奶样品，回收率在 90% ~ 100%之间，两款小柱均符合实验要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7002	甲砒霉素 (TAP)	Thiamphenicol	15318-45-3

## 附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil XBP C18 (L)	5 $\mu$ m, 150 $\text{\AA}$ , 4.6 $\times$ 250 mm	1 支
S185003-AQ	Cleanert AQ C18	500 mg/3 mL	50 支/包
PE2006	Cleanert PEP	200 mg/6 mL	30 支/包
SPE-40	Qdaura® 卓睿全自动固相萃取系统	4 通道	1 台
NV15-M	15 位氮吹仪	15 位	1 台
SH-100	保护柱套	适用于 4.6 $\times$ 10 mm 和 2.1 $\times$ 10 mm	1 支
VX950105-LS	直联式保护柱芯	5 $\mu$ m, 150 $\text{\AA}$ ; 4.6 $\times$ 10 mm	4 支/包
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 $\times$ 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS081345	针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.45 $\mu$ m	200 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## (SN/T 2624-2010)猪肉中齐帕特罗残留量的测定

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10090

### 应用简介

本实验以 SN/T 2624-2010 为依据, 采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱(SPE-LC/MS/MS) 的方法, 在多反应监测(MRM)模式下建立了猪肉中齐帕特罗的检测方法。样品中的齐帕特罗经乙腈、异丙醇和柠檬酸缓冲液的混合溶液提取, Cleanert® PEP-2 串联 Cleanert® PCX 固相萃取柱净化, Venusil® MPC18 色谱柱(2.1 × 50 mm, 3 μm, 100 Å) 分离, 0.1%甲酸水:0.1%甲酸乙腈(95:5, V/V)为流动相进行等度洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 齐帕特罗添加量为 4.0 μg/kg 时, 回收率在 90% ~ 110%之间, 能够满足检测要求。

齐帕特罗(zilpaterol)属于 β2-肾上腺素受体激动剂, 是一种与克伦特罗(俗称瘦肉精)、莱克多巴胺、沙丁胺醇等具有同样生理效应的生长促进剂, 属于违禁药物。但其化学结构却与常见的 β-兴奋剂不同,其毒性也是莱克多巴胺的 15 倍。然而, 随着相关兽药监管部门对克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇等常见 β-兴奋剂打击力度的增大和相关检测技术的日趋成熟, 齐帕特罗极有可能被不法分子利用, 成为食品安全的潜在杀手。SN/T 2624-2010《动物源性食品中多种碱性药物残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法》规定受体激动剂最低检测限为 0.5 μg/kg。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

AB SCIEX API 4000+液相质谱联用仪

##### 试剂材料

甲醇、氨水、乙腈、甲酸均为色谱纯; 实验用水为超纯水; 柠檬酸为分析纯;

齐帕特罗标准品(纯度大于 98%), 甲醇溶解并稀释;

柠檬酸缓冲液: 称取 10.5 g 溶解于 500 mL 水中, 用氨水调节 pH 至 2.5;

甲醇-氨水(95/5, V/V);

水-甲醇(95/5, v/v);

0.1%甲酸水-甲醇溶液(95/5, v/v);

一次性无菌注射器; 尼龙针式过滤器(0.22 μm, 直径 13 mm);

Cleanert® PEP-2 固相萃取柱: 60 mg/3 mL;

Cleanert® PCX 固相萃取柱: 60 mg/3 mL

#### 样品制备

##### 样品提取

准确称取 5 g 均质猪肉试样于 50 mL 离心管中, 加入 30 mL 乙腈, 2 mL 异丙醇和 10 mL 柠檬酸缓冲液, 涡旋混合提取 3 min, 8000 r/min 离心 3 min, 上清液转移至 250 mL 梨心

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



瓶中。重复上述提取操作，合并提取液，加入 6 mL 异丙醇后，在 40°C 旋蒸浓缩至 5 mL 左右，转移浓缩液至 50 mL 离心管中，并用 5 mL 柠檬酸缓冲液润洗梨心瓶，合并洗液，8000 r/min 离心 10 min，取清液待净化。

### 样品净化

取 PEP-2 (60 mg/3 mL) 和 PCX (60 mg/3 mL)，用转接头按从上到下的顺序串联好，依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水、3 mL 柠檬酸缓冲液活化小柱，待净化液以 0.5 mL/min 流速全部过柱，再依次用 3 mL 柠檬酸缓冲液、3 mL 水、3 mL 水-甲醇(95/5,V/V)淋洗小柱，抽干 5 min，最后依次用 4 mL 甲醇、6 mL 甲醇-氨水(95/5,V/V)洗脱小柱，合并收集洗脱液，40°C 氮气浓缩至干，加入 1.0 mL 0.1% 甲酸水-甲醇溶液(95/5,V/V)振荡溶解残渣，过 0.22 μm 尼龙针筒过滤器，待测。

注：上述操作步骤可在 Qdaura®卓睿全自动固相萃取仪上完成。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱：Venusil® MP C18, 2.1 × 50 mm, 3 μm, 100 Å;

流动相：A 相-0.1% 甲酸水溶液，B 相-0.1% 甲酸乙腈；

柱温：30°C；

进样量：10 μL；

流速：300 μL/min；

等度洗脱：0~10 min, A : B = 95 : 5 (V/V)。

#### 质谱条件

离子源：电喷雾离子源；

扫描方式：正离子扫描；

电喷雾电压：4500 V；

雾化气压力：40 psi；

气帘气压力：15 psi；

辅助气压力：40 psi；

离子源温度：400°C；

采集方式：多反应监测(MRM)；

Q1、Q3 均为单位分辨率；

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 2 可知，采用固相萃取结合液相色谱-串联质谱法检测齐帕特罗加标回收率在 90% ~ 110% 之间，RSD 值小于 14%，能够满足检测要求。由图 1 和图 2 可看出经 Cleanert® PEP-2 串联 Cleanert® PCX 固相萃取柱净化，采用 Venusil® MP C18 色谱柱检测得到的齐帕特罗峰形良好，且保留时间稳定。

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

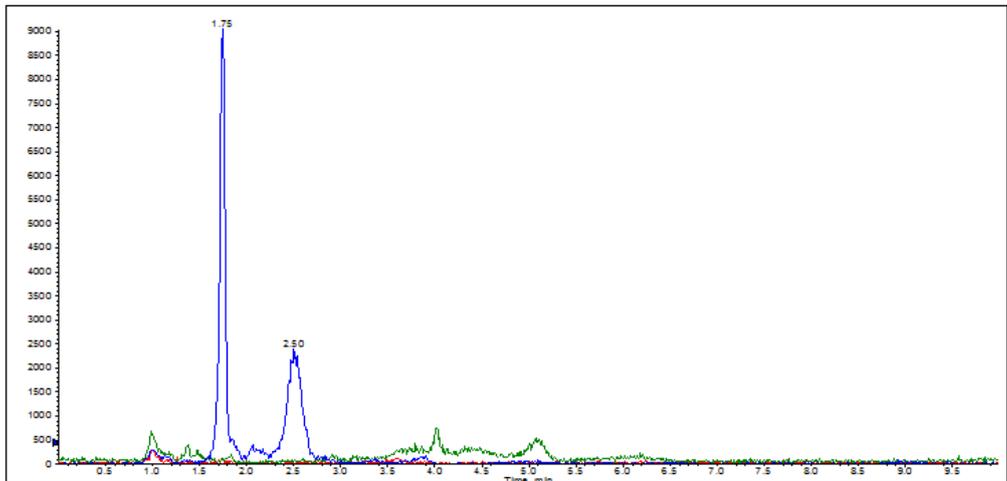


图1. 空白样品LC-MS/MS谱图

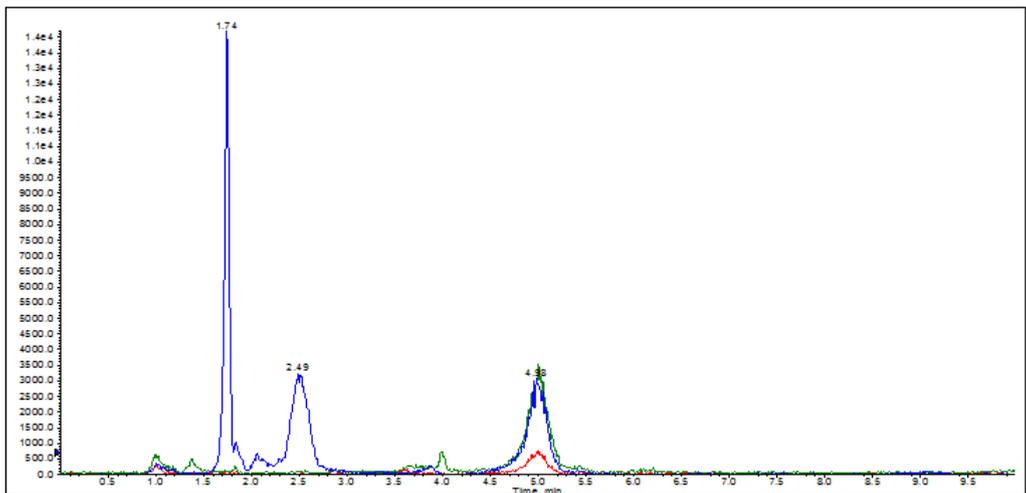


图2. 4.0 µg/kg样品加标LC-MS/MS谱图

## 结论

本实验建立了齐帕特罗残留量的 LC-MS/MS 检测方法，并结合固相萃取技术对猪肉中齐帕特罗的含量进行了测定。对于加标量为 4.0 µg/kg 的样品进行了检测，回收率在 90% ~ 110%，符合国标要求，固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好，说明本方法能够用于检测动物源性食品中齐帕特罗的残留量。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1326	齐帕特罗	Zilpaterol	119520-05-7

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

# 动物性食品中噻苯达唑、氟苯达唑及其标示残留物残留量的测定

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10070

## 应用简介

本实验重现了动物性食品中噻苯达唑、氟苯达唑及其标示残留物残留量检测的待颁布农业部标准, 样品经乙腈提取, Cleanert PCX 固相萃取柱净化, Venusil MP C18 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 100Å) 分离, 0.02 mol/L 乙酸铵溶液和乙腈为流动相进行梯度洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 氟苯达唑、噻苯达唑及其标示残留物添加量为 0.02 mg/kg、0.1 mg/kg 时, 回收率在 60% ~ 110% 之间, 能够满足检测要求。

## 前言

氟苯达唑、噻苯达唑属于苯并咪唑类驱虫药, 对牛、羊的肝片吸虫、大片形吸虫及前后盘吸虫均有良好的杀灭效果, 且毒性较小。已开始广泛应用于畜牧业养殖中。噻苯达唑对大部分胃肠道蠕虫, 尤其是成虫及特定的幼虫有很好地驱虫效果; 氟苯达唑属于抗蠕虫药, 具有广谱、高效等特点。但是, 氟苯达唑和噻苯达唑的广泛使用会对人类身体健康造成危害, 所以要对氟苯达唑和噻苯达唑残留量进行检测, 以确保人类对动物性食品消费的安全。

## 实验部分

### 仪器、试剂与材料

#### 主要仪器设备

Agilent 1100 高效液相色谱仪;  
博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置;  
博纳艾杰尔卓睿全自动固相萃取仪。

#### 试剂材料

甲醇、乙腈、异辛烷、正丙醇、乙醇均为色谱纯;  
实验用水为超纯水; 乙酸铵、碳酸钠、氨水、甲酸、盐酸均为分析纯;  
噻苯达唑、氟苯达唑及其标示残留物混合标准品 (纯度 99%);  
0.1 mol/L 盐酸溶液: 量取浓盐酸 0.9 mL, 加水溶解并稀释至 100 mL, 混匀;  
30% 酸化乙醇溶液: 量取 0.1 mol/L 盐酸溶液 30 mL, 用乙醇溶解并稀释至 100 mL, 混匀;  
2% 碳酸钠溶液: 称取碳酸钠 2 g, 加水溶解并稀释至 100 mL, 混匀;  
2% 甲酸水溶液: 量取甲酸 2 mL, 加水溶解并稀释至 100 mL, 摇匀;  
5% 氯化甲醇溶液: 量取氨水 5 mL, 加甲醇溶解并稀释至 100 mL, 摇匀;  
0.02 mol/L 乙酸铵溶液: 称取乙酸铵 1.54 g, 用水溶解并稀释至 1000 mL。  
一次性无菌注射器; 针式过滤器(0.45 μm, 直径 13 mm);

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室  
邮编: 300457  
电话: (0086) 22-6537-8550  
QQ: 2850791073  
邮箱: sales@altascientific.com  
网址: www.altascientific.com.cn

Cleanert PCX 固相萃取柱：60 mg/3 mL。

## 样品制备

### 样品提取

猪肉、鸡肉、羊肾：称取 2 g 均质好的样品，置于 50 mL 离心管中，加入 0.5 mL 2% 碳酸钠水溶液，8 mL 乙腈，5 mL 异辛烷，涡旋 1 min，超声提取 10 min，5000 rpm 离心 5 min，取下层清液置于 100 mL 鸡心瓶中，剩余残渣加入 0.5 mL 2% 碳酸钠水溶液，8 mL 乙腈重复提取一次，合并两次下层清液，加 5 mL 正丙醇，50°C 旋蒸至干，用 8 mL 30% 酸化乙醇溶解，作为待净化液。

牛奶：称取 2 g 样品，置于 50 mL 离心管中，加入 0.5 mL 2% 碳酸钠水溶液，8 mL 乙腈，10 mL 异辛烷，涡旋 1 min，超声提取 10 min，8000 rpm 离心 5 min，取下层清液置于 100 mL 鸡心瓶中，剩余残渣加入 0.5 mL 2% 碳酸钠水溶液，8 mL 乙腈重复提取一次，合并两次下层清液，50°C 旋蒸至干，加 5 mL 正丙醇，用 8 mL 30% 酸化乙醇溶解，作为待净化液。

### 样品净化

先将 Cleanert PCX (60 mg/3 mL) 小柱依次用 3 mL 甲醇，3 mL 2% 甲酸水溶液活化平衡；然后将待净化液过柱；用 3 mL 2% 甲酸水溶液和 3 mL 甲醇洗柱，弃去全部流出液，小柱用真空泵抽干；最后用 3 mL 5% 氨化甲醇洗脱。收集洗脱液于 50°C 氮气吹干，用 1 mL 流动相（0.02 mol/L 乙酸铵溶液：乙腈 = 80：20，V/V）溶解残留物，过 0.45 μm 尼龙针式过滤器后待测。其中猪肉、鸡肉加标实验用博纳艾杰尔卓睿全自动固相萃取仪操作，羊肾、牛奶加标实验用 12 位负压 SPE 装置手动操作。

## 实验条件

### 液相条件

色谱柱：Venusil MP C18，5 μm，100 Å，4.6 × 250 mm

流动相：A 相-0.02 mol/L 乙酸铵溶液，B 相-乙腈

柱温：40°C

进样量：20 μL

## 结果与讨论

### 实验结果

由表 2 可知，采用固相萃取结合液相色谱法检测噻苯达唑、氟苯达唑加标回收率在 60% ~ 110% 之间，能够满足标准要求。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

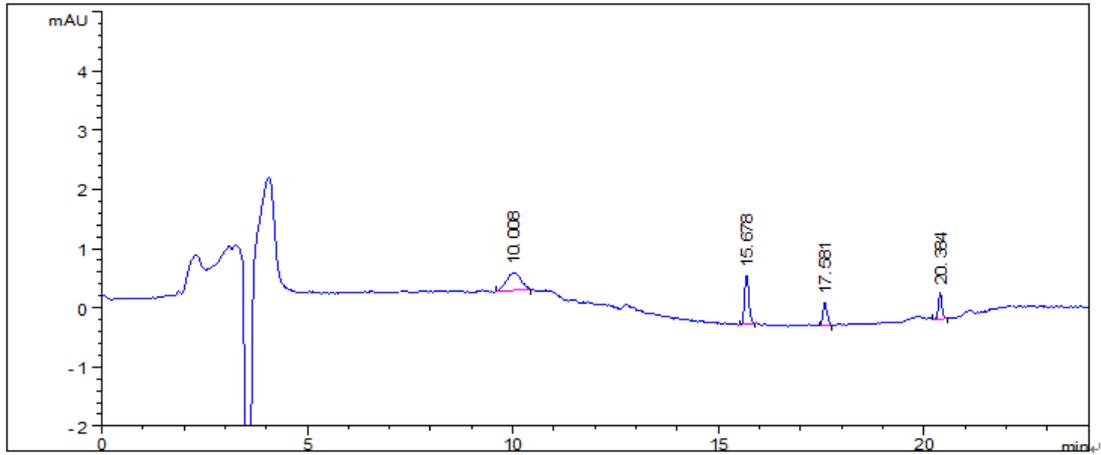


图1. 0.1 µg/mL混合标准溶液液相色谱图

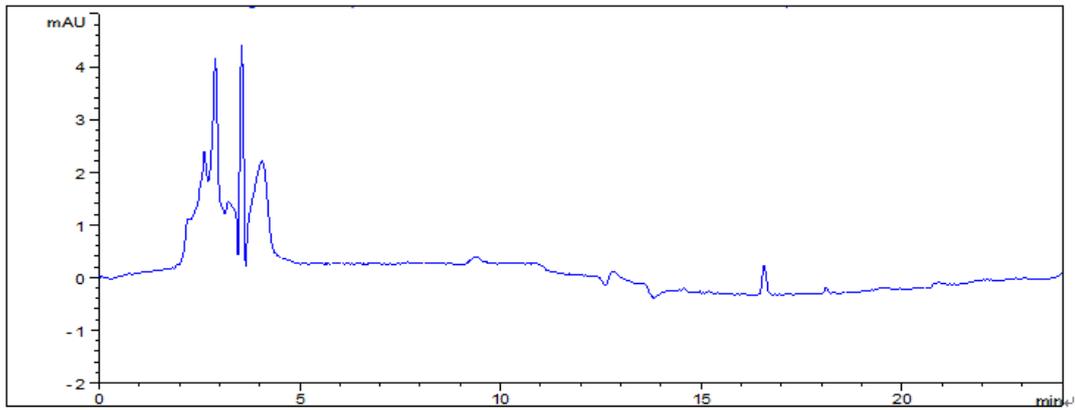


图2. 鸡肉基质空白液相色谱图

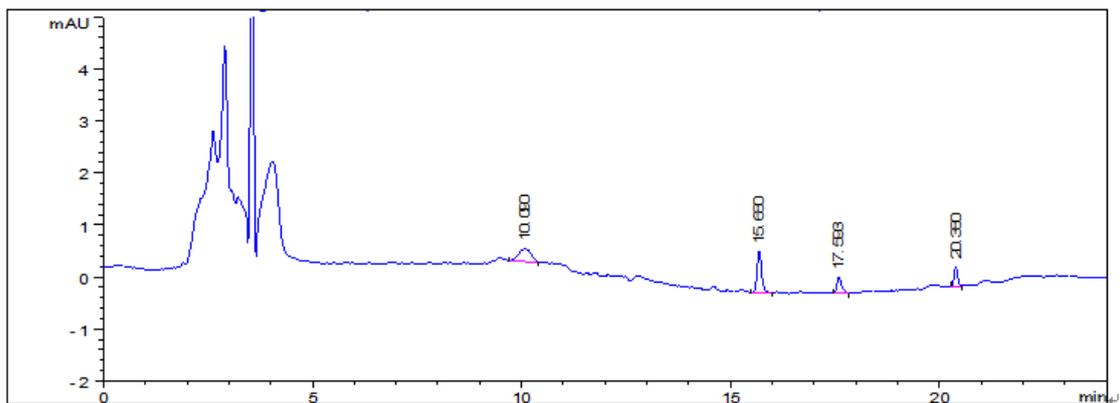


图3. 0.1 mg/kg鸡肉基质加标样品液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

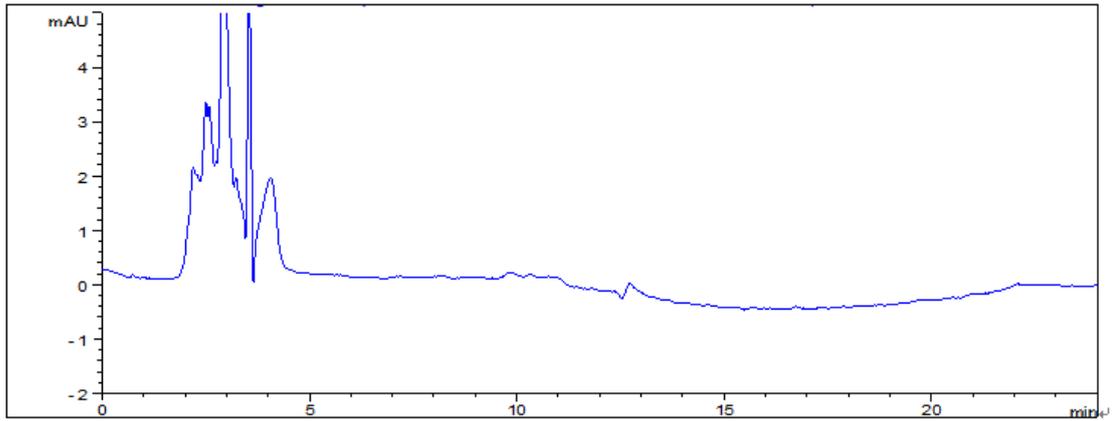


图4. 猪肉基质空白液相色谱图

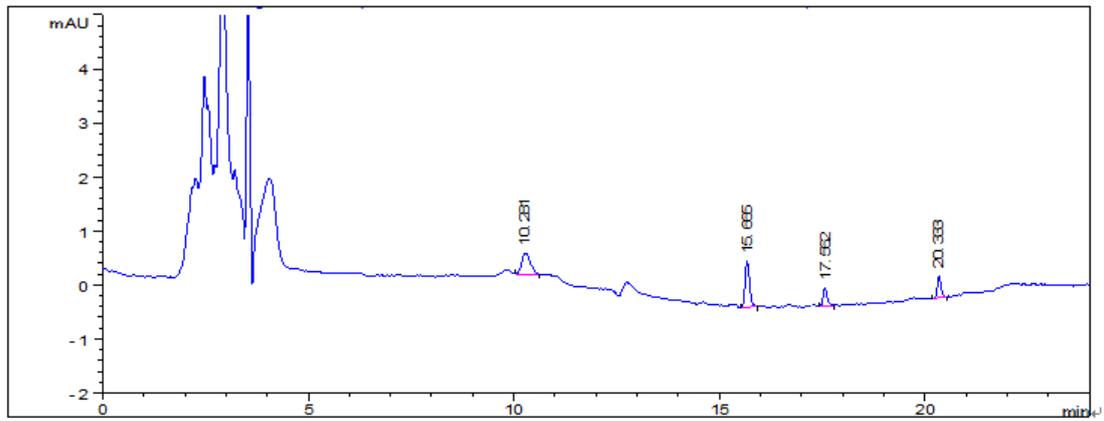


图5. 0.1 mg/kg猪肉基质加标样品液相色谱图

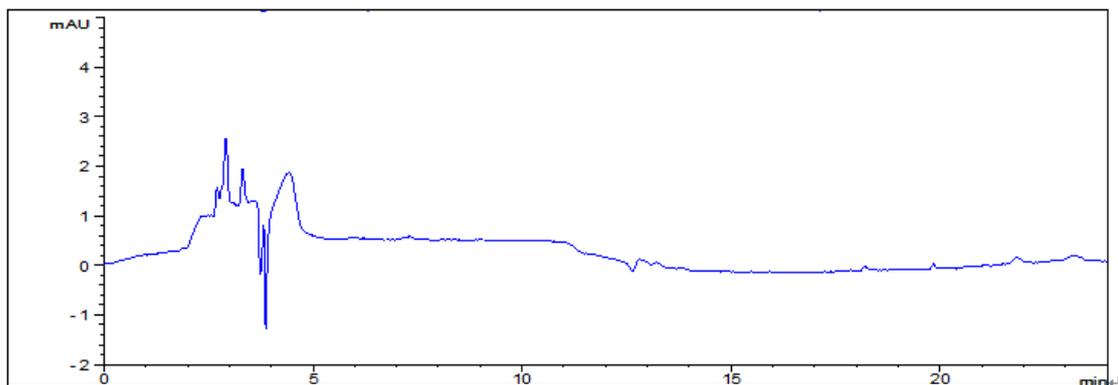


图6. 牛奶基质空白液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

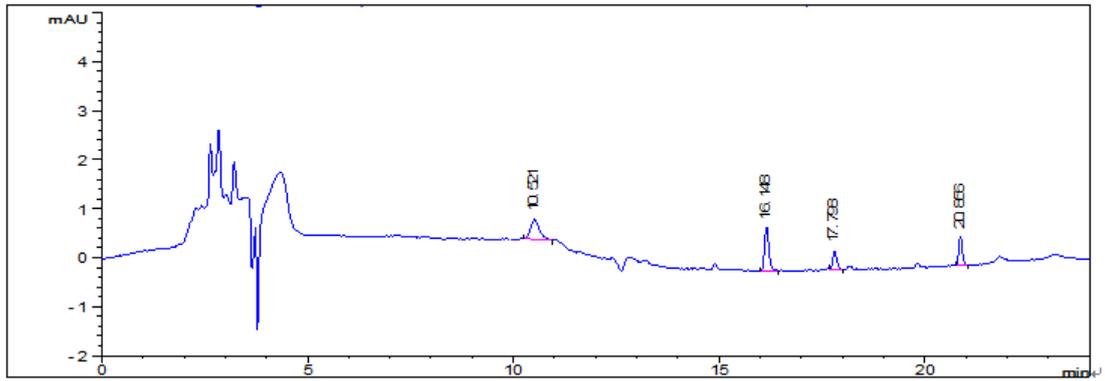


图7. 0.1 mg/kg牛奶基质加标样品液相色谱图

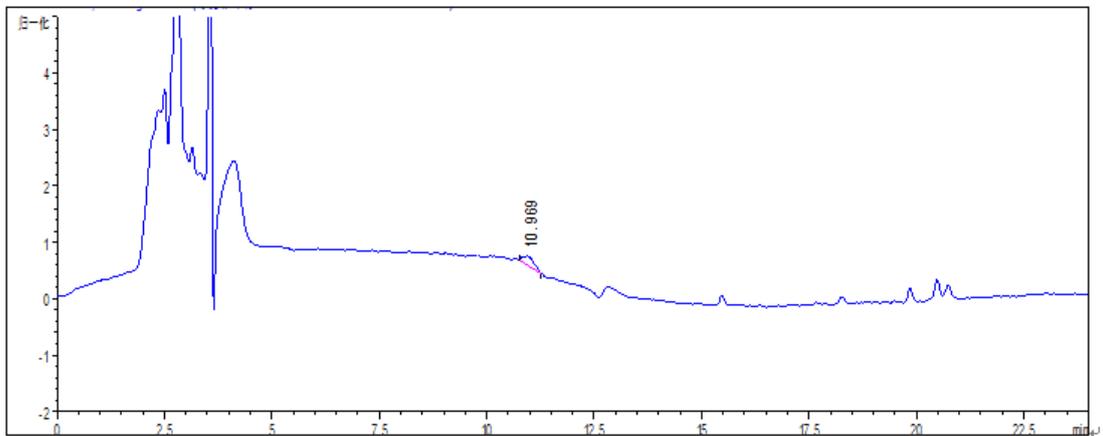


图8. 羊肾基质空白液相色谱图

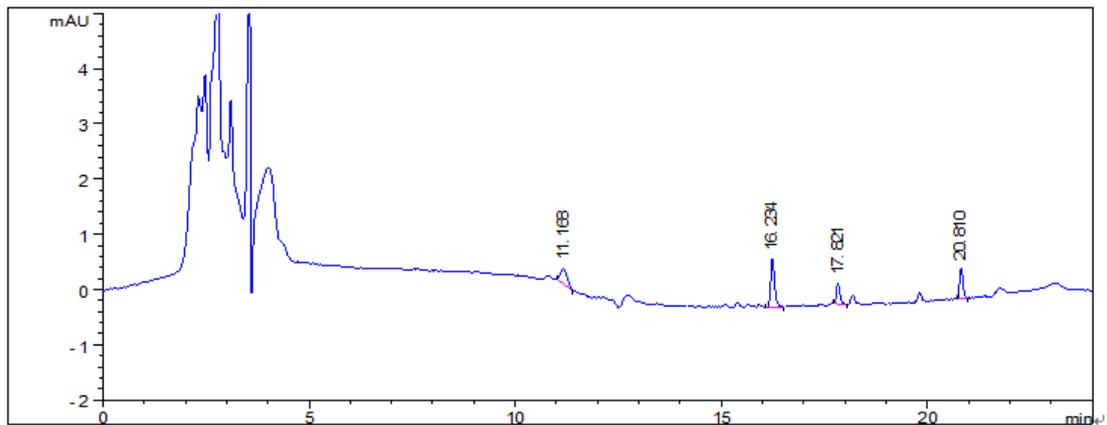


图9. 0.1 mg/kg羊肾基质加标样品液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 结论

本实验重现动物性食品中氟苯达唑、噻苯达唑及标示残留物的残留量检测的农业部标准，并结合高效液相色谱对 4 种基质中氟苯达唑、噻苯达唑及其标示残留物的含量进行了测定。对于加标量为 0.02 mg/kg、0.1 mg/kg 的样品进行了检测，回收率在 60% ~ 110% 之间，符合国标要求。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2522	噻苯达唑	Thiabendazole(TBZ)	148-79-8
1ST5536	氟苯达唑	Flubendazole	31430-15-6

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

## PCX/Silica 用于羊肾中三氯苯唑及代谢物残留量的检测

**案例来源:** 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10075

### 应用简介

本实验以农业部国家标准为依据, 采用固相萃取结合液相色谱 (SPE-HPLC)建立了羊肾中三氯苯唑及三氯苯唑酮的检测方法。样品中的三氯苯唑及三氯苯唑酮经乙腈提取, Cleanert PCX/Silica 固相萃取柱净化, Venusil XBP C18(L)色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm, 150 Å) 分离, 0.02 mol/L 乙酸铵水溶液和乙腈为流动相进行洗脱, 外标法进行定量。结果表明, 三氯苯唑及三氯苯唑酮添加量为 0.05 mg/kg 时, 回收率在 60% ~ 100%之间, 能够满足检测要求。

### 前言

三氯苯唑是兽医临床常用的一种针对肝片吸虫病的特效驱虫药。由于毒副作用、耐药性的产生以及药物滥用, 使得农业部、欧盟和 FAO/WHO 对三氯苯唑的使用和最高残留限量做出了详细的规定。农业部 235 号文件规定了牛、羊组织脂肪组织作为残留残留监控的靶组织之一, 残留标志物为三氯苯唑和三氯苯唑酮的代谢物, 最高残留限量为 100 μg/kg。

近年来由于动物性食品中的兽药残留问题越来越受到关注, 三氯苯唑在牛羊组织中的检测方法也屡见报道。但是, 目前还没有牛羊脂肪组织的相关检测方法的报道。

因此通过有效的实验技术手段, 对动物性食品中的有关药物残留进行监控, 以确保消费者对动物性食品消费的安全具有重要意义。

本实验以之前三氯苯唑在牛羊动物组织中的检测方法为基础, 通过优化前处理方法建立了同时确证定量检测三氯苯唑和三氯苯唑酮两种药物在牛羊脂肪组织的高效液相色谱方法。

### 实验部分

#### 仪器、试剂与材料

##### 主要仪器设备

高效液相色谱仪 (配紫外检测器)

##### 试剂材料

甲醇、异辛烷、乙腈、正丙醇、无水乙醇均为色谱纯; 实验用水为超纯水; 无水硫酸钠、乙酸铵均为分析纯;

三氯苯唑酮标准品 (纯度 99%);

0.1 mol/L 盐酸溶液: 取盐酸 0.9 mL, 加水溶解并稀释至 100 mL;

0.02 mol/L 乙酸铵溶液: 取乙酸铵 1.54 g, 用水溶解并稀释至 1000 mL;

30%酸化乙醇溶液: 量取 0.1 mol/L 盐酸溶液 30 mL, 用乙醇溶解并稀释至 100 mL;

5%氨化甲醇溶液: 量取氨水 5 mL, 用甲醇溶解并稀释至 100 mL, 混匀。

一次性无菌注射器; 针式过滤器(0.45 μm, 直径 13 mm);

Cleanert PCX/Silica 固相萃取柱: 200 mg/3 mL

#### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



## 样品制备

### 样品提取

称取 2.0 g 试料，置于 50 mL 离心管中，加无水硫酸钠 4 ~ 5 g，乙腈 5 mL，异辛烷 10 mL，涡旋混匀，中速震荡 5 min，8000 r/min 离心 5 min，下层清液转入 25 mL 鸡心瓶中，残渣再用乙腈 5 mL，提取一遍，合并两次提取液，加正丙醇 5 mL，于 55°C 水浴下旋转蒸发至干。加 30% 酸化乙醇、4 mL、水 4 mL 溶解，作为待净化液。

### 样品净化

先将 Cleanert PCX/Silica (200 mg/3 mL) 小柱依次用 3 mL 甲醇，3 mL 水，活化平衡；然后将待净化液过柱；用 3 mL 水淋洗小柱，弃去全部流出液，小柱挤干；最后用 3 mL 甲醇，3 mL 5% 氨化甲醇洗脱。收集洗脱液于 55°C 氮气吹干，用 1 mL 流动相溶解残留物，过 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜后，供高效液相色谱仪测定。

### 实验条件

#### 液相条件

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)，5  $\mu\text{m}$ ，150  $\text{\AA}$ ，4.6  $\times$  250 mm

流动相：0.02 mol/L 乙酸铵溶液/乙腈 (40 : 60)，使用前经微孔滤膜过滤

柱温：30°C

进样量：20  $\mu\text{L}$

## 结果与讨论

由表 3 可知，采用固相萃取结合高效液相色谱法检测三氯苯唑酮加标回收率在 60% ~ 100% 之间，RSD 值小于 10%，能够满足检测要求。由图 1 可看出经 Cleanert PCX/Silica 固相萃取柱净化，采用 Venusil XBP C18(L) 色谱柱检测得到的三氯苯唑酮峰形良好，且保留时间稳定。

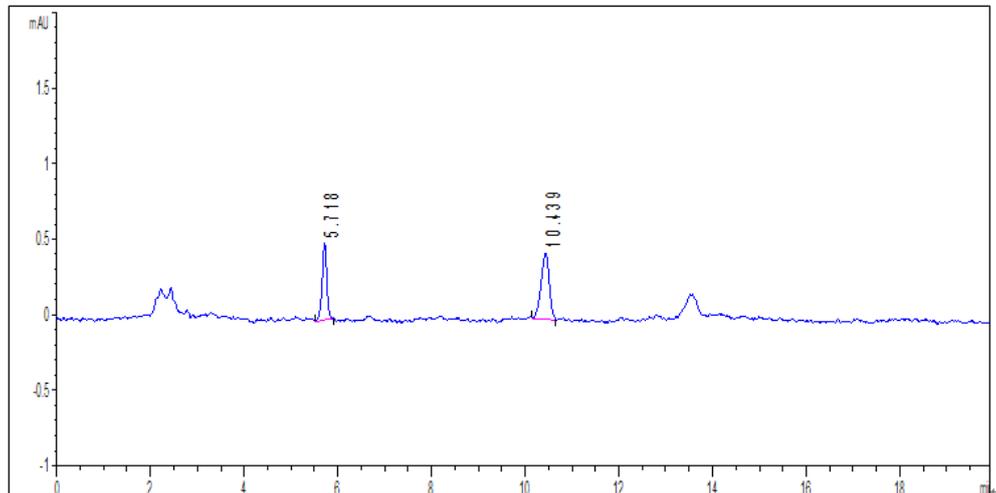


图1. 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  混合标准溶液液相色谱图

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

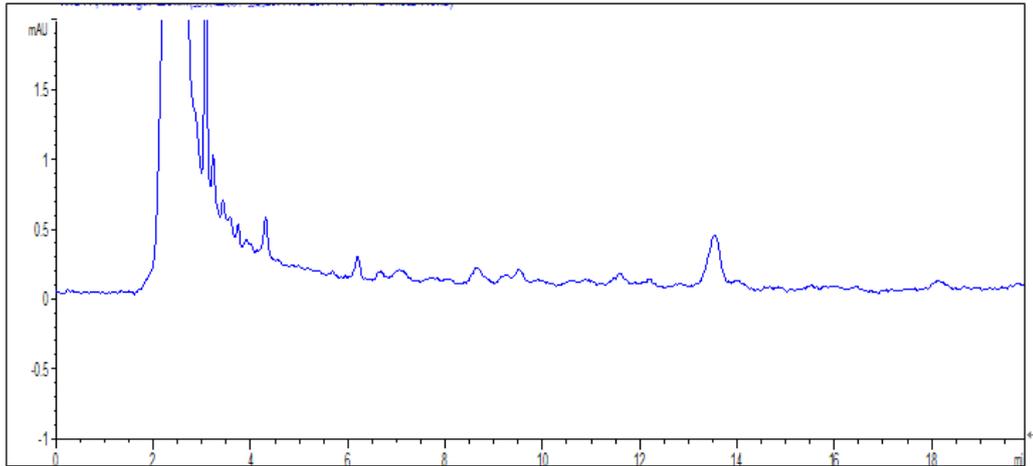


图2. 样品基质空白液相色谱图

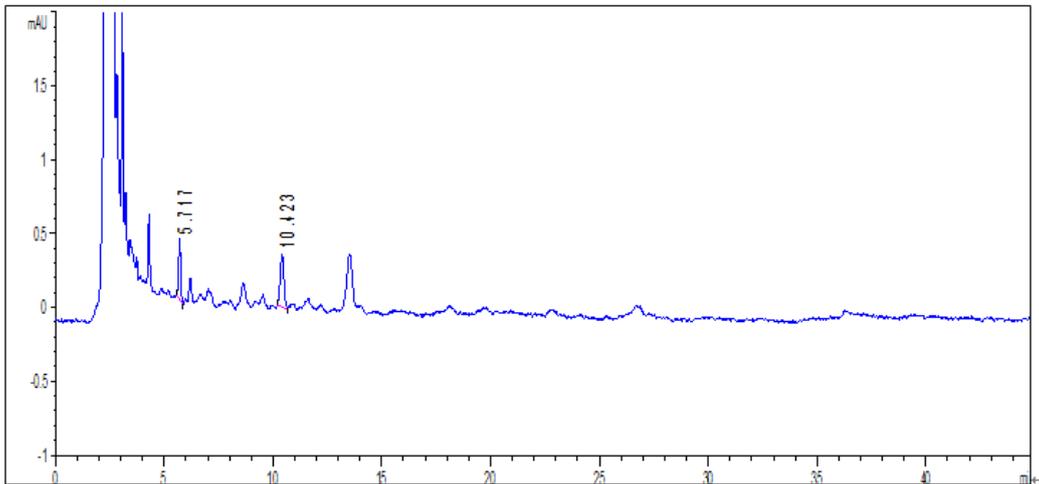


图3. 0.05 mg/kg样品基质加标液相色谱图

## 结论

本实验建立了三氯苯唑及代谢物残留量的高效液相检测方法,并结合固相萃取技术对羊肾中三氯苯唑和三氯苯唑酮的含量进行了测定。对于加标量为 0.05 mg/kg 的样品进行了检测,回收率在 60% ~ 100%,符合国标要求,固相萃取方法稳定并且色谱柱重现性良好,说明本方法能够用于检测动物源性食品中三氯苯唑及其代谢物的残留量。

## 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST5581	三氯苯唑 (三氯苯咪唑)	Triclabendazole	68786-66-3

### 天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn