

测试报告

样品信息			
样品名称	鲜肉	编号	W20220719-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/11/14	测试期间	2022/11/14-2022/11/16
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	阿苯达唑、阿苯达唑砒、阿苯达唑亚砒、阿苯达唑氨基砒		
参考标准			
参考标准	农业部 1163 号公告-4-2009	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Agilent 1260

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® XB-C18(4.6×250 mm,5μm)			
流动相	t/min	A(50 mmol/L 乙 酸铵, pH=5)	B(乙腈)	C(甲醇)
	0	50	45	5
	10	50	45	5
	15	10	85	5
	20	10	85	5
	21	80	15	5
	30	80	15	5



柱温：	40 °C
紫外检测器	292 nm
流速：	1.0 mL/min
进样量：	20 μL

流动相的配置：

A：称取 1.93 g 乙酸铵，加入至 500 mL 水中，乙酸调 pH 至 5.0，混匀。

B：色谱级乙腈，过滤。

C：色谱级甲醇，过滤。

溶液配置：

阿苯达唑储备液：100μg/mL。

阿苯达唑亚砷：称取 0.0005 g 阿苯达唑亚砷，甲醇 2.5mL，混匀。

阿苯达唑砷：称取 0.0003 g 阿苯达唑亚砷，甲醇 3.0mL，混匀。

阿苯达唑氨基砷：称取 0.0009 g 阿苯达唑亚砷，甲醇 4.5mL，混匀。

中间标准液：分别移取阿苯达唑溶液 100 μL、阿苯达唑砷 100 μL、阿苯达唑亚砷 50 μL、阿苯达唑氨基砷 50 μL，甲醇定容至 10 mL。

Std 50 ng/mL：移取中间标准液 50 μL，甲醇 950 μL，混匀。

● 提取

样品：称取鲜肉 5.0025 g 加入乙酸乙酯 20 mL，氢氧化钾溶液 0.1 mL，2,6-二叔丁基对甲酚溶液 1 mL，涡旋混匀 5 min，加无水硫酸钠 1 g，混匀，2500r/min 振荡 5 min，8000r/min 离心 5 min，取上清液于离心管中，残渣加入 20 mL 乙酸乙酯重复提取一次，合并上清液，45℃氮吹至近干，加入 4mL 乙腈溶解残渣，加入盐酸溶液 8mL，正己烷 5 mL，混匀，静置分层，弃去上层正己烷，取下层水液体待净化。

样品+标：称取鲜肉 5.0031 g，加入中间标准液 50 μL，乙酸乙酯 20 mL，氢氧化钾溶液 0.1 mL，2,6-二叔丁基对甲酚溶液 1 mL，涡旋混匀 5 min，加无水硫酸钠 1 g，混匀，2500r/min 振荡 5 min，8000r/min 离心 5 min，取上清液于离心管中，残渣加入 20 mL 乙酸乙酯重复提取一次，合并上清液，45℃氮吹至近干，加入 4mL 乙腈溶解残渣，加入盐酸溶液 8mL，正己烷 5 mL，混匀，静置分层，弃去上层正己烷，取下层水液体待净化。

● 活化



Welchrom P-SCX,200 mg/ 6 mL(新)固相萃取柱，依次用 10mL 甲醇、10mL 水活化。

● 过柱

全部上样，将待净化液以每秒一滴的速率过固相萃取柱。

● 淋洗

依次用盐酸溶液 5mL，甲醇 5 mL 淋洗，流出液弃去。

● 洗脱

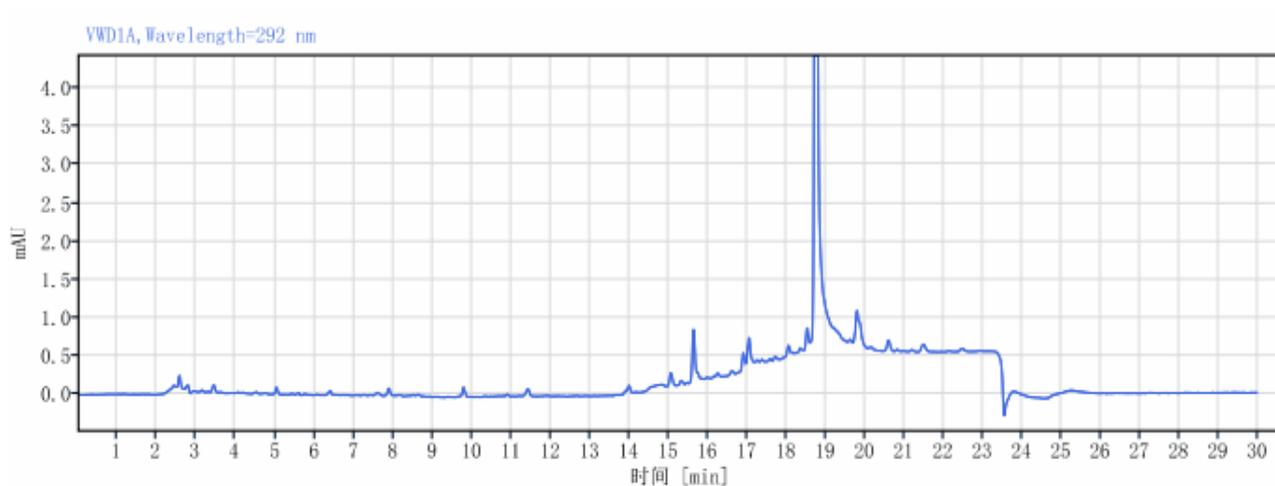
10 mL 氨化甲醇洗脱，收集洗脱液。

● 复溶

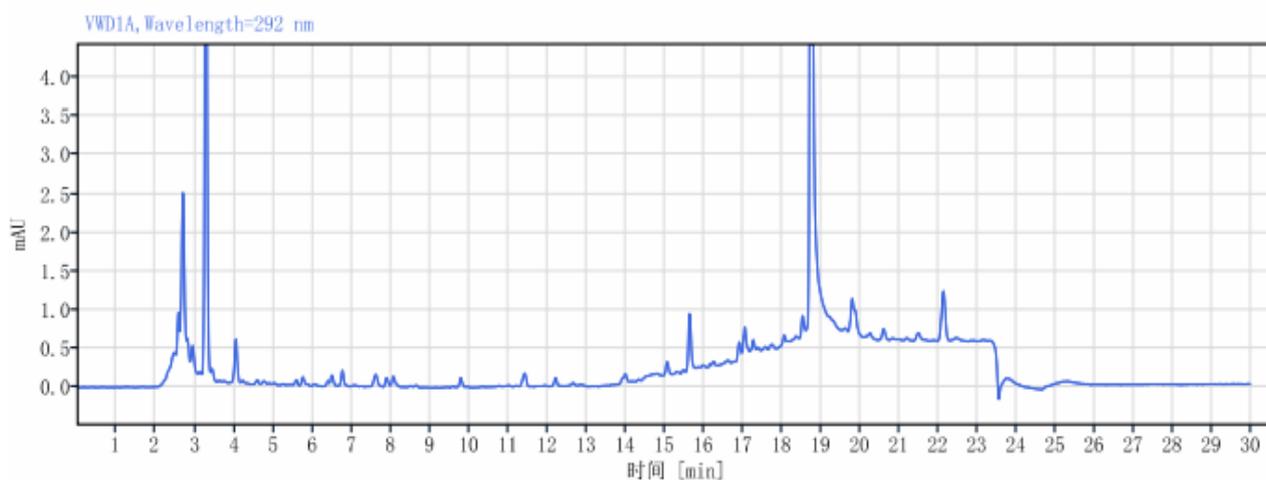
1mL 流动相溶解，0.22 μm 滤膜过滤上机。

● 谱图和数据

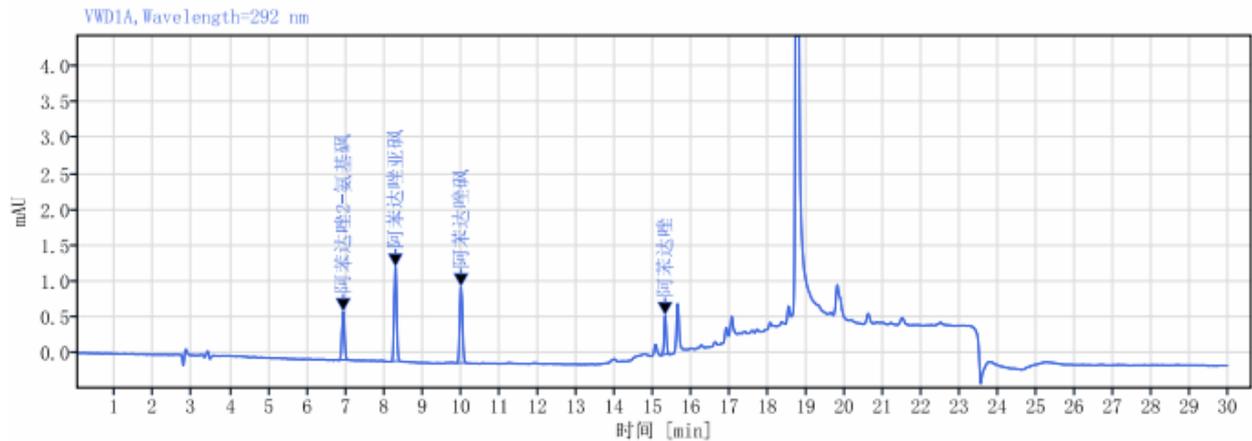
(1) 空白



(2) 样品



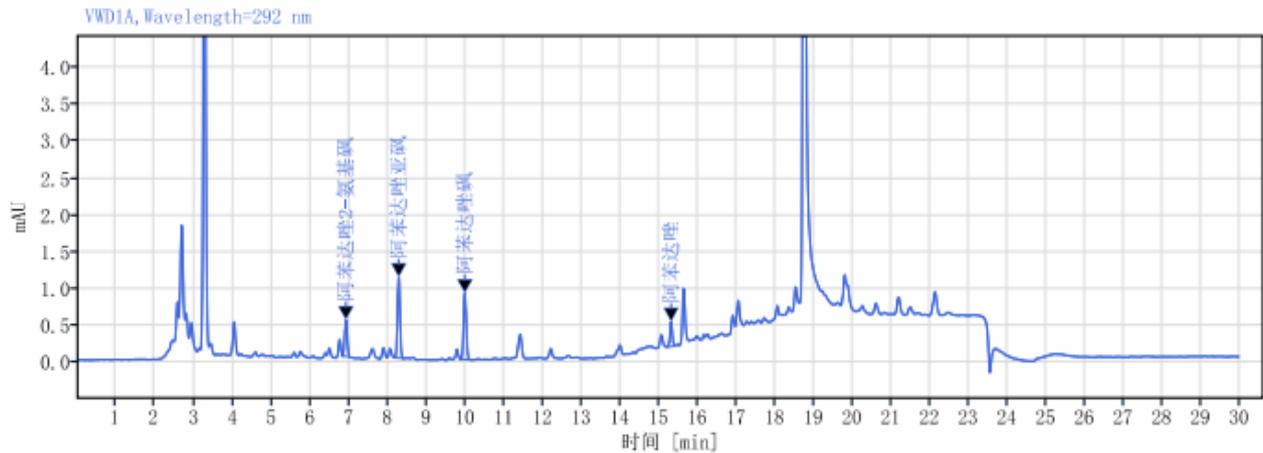
(3) Std



信号: VWD1A, Wavelength=292 nm

名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积%	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
阿苯达唑2-氨基砒	6.937	3.06	19.05		1.09694	51706.16282
阿苯达唑亚砒	8.298	5.72	35.60	11.43372	1.05184	81254.76688
阿苯达唑砒	10.010	5.05	31.44	14.03124	1.06797	98952.82335
阿苯达唑	15.329	2.23	13.91	44.99849	1.11527	315458.75134
总和		16.06				

(4) 样品+标 1

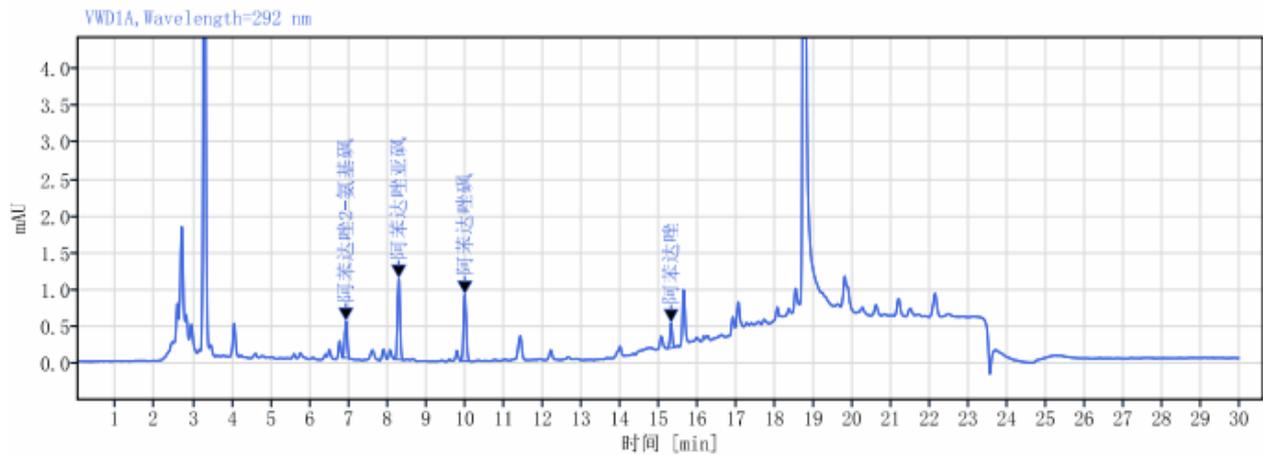


信号: VWD1A, Wavelength=292 nm

名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积%	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
阿苯达唑2-氨基砒	6.930	2.16	17.04		1.08259	54933.11901
阿苯达唑亚砒	8.293	4.78	37.67	11.63101	1.07945	81479.83325
阿苯达唑砒	10.000	4.31	34.01	14.04276	1.04138	98684.71352
阿苯达唑	15.322	1.43	11.28	44.35579	1.19074	296626.54524
总和		12.69				



(5) 样品+标 2



信号: VWD1A, Wavelength=292 nm

名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积%	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
阿苯达唑2-氨基砒	6.930	2.16	17.04		1.08259	54933.11901
阿苯达唑亚砒	8.293	4.78	37.67	11.63101	1.07945	81479.83325
阿苯达唑砒	10.000	4.31	34.01	14.04276	1.04138	98684.71352
阿苯达唑	15.322	1.43	11.28	44.35579	1.19074	296626.54524
总和		12.69				

回收率统计:

峰面积	阿苯达唑 2-氨基砒	阿苯达唑亚砒	阿苯达唑砒	阿苯达唑
Std	3.06	5.717	5.05	2.234
样品+标 1	2.162	4.778	4.315	1.43
回收率	71%	84%	85%	64%
样品+标 2	2.186	4.552	4.255	1.409
回收率	71%	80%	84%	63%
Agela	2.29	4.275	4.175	1.344
回收率	75%	75%	83%	60%
CNW	2.259	4.207	3.954	1.22
回收率	74%	74%	78%	55%



● 结论：

使用月旭 Welchrom® P-SCX,200 mg/6 mL(新)固相萃取柱能够净化鲜肉中阿苯达唑残留测定，回收率符合要求。

日期: 2022/11/17

