

测试报告

样品信息			
样品名称	猪肉	编号	Z2022118-003
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/11/18	测试期间	2022/11/18-2022/11/21
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	头孢匹林		
参考标准			
参考标准	GB/T 21314-2007	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate® AQ-C18(2.1×100 mm,1.8 μm)		
流动相：	时间	流动相 A: (0.01mol/L 乙酸铵溶液(甲酸调节至 pH4.5))%	流动相 B: (乙腈)%
	0	98	2
	1	98	2
	3	90	10
	10	70	30
	12	98	2
	13	98	2



柱温：	30 °C
流速：	0.3 mL/min
进样量：	1μL

流动相的配置：

流动相 A：称取 0.385g 乙酸铵，加水至 500 mL，加入甲酸调节 pH 至 4.5，混匀。

流动相 B：色谱级乙腈，抽滤，备用。

● **质谱条件：**

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，500°C，流速：1000L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：1.0kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
头孢匹林	424.2	111.9	2	22	Positive
		364.1		10	
		292.1		14	

● **样品溶液的配置：**

样品溶液：称取猪肉 5.00 g，于 50 mL 离心管中，加入 15mL 乙腈+水（15+2）溶液，均质 30s，4000 r/min 离心 5 min，取上清液至 50 mL 离心管中，用 10 mL 乙腈+水（15+2）溶液洗涤均质机刀头，并重复提取沉淀，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 5 min，合并上清液，重复用 10mL 乙腈水（15+2）清洗刀头，用乙腈+水（15+2）溶液定容至 40 mL。准确移取 20 mL 上清液至 100 mL 鸡心瓶中，37°C 旋转蒸发至去除乙腈，加入 25 mL 磷酸盐缓冲溶液，涡旋混匀 1min，用 0.1mol/L 的氢氧化钠调节 pH 为 8.5。

C18E 固相萃取柱（500 mg，6 mL），用 4 mL 甲醇，2 mL 水活化；

样品提取液过柱，弃去；

用 4 mL 磷酸盐缓冲溶液淋洗两次，2 mL 超纯水淋洗，弃去，抽干；

6 mL 乙腈洗脱并收集。

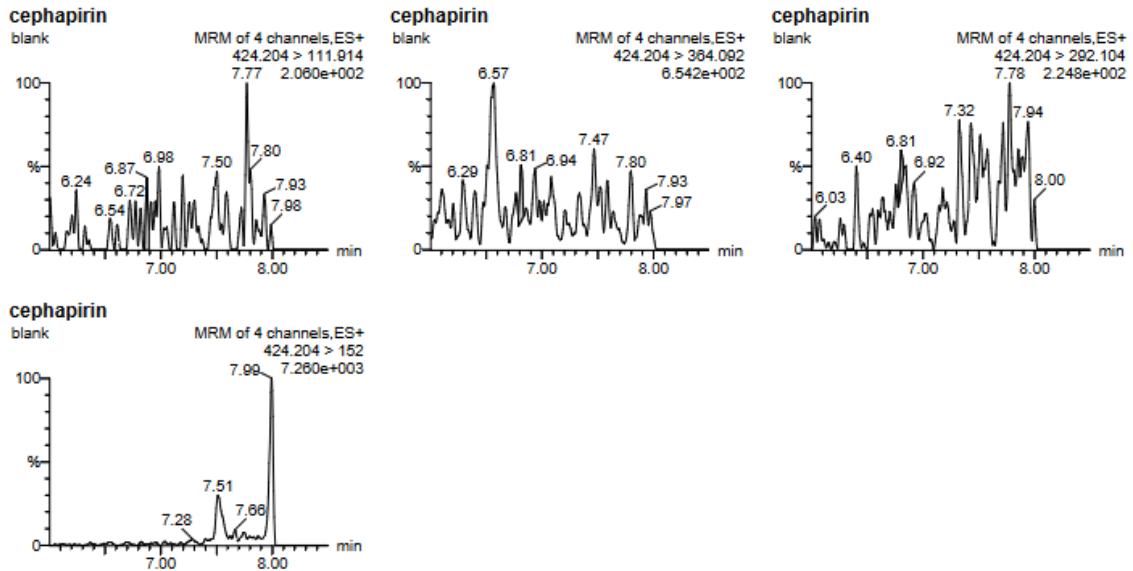
洗脱液 45 °C 氮吹至干，加入 1 mL 0.025mol/L 磷酸缓冲溶液，混匀，过 0.22 μm 滤膜，上机。



注：固相萃取柱流速为每秒 1 滴。

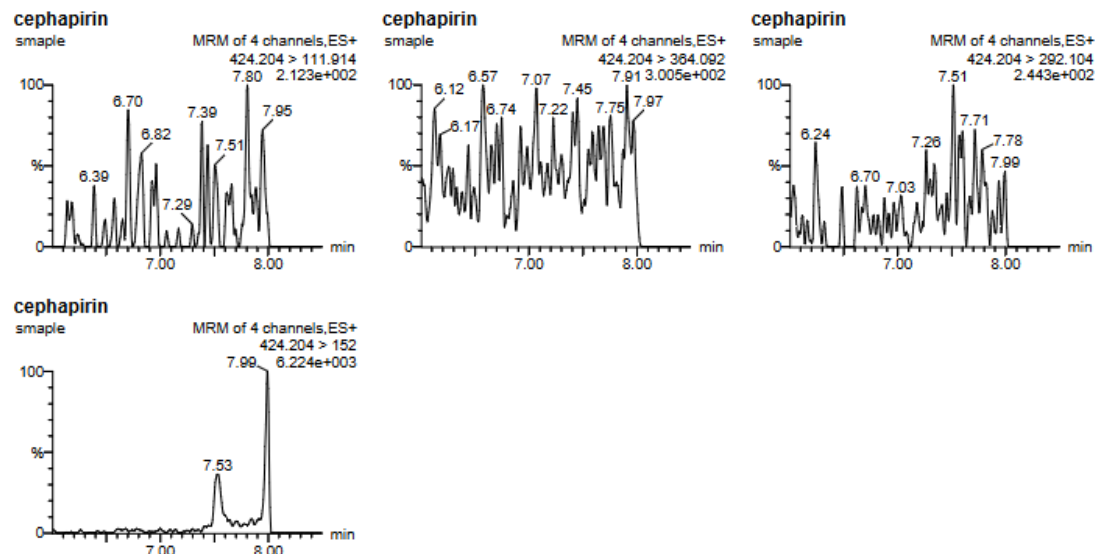
● 谱图和数据

(1) 空白



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
blank	cephapirin	424.204 > 111.914	8.87	2.220	dd	0.009		0.361	1.659

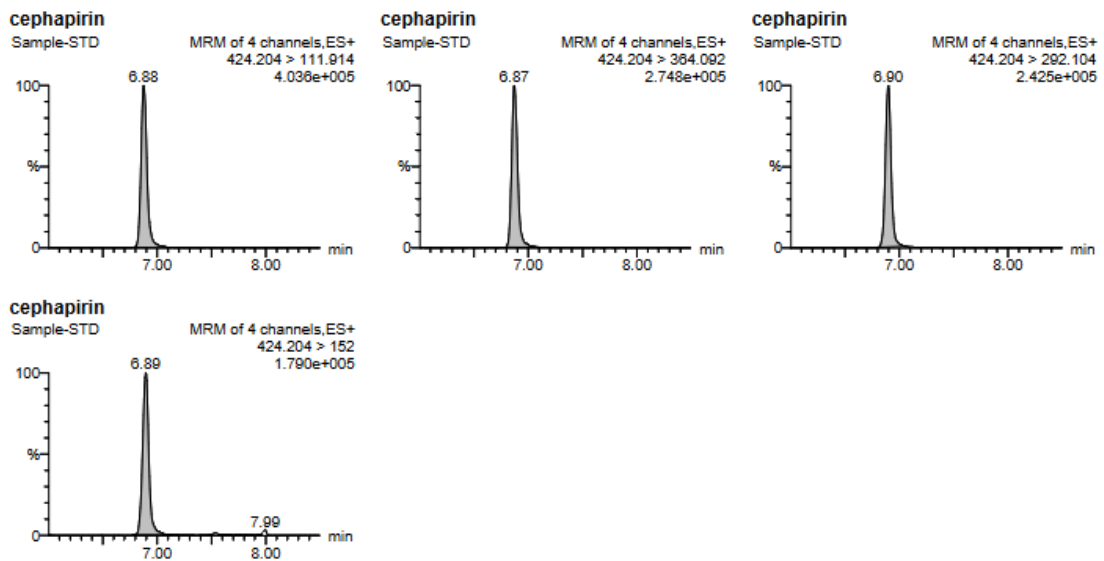
(2) 样品溶液



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
smaple	cephapirin	424.204 > 111.914							

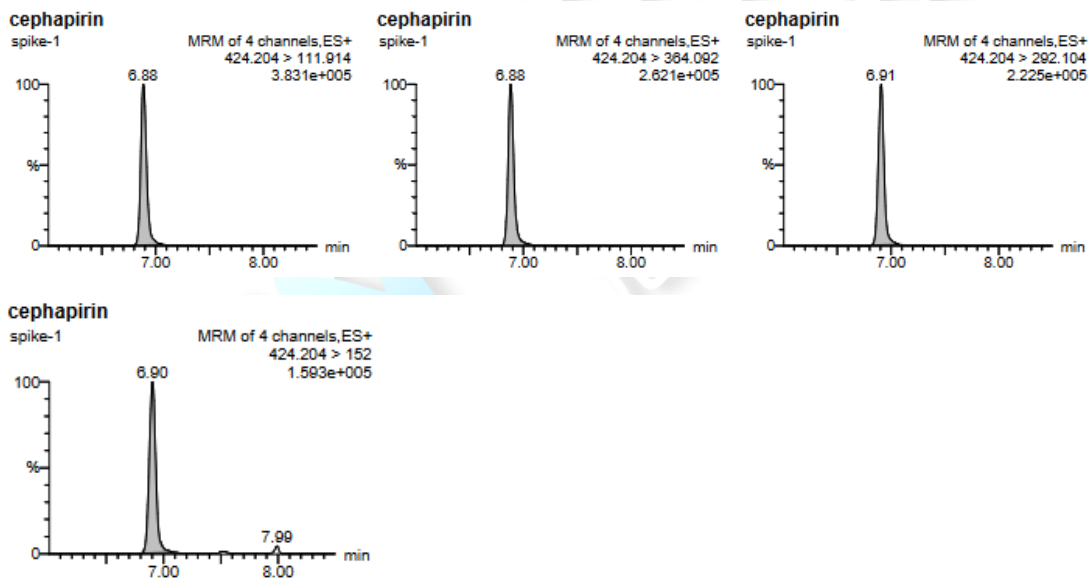


(3) 100 ng/mL 基质曲线



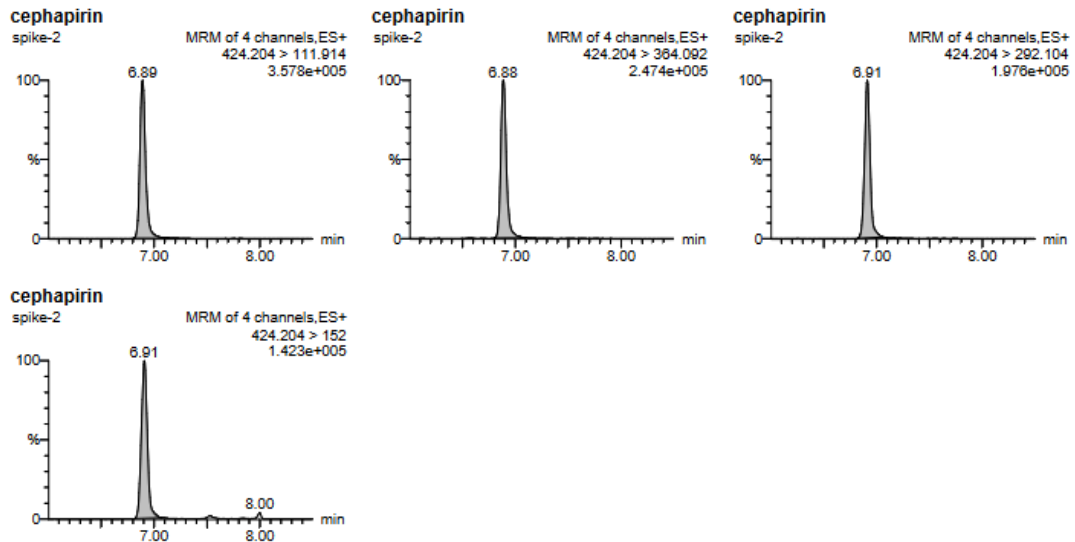
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio (A...
Sample-STD	cephapirin	424.204 > 111.914	6.88	25107.516	bd	100.000	0.0	1.482	1.741

(4) 样品加标,100 ng/mL, 回收率为 93.1%、86.7%。



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio (A...
spike-1	cephapirin	424.204 > 111.914	6.88	23391.184	bb	93.164		1.495	1.761





Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
spike-2	cephapirin	424.204 > 111.914	6.89	21769.598	bb	88.706		1.483	1.905

● 结论:

使用月旭 Welchrom® C18E 500 mg, 6 mL 检测猪肉中头孢匹林, 样品回收率满足要求。

日期: 2022/11/21

