

测试报告

样品信息			
样品名称	猪肉	编号	SHZ-20230129-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/01/29	测试期间	2023/01/30
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	氯霉素、甲砒霉素		
参考标准			
参考标准	GB/T 22338-2008	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® UHPLC XB-C18 2.1×150mm, 1.8µm			
流动相:	时间	流动相 A: (水) %	流动相 B: (乙腈) %	流动相 C: (10mmol/L 乙酸铵溶液) %
	0.00	70	25	5
	2.00	25	70	5
	3.00	25	70	5
	8.00	70	25	5
柱温:	40 °C			
流速:	0.25 mL/min			
进样量:	5 µL			
注意事项	本次测试采用基质曲线, 建议采用内标法。			

● 流动相的配置:



流动相 A：水

流动相 B：色谱级乙腈

流动相 C：10mmol/L 乙酸铵溶液（称取 0.77 g 乙酸铵于 1 L 容量瓶中，用水定容至 1L）

● 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：1.5kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
氯霉素	321.0	152.0	22	16	Negative
		194.0		12	
		257.0		10	
甲砒霉素	354.0	185.0	30	20	Negative
		227.0		12	
		290.0		10	

● 样品溶液的配制：

样品溶液：称取 5.00 g 猪肉于 50 mL 离心管中，加入 30 mL 乙腈，匀浆，5000 r/min，离心 5 min，将上清液转移至 250 mL 分液漏斗中，加 15 mL 乙腈饱和的正己烷溶液，振荡 5 min，静置分层。转移乙腈层至离心管中。残渣在加入 30 mL 乙腈，振摇 3 min，5000 r/min，离心 5 min，取上清液至同一分液漏斗，振荡 5 min，静置分层，转移已经层至同一离心管。40°C 氮吹至干，加入 5 mL 丙酮正己烷溶液（1+9）溶解残渣，备用。

Silica 固相萃取柱（200 mg，3 mL），用 5 mL 丙酮正己烷（1+9）淋洗，弃去。

备用液过柱，弃去。

用 5 mL 丙酮正己烷溶液（6+4）洗脱并收集。

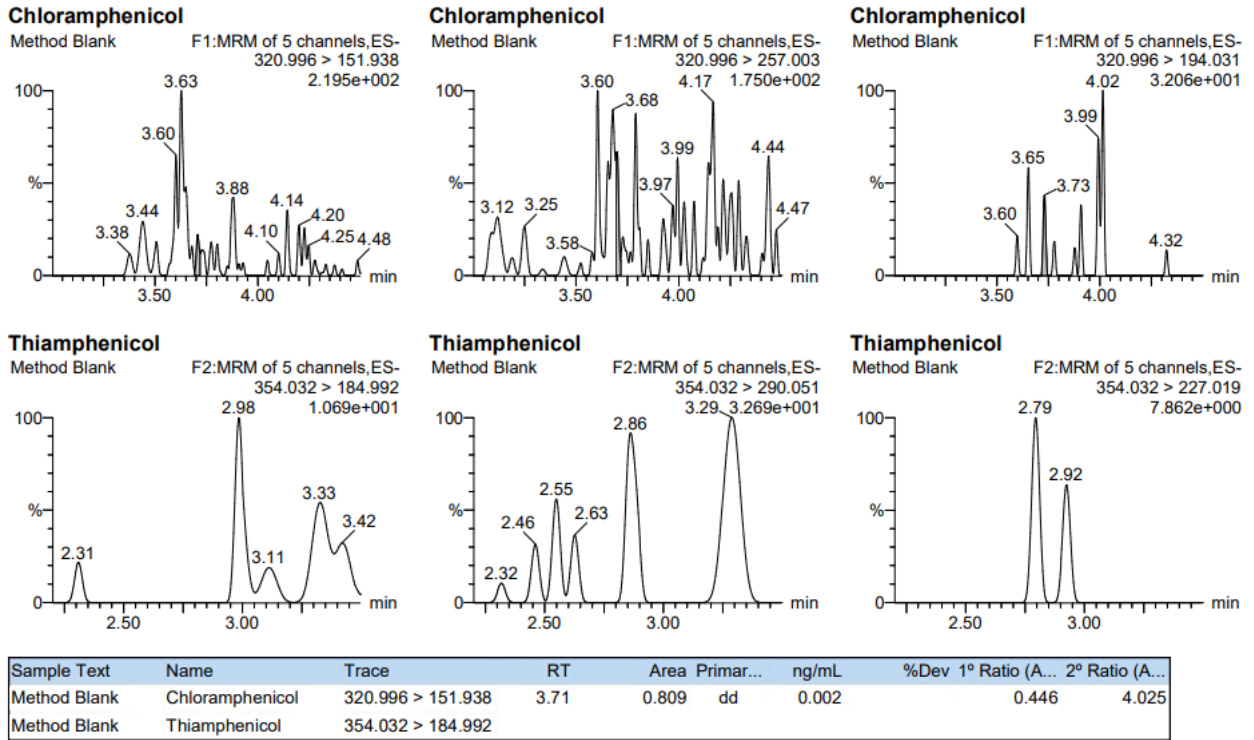
洗脱液于 40°C 氮吹至干，用 1 mL 水溶解残渣，混匀，过 0.22 μm 滤膜，上机分析。

注：固相萃取柱的流速为每秒 1 滴。

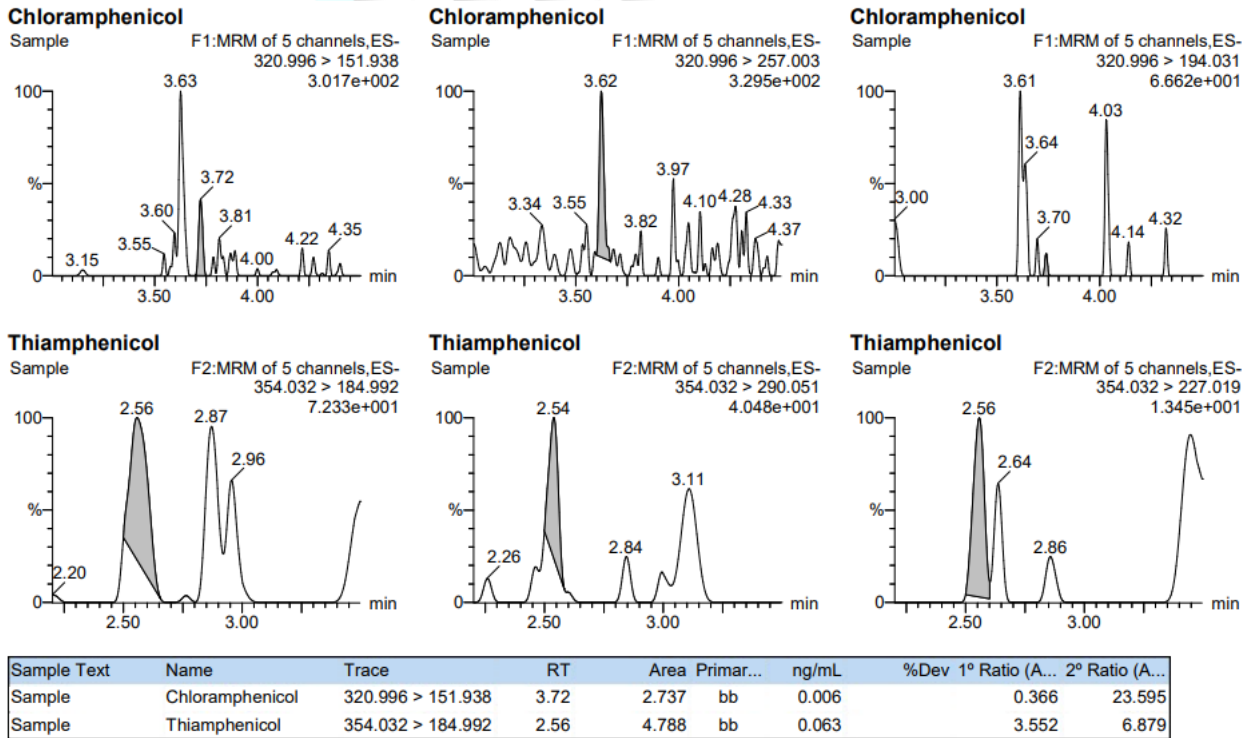


谱图和数据

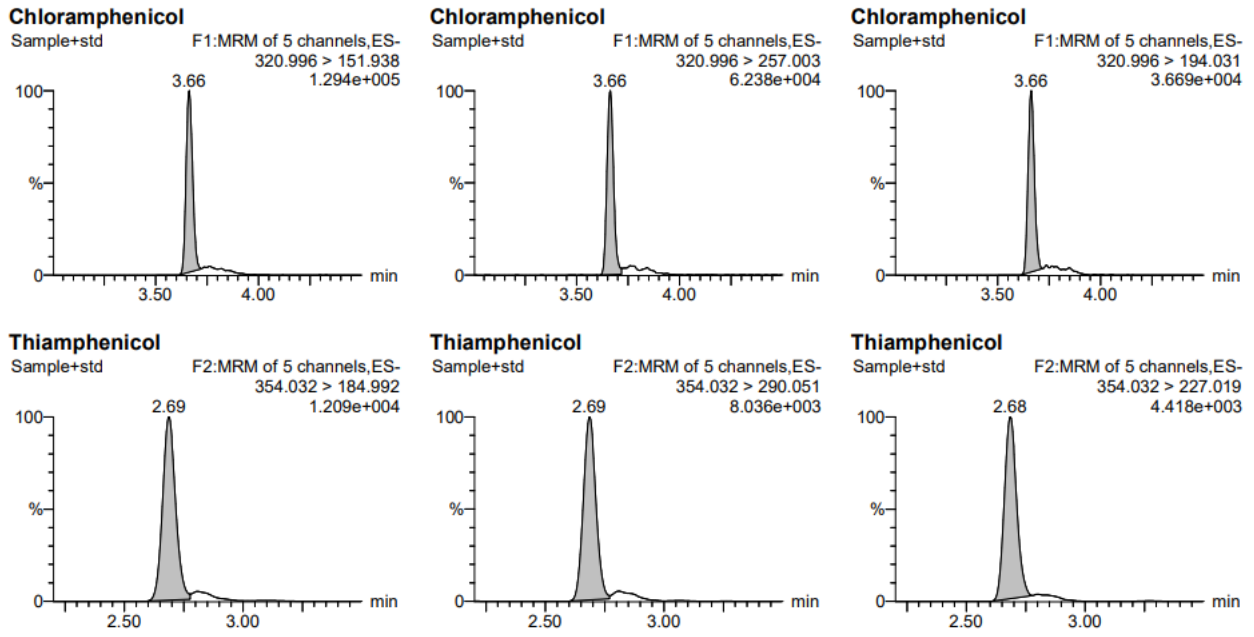
(1) 空白



(2) 样品溶液

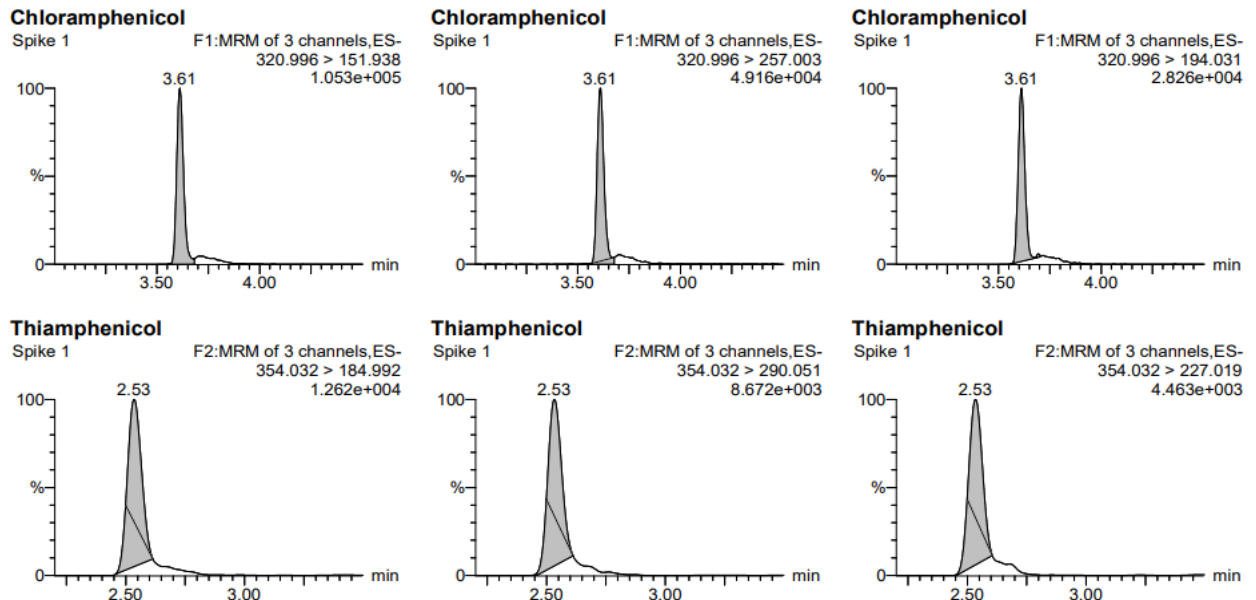


(3) 10 ng/mL 基质曲线



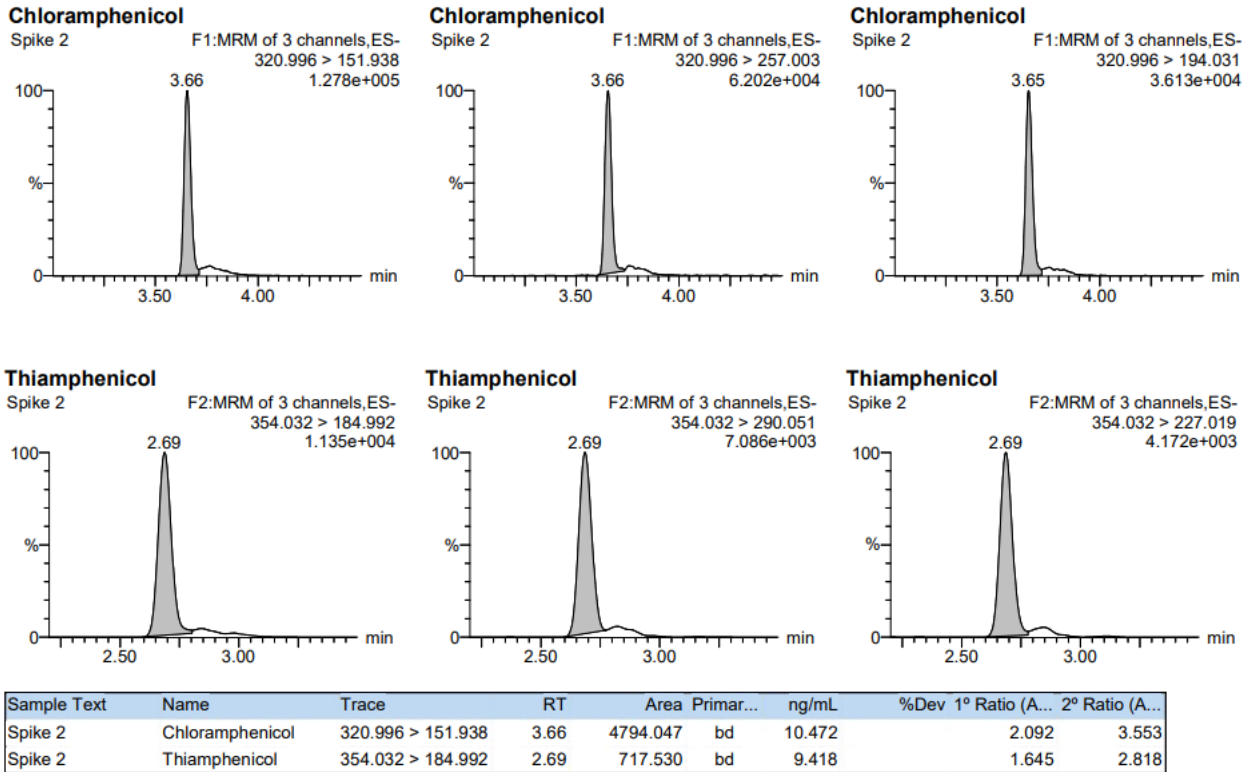
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Sample+std	Chloramphenicol	320.996 > 151.938	3.66	4578.104	bb	10.000	0.0	2.014	3.636
Sample+std	Thiamphenicol	354.032 > 184.992	2.69	761.889	bd	10.000	0.0	1.564	2.924

(4) 样品加标 10 ng/mL。



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Spike 1	Chloramphenicol	320.996 > 151.938	3.61	3992.050	MM	8.720		2.108	3.899
Spike 1	Thiamphenicol	354.032 > 184.992	2.53	798.218	MM	10.477		1.472	2.896





● 结论：

使用月旭 Welchrom ®Silica 200 mg, 3 mL 检测猪肉中氯霉素类药物残留量平均回收率为 96.0%、99.5%，样品回收率满足要求。

日期：2023/01/31

