

## 动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定 GB-31658.5-2021

### 1、适用范围

适用于鸡、猪、牛、羊的肌肉、皮+脂肪、肝脏和肾脏组织中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定。（本实验样品采用猪肉）

参考标准：《GB-31658.5-2021 食品安全国家标准 动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确称取标准品各适量，于 10mL 容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，配制成浓度均为 100 $\mu$ g/mL 的标准储备液。-18 $^{\circ}$ C 以下保存，有效期 6 个月。
- 2) 内标储备液：准确称取氘代氯霉素（CAP-D5）标准品适量，于 10mL 容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，配制成浓度为 100 $\mu$ g/mL 的内标储备液。-18 $^{\circ}$ C 以下保存，有效期 6 个月。
- 3) 混合标准工作液：准确移取 100 $\mu$ g/mL 的标准储备液各 0.1mL，用乙腈稀释至 10mL，得到 1 $\mu$ g/mL 的混合标准工作液。2~8 $^{\circ}$ C 保存，有效期 1 个月。
- 4) 内标工作液：准确移取 100 $\mu$ g/mL 的内标储备液 0.01mL，用乙腈稀释至 10mL，得到 100ng/mL 的内标工作液。2~8 $^{\circ}$ C 保存，有效期 1 个月。
- 5) 5%乙酸水溶液：取乙酸 5mL，用水溶解并稀释至 100mL，混匀。
- 6) 10%氨甲醇溶液：取氨水 5mL，用甲醇溶解并稀释至 50mL，现用现配。
- 7) 30%乙腈水溶液：取乙腈 30mL，用水溶解并稀释至 100mL，混匀。
- 8) 乙酸乙酯-氨水溶液：取乙酸乙酯 98mL，加氨水 2mL，混匀。



### 3、提取步骤

称取试料 2g（准确至±0.02g），于 50mL 离心管中，加氘代氯霉素内标工作液 100 $\mu$ L，涡动混匀，静置 15min。加乙酸乙酯-氨水溶液 10mL，涡动 1min，3000r/min 离心 5min，取上清液于 100mL 鸡心瓶中，残渣重复提取 2 次，合并 3 次提取液。鸡心瓶中加入 5%乙酸 2mL，振摇混匀，于 40 $^{\circ}$ C 水浴中浓缩至 1.5mL。转至另一离心管中，用 5%乙酸 2mL 洗涤鸡心瓶，洗涤液转至同一离心管，加正己烷 5mL 脱脂，涡动 1min，3000r/min 离心 5min，弃上层，下层提取液重复脱脂一次，备用。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup> P-SCX，规格：60mg/3mL。

活化：2mL 甲醇、2mL 水，弃去；

上样：取备用液过柱，弃去；

淋洗：2mL 5%乙酸，抽干；

洗脱：5mL 10%氨甲醇洗脱，抽干并收集于离心管中；

复溶：将收集液体于 40 $^{\circ}$ C 水浴氮气吹至近干，加 30%乙腈水溶液至 0.5mL 溶解残余物，滤膜过滤，供液相色谱-串联质谱仪测定。

### 5、注意事项

加标水平：2.0g 样中加入 0.02/0.04/0.1mL 1 $\mu$ g/mL 标准工作液，因此加标水平为 10/20/50 $\mu$ g/kg，最终机度数为 40/80/200ng/mL。

本实验标准品溶液用空白基质溶液进行配置。



## 6、色谱条件

### 6.1 UPLC 条件

色谱柱：Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 $\mu$ m, 2.1 $\times$ 100mm

流动相：A: 水溶液；B: 乙腈溶液

柱温：30 $^{\circ}$ C；流速：0.25mL/min；进样体积：2 $\mu$ L

梯度洗脱程序：见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A 相/%	B 相/%
0.00	95	5
0.50	95	5
2.00	0	100
2.50	0	100
3.50	95	5

### 6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：正负离子扫描（氟苯尼考胺）和负离子扫描（氟苯尼考和氘代氯霉素）；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：5500 V（-4500 V）；离子源温度：500 $^{\circ}$ C；

气帘气（CUR）10 psi；雾化气（GS1）55 psi；辅助气（GS2）50 psi。



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

其他质谱参数见表 2

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 2 多反应监测模式（MRM）参数

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能 CE/V
氟苯尼考胺	248.00	230.00	10
		130.00*	34
氟苯尼考	356.00	336.00*	-14
		185.00	-25
氈代氯霉素	326.00	157.00*	-15

## 7、色谱图或者加标回收率结果

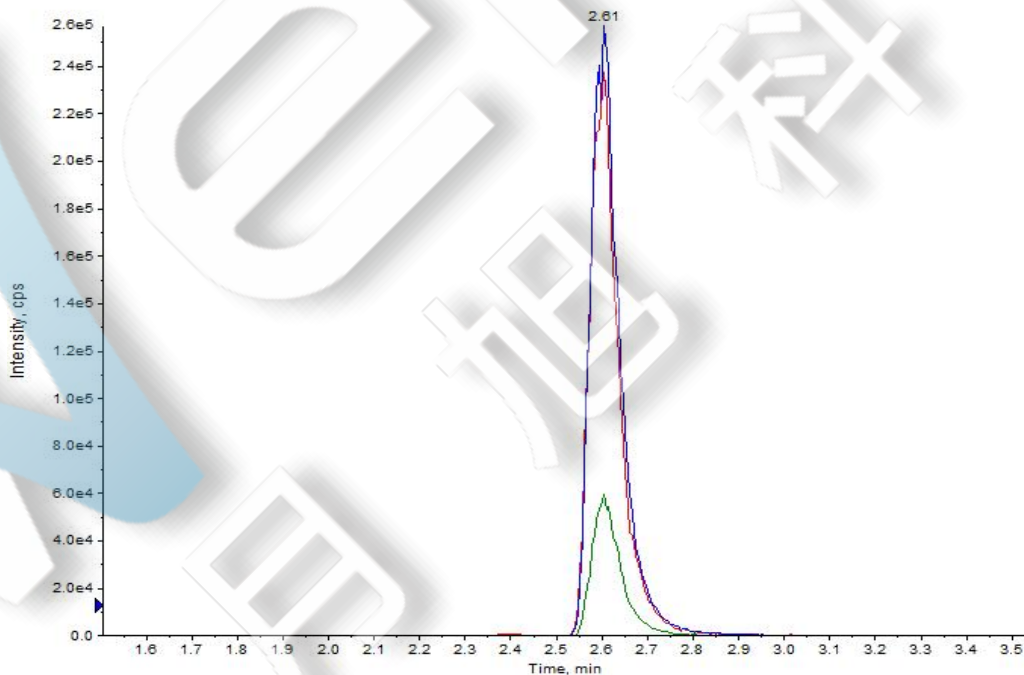


图 1. 氟苯尼考和氈代氯霉素标准品 40ng/mL 图谱



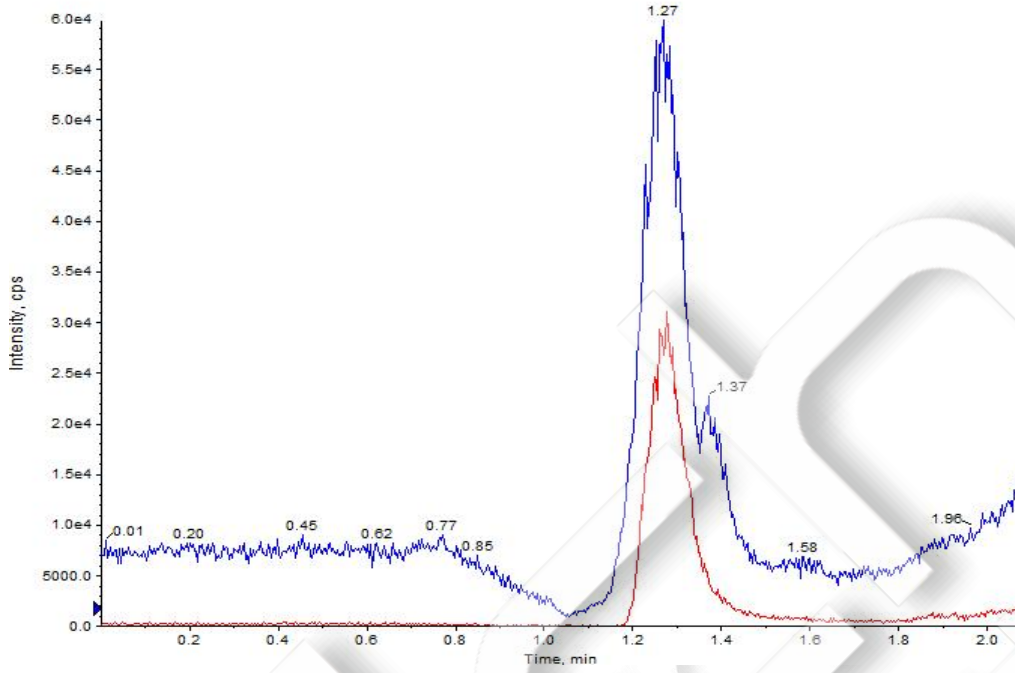


图 2. 氟苯尼考胺标准品 40ng/mL 图谱

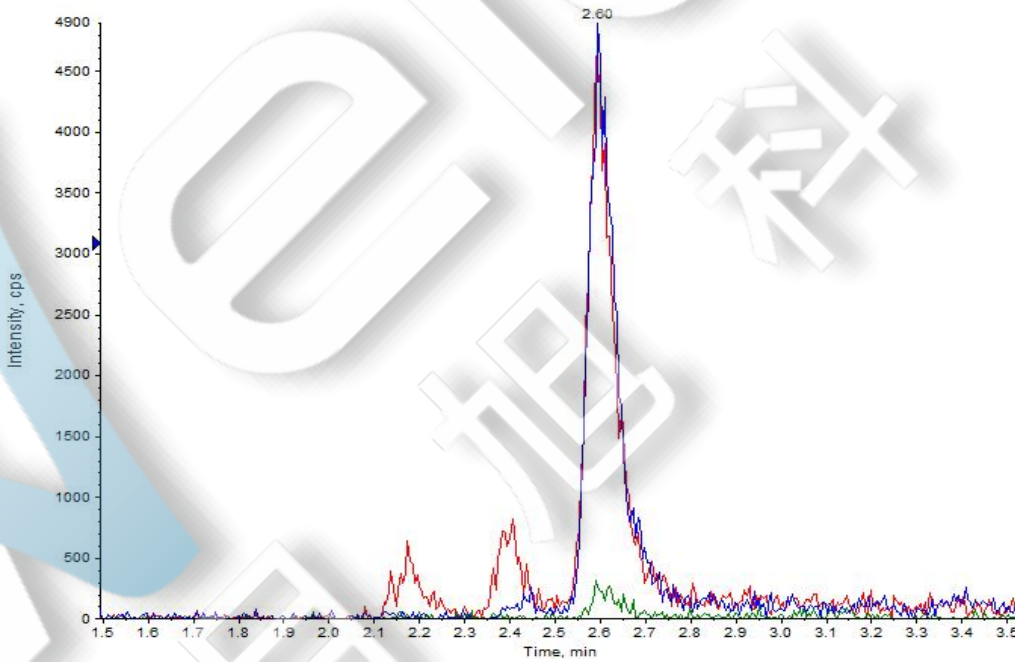


图 3.猪肉样品空白图谱



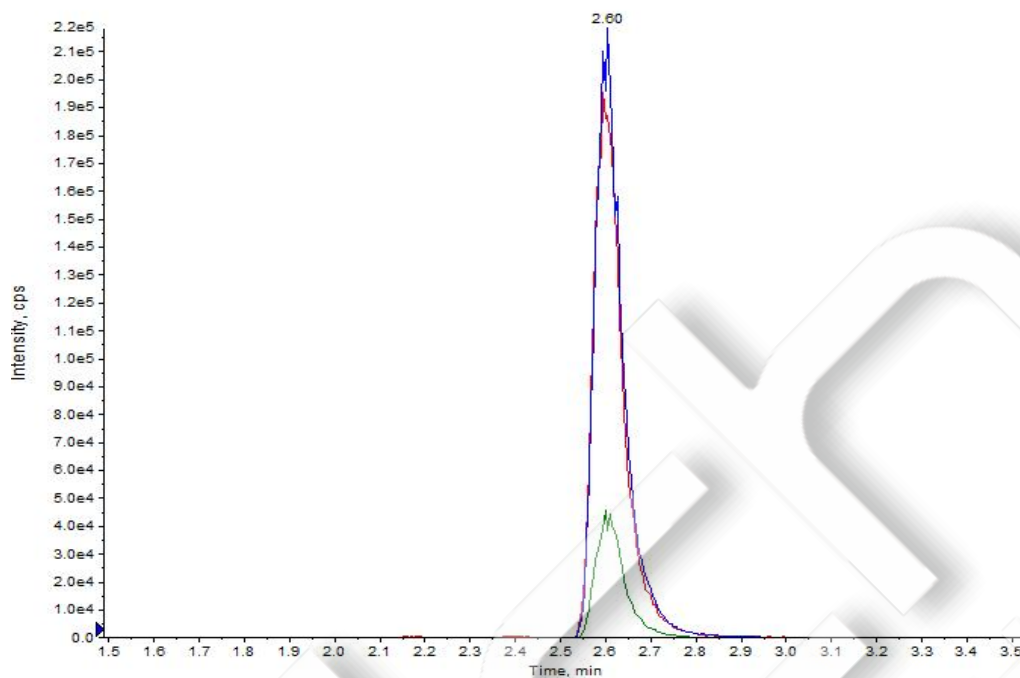


图 4. 猪肉样品加标 10µg/kg 氟苯尼考和氘代氯霉素图谱

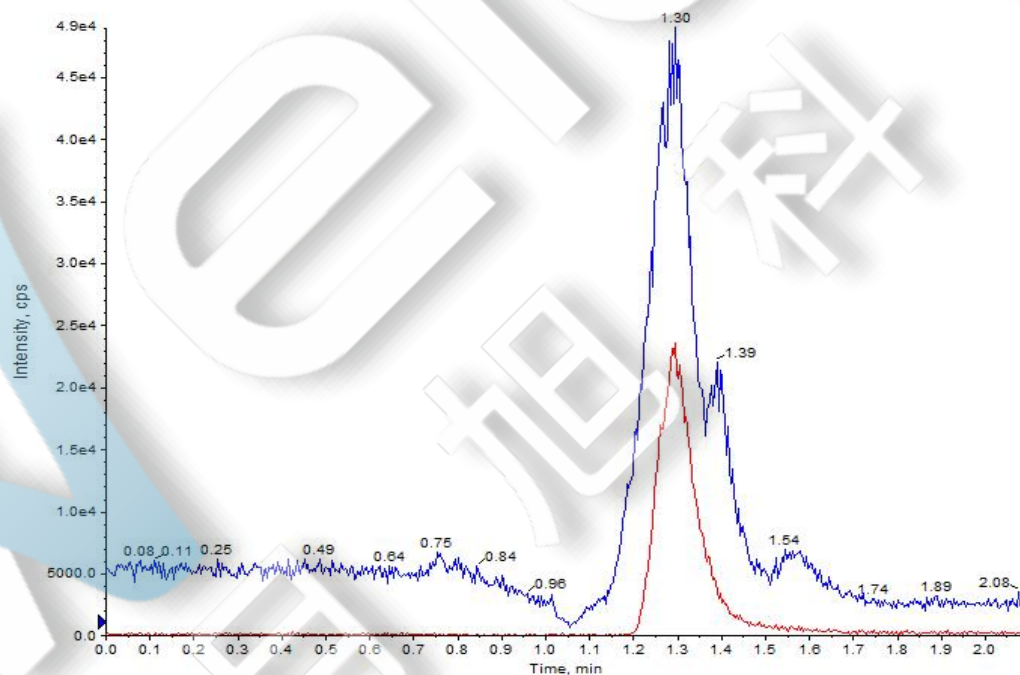


图 5. 猪肉样品加标 10µg/kg 氟苯尼考胺图谱

表 3. 加标回收率表

峰号	物质	加标水平 (10µg/kg)		加标水平 (20µg/kg)		加标水平 (50µg/kg)	
		平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



1	氟苯尼考胺	97.83%	1.85%	100.79%	2.80%	102.83%	3.30%
2	氟苯尼考	106.34%	0.67%	104.13%	8.32%	99.31%	0.99%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	Welchrom SPE 柱	P-SCX, 60mg/3ml, 50/pk
00837-05006	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50ml, 50/pk
00837-05002	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 15ml, 50/pk
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm, 100/pk
00821-40927	进样瓶	2ml 透明短螺纹广口进样瓶带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃, 100/pk
00201-11012	UHPLC 色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 μm, 2.1×100mm
00802-02201	针头式过滤器	NY 13mm*0.22μm 100/pk

