

测试报告

样品信息			
样品名称	猪肉	编号	Z20220914-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/9/14	测试期间	2022/9/14-2022/9/15
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	氯霉素		
参考标准			
参考标准	GB 31658.2-2021	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 Boltimate® LP-C18 Core Shell (2.1×150mm,2.7μm)
流动相:	甲醇：水=50:50
柱温:	30°C
流速:	0.3 mL/min
进样量:	5μL
注意事项:	因无内标，采用基质曲线，建议使用内标法。

● 流动相的配置:

流动相 A：纯化水；

流动相 B：用色谱级甲醇，经 0.22 μm 滤膜抽滤，即得。



● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 350°C, 流速: 1000L/Hr

碰撞气: 氩气

离子喷雾电压: 1.5 kV

名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
氯霉素	321.2	152.1*	30	18	Negative
		194.2		10	
		257.2		10	

*表示定量离子

● 样品溶液的配制:

称取样品 5.01 g 于 50 mL 离心管中, 加入 4%氯化钠溶液 5 mL, 乙腈 5 mL, 涡旋 2 min, 8000 r/min, 离心 5 min, 取上清液, 残渣重复提取 1 次, 合并上清液。加入正己烷 5 mL, 涡旋振荡 1 min, 4000 r/min, 离心 5 min, 弃去上层液, 正己烷重复处理 1 次。加水饱和的乙酸乙酯溶液 5 mL, 涡旋 60 s, 4000 r/min, 离心 5 min, 上层液转移到 15 mL 离心管中, 重复提取 1 次, 合并提取液, 45°C 氮气吹干, 加水-乙腈 (95:5) 3 mL, 溶解, 备用。

取固相萃取柱, 依次用甲醇、水各 10 mL 预洗;

取备用液过柱;

加水洗柱 2 次, 每次 3 mL,

加入 4 mL 甲醇水 (50:50) 洗脱, 过柱流速为 1 滴/s。

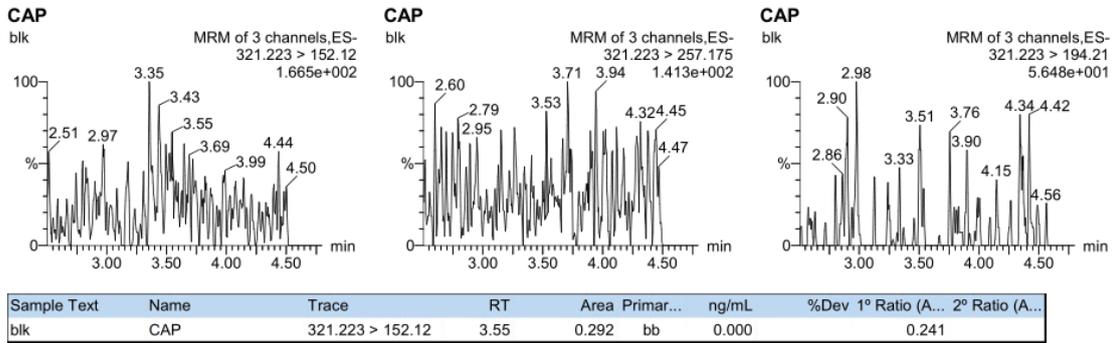
加水饱和乙酸乙酯溶液 4 mL, 涡旋 1 min, 4000 r/min, 离心 5 min, 取上层液, 重复处理 1 次, 合并上层液, 氮气吹干。流动相 1 mL 溶解, 混匀, 过 0.22 μm 滤膜, 上机。

注: 由于填料较厚, 导致无法自然滴落, 需要使用真空泵, 保持 1 滴/s 流速。

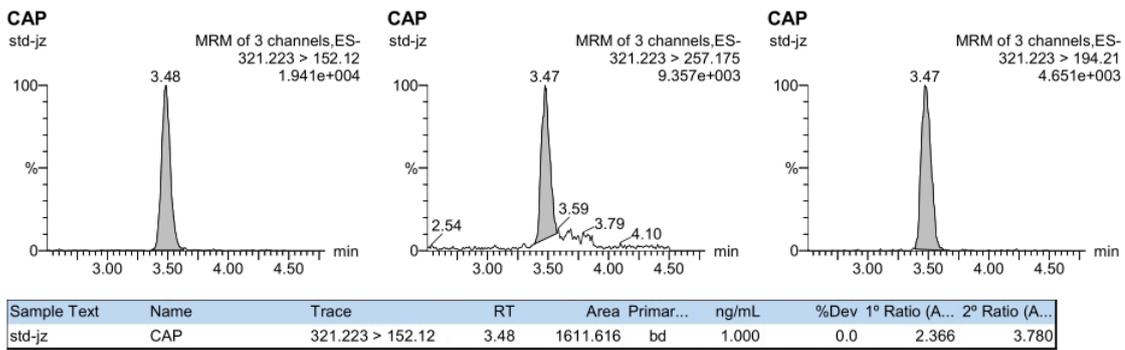


● 谱图和数据

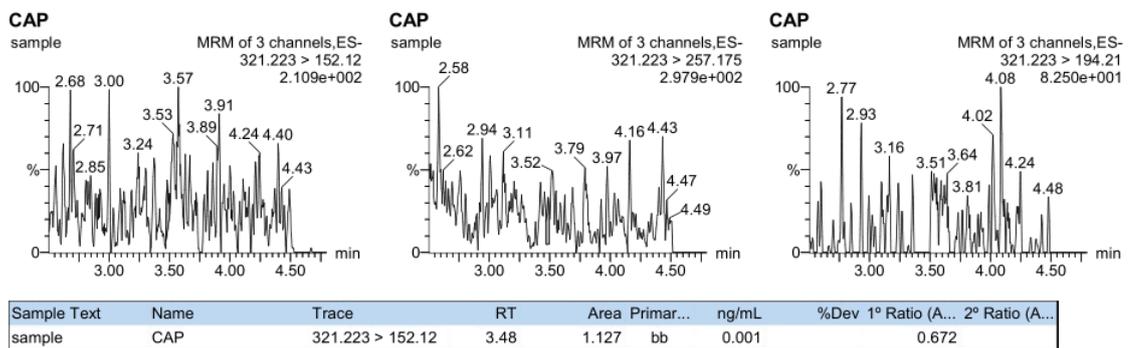
(1) 试剂空白。



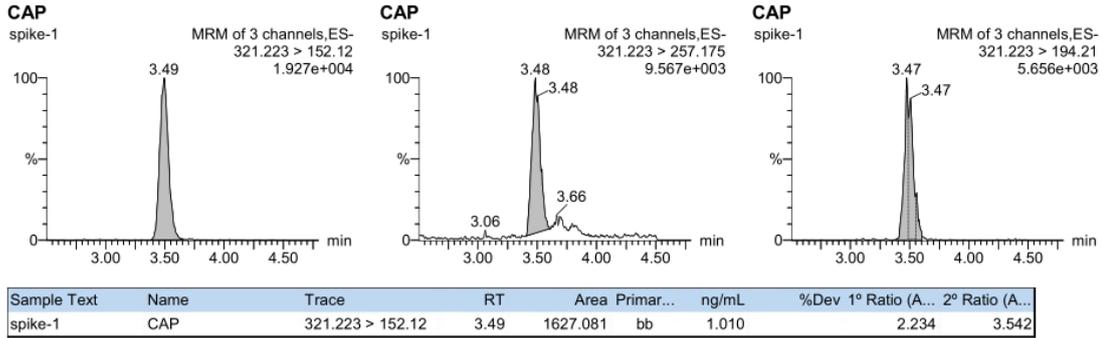
(2) 氯霉素标准溶液浓度分别为 1 ng/mL。



(3) 猪肉本底。



(4) 加标回收: 氯霉素加标浓度分别为 1 ng/mL, 回收率 101%。



● 结论:

使用使用 Welchrom® C18E 500mg 3mL SPE 净化后, 回收率满足要求, 样品基质影响较大, 建议使用内标法校准。

日期: 2022/09/19

