

动物性食品中头孢类药物残留量的测定 GB-31658.4-2021

1、适用范围

适用于猪、牛肌肉、肝脏、肾脏和脂肪以及牛奶中头孢类药物（头孢氨苄、头孢拉定、头孢唑林、头孢哌酮、头孢乙腈、头孢匹林、头孢洛宁、头孢喹肟、头孢噻肟）残留量的检测。（本实验样品采用猪肉）

参考标准：《GB-31658.4-2021 食品安全国家标准 动物性食品中头孢类药物残留量的测定 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 30%乙腈溶解并稀释至刻度，配制成浓度均为 1000 μ g/mL 的标准储备液。-18 $^{\circ}$ C 避光保存，有效期 1 个月。
- 2) 混合标准工作液：准确移取 1000 μ g/mL 的标准储备液各 0.1mL，用甲醇稀释至 10mL，得到 10 μ g/mL 的混合标准工作液。4 $^{\circ}$ C 避光保存，有效期 7 天。
- 3) 0.05mol/L 磷酸盐缓冲液：取磷酸二氢钾 6.8g，用水溶解并定容至 1000mL，用氢氧化钠溶液调 pH 至 8.5 \pm 0.1。
- 4) 氢氧化钠溶液：氢氧化钠 5g，加水溶解并定容至 50mL。
- 5) 0.1%甲酸溶液：取甲酸 1mL，加水稀释至 1000mL，混匀。
- 6) 乙腈-水溶液（15:2）：取乙腈 150mL，加入 20mL 水，混匀。

3、提取步骤

猪肉：



取试料 2g（准确至±0.02g），于 50mL 聚丙烯离心管中，加乙腈-水溶液（15:2）10mL，均质 1min，5000r/min 离心 2min，收集上清液于鸡心瓶中。残渣用乙腈-水溶液（15:2）重复提取一次，合并上清液，40℃水浴旋转蒸发，除去乙腈，立即加磷酸盐缓冲溶液 25mL，备用。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP，规格：500mg/6mL。

活化：5mL 甲醇、10mL 磷酸盐缓冲溶液，弃去；

上样：取备用液过柱，弃去；

淋洗：3mL 磷酸盐缓冲溶液，2mL 水，抽干；

洗脱：3mL 乙腈，抽干并收集于离心管中；

复溶：将收集液体于 40℃水浴氮气吹至近干，加水至 1.0mL，过 0.22μm 滤膜，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 0.01mL 10μg/mL 标准工作液，因此加标水平为 50μg/kg，最终机度数为 100ng/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, 1.8μm, 2.1×50mm



流动相：A: 0.1%甲酸水溶液；B: 甲醇

柱温：35°C；流速：0.3mL/min；进样体积：2 μ 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
1.0	95	5
4.50	50	50
5.50	50	50
5.60	95	5
7.0	95	5

6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：5500 V；离子源温度：500°C；

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

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



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

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能 CE/V
头孢氨苄	348.23	174.1*	16
		158.02	16
头孢拉定	350.21	176.06*	18
		157.97	18
头孢乙腈	362.17	178.01*	70
		258.06	70
头孢唑林	455.25	323.15*	20
		156	20
头孢哌酮	646.45	143.05*	22
		290.13	22
头孢匹林	424.44	152.04*	24
		292.24	24
头孢洛宁	459.29	151.97*	18
		337.1	18
头孢喹肟	529.38	265.06*	24
		396.12	24
头孢噻肟	456.43	167.01*	22
		396.16	22

7、色谱图或者加标回收率结果



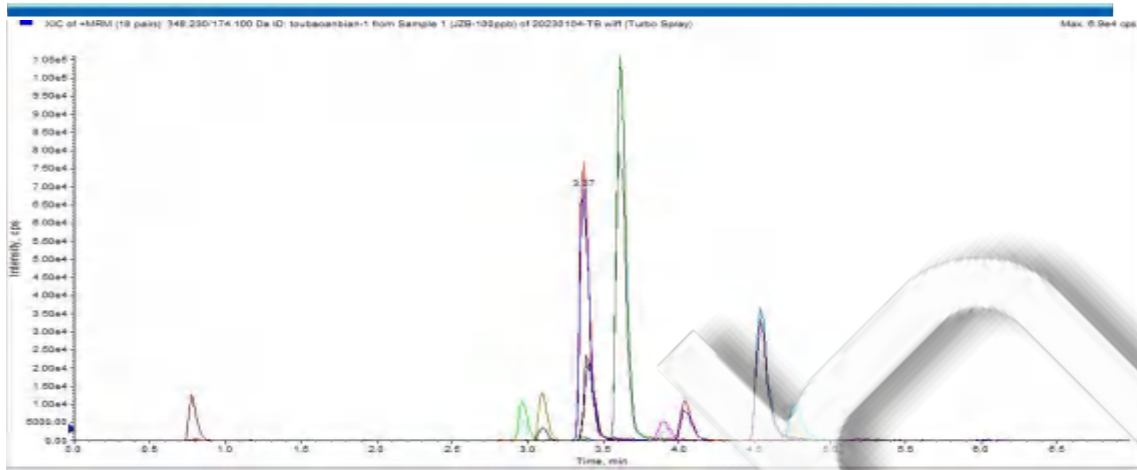
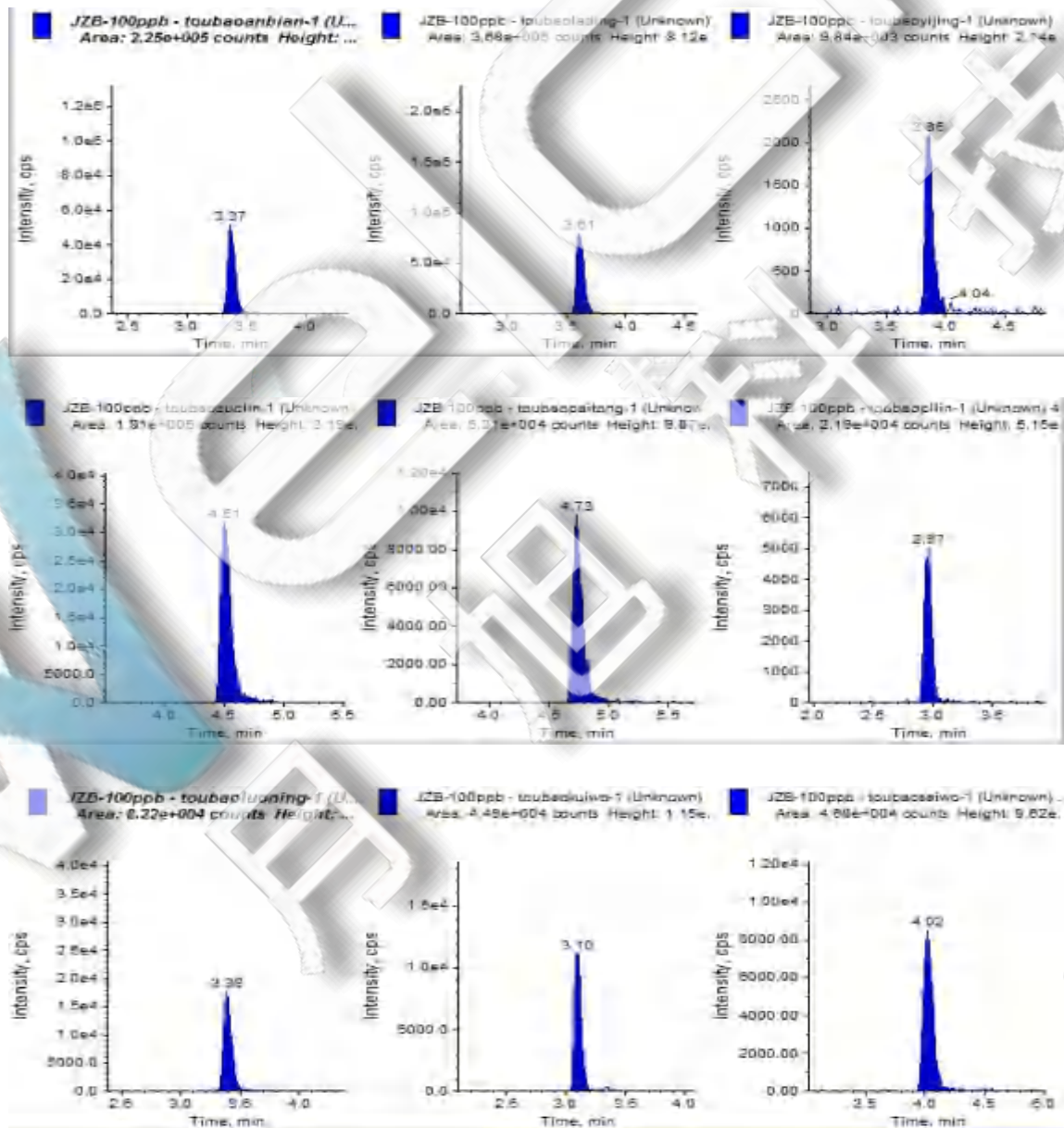


图 1. 基质混合对照溶液 100ng/mL 图谱



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号启漕漕河泾(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

图 2. 基质混合对照溶液 ng/mL 各目标物图谱

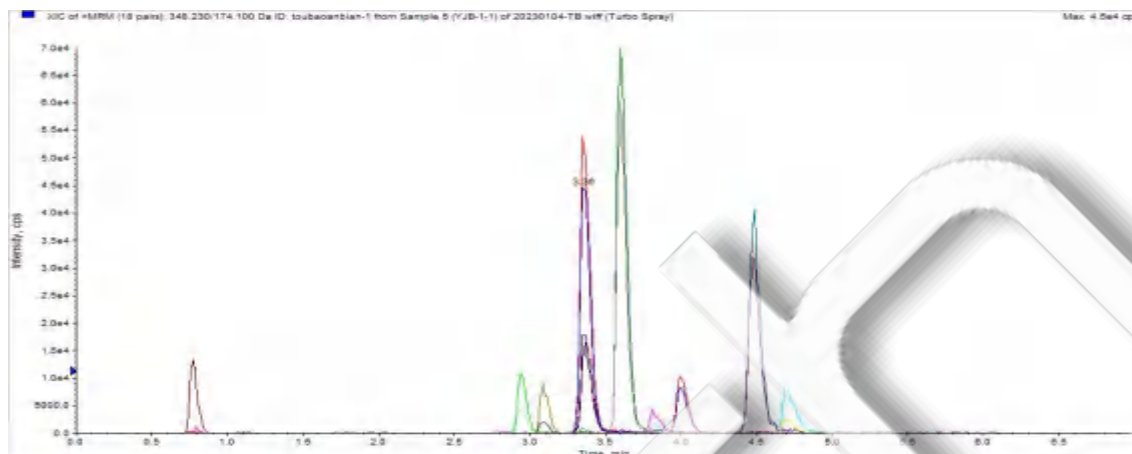


图 3. 猪肉样品加标 50 μ g/kg 图谱

表 3. 加标回收率表

峰号	化合物	加标水平 (50 μ g/kg)	
		平均回收率	RSD 值
1	头孢氨苄	92%	0.81%
2	头孢拉定	91%	1.60%
3	头孢乙腈	100%	5.21%
4	头孢唑林	115%	2.30%
5	头孢哌酮	100%	2.40%
6	头孢匹林	94%	2.64%
7	头孢洛宁	86%	5.43%
8	头孢喹肟	82%	0.88%
9	头孢噻肟	95%	1.22%



8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20006	SPE 小柱	Welchrom® BRP,500mg/6mL,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,50mL,50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,15mL,50/包
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 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-11010	UHPLC 色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 μ m, 2.1 \times 50mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 μ m,100pk

