

动物性食品中氯霉素残留量的测定 GB 31658.2-2021

1、适用范围

适用于猪、鸡肌肉、肝脏和鱼、虾可食组织中氯霉素残留量的测定。（本实验样品采用猪肌肉）

参考标准：《GB-31658.2-2021 食品安全国家标准 动物性食品中氯霉素残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确称取氯霉素标准品适量，于 10mL 容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，配制成浓度为 100 μ g/mL 的标准储备液。-18 $^{\circ}$ C 以下保存，有效期 1 年。
- 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，加甲醇溶解并稀释至刻度，配制成浓度为 100 μ g/mL 的内标储备液。-18 $^{\circ}$ C 以下保存，有效期 1 年。
- 3) 标准工作液：准确移取 100 μ g/mL 的标准储备液 0.01mL，用流动相稀释至 10mL，得到 100ng/mL 的标准工作液。4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 3 个月。
- 4) 内标工作液：准确移取 100 μ g/mL 的内标储备液 0.01mL，用流动相稀释至 10mL，得到 100ng/mL 的内标工作液。4 $^{\circ}$ C 保存，有效期 3 个月。
- 5) 4%氯化钠溶液：取氯化钠 4g，加水溶解并稀释至 100mL，混匀。
- 6) 水饱和乙酸乙酯溶液：取乙酸乙酯 400mL，加水 50mL，振摇，静置，使用时取上层溶液。
- 7) 水-乙腈（95:5）：取乙腈 5mL，加水稀释至 100mL，混匀。
- 8) 50%甲醇溶液：取甲醇 50mL，加水稀释至 100mL，混匀。

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



3、提取步骤

称取试料 5g（准确至±0.02g），加内标工作液 50μL、乙腈 5mL、4%氯化钠溶液 5mL，涡旋振荡 2min，4000r/min 离心 10min，取上清液，残渣重复提取一次，合并上清液。加正己烷 5mL，涡旋振荡 1min，2000r/min 离心 10min，弃去上层液，正己烷重复提取一次。加水饱和的乙酸乙酯溶液 5mL，涡旋振荡 1min，2000r/min 离心 10min，取上层液转移至另一离心管中，重复提取一次，合并提取液，氮气吹干，加水-乙腈（95:5）3mL 使溶解，备用。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® C18E，规格：500mg/3mL。

活化：10mL 甲醇、10mL 水，弃去；

上样：取备用液全部过柱，弃去；

淋洗：6mL 水，抽干；

洗脱：3mL 50%甲醇溶液洗脱，收集洗脱液；

复溶：在洗脱液中加入水饱和乙酸乙酯溶液 8mL，涡旋振荡 1min，2000r/min 离心 5min，取上清液，氮气吹至近干，用 50%甲醇溶液定容至 1mL，涡旋混匀，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：5.0g 样中加入 0.01/0.05/0.1mL 100ng/mL 标准工作液，因此加标水平为 0.2/1/2μg/kg，最终机度数为 1/5/10ng/mL。



6、色谱条件

6.1 UPLC 条件

色谱柱：Ultimate XB-C18, 5 μ m, 3.0 \times 150mm

流动相：甲醇：水=75:25

柱温：30 $^{\circ}$ C；流速：0.4mL/min；进样体积：2 μ L

6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；

扫描方式：负离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：-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。

其他质谱参数见表 2

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 1 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
氯霉素	320.6	152.2*	-18
		256.9	-11
氘代氯霉素	326.3	157.2	-18

7、色谱图或者加标回收率结果



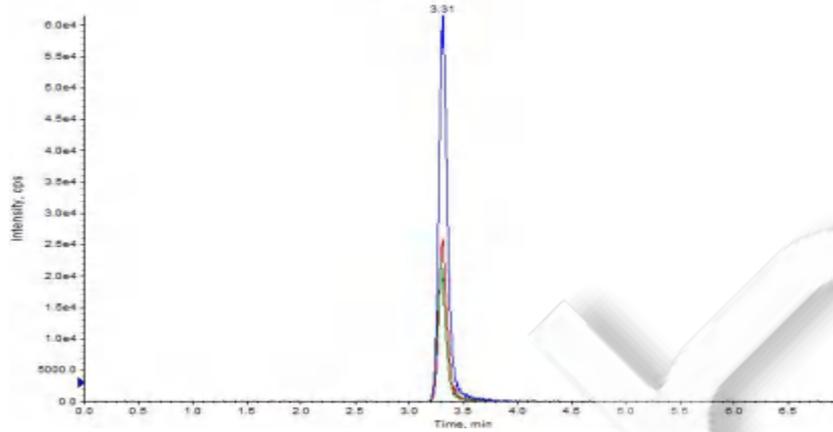


图 1. 氯霉素标准品 10ng/mL 图谱

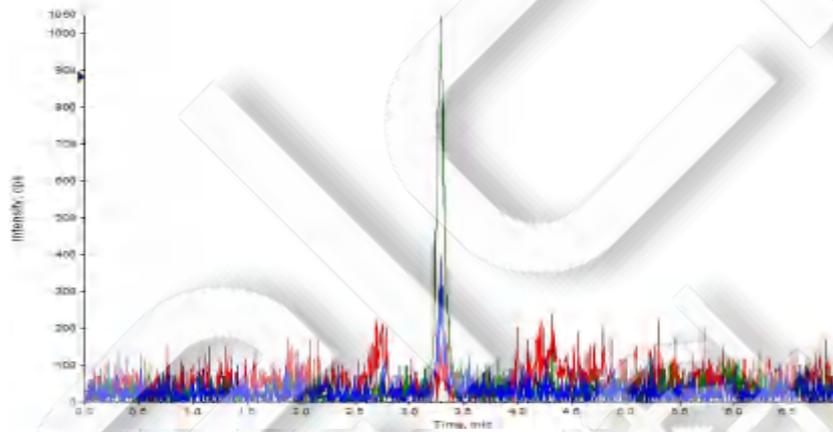


图 2. 猪肌肉样品空白图谱

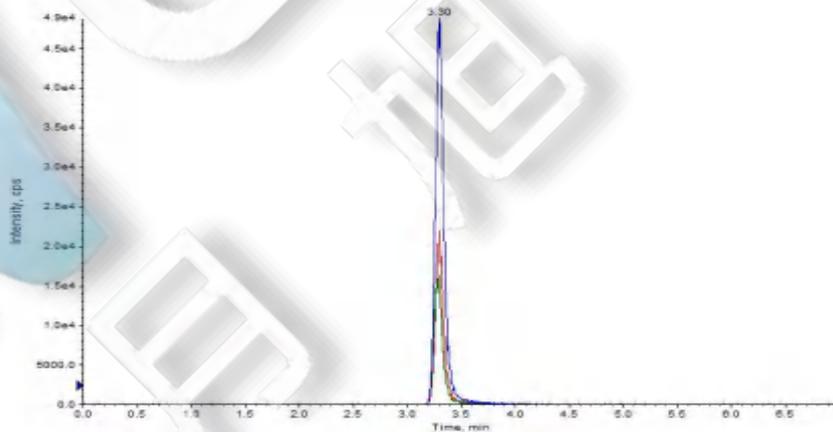


图 3. 猪肌肉样品加标 2µg/kg 图谱

表 2. 加标回收率表（内标法）

物质	加标水平 (0.2µg/kg)	加标水平 (1µg/kg)	加标水平 (2µg/kg)
----	-----------------	---------------	---------------

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



	平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值
氯霉素	108.04%	3.65%	103.28%	1.49%	104.32%	1.35%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11005	SPE 小柱	Welchrom® C18E,500mg/3ml,50/pk
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
00201-31023	分析柱	Ultimate XB-C18, 5 μ m, 3.0 \times 150mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 μ m,100pk

