

测试报告

样品信息			
样品名称	鱼肉	编 号	Z20220915-010
样品重量	/	剂 型	/
收样日期	2022/11/09	测试期间	2022/11/09-2022/11/11
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	泰乐菌素		
参考标准			
参考标准	GB 31656.2-2021	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Agilent 1260

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® XB-C18(4.6×250 mm,5μm)		
流动相	t/min	A(0.01 mol/L 磷酸二氢钾, pH=2.5)	B(乙腈)
	0	75	25
	3	75	25
	10	52	48
	16	52	48
	19	75	25
	30	75	25



柱温:	35 °C
紫外检测器	285 nm
流速:	1.0 mL/min
进样量:	50 μ L
注意事项	样品洗脱后的甲醇溶液和纯甲醇之间可能存在差异, 导致了出峰响应不同, 因此建议使用基质曲线或者使用空白加标的方式定制曲线。

流动相的配置:

A: 称取 1.3602 g 磷酸二氢钾, 加入至 1000 mL 水中, 磷酸调 pH 至 2.5, 混匀。

B: 色谱级乙腈, 过滤。

溶液配置:

泰乐菌素储备液: 100 μ g/mL。

泰乐菌素中间液: 移取泰乐菌素储备液 50 μ L, 甲醇定容至 5mL, 混匀。

std: 取基质样品过柱后溶液 900 μ L, 泰乐菌素中间液 100 μ L, 混匀。

磷酸盐 I: 称取磷酸二氢钾 0.52g, 磷酸氢二钾 16.73g, 500mL 水溶解混匀。

磷酸盐 II: 磷酸盐 I 溶液用磷酸调 pH 至 4.0。

磷酸氢二钾溶液: 称取磷酸氢二钾 1.74g, 用水溶解稀释至 100mL。

● 提取

样品: 称取鱼肉 5.0023 g 加入磷酸盐 I 5 mL, 涡旋混匀 1min, 加乙酸乙酯 25 mL, 2500r/min 振荡 10 min, 8000r/min 离心 5 min, 取上清液于离心管中, 残渣加入 20 mL 乙酸乙酯重复提取一次, 合并上清液, 45°C 氮吹至近干, 加入 1mL 甲醇溶解残渣, 加入磷酸盐 II 10mL, 正己烷 10 mL, 涡旋混匀 2min, 8000r/min 离心 5 min, 弃去上层正己烷, 取下层水液体待净化。

样品+标: 称取鱼肉 5.0018 g, 加入泰乐菌素中间液 300 μ L, 磷酸盐 I 5 mL, 涡旋混匀 1min, 加乙酸乙酯 25 mL, 2500r/min 振荡 10 min, 8000r/min 离心 5 min, 取上清液于离心管中, 残渣加入 20 mL 乙酸乙酯重复提取一次, 合并上清液, 45°C 氮吹至近干, 加入 1mL 甲醇溶解残渣, 加入磷酸盐 II 10mL, 正己烷 10 mL, 涡旋混匀 2min, 8000r/min 离心 5 min, 弃去上层正己烷, 取下层水液体待净化。

● 活化

Welchrom P-SCX, 500 mg/ 6 mL 固相萃取柱, 上层放入少量棉花, 依次用 6mL 甲醇、6 mL 磷酸盐 II 活化。



● 过柱

全部上样, 将待净化液以每秒一滴的速率过固相萃取柱。

● 淋洗

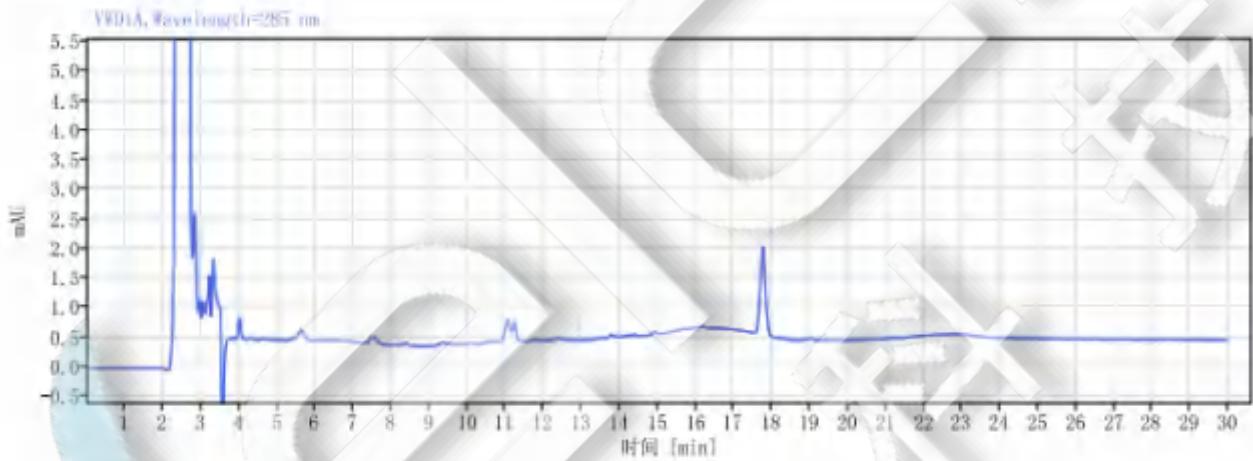
依次用水 5mL, 甲醇 5 mL, 水 3mL, 磷酸氢二钾溶液 5mL, 甲醇 0.4 mL 淋洗, 流出液弃去, 抽干。

● 洗脱

3 mL 甲醇洗脱, 收集洗脱液涡旋混匀, 0.45 μ m 滤膜过滤, 上机。

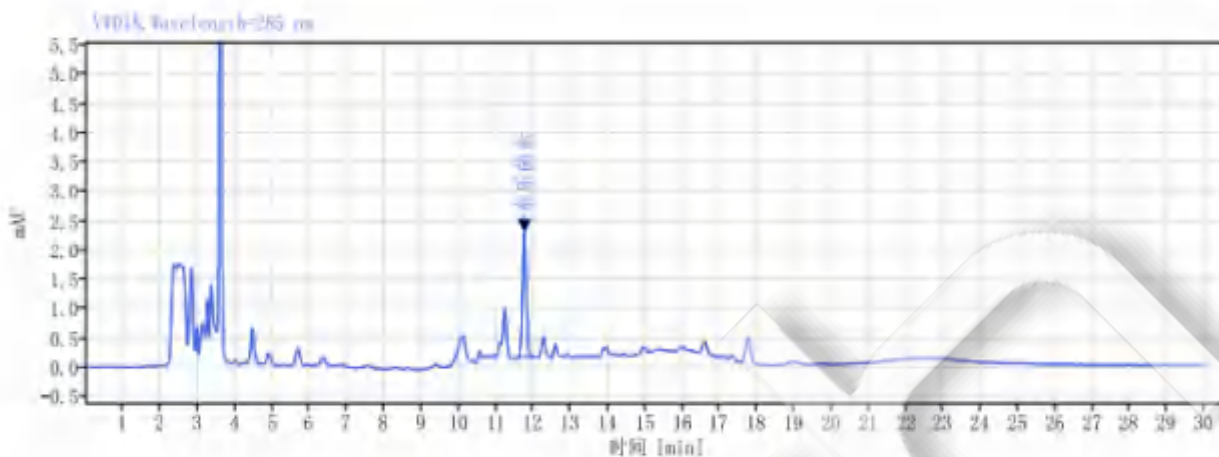
● 谱图和数据

(1) 空白



(2) Std100 ng/mL(基质)

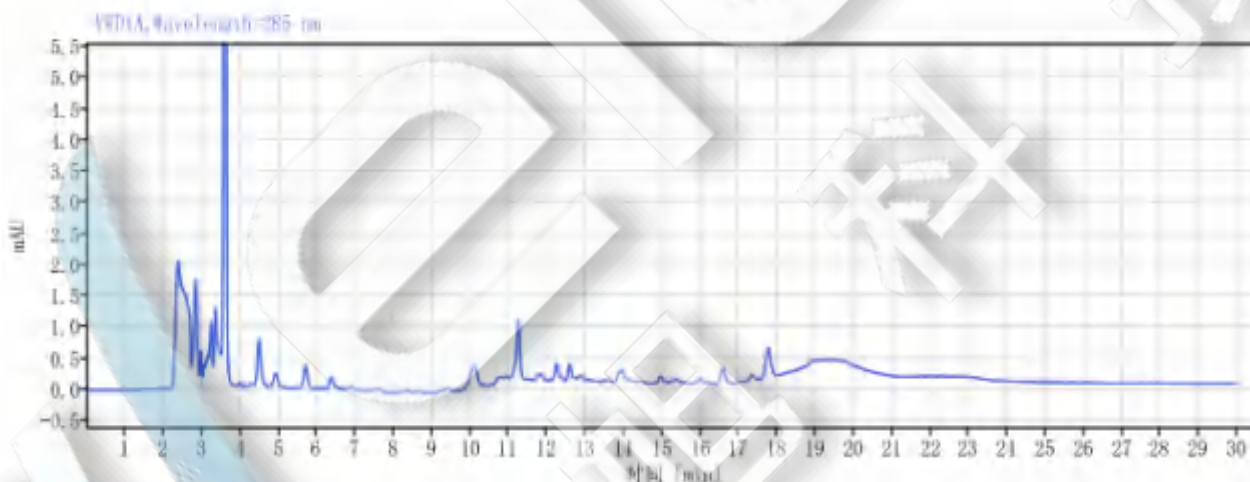




信号: YWD1A, Wave length=285 nm

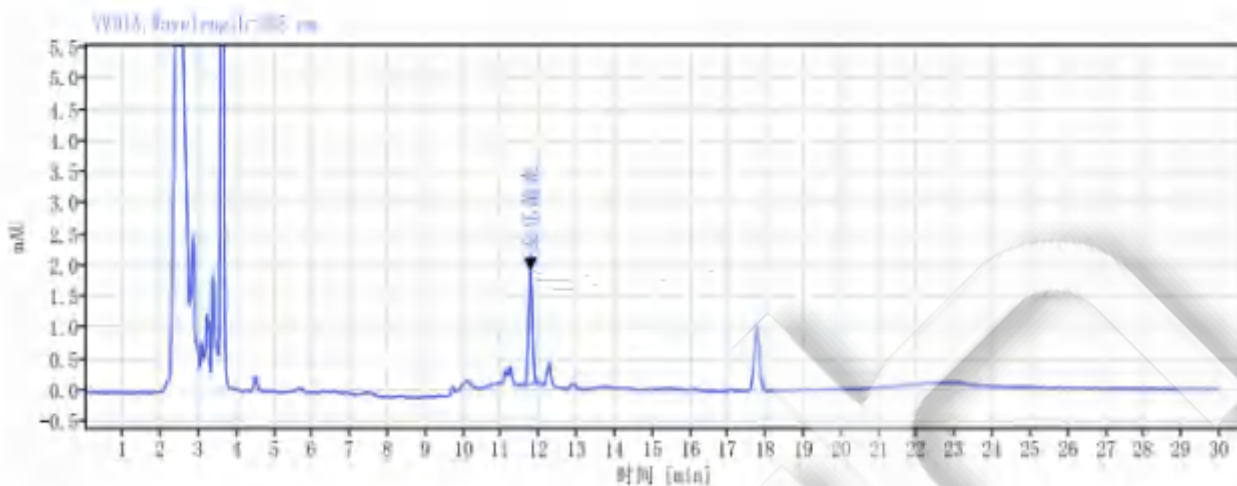
名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
泰乐菌素	11.763	15.16	100.00	0.99612		61123.33584
总和		15.16				

(3) 样品



(4) 样品+标





信号: VWD1A, Wavelength=285 nm

名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积%	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
泰乐菌素	11.771	12.71	100.00	1.03003		61994.96178
总和		12.71				

回收率统计:

样品名称	峰名称	峰面积	加标浓度, ng/mL	浓度, ng/mL	回收率
Std	泰乐菌素	15.16	/	100	/
样品+标	泰乐菌素	12.71	83.8	100	83.8%

● 结论:

使用月旭 Welchrom® P-SCX,500 mg/6 mL(新填料)固相萃取柱能够净化鱼肉中泰乐菌素残留测定,回收率符合要求。

日期: 2022/11/11

