

测试报告

样品信息			
样品名称	鲜肉	编号	Z20220915-003
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/11/03	测试期间	2022/11/03-2022/11/04
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	环丙氨嗪		
参考标准			
参考标准	GB 31658.12-2021	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 Boltimate® HILIC(2.1×150 mm,2.7μm)
流动相	A(25 mmol/L 乙酸铵, pH=5.0):B(乙腈)=4:96
柱温:	30 °C
紫外检测器	214 nm
流速:	0.4 mL/min
进样量:	10 μL

流动相的配置:

A: 称取 0.9625 g 乙酸铵, 加入至 500 mL 水中, 乙酸调 pH 至 5.0, 混匀。

B: 色谱级乙腈, 过滤。

溶液配置:



环丙氨嗪溶液: 称取环丙氨嗪标准品 0.0014 g 加入甲醇 1.4 mL, 移取该溶液 100 μ L 甲醇定容至 10 mL, 混匀。

5%氨化甲醇: 移取浓度 25%-28%的氨水 5 mL, 甲醇定容至 100 mL, 混匀。

1%三氯乙酸: 称取三氯乙酸 1.0 g, 加水 100 mL, 混匀。

提取液: 取 1%三氯乙酸溶液 15 mL 乙腈稀释至 100 mL, 混匀。

● 提取

称取鲜肉 5.0023 g 加入提取液 15 mL, 2500r/min 振荡 5 min, 8000r/min 离心 5 min, 取上清液于分液漏斗中, 残渣加入 10 mL 提取液重复提取一次, 合并上清液, 加正己烷 30 mL, 振摇, 静置使分层, 收集下层液体于 50 mL 离心管中, 氮吹至 5 mL, 涡旋, 待净化。

● 活化

Welchrom P-SCX,60 mg/ 3 mL 固相萃取柱, 依次用 3mL 甲醇、3 mL 水活化。

● 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

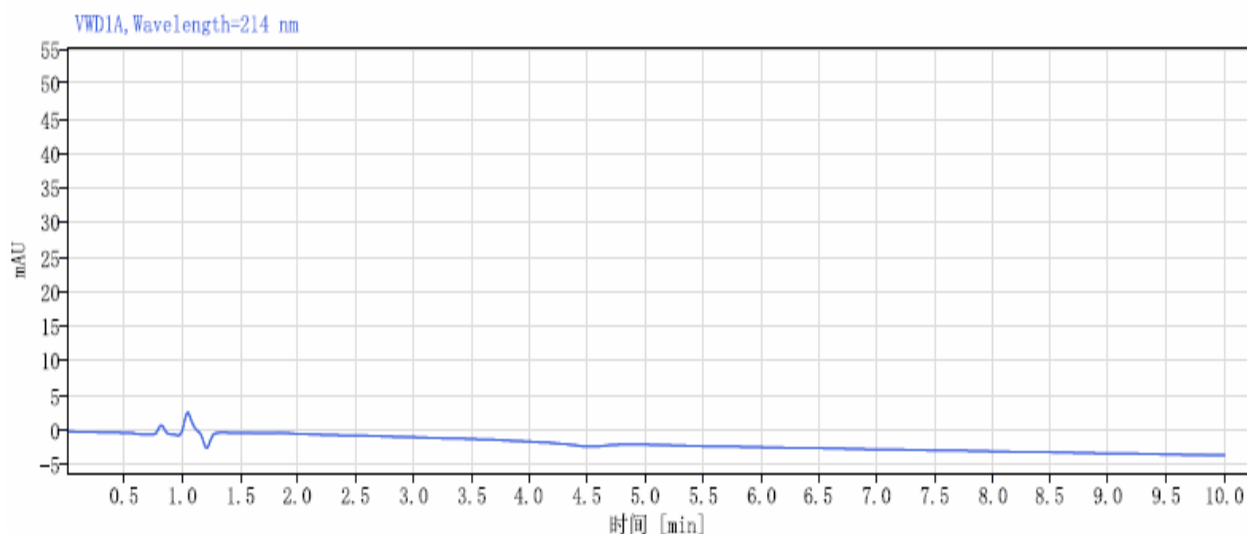
依次用甲醇 3 mL, 0.1mol/L 盐酸 3mL, 水 3mL, 甲醇 3 mL 淋洗, 流出液弃去。

● 洗脱

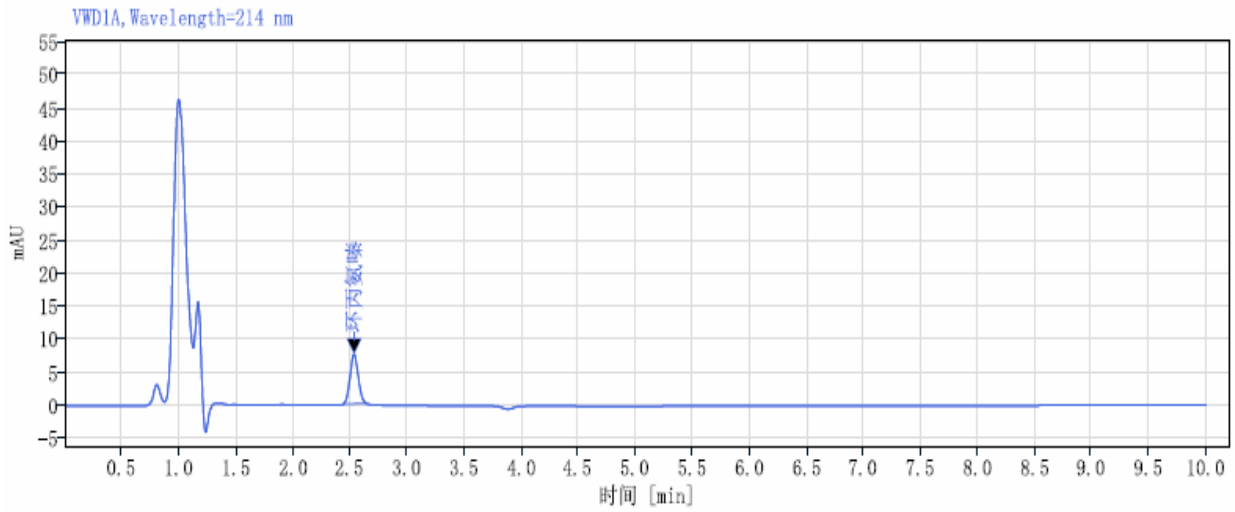
5 mL5%氨化甲醇洗脱, 收集洗脱液氮吹至干, 1mL 流动相复溶过滤上机。

● 谱图和数据

(1) 空白



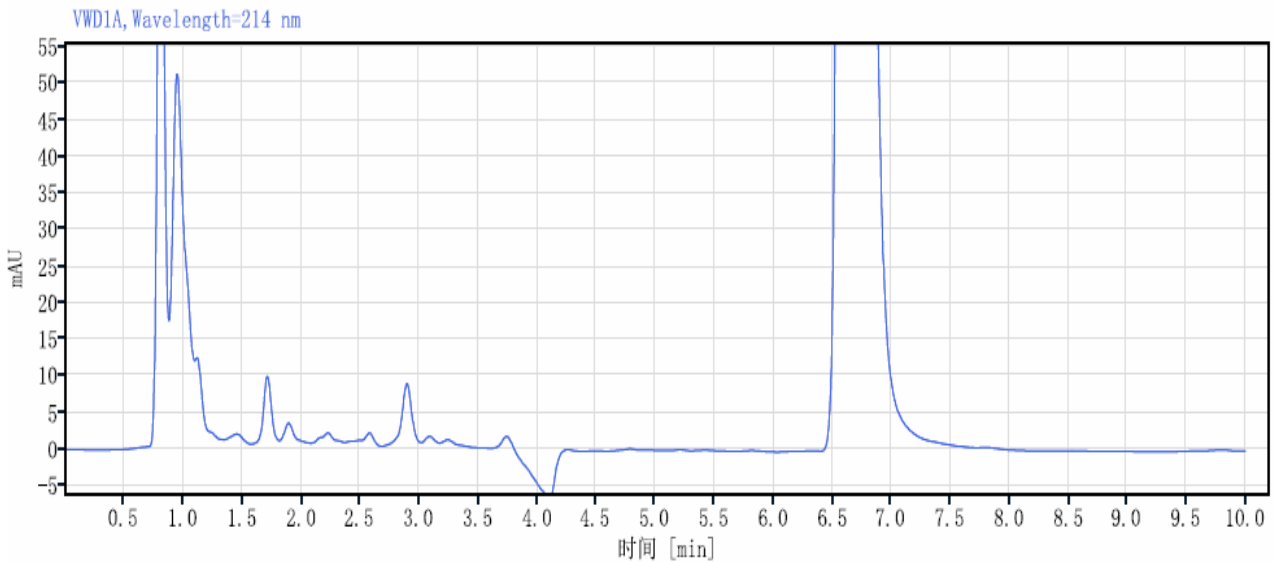
(2) Std100 ng/mL



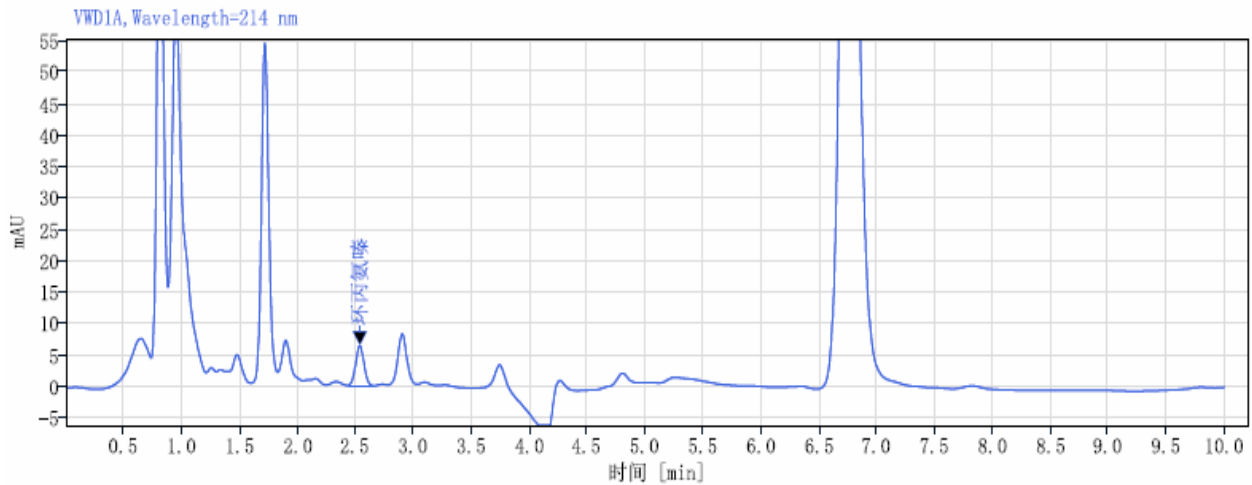
信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

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
环丙氨嗪	2.530	37.08	100.00	1.08547		5861.78853
总和		37.08				

(3) 样品



(4) 样品+标



信号: VWD1A, Wavelength=214 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
环丙氨嗪	2.532	31.11	100.00	1.01213		5876.22881
总和		31.11				

环丙氨嗪回收率统计:

样品名称	峰名称	峰面积	加标浓度, ng/mL	浓度, ng/mL	回收率
Std	环丙氨嗪	37.08	/	100	/
样品+标	环丙氨嗪	31.11	83.9	100	83.9%

● 结论:

使用月旭 Welchrom® P-SCX, 60 mg/ 3 mL 固相萃取柱能够净化鲜肉中环丙氨嗪残留测定, 回收率符合要求。

日期: 2022/11/07

