

动物源性样品中氯霉素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-204)

样品制备

4g 样品, 加入 8mL 乙酸乙酯, 均质 2min, 4000rpm 下离心 5min, 然后提取上清液, 再加入 5mL 乙酸乙酯提取一次, 合并提取液, 加入 4mL 正己烷, 震荡 1min, 4000rpm 下离心 3min, 弃去正己烷层, 重复一次后, 乙酸乙酯层蒸干。用 1mL 50:50 甲醇 / 水溶解残留物, 用 10mL 水稀释。

活化

3mL 甲醇, 3mL 水

上样

样品, 1-2mL/min

清洗

3mL 30% 甲醇水溶液, 吹干小柱

洗脱

3mL 甲醇, 氮气吹干

LC/MS 方法

色谱柱

Hypersil GDLD™ 50 mm × 2.1 mm, 1.9μm

货号

25002-052130

流动相

A: 甲醇, B: 水

梯度: 时间 (min)

A%

0.0-0.6

5%

2.3

100%

2.35-3.0

5%

进样量

20μL

流速

500μL/min

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式选择

反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

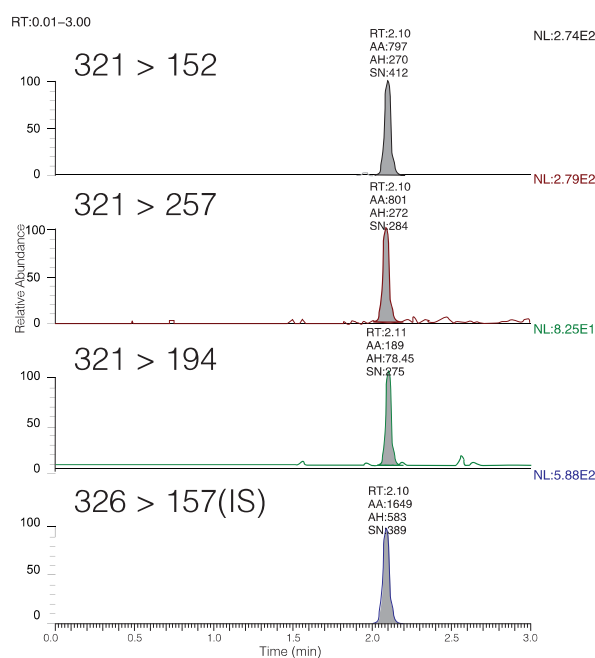
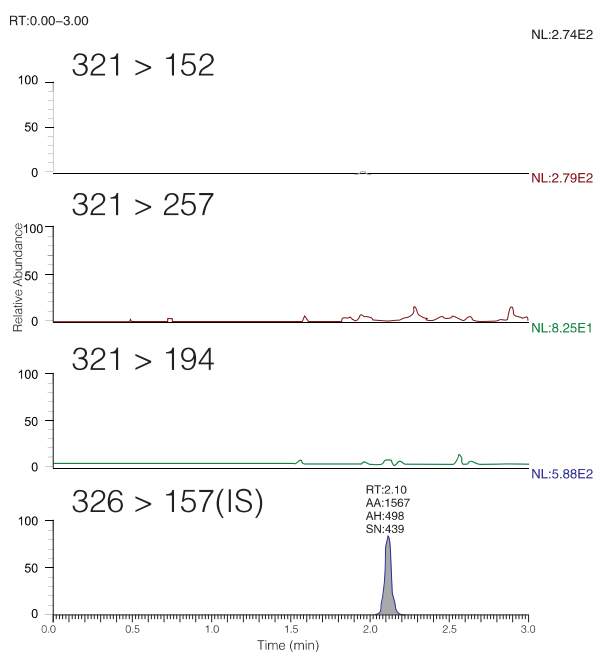
3000V

离子传输管温度

300

结果

1. 空白样品图和添加 0.050μg/kg 氯霉素样品图



2. LOQ: 猪, 牛, 羊肉, 牛奶等动物源性样品中氯霉素的 LOQ 为 0.050μg/kg。

3. 回收率: 猪, 牛, 羊肉, 水产品等动物源性样品中氯霉素回收率在 94%-104% 之间。