蜂蜜和蜂皇浆样品中氯霉素的检测（SPE-LC/MS）

使用 60mg， 200mg 3mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 *(部件号：60107-203,60107-204)*

样品制备

蜂蜜：5g 样品，加入 20mL 水，剧烈震摇，使蜂蜜完全溶解。蜂皇浆：100g 样品，加入 60mL 甲醇 /1% 偏磷酸（3:2）混匀提取，取上清液，再用 15mL 甲醇 /1% 偏磷酸（3:2）溶液提取一次，合并两次提取液，蒸干。

活化

3mL 甲醇，3mL 水

样品，1-2mL/min

上样

清洗

3mL30% 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 GOLD™ 50 mm×2.1mm，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

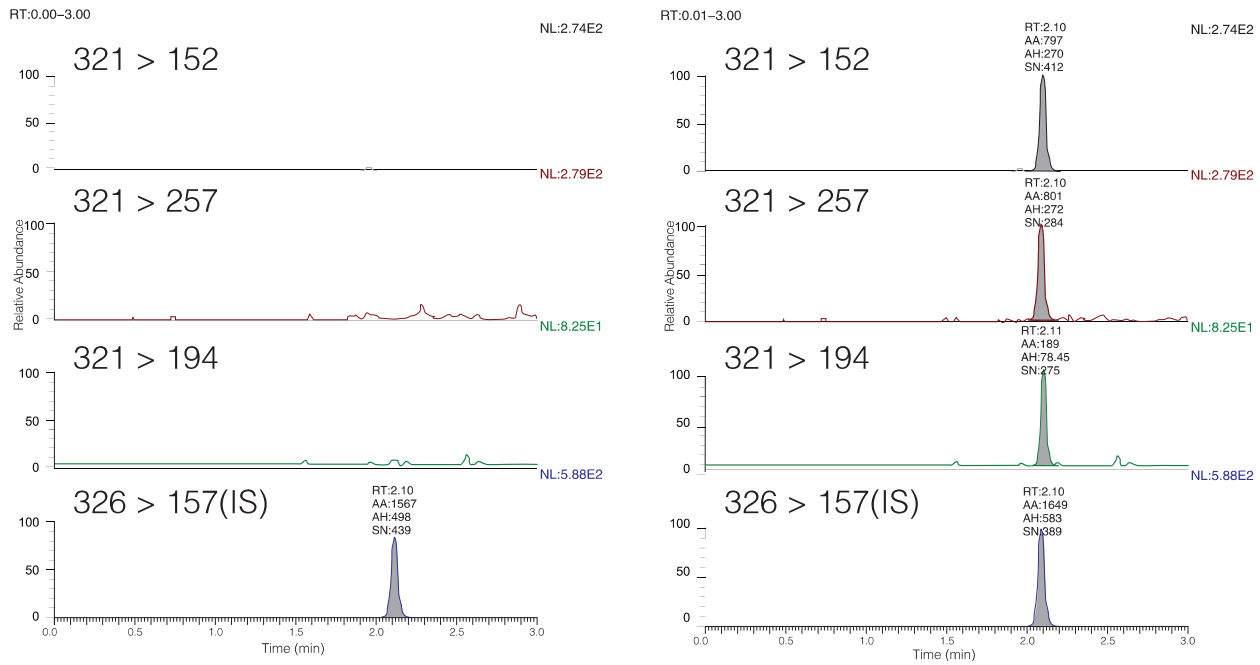
3000V

毛细管温度

300℃

结果

1. 空白样品图和添加 0.1μg/kg 氯霉素样品图



空白样品图和添加 0.1μg/kg 氯霉素样品图

2.LOQ：蜂蜜和蜂皇浆中氯霉素的 LOQ 为 0.1μg/kg。

3. 回收率：蜂蜜和蜂皇浆中氯霉素回收率在 93%-99% 之间。