

水产品中氯霉素残留量的测定

摘要

本方案参考《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》利用莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取系统进行净化，M64 高通量平行浓缩仪进行浓缩，液质检测建立了一种对水产品中氯霉素残留进行检测的分析方法。

该方案可以实现自动化、高通量的净化和浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员用量、减少人为误差。检测结果证明使用莱伯泰科的全自动固相萃取净化、高通量真空平行浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词：

水产品；氯霉素；固相萃取；浓缩；GB 31658.2-2021

1. 仪器设备

MiniLab 3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科；

SPE1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科；

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科；

4500 液相色谱质谱联用仪，SCIEX。



2. 标准溶液配制

使用 MiniLab3000 全自动液体处理平台进行标准溶液的配制，设置程序，仪器自动配置 0.5、1、2、5、10ng/mL 的标准工作曲线。

3. 样品前处理

取鱼肉 5g，加内标溶液 50 μ L、氯霉素标准溶液 50 μ L、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 1 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，正己烷重复处理 1 次。加水饱和的乙酸乙酯溶液 5mL，涡旋振荡 1min，2000r/min 离心 10min，上层液转移到 20mL 上样瓶中，重复提取 1 次，合并提取液，氮气吹干，加水 - 乙腈 (95+5) 3mL 使溶解，备用。

表 1 固相萃取方法 (C18 柱, 保留目标物膜式)

| 序号 | 步骤 | 溶剂 | 体积 /mL | 流速 (mL/min) | 干燥时间 /s |
|----|----|---------|--------|-------------|---------|
| 1 | 活化 | 甲醇 | 10 | 3 | 0 |
| 2 | 活化 | 水 | 10 | 3 | 0 |
| 3 | 上样 | / | 4 | 3 | 0 |
| 6 | 淋洗 | 水 | 3 | 3 | 0 |
| 7 | 淋洗 | 水 | 3 | 3 | 0 |
| 8 | 洗脱 | 50% 甲醇水 | 5 | 1 | 30 |

将前述制备液按照表 1 的方法进行固相萃取净化, 收集洗脱液, 加水饱和和乙酸乙酯 4mL, 涡旋振荡 1min, 2000r/min 离心 5min, 取上层液, 重复处理 1 次, 合并上层溶液, 氮气吹至近干干。加甲醇+水 (50+50) 1mL 溶解, 微孔滤膜过滤, 供 LC-MS/MS 测定。

4.LC-MS/MS 仪器条件

4.1 色谱柱: Shim-pack Velox C18 (2.7 μ m, 2.1*100mm) ;

4.2 检测方式: 选择离子扫描 (SIM)

5. 结论

5.1 色谱图

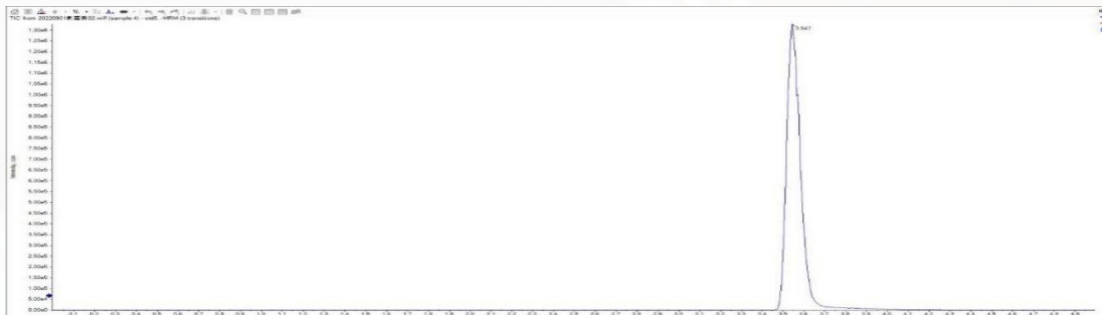


图 1 氯霉素标样色谱图

5.2 标准曲线

用 MiniLab 3000 配置的标准曲线, 曲线方程及线性相关系数为 $y=9.21262 \times 105x$, $r=0.997$ 。

5.3 准确性、精密度

通过莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取净化、M64 高通量平行浓缩对水产品中氯霉素残留量的前处理, 经 LC-MS/MS 分析, 样品的加标回收率为 84.7~105%, RSD 为 8.1%。

6. 方案特点

莱伯泰科 SPE 1000 全自动固相萃取系统可实现最多八个样品同时上样，收集架可直接放入 M64 高通量平行浓缩仪中进行氮吹浓缩操作，中间无需样品转移可提高实验效率及减少目标物损失，两款仪器使用方法简便、操作灵活，适用于水产品中氯霉素残留的检测分析。

参考文献：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

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号

邮编: 101312

电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4

传真: 010-80486354

www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号