

# 动物源性食品中利巴韦林残留量的 UPLC-MS/MS 分析 (Copure® PBA)

《SN/T 4519-2016 出口动物源性食品中利巴韦林残留量的测定 液相色谱 - 质谱质谱法》

## 一、样品提取

称取 5.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入浓度为 1 µg/mL 同位素内标利巴韦林 -13C5 溶液 10 µL，加入 12 mL 20 g/L 三氯乙酸水溶液和 2.5 mL 乙腈，涡旋混匀 30 s，超声 10 min，于 8000 r/min 离心 5 min，上清液全部转移至 50 mL 离心管中，再向样品中加入 10 mL 20 g/L 三氯乙酸水溶液重复提取一次，合并两次提取液，用三氯乙酸水溶液定容至 25 mL，再准确移取 5 mL，用氨水调节 pH 至 8.5 (±0.1) 待净化 (本实验是采用阴性样本做基质加标实验，故省略酶解步骤)。

## 二、SPE 净化 (Copure® PBA, 100 mg/3 mL)

活化：向 PBA 柱中依次加入 3 mL 乙腈，3 mL 0.25 mol/L 乙酸铵缓冲液 (pH=8.5) 进行活化。

上样和洗脱：取上述待净化液过柱，控制流速不超过 1 滴/秒，然后用 3 mL 0.25 mol/L 乙酸铵缓冲液 (pH=8.5) 淋洗小柱，弃去全部流出液，抽干小柱，用 2 mL 0.1 mol/L 甲酸水溶液洗脱，抽干小柱，收集全部洗脱液。

上机：取上述洗脱液过 0.22 µm PES 水系滤膜，供上机分析。

## 三、标曲配制

采用内标法定量，分别精密量取适量的利巴韦林标准溶液和同位素内标利巴韦林 -13C5 工作液，用 0.1 mol/L 甲酸水溶液配制适当浓度的标准工作溶液。

## 四、仪器条件

### 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱：CS211003H (HILIC, 2.1 mm×100 mm, 3 µm)

流动相：A: 5 mmol/L 乙酸铵溶液 (含 0.1% 甲酸)

B: 乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	5	95
2.0	5	95
3.0	20	80
3.5	30	70
4.5	5	95
5.0	5	95

流速：0.4 mL/min

柱温：30°C

进样量：2 µL

### 质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：1 arb

离子传输管：300°C

辅气温度：400°C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (\* 为定量离子)

名称	保留时间 /min	母离子	子离子
利巴韦林	1.91	245.012	96.086, 13.083*
利巴韦林 -13C5	1.90	250.05	96.083, 113.071*

## 五、实验结果

表 3 添加水平为 2.0 µg/kg 动物源性食品中利巴韦林加标回收实验结果

目标物	基质	回收率 (%)				平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3	4		
利巴韦林	鸡肉	106.3	103.2	107.2	107.6	106.1	2.0
	鸡蛋	80.6	88.6	98.0	84.9	88.0	7.4

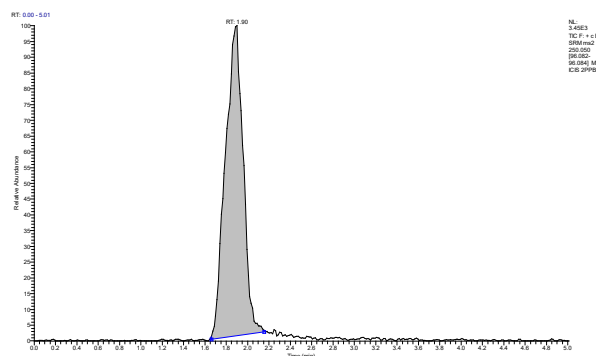


图 1 1 µg/L 利巴韦林标准品 SRM 色谱图

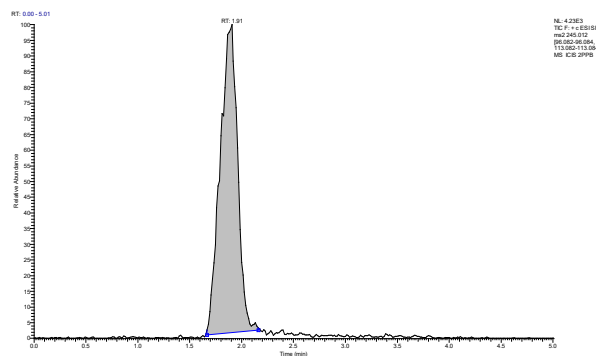


图 2 1 µg/L 利巴韦林 -13C5 内标溶液 SRM 色谱图

## 订购信息

货号	描述	包装
COPBA3100	Copure® PBA 固相萃取柱, 100 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-PES	PES 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 µm, 水系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 µm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	NL 滤膜, 直径 47 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒