

猪肉中硝基咪唑类药物残留量的测定 (Copure® MCX)

GB 31658.23-2022 《食品安全国家标准 动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱法》

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 称取 2g 猪肉样品于 50 mL 塑料离心管中，加入 0.100 μ g/mL 混合内标工作液 100 μ L，涡旋 30s 混匀，静置 10min。加入乙酸乙酯 15mL，振荡 10min，9500r/min 离心 5min，吸取上层清液于另一个 50mL 离心管中；
- 用 15mL 乙酸乙酯重复提取 1 次，合并提取液，于 40 $^{\circ}$ C 水浴氮气吹干。

二、样品净化 (Copure® MCX, 60mg/3mL)

- 残余物中加入 0.1mol/L 盐酸溶液 5mL，涡旋 1min 充分溶解，加正己烷 5mL，振摇 1min，9500r/min 离心 5min，弃正己烷层，下层再加正己烷 5mL 重复除脂一次，弃正己烷层，下层水相备用。
- 用 3mL 甲醇、3mL 0.1mol/L 盐酸溶液依次活化 MCX 混合型阳离子交换反相固相萃取柱；取全部备用液过柱，依次用 3mL 0.1mol/L 盐酸溶液、3mL 甲醇淋洗，抽干；加 5mL 5% 氨化甲醇洗脱，抽干，收集洗脱液；
- 将收集的洗脱液于 40 $^{\circ}$ C 下氮吹至近干，加 0.1% 甲酸水溶液定容至 0.5mL，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μ m 微孔滤膜，上机测定。

三、标准曲线的制备

精密量取混合标准工作液、混合内标工作液适量，用 0.1% 甲酸水溶液稀释成浓度为 0.500 μ g/L、1.00 μ g/L、2.00 μ g/L、5.00 μ g/L、10.0 μ g/L、25.0 μ g/L 的系列标准工作液，内标为 20.0 μ g/L，过 0.22 μ m 微孔滤膜，上机测定。

四、仪器条件

仪器设备：液相色谱 - 串联四级杆质谱仪 (Triple Quad 5500)

色谱柱：ACQUITY UPLC BEH C18 1.7mm 2.1' 50mm Column

流动相：A: 0.1% 甲酸水 B: 乙腈

流动相梯度：初始 95%A, 95%A (0 min~1.00 min), 10%A (1.00 min~3.00min), 10%A (3.00 min~4.20min), 95%A (4.20 min~4.50min), 95%A (4.50min~5.00min)

流速：0.300 mL/min

柱温：40 $^{\circ}$ C

进样体积：4.0 mL

质谱条件：

检测方式：多反应离子监测 (MRM)；

表 1 离子源控制条件

电离方式	ESI+
Curtain Gas(CUR)	45.0Psi
Collision Gas(CAD)	8Psi
IonSpray Voltage(IS)	5000.0V
Temperature(TEM)	500.0 $^{\circ}$ C
Ion Source Gas 1(GS1)	55Psi
Ion Source Gas 1(GS2)	55Psi

表 2 待测药物定性离子对、定量离子对、保留时间、去簇电压和碰撞能量参考值

化合物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时间 (min)	DP (V)	CE (V)
甲硝唑	172.1	128.2*	2.51	30	20
		82.1			34
甲硝唑-D3	175.0	131.0	2.49	30	20
羟基甲硝唑	188.2	123.2*	2.38	60	19
		126.2			34
羟基甲硝唑-D2	190.0	125.2	2.37	60	13
地美硝唑	142.0	96.0*	2.64	30	24
		81.2			40
地美硝唑-D3	145.0	99.0	2.62	60	15
羟基地美硝唑	158.0	140.3*	2.53	60	16
		55.2			25
羟基地美硝唑-D3	161.0	143.0	2.52	60	22

注：* 为定量离子。

五、实验结果

表 3 2.50mg/kg 猪肉中硝基咪唑类药物加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
甲硝唑	98.4	94.8	100	97.7	2.73
羟基甲硝唑	102	96.4	93.4	97.3	4.49
地美硝唑	97.2	93.4	100	96.9	3.42
羟基地美硝唑	112	98.6	103	105	6.53

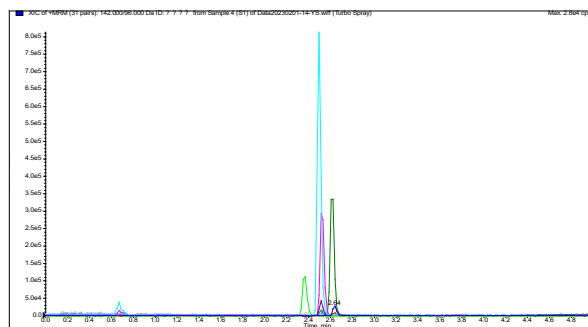


图 1 硝基咪唑类药物总离子流图

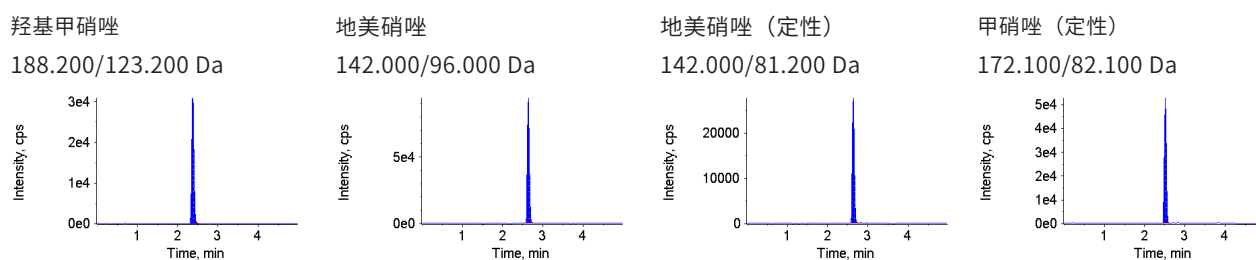


图 2 硝基咪唑类药物同位素内标标准溶液特征离子质量色谱图 (20.0mg/L)

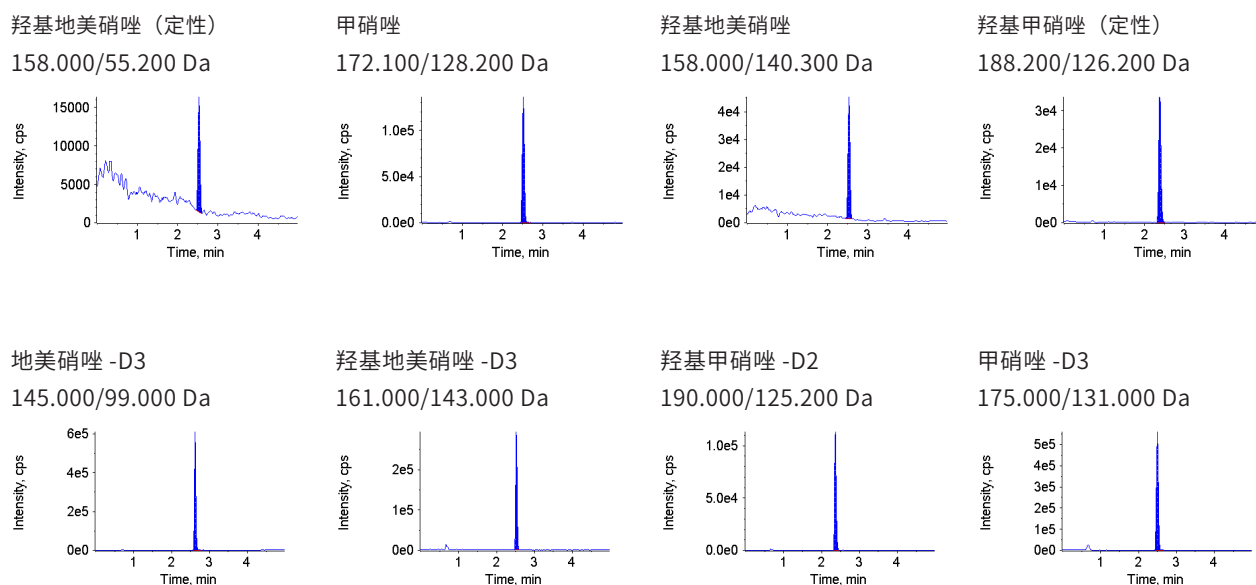


图 3 硝基咪唑类药物标准溶液特征离子质量色谱图 (2.00mg/L)

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱, 60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 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