

鸡蛋中利巴韦林残留量的 UPLC-MS/MS 检测 (Copure® 利巴韦林专用净化管)

一、样品提取

称取混合均匀的鸡蛋液样品 2 g (精确至 0.01g) 于 50 mL 离心管中, 加入 100 µg/L 利巴韦林 13C5 标准溶液 50 µL 作为内标。加入 1 mL 去离子水, 涡旋混匀 1 min, 再加入 9 mL 乙腈, 涡旋混匀 5 min, 5000 r/min 离心 10 min, 上清液待净化。

移取 5 mL 上清液至 Copure® 利巴韦林专用净化管中, 涡旋混匀 5 min, 8000 r/min 离心 10 min, 取上清液氮吹干, 用 1 mL 初始流动相复溶, 过 0.22 µm 滤膜, 上机测试。

二、标曲配制

标准储备液: 准确称取利巴韦林和利巴韦林 13C5 两种标准品 0.010 g 于 100 mL 容量瓶, 先用少量甲醇超声溶解, 再用甲醇定容至刻度, 混匀, 配制成终浓度为 100 µg/mL 的标准储备溶液。利巴韦林 13C5 标准品同法配成 100 µg/mL 内标储备液。

标准中间液: 分别准确移取标准储备液各 1 mL 于 100 mL 容量瓶, 用甲醇定容至刻度, 混匀, 配成终浓度利巴韦林为 1 µg/mL 的标准工作溶液, 利巴韦林 13C5 内标工作液为 1 µg/mL。

标准工作液: 逐级稀释, 标准工作液上机浓度为 0.5、1、2、5、10、20 µg/L, 其中利巴韦林 13C5 内标浓度均为 5 µg/L。

三、仪器条件

色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Scientific TSQ Endura)

色谱柱: GL Science HILIC (100*2.1mm, 3 µm)

流动相: A: 0.1% 甲酸水溶液

B: 乙腈

流速: 0.3 mL/min

进样量: 2 µL

柱温: 30°C

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
2.5	5	95
3.0	20	80
3.5	30	70
4.5	5	95
5.0	5	95

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

雾化温度: 350°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	母离子	子离子	保留时间
利巴韦林	245	96,113*	2.00
利巴韦林 13C5	250	96,113*	2.00

四、实验结果

表 3 鸡蛋样品中低、中、高三水平加标回收实验结果

目标物	加标水平 (µg/kg)	回收率 / (%) (n=3)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	5	10		
利巴韦林	1	97.9	93.7	94.2	95.3	2.41
	5	91.6	92.4	93.5	92.5	1.03
	10	96.2	97.0	97.5	96.9	0.677

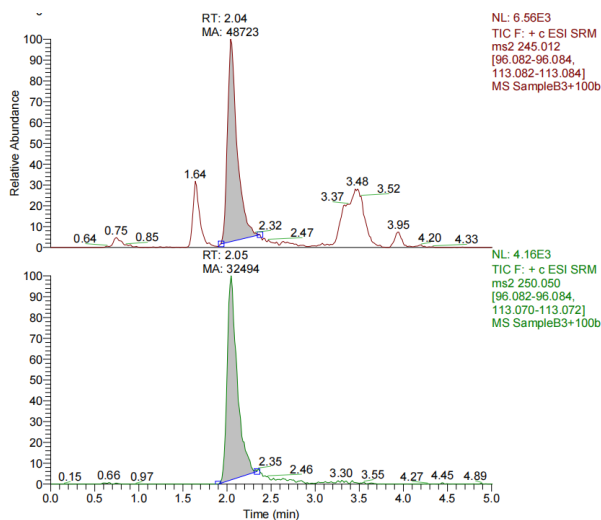


图 1 浓度为 10 µg/L 的样品图 (内标浓度 5 µg/L)

订购信息

货号	描述	包装
COQ015350H	Copure® 利巴韦林专用净化管	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