

鸡肉中氯霉素残留量的测定

摘要

本方法参考《GB31658.2-2021 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》的测试方法，使用 SPE1000 全自动固相萃取系统建立了鸡肌肉中氯霉素的检测方法。方法得到的氯霉素校正曲线 r 为 0.999，加标量为 $0.2\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，回收率为 89%~113%，RSD 为 5.3%~9.5%，都满足了 GB31658.2-2021 中相应的要求。

关键词:

鸡肉；氯霉素；固相萃取；浓缩；GB31658.2-2021

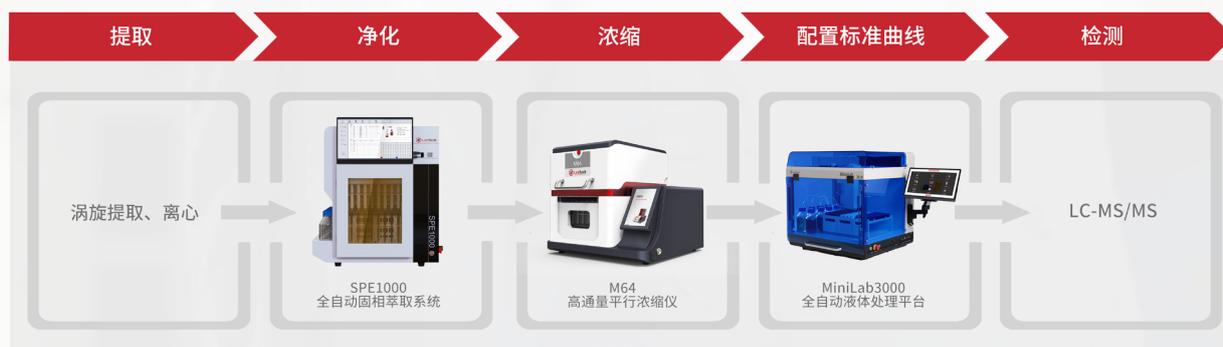
1. 仪器设备

SPE1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科；

4500 液相色谱 - 质谱仪，SCIEX；

MinLab3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科；

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科。



2. 标准溶液配制

表 1 标准曲线配置

序号	步骤	母液浓度 ng/mL	目标液浓度 ng/mL	目标液体积 mL	溶剂	内标浓度 ng/mL	内标体积 mL
1	稀释	100	10	1	甲醇	100	0.05
2	稀释	100	5	1	甲醇	100	0.05
3	稀释	100	2	1	甲醇	100	0.05
4	稀释	10	1	1	甲醇	100	0.05
5	稀释	10	0.5	1	甲醇	100	0.05

3. 样品前处理

3.1 提取

取鸡肌肉 5g，加内标溶液 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，溶解液按照表 2 进行固相萃取。

表 2 固相萃取 (C₁₈ 柱子，保留目标物)

步骤	溶剂	体积 mL	流速 mL/min	干燥
活化	甲醇	10	3	0
活化	水	10	3	0
上样	/	4	3	0
洗针	/	/	/	/
淋洗	水	3	3	0
淋洗	水	3	3	0
洗脱	50% 甲醇水	5	1	30

洗脱液，加水饱和乙酸乙酯 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，氮气吹干。加甲醇：水 (50: 50) 1mL 溶解，过滤，供液相色谱 - 质谱测定。

4. 液相色谱 - 质谱仪器条件

色谱柱：C18 (150mm*3.2mm,5 μ m)；

流动相：甲醇：水 (50: 50) ；

柱流速：0.25mL/min (恒流) ；

5. 结果

5.1 色谱图

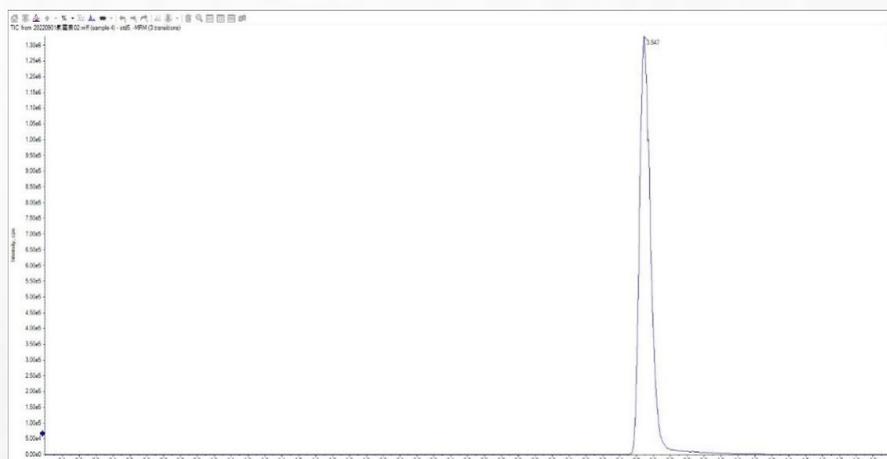


图 1 氯霉素标样色谱图

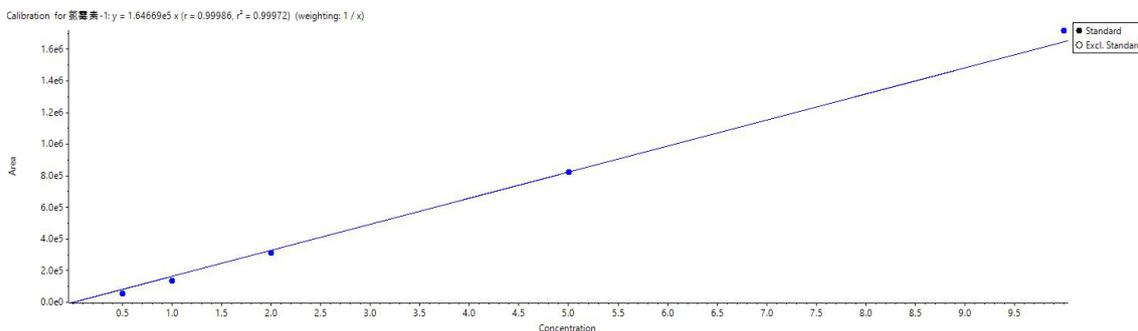


图 2 氯霉素标准曲线结果

5.2 准确度、精密度

加标量为 0.2 μ g/kg 时, 回收率 89 ~ 113%、RSD 为 9.5%, 加标量为 0.4 μ g/kg 时回收率 97 ~ 111%、RSD 为 5.3%, 满足《GB31658.2-2021 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》的要求。

6. 方案特点

实验过程中使用 SPE1000 全自动固相萃取系统实现了样品的净化以及目标物的富集, 使用 MiniLab3000 全自动液体处理平台进行标准曲线的配置, 使用 M64 高通量平行浓缩仪对溶液进行浓缩, SPE1000 的收集架可直接放入 M64 中进行浓缩, 中间无需样品转移减少损失。实验全过程借助自动化设备, 节约实验人员时间, 减少实验人员与试剂的接触, 能够在提升实验效率的同时保护实验人员的健康。

参考标准: GB31658.2-2021 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