

## 鸡肉中四环素、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定

### 摘要

本方案参考《GB 31658.17-2021 食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱 - 质谱法》建立了使用莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取系统进行净化，高通量平行浓缩仪 M64 进行浓缩，液相色谱串联质谱仪检测鸡肌肉中喹诺酮类、磺胺类、四环素类抗生素药物残留的分析方法。

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进行样品净化、氮吹平行浓缩仪对提取液进行浓缩，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:

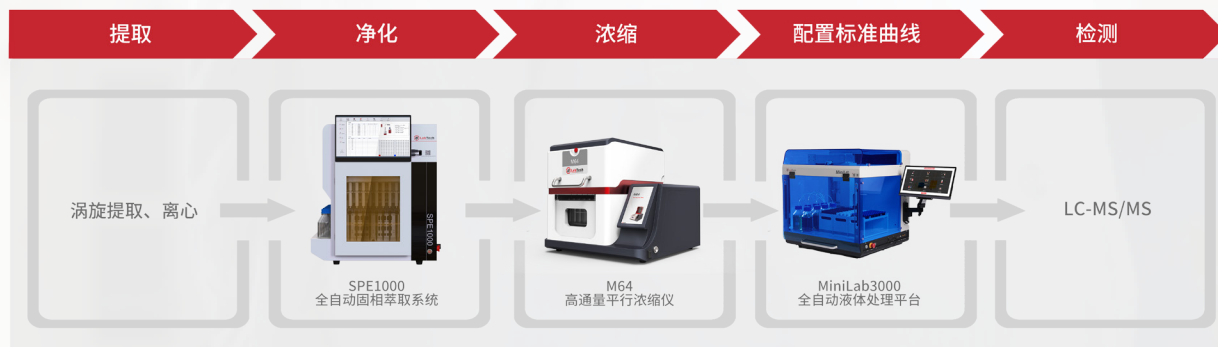
动物源性食品；磺胺、喹诺酮、四环素；固相萃取；浓缩；GB 31658.17-2021

### 1. 仪器设备

SPE 1000 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. 基质匹配标准曲线的制备

精密量取混合标准工作液适量，分别加入 6 份经提取和净化的空白试样残渣中，45°C 水浴氮气吹干，加入复溶液 1.0mL 涡旋溶解残余物，配置成浓度为 2μg/L、5μg/L、10μg/L、50μg/L、100μg/L、200μg/L、300μg/L 的基质匹配系列混合标准溶液，微孔滤膜过滤，液相色谱 - 串联质谱测定。

### 3. 实验过程

#### 3.1 提取

称取样品鸡肉 1.0g (精确至 0.01g)，置于 50mL 离心管中，加入 Mcllvaine-Na<sub>2</sub>EDTA 缓冲液 8mL，涡旋 1min，超声 20min，11000r/min 冷冻离心 5min，收集上清液于 15mL 离心管中，残渣加磷酸盐缓冲液 8mL，重复提取 1 次，合并上清液，混匀，备用。

加标样品，于称样完成时加入 1μg/mL 的标准工作液 100μL，提取步骤同上。

#### 3.2 SPE 净化

按照表 1 所示编辑 SPE1000 方法并运行，完成 2.1 中所有样品的萃取净化。

收集洗脱液于 15mL 离心管中，45°C 氮吹干，加入复溶液 1.0mL，涡旋 1min 溶解残余物。0.22μm 滤膜过滤，液相色谱 - 串联质谱测定。

表 1 固相萃取 (HLB 柱子，保留目标物)

步骤	溶剂	体积 mL	流速 mL/min	干燥
活化	甲醇	5	3	0
活化	水	5	3	0
上样	/	18	3	0
洗针	/	/	/	/
淋洗	水	5	3	0
淋洗	20% 甲醇水	5	3	90
洗脱	洗脱液	10	3	30

### 4 实验结果

#### 4.1 标准品色谱图

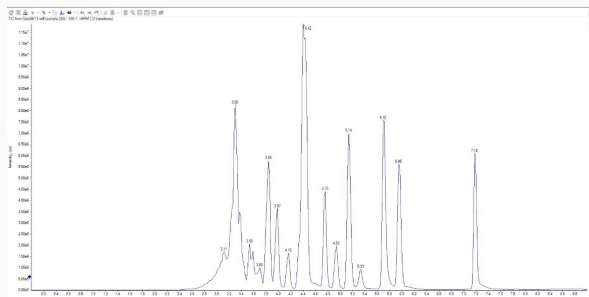


图 1 标品曲线色谱图

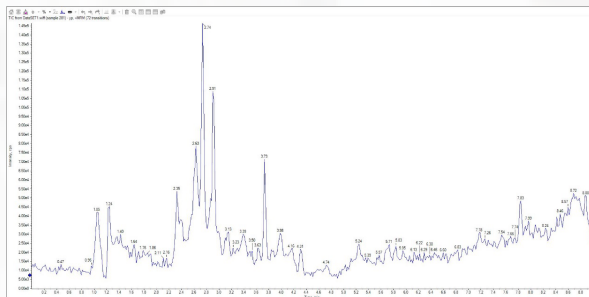


图 2 空白样品色谱图

### 5 结论

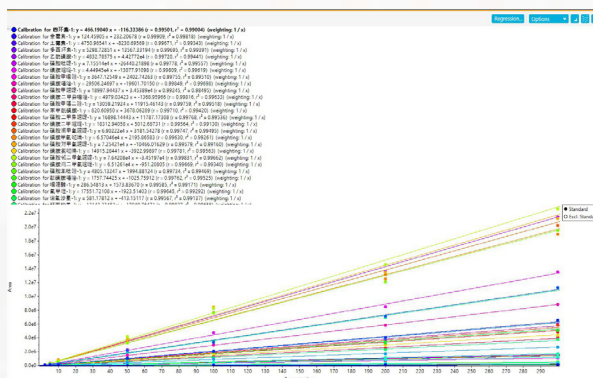


图 3 标准曲线线性

## 5.2 准确性、精密度

本方案使用莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取系统对样品进行净化、M64 高通量平行浓缩仪进行浓缩，经 LC-MS/MS 分析，样品加标回收率在 80.2% ~ 107.6%，RSD 在 1.1%~7.1%，满足相关标准要求。

## 6. 方案特点

此次实验使用了 SPE1000 全自动固相萃取系统、M64 高通量平行浓缩仪整体解决方案，全过程自动化、批量化，能够提高实验效率、节省实验人员的时间，仪器封闭及主动排废的功能减少了实验室和环境的污染，保护实验人员安全。仪器操作简便，结果更精准。

参考标准：GB 31658.17-2021 食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱 - 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