

测试报告

样品信息			
样品名称	猪肉	编 号	SHZ-20230321-008
样品重量	/	剂 型	/
收样日期	2023/04/12	测试期间	2023/03/12-2023/03/13
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	苯海拉明		
参考标准			
参考标准	SN/T 5437-2022	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® UHPLC LP-C18 2.1×50mm, 1.8μm		
流动相:	时间	流动相 A: (0.1%甲酸水溶液) %	流动相 B: (乙腈) %
	0.00	95	5
	1.00	95	5
	2.00	60	40
	4.00	60	40
	4.01	95	5
	5.00	95	5
柱温:	30 °C		
流速:	0.3 mL/min		
进样量:	5 μL		
注意事项	本次测试采用基质曲线, 建议与样品同时处理。		



● 流动相的配置：

流动相 A：0.10%甲酸水溶液（取 500 μ L 甲酸，加水定容至 500mL）

流动相 B：色谱级乙腈

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，350 $^{\circ}$ C，流速：1100L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：0.5kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
苯海拉明	256.1	167.2	24	36	Positive
		152.1		8	
苯海拉明-D3	259.2	167.1	28	10	Positive

● 样品溶液的配置：

样品溶液：称取 2 g 样品（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，准确加入 1mg/L 内标苯海拉明-D₃50 μ L，准确加入 20mL 提取液（1%三氯乙酸-乙腈溶液=3+7）10mL，10000r/minj 均质提取 1 min，再超声提取 15min，于 8000 r/min，温度 4 $^{\circ}$ C 以下，离心 10min.收集上清液于 25mL 比色管中，用氨水调节 pH 至 5，加水定容至 25mL,待净化。

Welchrom® P-SCX 固相萃取柱（500 mg，6 mL），用 5 mL 甲醇，5 mL 水，5mL 1%三氯乙酸-乙腈溶液=3+7 活化。

取 5mL 待净化液液过柱，弃去。

依次用 5mL 水、5 mL 甲醇淋洗，弃去，抽至近干。

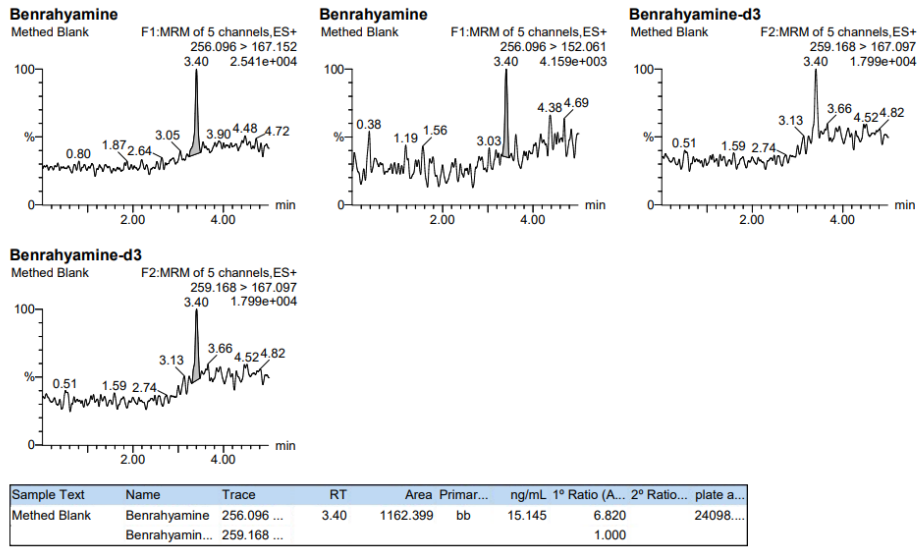
依次用 6mL 20%氨水甲溶液、4mL 乙腈，洗脱并收集。

洗脱液于 40 $^{\circ}$ C 下氮吹至干，准确加入 1mL 0.1%甲酸-乙腈溶液（95+5）溶解残渣，过 0.22 μ m 滤膜，上机分析。

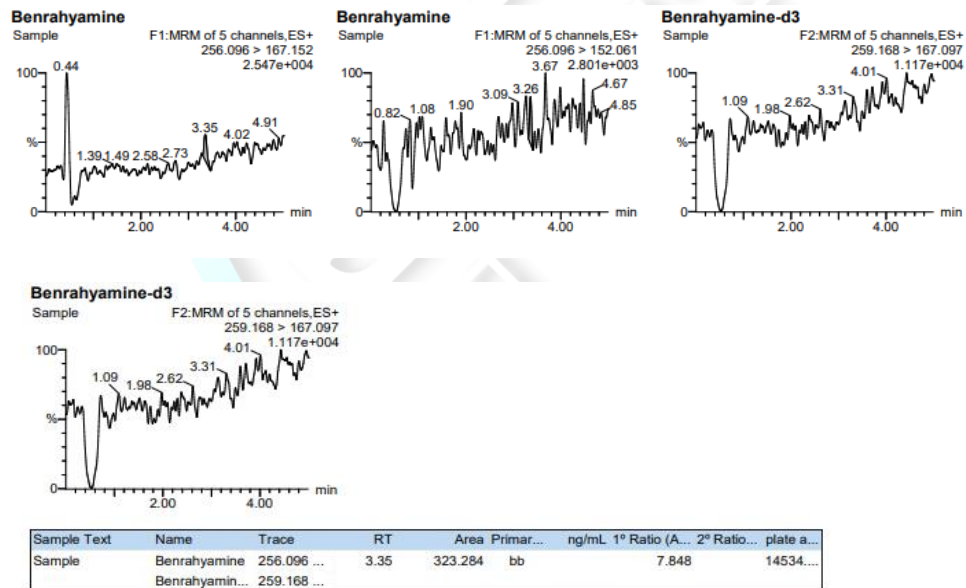


谱图和数据

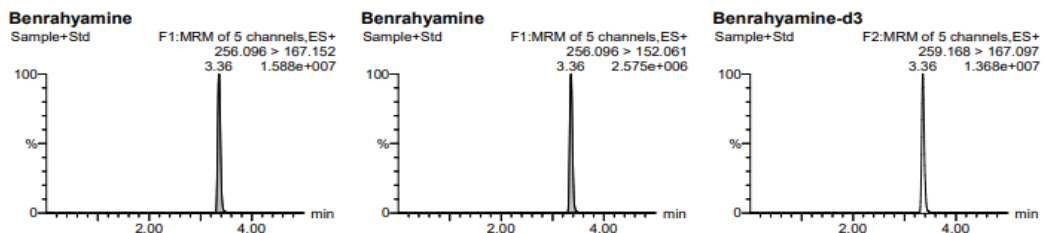
(1) 空白

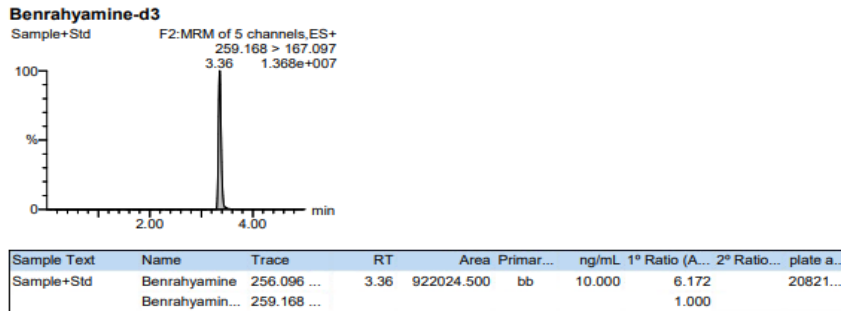


(2) 样品溶液

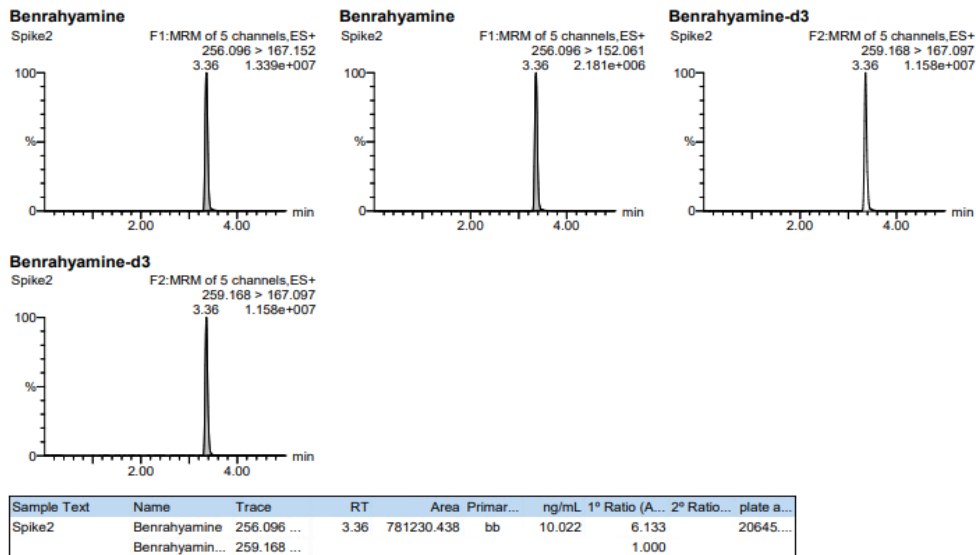
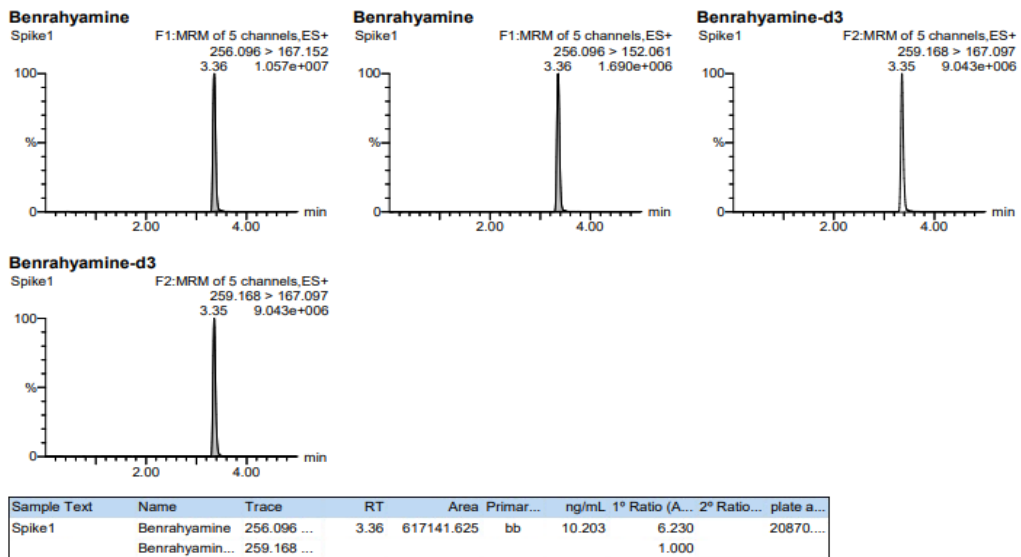


(3) 100 ng/mL 基质曲线





(4) 样品加标,100 ng/mL。



● 结论:

使用月旭 Ultimate® UHPLC LP-C18 2.1×50mm, 1.8μm 检测猪肉中苯海拉明回收率为



102.0%、100.2%，样品回收率满足要求。

日期: 2023/03/24

