

测试报告

样品信息			
样品名称	猪肉	项目编号	SHZ-20230612-001
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2023/06/12	测试期间	2023/06/12-2023/06/17
标样信息			
名称	规格	数量	
多拉菌素	10 mg	1	
实验要求			
回收率符合国标要求			
参考方法			
农业部 1025 号公告-9-2008			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙腈	HPLC	WelPure	
三氟乙酸酐	GC	麦克林	
三乙胺	AR	麦克林	
异辛烷	AR	麦克林	
N-甲基咪唑	AR	Damas-beta	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
Agilent	1260 Infinity II		

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

色谱柱:	Ultimate [®] Plus LP-C18 (4.6×250mm,5μm)
流动相:	A:甲醇;B:水;
流速:	1 mL/min
进样量:	20 μL

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

第 1 页 共 6 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



柱温：	30 °C		
检测器：	荧光检测器		
检测波长：	激发波长：365 nm；发射波长：475nm；		
洗脱程序	时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
	0	97	3
	30	97	3
注意事项	本次测试采用基质曲线，建议与样品同时处理。样品衍生化后分解较快，建议及时上机。		

1.2. 溶液配制

1.2.1. 溶液配制

固相萃取柱洗涤液：量取 30 mL 乙腈，加入 70 mL 纯水，再加入 0.02 mL，混匀；

N-甲基咪唑催化液：取 5 mL 乙腈，加入 5 mL N-甲基咪唑，混合均匀；

三氟乙酸酐反应液：取 6 mL 乙腈，加 12 mL 三氟乙酸酐混匀；

1.2.2. 多拉菌素标准储备液配制

100 mg/mL 多拉菌素标准储备液：准确称取多拉菌素标准品 1 mg 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度；

1 mg/mL 多拉菌素标准储备液：准确移取 100 mg/mL 多拉菌素标准储备液 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度；

1.2.3. 样品溶液配制

1.2.3.1 提取：

称取 5 g 试样于 50 mL 离心管中（Spike 样品在此时加入 1 mg/mL 多拉菌素标准储备液 0.1 mL），加入 8 mL 乙腈，涡旋 1 min，3500 r/min 离心 7 min，收集上清液。重复提取一次，合并两次上清液，加 25 mL 水和 50 μL 三乙胺，混匀，为上样溶液。

1.2.3.2 净化：

Welchrom® C18E 固相相萃取柱（500 mg/6 mL）：

活化：5 mL 乙腈、5 mL 固相萃取柱洗涤液；

上样：取待净化液过柱，自然流干后抽真空 5 min；

淋洗：3 mL 异辛烷，弃去，抽干 5 min；

洗脱：5 mL 乙腈，并收集。

洗脱液于 60°C 下氮吹至干，备用。

1.2.3.3 衍生化：

向试管中依次加 200 μL N-甲基咪唑催化液和 300 μL 三氟乙酸酐反应液，密闭，涡旋 10 s，室温下



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

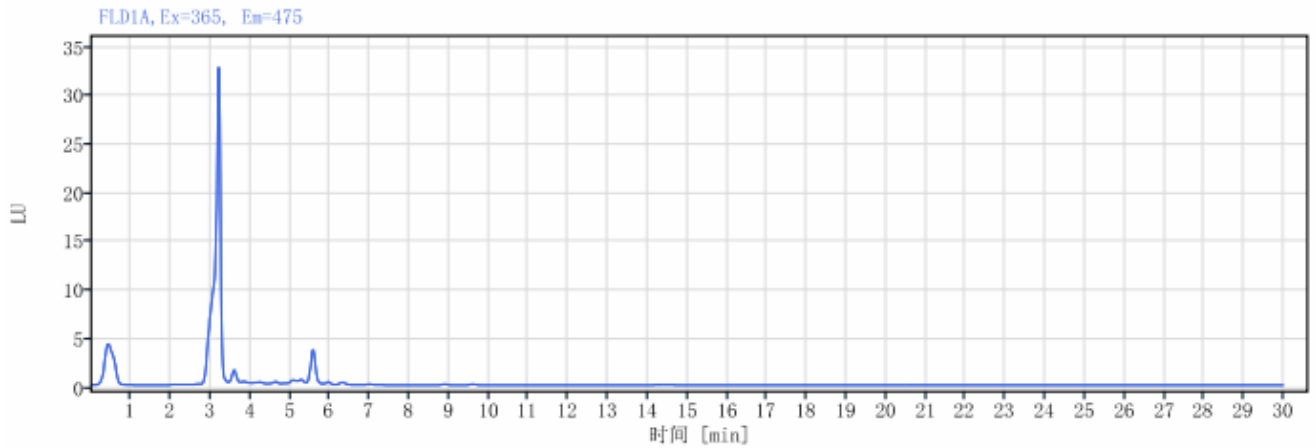
衍生化反应 15 min，加 500 μ L 甲醇混匀，密闭，65 $^{\circ}$ C 下继续反应 15 min。过 0.22 μ m 滤器，待上机分析。

1.2.4. 样品量

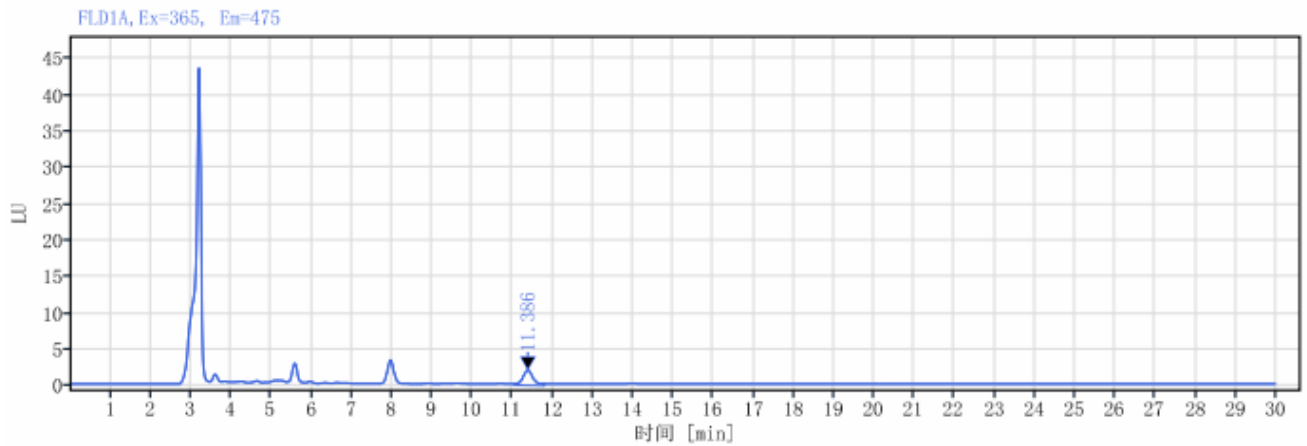
基质空白 (Sample)、基质加标 (Spike1、Spike2)、基质曲线 (Sample+Std)、方法空白 (Method Blank)、方法加标 (Method Spike)

2. 谱图和数据

(1) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱



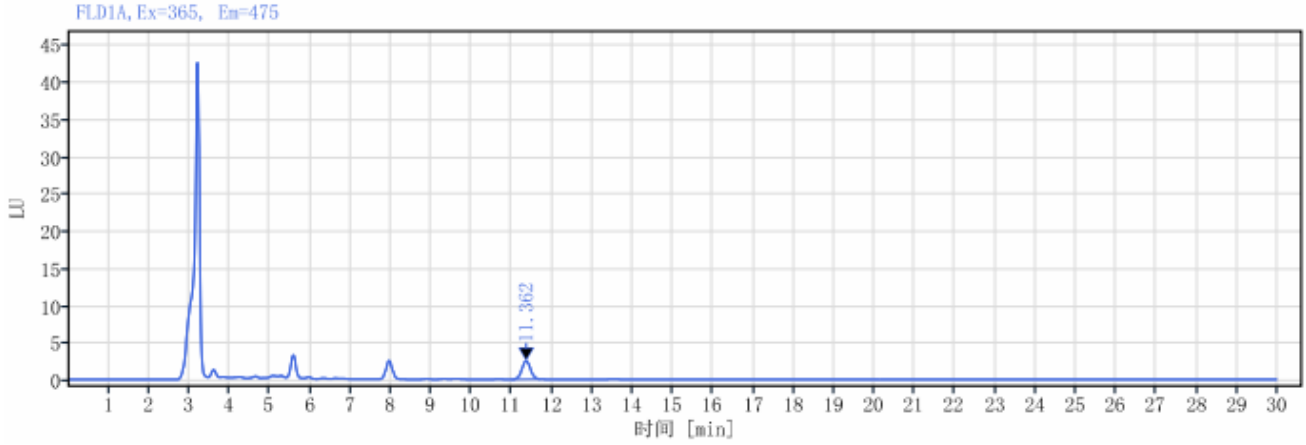
(2) 基质加标(Spike、Spike2)溶液检测图谱



信号: FLD1A, Ex=365, Em=475

名称	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%
多拉菌素	11.386	MM m	0.76	38.46	2.08	100.00
总和				38.46		



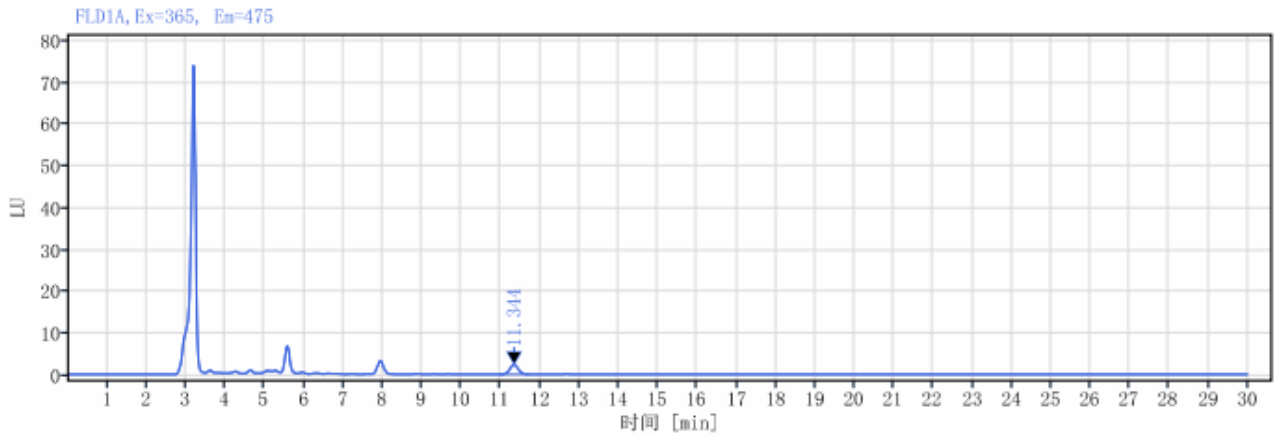


信号:

FLD1A, Ex=365, Em=475

名称	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%
多拉菌素	11.362	MM m	0.68	36.50	2.44	100.00
总和				36.50		

(3) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱



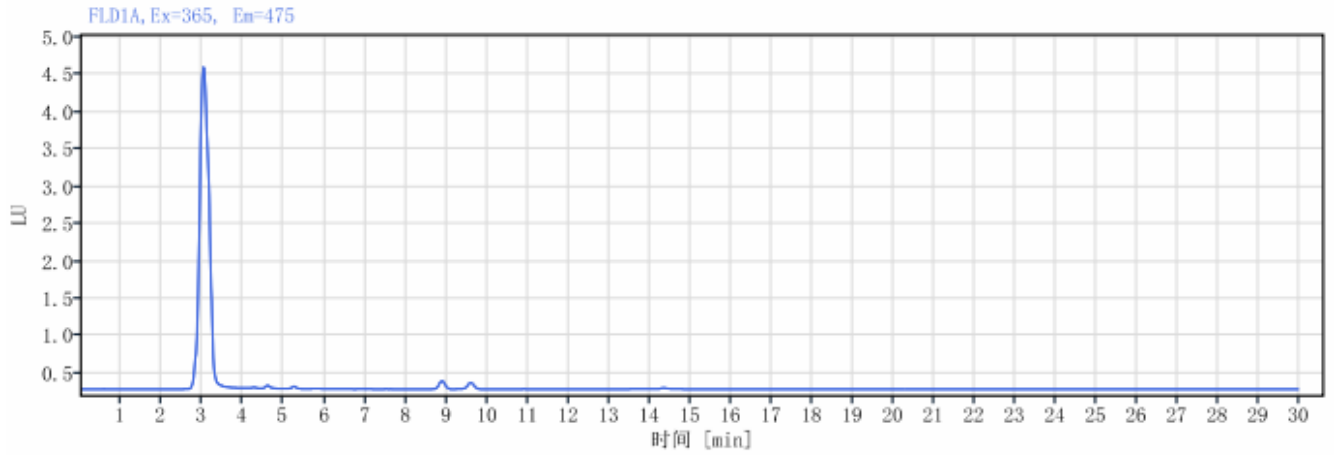
信号:

FLD1A, Ex=365, Em=475

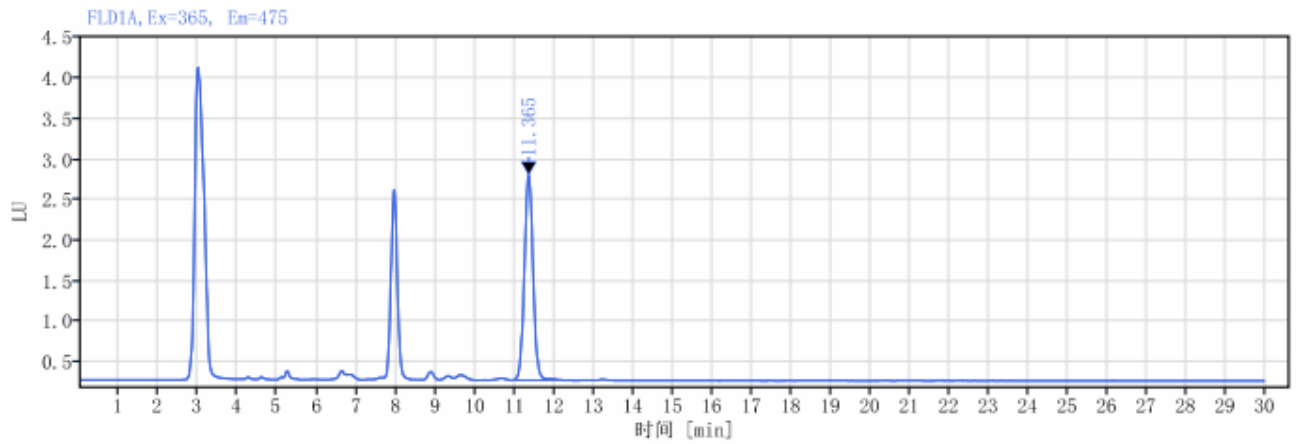
名称	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%
	11.344	MM m	0.76	34.32	2.27	100.00
总和				34.32		

(4) 方法空白(Method Blank) 溶液检测图谱





(5) 方法加标(Method Spike) 溶液检测图谱



信号： FLD1A, Ex=365, Em=475

名称	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%
多拉菌素	11.365	MM m	1.40	38.91	2.53	100.00
总和				38.91		

(6) 原始数据

样品名称	峰面积 (LU)	回收率 (%)
基质空白 (Sample)	0	/
基质加标 (Spike)	38.46	112.1
基质加标 (Spike2)	36.50	103.4
基质曲线 (Sample+Std)	34.32	/

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



方法加标 (Method Spike)	38.91	113.4
---------------------	-------	-------

3. 结论

使用月旭 Ultimate®Plus LP-C18 (4.6×250mm, 5μm 色谱柱、Welchrom®C18E 固相萃取柱 (500 mg/6 mL) 固相萃取柱，在此条件下，样品基质曲线回收率为 112.1%、103.4%，满足国标检测在 1 μg/kg~500 μg/kg 添加浓度水平上的回收率为 60%~120% 要求。

报告人:Chilli

审核人:Tim

日期: 2023/06/20

