

测试报告

样品信息			
样品名称	牛奶	编号	SHZ-20230321-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/04/17	测试期间	2023/04/17-2023/04/18
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	呋虫胺、1-甲基-3-(四氢-3-咪唑甲基)脲、1-甲基-3-(四氢-3-咪唑甲基)二氢胍		
参考标准			
参考标准	SN/T 2231-2021	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 Xtimate® UHPLC C18 2.1×50m, W-Port, 1.8μm		
流动相	时间	流动相 A: (0.1%甲酸乙腈溶液)	流动相 B: (0.1%甲酸水溶液)
	0.00	5	95
	0.60	5	95
	4.00	95	5
	6.00	95	5
	6.10	5	95
	8.00	5	95
柱温:	35 °C		



流速:	0.4 mL/min
进样量:	5 μ L
注意事项	本次测试采用基质曲线。

● 流动相的配置:

流动相 A: 0.1%甲酸乙腈溶液（准确移取 1 mL 甲酸，用乙腈溶解并定容至 1000 mL）

流动相 B : 0.1%甲酸水溶液（准确移取 1 mL 甲酸，用水溶解并定容至 1000 mL）

● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 400°C, 流速: 1000 L/Hr

碰撞气: 氩气

离子喷雾电压 0.5 kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
呋虫胺	203.1	129.0	16	12	Positive
		157.1		6	
		113.3		10	
1-甲基-3-(四氢-3-咪喃甲基)脲	159.2	102.0	18	8	Positive
		67.0		18	
		85.0		12	
1-甲基-3-(四氢-3-咪喃甲基)二氢胍	158.3	102.0	18	12	Positive
		57.0		20	
		67.0		20	

● 样品溶液的配置:

样品溶液: 称取 5 g 样品（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，涡旋混匀 2 min，超声提取 15 min，于 4°C 下 4000 r/min 离心 5 min，上清液转移至 25 mL 比色管中。残渣



再加入 10 mL 乙腈，涡旋混匀 2 min，4000 r/min 离心 5 min，合并上清液并用乙腈定容至刻度。混合均匀，备用。

C18E 固相萃取柱（500 mg，3 mL），用 3 mL 乙腈，3 mL 水和 3 mL 备用液活化。

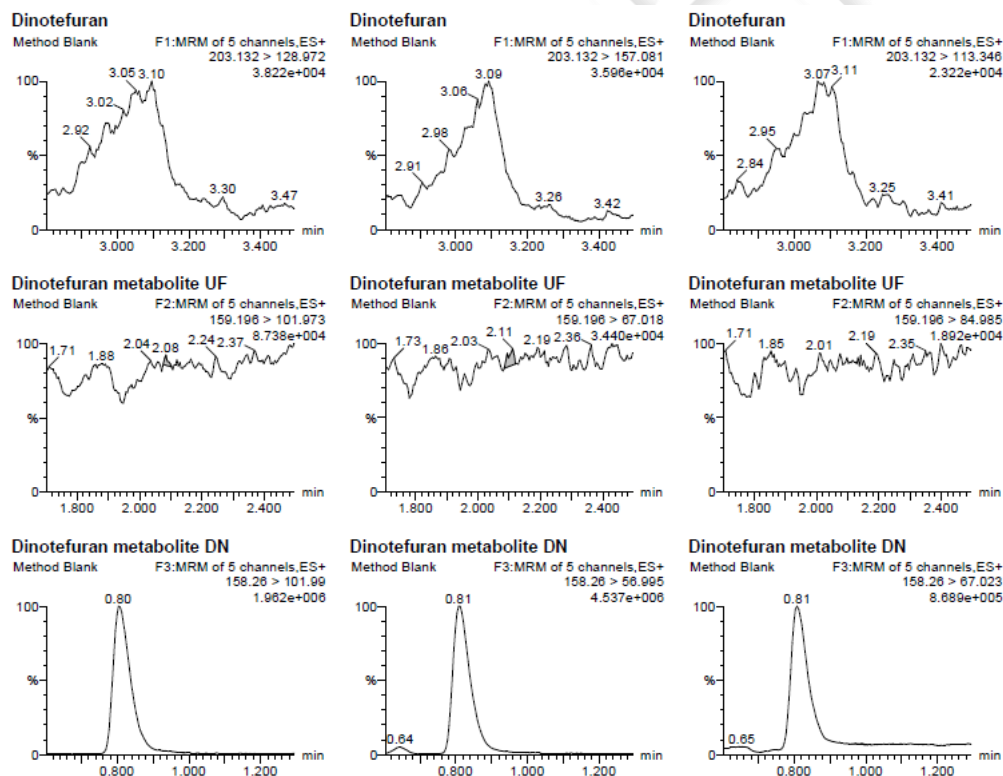
取 2 mL 备用液过柱，收集。

取 1 mL 净化液于刻度定容管内，40 °C 水浴氮吹至近干，用定容液定容至 1 mL，混匀后加入 1 mL 乙腈饱和的正己烷溶液，涡旋震荡 1 min，于 10000 r/min，离心 2 min，取下层溶液，过 0.22 μm 膜，上机分析。

注：固相萃取柱的流速为每秒 1 滴。

谱图和数据

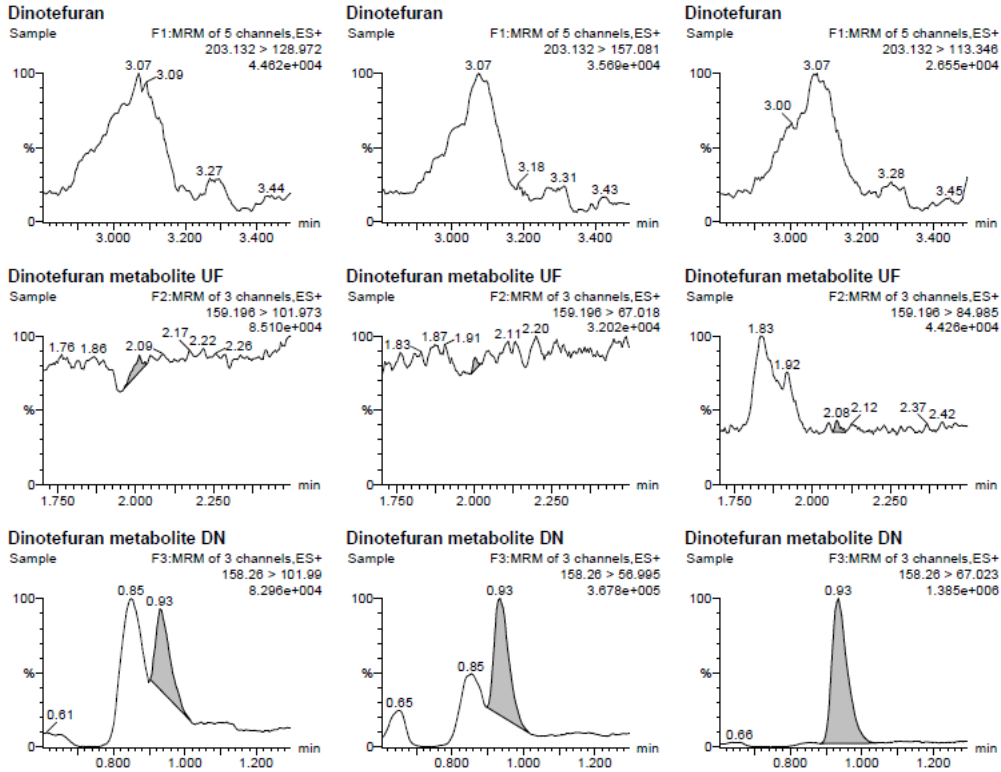
(1) 空白



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Method Blank	Dinotefuran	203.132 ...							
Method Blank	Dinotefuran ...	159.196 ...	2.08	71.491	bb	0.001	0.890		12919...
Method Blank	Dinotefuran ...	158.26 > ...	0.98	32.590	bb	0.001		0.334	

(2) 样品溶液

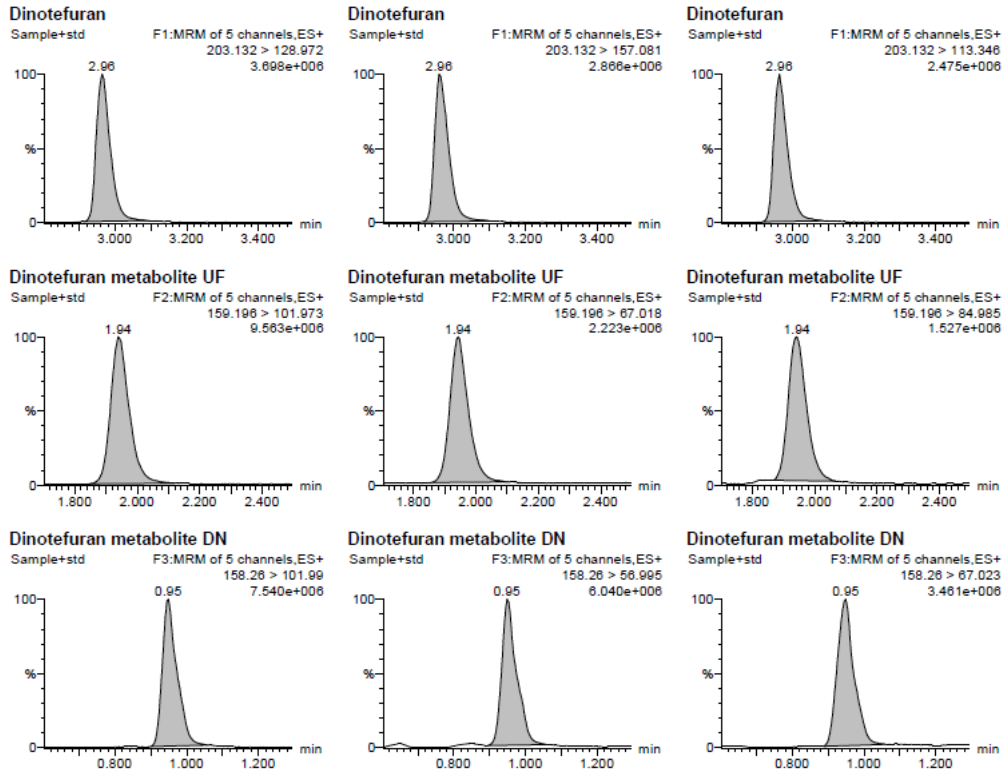




Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample	Dinotefuran	203.132 ...							
Sample	Dinotefuran ...	159.196 ...	2.01	301.085	bb	0.005	8.144	4.849	24357...
Sample	Dinotefuran ...	158.26 > ...	0.93	2035.493	bb	0.058	0.151	0.030	2697.27

(3) 10 ng/mL 基质曲线

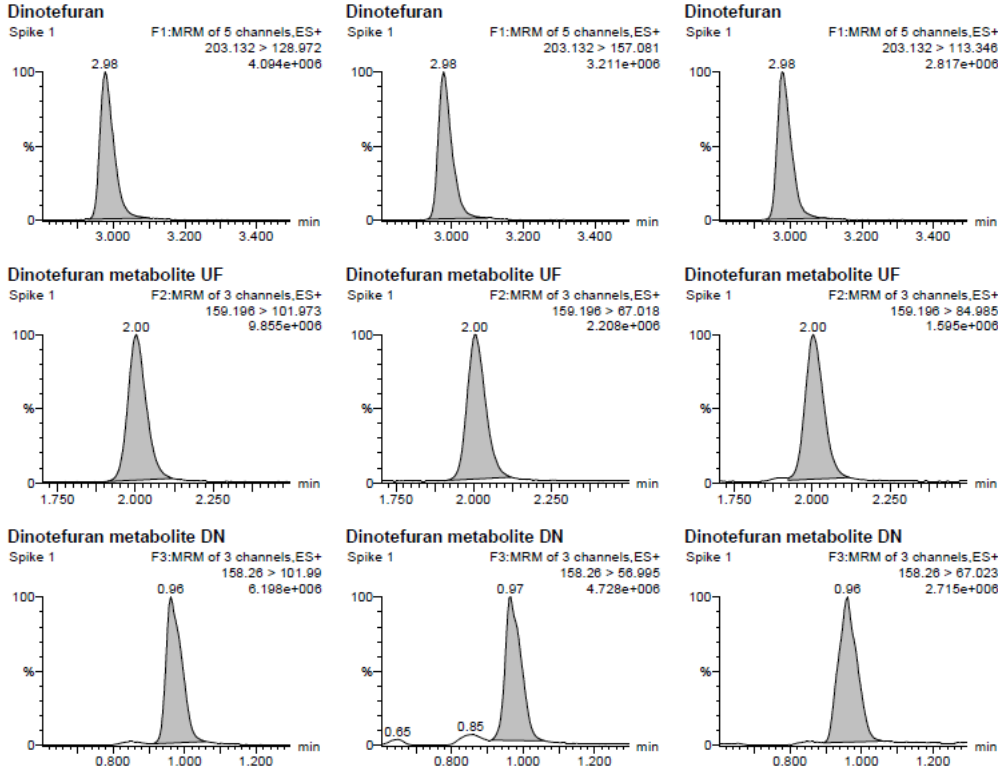




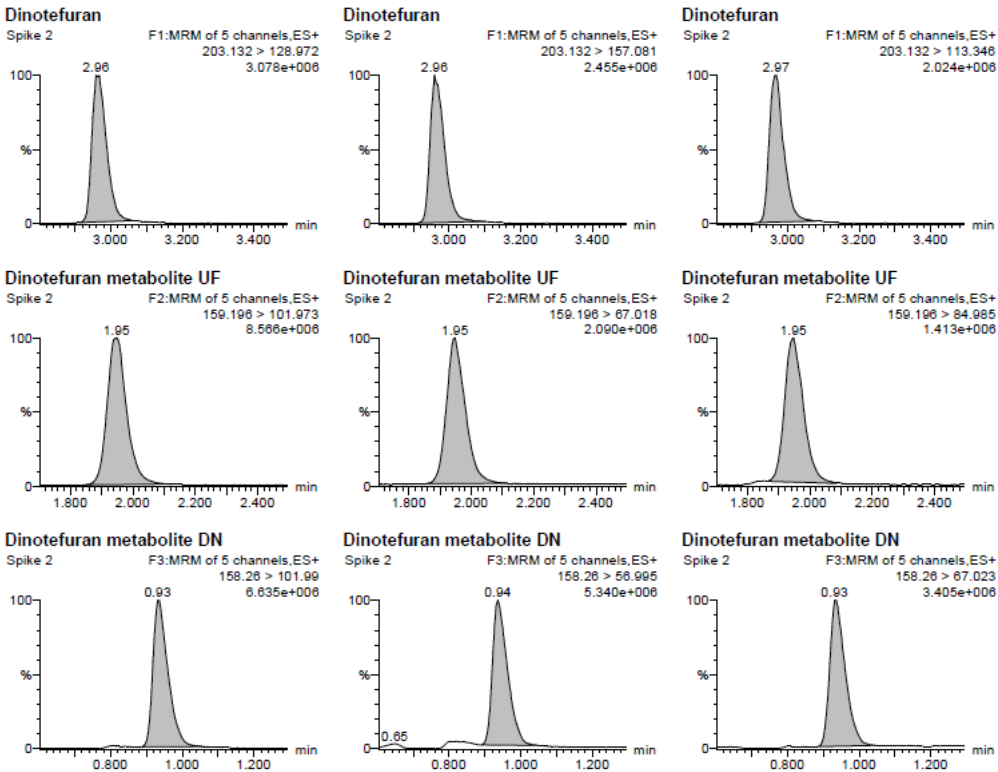
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Sample+std	Dinotefuran	203.132 ...	2.96	162886.766	bb	10.000	1.280	1.523	31223...
Sample+std	Dinotefuran ...	159.196 ...	1.94	644157.938	bb	10.000	4.386	6.457	6829.41
Sample+std	Dinotefuran ...	158.26 > ...	0.95	349302.750	bb	10.000	1.244	1.919	5248.10

(4) 样品加标,10 ng/mL。





Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 1	Dinotefuran	203.132 ...	2.98	179509.594	bb	11.021	1.303	1.443	40505...
Spike 1	Dinotefuran ...	159.196 ...	2.00	654154.250	bb	10.155	4.463	6.134	7170.29
Spike 1	Dinotefuran ...	158.26 > ...	0.96	305480.313	bb	8.745	1.304	1.930	6154.57



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 2	Dinotefuran	203.132 ...	2.96	141916.531	bb	8.713	1.283	1.536	24785...
Spike 2	Dinotefuran ...	159.196 ...	1.95	606829.375	bb	9.421	4.291	6.391	6133.89
Spike 2	Dinotefuran ...	158.26 > ...	0.93	314348.750	bb	8.999	1.260	1.893	3490.02



● 结论：

使用月旭 C18E 固相萃取柱 500mg，3mL 检测牛奶中呋虫胺、1-甲基-3-（四氢-3-咪喃甲基）脲、1-甲基-3-（四氢-3-咪喃甲基）二氢胍的回收率为 98.7%、97.9%、88.7%，样品回收率满足要求。

日期：2023/04/20

