

# 动物源食品中四环素类药物残留量的测定

## 试剂耗材

试剂	甲醇（色谱纯），乙腈（色谱纯），乙酸乙酯，乙二胺四乙酸二钠（Na <sub>2</sub> EDTA·2H <sub>2</sub> O），三氟乙酸，柠檬酸，磷酸二氢钠，磷酸氢二钾，乙酸，二甲亚砜，盐酸，氢氧化钠，2-硝基苯甲醛（2-NBA）			
	标准品	二甲胺四环素（Minocycline）、土霉素（Oxytetracycline）、四环素（Tetracycline）、去甲基金霉素（Demeclocycline）、金霉素（Chlortetracycline）、甲烯土霉素（Methacycline）、强力霉素（Doxycycline）		
主要耗材		名称	规格	生产商
	固相萃取柱	Cleanert® PS	Agela	S2006
	针式过滤器	0.22 μm	Agela	AS021320
	色谱柱	Kinetex F5, 3.0 × 50 mm, 2.6 μm	Phenomenex	00B-4723-Y0

## 样品处理

- 称取5.0 g均质样品，至于50 mL离心管中，分别用20 mL、20 mL和10 mL浓度为0.1 mol/L的EDTA-McIlvaine缓冲液冰水浴超声提取3次，每次漩涡混匀1 min，超声提取10 min，3000 rpm离心5 min（低于15℃），合并上清液，定容至50 mL。5000 r/min离心10 min（低于15℃），滤纸过滤备用。
- 准确移取10 mL提取液，加入活化好的固相萃取柱，以5 mL水和5 mL甲醇水溶液淋洗，弃去淋洗液。抽干后用10 mL甲醇/乙酸乙酯（体积比1+9）洗脱。洗脱液氮气吹干后，以1 mL甲醇+10 mmol/L三氟乙酸（50+950）溶液定容，针式过滤器过滤，取50 μL供仪器测定。

## 色谱条件

柱温：40℃

进样量：20 μL

流动相A：含0.1%甲酸的水溶液

流动相B：含0.1%甲酸的甲醇溶液

流动相梯度洗脱条件见下表：

时间(min)	流速(μL/min)	A%	B%
0	400	90	10
1.1	400	90	10
3.5	400	70	30
4.5	400	70	30
6.4	400	25	75
6.46	400	5	95
8.2	400	5	95
8.21	400	90	10
9.5	400	90	10

## 质谱条件

喷雾电压IS：5500 V

气帘气CUR：30p si

雾化气GS1：50p si

辅助气GS2：60p si

源温度TEM：600℃

碰撞气CAD：9/Medium

## 离子对信息

化合物名称	Q1	Q3	DP	CE
二甲胺四环素	458	352	80	45
		441	80	27
土霉素	461.2	426.2	80	25
		443.2	80	17
四环素	445.1	410.2	80	24
		427.1	80	19
去甲基金霉素	465	430	80	19
		448	80	31
金霉素	479.1	462	80	24
		444	80	28
甲烯土霉素	443	381	80	33
		425	80	25
强力霉素	445	428.1	80	24
		154.1	80	35

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。

获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅 <https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。

本文提及的商标和/或注册商标的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。AB SCIEX™ 商标经许可使用。

© 2019 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-07-10738-ZH-A



### SCIEX中国公司

#### 北京分公司

地址：北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层

电话：010-5808 1388

传真：010-5808 1390

全国免费垂询电话：800 820 3488, 400 821 3897

#### 上海公司及中国区应用支持中心

地址：上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室

电话：021-2419 7200

传真：021-2419 7333

网址：sciex.com.cn

#### 广州分公司

地址：广州市天河区珠江西路15号  
珠江城1907室

电话：020-8510 0200

传真：020-3876 0835

官方微信：ABSciex-China