

HLB Lim- 水产品应用系列之大环内酯 (Copure® HLB-Lim)

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的鱼肉样品 2.5 g 于干净离心管中，加入 10 mL 0.2% 甲酸乙腈 : 水 =80:20 (V:V) 溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化 (Copure® HLB-Lim, 200 mg/3mL)

取适量上述上清液过柱，收集流出液，取其中 400 μ L 用 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白鱼肉样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，分别取流出液 300 μ L 加入适量大环内酯标准溶液，再以 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到曲线浓度分别为 1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL 的上机溶液。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm \times 100 mm, 1.9 μ m)

流动相：A：水 (0.1% 甲酸)

B：乙腈 (0.1% 甲酸)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：30°C

进样量：5 μ L

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
1.0	95	5
4.0	70	30
8.0	40	60
10.0	5	95
12.0	95	5

质谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：5 arb

离子传输管：380°C

辅气温度：350°C

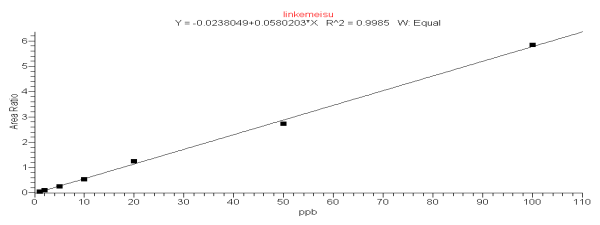
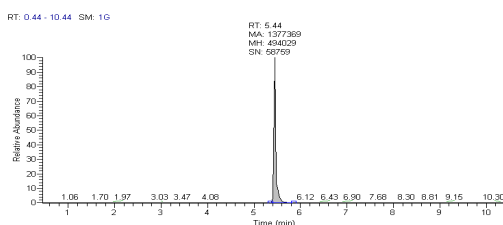
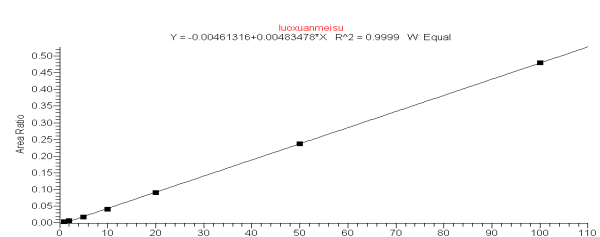
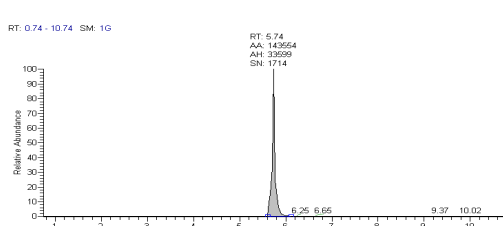
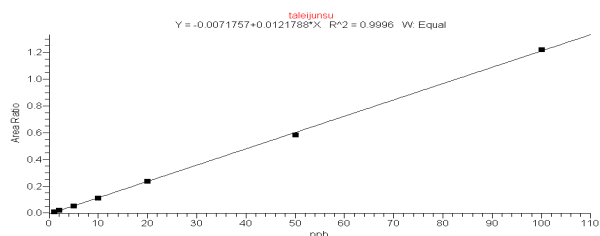
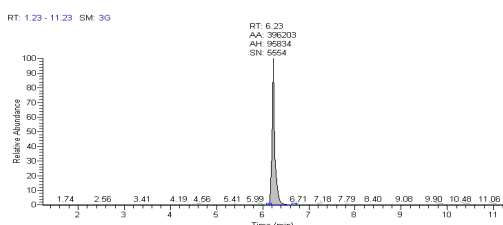
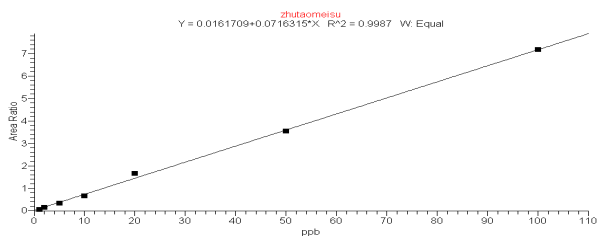
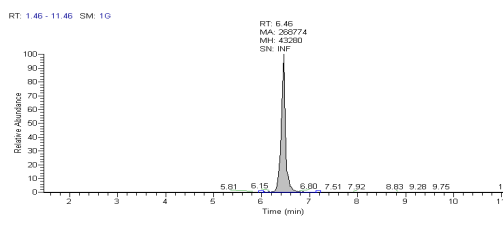
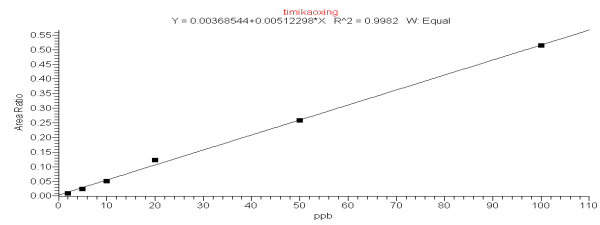
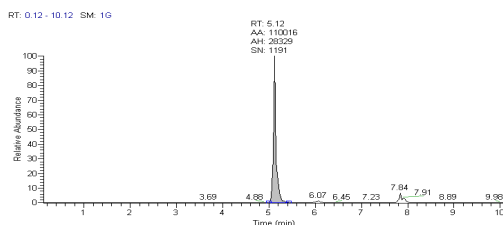
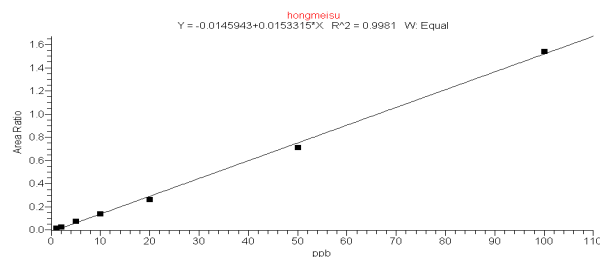
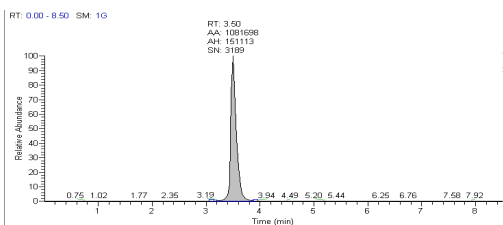
表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	林可霉素	3.64	407.3	126.1*、359.2
2	螺旋霉素	5.12	843.6	142.1、174.1*
3	克林霉素	5.44	425.2	126.2*、377.2
4	替米考星	5.74	869.7	132.1、174.1*
5	竹桃霉素	5.99	688.5	158.1、544.4*
6	红霉素	6.23	734.6	158.1、576.4*
7	泰乐菌素	6.46	916.4	145.1、174.2*
8	吉他霉素	6.81	772.5	109.1*、215.1
9	交沙霉素	7.43	828.6	109.1、174.1*

五、实验结果

表 3 大环内酯加标回收实验结果

目标物	Copure® HLB-Lim		
	加标浓度 (μ g/L)	平均回收率 (%)	RSD (% , n=3)
林可霉素	6.00	82.03	3.11
	24.0	85.56	4.86
	48.0	82.52	4.05
螺旋霉素	6.00	96.00	4.25
	24.0	81.90	1.84
	48.0	85.76	2.98
克林霉素	6.00	70.38	9.26
	24.0	85.17	6.99
	48.0	94.83	3.07
替米考星	6.00	93.94	9.14
	24.0	97.08	2.24
	48.0	102.2	4.11
竹桃霉素	6.00	87.67	6.80
	24.0	86.56	5.37
	48.0	92.98	7.24
红霉素	6.00	115.2	6.48
	24.0	106.7	4.95
	48.0	103.8	3.34
泰乐菌素	6.00	91.70	6.45
	24.0	82.28	2.65
	48.0	82.90	1.10
吉他霉素	6.00	93.61	2.47
	24.0	82.86	1.37
	48.0	83.01	1.18
交沙霉素	6.00	85.94	9.80
	24.0	80.72	4.49
	48.0	85.79	1.30



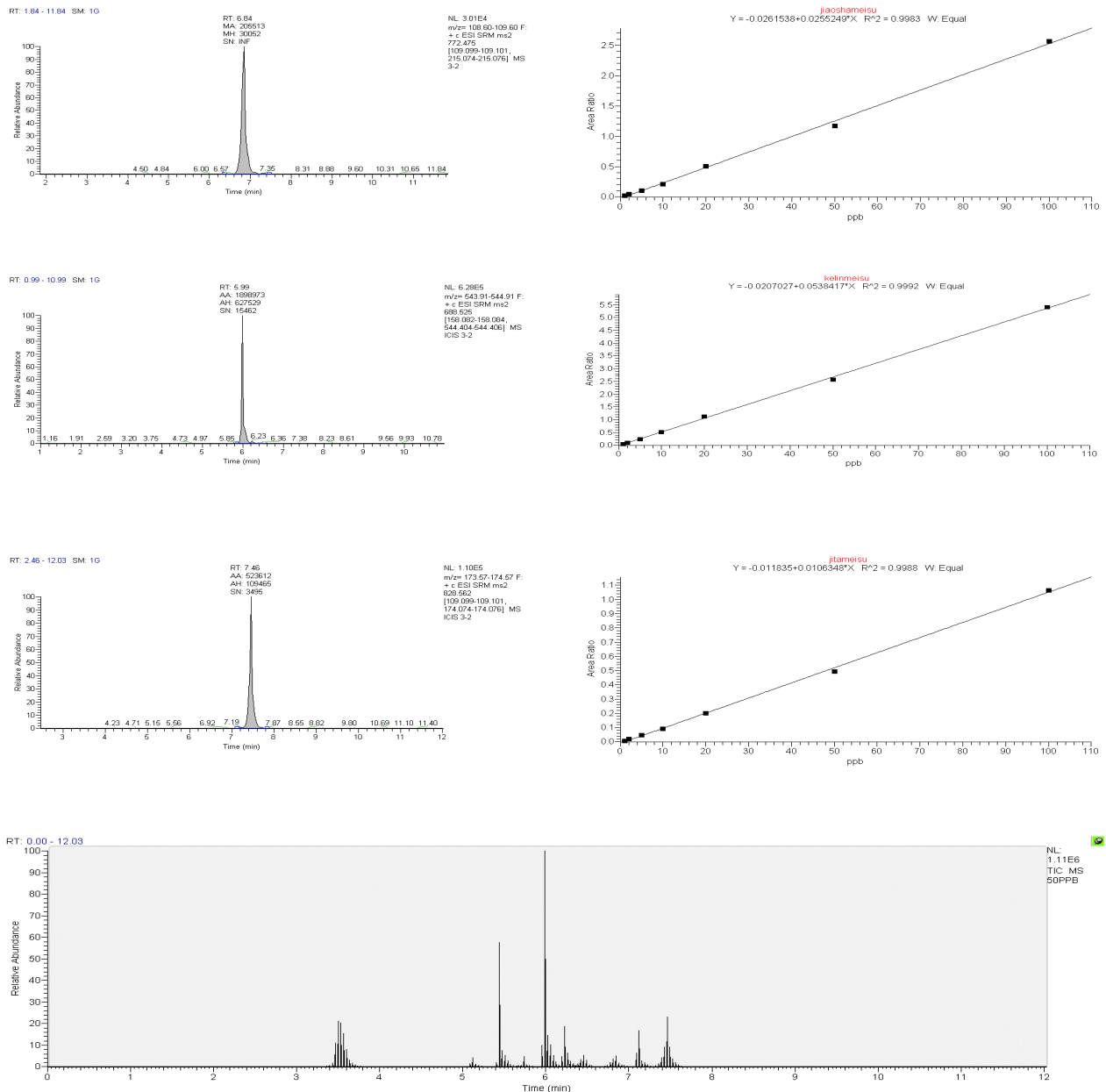


图 1 添加水平为 48 ng/mL 时 9 种大环内酯的提取离子色谱图和总离子流图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 固相萃取柱, 200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯瓶盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒