

# 猪肉中阿莫西林残留的测定 (Copure® HLB Lim)

液相色谱 - 串联质谱法

阿莫西林 (Amoxicillin), 属于青霉素类  $\beta$ -内酰胺抗生素, 为半合成的耐酸广谱青霉素类抗菌素。阿莫西林的不当或过量使用都会造成其在动物性食品中的残留, 食用后会导导致人体内白血球降低, 影响内脏功能, 发生脏器损害等。

本方案采用 0.2% 甲酸乙腈 : 水 = 80:20 (V:V) 溶液提取, Copure® HLB Lim 净化, 液相色谱 - 串联质谱分析, 建立了对动物猪肉中阿莫西林药物残留量的测定方法, 通过加标实验验证, 回收率和精密度均能满足标准要求。

## 一、提取

准确称取粉碎均匀的猪肉样品 1.00 g 于干净离心管中, 加入 5 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, 60 mg/3 mL)

取 2.5 mL 上述上清液至 Copure® HLB Lim 柱, 收集全部流出液, 流出液氮吹近干后, 用定溶液 (475 mL 水 + 25 mL 乙腈 + 1.5 mL 冰乙酸) 定容至 1 mL, 过滤膜上机测试。

## 三、基质曲线的制备

称取 7 个阴性 1.00 g (精确至 0.01 g) 试样至 50 mL 离心管中, 加入相应体积的阿莫西林使用液, 样本中的阿莫西林浓度分别为 1.0、2.0、4.0、10、20、30、40  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。按上述前处理方法进行提取净化, 最后定容过滤膜上机测试。

## 四、仪器条件

### 4.1 色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)  
 色谱柱: CommaSil® Coreshell C18 (2.1 mm  $\times$  100 mm, 1.7  $\mu\text{m}$ )  
 流动相: A: 0.1% 甲酸水 B: 乙腈

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A (0.1% 甲酸水) /%	B (乙腈) /%
0.00	95.0	5.0
1.00	95.0	5.0
2.00	65.0	35.0
3.50	5.0	95.0
4.00	5.0	95.0
4.10	95.0	5.0
6.00	95.0	5.0

流速: 0.400 mL/min 柱温: 35  $^{\circ}\text{C}$  进样量: 5  $\mu\text{L}$

### 4.2 质谱条件

离子源: HESI  
 电喷雾电压: 3500 V  
 鞘气压力: 28 arb  
 辅气压力: 5 arb  
 离子传输管: 380  $^{\circ}\text{C}$   
 辅气温度: 420  $^{\circ}\text{C}$

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (\* 为定量离子)

种类	保留时间 /min	母离子	子离子
阿莫西林	2.69	366.05	114.0*, 208.0

## 五、实验结果

### 5.1 线性范围

表 3 阿莫西林线性关系、相关系数

化合物	线性回归方程	R <sup>2</sup>
阿莫西林	y=711.46x-146.75	0.9981

### 5.2 加标回收

表 4 阿莫西林加标回收率

化合物	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$			RSD (%)
	回收率 (%)		平均回收率 (%)	
阿莫西林	108	107	108	0.54

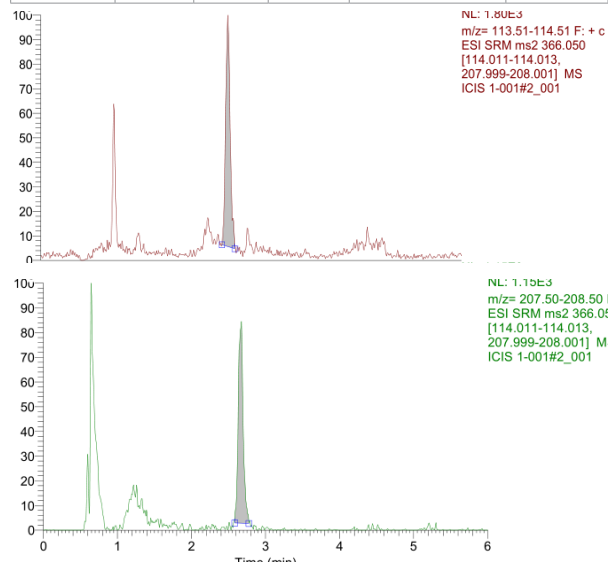


图 1 添加水平为 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  时猪肉中阿莫西林提取离子图

## 订购信息

货号	描述	包装
COHLB360-Lim	Copure® HLB Lim 净化柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF250-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 25 mm, 孔径 0.22 $\mu\text{m}$ , 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 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