

测 试 报 告

样品信息			
样品名称	猪肉	编 号	Z20220126-003
样品重量	/	剂 型	/
收样日期	2022/1/26	测试期间	2022/1/27-2022/2/7
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	恩诺沙星、环丙沙星		
参考标准			
参考标准	有	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Agilent 1260 Infinity II

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® XB-C18(4.6×250mm,5μm)
流动相:	0.05mol/L 磷酸/三乙胺溶液:乙腈=82:18
柱温:	30°C
荧光检测器	激发波长: 280nm; 发射波长: 450nm
流速:	0.8mL/min
进样量:	20μL
注意事项:	磷酸缓冲溶液提取样品过柱后, 对环丙沙星存在干扰, 且回收率低, 更改为 EDTA- McIlvaine 缓冲溶液后干扰消失, 回收率正常。



● 流动相的配置:

流动相 A : 0.05mol/L 磷酸 /三乙胺溶液: 取浓磷酸 3.4mL, 用水稀释至 1000mL, 用三乙胺调 pH 到 2.4, 抽滤;

流动相 B : 乙腈, 抽滤。

● 样品溶液的配置:

称取 2g (± 0.05 g) 试样, 加入 10mL EDTA-McIlvaine 缓冲溶液, 涡旋振荡 1min,

离心 5min (10000r/min), 移取上清液; 重复提取一次, 往残渣中加入 10mL EDTA-McIlvaine 缓冲溶液, 振荡 1min, 离心 5min (10000r/min), 移取上清液并合并, 混匀, 待净化。

SPE 柱: 月旭 Welchrom®HLB 规格: 60mg/3mL。

活化: 3mL 甲醇, 3mL 水, 弃去

上样: 移取 5mL 带净化液, 弃去

淋洗: 2mL 水, 弃去并抽干小柱

洗脱: 2mL 甲醇, 收集于 15mL 离心管中, 抽干

洗脱液过 0.22 μ m 滤膜, 上 HPLC 检测。

注:

磷酸氢二钠溶液: 0.2mol/L。称取 71.63g 磷酸氢二钠, 用水溶解, 定容至 1000mL。

柠檬酸溶液: 0.1mol/L。称取 21.01g 柠檬酸, 用水溶解, 定容至 1000mL。

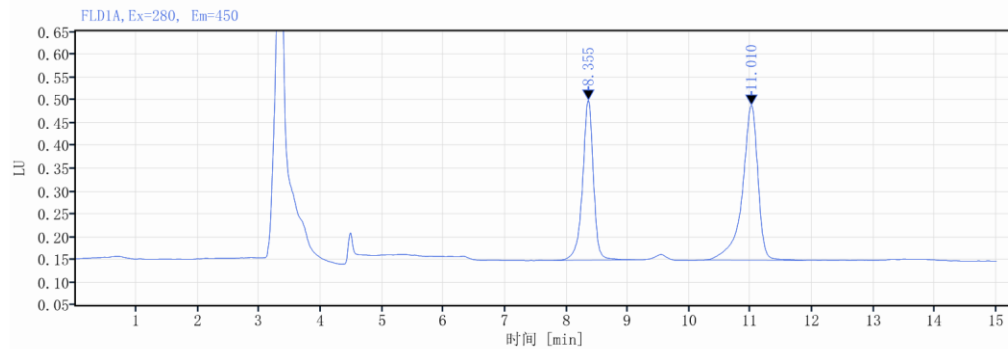
McIlvaine 缓冲溶液: 将 1000mL 0.1mol/L 柠檬酸溶液与 625mL 0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液混合。

EDTA- McIlvaine 缓冲溶液: 0.1mol/L。称取 60.5g 乙二胺四乙酸二钠放入 1625mL McIlvaine 缓冲溶液中, 超声使其溶解。



● 谱图和数据

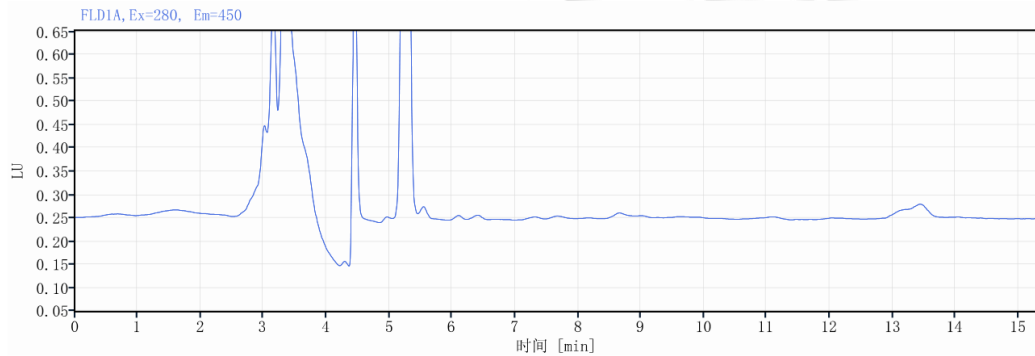
(1) 恩诺沙星、环丙沙星标准品溶液 10ng/mL, 客户提供。



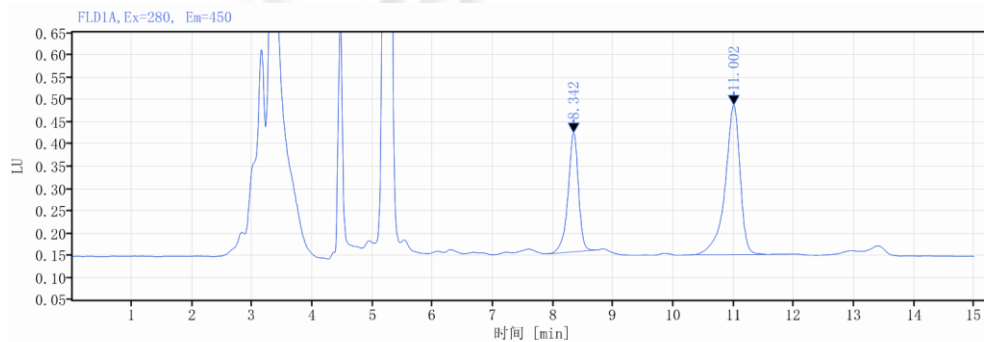
信号: FLD1A, Ex=280, Em=450

保留时间 [min]	峰 拖尾因子	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
8.355	0.90845	1.32	4.34	0.35		11713.57877
11.010	0.75961	1.62	6.02	0.34	7.22958	10676.61089
总和			10.36			

(2) 样品为阴性样品。



(3) 样品加标回收, 加标浓度为 10ng/mL。



信号: FLD1A, Ex=280, Em=450

保留时间 [min]	峰 拖尾因子	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
8.342	0.91072	0.80	3.22	0.27		11724.88956
11.002	0.80009	1.29	5.81	0.34	7.22303	10591.38952
总和			9.03			



● 结论:

使用 Welchrom® HLB 60mg 3mLSPE 柱净化样品后, 恩诺沙星回收率为 74.3%, 环丙沙星回收率为 96.5%, 满足回收率要求。

日期: 2022/02/07

