

禽蛋中左旋咪唑残留量的测定

液相色谱—串联质谱法 GB 31659.8-2025

1. 适用范围

本文件规定了禽蛋中左旋咪唑残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。(本实验样品采用鸡蛋)

本文件适用于鸡蛋、鸭蛋、鹅蛋、鸽子蛋、鹌鹑蛋中左旋咪唑残留量的测定，他禽蛋的检测可参照执行。

参考标准：《GB 31659.8-2025 禽蛋中左旋咪唑残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

2. 溶液的配制

- 1) 0.01 mol/L 甲酸铵溶液(含 0.1%甲酸): 取 0.63 g 甲酸铵和 1 mL 甲酸, 用水溶解后稀释至 1000 mL。
- 2) 0.2 mol/L 盐酸溶液: 取 18 mL 盐酸至适量水中, 用水稀释至 1000 mL。
- 3) 饱和碳酸氢钠溶液: 取水 1000 mL, 加碳酸氢钠至不溶解为止。
- 4) 饱和碳酸钠溶液: 取水 200 mL, 加碳酸钠至不溶解为止。
- 5) 碳酸盐缓冲液: 取 900 mL 饱和碳酸氢钠溶液, 100 mL 饱和碳酸钠溶液, 混匀。
- 6) 5%氨水甲醇溶液: 取 5 mL 氨水, 用甲醇稀释至 100 mL。
- 7) 乙腈-甲酸铵溶液: 取 10 mL 乙腈, 用 0.01 mol/L 甲酸铵溶液(含 0.1%甲酸)稀释至 100 mL。
- 8) 左旋咪唑标准中间液(100 $\mu\text{g/mL}$): 精密量取 1 mg/mL 盐酸左旋咪唑标准储备液 0.1 mL, 用甲醇稀释至 1 mL, 配制成浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的左旋咪唑标准中间液。0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光保存, 有效期 3 个月。

- 9) 左旋咪唑标准工作液($1\text{ }\mu\text{g/mL}$): 精密量取 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 左旋咪唑标准中间液 0.01 mL , 用甲醇稀释至 1 mL , 配制成浓度为 $1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液, $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下避光保存, 有效期 3 个月。

3. 提取步骤

称取鸡蛋试料(5 ± 0.05) g, 于 50 mL 离心管中, 碳酸盐缓冲溶液 1 mL , 涡旋混匀。加入乙酸乙酯 20 mL 、无水硫酸钠 5 g , 涡旋混匀 1 min , 振荡 10 min , 4000 r/min 离心 5 min , 取上层乙酸乙酯于另一离心管中, 然后加入 0.2 mol/L 盐酸溶液 10 mL , 振摇 5 min , 以 4000 r/min 离心 5 min , 取下层盐酸溶液于另一离心管。乙酸乙酯层中再加入 0.2 mol/L 盐酸溶液 10 mL , 重复萃取 1 次, 合并 2 次萃取液, 备用。

4. 净化步骤

SPE: MCX, 规格: 150 mg/6mL

活化: 5 mL 甲醇、 5 mL 水、 5 mL 0.2 mol/L 盐酸

上样: 备用液, 弃去。

淋洗: 5 mL 水、 5 mL 甲醇, 弃去。

洗脱: 4 mL 5% 氨水甲醇, 收集。

浓缩与复溶: 收集的洗脱液于 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴下氮吹至近干, 加入乙腈-甲酸铵溶液定容至 1 mL , 过 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 微孔尼龙滤膜, 供液相色谱-串联质谱仪测定。

5. 注意事项

加标水平: 鸡蛋 5 g 样中加入 $20\text{ }\mu\text{L}$ $1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 混合标准工作液, 因此加标水平为 $4\text{ }\mu\text{g/kg}$ 。最终机度数为 20 ng/mL 。

6. 色谱条件

6.1 UPLC 条件

色谱柱: Ultimate UHPLC XB-C18, $1.8\text{ }\mu\text{m}$, $2.1\times 50\text{ mm}$

流动相：0.01 mol/L 甲酸铵水溶液(含 0.1%甲酸)：乙腈=90:10

柱温：40℃；

流速：0.3 mL/min；

进样体积：2 μL；

6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源(ESI)；

扫描方式：负离子扫描；

检测方式：多反应监测(MRM)模式；

离子喷雾电压：5500 V；

离子源温度：500℃；

气帘气(CUR)：10 psi；雾化气(GS1)：55 psi；辅助气(GS2)：50 psi。

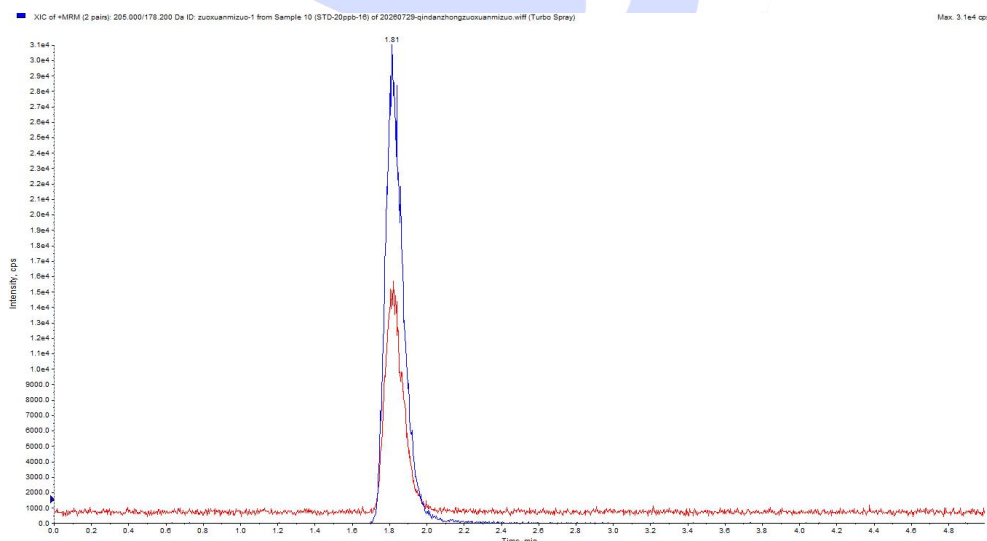
其他质谱参数见表 1

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 1 多反应监测模式(MRM)参数

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压 DP/V	碰撞能 CE/V
左旋咪唑	205.0	178.2*	122	29
		91.1		48

7. 色谱图或者加标回收率结果



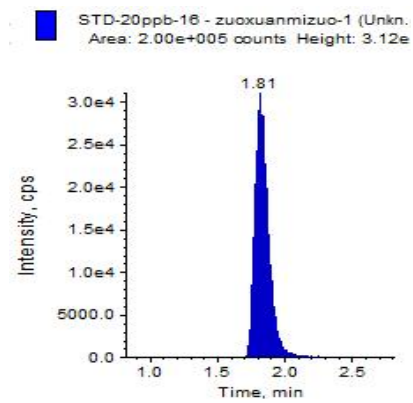


图 1. 左旋咪唑 20 ng/mL 图谱

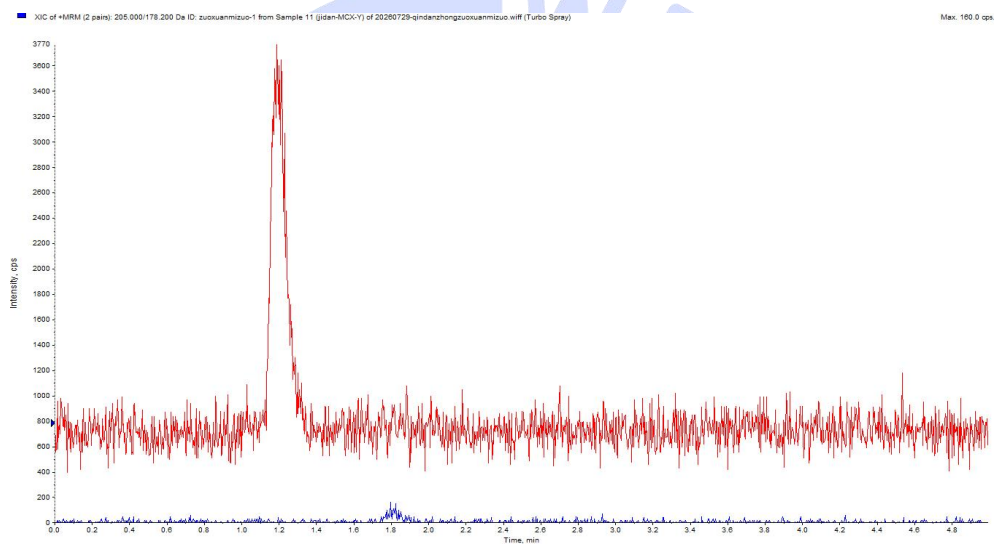


图 2. 鸡蛋样品空白图谱

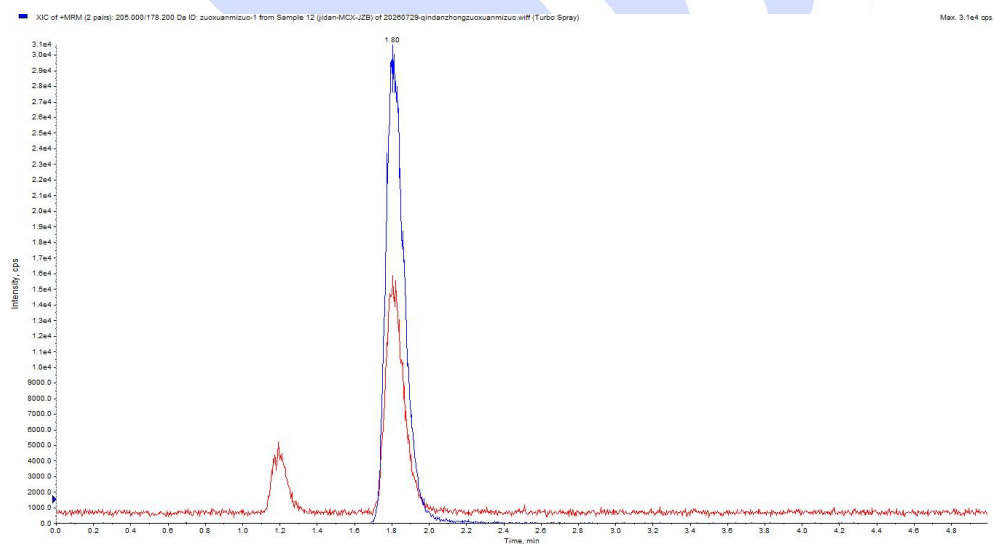


图 3. 鸡蛋样品基质标 4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 图谱

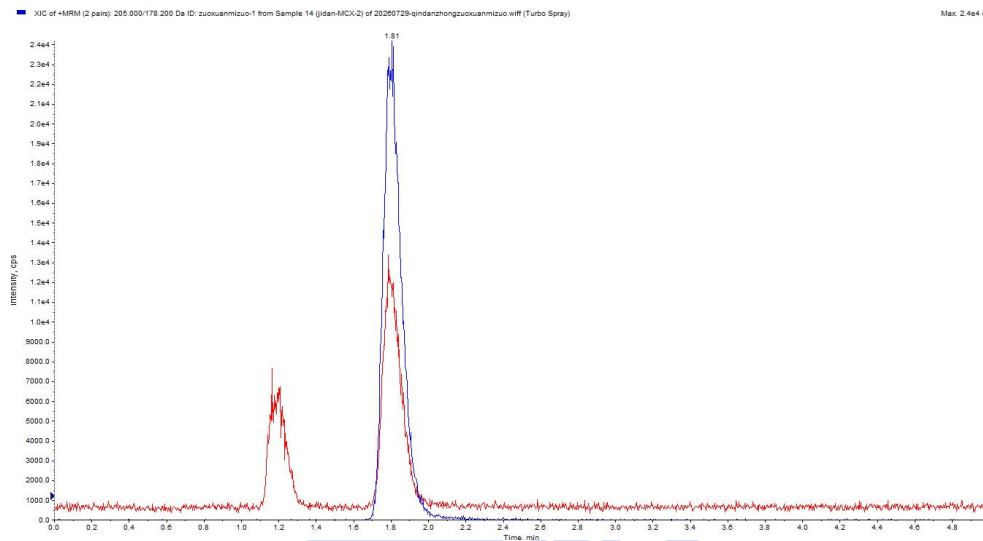


图 4. 鸡蛋样品样加标 4 $\mu\text{g/kg}$ 图谱

表 2. 加标回收率表（加标水平为 4 $\mu\text{g/kg}$ ）

基质	鸡蛋	
物质	平均回收率	RSD
左旋咪唑	92.81%	2.36%

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
DP1618-1	离心管	50mL 尖底离心管，配橙色实心盖，未灭菌，25 个/包
DP1639-1	离心管	15mL 尖底离心管，配橙色实心盖，未灭菌，25 个/包
00821-39191	盖子+垫片	白色特氟龙/红色硅胶隔垫，9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm，100/pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口进样瓶 带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃，100/pk

00201-11010	UHPLC 色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 μ m, 2.1 $\times$ 50mm
00583-20043	Welchrom SPE 柱	MCX,150mg/6ml,30/pk

