

# 动物源性食品中硝基咪喃药物代谢物残留量的测定

## 试剂耗材

<b>主要试剂</b>	甲醇（色谱纯）、乙腈（色谱纯）、乙酸乙酯（色谱纯）、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）			
<b>标准品</b>	5-甲基吗啉-3-氨基-2-唑烷酮（AMOZ）、氨基脲（SEM）、1-氨基-2-乙内酰（AHD）、3-氨基-2-恶唑烷酮（AOZ）			
	<b>名称</b>	<b>规格</b>	<b>生产商</b>	<b>货号</b>
<b>主要耗材</b>	固相萃取柱	Cleanert® PEP-2 200 mg/3 mL	Agela	PE0603-2
	针式过滤器	0.22 μm	Agela	AS021320
	色谱柱	Luna C18(2), 2.0 × 150 mm, 3 μm	Phenomenex	00F-4251-B0

## 样品处理

### 水解和衍生化

- 肌肉、内脏、鱼、虾和肠衣：称取约2 g试样于50 mL离心管中，加入10 mL的甲醇-水混合溶液，震荡10 min后，4000 r/min离心5 min，弃去液体。残留物中加入10 mL浓度为0.2 mol/L的盐酸，10000 r/min匀质1 min后，再依次加入混合内标标准溶液100 μL，邻硝基苯甲醛溶液100 μL，涡动混合30 s后，再震荡30 min，置37°C恒温箱中过夜（16 h）反应。
- 蛋、奶和蜂蜜：称取约2 g试样于50 mL离心管中，加入10 mL~20 mL盐酸（完全浸润），10000 r/min匀质1 min后，再依次加入混合内标标准溶液100 μL，邻硝基苯甲醛溶液100 μL，涡动混合30 s后，再震荡30 min，置37°C恒温箱中过夜（16 h）反应。

## 提取和净化

- 取出样品，冷却至室温，加入1 mL~2 mL浓度为0.3 mol/L的磷酸钾，将浓度为2.0 mol/L的氢氧化钠调pH7.4（±0.2）后，再加入10 mL~20 mL乙酸乙酯，震荡10 min后，10000 r/min离心10 min，收集乙酸乙酯层。残留物用10 mL~20 mL乙酸乙酯再提取一次，合并乙酸乙酯层。
- 收集液在40°C下用氮气吹干，残渣用1 mL的0.1%甲酸水溶液溶解，再用3 mL乙腈饱和的正己烷分两次液液分配，去除脂肪。下层水相过0.2 μm微孔滤膜后，取10 μL供仪器测定。

## 色谱条件

柱温：35°C

进样量：20 μL

流动相A：含1 mM乙酸铵和0.1%甲酸水溶液

流动相B：含1 mM乙酸铵和0.1%甲酸的乙腈/水（90/10, V/V）溶液

流动相梯度洗脱条件：见后页见下表：

时间(min)	流速(μL/min)	A%	B%
0	400	90	10
0.5	400	90	10
6	400	50	50
7	400	10	90
7.1	400	10	90
10	400	90	10

## 质谱条件

喷雾电压IS：5500 V

气帘气CUR：20 psi

雾化气GS1：50 psi

辅助气GS2：60 psi

源温度TEM：550°C

碰撞气CAD：9/Medium

## 离子对信息

化合物名称	Q1	Q3	DP	CE
AOZ	236.1	133.9	80	17
		103.9	80	31
AOZ-D4*	240	134	80	17
AHD	249.2	134.1	80	17
		104.1	80	27
AHD-13C3*	252	134	80	17
SEM	209.2	166.2	80	14
		192.1	80	16
SEM-13C-15N2*	212	168	80	14
AMAZ	335.2	291.1	80	17
		262.2	90	23
AMAZ-D5*	340	296	80	17

注\*：同位素内标

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-07-10735-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