

利用 DESI-TOF 进行兽药残留测试

黄保, 朱辉

(广州禾信仪器股份有限公司, 广东 广州 510530)

摘要: 利用 DESI-TOF 进行兽药残留测试, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 兽药残; 质谱

1 实验样品

本次实验采用的样品为氯霉素标准品溶液, 相关信息如下表 1 所示:

样品	分子量	检测离子 (\pm)	特征峰 (m/z)	食品安全国家标准(GB/T 20756-2006) 中最大残留限量 (ug/kg)
氯霉素	322	[M-H] ⁻	321	0.1

2 实验装置

2.1 实验仪器

DESI-TOF-9(L)

2.2 实验条件

1) 离子源参数

供电高压: -3600V; 雾化气 N₂ 气压: 0.8MPa; 萃取剂: 甲醇 (含 1% 甲酸), 流速: 5ul/min, 萃取剂喷针与载玻片角度为 45°;

2) 质谱参数

质谱进样口温度: 250°C

3 实验方法

3.1 标品配制

氯霉素储备液 (1000mg/L): 称取 10mg 的氯霉素标品到 10mL 的容量瓶中, 用甲醇定容至 10mL。

氯霉素标准溶液 (10mg/L): 移取 100ul 的 1000mg/L 氯霉素储备液到 10mL 的容量瓶中, 用甲醇定容至 10mL。

3.2 测试

分别移取 10ul 10mg/L 的氯霉素标准溶液到载玻片（长：55mm，宽 25mm）上，待甲醇挥发后，对残留在载玻片上的标品进行分析，查看质谱信号，并记录实验结果。

3.3 结果记录

10mg/L 氯霉素实验结果如下图 1，10ul 浓度为 10mg/L 的氯霉素对应的质量为 0.1ug，对应的谱图信号强度约为 50，噪音约为 10，信噪比 S/N 为 5。

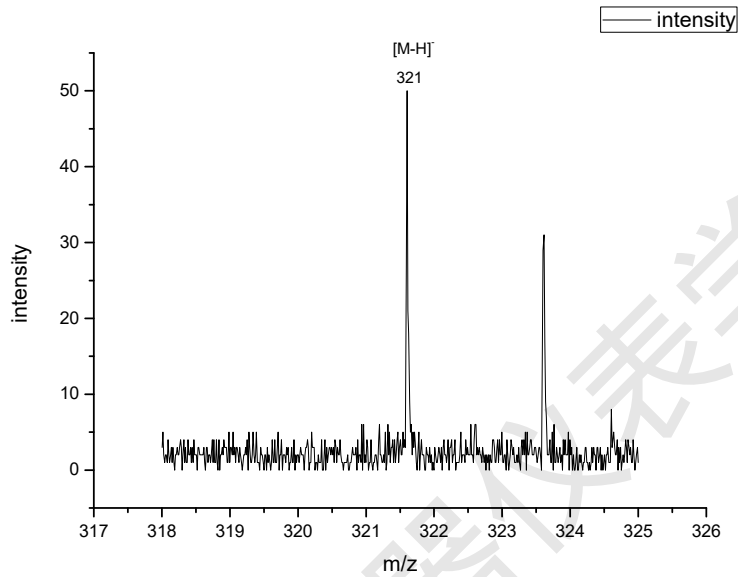


图 1 用 DESI-TOF 检测的氯霉素谱图

4 实验结论

DESI-TOF 负离子模式下，10mg/L 的氯霉素标品溶液的信噪比（S/N）为 5，与国家标准中最大残留限量 0.1ug/kg 还差 10 万倍，远远达不到标准的限量要求。

5 其他

实验条件待进一步优化，以提高离子源的灵敏度，主要包括 DESI 与质谱进样口的位置，喷针与载波片的角度，更换萃取剂，改善样品在载玻片上涂布状况等