

利用 ESI-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, 广州 510530)

摘要: 利用 ESI-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: 兽药残留; 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

ESI-TOF-9(L); 注射泵: LAP01-2A

2.2 实验条件

1) 离子源参数

ESI: -3600V; 雾化气 N₂ 气压: 0.3MPa; 样品流速: 5ul/min;

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

氯霉素标准溶液 (2ug/L): 移取 100ul 的 10mg/L 氯霉素标准溶液到 5mL 的容量瓶中, 用水定容至 5mL。

利用 ESI-TOF 对 2ug/L 的氯霉素标准溶液进行测试, 查看质谱中的信噪比, 并记录实验结果。

3.2 结果记录

2ug/L 氯霉素实验结果如下图 1。进样流速为 5ul/min，浓度为 2ug/L 的氯霉素的对应的质量为 0.17pg，出来氯霉素谱图信号强度约为 110，噪音约为 5，信噪比 S/N 为 22。

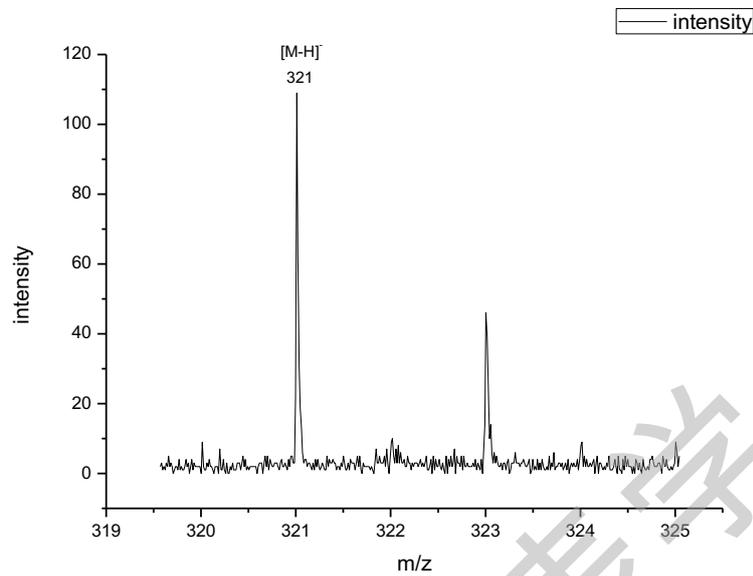


图 1 用 ESI-TOF 检测的氯霉素谱图

4 实验结论

ESI 负离子模式下，对仪器电压参数调试优化后，2ug/L 的氯霉素标品溶液的信噪比 (S/N) 为 22，大于目标峰信噪比的定性要求 (S/N=3)。下一步需降低浓度和优化实验条件，尽可能达到法检检出限 0.1ug/kg 要求。

5 其他（下一步计划）

- 5.1 降低氯霉素标品浓度，优化仪器参数，检测 S/N 在 3 附近时的氯霉素最低浓度值；
- 5.2 改变溶解氯霉素的溶剂条件，比较它们灵敏度情况，选择最优溶剂条件。