

测试报告

样品信息			
样品名称	饲料	编号	SHZ-20230321-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/04/12	测试期间	2023/04/12-2023/04/14
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	交沙霉素、麦迪霉素		
参考标准			
参考标准	农业农村部公告第 358 号-4-2020	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Xtimate® UHPLC C18 2.1×50m, W-Port, 1.8μm		
流动相	时间	流动相 A: (甲醇)	流动相 B: (0.1%甲酸水溶液)
	0.00	5	95
	1.00	5	95
	3.00	75	25
	4.00	95	5
	4.10	5	95
	5.00	5	95
柱温:	25 °C		



流速:	0.4 mL/min
进样量:	5 μ L
注意事项	本次测试采用基质曲线，建议采用基质曲线。

● 流动相的配置:

流动相 A: 色谱级乙腈

流动相 B : 0.1%甲酸水溶液（准确移取 1 mL 甲酸，用水溶解并定容至 1000 mL）

● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 300°C, 流速: 700 L/Hr

碰撞气: 氩气

离子喷雾电压 0.5 kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
交沙霉素	828.4	109.1	28	46	Positive
		174.2		36	
麦迪霉素	814.3	109.1	12	46	Positive
		174.2		34	

● 样品溶液的配置:

样品溶液: 称取 2 g 样品（精确到 0.0001 g）于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 甲醇，涡旋混匀 1 min，超声提取 15 min，振荡 10 min，10000 r/min 离心 10 min，上清液转移至另一离心管中。残渣再加入 10 mL 甲醇，涡旋混匀 2 min，10000 r/min 离心 10 min，合并上清液，混匀。准确移取 1 mL 上清液于 40°C 氮吹至干，加入 3 mL 磷酸盐缓冲溶液溶解，涡旋 1 min，备用。

BRP 固相萃取柱（60 mg, 3 mL）,用 3 mL 甲醇，3 mL 磷酸盐缓冲溶液活化。

备用液过柱，弃去。

依次用 3 mL 水和 3 mL 30% 甲醇水溶液淋洗，弃去，抽干。



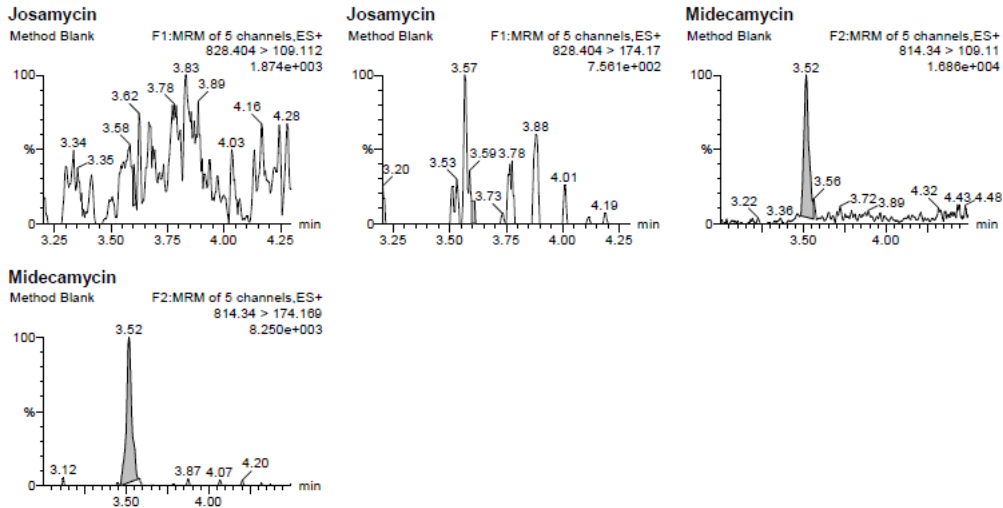
6 mL 乙腈，洗脱并收集。

洗脱液于 50℃ 氮吹至近干，用 1 mL 50% 甲醇水溶液溶解残渣，混匀，过 0.22 μm 滤膜，上机分析。

注：固相萃取柱的流速为每秒 1 滴。

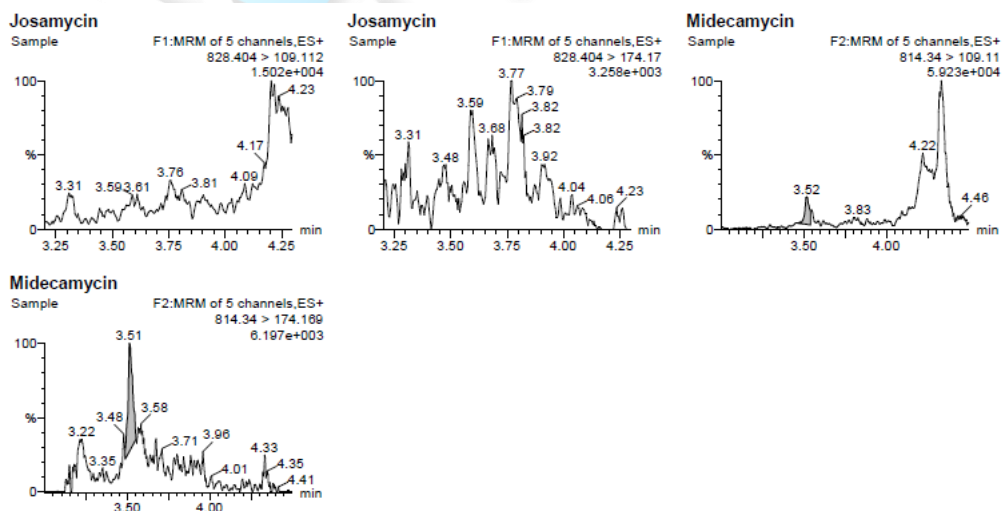
谱图和数据

(1) 空白



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Method Blank	Josamycin	828.404 > 109.112	3.60	3.926	db	0.000	2.252		
Method Blank	Midecamycin	814.34 > 174.169	3.52	558.995	bd	0.055	1.864		11624...

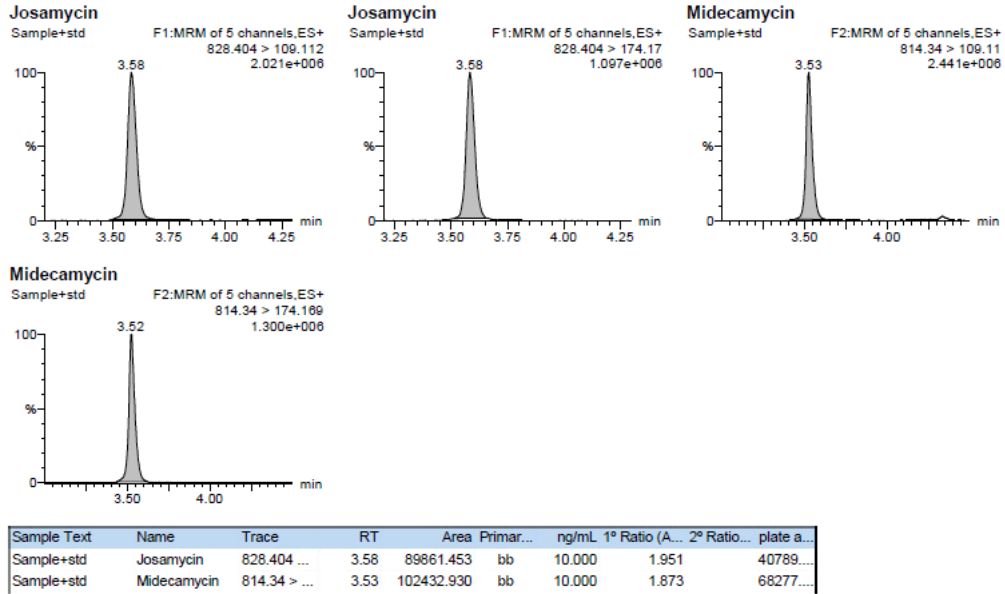
(2) 样品溶液



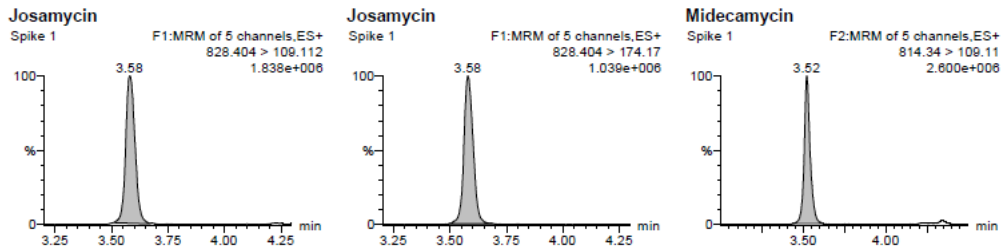
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample	Josamycin	828.404 > 109.112	3.60	3.926	db	0.000	2.252		
Sample	Midecamycin	814.34 > 174.169	3.52	334.500	bd	0.033	2.386		17956...

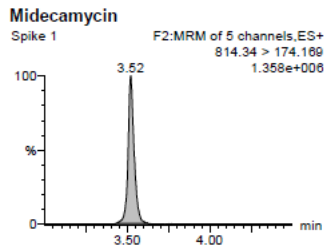


(3) 10 ng/mL 基质曲线



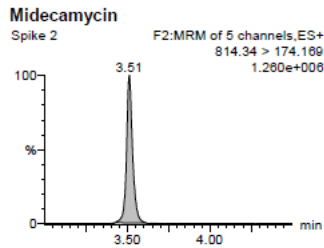
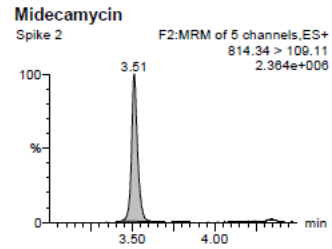
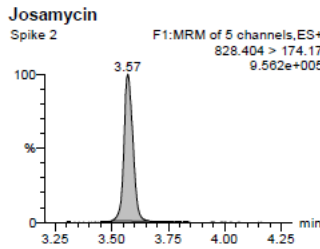
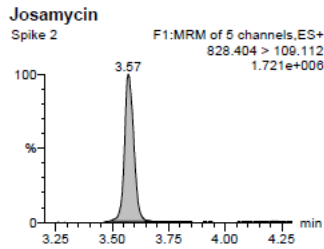
(4) 样品加标, 10 ng/mL。





Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 1	Josamycin	828.404 ...	3.58	85826.297	bd	9.551	1.782		35748...
Spike 1	Midecamycin	814.34 > ...	3.52	105718.445	bb	10.321	1.884		75351...

Name: 20230412-010, Date: 13-Apr-2023, Time: 15:21:17, Description: Spike 2, Conditions:



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 2	Josamycin	828.404 ...	3.57	79358.964	bb	8.831	1.858		33880...
Spike 2	Midecamycin	814.34 > ...	3.51	96338.727	bb	9.405	1.850		70654...

● 结论:

使用月旭 Xtimate® UHPLC C18 2.1×50mm, W-Port, 1.8 μm 检测饲料中交沙霉素和麦迪霉素的回收率为 91.9%、98.6%，样品回收率满足要求。

日期: 2023/04/14

