

饲料中喹乙醇检测方案(液质联用仪)

参考国标：农业部 2086 号公告-5-2014 饲料中卡巴氧、乙酰甲喹、喹烯酮和喹乙

醇的测定 液相色谱-串联质谱法

前处理方法：Oasis HLB 200mg/6mL (P/N:WAT106202)

1、 样品提取 — 参考国标

准确称取饲料 2g (预混合饲料 1g) 于 50mL 离心管中。加入 0.1%甲酸-乙腈溶液 10mL，涡旋 1min，40 度超声 10min，9000rpm 离心 15min，收集上清液。残渣用 0.1%甲酸-乙腈溶液 10mL 重复提取一次并合并提取液。精确量取 5mL 上述提取液在 60 度下氮吹至 2mL，然后用 4mL 0.1mol/L 磷酸二氢钾充分溶解残余物，待净化。

2、 样品净化 HLB (200mL/6CC)

活化、平衡：3mL 甲醇、3mL 水

上样：将上述备用液过柱

淋洗：3mL 0.02mol/L 盐酸、3mL 5%甲醇

洗脱：5mL 甲醇

收集洗脱液后氮气吹干，用 1mL 20%乙腈溶解后果 0.22um 滤膜待上机

色谱质谱条件

色谱柱：ACQUITY UPLC BEH C18(150 mm,2.1 mm, 1.7μm) (P/N:186002353)

柱温：30℃；

进样量：10 μL

流动相及参考梯度洗脱程序见下表。

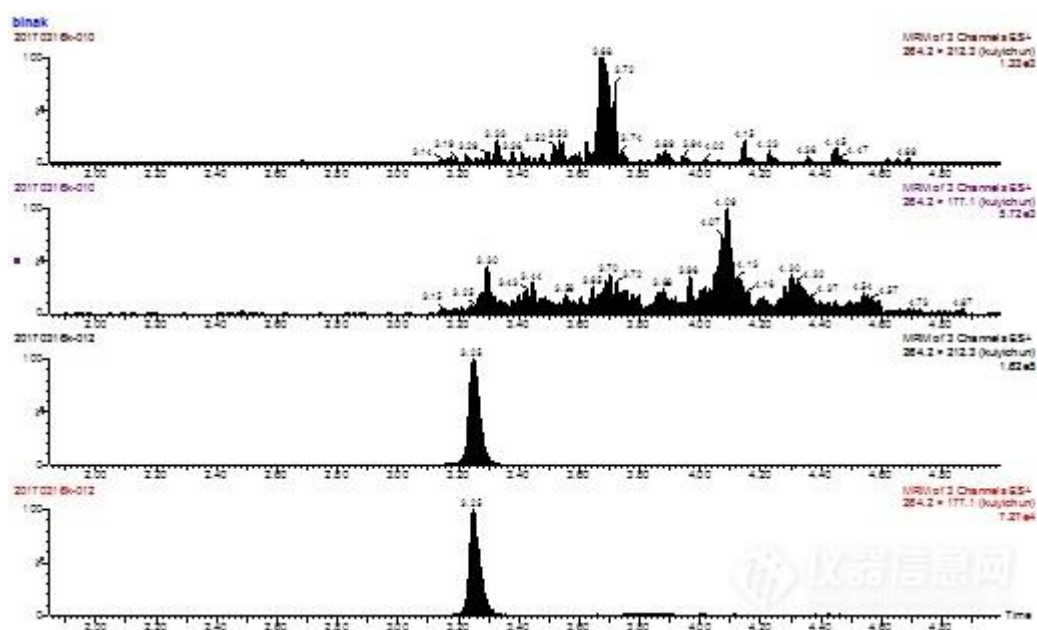
时间(min)	流速(mL/min)	0.1%甲酸溶液(%)	乙腈(%)
0	0.3	95	5
1.0	0.3	95	5
2.0	0.3	60	40
3.0	0.3	60	40
3.1	0.3	95	90

质谱采用 ESI+检测方式，多反应监测（MRM）。毛细管电压为 3.4 Kv；源温度为 150℃；脱溶剂气温度为 550℃；脱溶剂气流速为 800L/hr；锥孔气流速为 20 L/hr。脱溶剂气、锥孔气、均为高纯氮气。碰撞气为氩气。

定性离子对、定量离子对及对应的锥孔电压和碰撞能量见下表。

被 测物名 称	定性离子对 (m/z)	定量离子对 (m/z)	锥 孔电压 (V)	碰 撞能量 (eV)
噻	264.2>212.3	264.2>212.2	16	15
乙醇	264.2>177.1			20

饲料空白样品与噻乙醇标准品对比谱图



液相方法分析喹乙醇代谢物喹噁啉-2-羧酸(QCA)、3-甲基喹噁啉-2-羧酸

(MQCA)

参考国标：农业部 781 号公告-3-2006 动物源食品中 3-甲基喹噁啉-2-羧酸和喹噁啉-2-羧酸残留量的测定 高效液相色谱法

前处理方法：使用 Waters Oasis MAX 60mg/3mL (P/N:186001884)参考国标步骤

1、 样品提取 — 参考国标

称取肌肉样品 5g 于离心管中，加入 8mL 偏磷酸甲醇溶液，涡旋 2min，在 25 度下 6000rpm 离心 15min，取出上清液。然后重复提取一遍后合并两次上清液。向上清液中加入 8mL 乙酸乙酯，涡旋 1min，4000rpm 离心 10min，取上层。再重复提取一遍后合并两次上清液。有机相中，加磷酸盐缓冲液 6mL，涡旋 1min，放置 10min，使下层清晰，收集水相。然后再重复提取后合并，待净化。

2、 样品净化 (MAX 60mg/3CC)

活化、平衡：3mL 甲醇、3mL 水

上样：备用液过柱

淋洗：3mL 0.05mol/L 氢氧化钠、3mL 甲醇

洗脱：3mL 2%甲酸甲醇

收集洗脱液后氮气吹干，用 500uL 甲醇溶解后过 0.45μm 滤膜待上机

仪器：Waters Alliance e2695

仪器方法：

流动相：1%甲酸水溶液+甲醇=60：40

色谱柱：XBrige C₁₈ 250mm×4.6mm，粒径 5μm (P/N:186003117)

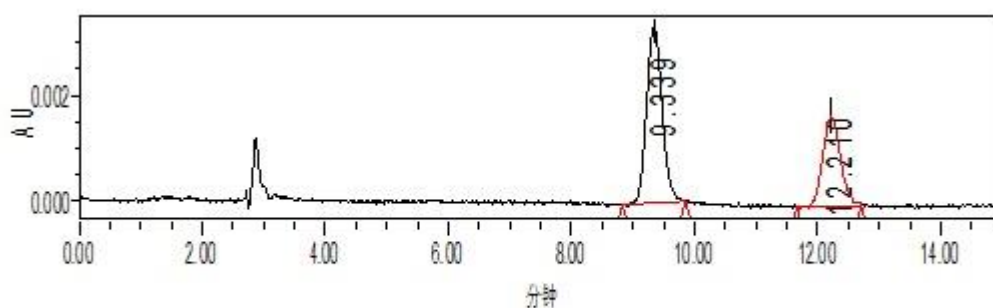
流速：1 mL

检测器：2998

紫外波长：320nm

进样量：20μL

柱温：30℃



3-甲基喹噁啉-2-羧酸和喹噁啉-2-羧酸分离图谱