

SCIEX LC-MS/MS系统对鸡肉中甲硝唑和氯霉素同时定量分析

Simultaneous quantitative analysis of metronidazole and chloramphenicol in chicken by SCIEX LC-MS/MS

孙雯雯, 赵祥龙, 李立军, 郭立海

Sun Wenwen, Zhao Xianglong, Li Lijun, Guo Lihai

SCIEX中国应用支持中心

SCIEX China

Keywords: metronidazole, chloramphenicol, MRM, chicken

引言

甲硝唑为抗阿米巴药、抗滴虫药、抗厌氧菌药,在我国GB 31650-2019中规定,甲硝唑允许用于治疗动物疾病,但不得在动物源性食品中检出^[1]。氯霉素属于酰胺醇类广谱抗生素,在农业部235公告中规定氯霉素禁止使用,在动物源食品中不得检出。在美国和欧盟的大多数国家,氯霉素和甲硝唑也被禁止使用^[2]。

SCIEX推出基于三重四极杆技术的鸡肉中甲硝唑和氯霉素的检测方法,本方法可实现一针进样,正负切换同时检测甲硝唑和氯霉素,实验数据显示该方法卓越的检测灵敏度,良好的重现性,定量限远远满足检测要求。

实验方法

样品处理:

鸡肉经沉淀蛋白、乙酸乙酯提取后,采用MCS固相萃取柱净化,用乙酸乙酯洗脱氯霉素,吹干复溶后正己烷除酯,乙酸乙酯萃取,再次吹干复溶后LC-MS/MS测定;5%氯化甲醇洗脱甲硝唑,吹干复溶后LC-MS/MS测定,内标法定量。

液相条件:

色谱柱: Phenomenex Kinetex F5, 2.6 μ m, 3.0 \times 50 mm

流动相A: 水

流动相B: 乙腈

流速: 0.6 mL/min

柱温: 40 $^{\circ}$ C

洗脱程序:

时间	A%	B%
0	90	10
0.5	90	10
2	10	90
3	10	90
3.2	90	10
5	90	10

质谱条件:

离子源: ESI

气帘气CUR: 30 psi;

碰撞气CAD: Medium;

IS电压: 5500 V/-4500 V;

源温度: 550 $^{\circ}$ C;

雾化气GAS 1: 55 psi;

辅助气GAS 2: 60 psi

表1. 离子对信息。

序号	中文名称	Q1	Q3	名称ID	去簇电压 DP	碰撞能量 CE
1	甲硝唑	172.2	128.1	Metronidazole 1	50	20
		172.2	82.1	Metronidazole 2	50	37
2	氯霉素	176.2	128.1	D4- Metronidazole	50	20
		321.0	152.0	Chloramphenicol 1	-75	-24
		321.0	257.0	Chloramphenicol 2	-75	-17
	D5-氯霉素	326.0	157	D5-Chloramphenicol	-75	-24

实验结果:

1 线性范围和检出限

甲硝唑和氯霉素在0.025~50 ng/mL范围内均具有良好的线性, 线性相关系数 r 大于0.9999。检出限0.01 ng/mL。

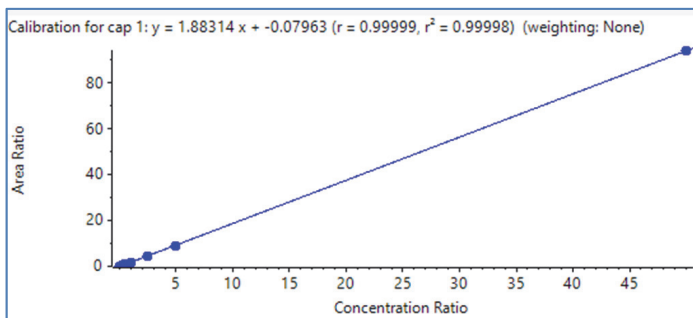


图1. 氯霉素的线性。

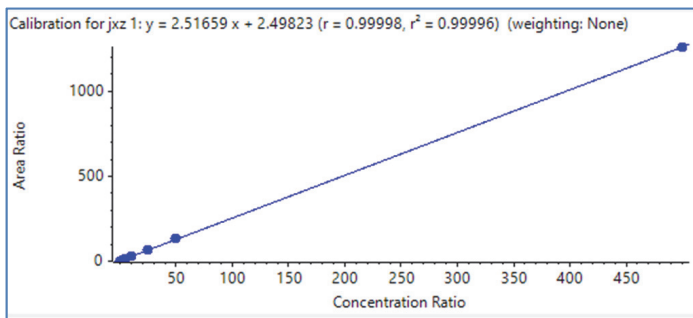


图2. 甲硝唑的线性。

2 重复性

0.25 ng/mL混合标准溶液连续进样6针, 甲硝唑的RSD为2.70%, 氯霉素RSD为2.73%表明该检测方法重现性良好, 数据稳定可靠。

3 回收率

称取阴性鸡肉样品经行加标回收实验, 加标水平分别0.2 $\mu\text{g/mL}$, 0.8 $\mu\text{g/mL}$, 1.6 $\mu\text{g/mL}$, 每个加标水平设置一个平行, 回收率范围91.5%-99.4%。

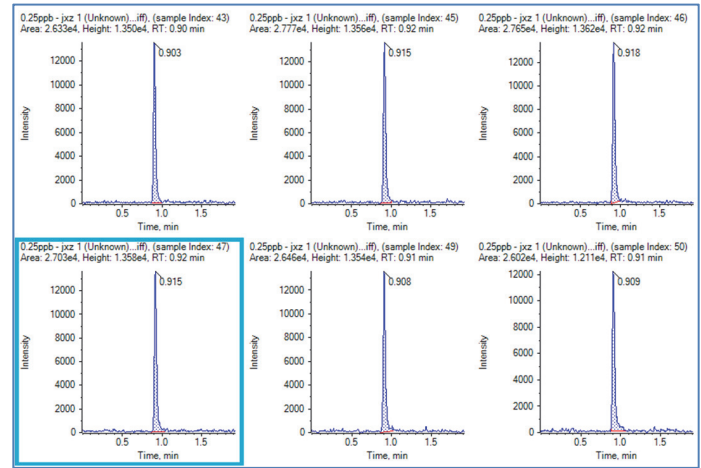


图3. 0.25 ng/mL甲硝唑的色谱图。

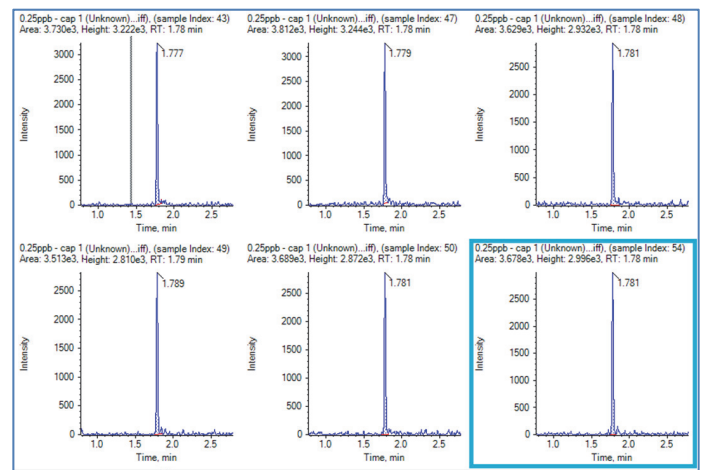


图4. 0.25 ng/mL氯霉素的色谱图。

小结:

本实验基于SCIEX三重四极杆质谱技术建立了一针进样, 正负切换同时检测鸡肉中甲硝唑和氯霉素的LC-MS/MS检测方案。实验数据显示该方法灵敏度高, 重现性好, 定量限远远满足检测要求, 可以用来进行鸡肉中甲硝唑和氯霉素的快速测定。

参考文献:

- [1] 张丽媛, 周 剑, 王 敏等. 液相色谱-串联质谱法测定鸡肉和鸡蛋中 3 种硝基咪唑类药物[J]. 食品安全质量检测学报, 2019,10(14):4508-4516.
- [2] 徐飞, 刘峰, 张亚军, 关光玉. 超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡肉和鸡蛋中氯霉素和甲硝唑[J]. 中国食品卫生杂志, 2016, 28(6):759-762

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，也包括相关的标识、标志的所有权，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。© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

RUO-MKT-02-12047-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
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
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
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
官网: sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话: 020-8510-0200
传真: 020-3876-0835
官方微信: [ABSciex-China](https://www.absciex.com.cn)