

SCIEX Triple Quad™液质联用系统对动物源性食品中酰胺醇类药物及其代谢物的测定

Determination of amphenicols and metabolite residues in animal derived food by SCIEX Triple Quad™ system

张景然, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海
Zhang Jingran, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai
SCIEX应用技术中心, 北京;

Key words: 动物源性食品, 酰胺醇类药物, 氟苯尼考, 氯霉素, 氟苯尼考, 甲砒霉素, Triple Quad液质联用系统

前言

酰胺醇类药物是畜禽生产中常用的广谱高效抗生素, 在动物源性食品检测中存在残留超标风险。酰胺醇类药物的主要代表有氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考等, 在《食品中兽药最大残留限量》GB31650-2019和GB31650.1-2022中均有涉及酰胺醇类药物的残留限量, 其中氟苯尼考的残留标志物为氟苯尼考及其代谢物氟苯尼考胺之和。

在同期发布的检测标准方法中共有4个涉及酰胺醇类药物的检测, 分别为《动物性食品中氯霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》(GB31658.2-2021), 《动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》(GB31658.5-2021), 《水产品中氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺残留量的测定 气相色谱法》(GB31656.16-2021)和《动物性食品中酰胺醇类药物及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》(GB31658.20-2022)。其中GB31658.20-2022前处理方法简单, 同时检测分析4种常见酰胺醇类药物及其代谢物。

本实验基于SCIEX Triple Quad液质联用系统, 建立了动物源性食品中4种常见酰胺醇类药物及其代谢物的检测方案, 该方案具有以下特点:

1. 方法简单快速, 动物源性食品经过简单前处理后, 一针进样正

负切换即可完成氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考及氟苯尼考胺的同时定量检测;

2. 灵敏度高, 4种酰胺醇类药物及其代谢物的定量限均低于目前标准中的定量限要求;
3. 稳定性好, 4种酰胺醇类药物及其代谢物的线性关系良好, 相关系数均大于0.995;

前处理方法

称取2 g试样于50 mL离心管中, 加入内标工作液, 再加入2%氯化乙酸乙酯溶液, 涡旋振荡10 min, 8000 r/min离心5 min, 转移上清液后残渣用2%氯化乙酸乙酯重复提取一次。合并两次提取液于50°C氮气吹干, 用20%甲醇溶液复溶后, 过0.22 μm滤膜, 上机检测^[1]。

液相方法

色谱柱: Gemini C18 (3.0 × 100 mm, 3 μm);

流动相A: 水 (0.0025%氨水);

流动相B: 甲醇;

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

表1. 流动相梯度程序

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	90	10
1	90	10
6	5	95
8	5	95
8.1	90	10
10	90	10

质谱方法

质谱型号: SCIEX Triple Quad液质联用系统;

离子源: ESI源, 正/负模式;

离子源参数:

IS电压: 5500/-3000V

气帘气: 35psi

雾化气GS1: 40psi

辅助气GS2: 50psi

源温度TEM: 600°C

碰撞气CAD: Medium

结果与讨论

1. 四种酰胺醇类药物及其代谢物典型典型色谱图

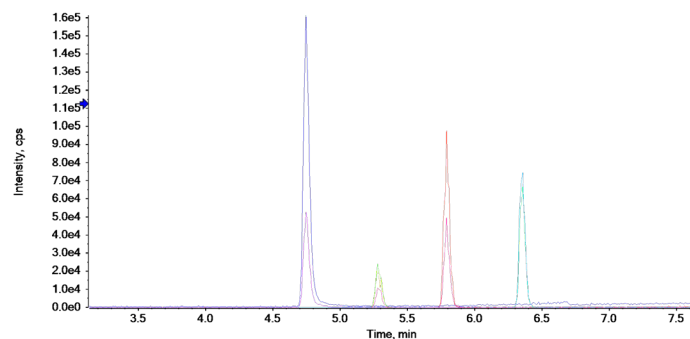


图1. 四种酰胺醇类药物及其代谢物典型色谱图

2. 四种酰胺醇类药物及其代谢物线性关系

采用空白溶剂配制4种酰胺醇类药物及其代谢物的系列标准曲线, 4种化合物线性关系良好, 相关系数大于0.995。

表2. 化合物MRM方法

Q1	Q3	TIME, min	ID	DP	EP	CE	CXP
248.1	230	4.75	FBNKA-1	30	10	20	12
248.1	130.1	4.75	FBNKA-2	30	10	30	4
251.1	233	4.75	FBNKA D3	40	10	20	4
355.9	185	5.75	FBNK-1	-50	-10	-20	-12
355.9	336.1	5.75	FBNK-2	-50	-10	-14	-12
359.2	184.9	5.75	FBNK D3	-60	-10	-20	-12
354.1	290.1	5.28	JFMS-1	-60	-10	-18	-16
354.1	185	5.28	JFMS-2	-60	-10	-28	-16
357	292.9	5.28	JFMS D3	-60	-10	-16	-8
321.1	151.9	6.37	LMS-1	-70	-10	-24	-16
321.1	257	6.37	LMS-2	-60	-10	-17	-8
326	156.9	6.37	LMS D5	-70	-10	-24	-8

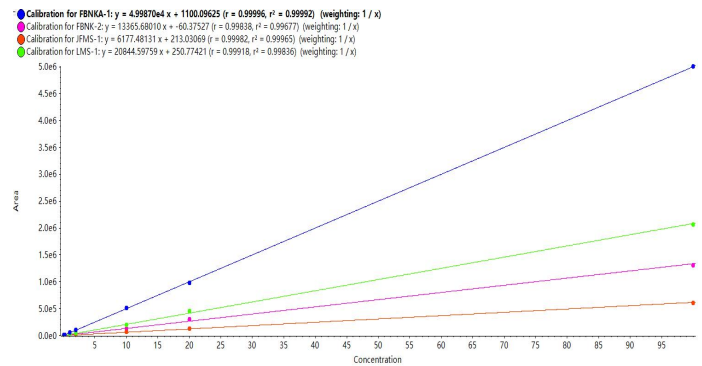


图2. 四种酰胺醇类药物及其代谢物线性方程及相关系数

3. 流动相的选择

氟苯尼考胺的色谱选择性受流动相添加剂影响很大, 实验过程中对比了乙腈-水, 乙腈-甲酸水和乙腈-氨水水三种流动相体系发现, 在乙腈-水体系下氟苯尼考胺峰展宽严重, 乙腈-氨水水体系下氟苯尼考胺色谱保留更好, 响应更好, 为了提高方法的抗基质干扰能力, 最终选择了乙腈-氨水水体系作为流动相。

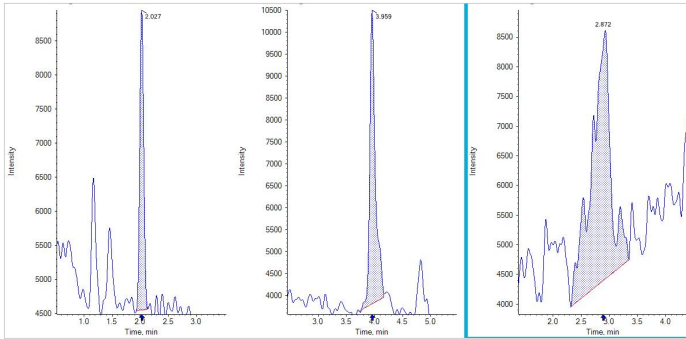


图3. 不同流动相体系氟苯尼考胺内标色谱图
(左: 乙腈-甲酸水; 中: 乙腈-氨水水; 右: 乙腈-水)

4. 基质效应的考察

为了兼顾四种酰胺醇类药物及其代谢物的同时检测, 本实验采用直接提取的前处理方法, 基于仪器强大的抗基质干扰能力, 可以满足大部分基质的检测要求。在遇到特别复杂的基质时, 基于方法的高灵敏度, 也可以通过稀释提取液的简单处理降低基质效应影响, 满足检测需求。

总结

本实验采用SCIEX Triple Quad液质联用系统, 实现一针进样正负切换同时检测氯霉素、甲磺霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺, 前处理简单快速, 方法灵敏度高, 稳定性好, 满足动物源性食品中酰胺醇类药物及其代谢物检测需求。

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. 或在美利和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15840-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: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)

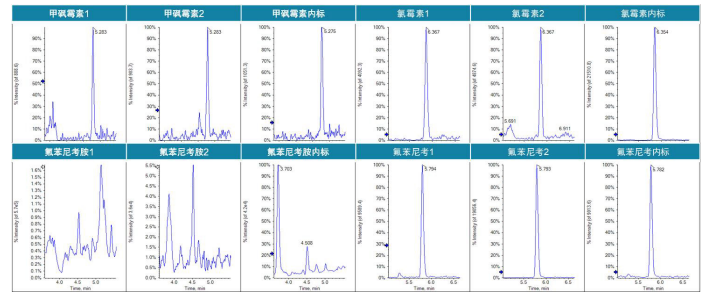


图4. 鸭肝基质加标样品四种酰胺醇类药物及其代谢物色谱图

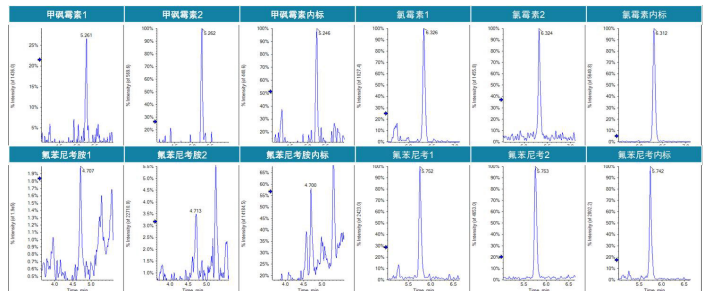


图5. 鸭肝基质加标样品稀释4倍后四种酰胺醇类药物及其代谢物色谱图

参考文献

- [1] 《动物性食品中酰胺醇类药物及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》(GB31658.20-2022)