

GC-MS/MS 法测定猪肉中瘦肉精含量

GCMSMS-009

摘要：建立了猪肉中盐酸克伦特罗、沙丁胺醇和莱克多巴胺的三重四极杆气质联用仪 GC-MS/MS 的检测方法。样品经提取后，用稀盐酸反萃取，萃取液调 pH 至 5.2 后用 SCX 固相萃取柱净化，分离的残留物经 BSTFA:TMCS (99:1) 衍生化试剂衍生后进 GC-MS/MS 测定。在 0.2~10 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，线性良好，相关系数在 0.999 以上。1 $\mu\text{g/kg}$ 和 5 $\mu\text{g/kg}$ 的加标浓度下，回收率均大于 70%，三种组分的检出限为 0.003~0.008 $\mu\text{g/kg}$ ，完全满足日常食品安全监管工作的要求。

关键词：GC-MS/MS 猪肉 瘦肉精

盐酸克伦特罗、沙丁胺醇和莱克多巴胺属于 β -受体激动剂， β -受体激动剂虽然有一定的药用价值，但剂量过大，会对人和动物产生巨大副作用。目前，一些不法商贩将剂量加大至药用剂量的 5~10 倍，并延长使用期，以提高家畜的生成速度和瘦肉率，获取暴利。由于 β -受体激动剂难分解，一旦被食用后，会产生明显中毒症状。因此，动物组织中 β -受体激动剂的检测是一项重要的食品安全监管工作。

目前， β -受体激动剂的常用检测方法有酶联免疫法、HPLC 法、LC-MS 法、GCMS 法等。由于 GC-MS/MS 的灵敏度显著高于 GCMS 法，同时可以减少样品基质对测定结果的影响，因此，本文建立了利用 GC-MS/MS 法测定猪肉中盐酸克伦特罗、沙丁胺醇和莱克多巴胺的方法，具有灵敏、准确、稳定的特点，可方便应用于日常的食品安全监管工作中。

实验部分

1.1 仪器

三重四极杆气质联用仪：GCMS-TQ8030
(岛津公司)

1.2 分析条件

GC-MS/MS 条件

色谱柱：Rxi-5 Sil MS, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

柱温程序：70 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) _ (25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$)_230 $^{\circ}\text{C}$ (5 min) _ (25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$)_280 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)

载气控制方式：恒线速度方式

载气线速度：35 cm/sec

进样方式：不分流进样 (1 min)

高压进样：250 kPa (1 min)

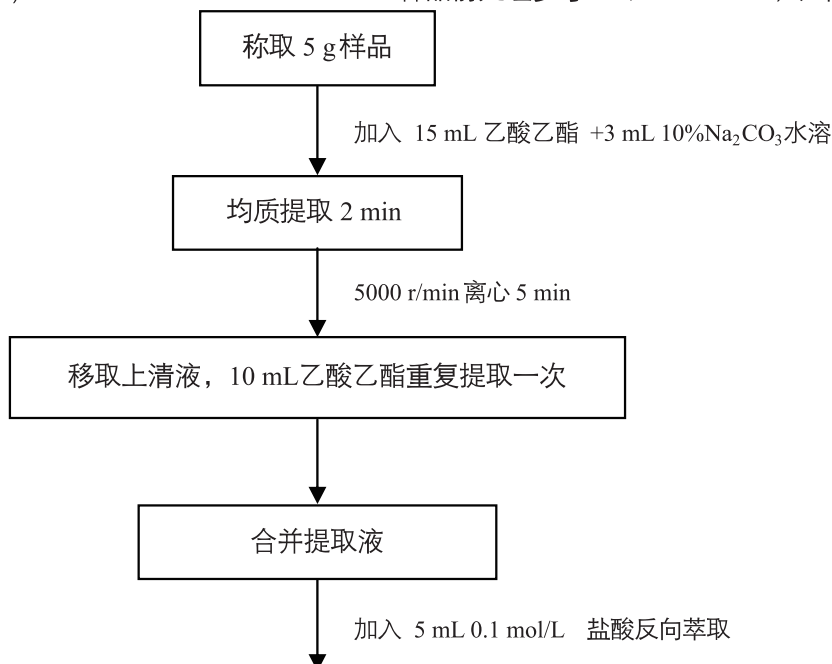
离子源：230 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

MRM 采集条件见表 1

1.3 样品制备

样品前处理参考 NY/T 468-2006，如图 1 所示。



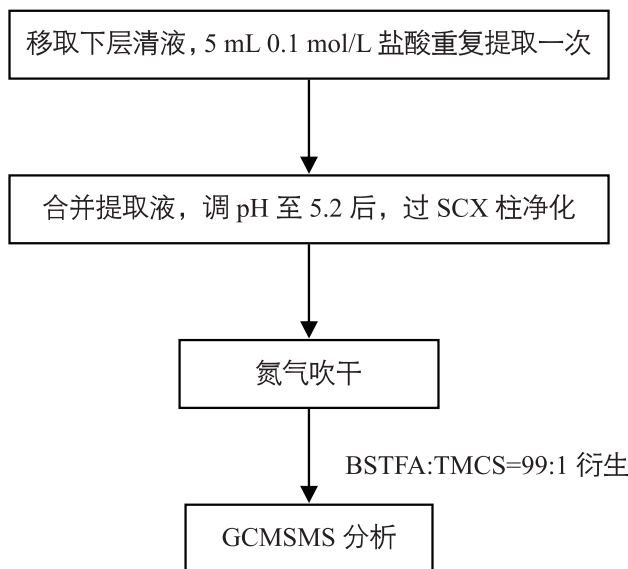


图 1 样品前处理流程图

注: BSTFA:TMCS 为 N,O- 双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺:三甲基氯硅烷

表 1 组分保留时间及 MRM 参数

编号	保留时间	化合物名称	定量离子 (CE)	定性离子 (CE)
1	9.545	盐酸克伦特罗	86>30 (7)	86>57 (12)
2	9.615	沙丁胺醇	86>30 (7)	86>57 (12)
3	17.145	莱克多巴胺	250>58 (15)	267>73 (20)

结果

2.1 标准样品谱图

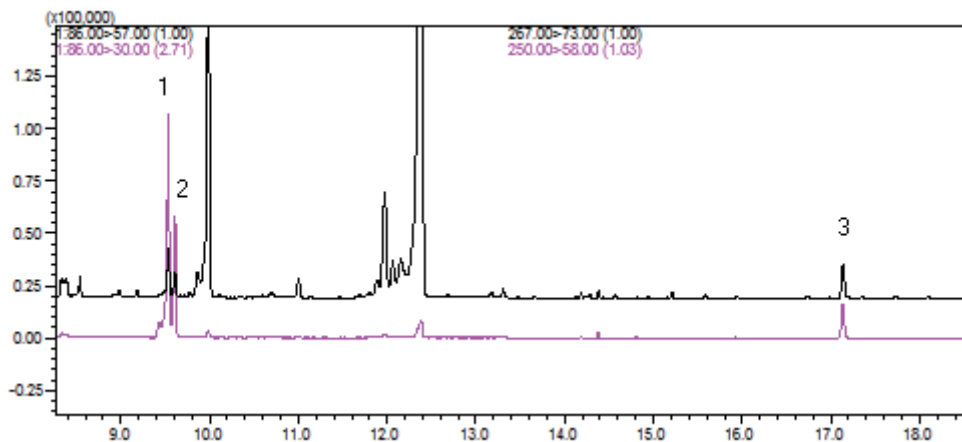


图 2 10 µg/L 标样的 MRM 图

1 盐酸克伦特罗 2 沙丁胺醇 3 莱克多巴胺

2.2 标准曲线

使用正己烷分别配制浓度为 0.2、0.5、1、2、5、10 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液，在 40 $^{\circ}\text{C}$ 下氮吹吹干后，加入 100 μL 甲苯和 100 μL BSTFA:TMCA=99:1，在 80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中加热衍生 1 h，衍生结束冷却后加入 0.3 mL 甲苯转入进样瓶中，进行 GC-MS/MS 分析。以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线如下图所示，检出限以 3 倍信噪比计算，峰面积的重现性以 10 $\mu\text{g/L}$ 的标准样品连续进样 6 次，计算其相对标准偏差 (RSD)。标准曲线的相关系数、最低检出限 (LOD) 及峰面积的 RSD 见表 2。

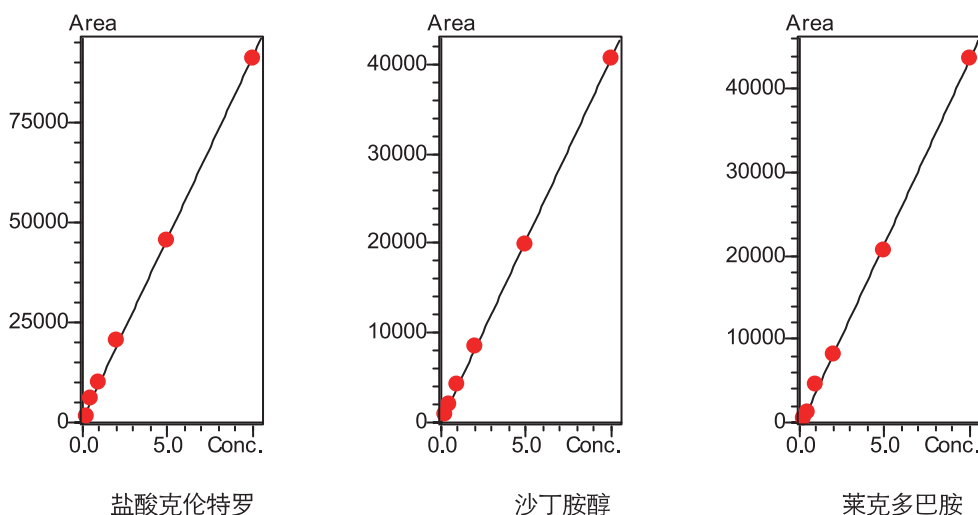


表 2 各物质标准曲线相关系数、最低检出限 (LOD) 及峰面积的 RSD (%)

编号	化合物名称	相关系数 r	LOD ($\mu\text{g/kg}$)	RSD%(n=6)
1	盐酸克伦特罗	0.9996	0.008	2.29
2	沙丁胺醇	0.9997	0.006	1.67
3	莱克多巴胺	0.9995	0.003	2.07

2.3 回收率

在空白猪肉基质中加入三种组分的混标，添加浓度为 1 $\mu\text{g/kg}$ 和 5 $\mu\text{g/kg}$ ，分别平行处理 3 份，猪肉中各组分加标回收率 (3 次平行样平均回收率及 RSD%) 结果见表 3。

表 3 猪肉加标回收率

编号	化合物名称	加标量 1 $\mu\text{g/kg}$		加标量 5 $\mu\text{g/kg}$	
		平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	盐酸克伦特罗	72.4	7.89	82.3	5.26
2	沙丁胺醇	71.6	5.24	85.2	6.18
3	莱克多巴胺	78.9	4.18	89.7	2.46

结论

使用岛津公司 GCMS-TQ8030 三重四极杆气质联用仪对猪肉中 3 种 β -受体激动剂进行定量分析。该方法具有检测限低、重现性好、回收率高等特点，同时也可以减少猪肉基质干扰所出现的假阳性现象，在 1 $\mu\text{g/kg}$ 和 5 $\mu\text{g/kg}$ 的加标浓度下，三种 β -受体激动剂的回收率均在 70.0% 以上，适合于猪肉等动物组织中该类物质的定性及定量测定，完全满足日常食品安全监管工作的要求。