

LC-MS/MS 测定动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量

LCMSMS-622

摘要： 本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪测定动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的方法，该方法可在 5 min 内完成对目标物的检测。氟苯尼考及氟苯尼考胺在 10.0 ng/mL~1000.0 ng/mL 浓度范围内线性良好，校准曲线线性相关系数 r 在 0.99 以上，且精密度和回收率实验结果均符合标准要求。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的快速检测。

关键词： 三重四极杆质谱 猪肉 氟苯尼考 氟苯尼考胺

氟苯尼考，又称氟甲砜霉素，是一种氯霉素类药物专用广谱抗生素，氟苯尼考以其广谱、高效、迅速吸收、分布广泛等特点，在国内外畜牧上迅速获得广泛的应用。但由于人们长期食用含有此类药物的食品易引起中毒而被要求限量使用。

氟苯尼考在动物体内有多种代谢物。其中，氟苯尼考胺是氟苯尼考在机体内的主要代谢产物。目前已有许多国家将氟苯尼考胺作为氟苯尼考的残留标志物。

本文参照《食品安全国家标准 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》报批稿，建立了使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪测定动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的测定方法。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的快速检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用超高效液相色谱仪 LC-40B X3 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。

具体配置为：

系统控制器：CBM-40 自动进样器：SIL-40C X3
 输液泵：LC-40B X3 ×2 质谱仪：LCMS-8045
 柱温箱：CTO-40S 色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99 SP2

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：InertSustain-AQ C18 (100 mm×2.1 mm I.D., 1.9 μm)

流动相：A 相 - 水；B 相 - 乙腈 流速：0.40 mL/min

柱温：40°C 进样体积：3.0 μL

洗脱方式：梯度洗脱，初始浓度为 B 相 5%，洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
0.50	Pumps	Pump B Conc.	5
1.50	Pumps	Pump B Conc.	100
2.60	Pumps	Pump B Conc.	100
2.70	Pumps	Pump B Conc.	5
4.50	Controller	Stop	

质谱条件

离子源: ESI (±)	DL 管温度: 250°C
离子源接口电压: 4.0 kV	加热模块温度: 400°C
雾化气: 氮气 3.0 L/min	接口温度: 300°C
干燥气: 氮气 10 L/min	扫描模式: 多反应监测 (MRM)
加热气: 空气 10 L/min	MRM 参数: 见表 2
碰撞气: 氩气 (230 kPa)	驻留时间: 93 ms

表 2 MRM 参数

#	化合物名称	监测离子对	Q1 pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	氟苯尼考	356.00>336.00*	26.0	10.0	16.0
		356.00>185.00	25.0	19.0	20.0
2	氟苯尼考胺	248.10>230.05*	-10.0	-12.0	-24.0
		248.10>130.20	-10.0	-25.0	-23.0
3	D5-CAP	326.10>157.05	12.0	17.0	16.0

注: * 表示定量离子对

1.3 标准溶液的配制

取市售浓度为 100 µg/mL 氟苯尼考以及氟苯尼考胺混合标准溶液适量, 用乙腈稀释至刻度, 制成浓度为 10 µg/mL 混合标准工作液。2 ~ 8°C 保存, 有效期 1 个月。

1.4 样品前处理方法

参考《食品安全国家标准 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》报批稿, 样品照如下流程处理。

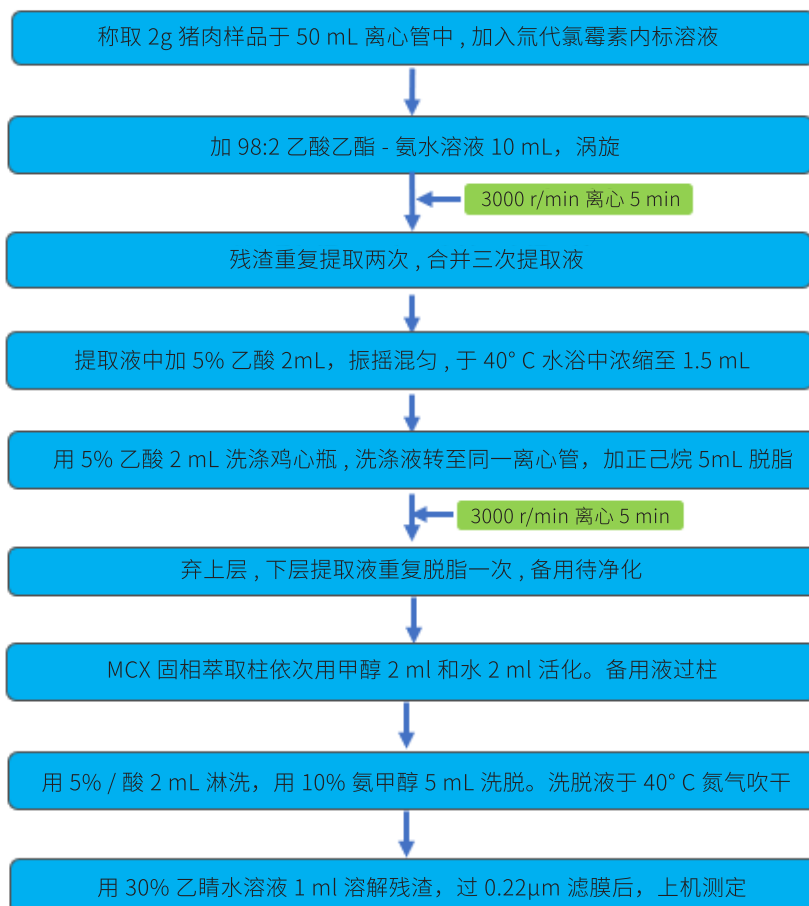


图 1 样品前处理流程

结果与讨论

2.1 标准样品的 MRM 色谱图

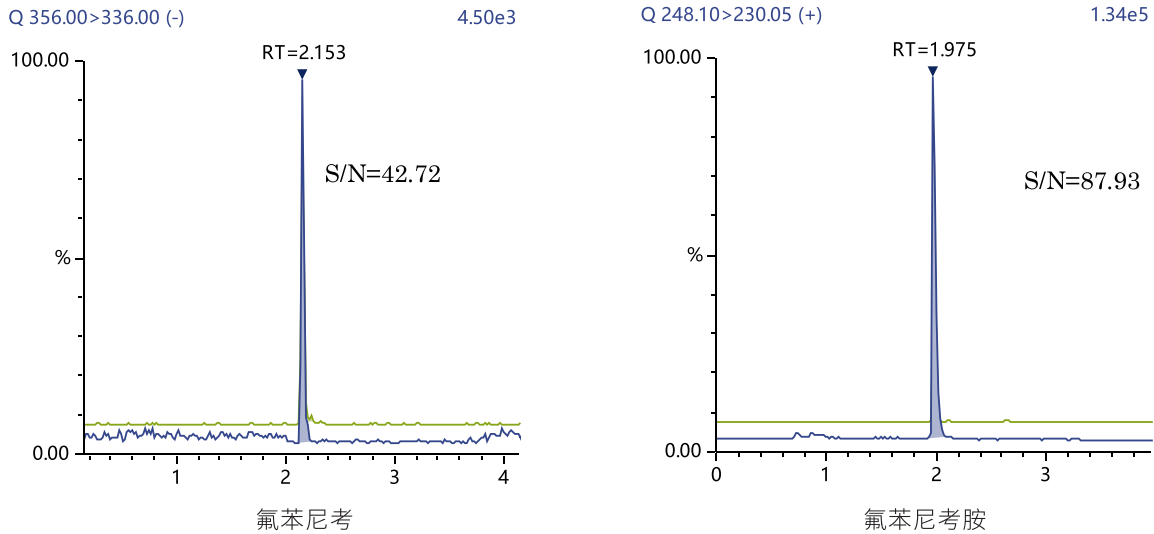


图2 标准品 MRM 色谱图 (浓度 5 ng/mL)

2.2 线性范围与检出限

精密量取 10 $\mu\text{g/mL}$ 混合标准工作液适量, 依次加入 6 份经提取和净化处理的空白猪肉样品中, 同时分别加入 100 ng/mL 氘代氯霉素内标溶液 100 μL , 加 30% 乙腈水溶液溶解并稀释至 1.0 mL, 配制成浓度为 10、50、100、200、500 和 1000 ng/mL 的基质匹配系列标准溶液。以待测物特征离子峰面积为纵坐标, 标准溶液浓度为横坐标, 外标法绘制校准曲线, 所得校准曲线线性关系良好, 如图 3 所示。根据 $\text{MDL} = 3.3 \text{ S/N}$ 计算检出限, 线性方程及相关系数见表 3。

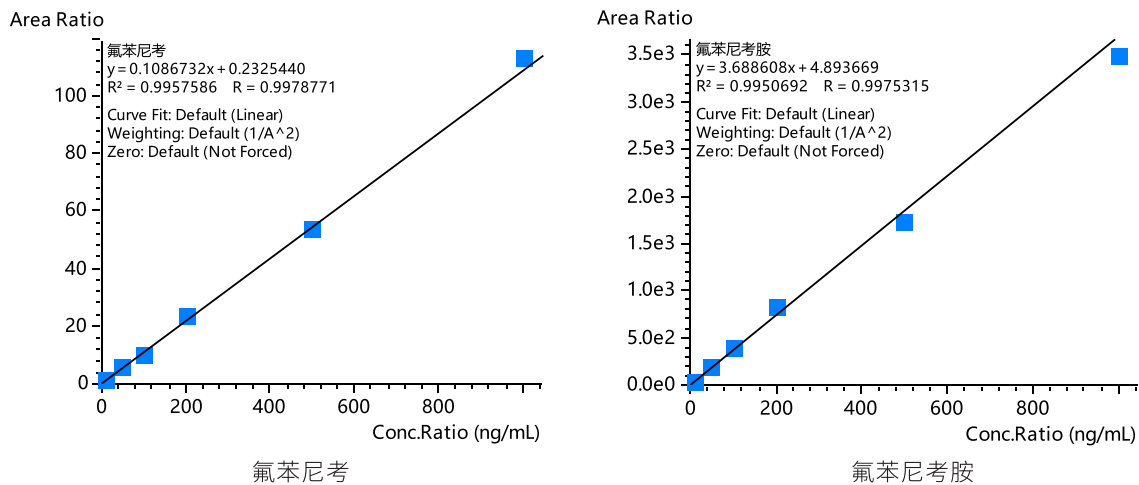


图3 校准曲线

表3 校准曲线与检出限信息

#	化合物	R	线性范围 (ng/mL)	检出限 ($\mu\text{g/kg}$)	准确度 (%)
1	氟苯尼考	0.9978	10.0~1000.0	0.193	90.5-104.3
2	氟苯尼考胺	0.9975	10.0~1000.0	0.093	93.4-111.5

2.3 精密度

对浓度为 10 ng/mL 的氟苯尼考以及氟苯尼考胺标准工作液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 4 所示。结果显示：氟苯尼考以及氟苯尼考胺保留时间 RSD< 0.2%，峰面积的 RSD< 5.0%，仪器精密度良好。

2.4 回收率

称取空白猪肉样品，加入氟苯尼考以及氟苯尼考胺标准溶液，使加标浓度为 0.060 mg/kg。按照 1.4 样品前处理方法提取净化后，测定氟苯尼考以及氟苯尼考胺的加标回收率。空白猪肉样品和加标猪肉样品 MRM 色谱图如图 4 所示，加标回收率结果见表 4。

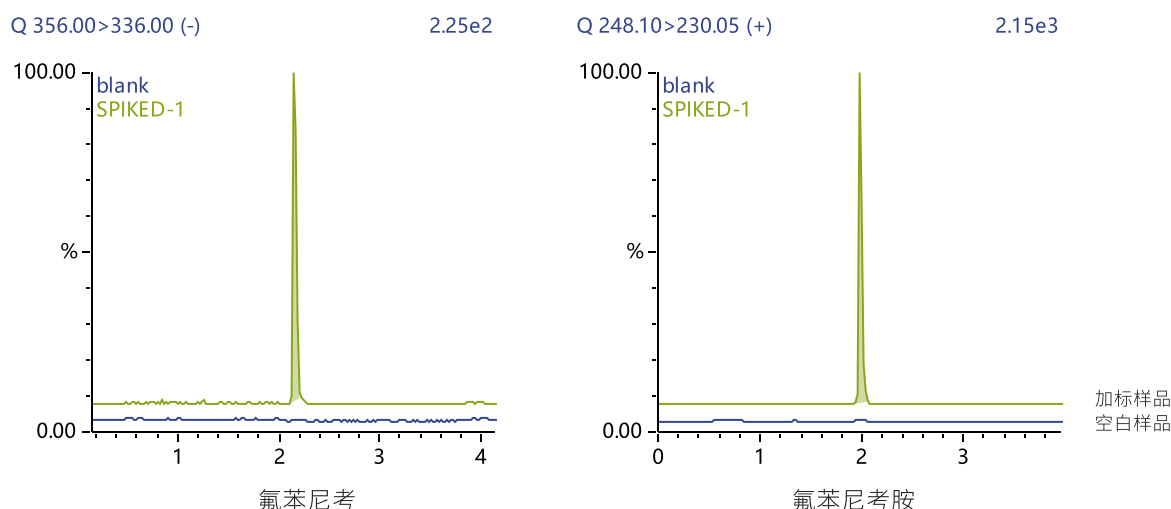


图 4 空白猪肉样品和加标浓度为 0.060 mg/kg 猪肉样品 MRM 色谱图

表 4 重复性和回收率结果

#	中文名称	保留时间 RSD(%)	面积 RSD (%)	平均回收率 %	回收率 RSD(%)
1	氟苯尼考	0.11	4.63	102.3	0.50
2	氟苯尼考胺	0.12	1.47	93.27	4.42

* 重复性 n=6, 回收率 n=3

■ 结论

本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪测定动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的方法，该方法可在 5 min 内完成对目标物的检测。氟苯尼考及氟苯尼考胺在 10.0 ng/mL~1000.0 ng/mL 浓度范围内线性良好，校准曲线线性相关系数 r 在 0.99 以上，氟苯尼考以及氟苯尼考胺保留时间 RSD< 0.2%，峰面积的 RSD< 5.0%，精密度和回收率实验结果均符合标准要求。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于动物性食品中氟苯尼考及氟苯尼考胺残留量的快速检测。

岛津应用云

