

LCMS-8050 测定鸡肉中氯霉素的含量

LCMSMS-464

摘要： 本文使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱仪 LCMS-8050，建立了鸡肉中氯霉素的定量分析方法。参考《ISO/AWI 13493：肉与肉制品中氯霉素含量的检测方法》标准，鸡肉样品经乙酸乙酯提取，氮吹浓缩，流动相初始比例溶液复溶，正己烷萃取，液相色谱 - 串联质谱测定，内标法定量。结果显示氯霉素线性良好，标准曲线相关系数 ≥ 0.9999 ，准确度在 97.3~106.4% 之间。0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度的加标回收率在 91.1 ~ 93.81% 之间。该方法可满足鸡肉样品中氯霉素的定性定量测定。

关键词： LCMS-8050 兽药残留 鸡肉 氯霉素

氯霉素 (chloramphenicol, CAP) 是由委内瑞拉链丝菌产生的一种光谱抗生素，抑菌效果好、价格低廉，曾广泛应用于各类动物源性食品生产过程中。但是氯霉素对造血系统有毒性反应，长期食用氯霉素残留超标食品可能导致消化机能紊乱、再生障碍性贫血和血小板减少、肝损伤等健康危害。因此，美国、日本等许多国家都将氯霉素列为违禁药品，我国也规定氯霉素在动物源性食品中不得检出。

目前用于氯霉素监测的方法有气相色谱法、竞争

性 ELISA 法、高效液相色谱串联质谱法，为了提高检测的准确度和灵敏度，越来越多的检测中心逐步开发出用于氯霉素药物浓度监测的高效液相色谱串联质谱法。

本文参考《ISO/AWI 13493：肉与肉制品中氯霉素含量的检测方法》标准，建立了基于岛津 LCMS-8050 的鸡肉中氯霉素的测定方法。该方法快速、稳定，适合动物性食品中氯霉素的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津超高效液相色谱与三重四极杆质谱仪联用系统 LCMS-8050。具体配置为 LC-30AD_{CL} × 2 (输液泵)，DGU-20A_{5RCL} (在线脱气机)，SIL-30AC_{MPCL} (自动进样器)，CTO-30A_{CL} (柱温箱)，CBM-20A_{CL} 系统控制器，LCMS-8050 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.81 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shimadzu Shim-pack GIST C18 (150 mm × 2.1 mm I.D., 5 μm) Shimadzu SGLC, P/N: 227-30014-07

流动相：流动相 A- 水 流动相 B- 乙腈

流速：0.3 mL/min

柱温：30°C

进样量：20 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 10%，时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
2	Pumps	Pump B Conc.	10
6	Pumps	Pump B Conc.	80
7	Pumps	Pump B Conc.	80
7.1	Pumps	Pump B Conc.	10
10	Controller	Stop	

1.4.2 标准曲线配制

分别取氯霉素标准品溶液适量，用初始比例流动相溶液稀释成氯霉素浓度为 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 $\mu\text{g/L}$ 系列混合标准工作液，其中含氯霉素 -D5 的浓度分别为 0.5 $\mu\text{g/L}$ ，待上机分析。

■ 结果讨论

2.1 标品色谱图

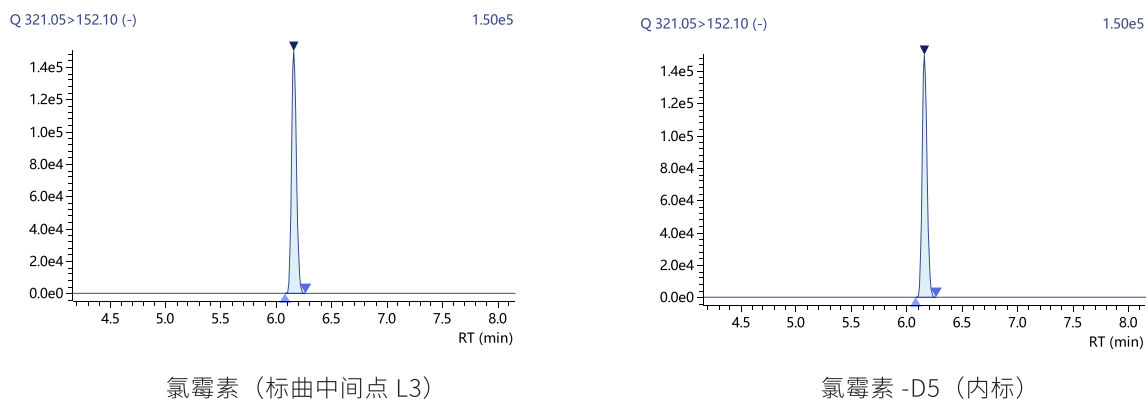


图 1 氯霉素及相应内标色谱图

2.2 线性关系

对系列混合标准曲线溶液进行分析，以面积比为纵坐标，浓度比为横坐标，进行线性拟合。结果如图 2 所示，氯霉素在 0.25-10 $\mu\text{g/L}$ 范围内，线性良好，线性相关系数均 > 0.9999 ，准确度在 97.3-106.4% 之间。

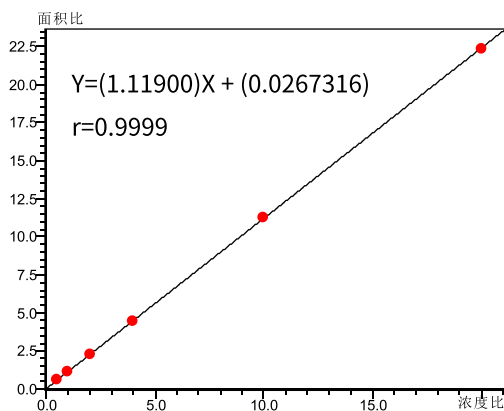


图 2 氯霉素标准曲线

2.3 重复性考察

对 0.25、1、10 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液连续分析 6 次，计算保留时间和峰面积的 RSD。结果见表 3，氯霉素的保留时间 $\text{RSD} < 0.05\%$ ，峰面积的 $\text{RSD} < 1.2\%$ 。仪器稳定性良好。

表 3 保留时间和面积 RSD

中文名称	浓度 (µg/L)	保留时间 RSD(%)	面积 RSD (%)
氯霉素	0.25	0.05	1.11
	1	0.05	0.16
	10	0.05	0.47

2.4 加标回收率考察

在鸡肉冻干粉样品上进行低、高水平 (0.1 µg/kg、1 µg/kg) 的加标回收试验。结果见表 4, 氯霉素平均回收率在 92.4 ~ 92.8% 之间。

表 4 鸡肉冻干粉加标回收率结果

中文名称	浓度 (µg/L)		保留时间 RSD(%)
	低水平 (0.1 µg/kg)	高水平 (1 µg/kg)	
氯霉素	92.4	92.75	

2.5 实际样品测定

采用上述方法测定某鸡肉冻干粉, 样品中检出氯霉素, 结果如表 5 所示。

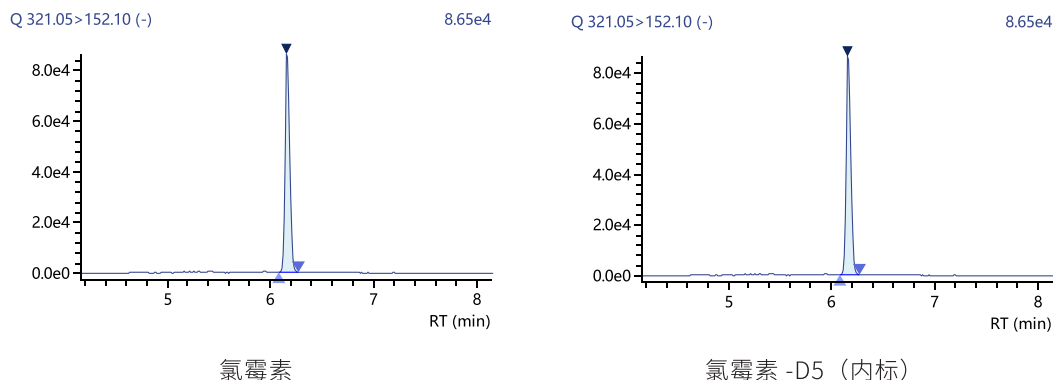


图 3 鸡肉冻干粉氯霉素及相应内标色谱图

表 5 鸡肉冻干粉检测结果

中文名称	测定 1 (µg/kg)	测定 2 (µg/kg)	平均值 (µg/kg)
氯霉素	0.174	0.176	0.175

■ 结论

本文使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱仪 LCMS-8050, 参考《ISO/AWI 13493: 肉与肉制品中氯霉素含量的检测方法 液相色谱 - 串联质谱法》标准, 建立了鸡肉中氯霉素的测定方法。该方法可供相关行业参考。

岛津应用云

