

动物源性食品中喹乙醇代谢物的测定解决方案

(参考 GB/T 20746-2006 牛、猪肝脏和肌肉中卡巴氧、喹乙醇及代谢物残留量的测定
液相色谱-串联质谱法)

喹乙醇是一种饲料添加剂，能提高饲料转化率，促进牲畜生长。但对大多数动物有明显的致畸作用，对人也有潜在致畸性，致突变，致癌作用。因此喹乙醇在美国和欧盟都被禁止用作饲料添加剂。《中国兽药典》(2005 版)也有明确规定，喹乙醇被禁止用于家禽及水产养殖。

喹乙醇在体内不稳定，在动物体内能短时间内产生十多种代谢物，其中 3- 甲基喹噁啉-2-羧酸(MQCA) 是其主要代谢产物之一，在体内相对稳定，是国际食品法典委员会认定的标示残留物之一。我国农业部规定肌肉和肝脏组织中的最大残留限量分别为 4 µg/kg 和 50 µg/kg。

方法优势

迪马科技建立猪肉、猪肝等动物源性食品中喹乙醇代谢物解决方案，对比《GB/T 20746-2006 牛、猪肝脏和肌肉中卡巴氧、喹乙醇及代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》，本方案：

1. 不需要甲酸溶液消化、蛋白酶酶解、盐酸酸化等复杂操作步骤，采用 2%甲酸乙酸乙酯作为提取液，采用 ProElut PXA 固相萃取柱，水、甲醇淋洗，2%甲酸乙酸乙酯洗脱；
2. 简化前处理步骤，降低实验成本，节省大量时间，并降低基质效应的影响，回收率达 85%以上，保证实验结果的准确性、重现性；
3. 方法检出限为 0.27 µg/kg，较国标方法《GB/T 20746-2006 牛、猪肝脏和肌肉中卡巴氧、喹乙醇及代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》的方法检测限 0.5 µg/kg 低，可供广大分析工作者使用。

以下为详细解决方案，敬请参考！

1、适用范围

适用于猪肉、猪肝等动物源性食品中喹乙醇代谢物 3-甲基-喹噁啉-2-羧酸

的检测，检出限是 0.27 µg /kg，定量限是 0.63 µg /kg。

2、提取

- (1) 取 2.0 g 样品，加入 5 g 无水硫酸钠，搅匀，加入 15 mL 2%甲酸乙酸乙酯，涡旋混合，振荡 5 min，8000 rpm 下离心 2 min，收集上清液；
- (2) 将下层残留物用 10 mL 2% 甲酸乙酸乙酯按照步骤(1)重复提取一次，合并两次上清液；
- (3) 将上清液在 35 °C 水浴条件下，减压蒸至近干，再加入 10 mL 2 mo/L HCl 水溶液超声溶解，转移至 15 mL 离心管中，6000 rpm 下离心 2 min，取 5 mL 下层清液，待净化。

3、净化

ProElut PXA 150 mg/ 6 mL (**Cat.#68304**)

- a 活 化： 5 mL 甲醇，5 mL 水活化；
- b 上 样： 加入待净化液，弃去流出液；
- c 淋 洗： 加入 10 mL 水，5 mL 甲醇，弃去流出液；
- d 洗 脱： 加入 5 mL 2%甲酸乙酸乙酯，收集流出液；
- e 重新溶解： 将流出液在 35 °C 下减压蒸馏至干，用甲醇定容至 1 mL，供 LC-MS/MS 分析。

4、色谱条件

4.1 液相条件

色谱柱：Endeavorsil C18, 100 × 2.1 mm, 1.8 µm (**Cat.# 87003**)

流 速：0.2 mL/min

进样量：5 µL

柱 温：35 °C

流动相：0.2%甲酸水：乙腈=40：60

4.2 质谱条件

电离模式: ESI	扫描方式: 正离子扫描
检测方式: 多反应监测	电喷雾电压: 5500 V
雾化气压力: 50 psi	辅助气压力: 50 psi
气帘气压力: 20 psi	离子源温度: 500 °C

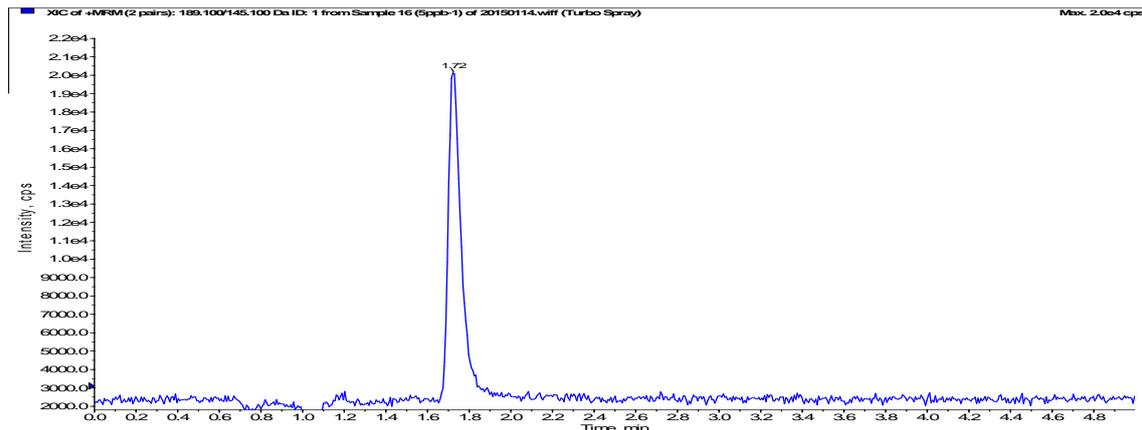
定性离子对、定量离子对、碰撞气能量及去簇电压见下表

药物名称	定性离子对 (m/z) (母离子/子离子)	定量离子对 (m/z) (母离子/子离子)	碰撞气能量/V	去簇电压/V
3-甲基-喹噁啉-2-羧酸	189.1/145.1	189.1/145.1	17	51
	189.1/142.9		19	

5、添加回收结果

猪肉和猪肝中喹乙醇代谢物 3-甲基-喹噁啉-2-羧酸的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

基质	分析物	添加水平(µg/kg)	回收率(%)
猪肉	3-甲基-喹噁啉-2-羧酸	1.0	92.7
	3-甲基-喹噁啉-2-羧酸	2.0	91.5
	3-甲基-喹噁啉-2-羧酸	5.0	88.0
猪肝	3-甲基-喹噁啉-2-羧酸	1.0	97.9
	3-甲基-喹噁啉-2-羧酸	2.0	90.2
	3-甲基-喹噁啉-2-羧酸	5.0	93.8



3-甲基-喹噁啉-2-羧酸多反应监测色谱图

相关产品信息

货号	名称	规格
样品前处理		
68304	混合型阴离子萃取柱 ProElut PXA	150 mg/6 mL 30/pkg
244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1,3,6mL 柱管通用连接器	15/pkg
4806	考克(控制流量)	15/pkg
99011	真空/正压两用泵, 无油	1/pkg
99013	抽滤瓶套装 (包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pkg
30039	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 μm 100/pkg
30040	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.45 μm 100/pkg
色谱柱及保护柱		
87003	UHPLC 色谱柱 Endeavorsil C18	100 x 2.1 mm, 1.8 μm
HPLC 溶剂•缓冲盐•离子对试剂		
50101	乙腈 HPLC 级	4 L
50102	甲醇 HPLC 级	4 L
50104	乙酸乙酯 HPLC 级	4 L
50144	甲酸 HPLC 级	50 mL
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色	50 孔
52401A	瓶架/白色	50 孔
1034	样品瓶 (棕色/螺纹)	2 mL, 100/pkg
1035	样品瓶盖/含垫 (已经组装)	100/pkg
H80465	HPLC 进样针	25 μL

红色产品货号#30039、#30040、#1034、#1035 火热促销中

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657